



TUGAS AKHIR - SF 141501

SINTESIS SERBUK Fe_2TiO_5 BERBASIS BAHAN ALAM BATU BESI DENGAN VARIASI TEMPERATUR KALSINASI

M. Husni Hudaya
NRP 01111440000067

Dosen Pembimbing
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SINTESIS SERBUK Fe_2TiO_5 BERBASIS BAHAN
ALAM BATU BESI DENGAN VARIASI
TEMPERATUR KALSINASI**

**M. Husni Hudaya
NRP 01111440000067**

**Pembimbing
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

**Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



FINAL PROJECT - SF 141501

SYNTHESIS OF Fe_2TiO_5 POWDER BASED ON LOCAL IRONSTONE WITH VARIATION OF CALCINATION TEMPERATURE

**M. Husni Hudaya
NRP 01111440000067**

**Advisor
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

**Physics Department
Faculty of Science
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LEMBAR PENGESAHAN
SINTESIS SERBUK Fe_2TiO_5 BERBASIS BAHAN ALAM
BATU BESI DENGAN VARIASI TEMPERATUR
KALSINASI

Disusun untuk memenuhi syarat kelulusan mata kuliah Tugas
Akhir Program Strata 1
Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

M. Husni Hudaya
01111440000067

Surabaya, 27 Juli 2018

Menyetujui,
Dosen Pembimbing:



Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

NIP: 19660224199002.1.001



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

SINTESIS SERBUK Fe_2TiO_5 BERBASIS BAHAN ALAM BATU BESI DENGAN VARIASI TEMPERATUR KALSINASI

Nama : M. Husni Hudaya

NRP : 01111440000067

Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Abstrak

Sintesis serbuk Fe_2TiO_5 dengan bahan dasar batu besi lokal dari kabupaten Tanah Laut, Kalimantan Selatan telah dilakukan. Sintesis diawali dengan mensintesis Fe_2O_3 dari batu besi dengan metode kopresipitasi. Sintesis Fe_2O_3 diawali dengan melarutkan batu besi ke dalam HCl pada temperatur 70 °C selama 1,5 jam dan kemudian dilakukan penyaringan. Larutan lolos saring kemudian dititrasi dengan NH_4OH sampai didapatkan pH 5. Hasil titrasi diendapkan dan dicuci menggunakan akuades, selanjutnya dilakukan pengeringan pada temperatur 110 °C. Serbuk kering dikalsinasi pada temperatur 800 °C selama 1 jam. Serbuk Fe_2O_3 hasil sintesis dicampur dengan serbuk TiO_2 anatase dengan perbandingan mol 1:1 dan dilakukan proses *milling* selama 5 jam. Serbuk hasil pencampuran diuji menggunakan DTA/TG dan dikalsinasi pada temperatur 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C, dan 1100 °C. Serbuk hasil kalsinasi dikarakterisasi menggunakan XRD. Hasil analisis menunjukkan bahwa serbuk Fe_2TiO_5 sudah terbentuk pada temperatur 900 °C, namun Fe_2TiO_5 baru didapatkan pada temperatur 1000 °C dan 1100 °C. ukuran kristal Fe_2TiO_5 pada temperatur kalsinasi 900 °C, 1000 °C, dan 1100 °C berturut-turut adalah (172 ± 3) nm, (110 ± 2) nm, dan (502 ± 11) nm.

Kata Kunci: batu besi, pseudobrookite, variasi temperatur.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

SYNTHESIS OF Fe_2TiO_5 POWDER BASED ON LOCAL IRONSTONE WITH VARIATION OF CALCINATION TEMPERATURE

Name : M. Husni Hudaya
NRP : 01111440000067
Advisor : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Abstract

Synthesis of pseudobrookite Fe_2TiO_5 powders based on local ironstone from Tanah Laut, South Kalimantan has been performed. The synthesis started by synthesis of Fe_2O_3 powder from ironstone using the coprecipitation method. It included dissolving the iron stone into HCl at a temperature of 70 °C for 1.5 hours and then followed by filtering. The filtered solution was precipitated using NH_4OH to reach a pH of 5, and the precipitate was washed with water. The result was then dried at 110 °C, and the dried powder was calcined at a temperature of 800 °C for 1 hour. The synthesized Fe_2O_3 powder was mixed with TiO_2 anatase powder at 1:1 molar ratio using ball-milling for 5 hours. The mixed powder was characterized using DTA/TG to determine the appropriate calcination temperature to obtain Fe_2TiO_5 . The mixed powder was calcined at a temperature of 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C, and 1100 °C to study the phase evolution using XRD. Results showed that Fe_2TiO_5 started to form at 900 °C, but the pure Fe_2TiO_5 formed at 1000 °C and 1100 °C. The crystals size of Fe_2TiO_5 powder at a temperature of 900 °C, 1000 °C, and 1100 °C are (172 ± 3) nm, (110 ± 2) nm, and (502 ± 11) nm respectively.

Keywords: ironstone, pseudobrookite, temperature variation.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik, serta hidayahnya sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir yang berjudul **Sintesis Serbuk Fe_2TiO_5 Berbasis Bahan Alam Batu Besi dengan Variasi Temperatur Kalsinasi** sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana departemen Fisika FIA ITS.

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya penyusunan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Orang tua, adik, kakak, serta keluarga tercinta yang senantiasa mendoakan, memberi dukungan moral dan spiritual kepada penulis
2. Bapak Prof. Suminar Pratapa, Ph.D. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan selama penelitian dan penyusunan laporan.
3. Bapak Dr. Yono Hadi Pramono selaku Ketua Departemen Fisika FIA ITS.
4. Semua keluarga yang telah memberikan dukungan doa dan motivasi kepada penulis.
5. Bapak Irhamsyah dan mbak Arma yang telah memberikan masukan dan bantuan dalam penelitian dan penyusunan laporan.
6. Segenap anggota tim penelitian Bahan Alam yang telah memberikan bantuan, motivasi, dan masukan kepada penulis selama penelitian hingga penyusunan laporan.
7. Muhammad Sulthonul Adhim, Amalia Firdausi, Anita Dwi Anggraini, Azaria Arifa, Dina Mardiana, dan Muthia Diah Nurmallasari sebagai rekan tim bimbingan Tugas Akhir yang

telah memberikan bantuan, masukan, dan motivasi kepada penulis.

8. Bapak Sholih selaku laboran Laboratorium Fisika Material.
9. Naila Zahratul Hikmah yang selalu memberikan motivasi dan doa bagi penulis.
10. Nanda Rico F. M, Mochammad Syaiful Anwar, Setiyono, Dani Al-Qori, Ramadhan Ghinan Nafsi, dan Aditya Prayugo H sebagai keluarga kontrakan Alumni Gg. Pasar yang telah memberikan masukan dan motivasi kepada penulis.
11. Segenap teman-teman ANTARES F32 Fisika 2014 yang telah memberikan support dan masukan kepada penulis.
12. Dan semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari masih terdapat banyak kekurangan dalam penyusunan laporan ini. Kritik dan saran pembaca sangat diharapkan guna menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga laporan Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya, 27 Juli 2018

Penulis
(M. Husni Hudaya)

DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	iii
COVER PAGE	v
LEMBAR PENGESAHAN.....	vii
ABSTRAK	ix
ABSTRACT	xi
KATA PENGANTAR.....	xiii
DARTAR ISI	xv
DAFTAR GAMBAR.....	xvii
DAFTAR TABEL.....	xix
DAFTAR LAMPIRAN	xxi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
1.6 Sistematika Penulisan.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Oksida Besi	5
2.2 Sistem Fe-Ti-O	6
2.3 Titanium Dioksida.....	8
2.4 Metode Kopresipitasi	9
2.5 <i>Ball Milling</i>	9
2.6 Perhitungan Ukuran Kristal.....	10
2.7 Difraksi Sinar-X	11
BAB III METODE PENELITIAN	13
3.1 Proses Sintesis.....	13

3.1.1 Sintesis Fe_2O_3 metode kopresipitasi	13
3.1.2 Sintesis sistem Fe-Ti-O dari Fe_2O_3 dan TiO_2	14
3.2 Karakterisasi Bahan.....	14
3.3. Diagram Alir Penelitian.....	17
3.3.1 Sintesis Fe_2O_3	17
3.3.2 Sintesis Fe_2TiO_5	18
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	19
4.1 Material Hasil Sintesis.....	19
4.2 Analisis Kualitatif Data XRD.....	25
4.3 Analisis Komposisi Fasa	27
4.4 Analisis Ukuran Kristal	30
BAB V KESIMPULAN.....	33
5.1 Kesimpulan.....	33
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN	39
BIODATA PENULIS	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kristal pseudobrookite	7
Gambar 2.2 Unit sel titanium dioksida (a) anatase dan (b) rutile.....	8
Gambar 3.1 Diagram alir sintesis Fe_2O_3	17
Gambar 3.2 Diagram alir sintesis Fe_2TiO_5	18
Gambar 4.1 Batu besi yang telah ditumbuk	20
Gambar 4.2 Serbuk Fe_2O_3 hasil sintesis	20
Gambar 4.3 Serbuk TiO_2 Anatase Komersil sebagai Bahan Dasar	21
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X (radiasi $\text{Cu-K}\alpha$) serbuk Fe_2O_3	22
Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X (radiasi $\text{Cu-K}\alpha$) serbuk TiO_2 anatase	23
Gambar 4.6 Contoh sampel setelah kalsinasi pada temperatur 900°C	23
Gambar 4.7 Plot uji DTA campuran Fe_2O_3 dan TiO_2	24
Gambar 4.8 Plot uji TG campuran Fe_2O_3 dan TiO_2	24
Gambar 4.9 Pola difraksi sinar-X (radiasi $\text{Cu-K}\alpha$) sampel setelah dikalsinasi pada berbagai temperatur.....	25
Gambar 4.10 Contoh pola penghalusan pada sampel dengan temperatur kalsinasi 700°C	28

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Formula kimia sistem Fe-Ti-O	6
Tabel 4.1 Hasil uji XRF batu besi	19
Tabel 4.2 Hasil uji XRF serbuk Fe_2O_3	21
Tabel 4.3 Data analisis terhadap fasa yang didapatkan pada setiap sampel yang diuji	25
Tabel 4.4 Luaran <i>Figure of Merit</i> (FoM) dari analisis <i>Rietica</i>	28
Tabel 4.5 Fraksi berat relatif fasa yang terbentuk pada masing- masing sampel	29
Tabel 4.6 Nilai FWHM masing-masing sampel.....	30
Tabel 4.7 Ukuran kristal Fe_2TiO_5	30

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A Pola Difraksi Sinar-X (Cu-K α) Sampel.....	39
LAMPIRAN B Pola Hasil <i>Refinemet Rietica</i>	42

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara dengan kekayaan alam yang melimpah. Batu besi dan pasir besi merupakan salah satu kelompok bahan alam yang tersedia melimpah di Indonesia. Bahan ini berjumlah lebih dari 2 miliar ton dan tersebar di berbagai daerah di Indonesia (Sardjono dkk., 2012). Kandungan utama yang terdapat dalam bahan tersebut yaitu besi dan titanium, walaupun juga didapati kandungan silikon dan aluminium dalam jumlah yang relatif kecil (Sardjono dkk., 2012). Kandungan besi yang cukup besar menjadikan bahan-bahan alam ini berpotensi untuk dimanfaatkan dengan lebih lanjut.

