



THESIS - SF185401

STRUKTUR, SIFAT MAGNET DAN LISTRIK SERBUK Fe_2TiO_5
VARIASI GILING MENGGUNAKAN BATU BESI SEBAGAI
SUMBER Fe

SULISTYOWATI

NRP 01111750012001

Dosen Pembimbing
Prof. SUMINAR PRATAPA, Ph.D.

PROGRAM MAGISTER
BIDANG FISIKA MATERIAL
DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
2020



THESIS - SF185401

**STRUKTUR, SIFAT MAGNET DAN LISTRIK SERBUK
 Fe_2TiO_5 VARIASI GILING MENGGUNAKAN BATU BESI
SEBAGAI SUMBER Fe**

**SULISTYOWATI
NRP 01111750012001**

**Dosen Pembimbing
Prof. SUMINAR PRATAPA, Ph.D.**

**PROGRAM MAGISTER
BIDANG FISIKA MATERIAL
DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN ANALITIKA DATA
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
2020**



THESIS - SF185401

**STRUCTURE, MAGNETIC AND ELECTRICAL
PROPERTIES Fe_2TiO_5 NANOMATERIAL MILLING
VARIATIONS USING IRON STONE AS SOURCE OF Fe.**

**SULISTYOWATI
NRP 01111750012001**

**SUPERVISOR
Prof. SUMINAR PRATAPA, Ph.D.**

**MAGISTER PROGRAM
STUDY ON MATERIAL SCIENCES
DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF SCIENCES AND DATA ANALYSIS
INSTITUTE OF TECHNOLOGY SEPULUH NOPEMBER
2020**

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

Sulistiyowati

NRP: 01111750012001

Tanggal Ujian: 17 Juli 2020

Periode Wisuda: September 2020

Disetujui Oleh:
Pembimbing:

1. **Prof. Suminar Pratapa, Ph. D.**
NIP: 19660224 199002.1.001

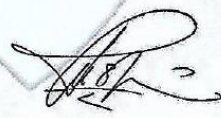


Penguji:

1. **Prof. Dr. Darminto, M.Sc.**
NIP: 19600303 198701.1.002



2. **Dr. Mashuri, M.Si.**
NIP: 19691216 199402.1.001



Kepala Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data

Dr. Gatut Yudoyono, MT.
NIP: 19640616 198903.1.004

STRUKTUR, SIFAT MAGNET DAN LISTRIK SERBUK Fe_2TiO_5 VARIASI GILING MENGGUNAKAN BATU BESI SEBAGAI SUMBER Fe

Nama : Sulistyowati
NRP : 01111750012001
Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

ABSTRAK

Studi struktur kristal, mikrostruktur, sifat magnet dan listrik pada nanomaterial Fe_2TiO_5 variasi waktu giling telah dilakukan. Sumber Fe berasal dari batu besi Kalimantan selatan yang menghasilkan produk akhir Fe_2O_3 dengan kemurnian tinggi (>95%) berdasarkan hasil XRD, XRF, dan SEM-EDX. Sedangkan sumber Ti berasal dari bahan komersial TiO_2 . Selanjutnya, dilakukan sintesis Fe_2TiO_5 dengan mencampurkan kedua bahan dasar menggunakan *planetary ball milling* selama 5 jam dan kalsinasi pada temperatur 1100°C . Berdasarkan analisis XRD hanya diperoleh fasa utama *pseudobrookite* dengan estimasi ukuran kristal 104 nm. Untuk menjadikan serbuk berukuran nanometrik maka dilakukan aktivasi mekanik dengan menggunakan *planetary ball milling* dengan variasi waktu giling 10, 15, dan 25 jam. Analisis pada hasil XRD diperoleh intensitas puncak difraksi yang menurun serta pelebaran FWHM seiring lamanya penggilingan yang mengindikasikan tereduksinya ukuran kristal. Selain itu terjadi penurunan bidang kisi *a*, *b*, *c* yang menghasilkan volume sel-sel yang mengecil. Luaran analisis menggunakan *software* MAUD menunjukkan bahwa ukuran kristal terkecil 64 nm diperoleh dengan penggilingan 15 jam. Hasil tersebut selaras dengan hasil TEM yang mengkonfirmasi keberhasilan dalam mendapatkan serbuk berukuran nanometrik. Sementara itu, analisis gugus fungsi menggunakan FTIR menunjukkan penggilingan tidak terlalu signifikan mempengaruhi struktur molekul Fe_2TiO_5 . Data luaran analisis VSM menunjukkan bahwa perubahan ukuran material dari sub-mikron menjadi nanometrik menyebabkan perubahan sifat kemagnetan dari paramagnetik-feromagnetik menjadi superparamagnetik. Sementara itu, reduksi ukuran pada rentang orde nanometrik hanya mempengaruhi karakteristik sifat superparamagnetiknya. Analisis sifat dielektrik diperoleh hasil polarisasi Fe_2TiO_5 pada semua variasi giling berkontribusi pada daerah polarisasi *space charge* serta ukuran yang tereduksi menghasilkan melebarnya rentang frekuensi. Selain itu konduktivitas listrik material juga meningkat dilihat dari diameter *semicircle* yang mengecil pada plot *Cole-Cole*.

Kata kunci: Fe_2O_3 , Fe_2TiO_5 , serbuk giling, sifat magnet dan listrik.

STRUCTURE, MAGNETIC AND ELECTRICAL PROPERTIES OF Fe₂TiO₅ NANOMATERIAL MILLING VARIATIONS USING IRON STONE AS SOURCE OF Fe.

Name : Sulistyowati
Student ID : 01111750012001
Supervisor : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

ABSTRACT

Studies of crystal structure, microstructure, magnetic and electrical properties on the Fe₂TiO₅ nanomaterials milling time variations have been carried out. The source of Fe was obtained from South Kalimantan ironstone which produced a high purity (> 95%) Fe₂O₃ powder based on XRD, XRF, and SEM-EDX results. The Ti source was a commercial TiO₂ powder. Next, Fe₂TiO₅ was synthesized by mixing the prepared powders using a planetary ball milling for 5 hours and calcination at 1100°C. Based on XRD analysis, the powder exhibited a main phase of pseudobrookite Fe₂TiO₅ with a crystal size of approximately 104 nm. To produce nanometric powders, a mechanical activation milling was carried out using a planetary ball milling with a variation of 10, 15, and 25 hours of milling time. Analysis of the XRD data showed decreasing diffraction peak intensity and increasing peak width (FWHM) as indications of the reduction of the crystallite size. Meanwhile, the lattice parameters *a*, *b*, *c* decreased and produced smaller cell volumes. According MAUD software outputs, the smallest crystallite size of 64 nm was obtained by milling for 15 hours. These results are consistent with the TEM results which confirm the success in obtaining nanometric-sized powders. Furthermore, the functional group analysis using FTIR showed that milling does not significantly affect the molecular structure of Fe₂TiO₅. The VSM magnetic properties indicate that the change in material size from sub-microns to nanometrics caused a change in the magnetic properties of paramagnetic-ferromagnetic to superparamagnetic. Whereas, the size reduction on the nanometric order range only affected the characteristics of the superparamagnetic properties. Analysis of the dielectric properties gave information that the Fe₂TiO₅ polarization contributed to the space charge polarization area, while the reduced size produced a long frequency range. In addition, the conductivity of the materials also increased as seen from the decreasing semicircle diameter in the *Cole-Cole* plots.

Keyword: Fe₂O₃, Fe₂TiO₅, milled powders, magnetic and electrical properties.

KATA PENGANTAR

Puji syukur Penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang Maha Esa atas limpahan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Tesis sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar Magister Sains (M.Si) Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Data (FSAD) ITS dengan judul :

“Struktur, Sifat Magnet dan Listrik Serbuk Fe₂TiO₅ Variasi Giling Menggunakan Batu Besi Sebagai Sumber Fe “

Penulis menyadari bahwa selesainya penyusunan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Kedua orang tuaku, Bapak Mardi Bunyamin dan ibu Sujiarti serta saudaraku Erna Khusnul Mafidah dan Muhammad Sabikul Khoir, yang senantiasa memberikan do'a, dukungan dan semangat kepada penulis.
2. Bapak Prof. Suminar Pratapa, Ph.D. selaku dosen wali sekaligus pembimbing dalam menyelesaikan tesis ini yang senantiasa memberikan dorongan semangat, bimbingan, wawasan ilmu dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis ini.
3. Bapak Prof. Darminto, M.Sc dan Dr. Mashuri, M.Si., selaku dosen penguji yang telah memberikan saran, kritik dan arahnya sehingga memperluas wawasan ilmu penulis.
4. Bapak Dr. Gatut Yudoyono, M.T selaku Ketua Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Data (FSAD) Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
5. Seluruh Staf Pengajar dan Laboran di Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Data (FSAD).
6. Tim Penelitian FTO, Bapak Andi Irhamsyah, Kak Armayani, Hudaya, Dwi Julianitasari, dan Lusiana yang telah memberikan semangat dan membantu dalam penelitian.

7. Mbak Umi Nuraini, Mbak Nuraini Fauziyah, Mbak Fitriana, Cahyaning Fajar Kresna Murti, Pak Husain serta Mas Allif Hilmi terima kasih telah menjadi teman diskusi dan belajar penulis.
8. Rekan-rekan Grup bahan alam Tim FTO, Tim DMA, Tim Zirkon, dan Tim LFP yang turut membantu dalam penelitian, diskusi, dan kebersamaannya selama ini.
9. Mas Han, mbak Nihla dan mbak Lila sebagai rekan dalam bimbingan Tesis.
10. Teman-teman seperjuangan S2 angkatan 2017, terima kasih atas kebersamaan dan dukungannya selama ini yang selalu menyemangati selama 2 tahun ini.
11. Segenap pihak yang berkontribusi dalam penyelesaian tesis ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis berharap semoga Tesis ini dapat memberikan manfaat, kontribusi dan menginspirasi terutama bagi pihak-pihak yang menekuni tema terkait. Penulis juga menyadari bahwa masih terdapat banyak kekurangan dalam penulisan laporan ini, kritik dan saran sangat penulis harapkan untuk menyempurnakan laporan ini. Akhir kata, penulis mengucapkan terima kasih.

Surabaya, Juli 2020

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN TESIS	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
BAB 2 KAJIAN PUSTAKA	7
2.1 <i>Hematite</i> (α - Fe_2O_3).....	7
2.2 Titanium dioksida (TiO_2) – <i>Anatase</i>	8
2.3 Struktur dan Sifat Magnet Material <i>Pseudobrookite</i> (Fe_2TiO_5).....	9
2.4 Dielektrik dan Konduktivitas Listrik Material Fe_2TiO_5	12
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	15
3.1 Prosedur Sintesis dan Karakterisasi.....	15
3.2 Diagram Alur Penelitian.....	22
3.2.1 Sintesis Fe_2O_3	22
3.2.2 Sintesis Fe_2TiO_5	23
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	25
4.1 Material-material Dasar.....	25
4.2 Sintesis Serbuk Awal dan Serbuk-serbuk Variasi Giling Fe_2TiO_5	28
4.2.1 Sintesis serbuk awal Fe_2TiO_5	28
4.2.2 Sintesis serbuk-serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling.....	29

4.3 Analisis Mikrostruktur Fe ₂ TiO ₅ Variasi Giling.....	35
4.4 Gugus Fungsi Fe ₂ TiO ₅ Variasi Waktu Giling.....	36
4.5 Sifat magnet serbuk Fe ₂ TiO ₅ Giling.....	38
4.6 Sifat Listrik dan Dielektrik Fe ₂ TiO ₅	43
BAB 5 KESIMPULAN.....	49
5.1 Kesimpulan.....	49
DAFTAR PUSTAKA	51
BIBLIOGRAFI PENULIS	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Hematite (α - Fe_2O_3).....	7
Gambar 2.2 Struktur kristal TiO_2 anatase (COD no. 1010942).	8
Gambar 2.3 Struktur kristal Fe_2TiO_5 (COD no.1011342) yang direpresentasikan dengan software Vesta.....	10
Gambar 2.4 a) Kurva magnetisasi ZFC dan FC, b) Kurva magnetisasi isothermal pada 4 K dan 300 K (Ramezani dkk., 2015).	11
Gambar 2.5 Polarisasi fungsi frekuensi (Carter and Norton, 2007).	12
Gambar 2.6 Plot Cole-Cole impedansi riil (Z') terhadap impedansi imajiner (Z'') (Moulson dan Herbert, 2003).....	13
Gambar 2.7 Grafik permitivitas relatif terhadap frekuensi serta grafik impedansi Cole-Cole keramik bulk dan compact sinter 900°C (Nikolic dkk., 2017).....	14
Gambar 3.1 Batu Besi dari Tanah Laut, Kalimantan Selatan.	15
Gambar 3.2 Serbuk Fe_2O_3 Hasil Sintesis.	16
Gambar 3.3 Alat Karakterisasi X-ray Diffractometer (XRD).	17
Gambar 3.4 Serbuk Fe_2TiO_5 hasil sintesis.	19
Gambar 3.5 Alat Pengukuran menggunakan Fourier Transformed Infrared (FTIR).20	
Gambar 3.6 Alat Pengukuran menggunakan VSM.	21
Gambar 4. 1 a) Pola Difraksi SRD (radiasi $\text{K}\alpha = 0,10332 \text{ nm}$) serbuk Fe_2O_3 hasil kalsinasi batu besi, dan b) Pola Difraksi XRD (radiasi $\text{Cu-K}\alpha = 0,154056 \text{ nm}$) serbuk komersial TiO_2	26
Gambar 4.2 Citra (a) SEM dan (b) pemetaan unsur SEM/EDX serbuk Fe_2O_3 hasil kalsinasi bijih besi.....	27
Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X (radiasi $\text{Cu-K}\alpha$) serbuk hasil penggilingan Fe_2O_3 dan TiO_2 dilanjutkan dengan kalsinasi pada 1100°C	28
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X (radiasi $\text{Cu-K}\alpha$) serbuk Fe_2TiO_5 variasi waktu giling.	30

Gambar 4.5 Contoh pola penghalusan dengan software Rietica serbuk Fe_2TiO_5 giling 25 jam.....	32
Gambar 4.6 Contoh pola penghalusan Rietveld data XRD Fe_2TiO_5 giling 0 jam dengan Software MAUD.....	33
Gambar 4.7 Citra TEM serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling a) tanpa giling, b) 15 jam, dan c) 25 jam.	35
Gambar 4.8 Spektrum-spektrum FTIR rentang bilangan gelombang 500 - 4000 cm^{-1} dari serbuk Fe_2TiO_5 variasi waktu giling.....	37
Gambar 4.9 Kurva histeresis Fe_2TiO_5 variasi giling.....	39
Gambar 4.10 Kurva histeresis magnetik masing-masing serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling.	40
Gambar 4.11 Ilustrasi magnetisasi pada daerah a) multi domain dan b) single domain.	42
Gambar 4.12 Hasil preparasi Fe_2TiO_5 variasi giling sebelum dilakukan pengujian dielektrik.....	44
Gambar 4.13 Permittivitas relatif (ϵ_r) terhadap fungsi frekuensi pada serbuk Fe_2TiO_5 variasi waktu giling pada temperatur ruang.	44
Gambar 4.14 Kebergantungan faktor disipasi ($\tan \delta$) material Fe_2TiO_5 variasi giling terhadap frekuensi.....	46
Gambar 4.15 Grafik hubungan impedansi riil (Z') terhadap impedansi imajiner (Z'') pada serbuk Fe_2TiO_5 variasi waktu giling.	48

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Kandungan unsur (wt.%) melalui pengujian XRF dari material dasar sumber Fe pada batu besi, serta produk setelah pelarutan HCl, dan produk hasil kalsinasi.	25
Tabel 4.2 Karakter puncak (hkl) serbuk-serbuk Fe ₂ TiO ₅ tergiling.	29
Tabel 4.3 Luaran penghalusan Rietveld dengan perangkat lunak, parameter kisi, dan volume sel serbuk Fe ₂ TiO ₅ dengan variasi giling.	32
Tabel 4.4 Luaran MAUD serbuk Fe ₂ TiO ₅ variasi waktu giling.	33
Tabel 4.5 Data Spektroskopi FTIR serbuk Fe ₂ TiO ₅ variasi waktu giling.	37
Tabel 4.6 Sifat-sifat magnet serbuk Fe ₂ TiO ₅ variasi giling.	40

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1	57
LAMPIRAN 2	61
LAMPIRAN 3	65

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sumber daya mineral merupakan salah satu cadangan devisa negara yang potensial untuk dikembangkan. Indonesia memiliki sumber daya mineral yang sangat melimpah, namun pengolahan komoditas sumber daya mineral ini terbatas dan belum optimal. Bijih besi/ batu besi merupakan salah satu komoditas sumber daya mineral dengan kandungan unsur utamanya adalah besi dan titanium, walaupun juga didapati kandungan silika dan aluminium dalam jumlah yang relatif kecil (Sardjono, 2013).

Kalimantan Selatan, tepatnya Kabupaten Tanah Laut, merupakan salah satu daerah di Indonesia yang memiliki keberlimpahan batu besi. Masyarakat sekitar biasanya melakukan aktivitas penambangan batu besi setiap hari dan dijual kepada pengepul untuk dijadikan bahan bangunan atau diekspor keluar negeri dengan harga yang relatif murah. Keberlimpahan batu besi ini menjadi kurang bernilai karena tujuan eksploitasi yang kurang berdaya guna, padahal batu besi apabila diolah sendiri di dalam negeri akan memiliki manfaat aplikasi yang sangat luas.

Penelitian ini dirancang untuk realisasi menambah nilai guna dari potensi alam bijih besi sebagai sumber Fe untuk produksi Fe_2O_3 , dengan Fe_2O_3 digunakan sebagai salah satu material campuran dalam pembuatan material fungsional Fe_2TiO_5 . Dengan hal ini diharapkan akan menambah nilai guna dari biji besi yang sangat melimpah sehingga mengurangi ketergantungan membeli produk komersial dari luar negeri. Pengolahan bijih besi telah banyak dilakukan, dimana dalam penelitiannya, Kartika dan Pratapa (2014) serta Zainuri (2017) berhasil memanfaatkan batu besi sebagai bahan untuk membuat Fe_2O_3 dengan menggunakan metode kopresipitasi.

Fe-Ti-Oksida, salah satunya adalah Fe_2TiO_5 , memiliki potensi tinggi untuk terus dikembangkan sebagai material fungsional karena memiliki sifat fotokatalis, semikonduktor, kemagnetan, listrik dan optik yang unik. Fe-Ti-Oksida terdapat pada tiga senyawa yaitu *ilmenite* (FeTiO_3), *pseudobrookite* (Fe_2TiO_5), dan *ulvospinel*

(Fe₂TiO₄) (Enhessari dkk., 2014). Dari ketiga senyawa tersebut, Fe₂TiO₅ adalah fase oksida yang paling stabil (Osada et al., 2018). Fe₂TiO₅ merupakan salah satu material multiferroik, yaitu bahan yang secara bersamaan menunjukkan lebih dari satu sifat yaitu sifat magnet dan listrik dalam material yang sama (Hill, 2000). Fe₂TiO₅ memiliki struktur kristal ortorombik dengan ruang grup D_{20}^{17} (*Cmcm*) (Jin and Zhou, 2013). Fe₂TiO₅ mengandung empat molekul yang memiliki dimensi $a = 0,977$ nm, $b = 0,993$ nm dan $c = 0,372$ nm. Atom Fe dan Ti masing-masing menempati situs (8f) dan (4c) (Chen dkk., 2017) dan menurut perilaku *spin glass* ini disebabkan karena refleksi yang tidak teramati oleh difraksi neutron (Shiojiri dkk., 1984).

Penelitian mengenai Fe₂TiO₅ menarik untuk diteliti, karena memiliki kebermanfaatan untuk dikembangkan sebagai aplikasi sel semikonduktor feromagnetik, mikroelektronika bahan, sensor gas, optik non-linier, magnetoelektrik, filter optik (Jin dan Zhou, 2013), fotoelektroda, dan baterai anoda (Min dkk., 2012). Berbagai metode telah banyak dikembangkan untuk mensintesis Fe₂TiO₅, diantaranya metode hidrotermal (Guo dkk., 2015) (Bassi dkk., 2014), proses *sol-gel* (Ramezani dkk., 2015), deposisi uap kimia (Ehsan dkk., 2011) dan *solid state reaction* (Min dkk., 2012) (Fajarin dkk., 2014) (Aljuraide, 2011). Metode *solid state reaction* digunakan dalam penelitian ini, karena memiliki metode yang relatif sederhana dibandingkan yang lain (Fajarin dkk., 2014).

