

## MAGNETIK NANOKRISTALIN BARIUM HEKSAFERIT ( $\text{BaO } 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) HASIL PROSES *HIGH ENERGY MILLING*

Akmal Johan<sup>1</sup>, Ridwan<sup>2</sup>, Mujamilah<sup>2</sup> dan Ramlan<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Fisika, FMIPA - Universitas Sriwijaya

Inderalaya 30662, Palembang, Sumatera Selatan

<sup>2</sup>Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

### ABSTRAK

**MAGNETIK NANOKRISTALIN BARIUM HEKSAFERIT ( $\text{BaO } 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) HASIL PROSES *HIGH ENERGY MILLING*.** Telah dilakukan penelitian mengenai sifat magnetik bahan serbuk barium heksaferit melalui proses *milling* yang disertai proses *annealing* dari suhu ruang hingga suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C ditahan selama 3 jam. Hasil pengukuran pola difraksi sinar-X, sebelum dan setelah proses *milling* secara intensif hingga 30 jam, menunjukkan adanya deformasi struktur kristal yang ditandai dengan tinggi puncak difraksi yang semakin menurun dan semakin melebar serta sifat kemagnetan yang semakin menurun. Dari pengukuran sifat kemagnetan sebelum dan sesudah proses *milling* selama 30 jam, masing-masing nilai koersivitas intrinsiknya adalah 1,68 kOe dan 1,13 kOe, sedangkan nilai magnetisasi remanennya 42,5 emu/gram dan 8,16 emu/gram. Proses *annealing* pada suhu 1000 °C selama 3 jam terhadap cuplikan yang telah di *milling*, dapat memperbaiki sifat magnetik. Hal itu ditunjukkan naiknya nilai koersivitas intrinsik hingga mencapai 4,39 kOe, dan nilai magnetisasi remanen yang cenderung kembali seperti sebelum di *milling* sekitar 40,8 emu/gram.

**Kata kunci :** Barium heksaferit, *High energy milling*, Koersivitas, Remanen

### ABSTRACT

**NANOCRYSTALINE MAGNETICS OF BARIUM HEXAFFERITE ( $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) PROCESSED BY HIGH ENERGY MILLING.** We have investigated magnetic properties of fine powder material of the barium hexaferrite processed by milling and followed by annealing process from the room temperature to 400 °C, 600 °C, 800 °C, and 1000 °C until three hours. The measurement results of X-Ray diffraction patterns after milling process intensively until tree hours have shown that there are deformations of crystal structure pointed by the high of peaks that lower and wider than before, and so its magnetic properties more weak than before mailing process. From the measurement of magnetic properties before and after milling process until 30 hours, we got the value of intrinsic coercivity, *i.e.* 1.68 kOe and 1.13 kOe, respectively; while the remanent magnetization of its are 42.5 emu/gram and 8.16 emu/gram, respectively. On the temperature 1000 °C until 3 hours, the annealing process of the samples that have done milling process can refine magnetic properties. These are shown by the raising of intrinsic coercivity to 4.39 kOe and the value of remanent magnetization tend to as before the milling process, *i.e.* 40.8 emu/gram.

**Key words :** Barium hexafferite, High energy milling, Coercivity, Remanence

### PENDAHULUAN

Magnet keras (*hard magnetic*) seperti Barium heksaferit ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) merupakan salah satu bahan, baik dari segi keilmuan maupun teknologi sangat penting. Bahan dengan anisotropi kristalin yang besar dengan koersivitas magnet yang cukup tinggi serta secara kimiawi stabil, menyebabkan bahan ini sangat banyak digunakan sebagai komponen magnet permanen seperti ditemui dalam peralatan *microwaves* [1].

Serbuk halus  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  dalam ukuran nanometer saat ini berperanan penting dalam pembuatan sistem

penyimpanan data berkapasitas tinggi. Untuk itu beberapa usaha telah dilakukan guna memperoleh bahan ini dalam sistem struktur nanokristalin.

