p-ISSN: 1693-1246 e-ISSN: 2355-3812 Januari 2016



# ZERO-FIELD NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE FOR STUDY OF ANTIFERROMAGNETIC PROPERTIES OF FeF3 MATERIALS

# PENGGUNAAN ZERO-FIELD NUCLEAR MAGNETIC RESONANCE UNTUK STUDI SIFAT ANTIFERROMAGNETIK MATERIAL FeF3

# G.R.F. Suwandi\*, S.N. Khotimah, F.Haryanto

KK Fisika Nuklir dan Biofisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Bandung

Diterima: 12 Oktober 2015. Disetujui: 28 Desember 2015. Dipublikasikan: Januari 2016

## ABSTRAK

Nuclear Magnetic Resonance (NMR) telah banyak digunakan sebagai "research tool" pada berbagai bidang kajian di fisika. Pada studi ini, akan dilakukan eksperimen untuk menguji sifat magnetik, khususnya antiferromagnetik pada material FeF3. Telah dilakukan eksperimen dengan memvariasikan temperatur pada sampel dari 8 K hingga 220 K. Pulse sequence yang digunakan adalah 90°RF–т–180°RF. Dengan memanfaatkan Fast Fourier Transform, sinyal echo ini dapat dianalisis dalam bentuk spektrum NMR dengan puncak spektrum menunjukkan frekuensi resonansinya. Diperoleh bahwa frekuensi resonansi akan menurun seiring dengan kenaikan temperatur. Posisi frekuensi pada temperatur 0 K adalah sebesar 85,41 MHz, hal ini memperlihatkan bahwa medan hyperfine dari Fe sebesar 2,14 T pada temperatur 0 K. Kurva antara frekuensi resonansi dengan temperatur menunjukkan bahwa magnetisasi tidak tepat sebanding dengan hukum Bloch T2 namun lebih cocok dengan bentuk persamaan eksponensial yang berkaitan dengan suatu gap energi yang berasal dari dispersi spin wave. Hal ini menguatkan bahwa bahan FeF3 merupakan bahan yang bersifat antiferromagnetik, namun bukan antiferromagnetik sederhana. Berdasarkan fitting, diperoleh gap energi sebesar 1,465 meV.

### ABSTRACT

Nuclear Magnetic Resonance (NMR) has been used as a research tool in many fields. In this study, the magnetic properties, especially anti-ferromagnetic properties of FeF3 materials were investigated. Zero-field custom-built NMR method was used to investigate the anti-ferromagnetic properties in the materials. Experiments have been carried out by varying the sample temperatures from 8 K to 220 K. Ordinary spin echo pulse sequence 90°RF–T–180°RF were used. Using Fast Fourier Transform, the signals in NMR spectrum were analyzed and the peak showed the resonance frequency. The result showed that resonance frequencies decrease with increasing in temperature. The frequency of the spectrum was around 85.41 MHz in the zero-temperature limit, and this corresponds with Fe hyperfine field at zero-temperature limit was 2.14 T. The temperature dependence of the local magnetization does not fit T2 Bloch's Law very well. Instead, it fits the exponential form having an energy gap in the dispersion relation of the spin wave. It is obtained from the result that FeF3 is antiferromagnetic materials with energy gap of 11.466 meV and anisotropy energy of 1.045 meV.

© 2016 Jurusan Fisika FMIPA UNNES Semarang

## Keywords: Anti-ferromagnetic, FeF3, FID echo, hyperfine field, NMR, zero-field.

## PENDAHULUAN

NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) merupakan "*research tool*" yang mendasar dan telah digunakan secara luas di berbagai bidang sains dan teknologi. Penggunaan NMR

Jalan Ganesha No.10 Bandung, Indonesia 40132 E-mail: galih.suwandi@gmail.com dalam bidang fisika telah dikembangkan pada berbagai bidang kajian fisika mulai dari teori hingga terapan. Pada kajian fisika partikel elementer, NMR digunakan untuk mengukur magnetik momen elektron, proton dan neutron. Pada bidang fisika atomik, efek Zeeman dan efek Stark dapat dipelajari melalui NMR. Bidang fisika terapan seperti biofisika dan fisika medik, NMR dipergunakan pada studi molekul organik, protein, fotosintesis dan magnetic re-

<sup>\*</sup>Alamat Korespondensi:

sonance imaging MRI (Sleator, 2008).

