

LAPORAN AKHIR

**PENELITIAN UNGGULAN PERGURUAN TINGGI
PROGRAM HIBAH DESENTRALISASI
TAHUN ANGGARAN 2013**



JUDUL

**SINTESIS NANOPARTIKEL LAPISAN AKTIF ZnO DALAM PENGEMBANGAN
BAHAN SOLAR CELL DENGAN METODE HYDROTHERMAL**

Tahun ke I dari rencana 2 tahun

Ketua Peneliti

Dr. Togar Saragi, MSi (NIDN 0026086803)

Anggota Peneliti

Dr. rer.nat Ayi Bahtiar, MSi

NIDN : 0029107002

Ir. Edward Simanjuntak, MT

NIDN : 0022106302

Sesuai dengan Keputusan a.n Rektor, Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat
Unpad tentang Penetapan Pelaksanaan Penugasan Skema Unggulan Perguruan Tinggi
Nomor: 19/UN6.R/PL/2014 tanggal 17 Januari 2014

UNIVERSITAS PADJADJARAN

NOVEMBER 2014

HALAMAN PENGESAHAN
PENELITIAN UNGGULAN PERGURUAN TINGGI

Judul Penelitian : Sintesis nanopartikel lapisan aktif ZnO dalam pengembangan bahan solar cell dengan metode hydrothermal

Kode>Nama Rumpun Ilmu : 111/Fisika

Bidang Unggulan PT : Energi: Diversifikasi dan Konservasi Energi

Topik Unggulan : UNPAD Smart Campus dengan Pemanfaatan Energi Terbarukan

Ketua Peneliti

A. Nama Lengkap : Dr. Togar Saragi, M.Si

B. NIDN : 0026086803

C. Jabatan Fungsional : Lektor

D. Program Studi : Fisika

E. Nomor HP : 081320592681

F. Surel (e-mail) : t.saragi@phys.unpad.ac.id

Anggota Peneliti (1)

A. Nama Lengkap : Dr.rer.nat. Ayi Bahtiar, M.Si

B. NIDN : 0029107002

C. Perguruan Tinggi : Universitas Padjadjaran

Anggota Peneliti (2)

A. Nama Lengkap : Edward Simanjuntak, ST, MT

B. NIDN : 0022106302

C. Perguruan Tinggi : Politeknik Negeri Bandung

Lama Penelitian Keseluruhan : 2 Tahun

Penelitian Tahun ke : 1

Biaya Penelitian Keseluruhan : Rp. 170.000.000,-

Biaya Tahun Berjalan : diusulkan ke DIKTI Rp. 80.000.000,-
- dana internal PT Rp. 0,-
- dana institusi lain Rp. 0,-
- inkind sebutkan 0

Mengetahui
Dekan FMIPA

(Prof. Dr. Budi Nurani, MS)
NIP: 19631223 198803 2 001

Menyetujui,
Ketua LPPM Unpad

(Prof. Dr. Wawan Hermawan, MS)
NIP: 19620527 198810 1 001

Jatinangor, 27 – 10 – 2014,
Ketua Peneliti



(Dr. TOGAR SARAGI, M.Si)
NIP: 19680826 199603 1 001

RINGKASAN

Penelitian tahun I ini secara umum dibagi dalam tiga kegiatan besar, yaitu: (1) pembelian komponen reaktor hydrothermal dengan kapasitas 100 ml yang dapat dioperasikan pada suhu 200°C, (2) dalam rentang pembelian komponen reaktor hydrothermal, maka dilakukan studi pendahuluan sintesis partikel bahan magnetik dengan metode sol-gel, sebuah metode yang sudah pernah dikembangkan pada penelitian sebelumnya, dan (3) *heating treatment* reaktor hydrothermal agar reaktor tersebut dapat digunakan dalam sintesis partikel. *Heating treatment* dilakukan pada suhu 100°C dengan volume reaktor 40% volume reaktor atau setara dengan 40 ml dalam sebuah oven pemanas. Sintesis partikel bahan magnet dengan metode sol-gel telah berhasil dilakukan. Partikel yang dihasilkan dikarakterisasi dengan UV-Vis, FTIR, TEM, XRD dan VSM, Dari hasil pengukuran UV-Vis diperoleh bahwa energi gap partikel cobalt ferrite adalah 2,96 eV. Dari hasil pengukuran FTIR diperoleh bahwa spektrum gugus/ikatan $\nu(\text{M-O})$, dimana M adalah Co atau Fe ditunjukkan pada panjang gelombang 460-603 cm^{-1} . Hasil pengukuran TEM menunjukkan bahwa rata-rata ukuran partikel adalah 100 – 220 nm. Setelah tahapan karakterisasi uji UV-Vis, FTIR dan TEM dilakukan, selanjutnya sampel dikeringkan dan disintering dan kualitas kristalnya dikarakterisasi dengan pengukuran XRD. Dari hasil pengukuran XRD diperoleh bahwa puncak-puncak kristal identik dengan data JCPDS dengan sedikit penyimpangan sudut sebesar 0,645°, rata-rata parameter kisi dan volume kristal masing-masing sebesar 8,12 Å and $535.51 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$. Dari hasil pengukuran hysteresis loop dengan metode VSM diperoleh bahwa magnetisasi remanen adalah 0.2298 emu/cc dan medan koersif sebesar 2.6982 kOe. Karakteristik magnet bahan magnet dalam studi awal ini masih rendah dibandingkan dengan karakteristik bulk sebagaimana yang diperoleh dalam penelitian sebelumnya, oleh karena itu perlu dilakukan optimasi sintesis nano partikel. Tahun pertama ini telah menghasilkan **dua skripsi mahasiswa**, satu paper yang akan dipresentasikan di Lombok dalam seminar Internasional: **2nd International Conference on Functional Material Science, tanggal 12-13 November 2014**. Pada tahun kedua yang akan datang, akan dilakukan beberapa kegiatan, yaitu melengkapi modul fungsional reaktor hydrothermal seperti pressure gauge, kontrol suhu, inlet/outlet gas dan sistim pemanasan yang semuanya terpadu dalam sistim reaktor. Kemudian reaktor ini akan digunakan untuk sintesis partikel ZnO. Sehingga pada tahun kedua direncanakan akan menghasilkan 4 sampai 5 skripsi mahasiswa dan dua jurnal terakreditasi.

Kata kunci: partikel, ZnO, CoFe₂O₄, sol gel, hydrothermal.

PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat dan karuniaNya hingga penulis dapat menyelesaikan Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi (PUPT) Tahun I ini. Hasil penelitian Tahun I telah menghasilkan satu reaktor hydrothermal, dua skripsi mahasiswa dan sebuah paper yang akan dipresentasikan dalam **2nd International Conference on Functional Material Science, tanggal 12-13 November 2014.**

Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada Universitas Padjadjaran melalui LPPM Unpad, dan semua pihak yang membantu terselenggaranya penelitian ini. Semoga Tuhan Yang Maha Kuasa membalaskan semua saran, koreksi demikian juga segala kebaikan yang telah diberikan.

Atas nama peneliti kami sangat mengharapkan saran dan kritik yang membangun dari semua pembaca demi pencapaian hasil yang lebih baik.

Jatinangor, 10 November 2014

a.n Peneliti



(Dr. Togar Saragi, MSi)
NIP. 19680826 199603 1 001

DAFTAR ISI

	hal
Halaman Sampul	1
Halaman Pengesahan	2
Ringkasan	3
Prakata	4
Daftar Isi	5
Daftar Tabel	6
Daftar Gambar	7
Daftar Lampiran	8
BAB 1 PENDAHULUAN	9
1.1 Latar Belakang	9
1.2 Perumusan Masalah	9
1.3 Tujuan Penelitian dan Kegunaan	9
1.4 Hasil Yang Diharapkan	10
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	11
2.1 Kajian Pustaka	11
2.2 Kerangka Pemikiran	13
2.3 Hipotesis	13
BAB 3 TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	14
BAB 4 METODE PENELITIAN	15
3.1 Rancang Bangun Reaktor Hydrothermal	15
3.2 Pre-Treatmen Reaktor Autoclave Hydrothermal	15
3.3 Studi Awal Sintesis nanopartikel Bahan Magnet CoFe_2O_4	15
3.4 Disain Tahapan Studi Awal Sintesis nanopartikel Bahan Magnet CoFe_2O_4	16
3.5 Studi Awal Sintesis Partikel Zinc Oksida	17
BAB 5 HASIL YANG DICAPAI	19
BAB 6 RENCANA TAHAPAN BERIKUTNYA	21
BAB 7 KESIMPULAN DAN SARAN	30
DAFTAR PUSTAKA	31
LAMPIRAN	33

DAFTAR TABEL

hal

DAFTAR GAMBAR/ILUSTRASI

	hal	
Gambar 1	Ilustrasi Skematik oksidasi hydrothermal serbuk zirconia	13
Gambar 2	Diagram alir tahapan eksperimen sintesis nanopartikel bahan magnet CoFe_2O_4	16
Gambar 3	Larutan <i>cobalt ferrite</i> (kiri) sebelum kontrol pH dan (kanan) sesudah kontrol pH	17
Gambar 4	Endapan partikel <i>cobalt ferrite</i> setelah proses sentrifugasi tahap (kiri) pertama, (tengah) kedua dan (kanan) ketiga	17
Gambar 5	Komponen reaktor autoclave hydrothermal 100 ml	19
Gambar 6	Reaktor bagian luar dan penutup	19
Gambar 7	Reaktor bagian dalam atau ruang sumur tempat reaksi (kiri) dan reaktor lengkap sesudah semua komponen dipasang	20
Gambar 8	Hasil pengukuran FTIR sampel CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam 2-methoxyethanol	21
Gambar 9	Hasil pengukuran FTIR sampel CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam ethanol	21
Gambar 10	Hasil pengukuran TEM sampel CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam 2-methoxyethanol	22
Gambar 11	Hasil pengukuran TEM sampel CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam ethanol	22
Gambar 12	Kurva absorbansi sampel CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam ethanol dan 2-methoxyethanol	23
Gambar 13	Grafik energi band gap <i>cobalt ferrite</i> yang diestimasi dengan pendekatan <i>Tauc</i>	23
Gambar 14	Grafik XRD sampel <i>cobalt ferrite</i> yang didispersikan dalam ethanol dan <i>cobalt ferrite</i> dalam 2-methoxyethanol	24
Gambar 15	Kurva <i>hysteresis</i> hasil VSM untuk bahan <i>cobalt ferrite</i> yang didispersikan dalam 2-methoxyethanol dan ethanol	25
Gambar 16	Kurva <i>hysteresis</i> loop hasil VSM untuk CFOE dan CFOME yang diperbesar.	26
Gambar 17	Nilai remanen dan koersivitas yang di- <i>fitting</i> dengan polinomial orde 4 untuk (a) CFOE dan (b) CFOME	26
Gambar 18	Kurva absorbansi hasil pengukuran UV-Vis (a) dan energi band-gap sampel ZnO yang disintesis dengan metode hydrothermal	27

DAFTAR LAMPIRAN

	hal
Lampiran 1 Instrument	33
Lampiran 2 Personalia Tenaga Peneliti beserta Kualifikasinya	34
Lampiran 3 Publikasi	35
Lampiran 4 Keterlibatan Mahasiswa S1	36

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Preparasi nanopartikel berperan penting dalam meningkatkan kinerja sebuah divais. Distribusi nanopartikel meningkat terhadap area interface atau rasio volum. Beberapa metode yang dapat digunakan untuk preparasi nanopartikel adalah *spray desomposition*, *sol gel*, *reverse-micelle* dan *hot soap* (T. Adschiri, dkk., 1992; T. Adschiri, dkk., 2001). Dalam penelitian ini akan digunakan metode hydrothermal. Metode ini sangat sederhana dan fisibel dalam preparasi bahan skala nano satu dimensi. Kondisi reaksi dalam hydrothermal seperti tekanan dan temperatur akan menyebabkan pertumbuhan kristal secara anisotropik secara lambat dalam satu dimensi (Yanyan Yang, dkk., 2008).

Oksida zinc (ZnO) adalah semikonduktor yang memiliki *band gap* sekitar 3,4 eV dan energi ikat eksiton yang besar sekitar 60 meV pada suhu ruang (McCluskey. M. D., dkk., 2009). Karakteristik ini menyediakan apikasi yang sangat potensial mulai dari peralatan elektronik (seperti sensor) sampai pada peralatan optoelektronik (dioda laser UV) khususnya pada fotofoltaik, peralatan berbasis nanoteknologi (seperti *display*) dan spintronik. Bahan ZnO mampu mengemisikan cahaya disekitar spektrum *near-UV* dengan efisiensi yang tinggi, sehingga menjadikan bahan ini kandidat yang sangat kuat dalam pengembangan *solid state white lighting*. Dalam aplikasi fotofoltaik (*solar-cell*), bahan ZnO digunakan sebagai lapisan aktif/akseptor (konduktor transparan) yang memiliki karakteristik transport elektron yang baik sebab memiliki tingkat energy Fermi yang sama dengan tingkat Fermi Al (Minami T., 2000).