Pemanfaatan batu besi dan pasir besi lokal dari berbagai daerah di Indonesia telah banyak dilakukan, beberapa diantaranya yaitu pembuatan material Fe_2O_3 dari pasir besi daerah Lumajang (Kartika and Pratapa, 2014) serta batu besi daerah Kabupaten Tanah Laut, Kalimantan Selatan (Nailazulfa, 2014). Pembuatan Fe_2O_3 dengan bahan dasar batu besi dapat dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi memiliki beberapa keunggulan, diantaranya yaitu metode kopresipitasi cukup efektif dan sederhana jika dibandingkan dengan metode yang lain seperti *sol-gel* dan *solid state*. Metode kopresipitasi memiliki keunggulan dapat menghasilkan distribusi ukuran partikel yang relatif homogen (Nailazulfa, 2014) . Bahan Fe_2O_3 masih dapat dimanfaatkan lebih lanjut sebagai bahan dasar untuk membuat material. Material ini salah satunya adalah Fe_2TiO_5 .

Pseudobrookite Fe_2TiO_5 merupakan salah satu material dalam sistem Fe-Ti-O. Fe_2TiO_5 merupakan material yang

memiliki sifat elektrik dan magnetik. Fe_2TiO_5 dapat dimanfaatkan sebagai anoda baterai lithium dan sensor gas. Fe_2TiO_5 juga berpotensi untuk aplikasi dalam spintronik dan elektromagnetik (Fajarin dkk., 2015). Fe_2TiO_5 dapat disintesis menggunakan campuran Fe_2O_3 dan TiO_2 . TiO_2 memiliki tiga bentuk berbeda, yaitu rutil, *anatase*, dan *brookite*. Fe_2TiO_5 yang disintesis menggunakan TiO_2 rutil maupun TiO_2 *anatase* memiliki kelebihan masing-masing. Fe_2TiO_5 yang disintesis dengan TiO_2 rutil memiliki kontribusi lebih pada polarisasi antar muka untuk frekuensi rendah. Sedangkan Fe_2TiO_5 yang disintesis menggunakan TiO_2 *anatase* memiliki kontribusi lebih tinggi untuk polarisasi dipolar pada frekuensi tinggi (Gurav and Salvi, 2013).

Berbagai macam metode telah dilakukan sebagai upaya untuk mensintesis Fe_2TiO_5 . Salah satunya, Fe_2TiO_5 telah berhasil disintesis dengan metode *ball-milling* dan proses *hydrothermal*. Sintesis Fe_2TiO_5 dengan metode *ball-milling* dilakukan dengan mencampur TiO_2 komersial yang dengan serbuk Fe_2O_3 dengan perbandingan molar 1:1 yang kemudian dilanjutkan proses *milling* selama 48 jam. Sintesis diakhiri dengan kalsinasi selama 2 jam (Min dkk., 2012). Sintesis Fe_2TiO_5 dengan proses *hydrothermal* dilakukan dengan melarutkan TiCl_3 , $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan NH_2CONH_2 ke dalam akuades. pH dari larutan diatur ke pH 6-8 menggunakan larutan NH_4OH . Larutan tersebut diaduk selama 48 jam dalam temperatur 200 °C. Hasil tersebut disentrifugasi dan dicuci sebanyak tiga kali dengan akuades dan sekali menggunakan etanol anhidrat. Hasil tersebut dikeringkan dan kemudian dikalsinasi pada temperatur 900–1200 °C (Min dkk., 2012) dan menghasilkan Fe_2TiO_5 pada temperatur 1200 °C untuk metode *ball-milling* dan temperatur 900 °C untuk metode *hydrothermal*.

Metode-metode sintesis Fe_2TiO_5 yang diuraikan di atas menggunakan bahan komersial (prekursor sintetik). Sementara itu, Indonesia memiliki kekayaan mineral yang melimpah, salah satunya adalah batu besi yang bisa dijadikan sumber Fe. Kondisi keberlimpahan ini menginspirasi penulis untuk meneliti sintesis Fe_2TiO_5 menggunakan batu besi sebagai bahan dasarnya. Penelitian ini dimaksudkan untuk melaporkan sintesis Fe_2TiO_5 dengan bahan alam batu besi dengan aktivasi mekanik sebelum kalsinasi dan variasi temperatur kalsinasi. Batu besi yang digunakan berasal dari Kabupaten Tanah Laut Provinsi Kalimantan Selatan, sementara sumber Ti adalah serbuk komersial TiO_2 . Sintesis akan dikaji dari pembentukan fasa sistem Fe-Ti-O dan kemungkinan mendapatkan serbuk Fe_2TiO_5 nanokristal.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah disampaikan di atas, maka dapat diambil rumusan masalah sebagai berikut:

1. Apa saja fasa yang terbentuk dari masing-masing variasi temperatur kalsinasi pada sintesis sistem Fe-Ti-O?
2. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi terhadap ukuran kristal Fe_2TiO_5 yang dihasilkan?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Mengetahui fasa apa saja yang terbentuk pada masing-masing temperatur kalsinasi pada sintesis Fe-Ti-O dengan bahan alam batu besi.
2. Mengetahui pengaruh temperatur kalsinasi terhadap ukuran kristal Fe_2TiO_5 yang dihasilkan.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Batu besi yang digunakan yaitu batu besi yang diperoleh dari Kabupaten Tanah Laut Provinsi Kalimantan Selatan.
2. Variasi temperatur kalsinasi yang digunakan adalah 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C, dan 1100 °C.
3. Waktu aktivasi mekanik *ball-milling* adalah 5 jam.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi mengenai pemanfaatan bahan alam batu besi sebagai bahan dasar untuk pembuatan Fe_2TiO_5 .
2. Memberikan informasi mengenai temperatur kalsinasi minimal yang dibutuhkan untuk membuat Fe_2TiO_5 .

1.6 Sistematika Penulisan

Penulisan Tugas Akhir (TA) ini terdiri dari abstrak yang memuat gambaran umum tentang penelitian. Bab I pendahuluan yang memuat latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, Batasan masalah, manfaat penelitian, serta sistematika penelitian. Bab II tinjauan pustaka yang memuat dasar-dasar teori sebagai acuan dari penelitian. Bab III metodologi penelitian. Bab IV hasil penelitian dan pembahasannya. Bab V Kesimpulan dan Saran.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Oksida Besi

Oksida besi dapat berupa besi (II) oksida, besi (III) oksida, dan besi(II,III) oksida. Besi (II) oksida (FeO) dikenal dengan nama *wustite* dalam bentuk mineral. Serbuk ini dapat menyebabkan ledakan karena mudah terbakar. Besi (III) oksida (Fe_2O_3) dikenal sebagai bijih besi (bentuk alfa) atau *maghemite* (bentuk gamma). Bijih besi murni biasanya digunakan sebagai lapisan dalam media audio dan komputer. Dalam lingkungan yang kering atau alkali, biji besi ini bisa berfungsi sebagai penghambat karat namun juga merupakan komponen utama karat itu sendiri. Besi (II,III) oksida (Fe_3O_4) dikenal dengan nama *magnetite* atau magnet dalam bentuk mineral (Sholihah, 2010).

Pembentukan besi oksida dipengaruhi oleh beberapa faktor. Salah satu faktor yang mempengaruhinya yaitu pH dan konsentrasi ion logam besi dalam larutan. Pembentukan larutan ion logam Fe^{2+} melalui pembentukan $\text{Fe}(\text{OH})_2$. $\text{Fe}(\text{OH})_2$ hanya dapat terbentuk pada suasana netral atau basa, sedangkan untuk suasana asam tidak akan terbentuk $\text{Fe}(\text{OH})_2$. Pembentukan oksida besi pada suasana asam hanya mungkin melalui larutan ion logam Fe^{3+} . Jumlah dari ion Fe^{2+} ataupun Fe^{3+} dalam larutan yang dapat membentuk besi oksida tergantung pada besarnya kemampuan ion tersebut untuk bereaksi dengan ion OH^- dalam larutan. Apabila konsentrasinya semakin tinggi, maka kemampuannya untuk bereaksi juga semakin tinggi. Perlakuan pH memberikan efek yang berbeda pada saat pembentukan besi oksida (Nailazulfa, 2014).

Besi (III) oksida memiliki beberapa fasa, yakni $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, dan $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Fasa $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (hematit) memiliki

tingkat kestabilan yang paling tinggi pada suhu tinggi dibandingkan dengan fasa lainnya. Fe_2O_3 memiliki struktur kristal rombohedral (trigonal) dan memiliki tipe kristal seperti *corundum* ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). Hematit memiliki temperatur *curie* antara 800 °C dan 1000 °C (Dunlop, 1971).