Penelitian – penelitian terkait Fe₂TiO₅ telah banyak dilakukan, misalnya, Enhessari dkk. (2014) mengenai struktur, sifat optik dan magnet Fe₂TiO₅ variasi kalsin T= 700-900°C. Diperoleh hasil, masih terdapat *secondary phase* Fe₂O₃ pada semua variasi kalsin. Pada serbuk kalsin 900°C teridentifikasi bersifat paramagnetik-feromagnetik. Selanjutnya, Nikolic dkk. (2017) melakukan studi dielektrik dan listrik *bulk* Fe₂TiO₅ variasi komposisi Fe₂O₃ dan TiO₂. Hasilnya, pada semua variasi komposisi masih terdapat *secondary phase*. Pada grafik impedansi bergantung temperatur didapatkan konduktivitas listrik semakin besar dengan naiknya temperatur. Pada sifat dielektrik menunjukkan peranan polarisasi *space charge* pada semua variasi komposisi. Selain itu, Franca dkk. (2019) melakukan studi sifat magnet nanomaterial

Fe_2TiO_5 menggunakan *ball milling* dan *post annealing* dengan temperatur 1100°C , namun material yang disintesis masih terdapat *secondary phase*. Selain itu, material yang terbentuk memiliki transisi *spin glass* sebesar 56 K. Dari sifat kemagnetan, diperoleh hasil kurva magnetisasi pada temperatur 300 K mengungkap perilaku antiferomagnetik pada material tersebut dengan medan koersivitas (H_c) sebesar 750 Oe.

Penelitian Fe_2TiO_5 menggunakan batu besi daerah Tanah Laut sebagai sumber Fe merupakan penelitian yang berkelanjutan. Dari penelitian sebelumnya, Armayani dkk. (2018) melakukan studi struktur lokal variasi giling 0, 1, 2, dan 3 jam serbuk Fe_2TiO_5 kalsinasi 900°C . Hasilnya, ukuran kristal dan partikel semakin mengecil seiring dengan lamanya waktu penggilingan. Selain itu, struktur lokal serbuk yang digiling tidak sama dengan tanpa giling. Hal ini ditandai oleh adanya perbedaan jarak terdekat atom absorber Fe serbuk Fe_2TiO_5 terhadap waktu penggilingan. Kemudian, Hudaya dkk. (2018) melakukan studi sintesis serbuk Fe_2TiO_5 dengan variasi temperatur kalsinasi $700 - 1100^\circ\text{C}$ dan diperoleh hasil fasa tunggal Fe_2TiO_5 terbentuk pada temperatur 1100°C . Hasil penelitian inilah yang digunakan sebagai acuan dalam produksi serbuk Fe_2TiO_5 pada penelitian ini. Mereka menggunakan batu besi sebagai sumber Fe dan metode kopresipitasi untuk mensintesis Fe_2O_3 dan *solid state reaction* untuk sintesis Fe_2TiO_5 . Sementara itu, Lusiana dkk. (2019) juga melakukan studi rekayasa struktur Fe_2TiO_5 dengan menambahkan dopan Al^{3+} ($0,54 \text{ \AA}$) dengan variasi ($0 \leq x \leq 0,5$) sebagai pengganti ion Fe^{3+} ($0,55 \text{ \AA}$). Hasilnya, semakin besar penambahan dopan Al^{3+} , posisi puncak 2θ semakin bergeser ke kanan. Pergeseran ini mengindikasikan keberhasilan *doping*. Selain itu, semakin besar penambahan dopan, ukuran kristal semakin mengecil. Selanjutnya, Julianitasari dkk. (2019) melakukan studi struktur variasi giling 10, 15, dan 25 jam untuk mendapatkan nanomaterial. Diperoleh hasil ukuran kristal semakin tereduksi sampai 64 nm dengan lamanya waktu penggilingan. Hasil penelitian Julianitasari ini menarik untuk dilanjutkan dengan studi sifat fisisnya.

Inovasi dari penelitian ini adalah menggunakan Fe dari bijih besi sebagai salah satu bahan dasar Fe_2TiO_5 . Selain itu, studi mengenai sifat listrik dan magnet

nanomaterial Fe_2TiO_5 *high purity* belum pernah dilakukan. Berangkat dari uraian dan kerangka berpikir di atas maka penelitian ini mengangkat judul ” ***Struktur, sifat magnet dan listrik serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling menggunakan batu besi sebagai sumber Fe***”.

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana struktur dan mikrostruktur serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu giling terhadap sifat magnet dan listrik serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang di atas, tujuan utama dalam penelitian ini adalah:

1. Mengidentifikasi struktur dan mikrostruktur Fe_2TiO_5 variasi giling.
2. Menganalisis sifat listrik dan magnetik Fe_2TiO_5 variasi giling.

1.4 Batasan Masalah

1. Dalam pembuatan material Fe_2TiO_5 , Fe_2O_3 yang digunakan berasal dari bijih besi yang berasal dari Kabupaten Tanah Laut, Kalimantan Selatan dan TiO_2 komersial (*Merck KGaA, Germany*).
2. Temperatur kalsinasi yang digunakan pada Fe_2TiO_5 adalah 1100°C .
3. Variasi giling yang dipilih yaitu 10 jam, 15 jam, dan 25 jam.
4. Waktu aktivasi mekanik *ball milling* adalah 5 jam.
5. Karakterisasi yang digunakan adalah XRF, SEM-EDX, SRD, XRD, FTIR, TEM, VSM, dan LCR.
6. Sifat magnet yang dianalisis, yaitu nilai magnetik saturasi (*Slope*), magnetisasi remanen, dan koersivitas Fe_2TiO_5 variasi giling.
7. Sifat dielektrik yang dianalisis adalah permitivitas relatif dan $\tan \delta$ fungsi frekuensi.
8. Sifat listrik yang dianalisis adalah impedansi *real* terhadap imajiner.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan sumbangan ilmu pengetahuan dalam pemanfaatan mineral alam yang ada di wilayah Indonesia, sehingga lebih banyak lagi peneliti yang tertarik dengan riset-riset yang berbasis mineral alam. Selain itu, dengan kajian mengenai sifat magnet dan listrik multiferroik Fe_2TiO_5 , diharapkan bermanfaat untuk menentukan aplikasi Fe_2TiO_5 lebih tepat.

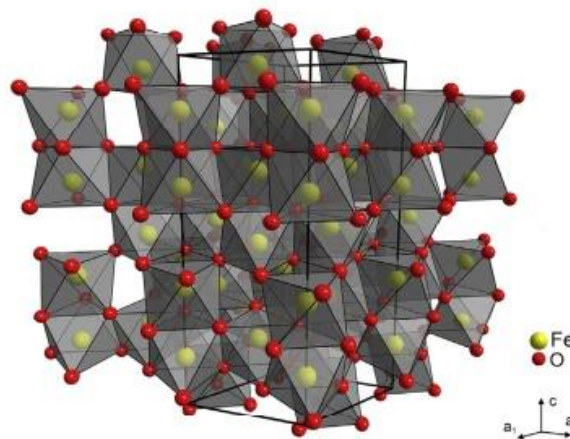
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 2

KAJIAN PUSTAKA

2.1 Hematite (α -Fe₂O₃).

Besi (III) Oksida merupakan salah satu senyawa oksida dari besi dengan rumus kimia Fe₂O₃. Ada beberapa fasa besi (III) oksida, yaitu fasa *hematite* (α -Fe₂O₃), β -Fe₂O₃, *maghemite* (γ -Fe₂O₃), dan ϵ -Fe₂O₃. Pada temperatur tinggi fasa hematite (α -Fe₂O₃) merupakan fasa yang paling stabil dibandingkan dengan fasa yang lainnya (Kraushofer et al., 2018). *Hematite* (α -Fe₂O₃) merupakan material *ferrite* yang memiliki sistem kristal trigonal, struktur kristal heksagonal (rombohedral) dengan *space group* *R3c*. Struktur kristal hematit didasarkan lingkupan heksagonal ion O²⁻ dengan dua pertiga dari situs octahedral yang ditempati ion Fe³⁺ (Krehula et al., 2017). *Hematite* memiliki parameter kisi sebesar a , $b = 0,5249$, $c = 1,7163$ nm dan memiliki luas permukaan berkisar antara 10 m²/ gram sampai 90 m²/ gram, berat molekul 159,69 gram/ mol, massa jenis 5,224 gram/cm³, serta titik lebur 1735 K.



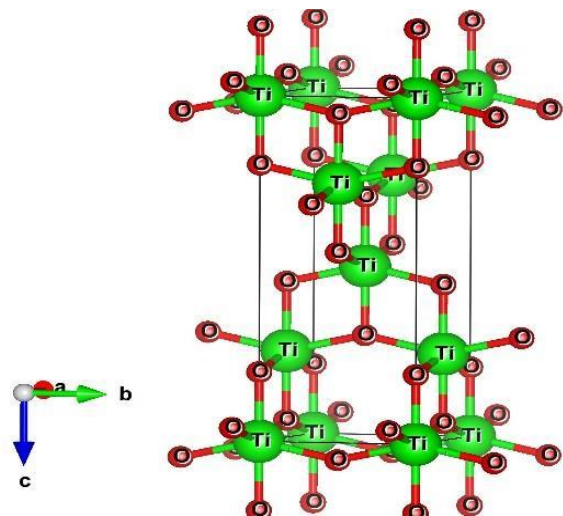
Gambar 2.1 Struktur *Hematite* (α -Fe₂O₃).

Dari sifat fisisnya yaitu magnet, *bulk hematite* memiliki sifat ferromagnetik lemah pada suhu antara temperatur Neel (953 K) dan temperatur Morrin (260 K).

Sedangkan dibawah temperatur kamar *hematite* bertransisi magnetik lain dari ferromagnetik lemah menjadi antiferomagnetik (Jacob dan Abdul Khadar, 2010). Selain itu, Mansour dkk. (2017) juga menyatakan bahwa, *hematite* yang di sintesis menggunakan metode kopresipitasi berperilaku sebagai feromagnetik lemah dengan magnetisasi sisa (M_r) sebesar 0,09 emu/ gram dan medan koersif (H_c) sebesar 2600 Oe.

2.2 Titanium dioksida (TiO_2) – *Anatase*.

Titanium dioksida (TiO_2) juga dikenal sebagai Titanium (IV) oksida merupakan bentuk oksida dari titanium. Senyawa ini dimanfaatkan secara luas sebagai pigmen, bakterisida, pasta gigi, fotokatalis dan elektroda dalam sel surya (Sirdeshmukh dkk., 2006). TiO_2 dapat dihasilkan dari reaksi antara senyawa titanium tetraklorida ($TiCl_4$) dan O_2 pada suhu $700^\circ C$. TiO_2 dapat dihasilkan dari proses sulfat ataupun klorin. Sifat senyawa TiO_2 adalah tidak tembus cahaya, mempunyai warna putih, lembam, tidak beracun, dan harganya relatif murah. TiO_2 dapat dihasilkan dari proses sulfat ataupun klorin.



Gambar 2.2 Struktur kristal TiO_2 *anatase* (COD no. 1010942).

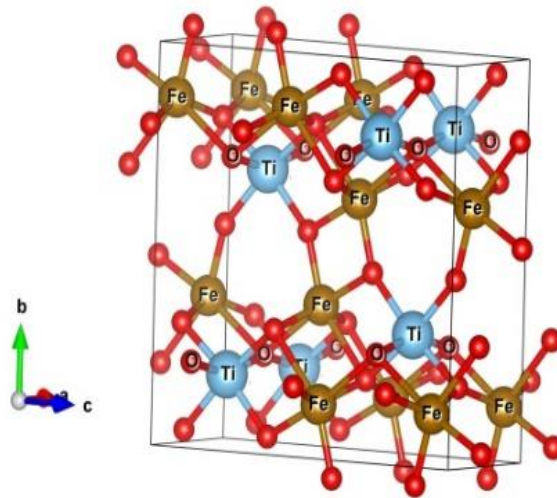
TiO_2 memiliki empat jenis fasa yaitu *anatase*, *brookite*, dan *rutile*. Dalam penelitian ini TiO_2 yang digunakan adalah fasa *anatase*. TiO_2 *anatase* memiliki struktur kristal tetragonal dengan *space group* I 41/a m d seperti pada Gambar 2.1. Struktur

tetragonal TiO_2 memiliki parameter kisi sebesar a , $b = 0,3785$ nm dan $c = 0,95196$ nm serta densitas $3,79$ gr/cm^3 . Struktur kristal fasa *anatase* lebih reaktif terhadap cahaya daripada fasa lain karena pada fasa *anatase* memiliki daerah aktivasi yang lebih luas. Antara fasa *anatase* dan *rutile* terdapat perbedaan energi yang sangat kecil (~ 2 hingga 10 kJ/ mol). Fasa *anatase* terbentuk pada suhu relatif rendah dengan *band gap* sebesar $3,2$ eV (380 nm) (Kim dkk., 2005). Keelektronegatifan atom Ti dan atom O dalam skala Pauling adalah $1,54$ dan $3,44$. Perbedaan keelektronegatifan antara kedua atom tersebut adalah $1,90$. Dengan demikian senyawa TiO_2 adalah senyawa ionik yang dibentuk dari ion-ion Ti^{4+} dan ion O^{2-} .

2.3 Struktur dan Sifat Magnet Material *Pseudobrookite* (Fe_2TiO_5).

Pseudobrookite (Fe_2TiO_5) merupakan salah satu senyawa dalam sistem Besi Titanat Oksida (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* ($\text{Fe}_{1+x}\text{Ti}_{2-x}\text{O}_5$) (Enhessari dkk., 2014). *Pseudobrookite* Fe_2TiO_5 merupakan salah satu material *ferrite* yang memiliki struktur kristal *orthorhombic* dengan *space group* D_{20}^{17} (*Cmcm*). Struktur *orthorhombic* Fe_2TiO_5 memiliki parameter kisi sebesar $a = 0,372$ nm, $b = 0,979$ nm, dan $c = 0,993$ nm.

Struktur kristal *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 telah banyak dipelajari, dan secara keseluruhan Fe_2TiO_5 adalah senyawa paling stabil pada golongan Fe-Ti-O dan mencapai titik *equilibrium* pada atmosfer oksigen. Pada Fe_2TiO_5 , kation Fe^{3+} dan Ti^{4+} terletak pada dua situs oktahedral yang berbeda, yaitu situs M1 dan M2. Struktur (Gambar 2.2) ini dianggap kompak dengan M1 dan M2 oktahedral berbagi sisi dengan enam oktahedral lainnya (M1 terhubung ke tiga M2 dan tiga M1, dan M2 terhubung ke enam M1). Beberapa model telah dilaporkan dalam literatur dengan notasi Wyckoff mengenai distribusi Ti^{4+} dan Fe^{3+} menempati situs M1 (notasi Wyckoff 4c) dan situs M2 (notasi Wyckoff 8f) (Seitz dkk., 2016).



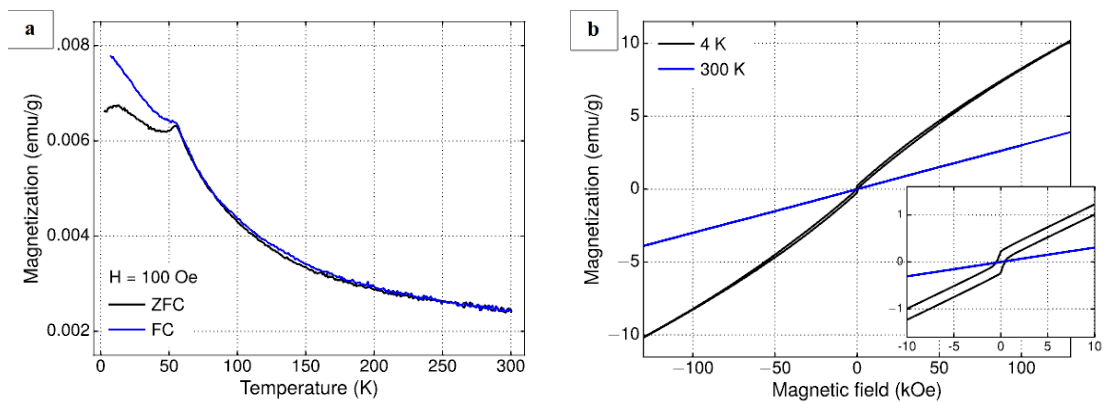
Gambar 2.3 Struktur kristal Fe_2TiO_5 (COD no.1011342) yang direpresentasikan dengan *software Vesta*.

Dari hasil spektroskopi Mössbauer dan difraksi neutron, beberapa peneliti menyatakan bahwa ion Fe^{3+} memiliki banyak preferensi pada situs M1, sedangkan Ti^{4+} sedikit preferensi untuk situs M2 (Guo dkk., 1999). Situs Ti (4c) memiliki tiga pasangan jarak logam-oksigen kisaran 1,91 - 2,15 Å dan situs Fe (8f) memiliki jarak logam-oksigen rata-rata sekitar 2.01 Å (Dondi et al., 2007). Octahedral Fe memiliki volume polihedral lebih besar ($10,17 \text{ \AA}^3$) dari Ti ($9,98 \text{ \AA}^3$), yang kemudian membentuk unit trioctahedral yang terhubung ke rantai ganda tak terbatas sepanjang sumbu *c*. selanjutnya, bagian tepi octahedral akan membentuk kerangka tiga dimensi dengan tiap unit sel berisi empat rumus kimia ($Z=4$).

Ada banyak jenis metode sintesis material seperti metode reaksi padat, *sol gel method*, *molten salt*, kopresipitasi, hidrotermal, dll. Namun secara umum metode sintesis terbagi menjadi dua, yaitu *top-down process* dan *bottom up process*. Metode reaksi padat (*solid state reaction*) merupakan salah satu sintesis yang menggunakan *top down process* yang lebih banyak digunakan oleh peneliti karena prosedur dan pemilihan bahan dasarnya relatif mudah. *Solid state reaction* merupakan mekanika aktivasi yang digunakan untuk stimulus pada material yang dicampurkan agar probabilitas terjadinya reaksi semakin besar. Penggunaan *solid state reaction* dalam

sintesis Fe_2TiO_5 pernah dilaporkan oleh Madare dan Salvi (2004) dengan mencampur *hematite* dan TiO_2 yang kemudian dikalsinasi pada $T=1000^\circ\text{C}$. Selain itu, Armayani, dkk (2019) juga melaporkan sintesis Fe_2TiO_5 dengan metode *solid state reaction* yang dilanjutkan dengan kalsinasi $T=1100^\circ\text{C}$ yang diklaim mampu mendapatkan fasa tunggal Fe_2TiO_5 .

Fe_2TiO_5 memiliki sifat paramagnetik pada temperatur kamar, termasuk dalam semikonduktor tipe-n, dan memiliki kemampuan *anisotropic uniaxial spin-freezing* yang tinggi. Penelitian lain mengenai *pseudobrookite* yaitu, dengan menggunakan teori *local spin density approximation* (LSDA) dan LSDA plus Hubbard U (LSDA+U). Hasilnya, atom Fe ($U = 4 \text{ eV}$) memiliki momen magnetik sekitar 3,8 mB/ Fe dan orbital 3d Fe memiliki kontributor utama pada momen magnetik material Fe_2TiO_5 yang berukuran mikrometer (Jin and Zhou, 2013).