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan fisis dalam pengembangan sel surya adalah rendahnya efisiensi konversi yang dihasilkan, tingginya biaya pembelian bahan dan biaya fabrikasi yang fisibel secara ekonomi. Permasalahan lain adalah bagaimana menghasilkan nanopartikel untuk meningkatkan rasio permukaan/volum yang jauh lebih tinggi.

1.3 Tujuan Penelitian dan Kegunaan

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk membangun sebuah sistim preparasi nanopartikel dengan metode hydrothermal, melakukan optimasi preparasi nanopartikel dibawah ukuran 100 nm, sebagai bahan dasar untuk didispersikan dalam sistim solar sel hibrid. Melengkapi kajian sifat transport muatan pembawa dalam sel-surya hibrid P3HT:nanopartikel ZnO.

Kegunaan dari penelitian ini adalah pengembangan nanopartikel untuk mendukung pengembangan cluster energi sebagaimana dituangkan dalam RIP Unpad.

1.4 Hasil yang Diharapkan

Luaran yang ditargetkan dari penelitian ini adalah:

Tahun I:

- a. produk teknologi yaitu sebuah reaktor hydrothermal yang digunakan untuk sintesis nanopartikel.

BAB 2. KAJIAN PUSTAKA, KERANGKA PEMIKIRAN DAN HIPOTESIS

2.1 Kajian Pustaka

Sel-surya merupakan piranti elektronik yang mampu mengubah energi matahari menjadi energi listrik. Konversi energi tersebut meliputi tiga tahapan, yaitu: generasi eksiton melalui penyerapan, disosiasi eksiton menjadi muatan bebas pembawa dan transport elektron dan hole pada katoda.

Indonesia merupakan negara yang terletak di garis khatulistiwa, dimana sinar matahari tersedia melimpah sepanjang tahun, sehingga sel-surya merupakan piranti yang paling efektif sebagai sumber energi listrik massal yang berbiaya murah. Oleh karena itu, penelitian sel-surya efisiensi tinggi dan berbiaya murah sangat penting untuk dikembangkan di Indonesia.

Tantangan pengembangan yang sering dihadapi adalah mahalnya bahan dasar, dan fisibilitas ekonomi fabrikasinya seperti halnya sel surya berbasis silikon yang memerlukan teknologi vakum. Saat ini, sel-surya komersial terbuat dari bahan semikonduktor inorganik, seperti Silikon (Si), Galium Arsenida (GaAs), Kadmiumselenium (CdSe) dan masih banyak lagi sebagai bahan aktifnya dan mampu mengkonversi energi matahari menjadi energi listrik dengan Power Conversion Efficiency(PCE) antara 10 –40% (G. Dennler, dkk., 2006). Walaupun sel-surya anorganik memiliki PCE yang tinggi, namun teknik pembuatannya memerlukan peralatan yang khusus dan kompleks, sehingga biaya produksi menjadi mahal, akibatnya pemanfaatan sel-surya anorganik, khususnya di Indonesia masih sangat minim. Salah satu cara untuk mengurangi biaya produksi dan instalasi adalah mencari material lain yang menawarkan biaya produksi yang murah dan mudah. Beberapa diantaranya adalah: penggunaan *low-bandgap polymer* untuk menyerap cahaya matahari sebanyak mungkin, menggunakan, preparasi sel-surya hibrid yaitu campuran polimer semikonduktor dan nanopartikel oksida logam.

Penelitian ini didisain untuk memberikan dukungan yang sinergis dalam pengembangan penelitian cluster energi dan lingkungan sebagaimana telah dirancang dalam pilar penelitian yang tertuang dalam RIP Unpad (Kluster dan Roadmap Ilmu dan Teknologi Energi 2012-2016).

Untuk meningkatkan pengembangan **solar cell**, **elektroda pada fuel cell** serta **pengoptimasian kualitas pemurnian pasir besi** untuk pemanfaatan sumber daya alam, maka dalam penelitian ini dipilih metode hydrothermal.

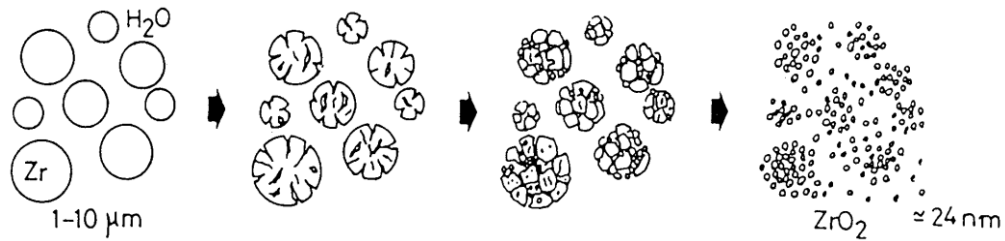
Sintesis hydrothermal adalah sebuah proses pembentukan kristal bahan keramik melalui reaksi fase tunggal atau heterogen dalam sebuah media cairan pada suhu ($T > 25^{\circ}\text{C}$) dan tekanan (P

> 100kPa). Ketika sebuah pelarut (dan zat terlarut) dipanaskan, maka proses sintesis berlangsung pada tekanan saturasi uap tersebut pada suhu dan komposisi larutan. Desain reaktor harus dilakukan sedemikian rupa sehingga selama proses reaksi dalam tabung proses reaksi berlangsung maksimum dengan korosi yang minimum. Dalam berbagai penelitian diperoleh kondisi reaksi dapat berlangsung pada suhu dibawah 200 °C dan tekanan dibawah 1,5 Mpa (217.56 psi) [K. Byrappa., dkk., 2001), R. Roy., 1994, S. Somiya., 1989), M. Yoshimura, dkk., 2000, B. Gersten, dkk., 1950]. $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N/m}^2 = 145.04 \times 10^{-6} \text{ psi}$.

Sintesis bahan melalui metode hydrothermal lebih baik dibandingkan dengan metode-metode konvensional. Semua bahan keramik dapat disintesis dengan metode ini, seperti: serbuk, fiber, single crystal, pelapisan logam dan keramik. Beberapa keuntungan metode hydrothermal dibandingkan dengan teknologi lain dalam preparasi serbuk nanopartikel adalah: (a) nanopartikel langsung terbentuk dari larutan, (b) bahan yang terbentuk berupa anhydrous, kristal atau amorph, tergantung pada temperatur, (c) kontrol ukuran partikel melalui suhu hydrothermal, (d) kontrol bentuk partikel dari prekursor awal, (e) kontrol stoikiometri kimiawi, (f) bahan yang dihasilkan sangat reaktif saat proses sintesis, (g) dalam kebanyakan kasus serbuk yang dihasilkan tidak memerlukan proses penggerusan dan kalsinasi, (h) proses sintesis dapat dilakukan pada suhu rendah, (i) selain preparasi bahan anorganik dapat juga digunakan untuk preparasi komposit dan hibrid: campuran antara organik dan anorganik, (j) dapat digunakan untuk preparasi bahan yang memiliki tekanan uap yang tinggi [Dawson W J, 1988, Segal D, 1989, So-miya S., 1989].

Beberapa bahan yang dapat preparasi dengan metode ini adalah: oksida sederhana seperti: ZrO_2 , TiO_2 , SiO_2 , ZnO , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CeO_2 , SnO_2 , Sb_2O_5 , Co_3O_4 , HfO_2 , oksida kompleks seperti: BaTiO_3 , SrTiO_3 , PZT, PbTiO_3 , K_2NbO_7 , K_2TaO_7 , LiNbO_3 , ferrite, apatites, tungstates, vanadates, molybdates, zeolite, dll., non oksida seperti: Si, Ge, Te, Ni, diamond, carbon nanotube, selenida (CuSe , HgSe , CoSe_2 , NiSe_2 , CSCuSe_4), telurida (CdTe , Bi_2Te_3 , Cu_xTe_y , Ag_xTe_y), sulfida (CuS , ZnS , CdS , PbS , PbSnS_3), fluorida, nitrida (BN kubik, heksagonal BN), arsenida (InAs , GaAs , dll), dengan berbagai bentuk: kubik, bulat, fiber, whisker, nanorod, nanotube, plat, nanoribbon, nanobelt, dll) [Wojciech L S., dkk., 2006].

Ilustrasi skematik oksidasi hydrothermal dalam proses pembentukan nanopartikel ditunjukkan pada Gambar 1 berikut:



Gambar 1. Ilustrasi skematik oksidasi hidrotermal serbuk zirconia (Shigeyuki So, dkk, 2000)

Reaksi bahan oksida dalam hidrotermal dapat dilakukan dalam berbagai katalis atau bahan mineralizer seperti: KF, NaOH, H₂O, LiCl dan KBi. Karakteristik serbuk yang dihasilkan dengan metode hidrotermal adalah: (a) ukuran butiran: lebih kecil dari 1 μ, (b) koagulasi: tidak ada atau sangat kecil peluang terjadinya aglomerasi, (c) kristalinitas: umumnya single kristal (tergantung suhu preparasi), (d) Flow ability: bentuk yang bagus, (e) homogenitas: tinggi, (f) sinterability: baik, (g) pores in grain: tidak ada pore, (h) distribusi partikel: sempit. [Shigeyuki So–Miya, dkk., 2000].

2.2 Kerangka Pemikiran

Penelitian nano partikel memerlukan peralatan mulai dari metode yang sederhana/murah sampai dengan metode yang sangat mahal. Kuncinya adalah bagaimana mengefektifkan peralatan yang sederhana namun menunjukkan hasil yang bagus. Kerangka yang lain adalah meningkatkan rasio nano partikel terhadap volume sehingga kualitas magnetik yang dihasilkan sangat tinggi. Oleh karena itu kerangka pemikiran kami dalam penelitian ini adalah menghasilkan nano partikel dengan metode sol gel dan spin coating.

2.3 Hipotesis

Untuk menghasilkan nano partikel, maka dilakukan beberapa hipotesa dalam penelitian ini, yaitu:

1. dengan mengontrol pH larutan, akan dihasilkan sol gel yang bagus
2. senyawa CoFe₂O₄ akan terbentuk dalam setiap persen mol ion Co dan ion Fe
3. tanpa melakukan penyaringan dapat dihasilkan nano partikel dalam sol gel dan larutan ini dapat langsung digunakan untuk preparasi lapisan tipis dengan metode spin coating.

BAB 3. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

Tujuan dari penelitian pada tahun I adalah:

- a. Menghasilkan reaktor autoclave hydrothermal yang digunakan untuk sintesis nanopartikel
- b. Menghasilkan nanopartikel ZnO sebagai studi awal dalam pengembangan bahan semikonduktor untuk menunjang aplikasi solar sell.

Sedangkan manfaat dari penelitian I ini adalah:

- a. Mengembangkan penelitian bahan magnet dengan metode yang sederhana (tanpa teknik vakuum yang membutuhkan dana yang sangat besar) untuk aplikasi magnet keras dan dalam aplikasi mikrowave (seperti absorber mikrowave, resonator dan sensor magnetik)
- b. Menghasilkan skripsi mahasiswa S1 Prodi Fisika FMIPA Unpad dan paper yang dipublikasikan dalam Jurnal Nasional Terakreditasi atau jurnal Internasional.

BAB 4. METODE PENELITIAN

Sebagaimana disebutkan dalam bab sebelumnya bahwa pada tahun pertama produk yang ingin dihasilkan adalah reaktor autoclave hydrothermal dan uji coba sintesis nanopartikel.

3.1 Rancang Bangun Reaktor Hydrothermal

Reaktor hydrothermal yang akan dibangun adalah model autoclave dengan kapasitas sekitar 100 mL yang terdiri dari modul fungsional:

- a. Cover (pelindung)/reaktor, dirancang dari bahan stainless steel non magnetik (T316SS),
- b. Ruang sumur (tempat reaksi), terbuat dari bahan teflon. Bagian ini ditempatkan dalam cover yang berfungsi sebagai tempat proses reaksi kimia bahan dan pelarut.