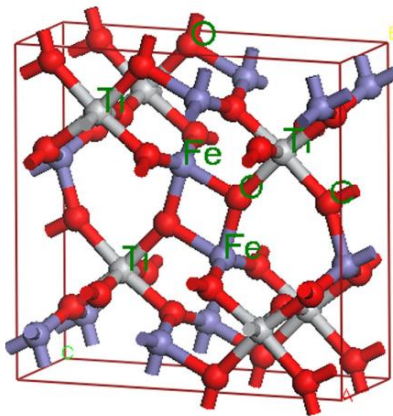
2.2 Sistem Fe-Ti-O

Sistem Fe-Ti-O terdiri dari berbagai macam rumus senyawa. Rumus senyawa tersebut dapat berupa *ulvospinel-magnetite* ($\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$), *ilmenite-hematite* ($\text{Fe}_{2-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$) dan *pseudobrookite* ($\text{Fe}_{1+x}\text{Ti}_{2-x}\text{O}_5$) (Guo dkk., 1999). Tabel 2.1 memperlihatkan beberapa senyawa pada sistem Fe-Ti-O (Bessinger, 2010).

Tabel 2.1 Formula kimia sistem Fe-Ti-O

Formula Kimia	Nama Mineral	Sistem Kristal
FeTiO_3	<i>Ilmenit</i>	<i>Rhombohedral</i>
Fe_2TiO_4	<i>Ulvospinel</i>	<i>Cubic</i>
Fe_2TiO_5	<i>Pseudobrookite</i> (<i>ferric</i>)	<i>Orthorhombic</i>
$\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$	<i>Pseudorutile</i>	<i>Hexagonal</i>

Pseudobrookite Fe_2TiO_5 merupakan bahan semikonduktor. Bahan ini dapat dimanfaatkan sebagai bahan fotokatalis, *filter optik*, fotoelektroda untuk elektrolisis air, pigmen warna kuning, anoda baterai, serta dapat digunakan sebagai membran pada suhu tinggi untuk aplikasi *fuel cell* (Sardjono dkk., 2012). Fe_2TiO_5 memiliki *band gap* yang sempit yaitu sekitar 2,18 eV sehingga dipelajari sebagai fotokatalis untuk memanfaatkan cahaya tampak (Gao dkk., 2015). Struktur dari *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur kristal *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 . Abu-abu, merah, dan ungu secara berturut-turut menggambarkan atom Ti, O, dan Fe (Jin and Zhou, 2013).

Fe_2TiO_5 memiliki struktur *orthorhombic* yang terdiri dari empat molekul yang memiliki dimensi $a = 0,977$ nm, $b = 0,993$ nm, dan $c = 0,372$ nm. Atom Fe dan atom Ti masing-masing menempati situs (8f) dan (4c) dari V_h^{17} (Bbmm). Spektrum absorpsi *Mossbauer* Fe^{57} dari Fe_2TiO_5 pada temperatur antara 300 dan 4 K tidaklah tajam, sehingga diasumsikan bahwa bagian dari ion Fe^{3+} terdapat pada situs (4c). Berkaitan dengan perilaku *spin-glass* pada Fe_2TiO_5 , ion Fe^{3+} dan Ti^{4+} terdistribusi secara acak pada situs (8f) dan (4c) karena refleksi tidak teramati oleh difraksi neutron. Interaksi antiiferomagnetik yang sangat kuat pada Fe_2TiO_5 disebabkan karena pertukaran *range* pendek, pemenuhan secara acak $\frac{1}{3}$ dari situs oleh ion nonmagnetik dalam interaksi pertukaran ini memiliki aspek yang acak (Shiojiri dkk., 1984).

2.4 Metode Kopresipitasi

Metode kopresipitasi didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara Bersama-sama. Metode ini merupakan salah satu dari metode sintesis senyawa organik. Metode kopresipitasi ini merupakan metode yang relatif sederhana dan dapat dilakukan pada temperature ruang. Kelebihan dari metode ini antara lain dapat menghasilkan distribusi ukuran kristal yang relatif sempit. Dengan mengontrol parameter-parameter sintesis seperti pH larutan, bahan pelarut, temperatur, kecepatan pengadukan, lama pengadukan, konsentrasi garam logam, konsentrasi kopresipitan, dan konsentrasi surfaktan, maka sifat magnetik dan struktur kristal dapat dioptimalkan (Shofiah and Suharyadi, 2015).

2.5 Ball Milling

Metode untuk membentuk nanopartikel terdapat dua macam, yaitu *top-down* dan *bottom-up*. Metode *bottom-up* dapat dilakukan dengan beberapa cara, salah satunya yaitu proses *sol-gel*. Sedangkan metode *top-down* salah satunya dapat dilakukan dengan penggilingan mekanik/*mechanical-milling* dengan menggunakan *ball-mill* (Waluyo and Suryadi, 2013). Terdapat beberapa parameter dalam *milling*. Parameter-parameter tersebut yaitu tipe *milling*, wadah *milling*, kecepatan *milling*, waktu *milling* dan media penggiling. Terdapat beberapa macam tipe *milling* yaitu *shaker mill*, *planetary ball mill*, *attritor mill*, dll. Perbedaan yang ada pada tipe” *milling* tersebut meliputi kapasitasnya, kecepatan operasi, dan kemampuan mengontrol operasi dengan variasi temperature dan meminimalisir adanya pengotor terhadap serbuk. Rotasi yang cepat pada proses *milling* memberikan energi yang besar pada serbuk. Namun tentunya terdapat batasan untuk kecepatan

maksimum pada alat-alat *milling*. Parameter waktu *milling* merupakan parameter yang penting karena biasanya parameter ini digunakan untuk mencapai keadaan yang tetap antar penghancuran dan pengelasan dingin dari partikel. Namun tentunya waktu optimum dari *milling* juga dipengaruhi oleh tipe *milling*, rasio bola-serbuk, dan temperatur *milling* (Septiyan, 2010).

2.6 Perhitungan Ukuran Kristal

Penentuan ukuran rata-rata kristal dapat dilakukan dengan menggunakan difraksi sinar-X. Paul Scherrer merupakan salah satu orang yang menemukan metode untuk menghitung nilai dari ukuran kristal. Scherrer mempublikasikan penelitiannya pada tahun 1981 yang di dalamnya terdapat persamaan yang akhirnya dikenal dengan persamaan Scherrer. “Ukuran kristal” tidak sama dengan “ukuran partikel”. Difraksi sinar-X sensitif terhadap ukuran kristal di dalam partikel. Persamaan (2.1) merupakan persamaan Scherrer yang digunakan untuk menentukan ukuran kristal (D).

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.1)$$

λ adalah panjang gelombang dari sinar-X (dalam nanometer). K adalah konstanta terkait bentuk kristal, biasanya diambil 0,9. β adalah lebar puncak dari puncak pola difraksi pada setengah tinggi maksimum yang dihasilkan dari ukuran kristal kecil (dalam radian). Nilai dari β pada sumbu 2θ harus dalam radian, sedangkan θ dapat dalam radian maupun dalam derajat karena $\cos \theta$ berhubungan dengan angka yang sama (Monshi dkk., 2012).

$$\cos \frac{\pi}{4} = \cos 45^\circ = \frac{\sqrt{2}}{2} \quad (2.2)$$

Pendekatan konvensional menunjukkan bahwa lebar dari profil asli (β) terpisahkan dari profil difraksi yang teramati (B)

dengan asumsi bahwa kedua profil tersebut adalah Gaussian atau *Cauchy* (Klug and Alexander, 1974).

Jika profil Gaussian diterima, kemudian $B^2 = b^2 + \beta^2$ pada kasus $B = b + \beta$, b merupakan lebar dari profil instrumen. Jika perluasan dari profil adalah murni karena ukuran kristal dan regangan kisi, maka harus dibuat asumsi lain mengenai bentuk dari dua profil garis kontribusi. Biasanya, keduanya menjadi Gaussian atau *Cauchy*, kemudian $\beta = \beta_m^2 + \beta_n^2$ atau, masing-masing $\beta = \beta_m + \beta_n$. β_m adalah lebar garis yang dihasilkan dari ukuran kristal kecil, dan β_n adalah garis pelebaran karena regangan kisi (Dinilchenko dkk., 2002).

2.7 Difraksi Sinar-X

Sinar-x memiliki panjang gelombang dalam orde angstrom. Panjang gelombang sinar-x memiliki orde yang sama dengan konstanta kisi kristal, sehingga sinar-x digunakan untuk menganalisis struktur kristal (Wardani, 2010). Difraksi sinar-x (XRD) merupakan suatu metode analisis material yang memanfaatkan interaksi antara sinar-x dengan atom yang tersusun dalam suatu sistem kristal. Difraksi sinar-x dapat digunakan untuk analisis material secara kualitatif maupun kuantitatif (Setiabudi dkk., 2012).

Bidang kristal merupakan suatu bidang yang terbentuk karena adanya susunan berulang dalam suatu sistem kristal. Jarak yang terdapat antara bidang yang saling berdekatan disebut dengan jarak antar bidang. Jarak antar bidang merupakan hal yang penting untuk diketahui ketika melakukan analisis struktur kristal. Analisis yang dapat dilakukan antara lain untuk mengetahui dimensi atau ukuran dari kristal yang terbentuk (Setiabudi dkk., 2012). Analisis dengan difraksi sinar-x didasarkan fakta bahwa setiap unsur atau senyawa memiliki pola difraksi yang berbeda-beda (Wardani, 2010).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

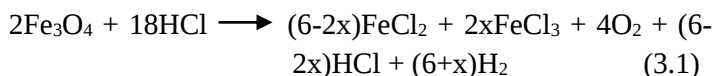
METODE PENELITIAN

Metode yang dilakukan dalam penelitian ini dibagi menjadi dua tahap, yaitu tahap sintesis dan tahap karakterisasi bahan. Adapun tahapan-tahapan tersebut secara rinci sebagai berikut.