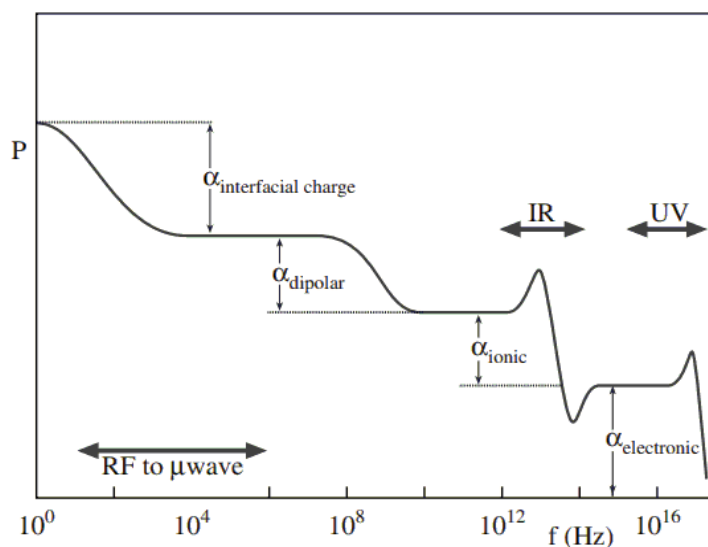
Gambar 2.4 a) Kurva magnetisasi ZFC dan FC, b) Kurva magnetisasi isothermal pada 4 K dan 300 K (Ramezani dkk., 2015).

Melalui penelitian Ramezani dkk. (2015), pada serbuk Fe_2TiO_5 yang digiling dan dianiling pada temperatur 1100°C . Karakterisasi magnetik menggunakan *zero-field-cooled* (ZFC) dan *field-cooled* (FC) sebagai fungsi suhu menunjukkan kurva magnetisasi memiliki titik puncak pada temperatur 9,5 dan 55 K. Hal ini berkaitan dengan interaksi *Dzyaloshinskii-Moriya* dalam sistem, yaitu bahwa momen magnet longitudinal (sumbu c) dan transversal (a - b) saling berpasangan. Pada kurva magnetisasi isothermal, teramati sifat antiferromagnetik untuk Fe_2TiO_5 nanopowder

pada temperatur 300 K, selanjutnya perubahan magnetisasi secara cepat menghasilkan perubahan perilaku feromagnetik pada temperatur 4 K.

2.4 Dielektrik dan Konduktivitas Listrik Material Fe_2TiO_5 .

Ketika bahan dielektrik ditempatkan di dalam medan listrik bolak-balik, dipol akan mencoba untuk mempertahankan keselarasan dengan bidang. Proses ini membutuhkan waktu terbatas yang berbeda untuk masing-masing polarisasi. Ada empat kemungkinan polarisasi yang terjadi berdasarkan frekuensinya, yaitu polarisasi *space charge*, *dipolar*, ionik, dan elektronik seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.10. Pada frekuensi relaksasi, dipol hanya akan mampu mengarahkan kembali diri mereka dalam waktu dengan bidang yang diterapkan. Pada frekuensi ini dielektiknya adalah energi hilang dalam bentuk panas. Kerugian dielektrik maksimum saat frekuensi bidang eksternal bertepatan dengan frekuensi relaksasi diberikan mekanisme polarisasi. Pada frekuensi optik hanya ada kontribusi dari polarisasi elektronik. Kontribusi dipolar dan ionik kecil pada frekuensi tinggi karena inersia molekul dan ion. Puncak yang terjadi pada frekuensi sekitar 10^{13} - 10^{15} Hz karena efek resonansi vibrasi ikatan ion ataupun elektron (Carter and Norton, 2007).



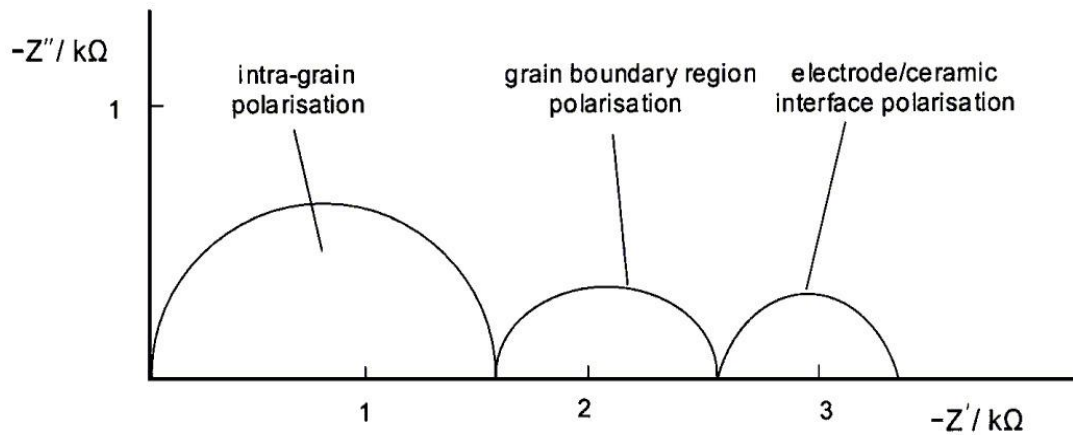
Gambar 2.5 Polarisasi fungsi frekuensi (Carter and Norton, 2007).

Respon frekuensi material keramik dari impedansi menghasilkan *semicircle* seperti Gambar 4.11. Respon frekuensi tersebut dapat menghasilkan 3 *semicircle* yang masing-masing mendefinisikan polarisasi terkait dengan butir, batas butir, dan antarmuka elektroda keramik. *Semicircle* ini merepresentasikan faktor disipasi ($\tan \delta$) pada bahan kapasitor (sifat dielektrik) maupun konduktivitas listrik (sifat listrik). $\tan \delta$ merupakan rasio antara konstanta dielektrik riil dan imajiner seperti yang ditunjukkan Persamaan 2.3.

$$k' = k_{\infty} + \frac{k_s - k_{\infty}}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (2.1)$$

$$k'' = (k_s - k_{\infty}) \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (2.2)$$

$$\tan \delta = \frac{k''}{k'} = \frac{(k_s - k_{\infty}) \omega \tau}{k_s + k_{\infty} \omega^2 \tau^2} \quad (2.3)$$

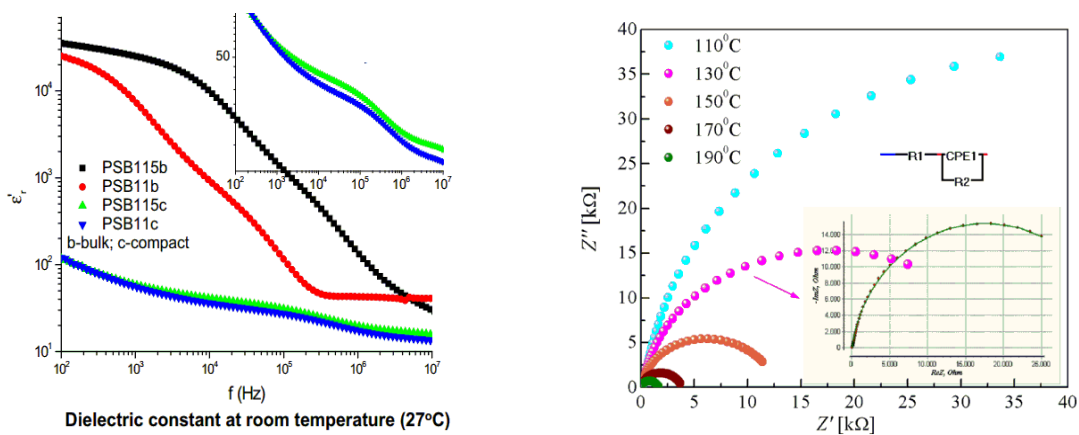


Gambar 2.6 Plot *Cole-Cole* impedansi riil (Z') terhadap impedansi imajiner (Z'') (Moulson dan Herbert, 2003).

Dari perkembangan penelitian yang dilakukan, diketahui bahwa material Fe_2TiO_5 menunjukkan peranan yang dominan sebagai bahan kapasitor dibandingkan penghantar listrik. Relaksasi non-Debye pada temperatur 220-270 K ditunjukkan oleh keramik Fe_2TiO_5 dengan analisa permitivitas relatif fungsi temperatur (Sharma et al., 2016). Pada analisa impedansi kompleks menunjukkan kontribusi dari *grain* dan *grain*

boundary serta mekanisme konduksi dari Fe_2TiO_5 yang berkaitan dengan polaron *hopping*.

Penelitian yang dikembangkan Nikolic dkk. (2017) pada keramik Fe_2TiO_5 *bulk* dan *compact* variasi komposisi (Fe_2O_3 dan TiO_2) sinter 900°C menunjukkan ketergantungan terhadap frekuensi dan nilai konstanta dielektrik tertinggi ($\sim 10^5$) dimiliki oleh sampel *bulk* variasi komposisi 1:1 (PSB11b). Selain itu, konduktivitas listrik semakin besar dengan semakin dinaikannya temperatur (Gambar 2.5).



Gambar 2.7 Grafik permitivitas relatif terhadap frekuensi serta grafik impedansi *Cole-Cole* keramik *bulk* dan *compact* sinter 900°C (Nikolic dkk., 2017).

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Prosedur Sintesis dan Karakterisasi.

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis struktur, sifat magnet, dan listrik material Fe_2TiO_5 variasi giling. Untuk mencapai tujuan tersebut, penelitian ini menggunakan bahan dasar dari alam yaitu batu besi Tanah Laut, Kalimantan Selatan untuk produksi Fe_2O_3 . Dalam pembuatan Fe_2O_3 , pertama batu besi yang berupa bongkahan besar dihancurkan menggunakan penumbuk besi menjadi kerikil kecil. Batu besi yang dalam bentuk kerikil kecil kemudian di karakterisasi XRF untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung dalam batu besi menggunakan metode spektrometri. Pengujian ini dilaksanakan di Laboratorium Energi ITS.



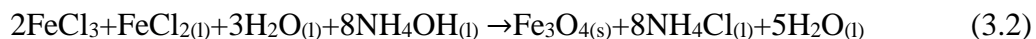
Gambar 3.1 Batu Besi dari Tanah Laut, Kalimantan Selatan.

Proses disolusi kemudian dilakukan, di mana kerikil dengan massa 3gram dilarutkan ke dalam HCl 37% sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 1 jam pada kecepatan 330 *rpm* dan suhu 70°C. Hasil pelarutan disaring dua kali untuk menghilangkan kotoran dari kerikil besi. Persamaan reaksi untuk proses ini sebagai berikut,



Kemudian, dengan metode kopresipitasi, larutan ini dititrasi menggunakan NH_4OH hingga mencapai pH 5. Setelah itu, larutan dicuci dengan aquades sebanyak 5

kali, dimana setiap siklus pencucian membutuhkan waktu 24 jam. Pencucian ini bertujuan untuk menghilangkan residu alkali dari proses kopresipitasi. Dari proses pencucian ini, endapan diperoleh dengan persamaan reaksi pada persamaan 3.2.



Endapan kemudian dikeringkan pada temperatur 110°C selama 36 jam, dimensi dikurangi dengan cara di mortar, dan dikalsinasi menggunakan *carbolite furnace* yang terdapat di Laboratorium Keramik Fisika ITS pada suhu 800°C dengan waktu penahanan 5 jam berturut-turut, untuk menghasilkan serbuk hasil akhir sintesis. Persamaan reaksi saat proses kalsinasi dapat dilihat pada persamaan 3.3.



Gambar 3.2 Serbuk Fe₂O₃ Hasil Sintesis.

Serbuk hasil sintesis ini kemudian dilakukan pengukuran XRF untuk mengetahui peningkatan persentase unsur Fe dan hilangnya unsur-unsur pengotor setelah dilakukan sintesis. Pengukuran SRD dibutuhkan untuk identifikasi fasa yang terbentuk dari serbuk hasil sintesis. Pengukuran dilaksanakan di *Synchrotron Light Research Institute* (SLRI), Thailand (radiasi sinar-x = 0.10332 nm). Pengukuran ini dilakukan pada jangkauan sudut 2θ, yaitu rentang 15° sampai 45° berdasarkan referensi *Crystallography Information File* (CIF) yang diperoleh di *Crystallography Open Database* (COD). CIF untuk sebuah fasa berisi informasi tentang: (a) nama fasa, (b) sifat fisik dan kristalografi, seperti cara mendapatkan material tersebut, densitas, dan

grup ruang, serta (c) posisi puncak dan intensitas relatif untuk panjang gelombang radiasi tertentu.



Gambar 3.3 Alat Karakterisasi *X-ray Diffractometer* (XRD).

Selanjutnya, hasil pengujian SRD diidentifikasi fasa secara kualitatif. Analisis kualitatif dengan *software Match2!* untuk indentifikasi fasa yang terbentuk dengan mencocokkan puncak difraksi yang terukur (hasil XRD) dan terhitung (CIF). Dalam penelitian ini fasa yang diharapkan yaitu fasa tunggal *hematite* (Fe_2O_3).

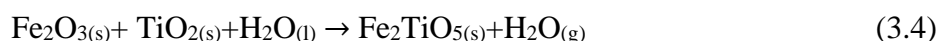
Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi akurasi hasil identifikasi fasa, dan oleh karena harus mendapat perhatian adalah: (a) resolusi alat yang sedang rendah karena dapat berakibat pada munculnya puncak-puncak difraksi yang bertumpuk. Puncak bertumpuk tersebut tidak mudah diidentifikasi, terutama apabila posisi benar-benar berimpit dan masing-masing mempunyai lebar yang sama. Solusi untuk mengatasi faktor rendahnya resolusi tersebut adalah dengan menggunakan difraktrometer dengan resolusi yang tinggi. (b) kekeliruan penempatan sampel pada sample holder karena dapat berakibat pada bergesernya puncak-puncak difraksi. Solusi dari persoalan ini adalah penggunaan *sample holder* secara tepat. (c) pengetahuan tentang komposisi kimiawi dari bahan uji, minimal secara kualitatif. (d) Tingkat kemurnian, pemrosesan dan sifat-sifat kimiawi/ fisik bahan. (e) Keberadaan fasa minor juga dapat menyebabkan munculnya puncak-puncak dengan intensitas rendah yang relatif sulit diidentifikasi, atau kemunculan puncak-puncak baru yang tidak diharapkan

sebagai akibat dari peristiwa transisi fasa atau reaksi kimi antar fasa sesudah proses kalsinasi.

Serbuk Fe_2TiO_5 dapat diperoleh dengan mencampurkan serbuk Fe_2O_3 hasil sintesis, serbuk TiO_2 komersial (*Merck KGaA, Germany*), dan alkohol 70%. Perbandingan antara serbuk campuran, bola *zircon*, dan alkohol adalah 1:3:3 yang berarti bahwa setiap 1 gram campuran serbuk Fe_2O_3 dan TiO_2 diperlukan 3 bola *zircon* dan 3 ml alkohol. Ketiganya di giling menggunakan *planetary ball milling* dengan kecepatan 330 rpm selama 5 jam. Larutan hasil giling kemudian dikeringkan menggunakan *hotplate* pada temperatur 70°C untuk menghilangkan kadar alkoholnya. Setelah kadar alkoholnya menguap dan menjadi serbuk, serbuk hasil giling tersebut di mortar supaya dimensinya berkurang.

Kemudian di lakukan karakterisasi *Differential Thermal Analysis-Thermogravimetric Analysis* (DTA-TG). DTA merupakan teknik pengukuran perbedaan temperatur antara sampel dengan sampel referensi yang *inert* sebagai fungsi dari temperatur atau waktu. TG merupakan sebuah teknik pengukuran perubahan berat dari suatu senyawa sebagai fungsi temperatur atau waktu. Pengujian dilaksanakan di Laboratorium Sentral Universitas Negeri Malang dengan menggunakan target suhu 1300°C dan rate $10^\circ\text{C}/\text{menit}$. Tujuan karakterisasi ini adalah untuk mengetahui rentang suhu pembentukan dari serbuk hasil giling campuran Fe_2O_3 dan TiO_2 . Dari hasil karakterisasi DTA - TG diperoleh hasil fasa Fe_2TiO_5 terbentuk pada rentang 700°C - 1200°C .

Pada penelitian dipilih dan dilakukan kalsinasi pada temperatur 1100°C dengan waktu tahan 1 jam. Persamaan reaksi dalam pembentukan Fe_2TiO_5 ditunjukkan pada persamaan 3.4. Hasil kalsinasi kemudian dikurangi dan di homogen kan dimensinya serbuk. Serbuk giling hasil kalsinasi kemudian dilakukan pengukuran XRD ($\text{Cu-K}\alpha = 0.154056 \text{ nm}$) di Laboratorium Teknik Material dan Metalurgi ITS untuk identifikasi fasa secara kualitatif dan kuantitatif. Pengukuran dilakukan pada jangkauan sudut 2θ , yaitu rentang 15° sampai 70° berdasarkan referensi CIF.



Analisis kualitatif dengan *software Match2!* Digunakan untuk mengetahui fasa apa saja yang terbentuk. Fasa yang diharapkan pada hasil karakterisasi ini adalah fasa tunggal *pseudobrookite* (Fe_2TiO_5). Analisis kuantitatif dilakukan dengan *software* Rietica berbasis metode *Rietveld*. Metode *Rietveld* adalah sebuah metode pencocokan pola difraksi terukur dengan pola difraksi terhitung yang didasarkan pada data struktur kristal dengan menggunakan metode kuadrat terkecil (*least - square*).



Gambar 3.4 Serbuk Fe_2TiO_5 hasil sintesis.

Kecocokan pengolahan *software* Rietica dapat diterima jika nilai *Goodness-of-fit* (GoF) kurang dari 4%, kemudian *R-profile* (R_p), *R-weighted profile* (R_{wp}), *R-expected* (R_{exp}) < dari 20%, dan nilai *R-Bragg* <10% (Pratapa, 2009a). Parameter keluaran hasil *refinement* digunakan untuk mengetahui parameter kisi, volume sel, dan komposisi fasa serbuk hasil sintesis. Data hasil XRD juga dapat digunakan untuk memperkirakan distribusi ukuran kristal dan regangannya dengan menggunakan *software Material Analysis using Diffraction* (MAUD) (Lutterotti, 2006). Parameter-parameter yang diperhalus meliputi: *background*, faktor skala, parameter kisi, parameter termal, ukuran kristal, distribusi ukuran, dan regangan.

Salah satu cara yang dapat dilakukan untuk membuat nanomaterial Fe_2TiO_5 adalah dengan cara digiling, maka dari itu variasi giling dibutuhkan untuk mereduksi ukurannya. Pada penelitian ini dilakukan variasi giling 10, 15, dan 25 jam. Dalam membuat serbuk variasi giling langkah yang dilakukan hampir sama dengan langkah penggilingan Fe_2TiO_5 , yaitu semua serbuk dimasukkan ke dalam tabung *planetary milling*, kemudian diberi bola *zircon* dan alkohol dengan perbandingan 1:3:3 (gram: bola: ml). Serbuk kemudian di giling berdasarkan variasi waktu yang ingin dilakukan.

Larutan hasil variasi giling kemudian dikeringkan dengan menggunakan *hotplate* dengan temperatur 70°C (dikeringkan sampai menjadi serbuk padatan). Serbuk hasil variasi giling yang masih dalam bentuk padatan dimortar untuk menghomogenkan ukurannya. Serbuk variasi giling kemudian dilakukan pengujian XRD, FTIR, TEM, VSM, dan LCR.

Informasi yang dapat kita peroleh dari hasil karakterisasi XRD adalah mengenai parameter kisi, volume sel, distribusi ukuran, dan regangannya. Analisis kuantitatif menggunakan *software Match!2* dilakukan untuk mengetahui analisis fasa pada serbuk variasi giling. Dengan analisis kuantitatif menggunakan *software Rietica* diharapkan parameter kisi serbuk variasi giling berkurang sejalan dengan lamanya waktu giling, sehingga berdampak terhadap penurunan volume sel. Analisis menggunakan *software MAUD* juga digunakan untuk mendapatkan nilai distribusi ukuran kristal dan regangan.

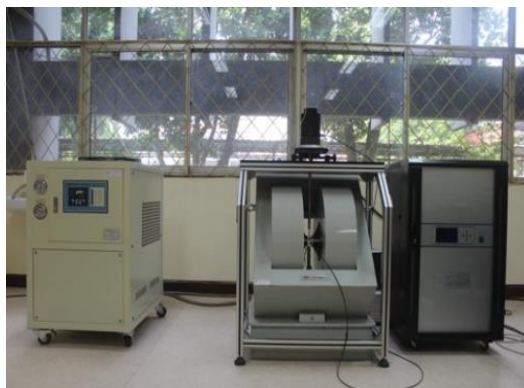
Pengukuran menggunakan *Fourier Transformed Infrared* (FTIR) pada serbuk Fe_2TiO_5 digunakan untuk menganalisis gugus fungsi suatu material melalui spektrum vibrasi yang dihasilkan pada bilangan gelombang tertentu. Selanjutnya, metode identifikasi gugus fungsi adalah dengan melakukan pencocokan puncak serapan spektrum dengan *database* yang ada. Karakterisasi ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia ITS.