Teknologi pemrosesan untuk mendapatkan suatu bahan dalam skala nanometer secara umum dapat dibagi menjadi dua bagian [2]:

1. Proses *top down* yakni bahan dasar yang pada mula berukuran beberapa millimeter dihaluskan dalam suatu proses *milling* yang panjang sehingga diperoleh bahan serbuk yang sangat halus. Proses

*milling* ini dapat menyebabkan rusaknya sistem struktur bahan sehingga dapat menurunkan sifat fisik bahan, dalam hal ini sifat kemagnetan bahan. Oleh sebab itu suatu pemrosesan lebih lanjut seperti perlakuan panas yang sistematis akan sangat menentukan agar diperoleh sifat magnetik bahan yang baik dengan ukuran kristalit yang kecil (berskala nanometer).

2. Proses *bottom up*, yakni proses pembentukan paduan dengan jalan mereaksikan beberapa bahan baik secara padatan maupun cairan. Namun untuk mendapatkan ukuran partikel yang sangat halus proses yang banyak digunakan adalah dengan melalui proses kimia basah (*wet chemistry*), seperti proses pengendapan, ataupun gel.

Namun demikian dalam beberapa hal gabungan kedua metode di atas sangat mungkin memberikan solusi guna memproleh suatu bahan nanomagnet yang baik.

Dalam kegiatan penelitian ini, ditujukan pada pemahaman perubahan sifat magnetik bahan dikaitkan dengan ukuran kristalitnya. Disini akan dilihat pengaruh waktu *millling* terhadap kerusakan sistem kristalit yang akhirnya berdampak pada sifat kemagnetan bahan. Tinjauan mengenai proses rekristalisasi dikaitkan dengan sistematika perlakuan panas (*annealing*) terhadap serbuk magnet hasil *millling*, yang dapat memberikan gambaran secara rinci hubungan antara sifat magnet dengan ukuran kristalitnya.

Bahan tipe M-heksaferit,  $MFe_{12}O_{19}$  ( $M=Ba, Pb, Sr$ ) telah dikenal mempunyai sifat magnet yang sangat baik sehingga banyak digunakan sebagai magnet permanen bagian komponen dari peralatan frekuensi tinggi atau sebagai media penyimpanan data [1,3]. Untuk media penyimpanan data, M-heksaferit yang digunakan mempunyai ukuran kristalit sangat halus, dalam skala nanometer [4].

Seperti telah diketahui, koersivitas magnet ( $H_c$ ) bahan M-heksaferit sangat bergantung pada ukuran partikel. Semakin halus ukuran partikel bahan, maka koersivitas magnet yang diperoleh akan semakin tinggi [5-6]. Berbagai teknik telah dilakukan untuk mendapatkan partikel halus M-heksaferit ini; misalnya metode kopresipitasi kimia [7], metode kristalisasi glass [8], metode *sonochemical* [8], *sol-gel* [6-10], maupun metode *High Energy Milling* [11-12]. Semua metode yang telah disebutkan, kecuali metode *High Energy Milling* untuk mendapatkan partikel dalam ukuran skala nanometer disebut dengan pendekatan *bottom up* sedangkan yang terakhir disebut dengan *top down* [2].

Pendekatan *top down* untuk mendapatkan partikel dalam ukuran nanometer dengan metode *High Energy Milling*, dipandang lebih praktis dibandingkan dengan metode lainnya, dan mempunyai prospek untuk dikembangkan dalam skala besar. Hampir semua paduan yang terbuat dari metal maupun keramik dapat dihaluskan dengan metode *High Energy Milling* ini [13-14]. Problem utama yang sering dihadapi dalam proses *millling* ini

adalah terjadinya kerusakan struktur kristal (*crystallographic damage*), serta adanya unsur pengotor yang berasal dari wadah yang digunakan pada waktu proses *millling*. Namun demikian uji coba yang telah dilakukan terhadap beberapa cuplikan yang dihaluskan dengan *High Energy Milling*, menunjukkan kontaminasi dari *vial* ataupun bola-bola yang digunakan sangat kecil. Identifikasi menggunakan difraksi sinar-X terhadap beberapa hasil *millling* tidak menunjukkan adanya fasa asing yang muncul [14], sehingga dapat diabaikan.