3.1 Proses Sintesis

3.1.1 Sintesis Fe₂O₃ metode kopresipitasi

Pembuatan Fe₂O₃ dilakukan dengan bahan dasar batu besi yang berasal dari kabupaten Tanah Laut Provinsi Kalimantan Selatan. Langkah pertama penumbukan batu besi. Langkah ini digunakan untuk memperkecil ukuran batu dan memperbesar luas permukaan batu. Langkah kedua adalah pelarutan batu besi dengan HCl 37%. 12 gram batu besi dilarutkan ke dalam 160 ml HCl pada temperatur 70 °C selama 90 menit dengan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Pelarutan batu besi dengan HCl ini digunakan untuk melarutkan Fe yang terkandung dalam batu besi. Reaksi kimia yang terjadi pada pelarutan batu besi ditunjukkan pada Persamaan 3.1



Langkah ketiga adalah penyaringan sebanyak 2 kali. Langkah ini digunakan untuk menyaring impuritas yang terdapat dalam larutan. Langkah keempat adalah titrasi. Larutan hasil penyaringan dititrasi menggunakan NH₄OH 25% dengan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sampai didapatkan pH 5. Pengecekan pH larutan dilakukan secara berkala dengan kertas pH indikator. Proses titrasi ini menghasilkan endapan dalam larutan. Langkah keenam

adalah pencucian. Larutan hasil titrasi ditambahkan dengan akuades dan diendapkan selama 24 jam. Larutan dibuang hingga tersisa endapan, selanjutnya pencucian diulangi sebanyak 5 kali. Langkah ini digunakan untuk membersihkan endapan dari HCl yang masih terdapat dalam larutan. Langkah ketujuh adalah pengeringan. Endapan dikeringkan dengan *hot plate* pada temperatur 110 °C. Endapan yang telah kering dimortar sampai menjadi serbuk halus. Serbuk halus dikalsinasi dengan temperatur 800 °C selama 1 jam

3.1.2 Sintesis sistem Fe-Ti-O dari Fe₂O₃ dan TiO₂

Sintesis sistem Fe-Ti-O dilakukan melalui beberapa langkah. Langkah pertama adalah aktivasi *ball-milling* serbuk Fe₂O₃ dan TiO₂ selama 5 jam. Fe₂O₃ dan TiO₂ dicampur dengan perbandingan mol 1:1. Langkah ini dilakukan untuk menghomogenkan campuran. Langkah selanjutnya adalah pengeringan dengan *hot plate*. Serbuk yang telah kering dimortar untuk mendapatkan ukuran serbuk lebih kecil dan homogen. Langkah ketiga adalah kalsinasi. Serbuk dikalsinasi pada temperatur 700 °C , 800 °C , 900 °C, 1000 °C, dan 1100 °C selama 5 jam.

3.2 Karakterisasi Bahan

Serbuk Fe₂O₃ hasil sintesis dari batu besi diuji *x-ray fluorescence* (XRF) untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat pada serbuk Fe₂O₃. Bahan FTO yang telah berhasil disintesis kemudian dilakukan beberapa karakterisasi. Karakterisasi pertama yang dilakukan yaitu dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). XRD ini merupakan metode analisis non destruktif yang efektif untuk karakterisasi material. Dari karakterisasi XRD akan didapatkan informasi komposisi kimia dan struktur kristalografi material. Identifikasi material FTO dilakukan dengan menggunakan pengujian

difraksi sinar-x dengan menggunakan XRD Philips Binary X'pert PRO, yang terdapat di laboratorium Teknik Material Metalurgi ITS Surabaya. Pada pengujian ini digunakan anoda target Cu-K α ($\lambda=1,54056\text{\AA}$) dan dilakukan pada sudut $2\theta = 5^\circ$ - 70° .

Bahan campuran Fe₂O₃ dan TiO₂ yang telah dilakukan proses *milling*, kemudian dilakukan uji *Differential Thermal Analysis – Thermogravimetric* (DTA-TG). Pengujian ini dilakukan di laboratorium Sentral Universitas Negeri Malang. Pemanasan sampel dilakukan dalam atmosfer udara.

Analisis hasil difraksi dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis awal dilakukan melalui pencocokan antara pola XRD dengan *database* yang telah ada. Metode pencocokan ini dilakukan dengan menggunakan *software Match*. Analisis kuantitatif dilakukan dengan *software* Rietica yang berbasis pada penghalusan Rietveld. Dari perangkat lunak Rietica ini didapatkan fraksi berat relatif fasa. Perhitungan fraksi berat relatif dilakukan dengan metode “ZMV” relatif. Metode ini merupakan metode yang digunakan untuk menganalisis komposisi fasa dengan Persamaan 3.2 (Sari, 2012).

$$W_i = \frac{S_i(ZMV)_i}{\sum_{k=1}^n S_k(ZMV)_k} \quad (3.2)$$

dengan W_i adalah fraksi berat relatif fasa i (%), S adalah faktor skala *Rietveld*; Z adalah jumlah rumus kimia dalam sel satuan; M adalah berat fasa dan V adalah volume sel satuan.

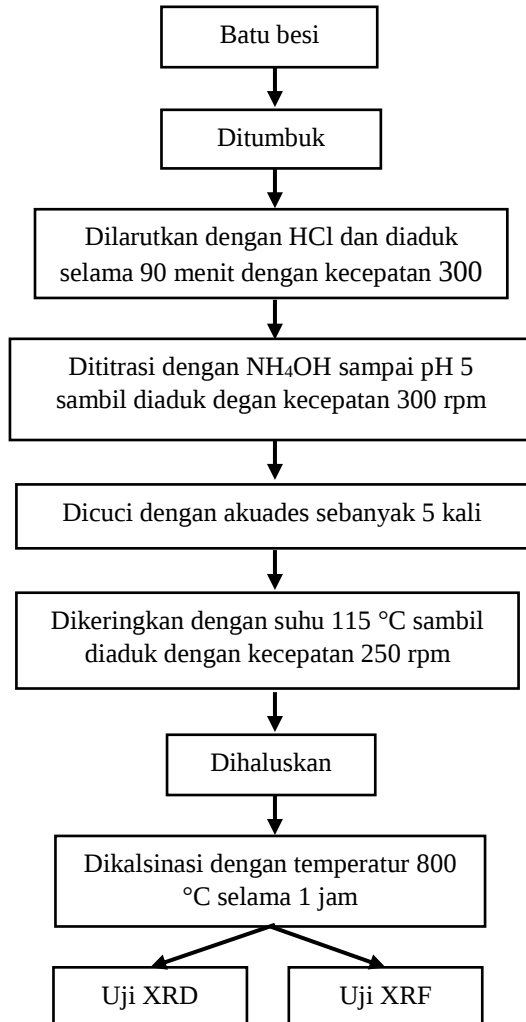
Analisis ukuran kristal Fe₂TiO₅ dilakukan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* dengan menggunakan nilai FWHM (*Full-Width at the Half Maximum*) dari pola difraksi. Perhitungan ukuran kristal dilakukan dengan persamaan *Debye-Scherrer* pada Persamaan 3.3.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.3)$$

D adalah ukuran kristal; λ adalah panjang gelombang dari sinar-X (dalam nanometer); K adalah konstanta terkait bentuk kristal, biasanya diambil 0,9. β adalah lebar puncak dari puncak pola difraksi pada setengah tinggi maksimum yang dihasilkan dari ukuran kristal (dalam radian).

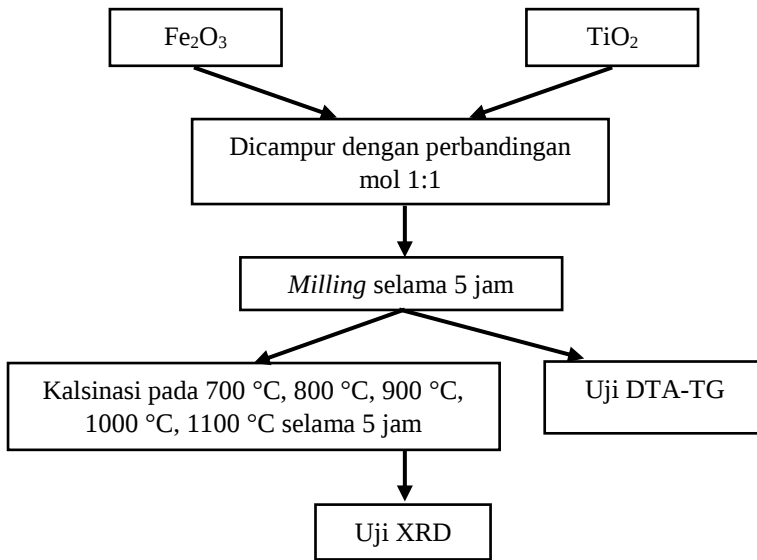
3.3. Diagram Alir Penelitian

3.3.1 Sintesis Fe_2O_3



Gambar 3.1 Diagram alir sintesis Fe_2O_3

3.3.2 Sintesis Fe_2TiO_5



Gambar 3.2 Diagram alir sintesis Fe_2TiO_5

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Material Hasil Sintesis

Bahan dasar yang dipakai dalam pembuatan serbuk Fe_2TiO_5 yaitu Fe_2O_3 dan TiO_2 . Fe_2O_3 disintesis dari bahan alam batu besi yang berasal dari Kabupaten Tanah Laut Provinsi Kalimantan Selatan. Hasil uji *X-ray Fluorescence* (XRF) menunjukkan bahwa batu besi tersebut memiliki kandungan besi (Fe) dengan kadar yang tinggi, yaitu sebesar 74,78%. Kandungan unsur-unsur yang terdapat pada batu besi ditunjukkan oleh Tabel 4.1. Gambar 4.1 menunjukkan batu besi yang telah ditumbuk. Fe_2O_3 disintesis dengan metode kopresipitasi. Gambar 4.2 menunjukkan serbuk Fe_2O_3 hasil sintesis. TiO_2 yang digunakan dalam pembuatan Fe_2TiO_5 adalah TiO_2 *anatase* komersial. Gambar 4.3 menunjukkan serbuk TiO_2 *anatase*.