Gambar 3.5 Alat Pengukuran menggunakan *Fourier Transformed Infrared* (FTIR).

Pengukuran menggunakan *Transmission Electron Microscope* (TEM) digunakan untuk mengidentifikasi morfologi ukuran partikel serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling. Resolusi yang lebih tinggi dari TEM dapat memudahkan analisa material dengan ukuran partikel hingga orde nanometer menggunakan energi berkas elektron sekitar 60

– 350 keV. Sehingga TEM cocok sebagai Teknik pencitraan material padat pada resolusi atomik. Informasi struktural diperoleh dengan pencitraan resolusi tinggi dan difraksi elektron. Karakterisasi ini dilaksanakan di Laboratorium *Research Center of Nanosciences and Nanotechnology* (NRCN) ITB.



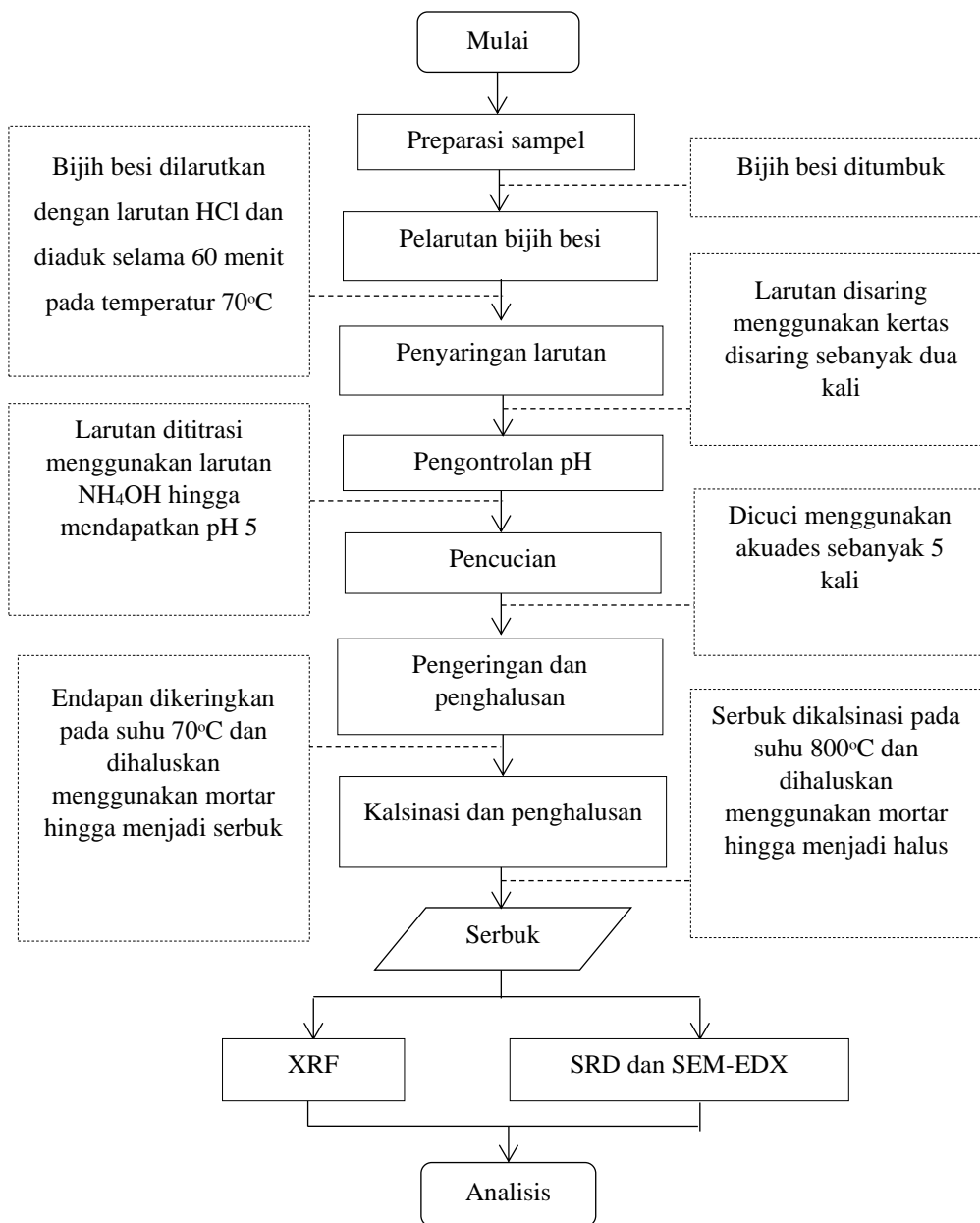
Gambar 3.6 Alat Pengukuran menggunakan VSM.

Pengukuran menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat bahan magnetik, seperti Fe_2TiO_5 . Karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium Magnetik-BZM-P3IB, BATAN Serpong dengan menggunakan VSM tipe OXFORD VSMI.2H dengan metode induksi. Pada metode induksi, magnetisasi diukur dari sinyal yang ditimbulkan/ diinduksikan oleh cuplikan sampel yang bergetar di lingkungan medan magnet pada sepasang kumparan. Beberapa keluaran yang dihasilkan melalui pengukuran VSM adalah kurva histeresis magnetik (*M-H loop*). Berdasarkan pengukuran tersebut, dapat dihasilkan karakteristik magnetik bahan seperti magnetik saturasi (M_s), magnetik remanen (M_r), dan koersivitas (H_c).

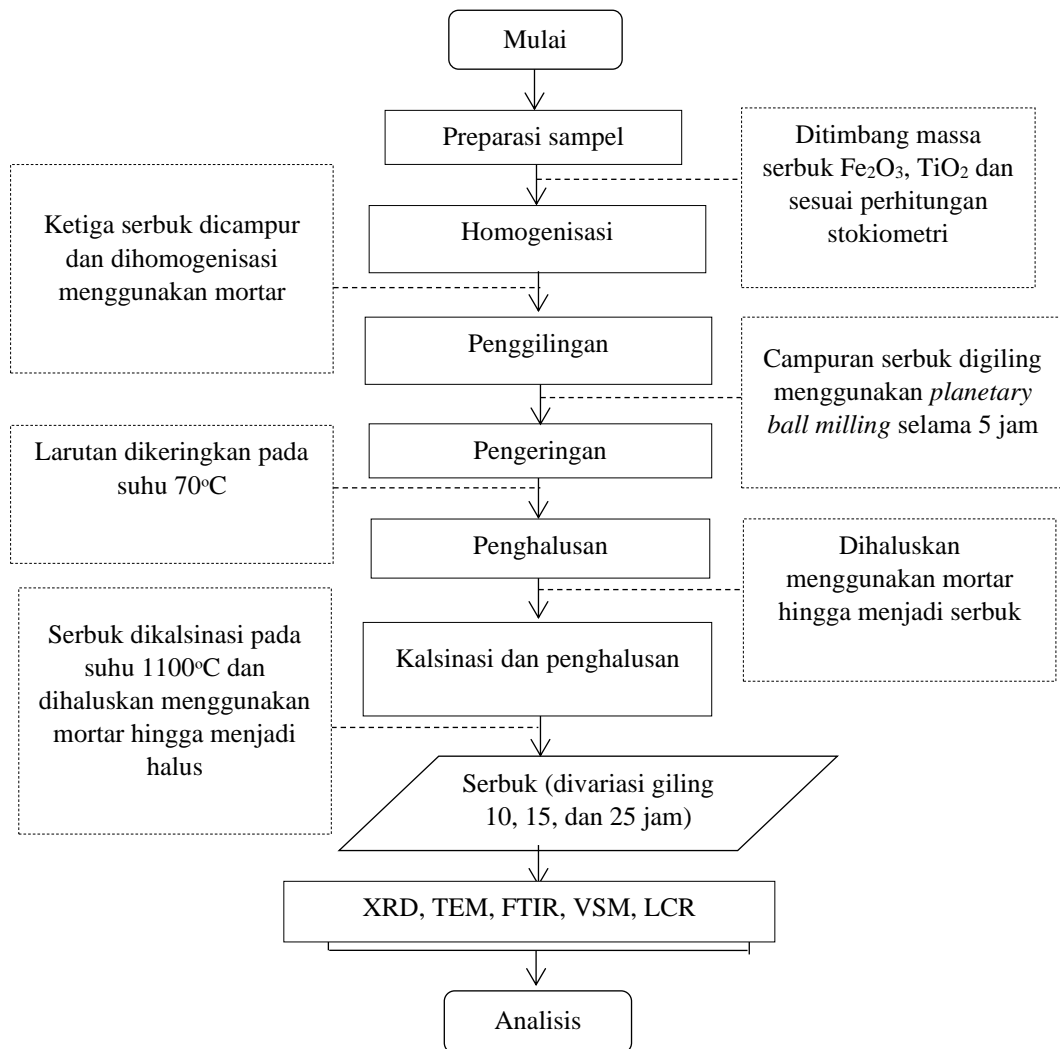
Selanjutnya, karakterisasi sifat listrik dari keramik Fe_2TiO_5 variasi waktu giling dilakukan menggunakan LCR meter. LCR meter adalah sebuah perangkat elektronik untuk mengukur resistansi, kapasitansi, induktansi dari suatu komponen. Data yang diperoleh dari hasil pengukuran adalah resistansi (R), kapasitansi (C), disipasi (D), dan impedansi (Z). LCR meter yang digunakan merupakan *automatic* LCR tipe PM6303A merk PHILIPS dengan frekuensi 1 kHz terhadap sampel *compact bulk* Fe_2TiO_5 variasi waktu giling. pengukuran dilakukan di laboratorium keramik, Departemen Fisika, ITS.

3.2 Diagram Alur Penelitian.

3.2.1 Sintesis Fe₂O₃.



3.2.2 Sintesis Fe₂TiO₅.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

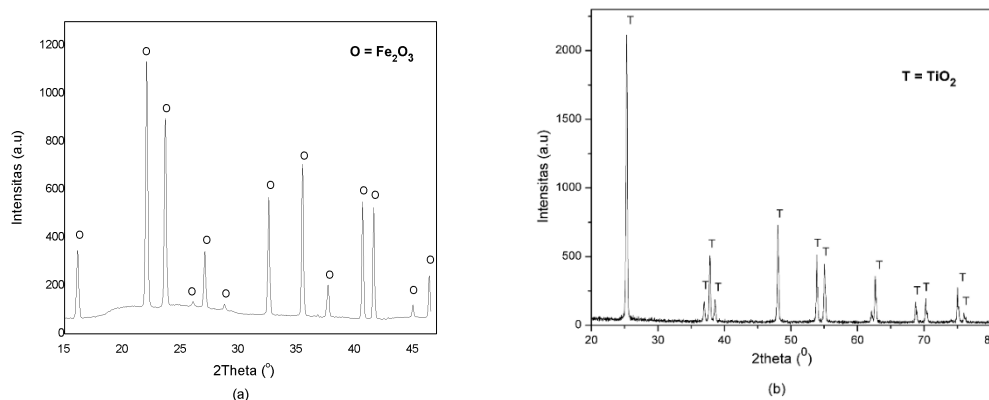
4.1 Material-material Dasar.

Tabel 4.1 Kandungan unsur (wt.%) melalui pengujian XRF dari material dasar sumber Fe pada batu besi, serta produk setelah pelarutan HCl, dan produk hasil kalsinasi.

Unsur	Batu besi (wt.%)	Batu besi yang dilarutkan dengan HCl dan disaring (wt.%)	Produk hasil kalsinasi (wt.%)
Fe	74,8	96,9	99,3
Cu	12,5	0,14	0,06
S	6,97	-	-
Ca	3,30	0,67	0,16
Mn	1,20	0,17	-
Ti	0,83	-	-
P	0,19	0,19	0,39
Zn	0,15	0,05	-
Tidak terdeteksi	0,06	1,87	0,09

Untuk mendapatkan material-material dasar sintesis Fe_2TiO_5 , pertama dilakukan pengamatan XRF terhadap material-material olahan batu besi yang berasal dari Kalimantan Selatan seperti ditunjukkan Tabel 4.1. Hasil uji XRF pada batu besi menunjukkan kandungan unsur Fe yang dominan sebesar 74,78 %, sehingga batu besi berpotensi digunakan untuk memproduksi Fe_2O_3 sebagai salah satu bahan dasar Fe_2TiO_5 . Pelarutan dengan HCl dilakukan untuk menghilangkan impuritas yang relatif besar pada batu besi. Hasilnya, impuritas utama pada batu besi seperti Cu, S, Ca, dan Mn (lebih dari 1%) berkurang drastis serta kemurnian Fe bertambah menjadi 96,9 %. Hal ini dapat terjadi karena pada proses penyaringan, material yang tidak larut dalam HCl tidak lolos kertas saring. Selanjutnya, larutan yang lolos penyaringan dilakukan

proses kopresipitasi, distilasi, dan dikalsinasi untuk memaksimalkan hasil sintesis dari batu besi untuk menghasilkan serbuk yang diharapkan, yaitu Fe_2O_3 . Tampak dari tabel bahwa pemrosesan terakhir ini dapat memurnikan batu besi hingga Fe mencapai 99,3%.

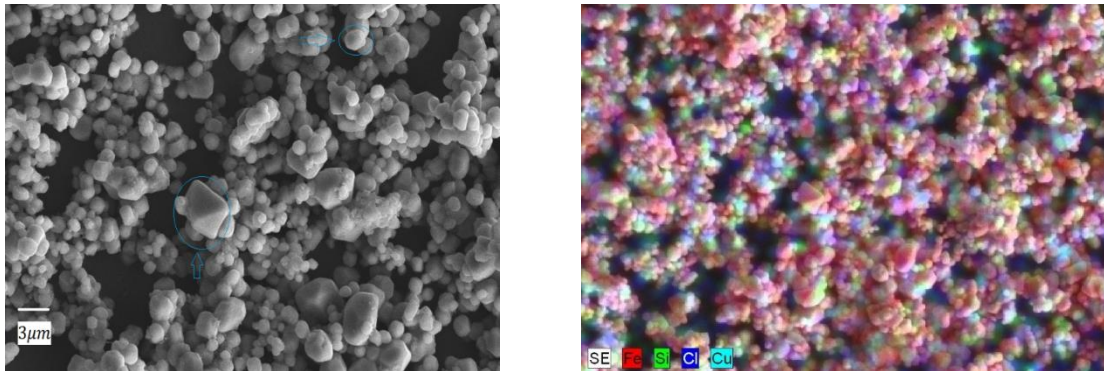


Gambar 4. 1 a) Pola Difraksi SRD (radiasi $K\alpha = 0,10332$ nm) serbuk Fe_2O_3 hasil kalsinasi batu besi, dan b) Pola Difraksi XRD (radiasi $\text{Cu-K}\alpha = 0,154056$ nm) serbuk komersial TiO_2 .

Pola-pola difraksi *Synchrotron X-Ray Diffraction* (SRD) serbuk hasil kopresipitasi bijih besi dan *X-Ray Diffraction* (XRD) serbuk TiO_2 komersial (*Merck KGaA, Germany*) sebagai material-material dasar sintesis Fe_2TiO_5 , ditunjukkan pada Gambar 4.1. Analisis kualitatif terhadap pola SRD menunjukkan bahwa fasa utama yang terbentuk pada hasil kopresipitasi batu besi adalah fasa tunggal *hematite* Fe_2O_3 sesuai dengan *Crystallography Open Database* (COD) no. 901-5065. Sedangkan pola XRD serbuk TiO_2 komersial berfasa *anatase* sesuai dengan COD no. 720-6075.

Morfologi dan komposisi atomik serbuk Fe_2O_3 hasil karakterisasi menggunakan SEM/ EDX ditunjukkan Gambar 4.2. Butir-butir serbuk Fe_2O_3 hasil kalsinasi batu besi (Gambar 4.2a) teramati memiliki bentuk butir cenderung trigonal (ditunjukkan oleh tanda panah) dan ukuran yang relatif homogen. Bentuk trigonal tersebut sesuai dengan struktur kristal Fe_2O_3 yang memiliki grup ruang $R-3c$ (Rozenberg dkk., 2002) dengan parameter kisi $a = b = 4,9865$ Å dan $c = 13,5016$ Å. Selain itu, masing-masing butir tampak terdistribusi secara merata dan secara keseluruhan tidak beraglomerasi.

Gambar 4.2 mengkonfirmasi kristalinitas serbuk Fe_2O_3 hasil sintesis yang dapat dilihat dari morfologi butiran-butiran yang teratur.



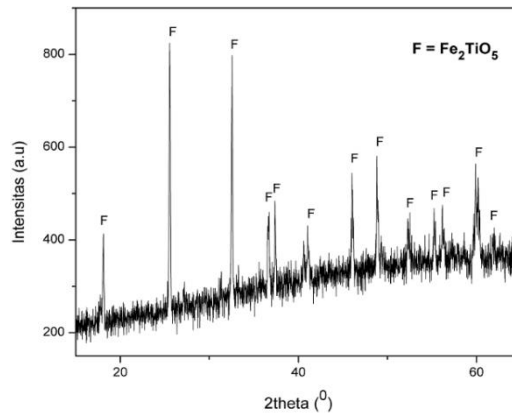
Gambar 4.2 Citra (a) SEM dan (b) pemetaan unsur SEM/EDX serbuk Fe_2O_3 hasil kalsinasi bijih besi.

Catatan: kedua citra diambil pada posisi hampir sama tetapi perbesaran tidak sama.

Persebaran unsur-unsur (*elemental mapping*) pada serbuk Fe_2O_3 kalsinasi ditunjukkan pada Gambar 4.2b dengan bantuan EDX. Unsur-unsur yang ditampilkan pada *mapping* terdiri atas Fe, Cu, Cl dan Si yang diwakili oleh warna yang berbeda. Unsur Fe diwakili oleh warna merah, Cu warna biru muda, Cl warna biru tua, dan Si warna hijau. Sesuai yang diharapkan, unsur Fe sangat dominan, yang menurut cacahnya adalah sebesar 94,7%, lalu diikuti unsur pengotor Cu, Cl, dan Si sebesar 3,40%, 1,48%, dan 0,34%. Perlu dicatat bahwa hasil pengamatan dengan EDX tidak bisa sepenuhnya sama dengan XRF karena perbedaan area interaksi radiasi sinar-X dengan sampel. EDX memapar sampel pada dimensi pada kisaran luas puluhan mikron persegi dan kedalaman 1-2 mikron, sementara XRF dengan luas satuan hingga puluhan mm dan kedalaman berorde beberapa mm. Secara umum, tahapan dalam proses pemurnian batu mampu menghasilkan Fe_2O_3 dengan kemurnian tinggi. Hal tersebut terlihat dari unsur Fe yang sangat dominan (lebih dari 94%) menurut pengamatan dengan XRF dan EDX, dan dikonfirmasi dari hasil XRD hanya teridentifikasi fasa *hematite* pada produk hasil akhir Fe_2O_3 .

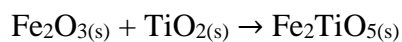
4.2 Sintesis Serbuk Awal dan Serbuk-serbuk Variasi Giling Fe_2TiO_5 .

4.2.1 Sintesis serbuk awal Fe_2TiO_5 .



Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X (radiasi Cu-K α) serbuk hasil penggilingan Fe_2O_3 dan TiO_2 dilanjutkan dengan kalsinasi pada 1100°C .