Berkaitan dengan penggunaan NMR pada proses pencitraan, pengembangan material sebagai *contrast agent* MRI merupakan topik kajian yang sedang dikembangkan. Secara umum, MRI *contrast agent* diklasifikasikan ke dalam 3 jenis yaitu contrast agent berbasis bahan ferromagnetik, superparamagnetik dan diamagnetik (Paulet, 2013). Namun, akhir-akhir ini dikembangkan *contrast agent* generasi berikutnya yaitu berbasis bahan antiferromagnetik.

Salah satu bahan yang dapat diproyeksikan sebagai contrast agent berbasis antiferromagnetik adalah FeF<sub>3</sub> (ferric fluoride). Bahan ini pertama kali diteliti melalui difraksi sinar – X. Melalui metode ini diketahui bahwa FeF<sub>3</sub> merupakan bimolekular rhombohedral dalam grup ruang R3C dengan 2 buah atom besi di posisi (0,0,0), dan ( $\frac{1}{2},\frac{1}{2},\frac{1}{2}$ ), juga 6 buah atom fluorin di posisi ± (u,  $\frac{1}{2}$ -u,  $\frac{1}{4}$ ), ± ( $\frac{1}{2}$ -u,  $\frac{1}{4}$ , u), ± ( $\frac{1}{4}$ , u,  $\frac{1}{2}$ -u) dengan u=-0.614 (Hepworth et. al, 1957). Penelitian mengenai bahan FeF<sub>3</sub> ini terus dikembangkan melalui berbagai metoda seperti mossbauer spectra (Ferrey, 1979), molecular orbital study (Scholz, 1998) magnetic frustation (Tamine, 2002) dan bahkan akhir-akhir ini sebagai katoda baterai ion Litium (Li, 2010). Dari berbagai penelitian ini telah diketahui bahwa FeF<sub>3</sub> memiliki temperatur Neel sebesar 365 K (Coey, 2009). Nilai temperatur Neel ini memperlihatkan bahwa di bawah 365 K, FeF<sub>3</sub> bersifat antiferromagnetik. Hal ini menunjukkan bahwa FeF<sub>3</sub> juga akan bersifat antiferromagnetik ketika berada di temperatur rata-rata tubuh manusia (± 310 K) (Strijkers, 2007).

Satu metoda yang dapat dilakukan untuk menguji sifat magnetik bahan FeF<sub>3</sub> adalah NMR. Inti dari ion pada material magnetik seperti Fe pada FeF<sub>3</sub> memiliki medan hyperfine yang kuat. Interaksi hyperfine adalah interaksi magnetik antara momen magnetik inti dengan momen magnetik elektron. Interaksi ini memunculkan medan magnet, yang disebut medan hyperfine. Dalam kerangka pengamat yang diam di inti, interaksi ini disebabkan oleh



**Gambar 1.** Sistem peralatan NMR yang digunakan, terdiri atas (a) *cryostat*, sistem pendingin, (b) modulator, demodulator, pembangkit RF, komputer, dan (c) *network analyzer* (Suwandi, 2014).



Gambar 2. Proses perakitan probe NMR yang terdiri atas kapasitor, induktor, sampel dan termokopel (Suwandi, 2014).

medan magnetik yang dihasilkan oleh pergerakan elektron di sekitar inti (Christman, 1988).

Hal ini memungkinkan spektrum NMR diperoleh tanpa perlu diberikan medan magnet luar. Pada kasus ini, medan hyperfine yang dihasilkan atom Fe akan dirasakan oleh atom F sebagai medan magnet luar. Sehingga inti dari F akan berpresesi terhadap medan hyperfine dari Fe. Berkaitan dengan hal ini, maka NMR yang digunakan adalah <sup>19</sup>F- NMR. Teknik NMR tanpa adanya medan magnet luar ini disebut *zero-field NMR* (Thayer, 1987).