Kerusakan struktur kristal terhadap bahan hasil proses *millling*, tentunya akan sangat berpengaruh terhadap sifat-sifat fisika seperti sifat kemagnetan bahan. Salah satu cara untuk memperbaiki struktur kristal adalah dengan perlakuan panas. Namun seperti telah diketahui efek perlakuan panas dapat mendorong pertumbuhan kristal, sehingga akan berpengaruh terhadap koersivitas. Oleh sebab itu dalam kegiatan ini efek perlakuan panas pada  $BaO \cdot 6Fe_2O_3$  hasil proses *millling* dan perubahan sifat magnet merupakan salah satu topik utama yang akan dilakukan dalam kegiatan ini.

## METODE PERCOBAAN

Seperti telah dijelaskan sebelumnya, kegiatan penelitian dimulai dengan proses sintesa bahan barium heksaferit nanokristalin secara *top down*. Disini serbuk bahan barium heksaferit yang terdapat secara komersial di *millling* menggunakan fasilitas *High Energy Milling* (HEM).

Dalam kegiatan penelitian ini proses *millling* dilakukan terhadap bahan barium heksaferit ( $BaFe_{12}O_{19}$ ) berbentuk serbuk halus dengan ukuran awal sekitar  $1 \mu\text{m}$  ( $10^{-6}\text{m}$ ) dan dengan selang waktu proses *millling* yang divariasikan, terutama untuk melihat perubahan ukuran partikel akibat proses mekanik. Lama untuk satu siklus proses *millling* adalah sekitar 90 menit, dan waktu jedah antara dua proses *millling* sekitar 30 menit hingga 60 menit. Ini dilakukan terutama untuk pendinginan sistem motor.

Proses pencuplikan dilakukan untuk setiap selang waktu tertentu setelah proses *millling*. Sistem fasa dari serbuk hasil *millling* kemudian diidentifikasi dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X. Identifikasi fasa ini penting untuk melihat seberapa jauh proses *millling* sudah berpengaruh terhadap sistem struktur kristal bahan, untuk melihat apakah proses *millling* telah menyebabkan proses abrasi dari sistem *vial* sehingga menambah unsur pengotor. Selain itu berdasarkan data difraksi sinar-X ini juga dapat ditentukan ukuran kristalit fungsi lama waktu *millling*, dengan menggunakan formula *Scherer* [15], yakni

$$D = \frac{0,9\lambda}{W \cos\theta} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

dimana  $D$  adalah ukuran kristalit,  $\lambda_{\text{Cu-K}\alpha}$  adalah panjang gelombang target sinar-x ( $1,5406\text{\AA} = 0,15406 \text{ nm}$ ),  $W$  adalah lebar setengah puncak (*Full Width at Half Maximum, FWHM*) dan  $\theta$  adalah menyatakan sudut difraksi sinar-X (*Bragg*).

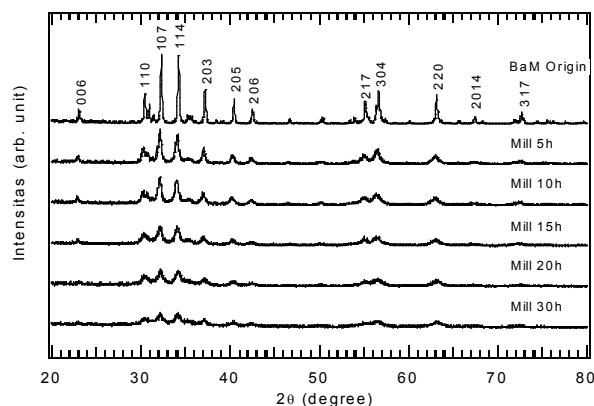
Untuk melihat kaitan antara kerusakan sistem struktur kristal bahan akibat proses *milling* dengan sifat kemagnetan bahan, maka akan dilakukan pengukuran kurva histeresis dengan peralatan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*. Berdasarkan data hasil pengukuran kurva histeresis ini, dapat dilakukan analisis kualitatif kaitan antara perubahan sifat magnet dengan sistem kristal.