Pola-pola XRD serbuk hasil sintesis yang terdiri atas pencampuran serbuk-serbuk Fe_2O_3 dan TiO_2 dilanjutkan dengan kalsinasi pada temperatur 1100°C ditunjukkan Gambar 4.3. Analisis kualitatif menunjukkan bahwa serbuk tersebut hanya mengandung fasa *psedobrookite* Fe_2TiO_5 yang berstruktur ortorombik sesuai dengan COD no.101-1342. Pola-pola XRD tidak menunjukkan adanya fasa-fasa lain meskipun dari data EDX diketahui bahwa sampel ini seharusnya mengandung 1,7; 0,74; dan 0,17 at% Cu, Cl dan Si setelah pencampuran dengan TiO_2 . Unsur Cl bersifat volatil dan kemungkinan besar sudah tidak ada setelah kalsinasi. Sementara itu, dengan kalsinasi di udara ambien, Cu dan Si berpotensi membentuk Cu_2O lalu CuO (Al Armouzi dan Mabrouki, 2019) dan SiO_2 yang berwujud kristal atau amorf. Reaksi pembentukan fasa utama Fe_2TiO_5 mengikuti reaksi



Secara teoretik, dari diagram fasa $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ (den Hoed dan Luckos, 2011), Fe_2TiO_5 dapat terbentuk pada temperatur 1000°C . Pada penelitian ini, pemakaian temperatur kalsinasi 1100°C terbukti dapat menghasilkan fasa yang dimaksud. Analisis kuantitatif menggunakan *software Rietica* menghasilkan nilai parameter kisi $a = 3,7271 \text{ \AA}$, $b = 9,7837 \text{ \AA}$, $c = 9,9716 \text{ \AA}$, dan volume sel $363,62 \text{ \AA}^3$. Sementara itu,

analisis menggunakan *software MAUD* memberikan estimasi ukuran kristal sebesar 104 nm.

Dari hasil analisis data XRD di atas diketahui bahwa serbuk hasil sintesis berfasa Fe_2TiO_5 dan dapat dijadikan sebagai material dasar sintesis berikutnya, yaitu serbuk-serbuk yang digiling dan keramik-keramik darinya. Sebagai catatan, nanomaterial merupakan material yang memiliki diameter atau dimensi kurang dari 100 nm (Abdullah dan Virgus, 2008). Oleh karena itu, serbuk nanomaterial Fe_2TiO_5 diupayakan dengan variasi waktu penggilingan 10, 15, dan 25 jam menggunakan *Planetary Ball Milling* seperti yang pernah berhasil dilakukan pada serbuk zirkon (Musyarofah et al., 2019).

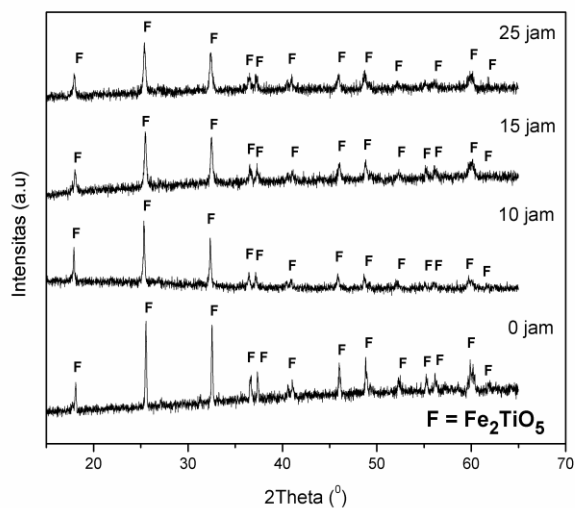
4.2.2 Sintesis serbuk-serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling.

Pola-pola XRD serbuk-serbuk Fe_2TiO_5 dengan variasi giling 0, 10, 15, dan 25 jam ditunjukkan Gambar 4.4. Tampak bahwa fasa yang teridentifikasi hanya fasa *pseudobrookite* Fe_2TiO_5 (COD no. 101-1342) untuk semua variasi giling. Hal ini membuktikan bahwa fasa Fe_2TiO_5 tidak mengalami perubahan terhadap waktu giling. Selain itu, dari pola XRD teramati turunnya intensitas puncak difraksi seiring lamanya waktu penggilingan (Tabel 4.2). Penggilingan juga dapat berefek pada pelebaran puncak difraksi (Pratapa, 2009b), namun sepiantas tidak teramati secara kualitatif pada pola-pola XRD tersebut. Puncak tertinggi bidang (110) teramati pada $2\theta \approx 25^\circ$ dan akan digunakan untuk mengkaji karakter-karakter puncak ini. Tabel 4.2 menyajikan data karakter puncak (110) fasa Fe_2TiO_5 pada sampel-sampel serbuk tergiling.

Tabel 4.2 Karakter puncak (hkl) serbuk-serbuk Fe_2TiO_5 tergiling.

Variasi giling	2θ ($^\circ$)	Intensitas (cps)	Lebar (FWHM, $^\circ 2\theta$)
0 jam	25,55	824	0,1003
10 jam	25,23	643	0,1003
15 jam	25,44	574	0,2674
25 jam	25,35	575	0,2001

Data pada Tabel 4.2 tersebut menunjukkan adanya konsistensi penurunan intensitas dan kenaikan FWHM. Intensitas puncak (hkl) turun sebesar 30% dari tanpa penggilingan ke dengan penggilingan 15 jam. Sebaliknya, FWHM antara keduanya naik sebesar 62%. Keduanya menggambarkan hal yang sama, yaitu tentang ketidaksempurnaan kristal (*crystal imperfection*) (Hassanien dkk., 2018). Kenaikan FWHM, atau juga biasa disebut pelebaran puncak, pada dasarnya disebabkan oleh 2 hal, yaitu mengecilnya ukuran kristal dan meningkatnya regangan tak-seragam (*non-uniform strains*). Kedua hal tersebut muncul pada material keramik oksida yang digiling, seperti yang dilaporkan oleh Musyarofah dkk. untuk serbuk zirkon (2019) dan Modi dkk. untuk serbuk $Y_3Fe_5O_{12}$ (2015). Pada serbuk-serbuk Fe_2TiO_5 konsistensi pelebaran FWHM hanya sampai penggilingan 15 jam. Ketika penggilingan mencapai 25 jam, terjadi penurunan FWHM sebesar 25% dengan intensitas yang cenderung tetap. Hal ini kemungkinan disebabkan karena penggumpalan/ aglomerasi antar kristal saat proses penggilingan, akibatnya ukuran kristal kembali membesar ataupun cenderung sama dengan ukuran sebelumnya.

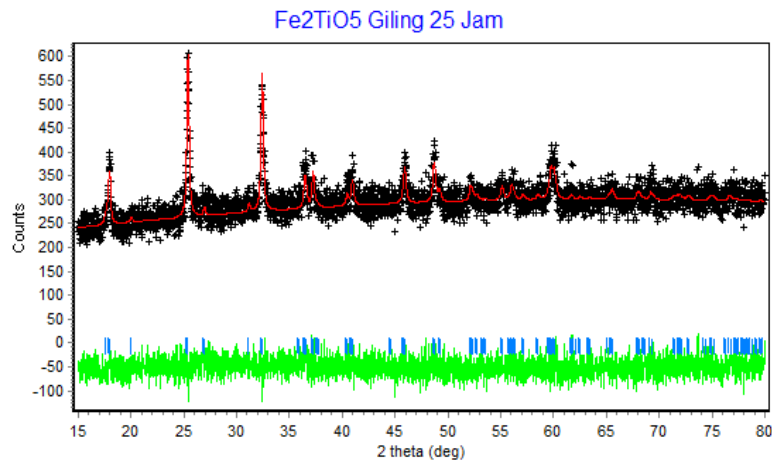


Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X (radiasi Cu-K α) serbuk Fe_2TiO_5 variasi waktu giling.

Analisis kuantitatif terhadap sampel serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling dilakukan dengan cara penghalusan Rietveld menggunakan perangkat lunak *Rietica*. Contoh pola penghalusan pada sampel Fe_2TiO_5 dapat dilihat pada Gambar 4.5. Pola berwarna merah menunjukkan pola difraksi terhitung, sedangkan pola berwarna hitam adalah pola difraksi terukur. Pola berwarna hijau menunjukkan selisih antara pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung. Pada Gambar 4.4 diketahui bahwa puncak difraksi model telah sesuai dengan puncak difraksi terukur. Nilai kecocokan analisis *Rietveld* serta parameter kisi dan volume sel pada difraksi sinar-X serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Kecocokan data difraksi terhitung dan terukur dalam analisis Rietveld dapat diterima jika, secara umum, nilai *GoF* (*Goodness-of-Fit*) kurang dari 4% dan nilai *R-Bragg* kurang dari 10% (Pratapa, 2009c). Tabel 4.3 menunjukkan bahwa kesesuaian antara data terhitung dan data terukur untuk semua sampel sudah terpenuhi, terlihat dari nilai *R-Bragg* kurang dari 5% dan nilai *GoF* kurang dari 2%. Dengan terpenuhinya syarat pencocokan kedua pola, maka parameter-parameter di dalam model dapat diekstrak dan digunakan untuk analisis lanjut.

Tabel 4.3 teramati bahwa nilai parameter kisi dan volume sel serbuk Fe_2TiO_5 mengalami penurunan seiring lamanya waktu penggilingan. Pada giling 10 jam, nilai pada bidang kisi *b* dan *c* mengecil sehingga volume sel-sel turun sebesar 0,02 %. Kemudian pada giling 15 jam semua nilai parameter kisi mengecil sehingga nilai volume sel turun sebesar 0,18%. Penurunan nilai pada *a*, *b*, dan *c* merepresentasikan berkurangnya jarak antar bidang kristal yang menghasilkan volume sel-sel kecil. Volume sel-sel mendeskripsikan fraksi volume yang ditempati atom-atom di permukaan kristal. Semakin kecil volume sel maka semakin besar fraksi atom-atom yang menempati permukaan kristal atau material dikatakan memiliki *surface area* yang besar dari material awal. Penurunan volume sel-sel tidak lagi signifikan setelah penggilingan 15 jam, terlihat ketika penggilingan sudah mencapai 25 jam penurunan jarak hanya terjadi pada satu sisi saja, yaitu parameter kisi *c* dan menyebabkan volume sel naik sebesar 0,13%.



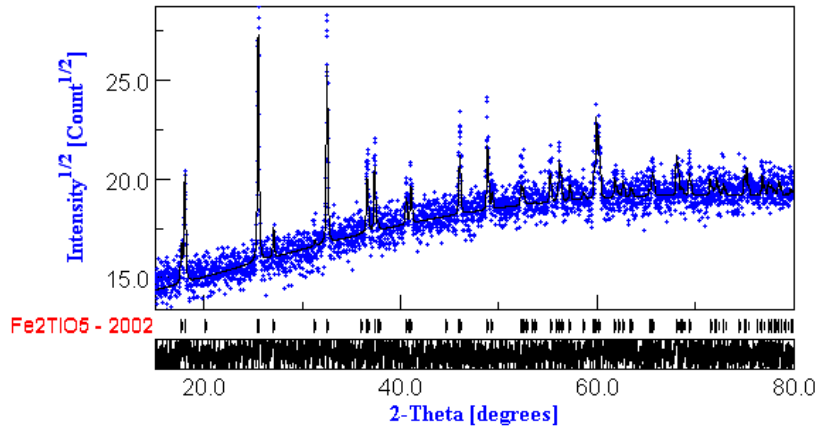
Gambar 4.5 Contoh pola penghalusan dengan software Rietica serbuk Fe_2TiO_5 giling 25 jam.

Tabel 4.3 Luaran penghalusan *Rietveld* dengan perangkat lunak, parameter kisi, dan volume sel serbuk Fe_2TiO_5 dengan variasi giling.

Variasi waktu giling	$R\text{-Bragg}$	χ^2 (GoF)	Parameter kisi (\AA)			Volume sel (\AA^3)
			a	b	c	
0 jam	4,1	1,3	3,7271 (0,4)	9,7837 (1)	9,9716 (1)	363,62 (1)
10 jam	2,3	1,2	3,7281(0,9)	9,7802 (2)	9,9703 (3)	363,54 (2)
15 jam	2,7	1,6	3,7251(0,8)	9,7746 (3)	9,9657 (2)	362,87 (1)
25 jam	1,9	1,2	3,7276 (1)	9,7708 (3)	9,9665 (3)	363,37 (2)

Berikutnya, informasi ukuran dan regangan kristal Fe_2TiO_5 pada sampel yang digiling selama 0, 10, 15, dan 25 jam diperoleh melalui analisis menggunakan *software MAUD*. Adapun contoh plot hasil analisisnya ditunjukkan Gambar 4.6. Pola berwarna biru menunjukkan pola difraksi sinar-X serbuk Fe_2TiO_5 sedangkan pola difraksi berwarna hitam menunjukkan pola difraksi terhitung. Pola yang berwarna hitam tebal menunjukkan selisih antara model dengan hasil pola difraksi sinar-X. Dari gambar itu terlihat bahwa pola difraksi terhitung telah sesuai dengan pola difraksi terukur. Kesesuaian ini diindikasikan dengan pola berwarna hitam tebal yang bentuknya hampir menyerupai garis lurus dengan sig 1,2 sehingga hasil analisis tersebut dapat dikatakan

acceptable. Adapun ukuran kristal dan regangan serbuk Fe_2TiO_5 ditunjukkan pada Tabel 4.4.



Gambar 4.6 Contoh pola penghalusan *Rietveld* data XRD Fe_2TiO_5 giling 0 jam dengan *Software MAUD*.

Tabel 4.4 Luaran MAUD serbuk Fe_2TiO_5 variasi waktu giling.

Variasi giling	Ukuran kristal (nm)	Regangan (10^{-4})
0 jam	104(7)	4,2(6)
10 jam	88(10)	2,5(3)
15 jam	64(10)	10(1)
25 jam	69(15)	12(1)

Menurut Tabel 4.4, secara umum ukuran kristal serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling tereduksi seiring bertambahnya waktu giling. Ukuran kristal pada penggilingan 0 jam, yaitu 104 nm, kemudian setelah digiling selama 10 jam ukuran kristal menurun sebesar 15%, yang menghasilkan ukuran nanometer. Penurunan ukuran kristal kembali terjadi ketika digiling selama 15 jam, dengan persentase penurunan mencapai 27%.

Penggilingan merupakan proses aktivasi mekanik yang bertujuan untuk meningkatkan energi permukaan (*surface energy*) dari material yang dapat menjadi stimulus dan mengaktifkan reaksi kimia (Z. Ceganac dkk., 2003). Dalam hal ini,

penggunaan gaya mekanik dapat mereduksi ukuran serbuk yang kemudian menyebabkan kontak luas permukaan (*surface area contact*) meningkat dan akhirnya memungkinkan probabilitas terjadinya reaksi yang lebih besar.

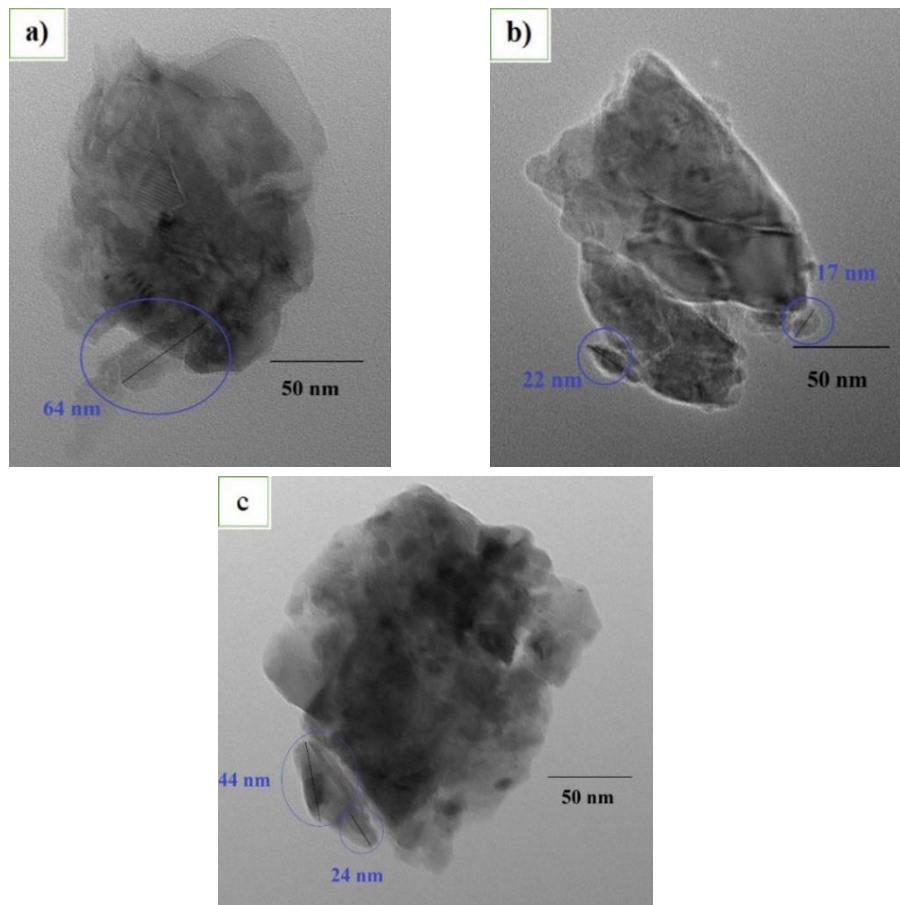
Pada penggilingan, terjadi tumbukan intensif antara serbuk, bola-bola giling, dan dinding vial. Pada setiap tumbukan, sebagian serbuk terjebak di antara tumbukan permukaan dinding vial dan bola sehingga menimbulkan beban mekanis dengan tingkat regangan yang tinggi. Beban ini menghasilkan tegangan mekanis lokal pada setiap titik kontak antar kristal yang besarnya bergantung pada intensitas tumbukan. Pada setiap peristiwa tumbukan yang terjadi, serbuk yang telah terjebak pada tumbukan tercampur kembali dengan serbuk yang belum mengalami proses tersebut, dan terjebak lagi pada tumbukan berikutnya secara berturut-turut. Dampak dari tumbukan berulang adalah semakin intensifnya tegangan yang kemudian menyebabkan peningkatan regangan sehingga butir atau kristal terdisintegrasi menjadi ukuran yang lebih kecil (Malgorzata, 2010). Butir atau kristal yang terdisintegrasi berada pada keadaan dengan sisa regangan yang masih cukup besar. Oleh sebab itu, penggilingan serbuk dapat menghasilkan serbuk baru dengan ukuran lebih kecil dan cenderung memiliki regangan sisa yang lebih besar dibandingkan dengan serbuk awalnya.

Penggilingan yang berkelanjutan tidak secara signifikan mengubah ukuran kristal, terlihat pada giling 25 jam, ukuran rata-rata kristal relatif hampir sama dengan giling 15 jam. Hal tersebut terjadi setelah penggilingan pada interval waktu tertentu, keadaan mapan tercapai. Keadaan mapan ini diakibatkan oleh peningkatan suhu lokal (termal) karena semakin intensifnya gesekan-gesekan yang menghasilkan energi panas pada batas kristal yang menyebabkan pertumbuhan kristal. Dengan demikian, kristal yang lebih kecil mampu menahan disintegrasi sehingga ukuran kristal akan cenderung sama bahkan meningkat, karena gaya kohesi antar kristal atau butir yang naik. Dengan demikian, penurunan ukuran kristal pada material Fe_2TiO_5 hanya efektif terjadi selama 15 jam pertama penggilingan. Pada waktu tersebut dan setelahnya ukuran tidak bisa tereduksi lagi atau telah mengalami kejenuhan (ukuran pada serbuk giling 25 jam

hampir sama dengan serbuk giling 15 jam) sehingga ukuran kristal tidak lagi terpengaruh oleh lamanya penggilingan.

4.3 Analisis Mikrostruktur Fe₂TiO₅ Variasi Giling.

Gambar 4.7(a), (b), dan (c) merupakan citra TEM sampel-sampel tanpa giling 0, 15, dan 25 jam. Morfologi dari Fe₂TiO₅ tanpa giling (Gambar 4.7(a)) memperlihatkan bahwa antar kristal berglomerol menjadi satu bagian (beraglomerasi). Hal ini menyebabkan ukuran kristal pada mikrostruktur terlihat tidak seragam/homogen dan cenderung terlihat besar. Dari salah satu bagian, teridentifikasi ukuran kristal dengan nilai ~64 nm. Dari hasil tersebut bisa dikatakan ukuran kristal sudah berada pada orde nanometrik. Namun pada bagian lain, distribusi ukuran kristal terlihat tidak homogen.