Tabel 4.1 Hasil uji XRF batu besi (Nailazulfa, 2014)

Unsur	Wt (%)
Fe	74,78
Cu	12,53
S	6,97
Ca	3,30
Mn	1,20
Ti	0,836
P	0,193
Zn	0,156
Nb	0,0162
In	0,0077
Sn	0,0070



Gambar 4.1 Batu besi yang telah ditumbuk



Gambar 4.2 Serbuk Fe₂O₃ hasil sintesis

Serbuk Fe₂O₃ hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X. Gambar 4.4 menunjukkan pola difraksi serbuk Fe₂O₃. Analisis secara kualitatif menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk merupakan Fe₂O₃. Hasil uji XRF serbuk Fe₂O₃ dapat dilihat pada Tabel 4.2. Hasil uji XRF meunjukkan bahwa impuritas yang sebelumnya terdapat pada batu besi telah

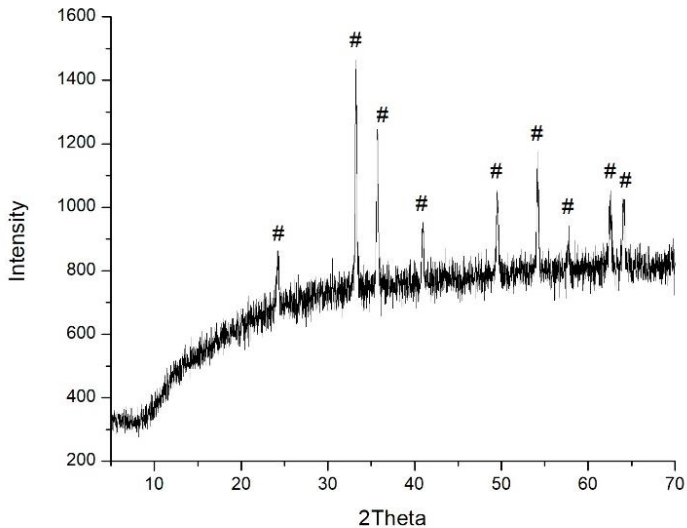
banyak berkurang, hal ini dapat terjadi karena pada proses penyaringan, material yang tidak larut dalam HCl tidak lolos kertas saring.

Tabel 4.2 Hasil uji XRF serbuk Fe_2O_3

Unsur	Kandungan (%)
Fe	99,14
Si	0,4
P	0,27
Ca	0,12
Cu	0,072
V	0,039



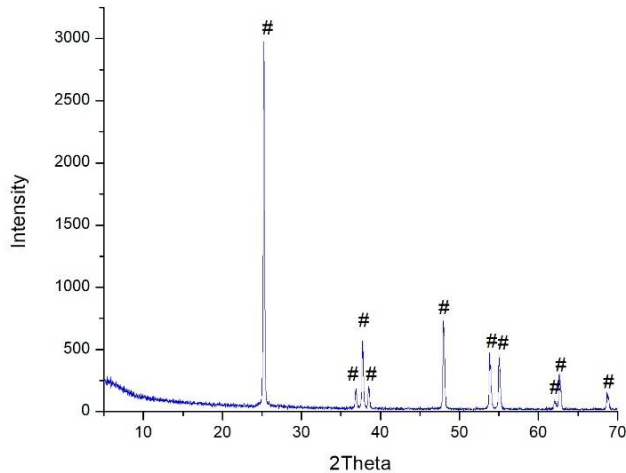
Gambar 4.3 Serbuk TiO_2 *anatase* komersial sebagai bahan dasar



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X (radiasi Cu- α) serbuk Fe_2O_3 .

Keterangan: # = Fe_2O_3

TiO_2 yang digunakan pada penelitian ini adalah TiO_2 anatase. Gambar 4.5 menunjukkan pola difraksi sinar-X (radiasi Cu- $\text{K}\alpha$) dari serbuk TiO_2 yang digunakan pada penelitian. Hasil identifikasi menunjukkan bahwa serbuk tersebut adalah TiO_2 anatase. Gambar 4.6 menunjukkan contoh serbuk campuran Fe_2O_3 dan TiO_2 anatase yang telah dikalsinasi pada temperatur 900 °C.



Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X (radiasi Cu- α) serbuk TiO_2 anatase.

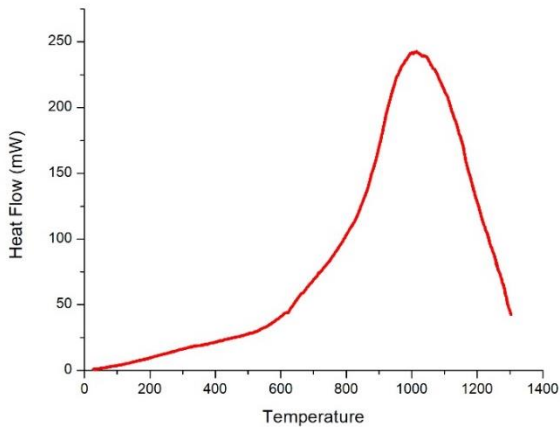
Keterangan: # = TiO_2 anatase



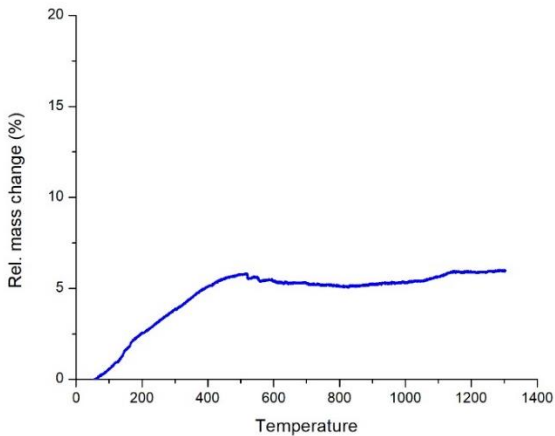
Gambar 4.6 Contoh sampel setelah kalsinasi pada temperatur 900°C

Serbuk campuran Fe_2O_3 yang telah melalui proses *milling* dilakukan uji DTA-TG. Gambar 4.7 dan Gambar 4.8 menunjukkan grafik hasil uji DTA-TG sampel. Uji DTA

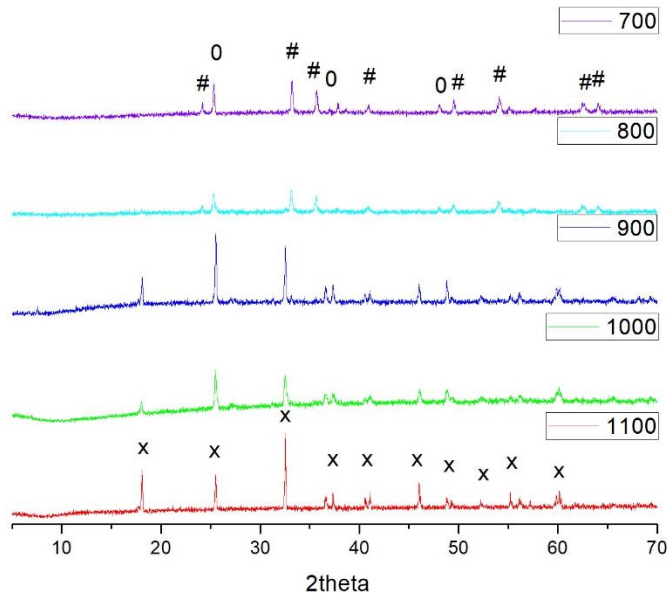
menunjukkan bahwa *onset point* dari sampel terjadi pada temperatur 832,3 °C, dan *point of reaction* terjadi pada temperatur 919,6 °C yang terjadi pada *heat flow* sebesar 192,399 mW.



Gambar 4.7 Plot uji DTA campuran Fe_2O_3 dan TiO_2



Gambar 4.8 Plot uji TG campuran Fe_2O_3 dan TiO_2 .



Gambar 4.9 Pola difraksi sinar-X (radiasi Cu-K α) sampel setelah dikalsinasi pada berbagai temperatur.
Keterangan: x = Fe₂TiO₅, # = Fe₂O₃, 0 = TiO₂

Pola difraksi sinar-X (radiasi Cu-K α) sampel pada masing-masing temperatur kalsinasi ditunjukkan oleh Gambar 4.9.

4.2 Analisis Kualitatif Data XRD

Analisis kualitatif terhadap pola difraksi dilakukan menggunakan *software Match*. Tabel 4.3 menyajikan hasil analisis kualitatif dari masing-masing sampel.

Tabel 4.3 Data analisis terhadap fasa yang didapatkan pada setiap sampel yang diuji

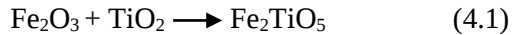
Temperatur Kalsinasi	Komposisi fasa		
	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ TiO ₅
700	√	√	X
800	√	√	X

900	√	√	√
1000	X	X	√
1100	X	X	√

Pola difraksi pada Gambar 4.9 menunjukkan bahwa untuk sampel dengan temperatur kalsinasi 700 °C dan 800 °C puncak yang teramati hanya puncak untuk sampel Fe_2O_3 dan TiO_2 . Pada kedua temperatur tersebut fasa Fe_2TiO_5 belum terbentuk. Namun pada pola difraksi untuk sampel dengan temperatur kalsinasi 900 °C mulai menunjukkan adanya puncak milik Fe_2TiO_5 meskipun masih terdapat puncak milik fasa awal. Pola difraksi sampel dengan temperatur kalsinasi 1000 °C dan 1100 °C sudah tidak menunjukkan adanya puncak lain selain Fe_2TiO_5 . Perlakuan temperatur kalsinasi 1000 °C dan 1100 °C telah menghasilkan fasa Fe_2TiO_5 murni.