3.2 Pre-Treatmen Reaktor Autoclave Hydrothermal

Proses ini dilakukan untuk membantu penguatan modul-modul fungsional sehingga reaktor tidak mengalami kebocoran saat proses sintesis nano partikel. Adapun tahapan pre-treatmen yang dilakukan adalah sebagai berikut:

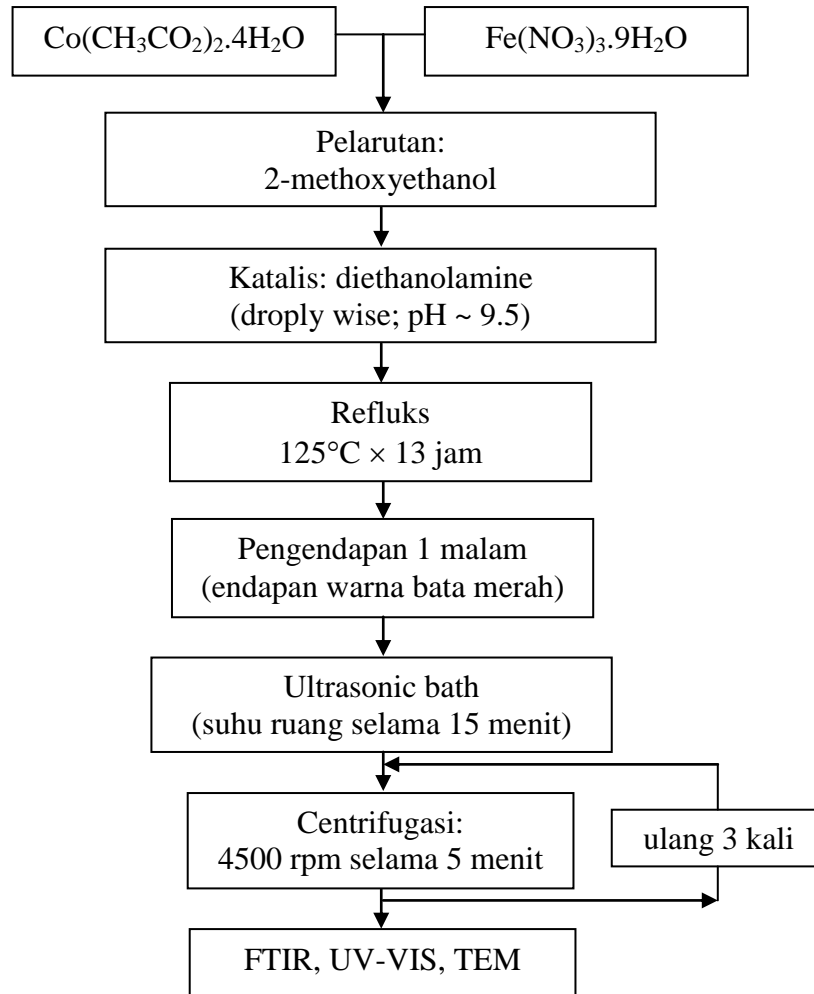
- a. Mengisi autoclave dengan DI-Water sebanyak 40% dari volume total (atau sama dengan 40 ml)
- b. Melakukan pemanasan pada suhu 150°C selama 4 jam
- c. Menunggu suhu turun sampai dengan suhu ruang, dan
- d. Mengambil reaktor dari tungku pemanas dan
- e. Reaktor autoclave siap untuk digunakan dalam sintesis nano partikel.

3.3 Studi Awal Sintesis Nanopartikel Bahan Magnet CoFe_2O_4 .

Pekerjaan ini dilakukan sembari menunggu semua modul-modul fungsional tiba. Studi awal ini sangat bermanfaat sebagai langkah awal memahami permasalahan preparasi sintesis nanopartikel terhadap beberapa hal seperti pemberian pelarut, katalis, suhu reaksi, terbentuknya nano partikel sampai proses centrifugasi. Studi awal sintesis nanopartikel dilakukan dengan menggunakan bahan magnet cobalt ferrite CoFe_2O_4 yang dipreparasi dengan metode sol gel.

3.4 Disain Tahapan Studi Awal Sintesis Nanopartikel bahan Magnet CoFe_2O_4 .

Eksperimen sintesis nanopartikel bahan magnet CoFe_2O_4 y dilakukan seperti diagram alir seperti pada Gambar 1 berikut:



Gambar 2. Diagram alir tahapan eksperimen sintesis nanopartikel bahan magnet CoFe_2O_4 .

Komposisi ion logam Co^{2+} dan ion logam Fe^{3+} ditetapkan dengan perbandingan persentasi mol $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 33\%:67\%$. Prekursor *cobalt (II) acetate tetrahydrate* sebanyak 1,2454 gram dan prekursor *iron (III) nitrate non ahydrate* sebanyak 4,0400 gram dilarutkan dengan 2-methoxyethanol sebanyak 47 ml kemudian di-stirring tanpa pemanasan selama 3 jam agar homogen. Setelah homogen, larutan menjadi berwarna coklat dan memiliki pH sebesar 3 seperti ditunjukkan pada Gambar 3. Kemudian dilakukan penambahan *diethanolamine* sebagai katalis secara *droply wise* sebanyak 5 ml (atau dengan perbandingan molar CoFe_2O_4 dan molar diethanol amine adalah 1:3), hingga diperoleh pH larutan antara 8-10 (dalam hal ini 9.5). Setelah

diberikan *diethanolamine*, warna larutan semakin gelap dan kertas lakmus menunjukkan pH mencapai $\pm 9,5$.



Gambar 3. Larutan *cobalt ferrite* (kiri) sebelum kontrol pH dan (kanan) sesudah kontrol pH.

Setelah pH mencapai keseimbangan basa, selanjutnya dilakukan proses refluks pada suhu 125°C selama 13 jam. Suhu ini dipilih berdasarkan titik didih pelarut, *2-methoxyethanol*, yaitu $124\text{-}125^{\circ}\text{C}$. Proses refluks ini bertujuan untuk mereaksikan semua bahan agar terbentuk *cobalt ferrite*. Proses refluks dilakukan dengan sistem tertutup agar tidak terjadi pengurangan volume karena proses penguapan. Setelah proses refluks selesai dilakukan, larutan didiamkan selama 24 jam sehingga partikel-partikel *cobalt ferrite* mengendap.



Gambar 4. Endapan Partikel *cobalt ferrite* setelah proses sentrifugasi tahap (kiri) pertama, (tengah) kedua, dan (kanan) ketiga.

Larutan yang mengandung endapan *cobalt ferrite* disaring dengan menggunakan kertas saring dengan ukuran pori $2,5\ \mu\text{m}$ agar ukuran partikel yang besar tersaring dan hanya meloloskan partikel yang kecil saja. Kemudian dilakukan pemisahan partikel dengan cara sentrifugasi sehingga membentuk 2 fasa, yaitu larutan dan endapan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.3. Endapan ini dibagi dua dan di-*redisperse* di *ethanol* dan *2-methoxyethanol*. *Redisperse* bertujuan

agar tidak terjadi aglomerasi pada partikel. Selanjutnya endapan yang terdispersi di *ethanol* dan *2-methoxyethanol* digetarkan dengan menggunakan *ultrasonic bath* agar endapan terdistribusi merata di dalam larutan pendispersi. Tahap sentrifugasi, pemisahan endapan, dan penggetaran dengan *ultrasonic bath* diulang sebanyak tiga kali.

Cobalt ferrite yang terdispersi di dalam *ethanol* dan *2-methoxyethanol* ini kemudian dikeringkan dengan melakukan pemanasan *hot plate* pada suhu 125°C, sehingga diperoleh partikel berupa serbuk. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 500°C selama 1 jam, digerus ulang dan disintering pada suhu 900°C selama 3 jam.

Karakteristik optik sampel yang dihasilkan dikarakterisasi dengan UV-Vis, dan FTIR, karakteristik morfologi partikel dikarakterisasi dengan TEM, karakteristik kristal partikel dikarakterisasi dengan XRD dan karakteristik magnetik partikel dikarakterisasi dengan VSM.

3.5 Studi Awal Sintesis Partikel Zinc Oksida.

Setelah perlakuan persiapan reaktor hydrothermal, selanjutnya dilakukan studi awal penumbuhan partikel ZnO dengan metode hydrothermal. Studi awal ini dianggap penting untuk memperoleh gambaran awal terhadap parameter-parameter yang digunakan dalam sintesis partikel ZnO khususnya mengenai pemilihan konsentrasi, suhu dan waktu sintesis. Untuk tahapan awal ini dipilih gram zinc acetate sebesar 0,2 gram, NaOH sebesar 0,1 gram dengan perbandingan konsentrasi 1:3 yang dilarutkan dalam ethanol. Parameter suhu reaktor untuk sintesis partikel ZnO adalah 100°C selama 5 jam. Dalam studi awal ini karakteristik yang dilakukan hanya UV-Vis, sedangkan FTIR dan TEM belum sempat dilakukan.

BAB 5. HASIL YANG DICAPAI

Sampai dengan laporan kemajuan ini, hasil penelitian yang dicapai adalah reaktor autoclave dan studi awal sintesis nanopartikel bahan magnet.

5.1 Reaktor Autoclave Hydrothermal

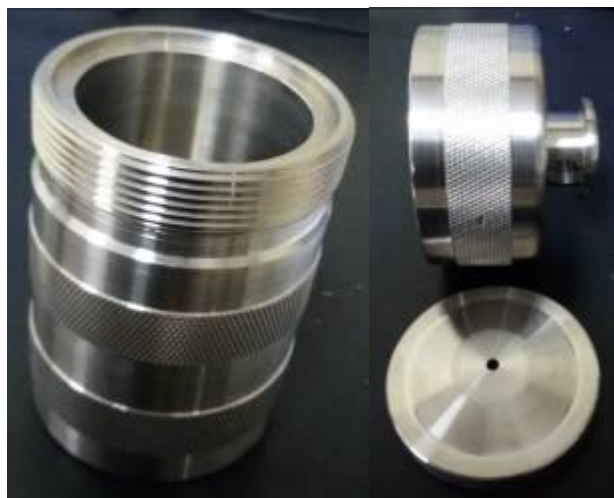
Reaktor autoclave hydrothermal dengan kapasitas 100 ml dan suhu operasi maksimum 250°C ditunjukkan pada Gambar 5 berikut:



Gambar 5. Komponen reaktor autoclave hydrothermal 100 ml.

Reaktor ini terdiri dari beberapa komponen:

- Reaktor bagian luar (cover) dan penutup. bagian ini terbuat dari stainless steel T316SS. Diameter dalam reaktor luar adalah 50 mm, tebal 8,58 mm dan tinggi 78 mm.



Gambar 6. Reaktor bagian luar dan penutup

- b. Reaktor bagian dalam atau ruang sumur tempat reaksi, terbuat dari bahan teflon. Bagian ini ditempatkan dalam cover yang berfungsi sebagai tempat proses reaksi kimia bahan dan pelarut.

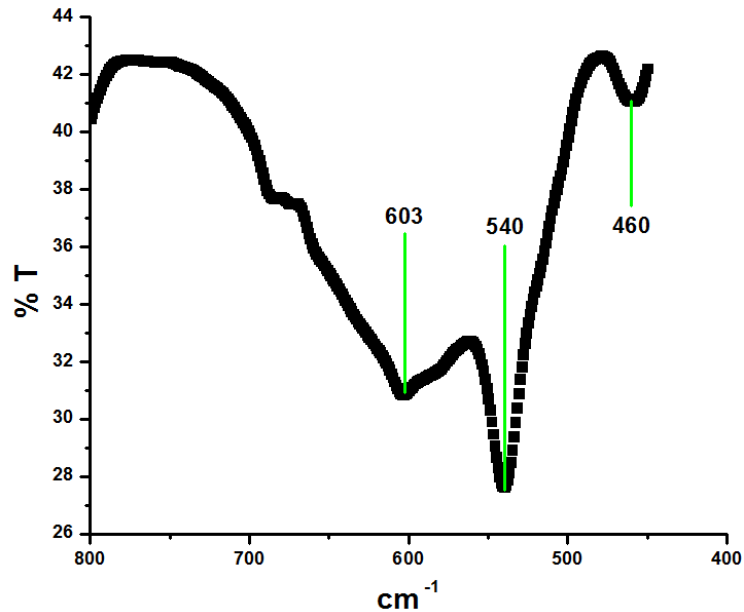


Gambar 7. Reaktor bagian dalam atau ruang sumur tempat reaksi (kiri) dan Reaktor lengkap sesudah semua komponen dipasang