Sebagai medan dipol yang dibentuk oleh spin elektron yang cenderung saling menghilangkan karena tetangganya memiliki arah yang berlawanan, maka medan dipol yang dialami oleh inti sangat lemah dibandingkan dengan medan hyperfine pada antiferromagnetik. Maka, frekuensi larmor sangat ditentukan oleh konstanta kopling hyperfine dan momen magnetik (Jo, 2011).

Medan hyperfine dan konstanta kopling hyperfine pada Fe akan bergantung terhadap temperatur (Riedi, 1973). Hal ini yang melandasi penelitian kali ini dilakukan dengan menggunakan temperatur sebagai variabel yang berubah.

Pada makalah ini dilaporkan hasil penelitian berkaitan dengan pengujian sifat antiferromagnetik pada bahan FeF<sub>3</sub> menggunakan metode zero-field NMR dan melihat hubungan antara medan hyperfine pada FeF<sub>3</sub> terhadap temperatur. Pengujian ini akan memperlihatkan jenis antiferromagnetik pada bahan FeF<sub>3</sub>.

## METODE

Bahan yang diteliti adalah  $\text{FeF}_3$  (ferric fluoride). Sampel bahan  $\text{FeF}_3$  yang digunakan berbentuk serbuk polikristalin dengan kemurnian 98% produksi dari Sigma-Aldrich, Korea. Sampel disimpan dalam sebuah tabung sampel berukuran diameter (5,00 ± 0,05) mm dan panjang (22,00 ± 0,05) mm. Secara kasat mata, sampel ini berwarna hijau pucat.

Bahan FeF<sub>3</sub> yang digunakan memiliki massa molar 112.840 gram/mol dan rapat massa 3,78 gram/cm<sup>3</sup>. Temperatur Neel untuk bahan ini adalah 365 K. (Coey, 2009). Jadi, pada temperatur tubuh manusia, bahan ini berada dalam fasa antiferromagnetik.

Sistem alat NMR yang digunakan merupakan rakitan dari Laboratorium *Magnetic Resonance and Magnetism*, KAIST, Korea Selatan. Sistem ini terdiri atas 4 bagian utama, yaitu modulator, probe eksperimen, demodulator dan komputer seperti ditunjukkan gambar 1. Kepala probe yang digunakan adalah inti <sup>19</sup>F. Hal ini berkaitan dengan material yang diselidiki yaitu FeF<sub>3</sub> yang memiliki inti F. Secara umum, terdapat tiga tahap dalam eksperimen. Tahap pertama adalah persiapan sampel dan probe. Tahap kedua adalah pengaturan temperatur (pendinginan) sampel. Tahapan terakhir merupakan pengambilan data (perekaman dan pengolahan sinyal NMR).

Probe NMR merupakan bagian tempat terjadinya fenomena NMR. Probe dirancang untuk menjadi bagian pemberi dan penangkap sinyal pada sampel. Seperti terlihat pada gambar 2, probe merupakan tempat diletakannya sampel yang akan diuji. Probe ini disambungkan dengan pembangkit sinyal sehingga sampel akan menerima sinyal RF. Selain itu, probe juga dihubungkan dengan network analyzer untuk mendeteksi sinyal hasil resonansinya. Sebagai pemberi sinyal gelombang RF, probe yang digunakan terdiri atas rangkaian induktorkapasitor (LC) seperti gambar 2. Induktor terbuat dari kawat tembaga ( $\phi = 1 \text{ mm}$ ), jumlah lilitan sebanyak 5, diameter kumparan 5,05 mm dan panjang kumparan 5,7 mm. Untuk memperoleh nilai induktansi dari kumparan yang dibuat, digunakan persamaan 1 (Grover, 1973) :

$$L = \frac{\mu N^2 A}{l} \tag{1}$$

*L* merupakan induktansi kumparan,  $\mu$  permiabilitas listrik relatif terhadap inti kumparan, *N* jumlah lilitan, *A* luas penampang kumparan dan *I* merupakan panjang kumparan.