Uji DTA-TG dari serbuk juga menunjukkan kesesuaian pada hasil analisis kualitatif data XRD masing-masing sampel. Hasil uji DTA-TG menunjukkan nilai *onset point* terjadi pada temperatur 832,3 °C. *Onset point* ini merupakan temperatur dimana Fe_2O_3 dan TiO_2 mulai bereaksi membentuk Fe_2TiO_5 . Oleh karena itu pada variasi temperatur kalsinasi 700 °C dan 800 °C belum terbentuk Fe_2TiO_5 . Hasil Uji DTA-TG juga menunjukkan *point of reaction* terjadi pada temperatur 919,6 °C. *Point of reaction* ini merupakan temperatur dimana keseluruhan Fe_2O_3 dan TiO_2 telah bereaksi membentuk Fe_2TiO_5 . Oleh karena itu pada variasi temperatur kalsinasi sebesar 900 °C masih belum terbentuk 100% Fe_2TiO_5 karena temperatur tersebut masih lebih kecil dari temperatur *point of reaction* namun sudah lebih besar dari temperatur *onset point*. Hasil kalsinasi pada temperatur 900 °C ini juga sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Tan (2009), ketika mencampurkan Fe_2O_3 dengan TiO_2 dan memberikan temperatur sinter sebesar 900 °C juga menghasilkan tiga buah fasa yaitu Fe_2O_3 , TiO_2 , dan Fe_2TiO_5 . Sedangkan sampel dengan variasi

temperatur kalsinasi 1000 °C dan 1100 °C telah terbentuk 100% Fe₂TiO₅ sebagaimana temperatur tersebut adalah lebih besar dari temperatur *point of reaction*. Reaksi pembentukan Fe₂TiO₅ terjadi seperti pada Persamaan 4.1

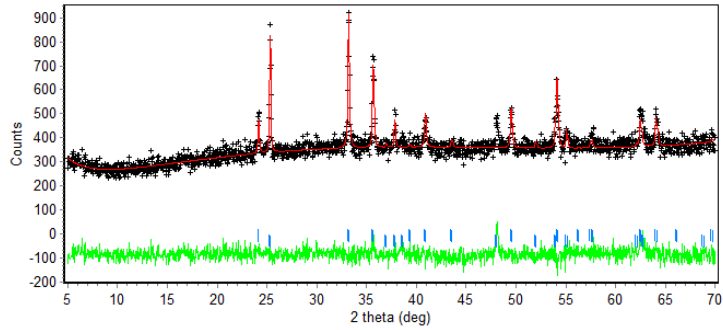


Pseudobrookite Fe₂TiO₅ terbentuk pada temperatur di atas 800 °C. Reaksi pembentukan Fe₂TiO₅ pada atmosfer udara terjadi melalui mekanisme *solid-solid*. Ti⁴⁺ berdifusi ke permukaan Fe₂O₃ dan membentuk lapisan *pseudobrookite* di sekitar partikel Fe₂O₃. Perkembangan reaksi kemudian dikontrol oleh difusi padat di sepanjang lapisan. Kalsinasi pada temperatur yang lebih tinggi (1000 °C dan 1100 °C) menyebabkan area difusi lebih besar dan reaksi pembentukan Fe₂TiO₅ lebih massif. Akibatnya, kalsinasi di atas 1000 °C menghasilkan Fe₂TiO₅ dengan kemurnian tinggi.

4.3 Analisis Komposisi Fasa

Komposisi fasa pada masing-masing sampel yang telah diuji dengan XRD dapat diketahui menggunakan *software Rietica* dengan metode *Rietveld*. Tahap pertama dalam penggunaan *software* ini yaitu dengan menyiapkan model data terhitung sesuai dengan fasa yang terbentuk, yaitu Fe₂O₃ (Hematit), TiO₂ anatase, Fe₂TiO₅ (*pseudobrookite*). Model ini didapatkan dari *Crystallography Open Database*. Selanjutnya pada metode *Rietveld* dilakukan pencocokan antara pola difraksi model *database* dengan pola difraksi terukur. Pencocokan dilakukan dengan cara mengubah setiap parameter dari model *database*. Parameter yang diubah meliputi *background*, *sample displacement*, parameter kisi, *phase scale*, komponen asymmetry, komponen gaussian (U), dan komponen lorentzian (*gamma0*). Gambar 4.10 menunjukkan contoh dari pola penghalusan sampel serbuk campuran Fe₂O₃ dan TiO₂ anatase yang dikalsinasi pada temperatur 700 °C. Pola berwarna merah

pada gambar menunjukkan pola difraksi terhitung. Sedangkan pola warna hitam menunjukkan pola difraksi terukur.



Gambar 4.10 Contoh pola penghalusan pada sampel dengan temperatur kalsinasi 700 °C

Gambar 4.10 menunjukkan bahwa difraksi model telah sesuai dengan puncak pada pola difraksi data terukur. Kesesuaian ini dapat dilihat pada kurva berwarna hijau pada gambar. Kurva berwarna hijau tersebut menunjukkan selisih antara model dengan pola data terukur, sehingga semakin sesuai maka fluktuasi pada kurva hijau tersebut akan semakin sedikit. Kecocokan antara model dengan data terukur juga ditunjukkan oleh nilai-nilai *Figures of Merit*. Hasil analisis metode *Rietveld* ini dapat diterima apabila memenuhi beberapa persyaratan. Secara umum persyaratan tersebut yaitu nilai *Goodness-of-Fit* (GoF) kurang dari 4%, *R-profile* (R_p), *R-weighted* (R_{wp}), dan *R-expected* (R_{exp}) kurang dari 20%. Luaran yang memenuhi kriteria ini dapat dimanfaatkan untuk memutuskan bahwa analisis lebih lanjut dapat dilakukan. Tabel 4.4 menunjukkan nilai-nilai *Figures of Merit* dari hasil analisis setiap sampel.

Tabel 4.4 Luaran *Figure of Merit* (FoM) dari analisis *Rietica*

Temperatur Kalsinasi	Fasa	R_b	Gof	FoM		
				R_p	R_{wp}	R_{exp}

700	Fe ₂ O ₃	3,53	1,376	4,89	6,23	5,31
	TiO ₂	0,86				
800	Fe ₂ O ₃	2,31	1,301	4,87	6,05	5,31
	TiO ₂	0,92				
900	Fe ₂ O ₃	1,00	2,068	4,87	6,44	4,47
	TiO ₂	1,34				
	Fe ₂ TiO ₅	6,75				
1000	Fe ₂ TiO ₅	5,02	1,633	4,83	6,20	4,85
1100	Fe ₂ TiO ₅	7,36	2,049	5,39	7,45	5,20

Tabel 4.5 Fraksi berat relatif fasa yang terbentuk pada masing-masing sampel

Temperatur Kalsinasi (°C)	Fasa	Berat (%)
700	Fe ₂ O ₃	70,9 ± 2,2
	TiO ₂	29,1 ± 1,6
800	Fe ₂ O ₃	75,8 ± 2,7
	TiO ₂	24,2 ± 2,2
900	Fe ₂ O ₃	8,9 ± 2,3
	TiO ₂	3,0 ± 1,2
	Fe ₂ TiO ₅	88,1 ± 3,0

Tabel 4.5 menunjukkan fasa yang ada pada masing-masing sampel beserta komposisi berat masing-masing fasa yang dihitung menggunakan Persamaan 3.2. Temperatur kalsinasi 700 °C dan 800 °C komposisi berat Fe₂O₃ dan TiO₂ menunjukkan kuantitas yang relatif masih sama. Hal ini menunjukkan bahwa pada temperatur tersebut masih belum ada reaksi pembentukan Fe₂TiO₅. Temperatur 900 °C menunjukkan sudah terbentuk fasa Fe₂TiO₅, akan tetapi masih terdapat fasa Fe₂O₃ dan TiO₂ sekitar 12% dari berat total sampel. Temperatur

1000 °C dan 1100 °C telah menghasilkan fasa Fe_2TiO_5 100% sesuai dengan hasil analisis kualitatif *software match*.

4.4 Analisis Ukuran Kristal

Penentuan ukuran kristal Fe_2TiO_5 dilakukan menggunakan persamaan Scherrer yang ditunjukkan pada Persamaan 4.4.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4.4)$$

λ adalah panjang gelombang dari sinar-X (dalam nanometer), K adalah konstanta terkait bentuk kristal, biasanya diambil 0,9; β adalah nilai FWHM (*Full-Width at the Half-Maximum*) dari pola difraksi sampel, 2θ merupakan sudut pada puncak diambilnya nilai FWHM. Nilai FWHM dicari dengan menggunakan *software Match* dan didapatkan nilai FWHM seperti pada Tabel 4.5.

Tabel 4.6 Nilai FWHM masing-masing sampel

Temperatur kalsinasi (°C)	2θ (°)	θ (°)	FWHM
900	32,5	16,25	0,1651
1000	32,54	16,27	0,2582
1100	32,51	16,255	0,1265

Tabel 4.7 Ukuran kristal Fe_2TiO_5

Temperatur (°C)	Ukuran kristal (nm)
900	172 ± 3
1000	110 ± 2
1100	502 ± 11

Tabel 4.7 menunjukkan bahwa kristal Fe_2TiO_5 hasil sintesis menghasilkan ukuran kristal yang berbeda-beda. Ukuran kristal

Fe_2TiO_5 dari temperatur 1000 °C ke 1100 °C mengalami kenaikan, akan tetapi pada sampel dengan variasi temperatur kalsinasi 900 °C, ukuran kristalnya lebih besar dibanding ukuran kristal pada temperatur 1000 °C. Hasil ukuran kristal yang lebih besar ini mungkin diakibatkan karena pada temperatur 900 °C terdapat lebih dari satu fasa (Djuric dkk., 2014).

Temperatur yang lebih tinggi menyebabkan beberapa butir bergabung dengan butir lain sehingga menjadi butir dengan ukuran lebih besar. Hubungan antara pertumbuhan butir dengan temperatur kalsinasi dapat dilihat pada Persamaan 4.5 (Abbaschian dkk., 2009).

$$D^2 - D_0^2 = Kt \quad (4.5)$$

dengan D merupakan diameter rata-rata, D_0 adalah diameter awal butir, t adalah waktu tahan, dan K adalah konstanta proporsionalitas bergantung temperatur. Konstanta K dapat digantikan dengan Persamaan 4.6.

$$K = K_0 te^{\frac{-Q}{RT}} \quad (4.6)$$

T adalah temperatur, Q adalah kalor aktivasi empiris untuk proses tersebut, R adalah konstanta gas, dan K_0 adalah konstanta pre-exponensial total yang ditentukan bersama-sama dengan energi aktivasi (Moravec, 2015).