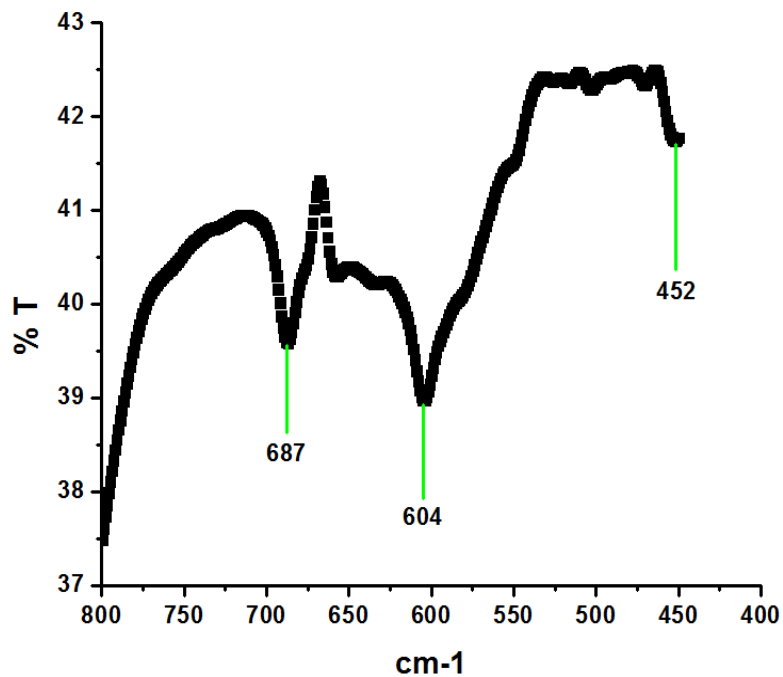
Proses reaksi (reaksi dan kinetik kristalisasi) yang terjadi dalam sumur melalui variabel termodinamik (seperti suhu, pH, konsentrasi reaktan dan aditif) diharapkan dapat dikontrol sehingga spesifikasi produk yang diinginkan (seperti ukuran, morfologi dan tingkat agregasi) dapat tercapai [Wojciech L. Suchanek¹, a and Richard E. Riman. Hydrothermal Synthesis of Advanced Ceramic Materials. *Advances in Science and Technology*, 45, pp. 184-193, 2006]

5.2 Studi Awal Sintesis Nanopartikel Bahan Magnetik CoFe_2O_4

Hasil pengukuran FTIR ditunjukkan pada Gambar 6 dan Gambar 8 [Togar Saragi, Siti Nurjannah, Ricca Novia, Norman Syakir, Edward Simanjuntak, Lusi Safriani, Risdiana and Ayi Bahtiar, akan dipresentasikan dalam 2nd International Conference on Functional Material Science, tanggal 12-13 November 2014 di Lombok]



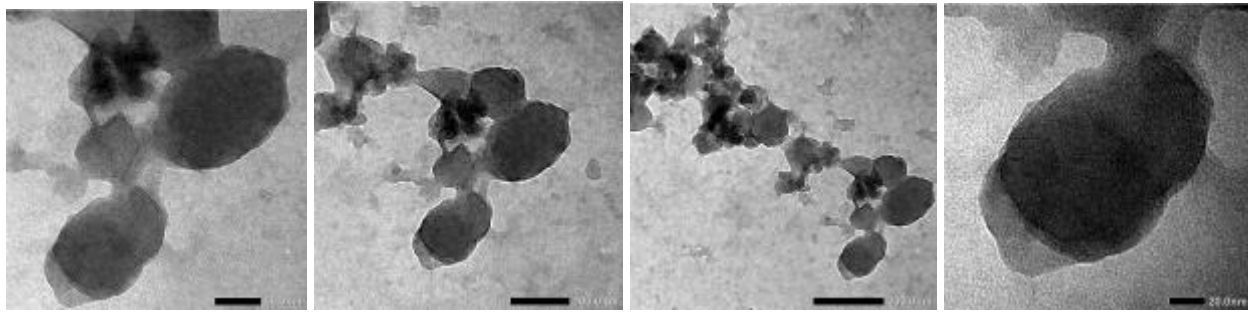
Gambar 8. Hasil pengukuran FTIR sampel CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam 2-methoxyethanol



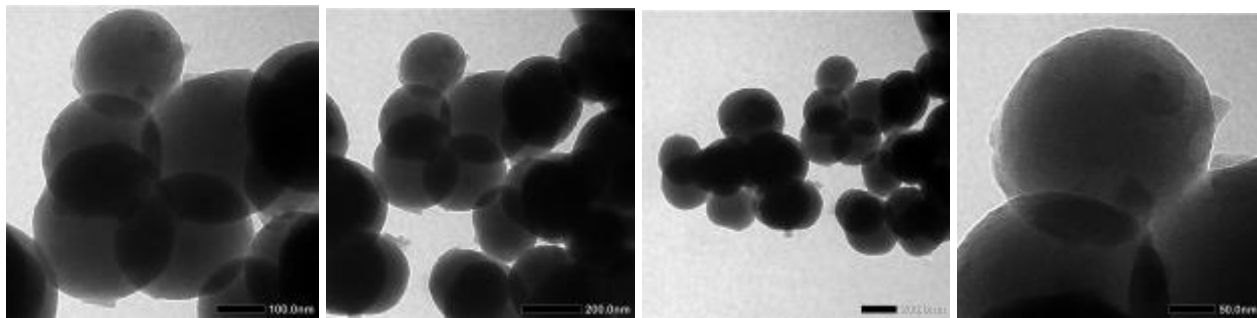
Gambar 9. Hasil pengukuran FTIR sampel CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam ethanol

Dari hasil pengukuran FTIR diperoleh bahwa ikatan partikel M-O (M = Co, Fe) telah terbentuk, yaitu pada puncak antara 460 cm^{-1} sampai dengan 687 cm^{-1} .

Hasil pengukuran TEM bahan magnetik cobalt ferrite ditunjukkan pada Gambar 10 dan Gambar 11.



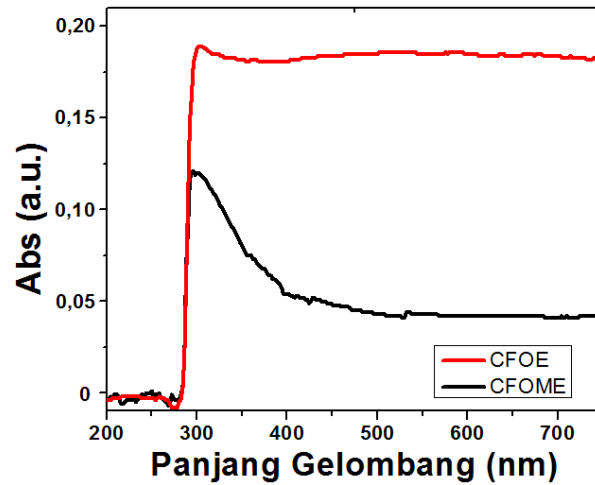
Gambar 10. Hasil pengukuran TEM sampel CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam 2-methoxyethanol



Gambar 11. Hasil pengukuran TEM sampel CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam ethanol

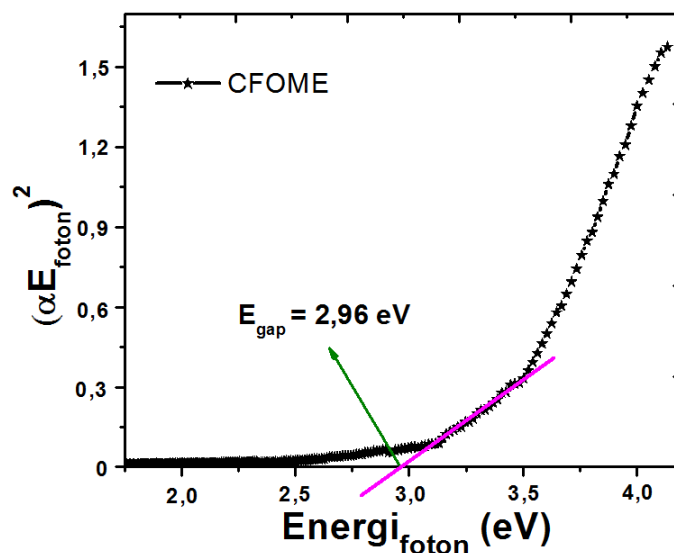
Dari hasil pengukuran TEM diperoleh bahwa rata-rata ukuran partikel cobalt ferrite adalah 100 nm sampai dengan 220 nm.

Karakterisasi UV-Vis dilakukan pada suhu ruang (25°C) dan hasil pengukurannya diperoleh kurva absorbansi terhadap panjang gelombang seperti pada Gambar 12. Dari hasil pengukuran terlihat bahwa *cobalt ferrite* yang terdispersi pada *ethanol* (sampel CFOE) memiliki absorbansi yang lebih tinggi dibandingkan *cobalt ferrite* yang terdispersi pada *2-methoxyethanol* (sampel CFOME). Selain itu juga diperoleh bahwa CFOE menyerap di rentang panjang gelombang yang luas, yaitu 300-750 nm. Sedangkan CFOME memiliki puncak absorpsi pada panjang gelombang 296 nm dan besarnya absorbansi ini menurun seiring dengan kenaikan nilai panjang gelombang. Hal ini dapat disebabkan oleh sangat rendahnya konsentrasi pada sampel CFOE sehingga absorbansi dari pelarut lebih dominan jika dibandingkan dengan partikel *cobalt ferrite* yang terdispersi di dalamnya



Gambar 12. Kurva absorbansi sampel CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam ethanol dan 2-methoxyethanol.

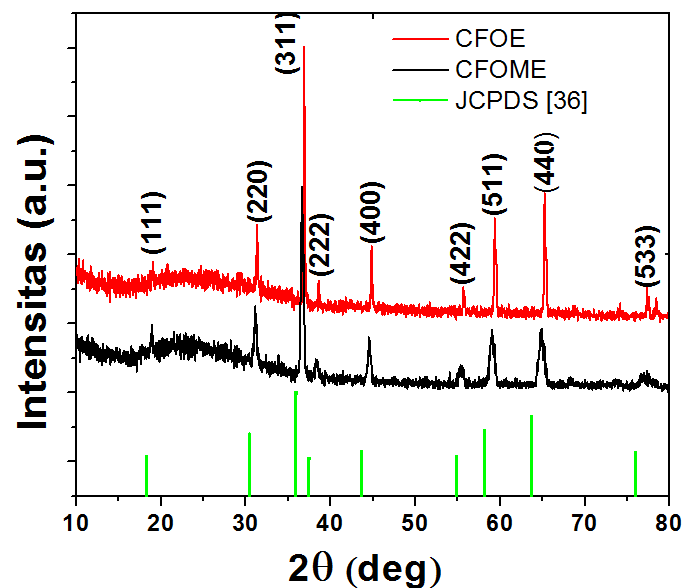
Dari hasil pengukuran absorbansi gambar 12, diperoleh energi gap sampel yang diestimasi dengan pendekatan Tauc. Bahan *cobalt ferrite* merupakan bahan *indirect gap* [Liang, Xiau, Lan Zhong-Wen, Yu, Zhong, Sun Ke, Li Le-Zhong. 2007. *Microstructure and Magnetic Properties of NiZn Ferrite Thin Film Prepared by Sol-Gel Method*. Trans. Nonferrous Met. Soc. China 17. PP 5854-5857], sehingga penentuan energi gapnya digunakan koefisien $r = 2$ sehingga membentuk persamaan $(\alpha h\nu)^2$. Nilai energi gapnya diperoleh melalui ekstrapolasi linier pada penurunan kurva antara $(\alpha h\nu)^2$ pada sumbu y dan $h\nu$ pada sumbu x seperti yang ditunjukkan pada Gambar 13. Dari hasil estimasi diperoleh bahwa nilai energi gap untuk sampel CFOME adalah 2,96 eV.



Gambar 13. Grafik energi gap *cobalt ferrite* diestimasi dengan pendekatan Tauc.

Nilai energi gap dari penelitian ini lebih besar jika dibandingkan dengan hasil dari penelitian yang telah dilakukan oleh Debabrata Mishra yaitu 2,80 eV [Debabrata Mishra, Kula Kamal Senapati, Chandan Borgohain, A. Perumal. 2012. *CoFe₂O₄-Fe₃O₄ Magnetic Nanocomposites as Photocatalyst for the Degradation of Methyl Orange Dye*. Journal of Nanotechnology, Volume 2012], dan B. S. Holinsworth yaitu 2,74 eV [Holinsworth, B. S., D. Mazumdar, H. Sims, Q.-C. Sun, M. K. Yurtisigi, S. K. Sarker, A. Gupta, W. H. Butler, J. L. Musfeldt. 2013. *Chemical tuning of the optical band gap in spinel ferrites: CoFe₂O₄ vs NiFe₂O₄*. AIP Publishing LLC] untuk *cobalt ferrite*. Namun pada penelitian ini tidak diperhitungkan pengaruh refleksi dari sampel. Sehingga nilai energi gap pada sampel CFOME dapat lebih kecil ataupun lebih besar dari hasil yang diperoleh.