Selain itu untuk melihat ukuran partikel sebagai efek proses *milling*, maka pengambilan data *SEM (Scanning Electron Microscope)* akan memberikan gambaran yang lengkap mengenai morfologi bahan. Kombinasi data-data hasil pengukuran yang dilakukan diharapkan memberikan gambaran yang lengkap mengenai mekanisme perubahan sistem struktur nanokristalin dengan metode *top down* yang dikaitkan dengan perubahan sifat magnetik bahan.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

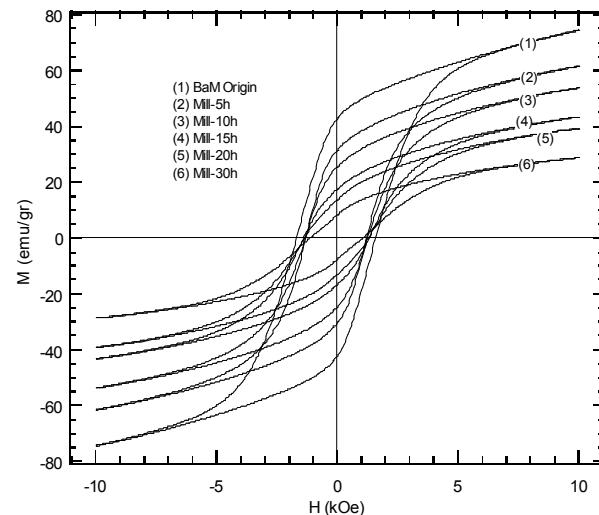
### Data dari Proses *High Energy Milling*

Pola difraksi sinar-x sebelum dan setelah proses *milling* selama selang waktu 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam, dapat dilihat pada Gambar 1. Disini terlihat bahwa secara sistematis semakin lama proses *milling* maka puncak difraksi cenderung semakin menurun dan melebar, namun tidak terbentuk fasa amorf hingga proses *milling* 30 jam. Selain itu tidak terdapat puncak-puncak baru melainkan hanya fasa barium heksaferit yang berfasa tunggal dan hal ini hanya dikarenakan kerusakan struktur kristalit akibat proses *milling*.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X bahan serbuk barium heksaferit Sebelum dan setelah proses *milling* 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam.

Kurva histeresis sebelum dan setelah proses *milling* selama selang waktu 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam, hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2, disini

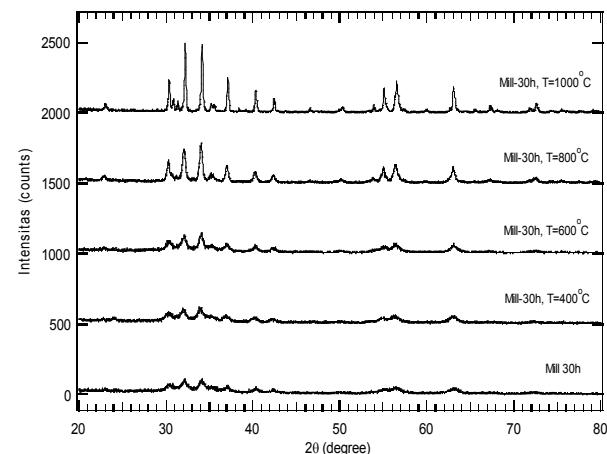


Gambar 2. Kurva histeresis bahan serbuk barium heksaferit sebelum dan setelah proses *milling* 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam

terlihat bahwa semakin lama proses *milling* maka magnetisasi remanen dan koersivitas intrinsik cenderung semakin menurun, ini menunjukkan pengaruh waktu proses *milling* terhadap kerusakan sistem kristalit yang akhirnya berdampak pada penurunan sifat kemagnetan bahan.

### Data Proses *Milling* Disertai *Annealing* pada Suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C Selama 3 Jam

Pola difraksi sinar-X dari hasil proses *milling* selama 30 jam selanjutnya diberikan proses *annealing* pada suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C selama 3 jam dan disertai proses pendinginan di dalam *furnace* hingga suhu ruang, dapat dilihat pada Gambar 3. Disini terlihat bahwa puncak-puncak difraksi cenderung naik