Persamaan 4.5 dan Persamaan 4.6 memperlihatkan hubungan bahwa pertumbuhan kristal $D^2 - D_0^2$ berubah berbanding lurus seiring dengan kebalikan dari suhu absolut ($1/T$) dan kemiringan dari hubungan linier ini ada $Q/2,3R$ (Abbaschian dkk., 2009). Oleh karena hal itulah peningkatan ukuran kristal Fe_2TiO_5 dari temperatur 1000 °C ke 1100 °C sesuai dengan hukum pertumbuhan butir.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Sintesis serbuk Fe_2TiO_5 dengan bahan dasar batu besi dan metode *ball-milling* telah berhasil dilakukan.
2. Rentang temperatur kalsinasi 700-1100 °C menghasilkan komposisi fasa yang berbeda. Fasa yang teridentifikasi pada sampel-sampel dengan temperatur kalsinasi 700 °C dan 800 °C adalah Fe_2O_3 dan TiO_2 , pada temperatur 900 °C adalah Fe_2O_3 , TiO_2 , dan Fe_2TiO_5 . Fasa tunggal Fe_2TiO_5 terbentuk pada temperatur di atas 1000 °C.
3. Serbuk Fe_2TiO_5 memiliki ukuran kristal antara 110-502 nm. Ukuran kristal ini semakin besar seiring dengan semakin tingginya temperatur kalsinasi.

“Halaman ini Sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Abbaschian, R., Abbaschian, L. and Reed-Hill, R.E. (2009), *Physical Metallurgy Principles*, 4th ed., Cengage Learning, Stamford, CT.
- Bessinger, D. (2010), "Cooling Characteristics of High Titania Slags", University of Pretoria.
- Dinilchenko, S., Kukhareno, O., Moseke, C., Protsenko, I., Sukhodub, L. and Sulkio-Cleff, B. (2002), "Determination of the bone mineral crystallite size and lattice strain from diffraction line broadening", Vol. 37, *Research and Technology Crystal*, pp. 1234–1240.
- Djuric, Z.Z., Aleksic, O.S., Nikolic, M.V., Labus, N., Radovanovic, M. and Lukovic, M.D. (2014), "Structural and electrical properties of sintered $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ nanopowder mixtures", *Ceramics International*, Vol. 40 No. 9, pp. 15131–15141.
- Dunlop, J.D. (1971), "Magnetic Properties of Fine-particles Hematite", Vol. 27, *Ann.Geophysics*, pp. 269–293.
- Fajarin, R., Purwaningsih, H. and Susanti, D. (2015), "Pengaruh Komposisi Doping Fe_2O_3 dan Temperatur Sintering Terhadap Pembentukan Nanopartikel Fe_2TiO_5 dengan Metode Mechanical Alloying", *Jurnal Saintek*, pp. 87–91.
- Gao, X.M., Li, M.W., Hou, Y.L. and Wang, C.Y. (2015), "Characterisation of Fe_2TiO_5 nanocrystallites synthesised via homogeneous precipitation", *Materials Research Innovations*, Vol. 19 No. 1, pp. 1–6.
- Guo, W.Q., Malus, S., Ryan, D.H. and Altounian, Z. (1999), "Crystal structure and cation distributions in the $\text{FeTi}_2\text{O}_5\text{-Fe}_2\text{TiO}_5$ solid solution series", *J.Phys*, pp. 6337–6346.
- Gurav, S.S. and Salvi, S.V. (2013), "Effect of temperature and phase on properties of metal pseudobrookite", p. 9.
- Jin, L. and Zhou, C. (2013), "Electronic structures and optic properties of Fe_2TiO_5 using LSDA+U approach",

- Progress in Natural Science: Materials International*, Vol. 23 No. 4, pp. 413–419.
- Kartika, D.L. and Pratapa, S. (2014), “Sintesis Fe_2O_3 dari Pasir Besi dengan Metode Logam Terlarut Asam Klorida”, *Jurnal Sains Dan Seni ITS*, Vol. 3 No. 2, pp. B33–B35.
- Klug, H. and Alexander, L. (1974), *X-Ray Diffraction Procedure for Polycrystallite and Amorphous Material*, 2nd Edition., John Wiley and Sons, New York.
- Min, K.-M., Park, K.-S., Lim, A.-H., Kim, J.-C. and Kim, D.-W. (2012), “Synthesis of pseudobrookite-type Fe_2TiO_5 nanoparticles and their Li-ion electroactivity”, *Ceramics International*, Vol. 38 No. 7, pp. 6009–6013.
- Monshi, A., Foroughi, M.R. and Monshi, M.R. (2012), “Modified Scherrer equation to estimate more accurately nano-crystallite size using XRD”, *World Journal of Nano Science and Engineering*, Vol. 02 No. 03, pp. 154–160.
- Moravec, J. (2015), “Determination of the grain growth kinetics as a base parameter for numerical simulation demand”, *MM Science Journal*, Vol. 2015 No. 03, pp. 649–653.
- Nailazulfa, K. (2014), *Synthesis of Fe_2O_3 Nanoparticle from Local Iron Stone Using Coprecipitation Method with PH Variation*, Departemen of Physics, Faculty of Natural Science, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Rohman, A. (2015), *Sintesis Dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO_2) Anatase Terdoping Vanadium (III) Dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi*, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, Malang.
- Sardjono, P., Adi, W.A. and Sudirman. (2012), “Synthesis of Magnetic Materials Pseudobrookite Fe_2TiO_5 From Local Resources of Mineral”, *Indonesian Journal of Materials Science*, Vol. 14 No. 3.

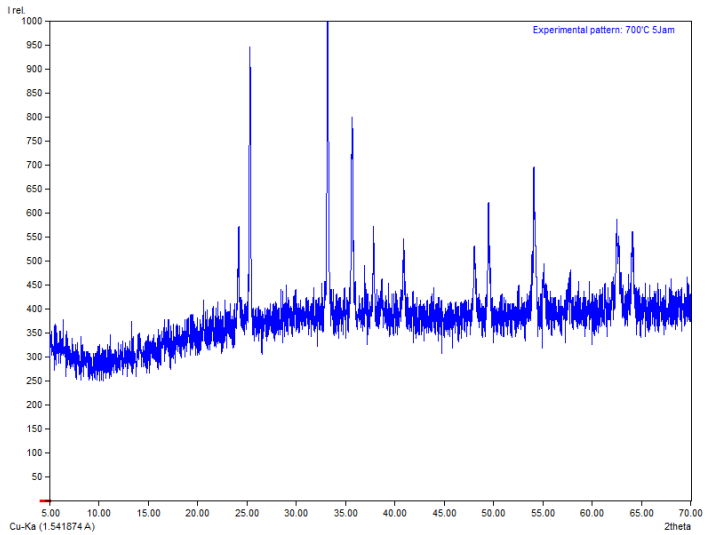
- Sari, L.D.K. (2012), “Sintesis $\text{MgTiO}_3\text{-CaTiO}_3$ (MT-CT) dengan Memanfaatkan Kapur Alam dan Metode Pencampuran Larutan”, Vol. 1 No. 1, p. 5.
- Septiyan, I. (2010), *Pengaruh Milling Terhadap Peningkatan Kualitas Pasir Besi Sebagai Bahan Baku Industri Logam*, UIN Syarif Hidayatullah, Jakarta.
- Setiabudi, A., Hardian, R. and Mudzakir, A. (2012), *Karakterisasi Material Prinsip Dan Aplikasinya Dalam Penelitian Kimia*, UPI Press, Bandung.
- Shiojiri, M., Sekimoto, S., Maeda, T., Ikeda, Y. and Iwauchi, K. (1984), “Crystal structure of Fe_2TiO_5 ”, *Physica Status Solidi (A)*, Vol. 84 No. 1, pp. 55–64.
- Shofiah, S. and Suharyadi, E. (2015), “Sintesis Nanopartikel Nickel Ferrite (NiFe_2O_4) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya (Halaman 20 sd 25)”, *Jurnal Fisika Indonesia*, Vol. 19 No. 56.
- Sholihah, L.K. (2010), “Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe_3O_4 yang Berasal Dari Pasir Besi dan Fe_3O_4 Bahan Komersial (Aldrich)”, *Institut Teknologi Sepuluh Nopember*.
- Sirdeshmukh, D.B., Sirdeshmukh, L. and Subhadra, K.G. (2006), *Micro- and Macro-Properties of Solids: Thermal, Mechanical and Dielectric Properties*, Springer, Berlin.
- Tan, S., Örs, T., Aydınol, M.K., Öztürk, T. and Karakaya, İ. (2009), “Synthesis of FeTi from mixed oxide precursors”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 475 No. 1–2, pp. 368–372.
- Waluyo, T.B. and Suryadi, N.T. (2013), “Pembuatan Partikel Nano Fe_2O_3 dengan Kombinasi Ball-milling dan Ultrasonic-Milling”, *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVII HFI Jateng & DIY*, Vol. 823.
- Wang, W., Gu, B., Liang, L., Hamilton, W. and Wesolowski, D. (2004), “Synthesis of Rutile ($\alpha\text{-TiO}_2$) Nanocrystals with Controlled Size and Shape by Low-Temperature Hydrolysis: Effects of Solvent Composition”, *J.Phys.Chem,B*.

Wardani, A.P. (2010), “Pembuatan simulasi intensitas total sinar-x terdifraksi untuk menghitung persentase fasa dan fraksi volume dalam campuran unsur Si dan Ni”, *Universitas Sebelas Maret*, p. 46.