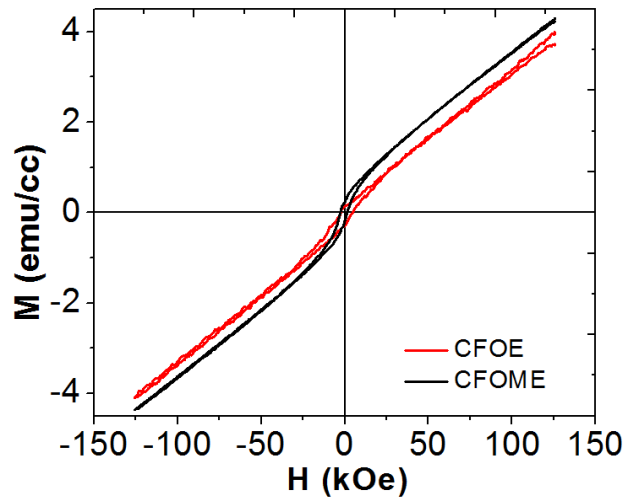
Hasil pengukuran XRD sampel partikel CoFe₂O₄ yang didispersikan dalam ethanol dan 2-methoxyethanol ditunjukkan pada Gambar 14.



Gambar 14. Grafik XRD sampel *cobalt ferrite* yang didispersikan dalam ethanol (CFOE) dan *cobalt ferrite* dalam 2-methoxyethanol (CFOME).

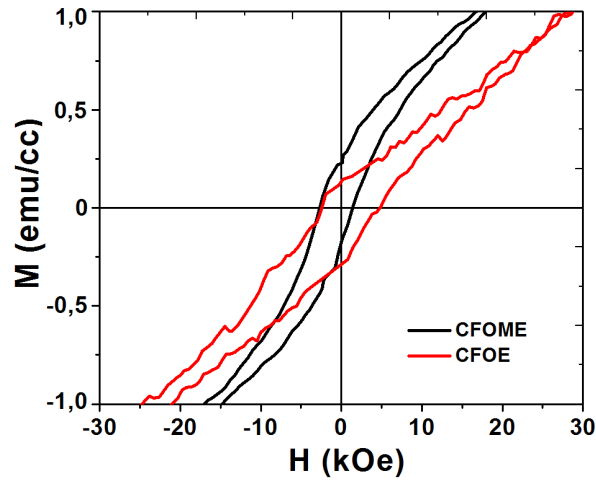
Gambar 14 menunjukkan adanya puncak-puncak *cobalt ferrite* baik pada sampel CFOE maupun pada CFOME. Puncak CFOE memiliki puncak yang lebih tinggi dan lebih sempit jika dibandingkan dengan puncak pada CFOME. Dari gambar juga ditunjukkan bahwa semua puncak sampel *cobalt ferrite* konsisten dengan data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) [Swanson, Howard E., Howard F. McMurdie, Marlene C. Morris Eloise H. Evans, and Boris Paretzkin. 1971. *Standard X-ray Diffraction Powder Patterns*. Washington,

D.C.: Institute for Materials Research National Bureau of Standards], dengan pergeseran nilai sudut 2θ sebesar $0,645^\circ$ dan sebesar $0,795^\circ$ pada masing-masing sampel CFOME dan CFOE. Kemungkinan pergeseran ini akan mempengaruhi kualitas magnet dari masing-masing sampel.

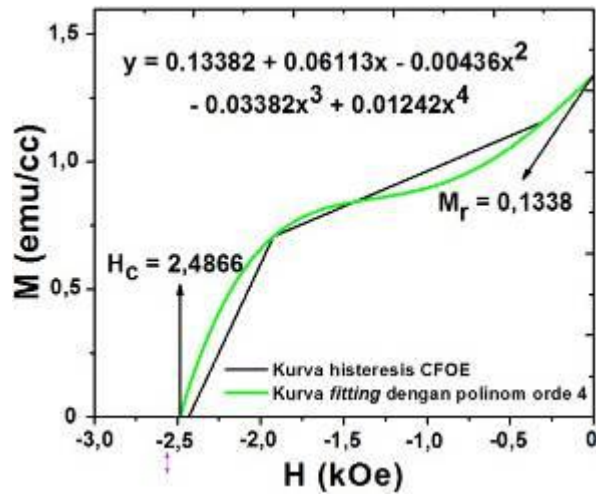


Gambar 15. Kurva *hysteresis* hasil VSM untuk bahan *cobalt ferrite* yang terdispersi dalam *2-methoxyethanol* dan *ethanol*.

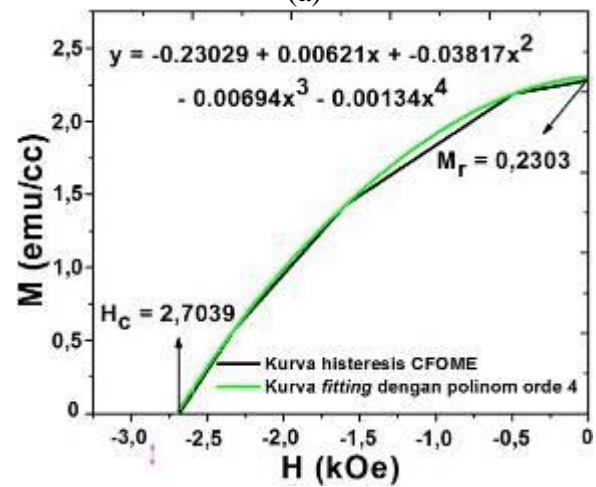
Kurva histeresis yang dihasilkan cenderung menunjukkan sifat paramagnetik untuk kedua sampel. Jika kurva hasil VSM diperbesar seperti pada Gambar 16, maka dapat terlihat adanya jendela yang sempit dan terdapat remanen dan koersivitas. Remanen dan koersivitas dapat dilihat pada kurva demagnetisasi (kuadran 2), dimana nilai remanen diperoleh pada $H = 0$, dan koersivitas diperoleh pada $M = 0$. Kurva yang berada pada kuadran 2 dicuplik dan di-*fitting* dengan menggunakan polinomial orde 4 pada aplikasi Origin 8.5, maka akan didapatkan nilai remanen dan koersivitas seperti yang ditunjukkan pada Gambar 17. CFOE memiliki nilai remanen (M_r) sebesar $0,1338$ emu/cc dan koersivitas (H_c) sebesar $2,4866$ kOe, sedangkan nilai M_r untuk CFOME yaitu $0,2303$ emu/cc dan H_c sebesar $2,7039$ kOe.



Gambar 16. Kurva *hysteresis* loop hasil VSM untuk CFOE dan CFOME yang diperbesar.



(a)

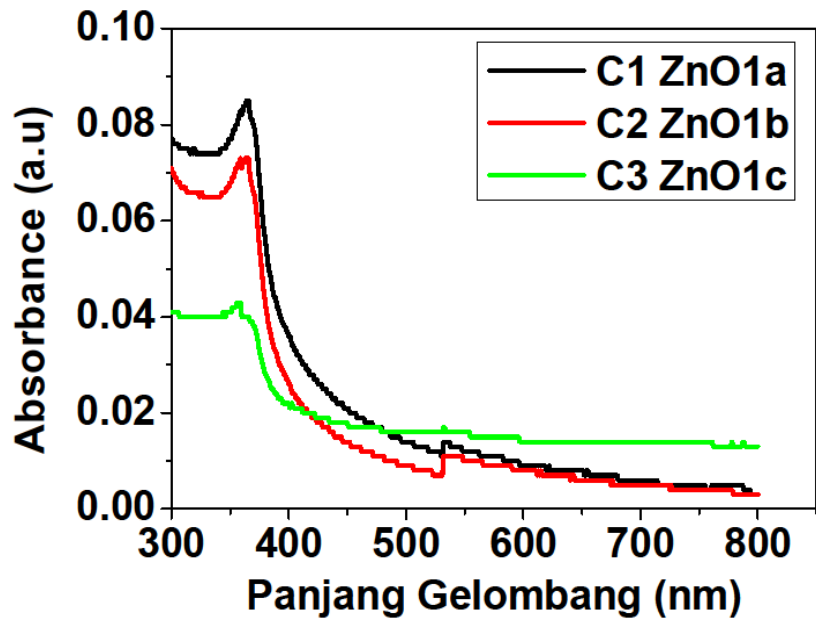


(b)

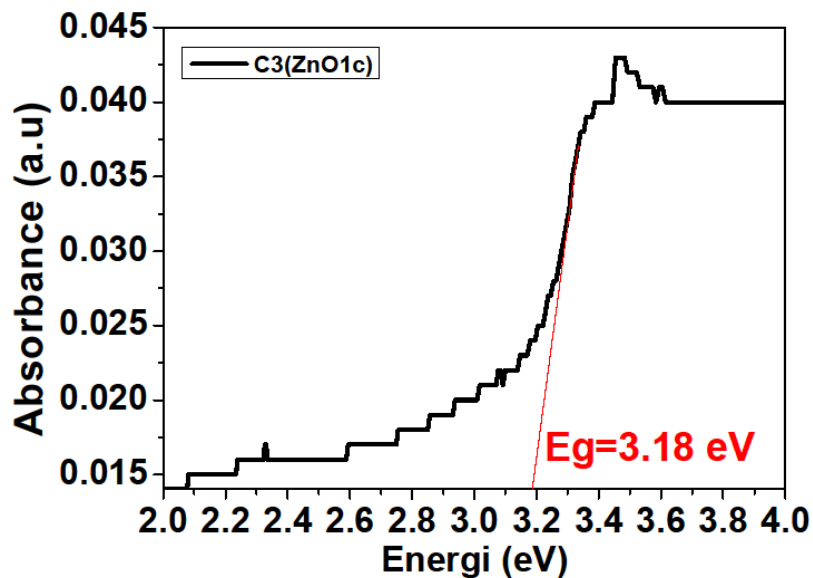
Gambar 17. Nilai remanen dan koersivitas yang di-*fitting* dengan polinomial orde 4 untuk (a) CFOE dan (b) CFOME.

5.3 Studi Awal Sintesis Partikel ZnO dengan Metode Hydrothermal

Hasil pengukuran UV-Vis dan besarnya energi gap sampel ZnO yang terbentuk ditunjukkan pada Gambar 18.



(a)



(b)

Gambar 18. Kurva absorbansi hasil pengukuran UV-Vis (a) dan energi band-gap sampel ZnO yang disintesis dengan metode hydrothermal

Sampel pada gambar 18 (a) dengan kode C1 (ZnO1a), C2 (ZnO1b) dan C3 (ZnO1c) adalah sampel dari satu seri parameter yang sama, namun ketiga sampel dibedakan dengan konsentrasi ketika melakukan pengukuran UV-Vis. Dari ketiga sampel tersebut terlihat bahwa konsentrasi yang kecil memiliki persentase absorbansi yang kecil. Hal ini mengindikasikan kehomogenan partikel dalam larutan, sehingga baik untuk ditindaklanjuti dalam hal pengukuran FTIR dan TEM.

BAB 6. RENCANA TAHAPAN SELANJUTNYA

Rencana selanjutnya dalam tahun II adalah melakukan sintesis ZnO pada pH 8 – 10, dan membaginya dalam 3 skripsi mahasiswa, yaitu:

1. Synthesis Zinc Oxide dengan metode Hydrothermal. Suhu ($100 \times t$ jam), cuci dgn hexane, redisperse (pelarut semula), UB, CF. UV-Vis, FTIR, TEM. Variasi $t = 5$ jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 25 jam). Skripsi 1: Maria2011
2. Pengaruh suhu hydrothermal terhadap karakteristik Zinc Oxide dengan metode Hydrothermal. Pelarutnya sama dengan pelarut butir 1. Suhu (100°C , 120°C , 140°C , 160°C dan 180°C) $\times t$ jam, cuci dgn hexane, redisperse (pelarut semula), UB, CF. UV-Vis, FTIR, TEM. t jam sesuai hsl terbaik dari butir 1. Skripsi 2: Yonathan2011
3. Efek pelarut terhadap karakteristik Zinc Oxide dengan metode Hydrothermal. Suhu ($T^\circ\text{C} \times t$ jam), cuci dgn hexane, redisperse (pelarut semula), UB, CF, ditambahkan TEOS (30% wt cobalt ferrite) UV-Vis, FTIR, TEM. ($T^\circ\text{C} \times t$ jam): hasil terbaik dari butir 2. Skripsi 3: Satria2011. Pelarut: Ethanol, Methanol, Diethanolamine

ditambah dengan satu judul skripsi dengan topik bahan magnet dengan topik:

1. Optimasi synthesis cobalt ferrite dengan metode sol-gel. (katalis dimasukkan droply wise setelah suhu refluks mencapai 125°C): cuci dgn hexane, redisperse (pelarut semula), UB, CF. UV-Vis, FTIR, TEM, (serbuk: XRD, SEM, VSM): M. Jahid Akbar (2010)

Sehingga pada tahun kedua akan dihasilkan minimal 4 skripsi mahasiswa dan minimal 1 jurnal nasional terakreditasi atau jurnal international.