Perhitungan secara manual menunjukkan bahwa kumparan ini memiliki nilai induktansi sebesar 110,395 nH. Selain itu, terdapat dua buah kapasitor variabel dengan nilai kapasitansi sebesar 2 – 120 pF.

Bagian modulator akan memberikan pulsa sequence berupa spin echo  $(90^\circ - \tau - 180^\circ)$ . Lebar pulsa 90° yang diberikan ditetapkan sebesar 2µs sepanjang proses pengukuran. Untuk pemberian sinyal RF, parameter pada modulator diatur dengan nilai yang tertera pada tabel 1. Pengaturan parameter ini berlaku untuk seluruh pengambilan data.

Frekuensi resonansi dari bahan FeF<sub>3</sub> belum diketahui, oleh karena itu dilakukan pencarian spektrum pada rentang frekuensi 60 - 90 MHz. Rentang ini merupakan rentang frekuensi resonansi NMR untuk inti <sup>19</sup>F. Untuk mencapai pengukuran yang akurat, koil pada probe diatur secara teliti pada setiap frekuensi memanfaatkan *network analyzer*.

	Tabel 1. Se	t parameter	pada e	ksperimen.
--	-------------	-------------	--------	------------

Parameter	Nilai
Repetition time	50000 µs
Pulse width	2 µs
Echo time	100 µs
Pre-echo time	20 µs
T1	10 µs
Dial	2

Sampel yang telah dipersiapkan dalam probe kemudian dimasukkan ke dalam cryostat dan diatur temperaturnya. Temperatur yang diberikan bervariasi dari 8,2 K hingga 220 K. Proses pendinginan dilakukan dengan memanfaatkan helium cair. Pengaturan temperatur dilakukan oleh alat kontrol temperatur yang terhubung dengan termokopel pada probe NMR. Untuk setiap nilai temperatur, proses pemberian dan perekaman sinyal NMR dilakukan sebanyak satu kali pengambilan data. Secara keseluruhan, terdapat 12 kali proses pengulangan pengambilan data.

# HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan langkah eksperimen yang telah dilakukan, diperoleh data mentah berupa nilai hasil *averaging* selama 300 kali dari osiloskop. Data ini merupakan sinyal echo yang terekam. Gambar di bawah ini adalah hasil sinyal pada temperatur sampel 20 K.



**Gambar 3.** Sinyal NMR hasil *average* pada temperatur sampel 20 K.

Pada Gambar 3, sumbu-x merupakan waktu (dalam mikro-sekon) dan sumbu-y me-

rupakan tegangan (dalam satuan acak). Besar nilai pada sumbu-y tidak terlalu penting karena besarnya tergantung pada parameter dial yang diatur, bukan dari sampel. Jadi nilainya bisa berubah tergantung parameter dial yang diberikan. Selain itu terlihat pula ada dua sinyal pada osiloskop, yaitu *real part* dan *imaginary part*. Kedua sinyal tersebut muncul sebagai akibat beda fasa pada sinyal output hasil demodulator. Jadi, data yang diolah menggunakan FFT hanya data bagian *real*.

Untuk melihat spektrum NMR dan frekuensi resonansi dari kondisi ini, maka data di atas perlu diubah dari domain waktu ke domain frekuensi. Untuk memperoleh hal tersebut, dilakukan FFT (*Fast Fourier Transform*). Proses FFT ini dilakukan menggunakan perangkat lunak *OriginPro 8.1*. Dengan melakukan FFT, diperoleh hasil seperti gambar 4.



**Gambar 4.** Spektrum NMR pada temperatur sampel 20 K. Terlihat bahwa frekuensi resonansi pada temperatur ini 85,205 MHz.

Nilai frekuensi ini sesuai dengan perkiraan berdasarkan data bahwa frekuensi Larmor untuk atom F berada pada nilai sekitar 94,1 MHz pada medan magnet 2,35 T (Jacobsen, 2007). Untuk nilai medan hyperfine pada atom ini diperkirakan antara 1 hingga 2 T. Maka nilai 85 MHz masuk dalam rentang frekuensi perkiraan.