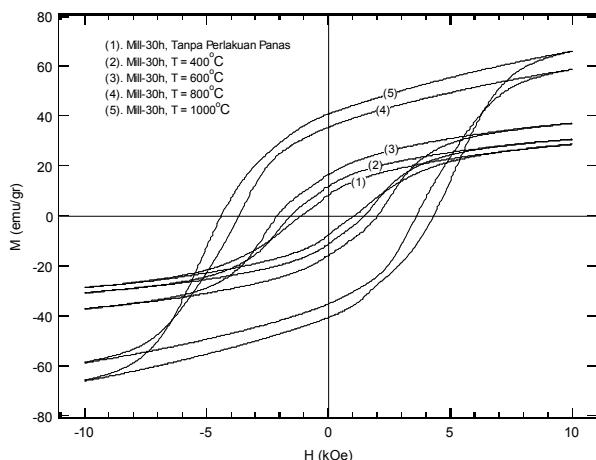


Gambar 3. Pola difraksi sinar-X bahan serbuk barium heksaferit dari hasil proses *milling* selama 30 jam disertai proses *annealing* pada suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C ditahan selama 3 jam.

## Magnetik Nanokristalin Barium Heksafiterit ( $BaO \cdot 6Fe_2O_3$ ) Hasil Proses High Energy Milling (Akmal Johan)

hingga menyerupai sebelum dilakukan proses *milling*, ini terkait dengan perbaikan struktur kristal bahan yang terdeformasi akibat proses *milling*.

Kurva histeresis dari hasil proses *milling* selama 30 jam disertai proses *annealing* pada suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C selama 3 jam dan disertai proses pendinginan di dalam *furnace* hingga suhu ruang, dapat dilihat pada Gambar 4, disini terlihat bahwa semakin tinggi suhu *annealing* hingga 1000 °C maka nilai koersivitas intrinsik dan nilai magnetisasi remanen cenderung semakin meningkat hal ini terkait dengan perbaikan sistem kristal (rekristalisasi) berdampak pada peningkatan sifat kemagnetan bahan.



**Gambar 4.** Kurva histeresis bahan serbuk barium heksafiterit hasil dari proses *milling* selama 30 jam disertai proses *annealing* pada suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C ditahan selama 3 jam.

## Hubungan Proses *Milling* Disertai Proses *Annealing* Terhadap Sifat Magnetik Bahan

Kurva histeresis pada Gambar 2 dan Gambar 4 terlihat bahwa secara sistematis semakin lama proses *milling* maka magnetisasi remanen dan koersivitas magnet cenderung menurun, mengindikasikan bahwa proses *milling* dapat berdampak pada kerusakan struktur kristal serta meningkatnya *strain internal* yang dapat menyebabkan perubahan sifat kemagnetan suatu bahan. Hal ini dapat dimengerti, karena cacat kristal

**Tabel 1.** Hubungan proses *milling* selama 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam sebelum diberikan proses *annealing* terhadap sifat magnetik bahan.

Proses <i>milling</i> (jam)	Sifat Magnetik Bahan	
	Mr (emu/gr)	Hc (kOe)
0	42,5	1,68
5	31,3	1,29
10	25,2	1,33
15	17,2	1,38
20	13,7	1,34
30	8,16	1,13

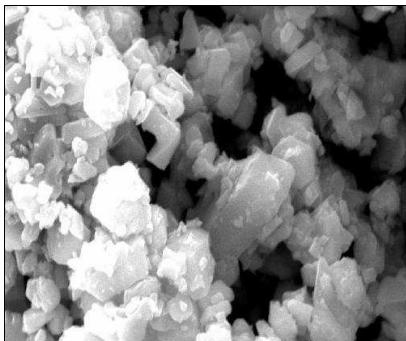
menyebabkan mekanisme interaksi antar momen spin magnet atom di dalam krsital terganggu. Hubungan proses *milling* terhadap sifat magnetik suatu bahan berupa nilai magnetisasi remanen (*Mr*) dan nilai koersivitas intrinsik (*Hc*) dapat dilihat pada Tabel 1. Pada Tabel 1 ini terlihat bahwa semakin lama proses *milling* secara sistematis magnetisasi remanen dan koersivitas intrinsik cenderung turun. Nilai magnetisasi remanen sekitar 42,5 emu/gram sebelum proses *milling* dan 8,16 emu/gram setelah proses *milling* 30 jam dan nilai koersivitas intrinsik sekitar 1,68 kOe sebelum proses *milling* dan 1,13 kOe setelah proses *milling* 30 jam. Penurunan sifat magnetik ini diperkirakan akibat mekanisme interaksi *spin* momen magnet atom di dalam kristalit terganggu akibat cacat kristal yang terbentuk selama proses *milling*.