BAB 7. KESIMPULAN DAN SARAN

Telah dihasilkan sebuah reaktor autoclave hydrothermal dengan kapasitas 100 ml, suhu reaksi sampai dengan 250°C. Dari studi awal yang dilakukan diperoleh kurva absorbansi partikel ZnO yang baik, dengan band-gap sekitar 3.18 eV. Studi awal ini masih perlu dioptimasi sehingga diperoleh band gap mendekati 3,3 eV.

Selain itu juga dilakukan studi sintesis partikel bahan magnet CoFe_2O_4 . Dari hasil penelitian diperoleh bahwa partikel bahan magnet berada dalam rentang ukuran 100 sampai dengan 220 nm. Data ini diperkuat melalui pengukuran *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) pada bilangan gelombang 460 cm^{-1} sampai dengan 687 cm^{-1} yang menerangkan bahwa puncak tersebut adalah kurva absorbansi bahan magnet oksida cobalt ferrite.

Untuk meningkatkan kualitas bahan magnet dan ZnO, maka dalam penelitian berikutnya (Tahun II) akan digunakan metode hydrothermal.

DAFTAR PUSTAKA

B. Gersten, M. Lencka and R. E. Riman: Chem. Mater. Vol. 14 (2002), p. 1950.

Dawson W J 1988 *Am. Ceram. Soc. Bull.* **67** 1973

Debabrata Mishra, Kula Kamal Senapati, Chandan Borgohain, A. Perumal, 2012. *CoFe₂O₄-Fe₃O₄ Magnetic Nanocomposites as Photocatalyst for the Degradation of Methyl Orange Dye.* Journal of Nanotechnology, Volume 2012

G. Dennler, N. S. Sariciftci, and C. J. Brabec, 2006, *Conjugated Polymer-Based Organic Solar Cells, Semiconducting Polymers: Chemistry, Physics and Engineering*, Vol I Second Edition (Eds. G. Hadziioannou and G.G. Malliaras), Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 455 – 530

Holinsworth, B. S., D. Mazumdar, H. Sims, Q.-C. Sun, M. K. Yurtisigi, S. K. Sarker, A. Gupta, W. H. Butler, J. L. Musfeldt. 2013. *Chemical tuning of the optical band gap in spinel ferrites: CoFe₂O₄ vs NiFe₂O₄.* AIP Publishing LLC

K. Byrappa and M. Yoshimura: *Handbook of Hydrothermal Technology* (Noyes Publications/William Andrew Publishing LLC, U.S.A. 2001).

Kluster dan Roadmap Ilmu dan Teknologi Energi 2012-2016

Liang, Xiau, Lan Zhong-Wen, Yu, Zhong, Sun Ke, Li Le-Zhong. 2007. *Microstructure and Magnetic Properties of NiZn Ferrite Thin Film Prepared by Sol-Gel Method.* Trans. Nonferrous Met. Soc. China 17. PP 5854-5857

Minami T., MRS Bull. **25**, 38, 2000

McCluskey. M. D., Jokela S. D., Defect in ZnO, Journal of Applied Physics, 106, pp. 1-13, 2009

M. Yoshimura, W. L. Suchanek, and K. Byrappa: MRS Bull. Vol. 25 (2000), p. 17.

R. Roy: J. Solid State Chem. Vol. 111, p. 11, 1994

S. Somiya: *Hydrothermal Reactions for Materials Science and Engineering. An Overview of Research in Japan* (Elsevier Science Publishers Ltd., U.K. 1989).

Segal D 1989 *Chemical synthesis of advanced ceramic materials* (Cambridge: Cambridge University Press) p. 182

So-Miya S. *Hydrothermal reactions for material science and engineering, An overview of research in Japan.* London: Elsevier Applied Science, p. 505, 1989

- Shigeyuki So–Miya and Rustum Roy. *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 23, No. 6, December 2000, Pp. 453–460]
- Swanson, Howard E., Howard F. McMurdie, Marlene C. Morris Eloise H. Evans, and Boris Paretzkin. 1971. *Standard X-ray Diffraction Powder Patterns*. Washington, D.C.: Institute for Materials Research National Bureau of Standards.
- T. Adschiri, K. Kanazawa, K. Arai, *J. Am. Ceram. Soc.*, 75, 1019-1023, 1992
- T. Adschiri, Y. Hakuta, K. Sue and K. Arai, *The Journal of Nanoparticle Research*, Volume 3, No. 2-3, 227-235, 2001
- Togar Saragi, Siti Nurjannah, Ricca Novia, Norman Syakir, Edward Simanjuntak, Lusi Safriani, Risdiana and Ayi Bahtiar, akan dipresentasikan dalam 2nd International Conference on Functional Material Science, tanggal 12-13 November 2014 di Lombok.
- Wojciech L. Suchanek¹, a and Richard E. Riman. *Hydrothermal Synthesis of Advanced Ceramic Materials*. *Advances in Science and Technology*, 45, pp. 184-193, 2006
- Yanyan Yang, Lifen Xiao, Yanqiang Zhao dan Fengyun Wang, *Int. J. Electrochem. Sci.*, Vol. 3, pp. 67-74, 2008

LAMPIRAN :

I. Instrumen Reaktor Hydrothermal

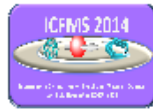


II. Personalia Tenaga Peneliti Beserta Kualifikasinya

No	Nama/NIDN	Instansi Asal	Bidang Ilmu	Kualifikasi
1	Dr. Togar Saragi, MSi NIDN: 0005057501	FMIPA UNPAD	Fisika	Fisika Material elektronik
2	Dr. rer.nat. Ayi Bahtiar, MSi NIDN: 0029107002	FMIPA UNPAD	Fisika	Fisika Material elektronik
3	Edward Simanjuntak, ST, MT NIDN: 0022106302	Politeknik Negeri Bandung	Metalurgi	Material

III. Publikasi

Hasil penelitian Tahun I masih akan dipresentasikan dalam 2nd International Conference on Functional Material Science, tanggal 12-13 November 2014, di Lombok, dengan judul: Synthesis of Cobalt Ferrite Particles by Utilized Sol-Gel Method.



2nd International Conference on Functional Materials Science 2014
The Development of Advanced Research on Materials Science in Indonesia
November 12-13, 2014, Lombok, Indonesia
<http://situs.opi.lipi.go.id/icfms2014/>

INVITATION LETTER

To **Togar Saragi**

On behalf of the organizing committee of 2nd International Conference on Functional Materials Science 2014 (ICFMS 2014), we would like to invite you to participate in ICFMS 2014, to be held in Lombok, Indonesia on November 12-13, 2014.

We are pleased to confirm that your paper entitled: **Particle Synthesis of Cobalt Ferrite by utilize Sol-Gel Method**, has been accepted to be presented in ICFMS 2014.

Please refer to **Conference Program** and **Presentation Guideline** for preparing your presentation.

All presented and accepted manuscripts from the ICFMS 2014 will be published in [Material Science Forum](#), which is indexed by Elsevier: SCOPUS, Ei Compendex (CPX), Cambridge Scientific Abstracts (CSA), Chemical Abstracts (CA), Google and Google Scholar, ISI (ISTP, CPCI, Web of Science), Institution of Electrical Engineers (IEE). Your login credentials for uploading your manuscript will be sent to your e-mail.

We are looking forward to seeing you in Lombok

Best Regard,

Dr. Risdiana, M. Eng.
Chairman of Organizing Committee

Organized by [Universitas Padjadjaran](#), [Universitas Gadjah Mada](#), [Institut Teknologi Bandung](#), [Institut Teknologi Sepuluh Nopember](#), and [Universitas Indonesia](#)
Contact : Department of Physics, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Bandung-Sumedang km. 21 Jatinangor, Sumedang, 45363 INDONESIA, Telp./Fax.: +62 22 7796014, E-mail : icfms2014@gmail.com



2nd International Conference on Functional Materials Science 2014
The Development of Advanced Research on Materials Science in Indonesia
November 12-13, 2014, Lombok, Indonesia
<http://situs.opi.lipi.go.id/icfms2014/>

ACCEPTANCE LETTER

To Togar Saragi

On behalf of the organizing committee of 2nd International Conference on Functional Materials Science 2014 (ICFMS 2014), we would like to invite you to attend ICFMS 2014, to be held in Lombok, Indonesia on November 12-13, 2014.

We are pleased to confirm that your paper entitled: **Particle Synthesis of Cobalt Ferrite by utilize Sol-Gel Method**, has been accepted to be presented as a contributed speaker in the **Poster session**.

Please refer to **Conference Program** and **Presentation Guideline** for preparing your presentation.

We are looking forward to seeing you in Lombok

Best Regard,

Dr. Risdiana, M. Eng.
Chairman of Organizing Committee

Synthesis of Cobalt Ferrite Particles by Utilized Sol-Gel Method

Togar Saragi^{1, a}, Siti Nurjannah^{1, a}, Ricca Novia^{1, a}, Norman Syakir^{1, a}, Edward Simanjuntak², Lusi Safriani^{1, a}, Risdiana^{1, a} and Ayi Bahtiar^{1, a}

¹Department of Physics, Padjadjaran University, Jl. Raya Bandung-Sumedang km.21 Jatinangor,

²Politeknik Negeri Bandung

Sumedang 45363, Indonesia

^aE-mail: t.saragi@phys.unpad.ac.id

Keywords: particles, CoFe₂O₄, sol gel, magnetic remnant, coercive field

ABSTRACT. Cobalt ferrites (CoFe₂O₄) are well-known magnetic ceramics used in electrical equipment and microwave devices. Cobalt ferrites can be synthesized by various methods such as solid state reaction, microemulsion, chemical co-precipitation, hydrothermal method, microwave synthesis and sol-gel method. The sol-gel method, a wet chemical process, is efficient for preparing high quality ceramics. The attraction of the gel reaction prevents atom from breaking out, while the chelating gel is dried by heat treatments. Since it can be consistently controlled, the homogeneity on a molecular level can be obtained. In this work, we have been synthesized cobalt ferrite (CoFe₂O₄) particles by utilizing sol gel method. The starting materials Co(CH₃CO₂)₂·4H₂O, Fe(NO₃)₃·9H₂O were weighting out in 1:2 mol ratio and dissolved in 2-methoxyethanol and diethanolamine in 1:3 molar ratio. The solution was then refluxed at 125°C×13h, and centrifuge with 4500 rpm for 15 minutes. All the particles were redispersed in 2-methoxyethanol. The optical, size and shape, morfology, magnetic properties of the sample were characterized by FTIR, TEM, UV-Vis, XRD and VSM, respectively. The average particles size was 100 – 110 nm, and among 460-603 cm⁻¹ the spectrum has a band allotted to $\nu(M-O)$, where M is Co or Fe. From the Tauc approach, it was found that the energy gap of cobalt ferrite is 2.96 eV. From XRD measurement, it were found that all peaks intensity were consistent with the JCPDS's data, with a shifting 2-theta about 0,645°. The average of lattice parameter and crystal volume were 8,12 Å and 535.51×10⁻³ nm³, respectively. From the hysteresis loop measurement, it was found that the remnant magnetization was 0.2298 emu/cc and coercive field was 2.6982 kOe. The sample characteristic will be analyzed from the inhomogeneity of precursor's solubility.

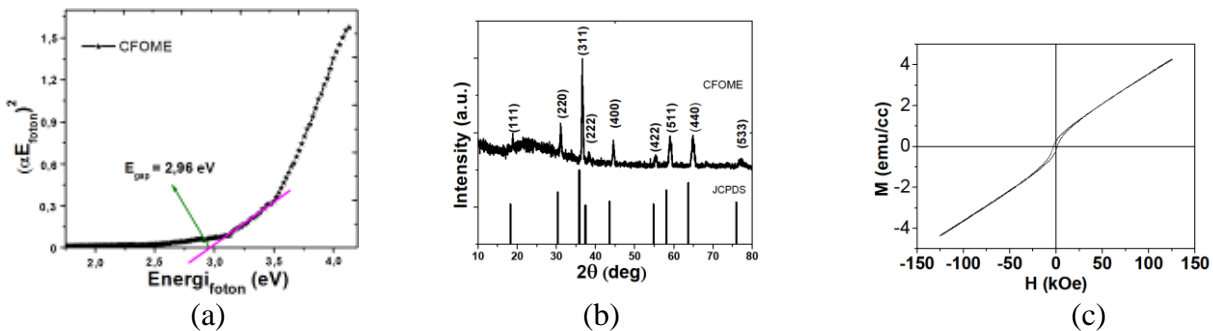


Figure 1. (a). The plots of $(\alpha h\nu)^2$ vs $h\nu$, (b) XRD Pattern and (c) Hysteresis Loop of CoFe₂O₄ particles dispersed in 2-methoxyethanol.