Secara keseluruhan, data lainnya dari spektrum NMR yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 5. Berdasarkan Gambar 5 tersebut, diperoleh bentuk gaussian untuk seluruh spektrum NMR yang diperoleh. Spektrum dengan intensitas tertinggi terdapat pada temperatur sampel yang terendah dan semakin mengecil seiring dengan peningkatan temperatur. Pada temperatur 220 K, spektrum NMR yang teramati sangat kecil dan ketika temperatur 240 K tidak tampak spektrum. Hal inilah yang



**Gambar 5.** Spektrum NMR dari sampel  $FeF_3$  untuk berbagai temperatur sampel pada rentang 8.2 – 220 K.



**Gambar 6.** Hubungan antara frekuensi NMR sampel terhadap temperatur. Lingkaran hitam merupakan data eksperimen dari frekuensi resonansi NMR pada bahan  $FeF_3$ .

menyebabkan data yang disajikan terbatas hingga 220 K. Selain itu, dapat pula dilihat bahwa terjadi pergeseran nilai frekuensi resonansi. Hal ini berkaitan dengan adanya energi termal yang meningkat seiring dengan temperatur yang meningkat. Oleh karena itu dapat ditinjau bahwa magnetisasi totalnya cenderung menurun dan mengakibatan frekuensi resonansinya mengecil. Selain itu dapat ditinjau pula dari nilai medan hyperfine yang berkurang seiring dengan peningkatan temperatur. Kurva hubungan antara momen magnetik lokal dengan temperatur pada material FeF<sub>3</sub> ini dapat dilihat dari Gambar 6.

Hubungan antara frekuensi resonansi dengan medan magnet hyperfine terlihat se-

perti persamaan 2 (Jo, 2011) :

$$\upsilon = \frac{\gamma}{2\pi} \left( |A| \mu_T \right) = \frac{\gamma}{2\pi} \left( B_{hyp} \right)$$
(2)

Dengan mengingat bahwa medan hyperfine memiliki kebergantungan terhadap temperatur, maka frekuensi resonansi dari sampel akan sebanding dengan momen magnetik lokal pada sampel

$$\upsilon(T) \propto M(T) \tag{3}$$

Oleh karena itu, kurva pada gambar 4.8 dapat pula dilihat sebagai kurva antara momen magnetik (*M*) dengan

G.R.F. Suwandi, S.N. Khotimah, F.Haryanto - Zero-Field Nuclear Magnetic Resonance for 95

 Tabel 2. Perbandingan hasil fitting.

Simbol	Persamaan fitting	Persamaan hasil fitting	R <sup>2</sup>
	$y = y_0 - Ax^2$	$y = 85.66307 - (2.95523 \times 10^{-4})x^2$	0.99696
—	$y = y_0 - Bx^{1.5} e^{-C/x}$	$y = 85.41034 - 0.00785x^{1.5}e^{-132.87945/x}$	0.99952

temperatur (*T*). Hal ini pula yang dilakukan pada saat mendekati bentuk kurva melalui persamaan. Data di atas didekati dengan dua buah persamaan yang berasal dari *spin wave excitation fitting* :

$$M(0) - M(T) = aT^{2}$$
(4)

Persamaan 3 tersebut merupakan persamaan untuk bahan antiferromagnetik. Pada persamaan tersebut, M(0) merupakan magnetisasi lokal sampel pada saat temperatur 0 K dan M(T) merupakan magnetisasi lokal sampel pada temperatur T, *a* merupakan sebuah konstanta acak dan T merupakan temperatur.

$$M(0) - M(T) = bT^{3/2}e^{-E_x/kT}$$
(5)