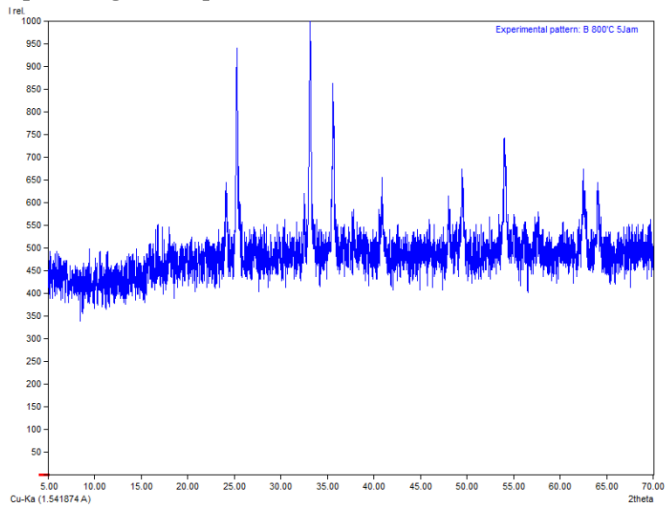
LAMPIRAN A

Pola Difraksi Sinar-x (Cu-K α) Sampel

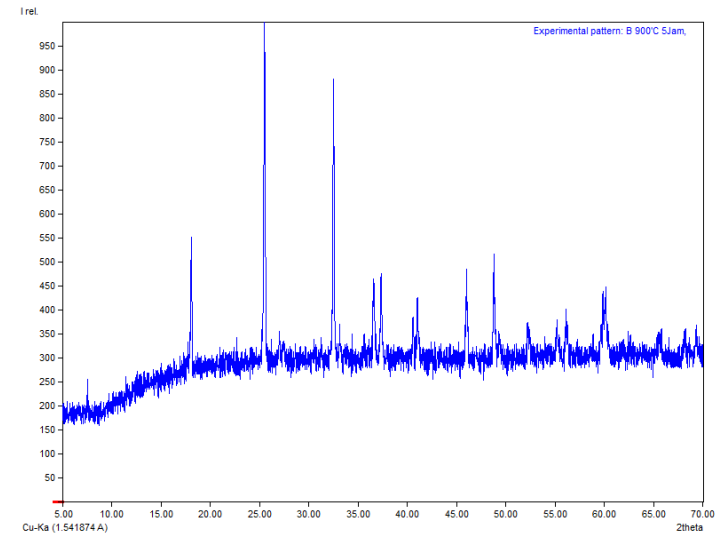
Sampel dengan temperatur kalsinasi 700 °C



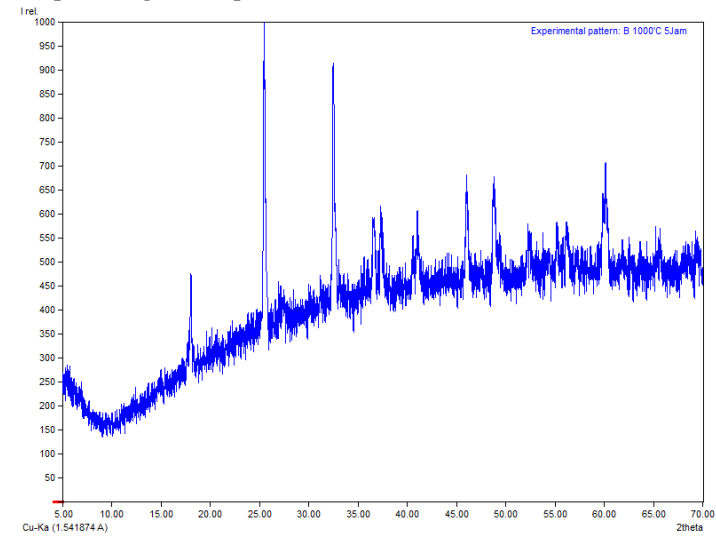
Sampel dengan temperatur kalsinasi 800 °C



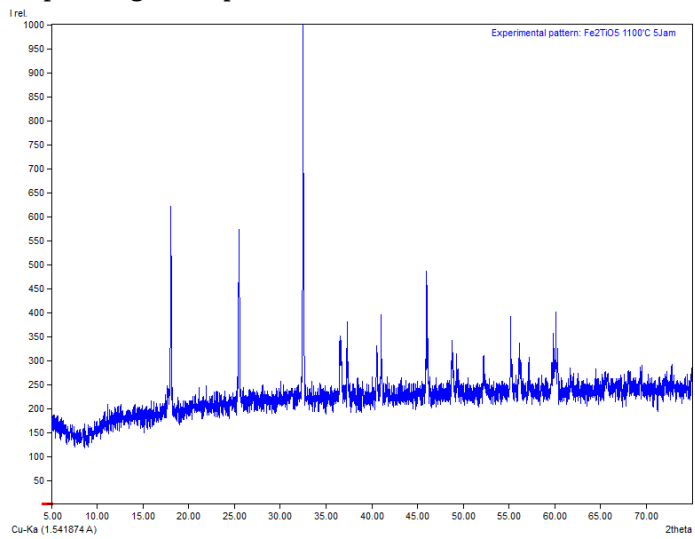
Sampel dengan temperatur kalsinasi 900 °C



Sampel dengan temperatur kalsinasi 1000 °C



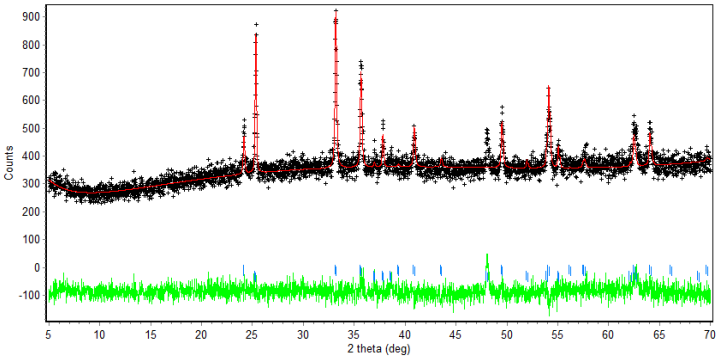
Sampel dengan temperatur kalsinasi 1100 °C



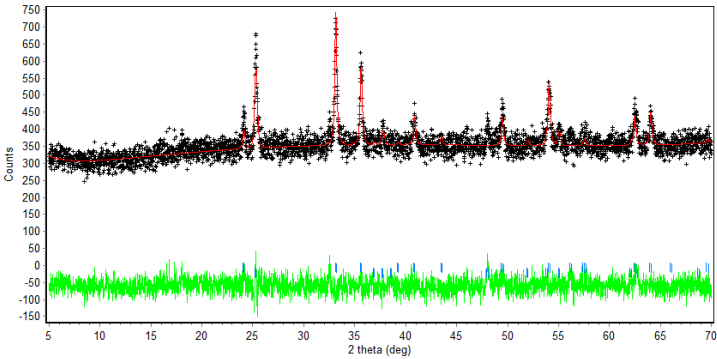
LAMPIRAN B

Pola Hasil Refinement Rietica

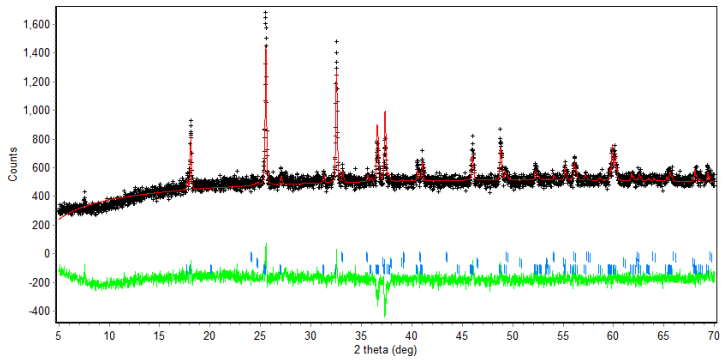
Sampel dengan temperatur kalsinasi 700 °C



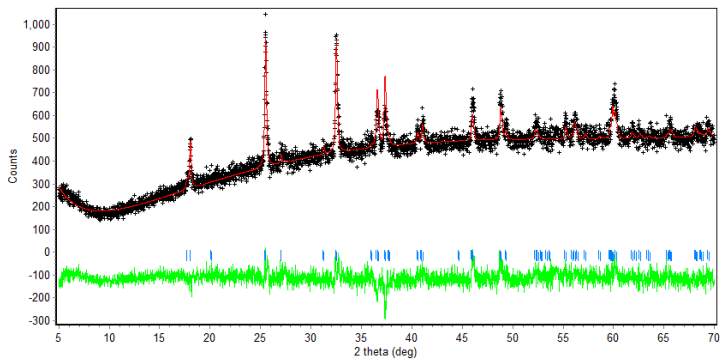
Sampel dengan temperatur kalsinasi 800 °C



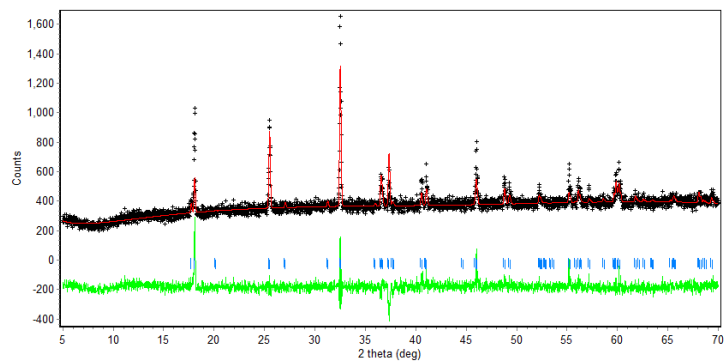
Sampel dengan temperatur kalsinasi 900 °C



Sampel dengan temperatur kalsinasi 1000 °C



Sampel dengan temperatur kalsinasi 1100 °C



Biodata Penulis



Penulis dilahirkan di Nganjuk, 12 Oktober 1995, merupakan anak ke-2 dari 3 bersaudara. Pendidikan formal yang telah ditempuh penulis antara lain RA. An-Nur, SDN Gondanglegi I, SMPN 1 Prambon, dan MAN 3 Kediri.

Penulis diterima di Departemen Fisika ITS pada tahun 2014 melalui jalur SBMPTN. Selama perkuliahan penulis sempat aktif di organisasi, antara lain Forum Studi Islam Fisika ITS (Fosif ITS) dan Koperasi Mahasiswa dr. Angka ITS (Kopma ITS) menjabat sebagai ketua bidang Pengembangan Sumber Daya Anggota (PSDA).

Harapan besar penulis adalah bisa bermanfaat bagi orang lain terutama di bidang akademik, penelitian, dan organisasi. Untuk keterangan lebih lanjut mengenai Tugas Akhir ini dapat menghubungi penulis melalui email: husnihudaya12@gmail.com.