References

- [1] A. Hunyek, C. Sirisathitkul, P. Harding, Synthesis and Characterization of CoFe₂O₄ particle by PVA Sol Gel Method, *Advanced Materials Research*. 93-94 (2010) 659-663.
- [2] Jae-Gwang Lee, Jae Yun Park, Young-Jei Oh, Chul Sung Kim, Magnetic properties of CoFe₂O₄ thin films prepared by a sol-gel method, *Journal of Applied Physics*, 84 (1998), 2801-2805.
- [3] T. Saragi, N. Syakir, T. H. Nainggolan, C. Alboin, Risdiana, The Effect of Molar Composition of Co²⁺ to Structure and Magnetic Properties of CoFe₂O₄, *AIP Conferences Proceedings*, 1554 (2013), 123-125

IV. Keterlibatan Mahasiswa S1:

Daftar Mahasiswa yang sudah sedang mengerjakan Tugas Akhir:

1. Nama Mahasiswa: Siti Nurjannah Sudrajat (140310100099). Rencana judul skripsi: Sintesis Nanopartikel Bahan Magnet *Cobalt-Ferrite* Co_2FeO_4 dengan Metode Sol-Gel. Hasil penelitian ini sudah dipresentasikan pada Seminar Kemajuan Skripsi dalam Pekan Ilmiah Mahasiswa Jurusan Fisika pada hari senin tanggal 2 juni 2014.
2. Ricca Novia (140310100081). Rencana judul skripsi: Karakteristik Nanopartikel Bahan Magnetik *Cobalt Ferrite* (CoFe_2O_4). Hasil penelitian ini juga sudah dipresentasikan pada Seminar Kemajuan Skripsi dalam Pekan Ilmiah Mahasiswa Jurusan Fisika pada hari selasa tanggal 3 juni 2014.

Daftar Mahasiswa yang sedang mengerjakan Tugas Akhir dan masuk dalam Program Tahun II adalah:

1. Synthesis Zinz Oxide dengan metode Hydrothermal. Suhu ($100 \times t$ jam), cuci dgn hexane, redisperse (pelarut semula), UB, CF. UV-Vis, FTIR, TEM. Variasi $t = 5$ jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 25 jam). Skripsi 1: Maria Octaviani 2011
2. Pengaruh suhu hydrotehrmal terhadap karakteristik Zinz Oxide dengan metode Hydrothermal. Pelarutnya sama dengan pelarut butir 1. Suhu (100°C , 120°C , 140°C , 160°C dan 180°C) $\times t$ jam, cuci dgn hexane, redisperse (pelarut semula), UB, CF. UV-Vis, FTIR, TEM. t jam sesuai hsl terbaik dari butir 1. Skripsi 2: Yonathan R Purba2011
3. Efek pelarut terhadap karakteristik Zinz Oxide dengan metode Hydrothermal. Suhu ($T^\circ\text{C} \times t$ jam), cuci dgn hexane, redisperse (pelarut semula), UB, CF, ditambahkan TEOS (30% wt cobalt ferrite) UV-Vis, FTIR, TEM. ($T^\circ\text{C} \times t$ jam): hasil terbaik dari butir 2. Skripsi 3: Satria2011. Pelarut: Ethanol, Methanol, Diethanolamine
4. Optimasi synthesis cobal ferrite dengan metode sol-gel. (katalis dimasukkan droply wise setelah suhu refluks mencapai 125°C): cuci dgn hexane, redisperse (pelarut semula), UB, CF. UV-Vis, FTIR, TEM, (serbuk: XRD, SEM, VSM): M. Jahid Akbar (2010)

Lampiran. Formulir Evaluasi Atas Capaian Luaran

FORMULIR EVALUASI ATAS CAPAIAN LUARAN KEGIATAN

Ketua : Dr. Togar Saragi, M.Si
 Perguruan Tinggi : Universitas Padjadjaran Bandung
 Judul : Sintesis Nanopartikel Lapisan Aktif ZnO dalam Pengembangan Bahan Solar Cell dengan Metode Hydrothermal
 Waktu Kegiatan : tahun ke 1 dari rencana 2 tahun

Luaran yang direncanakan dan capaian tertulis dalam proposal awal:

No	Luaran yang Direncanakan	Capaian
1	Produk Teknologi: sebuah reaktor hydrothermal untuk sintesis nanopartikel	Capaian 100 %, namun rencananya pada Tahun II akan dilengkapi dengan komponen Pressure Gauge, thermocouple
2	Seminar International dengan judul: Synthesis of Cobalt Ferrite Particles by Utilized Sol-Gel Method.	akan dilaksanakan di Lombok pada tanggal 12-13 November 2014, dalam seminar Internasional: 2nd International Conference on Functional Material Science, tanggal 12-13 November 2014
3	Skripsi mahasiswa	1. Nama Mahasiswa: Siti Nurjannah Sudrajat (140310100099). Rencana judul skripsi: Sintesis Nanopartikel Bahan Magnet Cobalt-Ferrite Co_2FeO_4 dengan Metode Sol-Gel. Sudah LULUS 2. Ricca Novia (140310100081). Rencana judul skripsi: Karakteristik Nanopartikel Bahan Magnetik Cobalt Ferrite ($CoFe_2O_4$). Sudah LULUS

CAPAIAN (Lampirkan bukti-bukti luaran dari kegiatan dengan judul yang tertulis di atas, bukan dari kegiatan penelitian/pengabdian dengan judul lain sebelumnya)

1. PUBLIKASI ILMIAH

	Keterangan
Artikel Jurnal Ke-1*	
Nama jurnal yang dituju	Material Science Forum, terindeks Scopus
Klasifikasi jurnal	Proceedings
Impact factor jurnal	
Judul artikel	Synthesis of Cobalt Ferrite Particles by Utilized Sol-Gel Method.
Status naskah (beri tanda <input type="checkbox"/>)	
- Draf artikel	V (dikirim ke Panitia Seminar ICFMS)
- Sudah dikirim ke jurnal	
- Sedang ditelaah	

- Sedang direvisi	
- Revisi sudah dikirim ulang	
- Sudah diterima	
- Sudah terbit	

* Jika masih ada artikel ke-2 dan seterusnya, uraikan pada lembar tambahan.

2. BUKU AJAR

Buku ke-1
Judul:
Penulis:
Penerbit:

Jika masih ada buku ke-2 dan seterusnya, uraikan pada lembar tambahan.

3. PEMBICARA PADA PERTEMUAN ILMIAH (SEMINAR/SIMPOSIUM)

	Nasional	Internasional
Judul Makalah		Synthesis of Cobalt Ferrite Particles by Utilized Sol-Gel Method.
Nama Pertemuan Ilmiah		2 nd International Conference on Functional Material Science, tanggal
Tempat Pelaksanaan		Lombok, Indonesia
Waktu Pelaksanaan		12-13 November 2014
- Draf makalah		Ada
- Sudah dikirim		Sudah
- Sedang direview		
- Sudah dilaksanakan		

Jika masih ada pertemuan ilmiah ke 2 dan seterusnya uraikan pada lembar tambahan.

4. SEBAGAI PEMBICARA KUNCI (*KEYNOTE SPEAKER*)

	Nasional	Internasional
- Bukti undangan dari Panitia		
- Judul makalah		
- Penulis		
- Penyelenggara		
- Waktu Pelaksanaan		
- Tempat Pelaksanaan		
- Draf makalah		
- Sudah dikirim		
- Sedang direview		
- Sudah dilaksanakan		

Jika masih ada undangan ke-2 dan seterusnya, uraikan pada lembar tambahan.

5. UNDANGAN SEBAGAI VISITING SCIENTIST PADA PERGURUAN TINGGI LAIN

	Nasional	Internasional
- Bukti undangan		
- Perguruan tinggi pengundang		
- Lama kegiatan		
- Kegiatan penting yang dilakukan		

Jika masih ada undangan ke-2 dan seterusnya, uraikan pada lembar tambahan.

6. CAPAIAN LUARAN LAINNYA

HKI	(Uraikan status kemajuan mulai dari pengajuan sampai “granted”)
TEKNOLOGI TEPAT GUNA	(Uraikan siapa masyarakat pengguna teknologi yang dimaksud)
REKAYASA SOSIAL	(Uraikan kebijakan publik yang sedang atau sudah dapat diubah)
JEJARING KERJA SAMA	(Uraikan kapan jejaring dibentuk dan kegiatannya sampai saat ini, baik antar peneliti maupun antarlembaga)
PENGHARGAAN	(Uraikan penghargaan yang diterima sebagai peneliti, baik dari pemerintah atau asosiasi profesi)
LAINNYA (Tuliskan)	

Jika luaran yang direncanakan tidak tercapai, uraikan alasannya:

.....

Jatinangor, 27 Oktober 2014
Ketua,



(Dr. Togar Saragi, M.Si)
NIP. 19680826 199603 1 001

Synthesis of Cobalt Ferrite Particles by Utilized Sol-Gel Method

Togar Saragi^{1, a *}, Siti Nurjannah^{1,a}, Ricca Novia^{1,a}, Norman Syakir^{1,a}, Edward Simanjuntak^{1,a}, Lusi Safriani^{1,a}, Risdiana^{1,a}, and Ayi Bahtiar^{1,a}

¹Department of Physics, Padjadjaran University, Jl. Raya Bandung-Sumedang Km. 21 Jatinangor, Indonesia

^aemail: t.saragi@phys.unpad.ac.id

Keywords: particles, CoFe_2O_4 , sol gel, magnetic remnant, coercive field.

Abstract. Cobalt ferrite (CoFe_2O_4) particles have been synthesized by utilizing sol gel method. The starting materials $\text{Co}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ were weighting out in 1:2 mol ratio and dissolved in 2-methoxyethanol and diethanolamine in 1:3 molar ratio. The solution was then refluxed at $125^\circ\text{C} \times 13\text{h}$, and centrifuge with 4500 rpm for 15 minutes. All the particles were redispersed in 2-methoxyethanol. The optical, size and shape, morfology, magnetic properties of the sample were characterized by FTIR, TEM, UV-Vis, XRD and VSM, respectively. The average particles size was 100 – 110 nm, and among $460\text{-}603\text{ cm}^{-1}$ the spectrum has a band allotted to $\nu(\text{M-O})$, where M is Co or Fe. From the Tauc approach, it was found that the energy gap of cobalt ferrite is 2.96 eV. From XRD measurement, it were found that all peaks intensity were consistent with the JCPDS's data, with a shifting 2-theta about $0,645^\circ$. The average of lattice parameter and crystal volume were 8,12 Å and $535.51 \times 10^{-3}\text{ nm}^3$, respectively. From the hysteresis loop measurement, it wan found that the remnant magnetization was 0.2298 emu/cc and coercive field was 2.6982 kOe. The sample characteristic will be analyzed from the inhomogeneity of precursor's solubility.

Introduction

The surface chemistry effects result from the large number of atoms at the surface of nanoscale materials. In spherical nanoparticles, for example, at a size of 3 nm, 50% of the atoms or ions are on the surface, allowing the possibility of manipulation of bulk properties by surface effects and allowing near stoichiometric chemical reaction [1]. Cobalt ferrites (CoFe_2O_4) are well-known magnetic ceramics used in electrical equipment and microwave devices. For biomedical applications, CoFe_2O_4 nanoparticles are required to have a narrow size distribution, high magnetization values, a uniform spherical shape, and superparamagnetic behavior at room temperature [2-7]. Cobalt ferrite material is indirect band-gap, with the band-gap are varied from 2,80 eV [8], 2,74 eV [9]. Cobalt ferrites can be synthesized by various methods such as solid state raction, microemulsion, chemical co-precipitation, hydrothermal method, microwave synthesis and sol-gel method. The sol-gel method, a wet chemical process, is efficient for preparing high quality ceramics. The attraction of the gel reaction prevents atom from breaking out, while the chelating gel is dried by heat treatments. Since it can be consistently controlled, the homogeneity on a molecular level can be obtained. In the previous work, we have been synthesize the particles of cobalt ferrite by sol gel methode, however the size of the particles were in sub micron size in the range of 171 up to 405 nm [10]. In this study, we do optimized the growth of cobalt ferrite particles by a sol-gel method by controlling the solution and temperature in the reflux process. The particles characteristics were characterized by FTIR, UV-Vis, TEM, XRD and TEM. The optical, crystal and magnetic characteristics by the sol-gel method will be presented in this article.