Untuk memperbaiki struktur kristal dan rekonsruksi bahan akibat proses *milling*, dapat dilakukan melalui proses *annealing* [2,16]. Dari Gambar 4 hasil proses *milling* selama 30 jam diberikan proses *annealing* pada suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C ditahan selama 3 jam maka terlihat adanya kecenderungan peningkatan sifat magnetik bahan secara signifikan dimana magnetisasi remanen meningkat dari sekitar 8,16 emu/gram sebelum diberikan proses *annealing* dan setelah diberikan proses *annealing* hingga suhu 1000 °C ditahan selama 3 jam mencapai 40,8 emu/gram dan nilai koersivitas intrinsik sekitar 1,13 kOe sebelum diberikan proses *annealing* dan setelah diberikan proses *annealing* hingga suhu 1000 °C ditahan selama 3 jam mencapai 4,39 kOe dan hasil secara lengkap dapat dilihat pada Tabel 2. Ini menunjukkan bahwa proses *annealing* telah membentuk kembali sistem fasa barium heksafiterit ( $BaO \cdot 6Fe_2O_3$ ) yang terdeformasi akibat proses *milling* namun dengan ukuran kristalin yang tetap halus [6,14] seperti terlihat pada Gambar 5(c).

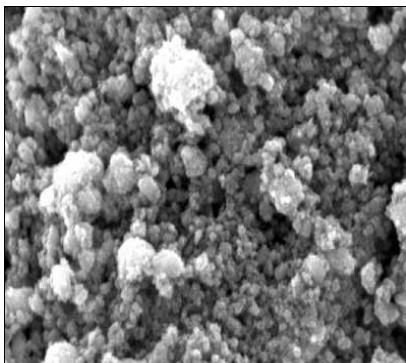
**Tabel 2.** Hubungan hasil proses *milling* 30 jam setelah di proses *annealing* pada suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 1000 °C ditahan selama 3 jam terhadap sifat magnetik bahan.

Proses <i>milling</i> (jam)	Suhu <i>annealing</i> (°C)	Sifat Magnetik Bahan	
		Mr (emu/gr)	Hc (kOe)
30	-	8,16	1,13
	400	11,7	1,56
	600	16,4	2,07
	800	35,4	3,66
	1000	40,8	4,39

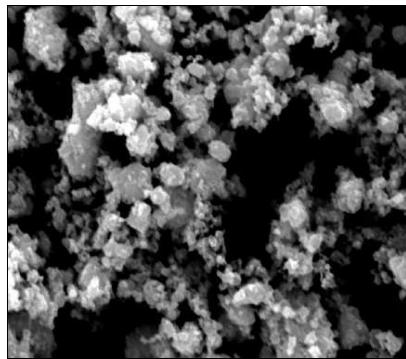
Hasil foto strukturmikro dengan peralatan *SEM* terhadap bahan serbuk barium heksafiterit ( $BaO \cdot 6Fe_2O_3$ ) sebelum dan setelah proses *milling* selama 30 jam, dapat dilihat pada Gambar 5a, Gambar 5b dan Gambar 5c, terlihat bahwa semakin lama proses *milling* maka ukuran kristalit cenderung semakin halus dan cenderung teraglomerasi akibat interaksi gaya elektrostatis yang cukup kuat pada partikel tersebut.



Gambar 5a. Foto SEM BaM original



Gambar 5b. Foto SEM setelah proses milling 30 jam



Gambar 5c. Foto SEM setelah proses milling 30 jam dan annealing pada suhu 1000 °C selama 3 jam.

## KESIMPULAN

Dari analisa hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan:

1. Proses *milling* tanpa disertai proses *annealing* dapat menurunkan sifat magnetik bahan barium heksaferit yang ditunjukkan dari nilai koersivitas intrinsik 1,68 kOe sebelum proses *milling* dan 1,13 kOe setelah proses *milling* 30 jam serta nilai magnetisasi remanen 42,5 emu/gram sebelum proses *milling* dan 8,16 emu/gram setelah proses *milling* 30 jam.
2. Proses *milling* selama 30 jam yang disertai proses *annealing* hingga suhu 1000 °C ditahan selama 3 jam, dapat memperbaiki sifat magnetik bahan barium heksaferit dengan semakin meningkatnya nilai

koersivitas intrinsik bahan hingga sekitar 4,39 kOe dan nilai magnetisasi remanen cenderung kembali seperti harga sebelum dilakukan proses *milling* yaitu sekitar 40,8 emu/gram ini menunjukkan bahwa kerusakan sistem fasa ataupun struktur kristal akibat proses *milling* tidak ada lagi.