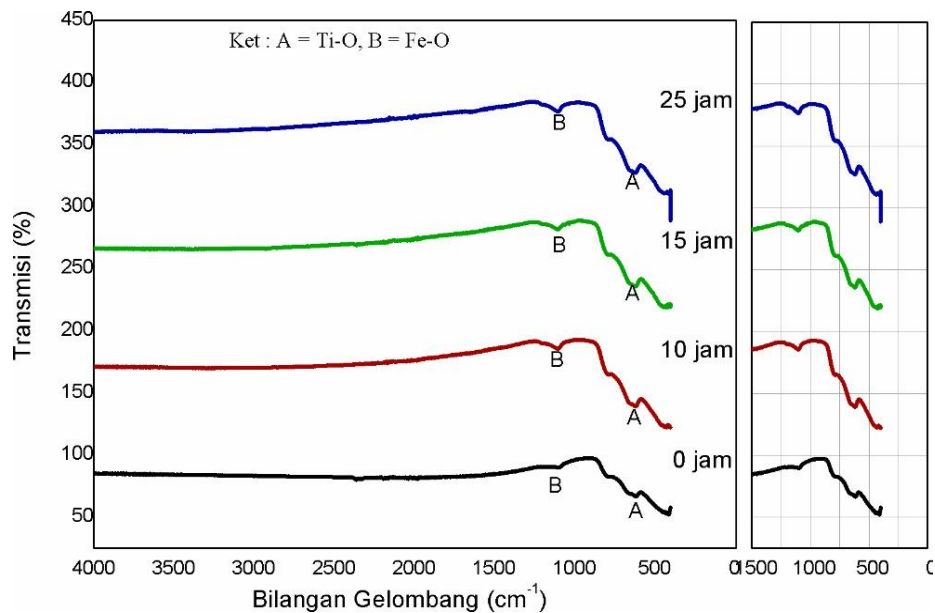


Gambar 4.7 Citra TEM serbuk Fe₂TiO₅ variasi giling a) tanpa giling, b) 15 jam, dan c) 25 jam.

Sementara itu, Gambar 4.7 (b) menunjukkan bentuk dan ukuran kristal sampel tergiling 15 jam yang juga mengalami aglomerasi dan agregasi di berbagai sisi. Perbedaan utama antara keduanya terletak pada interaksi fisik antar kristalnya. Agregasi membentuk kelompok kristal yang memiliki interaksi fisik yang kuat sedangkan aglomerasi memiliki interaksi fisik yang lemah antar kristal (Gary Nicols, 2002). Agregasi dan aglomerasi antar kristal ini disebabkan oleh tekanan antar kristal saat penggilingan. Dengan demikian, aglomerasi nanopartikel saat penggilingan dapat menyebabkan penggabungan antar kristal diikuti dengan ikatan yang kuat sehingga terjadi agregasi. Tekanan tersebut bisa menghasilkan deformasi pada kristal dan sekaligus penempelan antar kristalit. Hal tersebut terlihat dari bagian kristal yang menempel memiliki ukuran sekitar 17-22 nm. Pada Gambar 4.7(c) terlihat juga jelas aglomerasi kristal yang bergabung menjadi satu pada serbuk dengan waktu giling 25 jam. Salah satu bagian tampak memiliki ukuran partikel berkisar ~24 - 44 nm. Hasil hasil pengamatan mikrostruktur dengan TEM ini menunjukkan keselarasan dengan hasil analisis data XRD, sekaligus mengkonfirmasi keberhasilan sintesis serbuk nano- Fe_2TiO_5 dengan metode penggilingan.

4.4 Gugus Fungsi Fe_2TiO_5 Variasi Waktu Giling.

Gambar 4.8 menunjukkan informasi mengenai pita penyerapan Fe_2TiO_5 variasi waktu giling menggunakan spektroskopi FTIR. Grafik analisis FTIR memaparkan hubungan antara transmitansi pada sumbu vertikal dan bilangan gelombang pada sumbu horisontal. Serapan yang terjadi pada bilangan gelombang tertentu ditunjukkan dengan munculnya puncak pada grafik hasil uji. Hal ini menunjukkan bahwa energi yang terletak pada puncak penyerapan sesuai dengan frekuensi getaran molekul material. Hasil analisis gugus fungsi material Fe_2TiO_5 variasi giling ditunjukkan pada Tabel 4.5.



Gambar 4.8 Spektrum-spektrum FTIR rentang bilangan gelombang 500 - 4000 cm^{-1} dari serbuk Fe_2TiO_5 variasi waktu giling.

Catatan: Tampilan spektrum pada rentang 500 - 1500 cm^{-1} diperbesar dengan tujuan menunjukkan pergeseran bilangan gelombang yang lebih detail.

Tabel 4.5 Data Spektroskopi FTIR serbuk Fe_2TiO_5 variasi waktu giling.

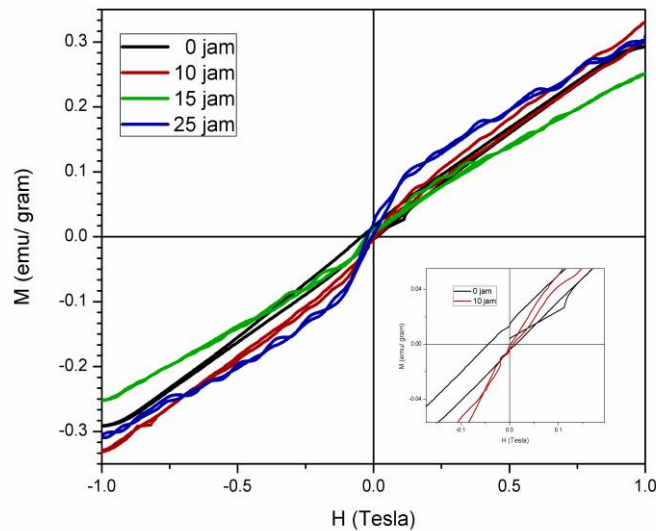
Variasi giling	Jenis gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})	
		Data Referensi	Data hasil pengukuran
0 jam	Ti - O	617	617,21
10 jam			618,44
15 jam			618,46
25 jam			621,37
0 jam	Fe - O	1100	1103,13
10 jam			1103,48
15 jam			1104,91
25 jam			1104,21

Terdapat 2 ikatan molekul utama pada material Fe_2TiO_5 yaitu ikatan Fe-O *stretching* dan Ti-O *stretching*. Puncak serapan pada bilangan gelombang $\sim 617 \text{ cm}^{-1}$ (titik A) berkaitan dengan vibrasi peregangan asimetri antara atom Ti-O (Bahareh dan Habibi, 2019; Lopez, T dkk, 2015). Selanjutnya, pada lembah penyerapan pada bilangan gelombang sekitar $\sim 1100 \text{ cm}^{-1}$ (titik B) berkaitan dengan vibrasi antara atom Fe-O (S. Ponmani, dkk, 2018). Puncak-puncak serapan A dan B ini mengkonfirmasi pembentukan dari Fe_2TiO_5 (Ramezani et al., 2015).

Dari data tampak bahwa posisi-posisi A maupun B bergeser ke bilangan gelombang lebih tinggi. Pergeseran nilai bilangan gelombang ini bersesuaian dengan ukuran kristal yang semakin tereduksi, namun pergeserannya tidak terlalu signifikan. Hal ini dapat disimpulkan bahwa penggilingan berpengaruh langsung pada ukuran kristal tetapi tidak terlalu signifikan mempengaruhi struktur molekul Fe_2TiO_5 .

4.5 Sifat magnet serbuk Fe_2TiO_5 Giling.

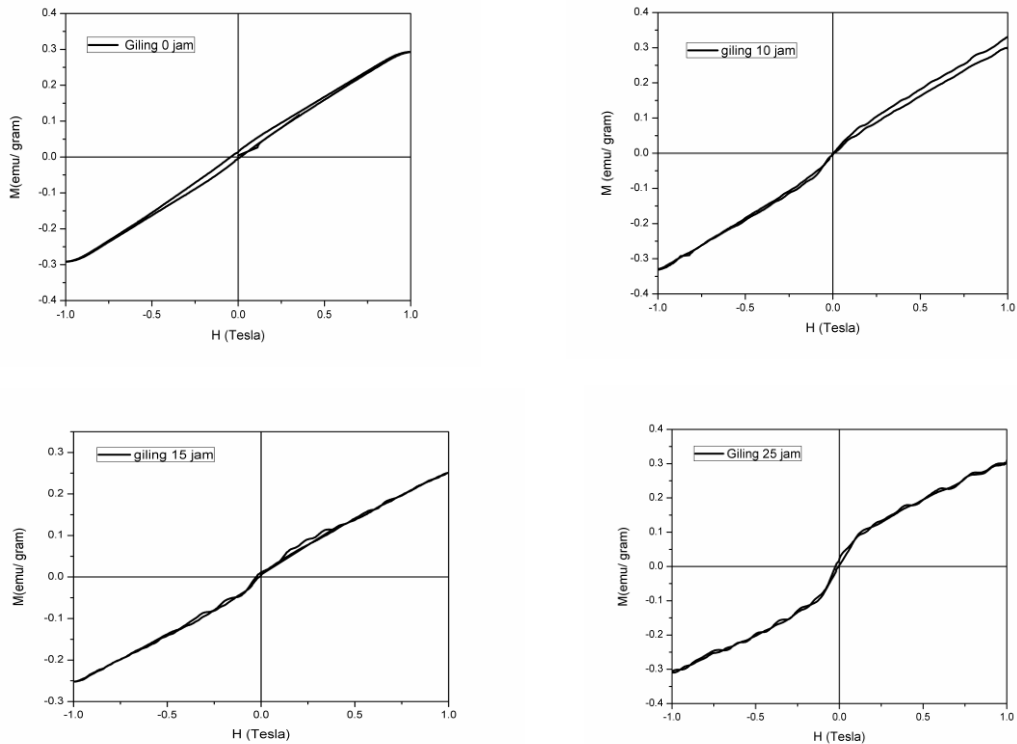
Gambar 4.9 menunjukkan kurva histeresis serbuk Fe_2TiO_5 giling 0, 10, 15, dan 25 jam. Kurva histeresis merepresentasikan hubungan antara magnetisasi (M) suatu bahan dengan medan magnetik eksternal (H). Kurva histeresis didapatkan dengan cara memberikan medan magnetik eksternal yang besar ke arah tertentu, kemudian medan magnet tersebut diperkecil sehingga menuju nol dan selanjutnya medan magnetiknya dibalik dengan arah berlawanan. Dari kurva histeresis magnetik dapat diketahui beberapa besaran penting untuk mengetahui sifat kemagnetan Fe_2TiO_5 variasi giling, yaitu magnetisasi saturasi (M_s), magnetisasi remanen (M_r), dan koersivitas (H_c). Sifat-sifat magnet material-material uji dalam penelitian ini ditampilkan pada Tabel 4.6.



Gambar 4.9 Kurva histeresis Fe_2TiO_5 variasi giling.

Catatan: skala pada kurva diatur agar tampilan lebih jelas.

Sumber kemagnetan Fe_2TiO_5 berasal dari spin magnetik Fe^{3+} . Fe_2TiO_5 merupakan material yang memiliki 5 elektron yang tidak berpasangan pada orbital d . Lima elektron yang tidak berpasangan ini memiliki $5\mu_b$ dengan 1 elektron/spin mewakili 1 magneton Bohr. Sampel giling 0 jam dengan ukuran kristal 104 nm menunjukkan sifat gabungan paramagnetik-feromagnetik. Material berperilaku dominan paramagnetik dilihat dari kurva histeresis yang memiliki gradien positif dan cenderung lurus saat tidak ada medan luar yang diberikan (Enhessari dkk., 2014). Namun ketika medan magnet luar diberikan, magnetisasi spontan lemah terjadi, dilihat dari pelebaran sumbu horisontal yang merepresentasikan medan koersivitas yang berkontribusi pada sifat feromagnetik. Meskipun tidak ada saturasi magnetik yang diamati pada penggilingan 0 jam, *loop* histeresis tebal dengan koersivitas ~ 230 Oe diperoleh untuk sampel ini. Nilai koersivitas ini khas bagi bahan feromagnetik (Shipra dkk., 2007). Penelitian ini sejalan dengan hasil yang dilaporkan Enhessari dkk. (2014), bahwa Fe_2TiO_5 (kalsin 900°C) menunjukkan sifat feromagnetik-paramagnetik pada temperatur ruang.



Gambar 4.10 Kurva histeresis magnetik masing-masing serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling.

Tabel 4.6 Sifat-sifat magnet serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling.

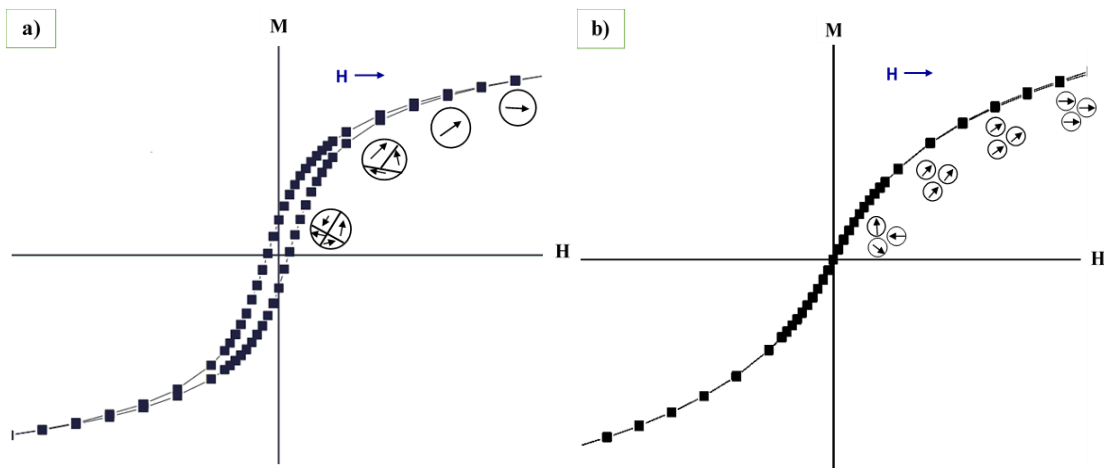
Variasi giling	M_r (emu/gram)	H_c (Oe)	$Slope$ (-0,1 – 0,1)
0 jam	0,017	230	0,20
10 jam	0,0037	65	0,40
15 jam	0,004	20	0,35
25 jam	0,002	60	0,80

Pada penggilingan 10 jam ukuran butir mengecil dan *loop* histeresis memiliki tipikal dari perilaku superparamagnetik yang terkait dengan partikel nanomagnetik. Perubahan sifat magnetik bahan dimungkinkan pada giling 10 jam ukuran kristal sudah melewati diameter kritis material Fe_2TiO_5 dan menjadi nanopartikel. Gao dkk. (2015) melaporkan Fe_2TiO_5 melewati diameter kritis ketika berada pada ukuran partikel

sekitar 50 nm. Diameter kritis dari partikel magnetit berkaitan dengan domain magnetik, yang terdiri atas *single* dan *multi domain*. Karakteristik superparamagnetik berkorelasi dengan daerah *single domain*. Pada level atomik, ketika ukuran kristal sudah melewati diameter kritis material, bisa dikatakan ukuran kristal sama dengan satu atom yang mewakili *single domain*. Literatur lain menyebutkan oksida besi atau partikel magnetik menjadi *single domain* ketika ukuran partikel kurang dari 100 nm dan batas tersebut merupakan fungsi dari sifat material (Sunaryono dkk., 2015). Pada riset ini, serbuk giling 10 jam memiliki kristal berukuran nanometrik (88 nm) berdasarkan analisa MAUD dengan medan koersivitas mendekati nol. Hal ini dapat disimpulkan bahwa nanopartikel magnetik giling 10 jam dikategorikan berada pada daerah *single domain* dan partikelnya berperilaku sebagai partikel superparamagnetik.

Perubahan sifat magnetik dari sampel giling 0 dan 10 jam berkaitan dengan transisi *multi domain* material *bulk* menjadi *single domain* berukuran nanometer. Struktur butir dari *multidomain* memiliki lebih dari satu domain yang dibatasi oleh dinding domain yang memiliki momen magnetik dengan *spin* acak seperti pada Gambar 4.11. Ketika magnetisasi diberikan, *spin - spin* pada domain akan mensejajarkan diri ke arah yang sama, kemudian mengikuti arah medan yang diberikan. Saat medan magnet luar ditiadakan, momen dipol magnetik cenderung mempertahankan sifat kemagnetannya sehingga menghasilkan remanensi dan koersivitas yang besar pada penggilingan 0 jam. Hal ini mengakibatkan medan magnet eksternal yang dibutuhkan untuk menghilangkan magnetisasinya semakin besar.

Pada sampel giling 10 jam, kristalit tereduksi menjadi berukuran nanometrik. Tiap butir/kristalit mewakili *single domain* dan terarah independen terhadap domain lain dan tidak terjadi interaksi antar domain sehingga momen magnetik mudah diarahkan dengan medan magnet eksternal. Hal ini terlihat dari *slope* yang naik. Saat medan magnet luar ditiadakan, maka keterarahan akan lebih mudah hilang, seperti yang terlihat dari penurunan drastis remanensi dan koersivitas yang mendekati nol.



Gambar 4.11 Ilustrasi magnetisasi pada daerah a) *multi domain* dan b) *single domain*.

Penurunan tajam nilai koersivitas dari tanpa giling ke giling 10 jam berkaitan dengan perubahan ukuran dari *bulk* menjadi *nanometrik*. Sedangkan penurunan koersivitas giling 10 ke 15 jam berkaitan dengan reduksi ukuran dalam rentang orde *nanometrik* yang hanya mempengaruhi sifat superparamagnetiknya. Penyebabnya adalah karena besar medan magnet eksternal yang dibutuhkan nanomaterial yang termagnetisasi untuk kembali ke posisi nol akan semakin kecil dengan semakin tereduksinya ukuran butir/kristalit. Hasil yang mirip telah dilaporkan oleh peneliti lain (Kim et al., 2003) yang menemukan bahwa penurunan koersivitas nanomaterial CoFe_2O_4 sejalan dengan ukuran butir yang mengecil dan menuju sifat superparamagnetik.

Slope kurva histeresis (rentang medan eksternal -0,1 hingga 0,1 Tesla) mengalami kenaikan dari giling 0 ke 10 jam berkaitan dengan transisi sifat kemagnetan. Sedangkan, penurunan *slope* terjadi pada giling 15 jam, ditentukan oleh partikel yang lebih kecil karena lebih mudah terarah pada medan magnet luar (Verma and Joy, 2005). Informasi visual ini memberikan gambaran bahwa semakin kecil ukuran kristal, jumlah domain dan momen magnetik semakin sedikit dan cenderung tidak stabil (Taufiq dkk, 2008). Ketidakstabilan momen magnetik disebabkan oleh energi anisotropi yang dimiliki oleh partikel berukuran kecil jauh lebih kecil dibandingkan dengan partikel berukuran besar. Akibatnya, ketika diberikan medan magnet eksternal momen

magnetik dengan ukuran butir yang lebih kecil akan lebih reaktif dalam merespon medan eksternal yang diberikan sehingga lebih mudah tersaturasi.

Secara makroskopis, magnetisasi adalah respon bahan magnetik terhadap medan magnet eksternal, sedangkan secara mikroskopis magnetisasi berasal dari momen magnetik spin yang dihasilkan dari gerakan spin pada material Fe_2TiO_5 . Perubahan magnetisasi pada daerah *single domain* dipengaruhi oleh momen magnetik spin yang dirumuskan dalam Persamaan Langevin.

$$M = M_s \left(\coth\left(\frac{\mu H}{k_b T}\right) - \frac{k_b T}{\mu H} \right) \quad 4.1$$

dengan M , M_s , k_b , H , T , dan μ berturut-turut merepresentasikan magnetisasi, saturasi magnetik, konstanta Boltzmann, medan magnet eksternal, temperatur absolut, dan momen magnetik spin tiap partikel dengan nilai momen magnetik adalah

$$\mu = \frac{M_s \pi D^3}{6} \quad 4.2$$

dengan D merupakan ukuran dari material Fe_2TiO_5 . Berdasarkan Persamaan 4.2, ukuran partikel (D) berbanding lurus dengan momen magnetik spin (μ) dan magnetisasi (M). Hal ini sesuai dengan hasil riset yang diperoleh, yaitu bahwa ukuran partikel yang semakin kecil akan mempengaruhi momen magnetik spin menjadi tidak stabil sehingga lebih mudah termagnetisasi dan terdemagnetisasi (hilang sifat kemagnetannya).