Experimental Method

The raw materials of cobalt cobalt (II) acetate tetrahydrate, $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ of 1,2454 grams and iron (III) nitrate non ahydrate, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ of 4,0400 grams were dissolve in 47 ml of 2-

methoxyethanol. The solutions was stirred for 3 hours without heating, added *diethanolamine* droply wise until the solutions reached pH of 9.5 and refluxed at 125°C for 13 hours. The percent mol composition of Co^{2+} : Fe^{3+} are 33%:67%, and molar composition of *2-methoxyethanol* and *diethanolamine* are 1:3. After 24 hours, the fine particles were appear, and then was filtered by the paper with the pore size of 2,5 μm . The solution and particles were separated by centrifuge method with 5000 rpm for 15 minutes, and repeated by 3 times. The particles were redispersed in *2-methoxyethanol*. The optical characteristics were investigated by FTIR and UV-Vis, while the size of the particles was investigated by TEM. The solution was dried on *hot plate* at 125°C until all the solution vanish and deliver of powder. The cobalt ferrite powder was calcined at 500°C for 1 hour, and followed by sintering at 900°C for 3hours. Finally, the crystal and magnetic characteristics wereoinvestigated by XRD and VSM.

Result and Discussion

The FTIR measurement of CoFe_2O_4 sample dispersed in 2-methoxyethanol (CFOME) shown in Figure 1. It is shown that the among 460-603 cm^{-1} the spectrum has a band allotted to $\nu(\text{M-O})$, where M is Co or Fe.

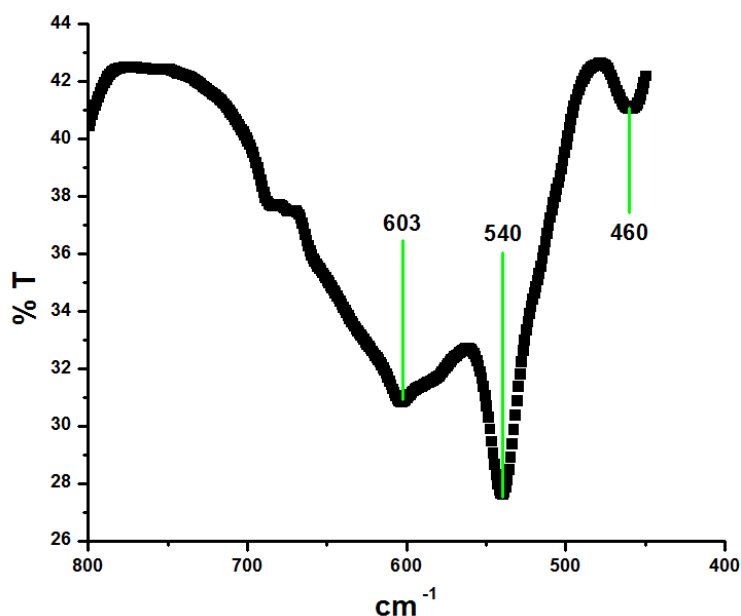


Figure 1. The FTIR spectrum of CoFe_2O_4 sample dispersed in 2-methoxyethanol

Figure 2 shows TEM measurement of CoFe_2O_4 sample dispersed in 2-methoxyethanol.

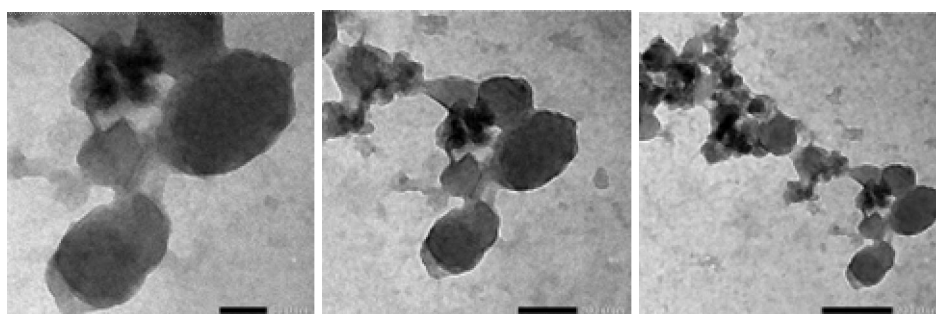


Figure 2. TEM measurement of CoFe_2O_4 sample dispersed in 2-methoxyethanol, the scale is 50 nm (left), 100 nm (centre), and 200 nm (right)

It is shown that the cobalt ferrite particle form are oval, with the average size in order of 100 nm up to 220 nm. The homogeneity of the particles is low, that indicates the grown of the particle is not homogen. This size is smaller than that size observed in Togar, at.al. [11], however, it is stiiil high compared with the nano-meter size, as the effect of adding the 2-methoxyethanol catalist in the beginning of the reflux process.

The UV-Vis measurement of cobalt ferrite sample dispersed in 2-methoxyethanol shown in Figure 3. From the Tauc plot discribe in [12] by using the equation $(\alpha h\nu)^2$, it is estimated that the band-gap of the particle is 2,96 eV. This band-gap is calculated without reflection of the sample, therefore, it is shown that the band-gap this sample is higher than the band-gap obtained by Debabrata Mishra, at.al., and Holinsworth, at.al., [8,9],

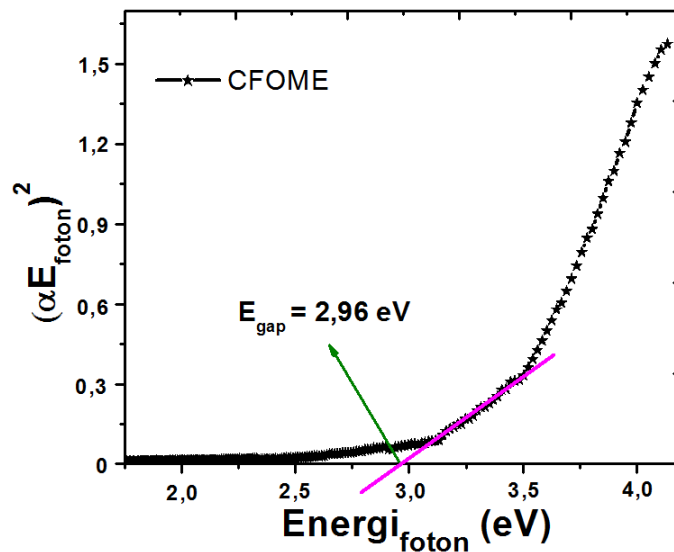


Figure 3. Band-gap curve of cobalt ferrite estimated by Tauc plot.

The XRD measurement of cobalt ferrite sample dispersed in 2-methoxyethanol shown in Figure 4.

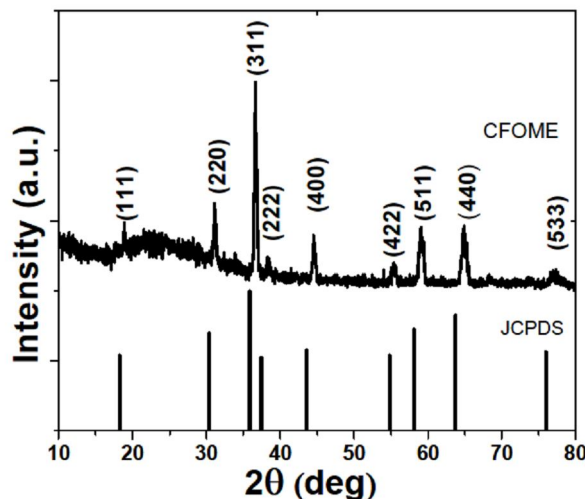


Figure 4. The XRD curve of cobalt ferrite sample dispersed in 2-methoxyethanol.

It is shown that all peak are consistent with the JCPDS data [13], with the small shift of the 2θ around 0,645°.

The magnetic karakteristik was investigated by Vibrating Sample Magnetometer (VSM), as shown in Figure 5.

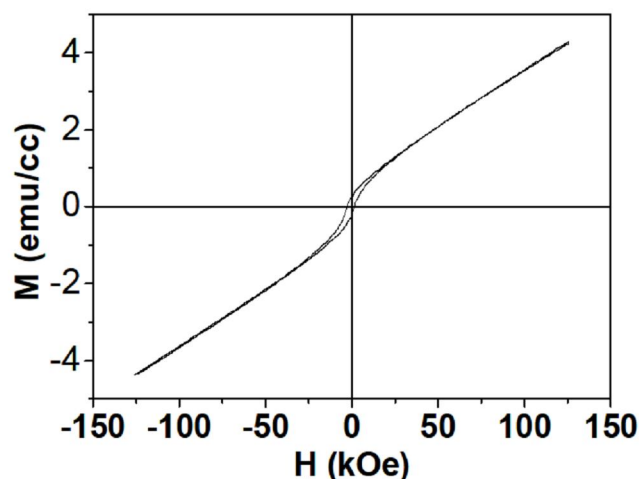


Figure 5. Hysteresis loop of cobalt ferrite sample dispersed in 2-methoxyethanol.

It is shown that the magnetic characteristic is look like a paramagnetic characteristic, with the remnant, M_r around 0,2303 emu/cc and coercive field, H_c around of 2,7039 kOe.

To increas the characteristics of FTIR, UV-Vis, XRD and magnetics, optimized of reflux process will be optimized by adding catalis 2-methoxyethanol droply wise after the temperature of reflux reached 125°C, and the particles could grow in the slow process one small particle by one small particle.

Acknowledgment

This work was supported by Program Desentralisasi Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi No.: 19/UN6.R/PL/2014 tanggal 17 Januari 2014.

Summary

We have been synthesised of cobalt ferrite particles by sol-gel metod, with the average size about 100 – 220 nm. The magnetic properties look a like a paramegnetic properties, which consisten from the FTIR and TEM measurement, indicated the magnetic materials is still not complete grow. An optimized process will be conducted to increase the physical and magnetic properties by controll the reflux process.

References

- [1] Klabunde, K.J.; Stark, J.V.; Koper, O.; Mohs, C.; Park, D.G.; Decker, S.; Jiang, Y.; Lagadic, I.; Zhang, D. *J. Phys. Chem.* 1996, 100, 12,142–12,153.
- [2] M. Sugimoto, *J. Am. Ceram. Soc.* 82, 269 (1999)
- [3] A.K. Giri, E.M. Kirkpatrick, P. Moongkhamklang, S.A. Majetich, *Appl. Phys. Lett.* 80, 2341 (2002)
- [4] T. Mathew, S. Shylesh, B.M. Devassy, M. Vijayaraj, C.V.V. Satyanarayana, B.S. Rao, C.S. Gopinath, *Appl.Catal. A-Gen.* 273, 35 (2004)
- [5] G.V.M. Jacintho, A.G. Brolo, P. Corio, P.A.Z. Suarez, J.C. Rubim, *J. Phys. Chem. C* 113, 7684 (2009)
- [6] P. Pradhan, J. Giri, G. Samanta, H.D. Sarma, K.P. Mishra, J. Bellare, R. Banerjee, D. Bahadur, *J. Biomed. Mater. Res. Part B Appl. Biomater.* 81B, 12 (2007)

- [7] M. Sincai, D. Ga[^]nga[~], D. Bica, L. Ve[^]ka[^]s, J. Magn. Magn. Mater. 225, 235 (2001)
- [8] J.H. Lee, Y.M. Huh, Y.W. Jun, J.W. Seo, J.T. Jang, H.T. Song, S. Kim, E.J. Cho, H.G. Yoon, J.S. Suh, J. Cheon, Nat. Med. 13, 95 (2007)
- [9] Debabrata Mishra, Kula Kamal Senapati, Chandan Borgohain, A. Perumal. 2012. CoFe₂O₄-Fe₃O₄ Magnetic Nanocomposites as Photocatalyst for the Degradation of Methyl Orange Dye. Journal of Nanotechnology, Volume 2012.
- [10] Holinsworth, B. S., D. Mazumdar, H. Sims, Q.-C. Sun, M. K. Yurtisigi, S. K. Sarker, A. Gupta, W. H. Butler, J. L. Musfeldt. 2013. *Chemical tuning of the optical band gap in spinel ferrites: CoFe₂O₄ vs NiFe₂O₄*. AIP Publishing LLC
- [11] T. Saragi, N. Syakir, T. H. Nainggolan, C. Alboin and Risdiana, The Effect of Molar Composition of Co²⁺ to Structure and Magnetic Properties of CoFe₂O₄, AIP Conference Proceedings, 1554, 123 (2013).
- [12] Liang, Xiau, Lan Zhong-Wen, Yu, Zhong, Sun Ke, Li Le-Zhong. 2007. *Microstructure and Magnetic Properties of NiZn Ferrite Thin Film Prepared by Sol-Gel Method*. Trans. Nonferrous Met. Soc. China 17. PP 5854-5857.
- [13] Swanson, Howard E., Howard F. McMurdie, Marlene C. Morris Eloise H. Evans, and Boris Paretzkin. 1971. *Standard X-ray Diffraction Powder Patterns*. Washington, D.C.: Institute for Materials Research National Bureau of Standards.