Persamaan 4 merupakan persamaan yang sesuai jika bahan yang digunakan antiferromagnetik dengan adanya suatu gap energi ( $E_g$ ). Pada persamaan 5, *b* merupakan suatu konstanta acak dan *k* merupakan tetapan Boltzman. Jika hubungan ini yang terpenuhi, maka dapat pula ditentukan nilai energi exchange ( $E_E$ ) dan anisotropi magnetik ( $E_A$ ) dengan memanfaatkan persamaan :

$$E_{\sigma} = \left(2E_{A}E_{F}\right)^{\frac{1}{2}} \tag{6}$$

<sup>o</sup> Data yang diperoleh telah didekati dengan kedua persamaan di atas seperti terlihat pada gambar 6. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa bahan yang digunakan merupakan antiferromagnetik. Hal ini terlihat dari bentuk kurva antara frekuensi resonansi dengan temperatur sangat mendekati persamaan 4. Tabel 2 merupakan hasil fitting data pada persamaan 4 dan 5. Hasilnya menunjukkan persamaan 5 lebih memenuhi bentuk kurva. Hal ini dapat dilihat dari nilai koefisien korelasi  $R^2$  fitting persamaan 5 yang sebesar 0,99952 lebih mendekati 1 dibandingkan dengan fitting persamaan 4 sebesar 0,99696.

Hasil fitting pada Tabel 1 dengan pendekatan persamaan 5 dapat digunakan untuk mengetahui beberapa besaran lain seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, yaitu gap energi ( $E_a$ ), energi exchange ( $E_e$ ) dan anisotropi magnetik ( $E_A$ ). Gap energi ( $E_g$ ) yang diperoleh berdasarkan pendekatan persamaan 5 sebesar 11,466 meV yang sebanding dengan

energi termal  $(E = k_B T)$  pada 133,06 K.

Kemudian, energi exchange  $(E_E)$  yang merupakan energi ambang pada transisi antara antiferromagnetik dengan paramagnetik, diperoleh dengan mengambil nilai Temperatul Neel  $(T_N)$  yaitu 365 K atau  $E_E = kT_N = 31,452$ meV. Dengan memanfaatkan persamaan 6, maka dapat diperoleh anisotropi magnetik  $(E_A)$ sebesar 1,045 meV atau sebanding dengan energi termal pada temperatur 12,13 K.

Gap energi yang muncul ini berkaitan dengan dispersi spin wave. Pada temperatur rendah, magnetisasi dari bahan ferromagnetik dan antiferromagnetik dipengaruhi oleh long-wavelength spin wave. Sebagai pembeda dengan bahan ferromagnetik, pada bahan antiferromagnetik terdapat gap energi. Gap energi ini berkaitan dengan nilai dari energi exchange dan energi anisotropi. Pada tinjauan kristal magnetik anisotropi, energi (yang biasanya berasal dari arus listrik) yang bekerja pada domain magnet, yang menyebabkan momen magnetik berubah arah dari posisi "easy" ke "hard" disebut sebagai energi anisotropi. Energi yang dibutuhkan untuk melakukan hal tersebut didefinisikan sebagai energi anisotropi. Berdasarkan hal ini, dapat diamati bahwa jika energi anisotropi dari bahan cukup besar, maka maka arah magnetisasi cukup sulit untuk berubah. Hal ini dapat pula terlihat dari kelandaian kurva antara frekuensi resonansi (yang dapat merepresentasikan magnetisasi lokal) dengan temperatur. Arti dari kelandaian kurva tersebut adalah dibutuhkan temperatur (energi termal) yang cukup besar untuk mengubah orientasi spin. Seperti kita tahu, dengan meningkatnya temperatur, maka energi termal-nya dapat "merusak" konfigurasi spin antiferromagnetik yang ada. Dengan asumsi bahwa pada kondisi temperatur nol, spin berada pada keadaan dasar (ground state). Secara mikroskopik, hal ini berkaitan pula dengan eksitasi spin wave. Oleh karena itu, dalam pengolahan data di atas digunakan spin wave excitation fitting. Persamaan fitting ini berasal dari konsep eksitasi termal pada spin wave (Kittel, 1979). Konsep ini berlaku pada temperatur rendah. Oleh karena itulah, temperatur yang digunakan lebih rapat pada nilai yang rendah dibandingkan nilai temperatur yang menuju temperatur Neel bahan. Nilai energi anisotropi yang lebih kecil dibandingkan dengan energi exchange menunjukkan bahwa pada transisi fase magnetik dari paramagnetik ke antiferromagnetik dan sebaliknya, terjadi spin-flop phase transition.