3. Terkait dengan peningkatan koersivitas magnet intrinsik dari 1,68 kOe (origin) menjadi 4,39 kOe setelah rekristalisasi dengan ukuran kristalit yang semakin kecil, maka dapat disimpulkan bahwa peningkatan sifat intrinsik ini akibat perubahan ukuran kristalit yang menurun dalam rentang nanometer.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kami ucapan kepada penyandang dana penelitian Hibah PEKERTI tahun 2007 DP2M-DIKTI dan Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir-BATAN, kawasan PUSPIPTEK Serpong Tangerang, sebagai penyedia vasilitas peralatan untuk penelitian ini.

## DAFTARACUAN

- [1]. KACZMAREK, W. A., IDZIKOWSKI, B., MULLER, K. H., *J. Magn. Magn. Mater.*, **921** (1998) 177-181
- [2]. GUOZHONG CAO, *Nanostructures & Nanomaterials, Synthesis, Properties & Application*, Imperial College Press, University of Washington, USA, (2003)
- [3]. MITSUNORI MATSUMOTO, AKIMITSU MORISAKO, SHIGETO TAKEI, *Journal of Alloys and Comounds*, **236** (2001) 215-220
- [4]. HERNANDEZ, P., DE FRANCISCO, C., MUÑOZ, J. M., INIGUEZ, J., TORRES, L., ZAZO, M., *J. Magn. Magn. Mater.*, **123** (1996) 157-158
- [5]. SORT, J., NOGUES, J., SURINACH, S., MUÑOZ, J. S., and BARO, M. D., *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*, **15-16** (2003) 599-606
- [6]. RIDWAN, GRACE TJ. SULUNGBUDI dan MUJAMILAH, Efek Metode Sintesis Terhadap Sifat Magnet Bahan Barium Hexaferrite, *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan 2004*, (2004) 251-256
- [7]. JANASI, S. R., EMURA, M., LANDGRAF, F. J. G., RODRIGUES, D., *J. Magn. Magn. Mater.*, **238** (2002) 168-172
- [8]. ODA, K., YOSHIO, T., O-OKA, K., KANAMARU, F., *J. Mater. Sci. Lett.*, **3** (1984) 1007
- [9]. SHAFI, K. V. P., GEDANKE, A., *Nano Structured Materials*, **12** (1999) 29-34
- [10]. ESTEVEZ RAMS, E., MARTINEZ GARCIA, R., REGUERA, E., MONTIEL SANCHEZ, H., and MADEIRA, H. Y., *J. Phys. D : Appl. Phys.*, **33** (2000) 2708-2715

- [11]. ZHIQIANG JIN, WEITANG, JIANRONG ZHANG, HAO LIN, YOUWEIDU, *J. Magn. Magn. Mater.*, **182** (1998) 231-237
- [12]. MENDOZA-SUAREZ, G., MATUTES-AQUINO, J. A., ESCALANTE GARCIA, J.I., MANCHA MOLINAR, H., RIOS JARA, D., JOHAL, K. K., *J. Magn. Magn. Mater.*, **223** (2001) 55-62
- [13]. MATTEAZZI, P., BASSET, D., MIANI, F., and LECAER, G, *Mechanosynthesis of Nanophase Materials*, Nano Structured Materials, Pergamon Press Ltd., **2** (1997) 217-229.
- [14]. RIDWAN, GRACE TJ. SULUNGBUDI dan MUJAMILAH, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **6** (2)(2005) 6-10
- [15]. KLUG, H. P., and ALEXANDER, L. E., *X-Ray Diffraction Procedures*, John Wiley & Sons Inc., London, (1962)
- [16]. CULLITY, B.D. and STOCK, S.R., *Elements of X-Ray Diffraction*, 3<sup>rd</sup>, Addison Wesley Publishing Company, Inc, London, (1978)