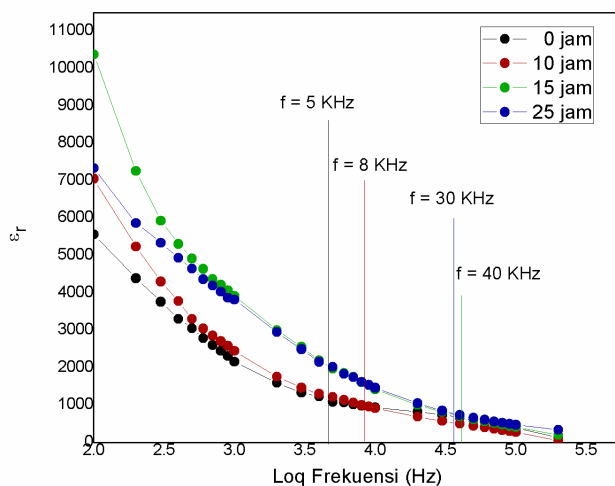
4.6 Sifat Listrik dan Dielektrik Fe_2TiO_5 .

Karakterisasi listrik dan dielektrik dilakukan pada sampel keramik *bulk* Fe_2TiO_5 . Sampel keramik *bulk* Fe_2TiO_5 merupakan hasil kompaksi serbuk Fe_2TiO_5 yang kemudian disinter pada temperatur 1100°C selama 5 jam. Hasil preparasi kemudian dilapisi pasta perak untuk mendapatkan kontak *Ohmic* yang bagus dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar 4.12. Pengukuran parameter listrik ini menghasilkan nilai resistansi (R), disipasi (D), kapasitansi (C), dan impedansi (Z). Pembahasan karakteristik sifat dielektrik ini meliputi penentuan permitivitas relatif, $\tan \delta$ sedangkan sifat listrik meliputi impedansi *Cole-Cole*. Peran material keramik berbeda-beda

dimana jika dilihat dari segi sifat kelistrikan berkaitan dengan hubungan antara kation dan anion sebagai bahan penghantar listrik. Sedangkan dari sifat dielektrik berhubungan dengan pembawa muatan sebagai bahan penyimpan muatan. Dari kedua pembahasan ini dapat digunakan untuk menentukan aplikasi material keramik *bulk* Fe_2TiO_5 lebih lanjut. Gambar 4.13 menunjukkan hubungan antara permitivitas relatif sebagai fungsi frekuensi pada sampel dengan berbagai variasi waktu giling.



Gambar 4.12 Hasil preparasi Fe_2TiO_5 variasi giling sebelum dilakukan pengujian dielektrik.



Gambar 4.13 Permitivitas relatif (ϵ_r) terhadap fungsi frekuensi pada serbuk Fe_2TiO_5 variasi waktu giling pada temperatur ruang.

Mekanisme *polarisasi space charge* dan *polarisasi defect dipole* pada material dielektrik dapat diketahui dengan melakukan analisis terhadap permitivitas relatif pada

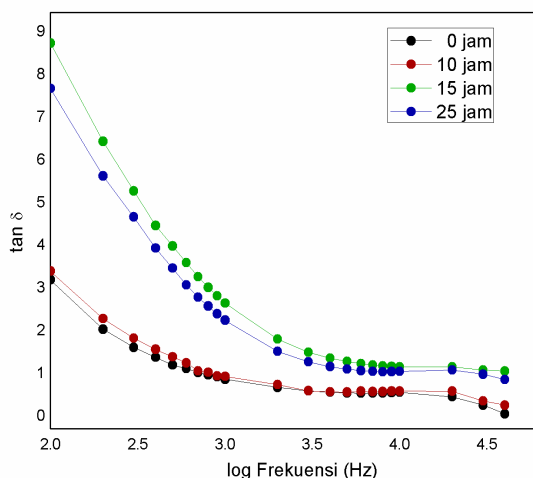
dua zona frekuensi yang dibedakan. Gambar 4.13 merepresentasikan kebergantungan permitivitas relatif terhadap frekuensi (dalam skala log) pada rentang frekuensi 0,1 – 200 KHz yang diukur pada temperatur kamar untuk material *bulk* Fe₂TiO₅ variasi giling. Pada zona frekuensi rendah berkaitan dengan polarisasi *space charge* yang ditandai dengan penurunan ϵ_r dan meningkatnya frekuensi hingga mendekati nilai konstan. Keberadaan porositas, cacat, jumlah muatan termal dan fasa minor pada material berkontribusi pada terciptanya polarisasi dari *space charge*. *Space charge* (muatan termal) tidak hanya berkontribusi pada media polarisasi material tetapi juga sebagai pembawa muatan bebas sehingga nilainya bisa mencerminkan konduktivitas material (Ermawati dkk., 2016).

Pada semua variasi penggilingan, material paling konduktif dimiliki oleh sampel giling 15 jam dengan nilai ϵ_r terbesar yaitu $10,4 \times 10^3$ (pada $f = 0,1$ KHz) dan batas frekuensi tertinggi di sekitar 40 KHz. Hal tersebut menunjukkan peranan dari polarisasi *space charge* semakin besar dengan semakin lebarnya rentang frekuensi. Pada zona selanjutnya (frekuensi tinggi), permitivitas relatif terukur stabil (konstan) dan tidak terpengaruh oleh frekuensi. Hal ini berkaitan dengan polarisasi *defect dipole*. Polarisasi *defect dipole* belum teramati dari sampel-sampel uji, namun semua sudah menunjukkan daerah transisi menuju polarisasi tersebut. Daerah transisi merupakan daerah antara polarisasi *space charge* dan *defect dipole* dengan nilai ϵ_r ditambah toleransi *error* 10% dari nilai tersebut. Nilai *error* 10% tersebut diambil setelah mempertimbangkan faktor kesalahan yang terjadi saat pengukuran (Ermawati dkk., 2016). Pada frekuensi transisi, nilai ϵ_r tertinggi dimiliki oleh sampel giling 0 jam dengan $\epsilon_r = 1088$, selanjutnya giling 10 jam dengan $\epsilon_r = 999$, giling 25 jam dengan $\epsilon_r = 735$, dan yang terendah adalah giling 15 jam dengan $\epsilon_r = 708$. Sehingga dapat disimpulkan polarisasi Fe₂TiO₅ pada semua variasi giling berkontribusi pada daerah polarisasi *space charge*.

Muatan *space charge* didefinisikan sebagai elektron bebas yang tereksitasi secara *termal* (muatan termal). Pada material dielektrik, keberadaan medan listrik eksternal menghasilkan respon polarisasi pada muatan termal antar kristal yang

dinamakan polarisasi *space charge*. Panjang rentang frekuensi pada polarisasi *space charge* dipengaruhi oleh ukuran; semakin tereduksi ukuran, semakin lebar rentang frekuensinya. Fenomena tersebut karena perubahan ukuran material ke orde nanometer akan mengakibatkan permukaan atom lebih banyak terekspose (*surface area* lebih besar dari material awalnya), dengan demikian muatan yang tersedia juga semakin besar. Ketika medan listrik eksternal diberikan, elektron bebas pada material yang memiliki *surface area* besar tidak mudah terpengaruh dan tersejajarkan ditandai dengan tingginya nilai ϵ_r . Ketidakmudahan pengaruh medan listrik eksternal dikarenakan banyaknya muatan termal yang terjebak di *grain* yang berkontribusi terhadap nilai polarisasi *space charge* yang lebih panjang.

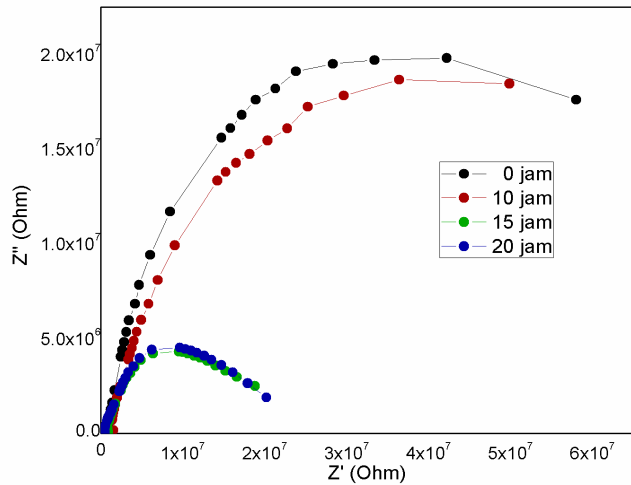
Informasi tersebut sejalan dengan hasil penelitian ini, yaitu bahwa batas frekuensi yang panjang pada daerah polarisasi *space charge* dimiliki oleh sampel giling 15 jam dengan ukuran kristal terkecil berdasarkan analisis MAUD dan TEM. Setelah melewati 15 jam, penggilingan tidak lagi berpengaruh terhadap kontribusi daerah *space charge* yang lebih panjang. Hal ini terlihat dengan berkurangnya batas frekuensi daerah *space charge* dari 40 KHz pada giling 15 jam menjadi 30 KHz pada giling 25 jam.



Gambar 4.14 Kebergantungan faktor disipasi ($\tan \delta$) material Fe_2TiO_5 variasi giling terhadap frekuensi.

Ketika material diberi medan listrik luar, maka sebagian energi yang diperoleh akan digunakan material untuk polarisasi dan sebagian lagi akan hilang menjadi energi dalam bentuk lain, misal panas. Derajat kehilangan energi ini dinyatakan sebagai faktor disipasi ($\tan \delta$). Gambar 4.14 menunjukkan kebergantungan faktor disipasi sebagai fungsi frekuensi dari 0,1 – 40 KHz untuk semua sampel variasi giling pada temperatur ruang. Secara keseluruhan, Gambar 4.13 menunjukkan bahwa $\tan \delta$ menurun seiring dengan meningkatnya frekuensi yang diberikan sampai menunjukkan *trend* relatif konstan terhadap frekuensi. Hal tersebut mengindikasikan bahwa pemberian medan listrik eksternal mengakibatkan meningkatnya mobilitas elektron yang memungkinkan terjadinya gesekan antar elektron yang menghasilkan energi panas. Pada frekuensi yang lebih tinggi, kemampuan material untuk polarisasi berkurang sehingga menurunkan energi yang terdisipasi.

Pada penelitian ini, nilai $\tan \delta$ untuk semua variasi giling mencapai harga maksimum pada 0,1 KHz, masing-masing sebesar 8,78 untuk giling 0 jam, 7,72 untuk giling 10 jam, 3,24 untuk giling 15 jam, dan 3,44 untuk giling 25 jam. Nilai-nilai $\tan \delta$ maksimum tersebut selanjutnya berkurang secara signifikan dalam rentang frekuensi yang sangat pendek pada daerah frekuensi 1 KHz dengan nilai 0,9 pada giling 0 jam, 1,0 pada giling 10 jam, 2,7 pada giling 15 jam, dan 2,3 pada giling 25 jam. Nilai-nilai $\tan \delta$ selanjutnya berkurang lagi menjadi relatif konstan di sekitar rentang frekuensi 4 – 20 KHz pada semua sampel. Nilai $\tan \delta$ tertinggi dimiliki oleh sampel giling 15 jam yaitu sebesar 8,78, yang menunjukkan besarnya jumlah pembawa muatan. Jumlah pembawa muatan meningkat diakibatkan konduktivitas pada muatan yang semakin besar. Berdasarkan analisis permitivitas relatif ini, material paling konduktif adalah sampel giling 15 jam.



Gambar 4.15 Grafik hubungan impedansi riil (Z') terhadap impedansi imajiner (Z'') pada serbuk Fe_2TiO_5 variasi waktu giling.

Plot *Cole-Cole* impedansi kompleks keempat sampel variasi giling menghasilkan respon berupa *semicircle* dengan diameter yang berbeda-beda. Pada semua variasi giling hanya terdapat satu *semicircle* pada plot *Cole-Cole* yang menunjukkan hanya *grain* yang berkontribusi pada sifat konduktif material. Satu *semicircle* pada *plot Cole-Cole* mengindikasikan hanya ada satu polarisasi yang terjadi pada bahan (Suasmoro, 2012). Pernyataan tersebut mengkonfirmasi kesesuaian hasil analisis permitivitas relatif, yaitu bahwa hanya polarisasi *space charge* yang berkontribusi pada mekanisme polarisasi material. Sementara itu, perbedaan diameter *semicircle* mengindikasikan perbedaan konduktivitas material. Semakin kecil diameter *semicircle*, semakin tinggi konduktivitasnya. Berdasarkan Gambar 4.15, material giling 15 jam memiliki diameter terkecil dan sampel giling 0 jam memiliki diameter *semicircle* terbesar atau paling konduktif.

BAB 5

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, didapatkan beberapa kesimpulan, yaitu:

1. Produk material dasar Fe_2O_3 kemurnian tinggi dapat dilakukan dengan memanfaatkan batu besi alam sebagai sumber Fe.
2. Aktivasi mekanik dengan penggilingan telah berhasil mereduksi Fe_2TiO_5 menjadi berukuran nanometrik, yaitu hingga ukuran 64 nm. Penggilingan tidak mempengaruhi struktur kristal Fe_2TiO_5 .
3. Reduksi ukuran Fe_2TiO_5 dari sub-mikron menjadi nanometrik menghasilkan perubahan sifat kemagnetan dari paramagnetik-feromagnetik menjadi superparamagnetik, sedangkan reduksi ukuran pada skala nanometrik mempengaruhi karakteristik pada sifat superparamagnetiknya.
4. Sifat dielektrik dan polarisasi *space charge* Fe_2TiO_5 dipengaruhi oleh ukuran kristal yang berubah akibat penggilingan. Nilai konstanta dielektrik tertinggi dimiliki oleh sampel giling 15 jam dengan ukuran terkecil yaitu $10,4 \times 10^3$. Semakin kecil ukuran kristal semakin panjang daerah polarisasi *space charge*.
5. Konduktivitas listrik Fe_2TiO_5 semakin meningkat dengan semakin tereduksinya ukuran kristal akibat penggilingan.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. and Virgus, Y. (2008), "Review : Sintesis Nanomaterial", Vol. 1 No. 2, p. 26.
- Al armouzi, N. and Mabrouki, M. (2019), "Effect of annealing temperature on the structural, physical, chemical, and wetting properties of copper oxide thin films", *Materials Today: Proceedings*, Vol. 13, pp. 771–776.
- Armayani, A., Andi, I. and Suminar, P. (2019), "Synthesis of High-Purity Fe₂TiO₅ Powders Utilizing a Local Ironstone", *Materials Science Forum*, Vol. 964, pp. 50–54.
- Armayani dan Pratapa. (2018), "Structural studies of Fe₂TiO₅ Powder With Natural Iron Stone As Fe Source", p. 89.
- Bahareh, K. and Habibi, M.H. (2019), "High photocatalytic activity of light-driven Fe₂TiO₅ nanoheterostructure toward degradation of antibiotic metronidazole", *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Vol. 80, pp. 292–300.
- Bassi, P.S., Chiam, S.Y., Gurudayal, Barber, J. and Wong, L.H. (2014), "Hydrothermal Grown Nanoporous Iron Based Titanate, Fe₂TiO₅ for Light Driven Water Splitting", *ACS Applied Materials & Interfaces*, Vol. 6 No. 24, pp. 22490–22495.
- Carter, C.B. and Norton, M.G. (2007), *Ceramic Materials: Science and Engineering*, Springer, New York, NY.
- Chen, C., Giovannelli, F., Duclère, J.-R. and Delorme, F. (2017), "Thermoelectric properties of Fe₂(Ti_{1-x}Nb_x)O₅ pseudobrookite ceramics with low thermal conductivity", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 37 No. 15, pp. 4681–4685.
- Dondi, M., Matteucci, F., Cruciani, G., Gasparotto, G. and Tobaldi, D.M. (2007), "Pseudobrookite ceramic pigments: Crystal structural, optical and technological properties", *Solid State Sciences*, Vol. 9 No. 5, pp. 362–369.
- Ehsan, M.A., Tahir, A.A., Hamid, M., Mazhar, M., Wijayantha, K.G.U. and Zeller, M. (2011), "Deposition of iron titanate/titania ceramic composite thin films from a single molecular precursor", *Inorganica Chimica Acta*, Vol. 376 No. 1, pp. 189–194.
- Enhessari, M., Razi, M.K., Etemad, L., Parviz, A. and Sakhaei, M. (2014), "Structural, optical and magnetic properties of the Fe₂TiO₅ nanopowders", *Journal of Experimental Nanoscience*, Vol. 9 No. 2, pp. 167–176.
- Ermawati, F.U., Pratapa, S., Suasmoro, S., Hübert, T. and Banach, U. (2016), "Preparation and structural study of Mg_{1-x}Zn_xTiO₃ ceramics and their dielectric properties from 1 Hz to 7.7 GHz", *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, Vol. 27 No. 7, pp. 6637–6645.
- Fajarin, R., Purwaningsih, H., Widyastuti, Susanti, D. and Helmy, R.K. (2014), "Milling time and temperature dependence on Fe₂TiO₅ nanoparticles synthesized by mechanical alloying method", presented at the 3rd International

- Conference Teoretical and Applied Physics 2013, Malang, East Java, Indonesia, pp. 63–66.
- Franca, D.T., Amorim, B.F., de Morais Araujo, A.M., Morales, M.A., Bohn, F. and de Medeiros, S.N. (2019), “Structural and magnetic properties of Fe₂TiO₅ nanopowders prepared by ball-milling and post annealing”, *Materials Letters*, Vol. 236, pp. 526–529.
- Gao, X.M., Li, M.W., Hou, Y.L. and Wang, C.Y. (2015), “Characterisation of Fe₂TiO₅ nanocrystallites synthesised via homogeneous precipitation”, *Materials Research Innovations*, Vol. 19 No. 1, pp. 1–6.
- Gary Nicols. (2002), “A Review of the Terms Agglomerate and Aggregate with a Recommendation for Nomenclature Used in Powder and Particle Characterization”, *Journal Of Pharmaceutical Sciences*, Vol. 91, No. 10, Oktober 2002.
- Guo, S., Wang, S., Wu, N., Liu, J., Ni, Y. and Liu, W. (2015), “Facile synthesis of porous Fe₂TiO₅ microparticulates serving as anode material with enhanced electrochemical performances”, *RSC Advances*, Vol. 5 No. 126, pp. 103767–103775.
- Guo, W.Q., Malus, S., Ryan, D.H. and Altounian, Z. (1999), “Crystal structure and cation distributions in the FeTi₂O₅-Fe₂TiO₅ solid solution series”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, Vol. 11 No. 33, pp. 6337–6346.
- Hassanien, A.S., Akl, A.A. and Saaedi, A.H. (2018), “Synthesis, crystallography, microstructure, crystal defects, and morphology of Bi_xZn_{1-x}O nanoparticles prepared by sol-gel technique”, *CrystEngComm*, Vol. 20 No. 12, pp. 1716–1730.
- Hill, N.A. (2000), “Why Are There so Few Magnetic Ferroelectrics?”, *The Journal of Physical Chemistry B*, Vol. 104 No. 29, pp. 6694–6709.
- den Hoed, P. and Luckos, A. (2011), “Oxidation and Reduction of Iron-Titanium Oxides in Chemical Looping Combustion: A Phase-Chemical Description”, *Oil & Gas Science and Technology – Revue d’IFP Energies Nouvelles*, Vol. 66 No. 2, pp. 249–263.
- Hudaya dan Pratapa. (2018), “Sintesis Serbuk Fe₂TiO₅ Berbasis Bahan Alam Batu Besi Dengan Variasi Temperatur Kalsinasi”, 2018, p. 67.
- Jacob, J. and Abdul Khadar, M. (2010), “VSM and Mössbauer study of nanostructured hematite”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 322 No. 6, pp. 614–621.
- Jin, L. and Zhou, C. (2013), “Electronic structures and optic properties of Fe₂TiO₅ using LSDA+U approach”, *Progress in Natural Science: Materials International*, Vol. 23 No. 4, pp. 413–419.
- Julianitasari dan Pratapa. (2019), *Synthesis of Fe₂TiO₅ Nanoparticles Based On Local Iron Stone With Milling Time Variation*.
- Kartika, D.L. and Pratapa, S. (2014), “Sintesis Fe₂O₃ dari Pasir Besi dengan Metode Logam Terlarut Asam Klorida”, *Jurnal Sains Dan Seni ITS*, Vol. 3 No. 2, pp. B33–B35.