Dalam melihat pengaruh besar kecilnya besaran-besaran energi yang diperoleh, dapat dilihat nilai pada bahan lain sebagai pembanding. Sebagai contoh, bahan α-Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang telah diteliti oleh Jo et al (Jo, 2011), dapat dilihat bahwa nilai energi-energinya memiliki perbedaan. Pertama dalam hal kurva antara magnetisasi lokal dengan temperatur, pada kurva bahan FeF, lengkungannya lebih landai dibandingkan dengan α-Mn2O3. Hal ini mengindikasikan bahwa bahan FeF, lebih sulit untuk berubah orientasi spinnya terhadap temperatur dibandingkan  $\alpha$ -Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hal ini ternyata terlihat dari nilai energi gap untuk α-Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 1,82 meV yang lebih kecil dibandingkan FeF<sub>3</sub> sebesar 11,466 meV. Artinya butuh energi yang lebih kecil untuk spin wave terdispersi dan muncul orientasi berbentuk propagasi gelombang. Hal yang sama terlihat pula tentunya pada nilai energi anisotropinya yang sebesar 0,22 meV dibandingkan dengan FeF<sub>3</sub> sebesar 1,045 meV. Dan secara umum jelas terlihat dari temperatur Neel untuk α-Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yaitu 90 K jauh lebih rendah dibanding FeF<sub>3</sub> senilai 365 K.

Jelas bahwa energi termal yang dibutuhkan untuk mengacak konfigurasi spin untuk α-Mn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> lebih kecil dibanding dengan FeF<sub>4</sub>.

### SIMPULAN

Berdasarkan eksperimen yang telah dilakukan telah diperoleh sinyal NMR dari sampel FeF<sub>3</sub> dengan metode *zero-field* NMR. Jadi, metode ini dapat dilakukan untuk mendeteksi kemagnetan pada bahan FeF<sub>3</sub>.

Frekuensi resonansi dari sampel FeF<sub>3</sub> menurun seiring dengan peningkatan temperatur. Kurva hubungan antara frekuensi resonansi ini dengan temperatur memenuhi persa-

maan spin wave excitation :  $M \propto T^{3/2} e^{-E_g/l}$  sehingga menunjukkan bahwa FeF<sub>3</sub> merupakan bahan antiferromagnetik dengan suatu gap energi yang berkaitan dengan dispersi spin wave.

Magnetisasi sublattice diperoleh secara kuantitatif sebagai fungsi temperatur menunjukkan gap energi sebesar of 11.466 meV yang berkaitan dengan dispersi spin wave dan energi anisotropi sebesar 1.0452 meV.

Medan efektif pada sampel  $\text{FeF}_3$  berupa medan hyperfine yang bernilai 2.14 Tesla pada temperatur nol mutlak. Nilai medan hyperfine ini berkurang seiring peningkatan temperatur sampel.

Hasil eksperimen ini dapat dijadikan acuan awal untuk pengembangan bahan  $\text{FeF}_3$  sebagai MRI contrast agent generasi terbaru, yaitu *contrast agent* berbasis antiferromagnetik. Dengan temperatur Neel yang berada dalam rentang suhu tubuh manusia, maka dapat dipastikan bahwa  $\text{FeF}_3$  bersifat antiferomagnetik jika sedang bekerja sebagai *contrast agent*.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kami ucapkan kepada Prof. S.C. Lee dan seluruh anggota *Magnetic Resonance and Magnetism Laboratory*, KAIST, Korea Selatan atas fasilitas penelitian ini.

### **DAFTAR PUSTAKA**

- Chlan, V., Stepankova, H., Reznicek, R., & Novak, P. (2011). Anisotropy of hyperfine interactions as a tool for interpretation of NMR spectra in magnetic materials. *Solid State Nuclear Magnetic Resonance*, 40, 27–30.
- Christman, J. R. (1988). Fundamental of Solid State Physics. USA : John Wiley & Sons.
- Coey, J. M. D. (2009). *Magnetism and Magnetic Material*. New York : Cambridge University Press.
- Ferey, G., Varret, F., & Coey, J. M. D. (1979). Amorphous FeF<sub>3</sub>: a non-crystalline magnet with antiferromagnetic interactions. *Journal of Physics C: Solid State Physics*, 12(13), 531-538.
- Gadian, D.G. (1995). *NMR and its application to living system*. New York : Oxford University Press Inc.
- Grover, F.W. (1973). *Inductance Calculations*. New York : Dover Publication Inc.
- Hepworth, M. A., Jack, K. H., Peacock, R. D., & Westland, G. J. (1957). The crystal structures of the trifluorides of iron, cobalt, ruthenium, rhodium, palladium and iridium. *Acta Crystallographica*, 10, 63-69.
- Jacobsen, N. E. (2007). NMR Spectroscopy Explained : Simplified Theory, Applications and Examples for Organic Chemistry and Structural Biology. New Jersey : John Wiley & Sons.
- Jo, E., Kim, C., & Lee, S.C. (2011). 55Mn nuclear

magnetic resonance for antiferromagnetic Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *New Journal of Physics*, 13 , 013-018.

- Kittel, C. (1979). Introduction to Solid State Physics 5th ed. New Delhi : Wilwy Eastern Reprint.
- Li, R. F., Wu, S. Q., Yang, Y., & Zhu, Z. Z. (2010). Structural and Electronic Properties of *Li*-Ion Battery Cathode Material FeF<sub>3</sub>. *Journal of Physical Chemistry* C, 114, 16813–16817.
- Paulet, L. (2013). *Contrast Agent in MRI*, [Portable Document File]. Retrieved from
  - http://epileptologie-bonn.de/cms/upload/homepage/lehnertz/LPaulet CA MRI.pdf
- Poole Jr., C.J. (2004) Encyclopedic Dictionary of Condensed Matter Physics Vol 1 and 2. San Diego : Elsevier Inc.
- Riedi, P.C. (1973). Temperature Dependence of the Hyperfine Field and Hyperfine Coupling Constant of Iron. *Physical Review B*, 8, 5243-5246.
- Rosenthal, D. (1964). *Introduction to Properties* of *Materials*. New Jersey : D.Van Nostrand Company Inc.
- Scholz, G., & Stosser, R. (1999). Molecular structures, vibrational frequencies and isotropic hyperfine coupling constants of FeF<sub>3</sub> and MnF<sub>2</sub>: an ab initio molecular orbital study. *Journal of Molecular Structure : THEO*-

CHEM, 488, 195-206.

- Shane, J.R. & Kestigian, M. (1968). Antiferromagnetic Resonance in Twinned Crystals of FeF<sub>3</sub>. *Journal of Applied Physics*, 39, 1027-1028.
- Sigma Aldrich. (2013). Product Spesification of FeF<sub>3</sub>. Retrieved from
- http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldric h/288659?lang=en&region=ID
- Sleator, T. (2008). *Pulsed Nuclear Magnetic Resonance and Spin Echo*. New York : New York University.
- Strijkers, G.J., Mulder, W.J.M., Tilborg, G.A.F.v., & Nicolay, K. (2007). MRI contrast agents: current status and future perspectives. *Anti-Cancer Agent in Medicinal Chemistry*, 7(3), 291-305.
- Suwandi, Galih R.F. (2014). Penggunaan Zerofield Nuclear Magnetic Resonance (NMR) untuk Studi Sifat Antiferromagnetik Material FeF<sub>3</sub>. (Unpublished Master Thesis). SPs ITB, Bandung.
- Tamine, M. (2002). Magnetic frustration in cubic antiferromagnet studied by means of the constraint function: Application to FeF<sub>3</sub>. *Computational Materials Science*, 25, 339–343.
- Thayer, A.M., & Pines, A. (1987). Zero-field NMR. Account of Chemical Research, 20 (2), 47– 53.