- Kim, T.K., Lee, M.N., Lee, S.H., Park, Y.C., Jung, C.K. and Boo, J.-H. (2005), “Development of surface coating technology of TiO₂ powder and improvement of photocatalytic activity by surface modification”, *Thin Solid Films*, Vol. 475 No. 1–2, pp. 171–177.
- Kim, Y.I., Kim, D. and Lee, C.S. (2003), “Synthesis and characterization of CoFe₂O₄ magnetic nanoparticles prepared by temperature-controlled coprecipitation method”, *Physica B: Condensed Matter*, Vol. 337 No. 1–4, pp. 42–51.
- Kraushofer, F., Jakub, Z., Bichler, M., Hulva, J., Drmota, P., Weinold, M., Schmid, M., et al. (2018), “Atomic-Scale Structure of the Hematite α -Fe₂O₃ (1 $\bar{1}$ 02) ‘R-Cut’ Surface”, *The Journal of Physical Chemistry C*, Vol. 122 No. 3, pp. 1657–1669.
- Krehula, S., Ristić, M., Reissner, M., Kubuki, S. and Musić, S. (2017), “Synthesis and properties of indium-doped hematite”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 695, pp. 1900–1907.
- Lopez, T dkk. (2015), “Inclusion of FeCl₃ in Sol-Gel TiO₂: Spectroscopic Studies”, *Nanomed Nanotechnonology*, Vol. 6, p. 255.
- Lusiana dan Pratapa. (2019), *Synthesis and Characterization of Fe₂(1-x)Al_xTiO₅ (0 ≤ x ≤ 0.5) powder*, ITS.
- Lutterotti, L. (2006), “MAUD tutorial - Instrumental Broadening Determination”, p. 18.
- Madare, M.A. and Salvi, S.V. (2004), “Magnetic Behaviour of ‘Lithiated’ Fe₂TiO₅”, *Turk J Phys*, Vol. 25 – 31.
- Malgorzata. (2010), “High Energy Ball-Milling”, *High-Energy Ball Milling*, Elsevier, pp. i–iii.
- Mansour, H., Letifi, H., Bargougui, R., De Almeida-Didry, S., Negulescu, B., Autret-Lambert, C., Gadri, A., et al. (2017), “Structural, optical, magnetic and electrical properties of hematite (α -Fe₂O₃) nanoparticles synthesized by two methods: polyol and precipitation”, *Applied Physics A*, Vol. 123 No. 12, p. 787.
- Min, K.-M., Park, K.-S., Lim, A.-H., Kim, J.-C. and Kim, D.-W. (2012), “Synthesis of pseudobrookite-type Fe₂TiO₅ nanoparticles and their Li-ion electroactivity”, *Ceramics International*, Vol. 38 No. 7, pp. 6009–6013.
- Modi, K.B., Dolia, S.N. and Sharma, P.U. (2015), “Effect of mechanical milling induced strain and particle size reduction on some physical properties of polycrystalline yttrium iron garnet”, *Indian Journal of Physics*, Vol. 89 No. 5, pp. 425–436.
- Moulson, A.J. and Herbert, J.M. (2003), *Electroceramics: Materials, Properties, Applications*, 2nd ed., Wiley, West Sussex ; New York.
- Musyarofah, Lestari, N.D., Nurlaila, R., Muwwaqor, N.F., Triwikantoro and Pratapa, S. (2019), “Synthesis of high-purity zircon, zirconia, and silica nanopowders from local zircon sand”, *Ceramics International*, Vol. 45 No. 6, pp. 6639–6647.
- Nikolic, M.V., Sekulic, D.L., Vasiljevic, Z.Z., Lukovic, M.D., Pavlovic, V.B. and Aleksic, O.S. (2017), “Dielectric properties, complex impedance and electrical conductivity of Fe₂TiO₅ nanopowder compacts and bulk samples at elevated

- temperatures”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, Vol. 28 No. 6, pp. 4796–4806.
- Osada, M., Nishio, K., Hwang, H.Y. and Hikita, Y. (2018), “Synthesis and electronic properties of Fe₂TiO₅ epitaxial thin films”, *APL Materials*, Vol. 6 No. 5, p. 056101.
- Pratapa, S. (2009a), “Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld”, *Surabaya: Laboratorium Difraksi Sinar-X Jurusan Fisika FMIPA ITS. ISSN*, pp. 1411–1098.
- Pratapa, S. (2009b), “Difraksi Sinar-X untuk Sidikjari dalam Analisis Nanostruktur”, *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X ke 7*, p. 5.
- Pratapa, S. (2009c), “Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld”, *Surabaya: Laboratorium Difraksi Sinar-X Jurusan Fisika FMIPA ITS. ISSN*, pp. 1411–1098.
- Ramezani, M., Davoodi, A., Malekizad, A. and Hosseinpour-Mashkani, S.M. (2015), “Synthesis and characterization of Fe₂TiO₅ nanoparticles through a sol-gel method and its photocatalyst applications”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, Vol. 26 No. 6, pp. 3957–3962.
- Rozenberg, G.Kh., Dubrovinsky, L.S., Pasternak, M.P., Naaman, O., Le Bihan, T. and Ahuja, R. (2002), “High-pressure structural studies of hematite Fe₂O₃”, *Physical Review B*, Vol. 65 No. 6, p. 064112.
- S. Ponmani, dkk. (2018), “Preparation And Characterization Of Pseudobrookite (Fe₂TiO₅) Nano Composite For Fuel Cell Applications”, *International Journal of Advance Engineering and Research Development*, Vol. 5 No. 07.
- Sardjono, P. (2013), “Sintesis Bahan Magnetik Pseudobrookite Fe₂TiO₅ Berbasis sumber daya Mineral Lokal”, Vol. 14 No. 3, p. 5.
- Seitz, G., Penin, N., Decoux, L., Wattiaux, A., Duttine, M. and Gaudon, M. (2016), “Near the Ferric Pseudobrookite Composition (Fe₂TiO₅)”, *Inorganic Chemistry*, Vol. 55 No. 5, pp. 2499–2507.
- Sharma, S., Basu, T., Shahee, A., Singh, K., Lalla, N.P. and Sampathkumaran, E.V. (2016), “Complex dielectric and impedance behavior of magnetoelectric Fe₂TiO₅”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 663, pp. 289–294.
- Shiojiri, M., Sekimoto, S., Maeda, T., Ikeda, Y. and Iwauchi, K. (1984), “Crystal structure of Fe₂TiO₅”, *Physica Status Solidi (a)*, Vol. 84 No. 1, pp. 55–64.
- Shipra, Gomathi, A., Sundaresan, A. and Rao, C.N.R. (2007), “Room-temperature ferromagnetism in nanoparticles of superconducting materials”, *Solid State Communications*, Vol. 142 No. 12, pp. 685–688.
- Sirdeshmukh, D.B., Sirdeshmukh, L. and Subhadra, K.G. (2006), *Micro- and Macro-Properties of Solids: Thermal, Mechanical and Dielectric Properties*, Springer, Berlin.
- Suasgoro. (2012), *Feroelektrik Barium Stronsium Titanat Ba(1-x)Sr(x)TiO₃*, ITS Press, Surabaya.
- Sunaryono, Taufiq, A., Mashuri, Pratapa, S., Zainuri, M., Triwikantoro and Darminto. (2015), “Various Magnetic Properties of Magnetite Nanoparticles Synthesized

- from Iron-Sands by Coprecipitation Method at Room Temperature”, *Materials Science Forum*, Vol. 827, pp. 229–234.
- Taufiq, A. (2008), “Sintesis Partikel Nano Fe₃-xMnxO₄ Berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya”, Vol. 1 No. 2, p. 8.
- Verma, S. and Joy, P.A. (2005), “Magnetic properties of superparamagnetic lithium ferrite nanoparticles”, *Journal of Applied Physics*, Vol. 98 No. 12, p. 124312.
- Z. Ceganac et al. (2003), “Mechanical Activation of ceramic powders and Its influence on the Quality Of The Refractory Linings”, *Proceedings of 3rd BMC-2003-Ohnd, R. Macedonia*.
- Zainuri, M. (2017), “Hematite from Natural Iron Stones as Microwave Absorbing Material on X-Band Frequency Ranges”, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Vol. 196, p. 012008.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN 1

Data COD Analisa Data Difraksi Sinar X

1. Data COD untuk fasa *Hematite* Fe₂O₃.

Data	9015065
Publ author name	'Finger,, L. W.'
	'Hazen,, R. M.'
Publ section title	Crystal structure and isothermal compression of Fe ₂ O ₃ , Cr ₂ O ₃ , and V ₂ O ₃ to 50 kbars
Journal page first	5362
Journal page last	5367
Journal volume	51
Journal year	1980
Chemical formula sum	'Fe2 O3'
Chemical name systematic	Hematite
Space group IT number	167
Symmetry space group name Hall	'R -3 c'
Symmetry space group name H-M	'-R_3_2"c'
Cell angle alpha	90
Cell angle beta	90
Cell angle gamma	120
Cell formula units Z	6
Cell length a	5.0249
Cell length b	5.0249
Cell length c	13.7163
Cell volume	299.9
Symmetry equiv pos as	xyz
Atom site U iso or equiv	Fe1 Fe+3 0 0 0.3554 1 0.0
	O1 O-2 0 0.3065 0.25 1 0.0

2. Data COD untuk Material Fasa TiO₂ *anatase*.

Data	7206075
Publ author name	'Rezaee, Masih' 'Mousavi Khoie, Seyyed Mohammad' 'Liu, Kun Hua'
Publ section title	The role of brookite in mechanical activation of anatase-to-rutile transformation of nanocrystalline TiO ₂ : An XRD and Raman spectroscopy.
Journal page first	5055
journal_paper_doi	10.1039/c1ce05185g
Journal volume	13
Journal year	2011
Chemical formula sum	'Ti O2'
Chemical name systematic	Anatase
symmetry_cell_setting	tetragonal
Space group IT number	141
Symmetry space group name Hall	'I 4bw 2bw -1bw'
Symmetry space group name H-M	'I 41/a m d :1'
Cell angle alpha	90
Cell angle beta	90
Cell angle gamma	90
Cell formula units Z	4
Cell length a	3.7850
Cell length b	3.7850
Cell length c	9.5196
Cell volume	136.380
Symmetry equiv pos as	xyz
Atom site U iso or equiv	Ti1 Ti4+ 4 a 0. 0. 0. 1. 0 d O1 O2- 8 e 0. 0. 0.21017 1. 0 d

3. Data COD untuk fasa Fe₂TiO₅

Data	1011342
Publ author name	'Pauling, L'
Publ section title	'The crystal structure of pseudobrookite'.
Journal page first	97
journal_page_last	113
Journal volume	73
Journal year	1930
Chemical formula sum	'Fe2 O5 Ti'
chemical_name_mineral	Pseudobrookite
Chemical name systematic	Diiron (III) titanate dioxide.
symmetry_cell_setting	orthorhombic
Space group IT number	63
Symmetry space group name Hall	'-C 2c 2'
Symmetry space group name H-M	'C m c m'
Cell angle alpha	90
Cell angle beta	90
Cell angle gamma	90
Cell formula units Z	4
Cell length a	3.725
Cell length b	9.79
Cell length c	9.93
Cell volume	362.1
crystal_density_meas	4.39
Symmetry equiv pos as	xyz
Atom site U iso or equiv	Ti1 Ti4+ 4 c 0. 0.19 0.25 Fe1 Fe3+ 8 f 0. 0.135 0.56 O1 O2- 4 c 0. 0.73 0.25 O2 O2- 8 f 0. 0.045 0.11 O3 O2- 8 f 0. 0.31 0.095

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN 2

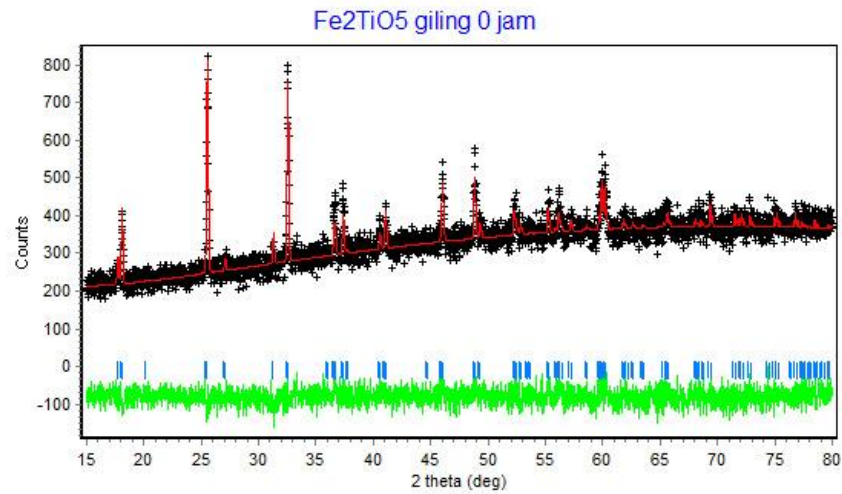
HASIL ANALISIS DATA XRD MENGGUNAKAN SOFTWARE RIETICA

A. Data XRD hasil *refinement* menggunakan *Software Rietica*

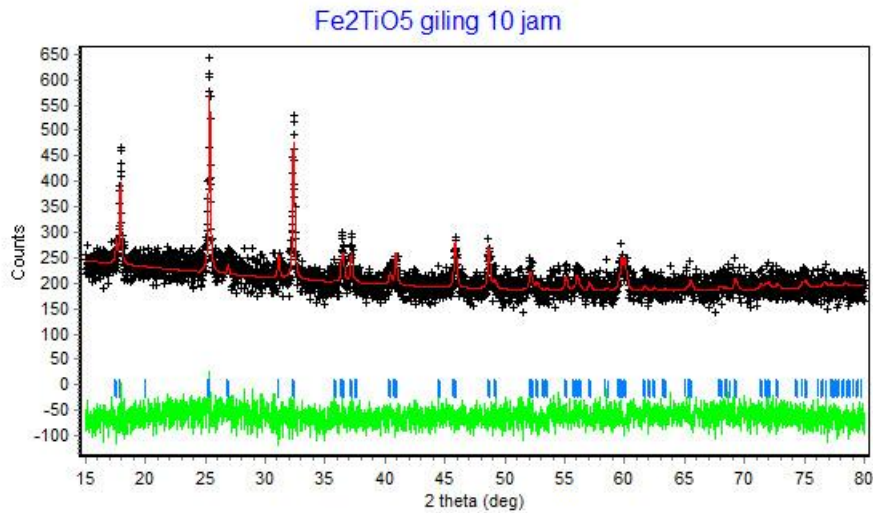
Parameter		0 Jam	10 jam	15 jam	25 jam
FoM	<i>Rp</i>	4.91	6.11	4.89	5.05
	<i>Rwp</i>	6.20	7.69	6.14	6.30
	<i>Rexp</i>	5.51	6.90	5.64	5.79
	<i>GoF</i>	1.32	1.2	1.6	1.2
Bidang kisi	<i>a</i>	3.7271	3.7281	3.7251	3.7276
	<i>b</i>	9.7837	9.7802	9.7746	9.7708
	<i>c</i>	9.9716	9.9703	9.9657	9.9665
Berat Molekul	958.4	958.400	958.400	958.400	
U	0.0001	0.072540	0.00010	0.092587	
Volume Sel	363.62	363.54	362.87	363.37	
Densitas	4.375	4.376	4.384	4.378	
<i>R-Bragg</i>	4.1	2.3	2.7	1.9	
<i>Gamm 0</i>	0.119544	0.928903	0.14520	0.14970	

B. Grafik pola penghalusan menggunakan *Software Rietica* serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling.

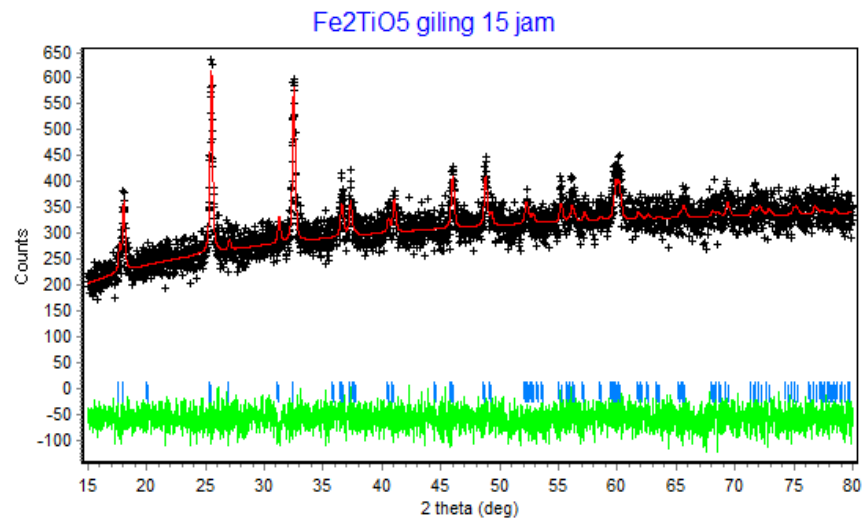
1. Serbuk Fe_2TiO_5 giling 0 jam (tanpa giling).



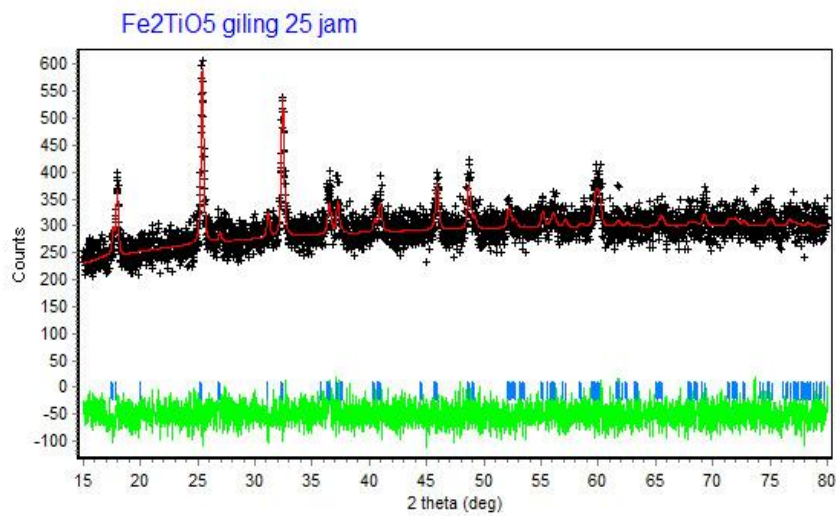
2. Serbuk Fe_2TiO_5 giling 10 jam.



3. Serbuk Fe_2TiO_5 giling 15 jam.



4. Serbuk Fe_2TiO_5 giling 25 jam.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN 3

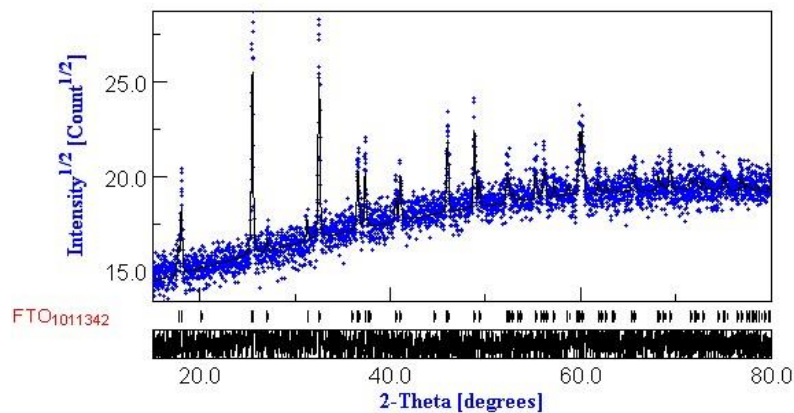
HASIL ANALISIS UKURAN KRISTAL DAN REGANGAN DARI HASIL PENGUKURAN XRD MENGGUNAKAN *SOFTWARE MAUD*.

1. Luaran dan pola penghalusan menggunakan *software MAUD* serbuk Fe_2TiO_5 variasi giling.

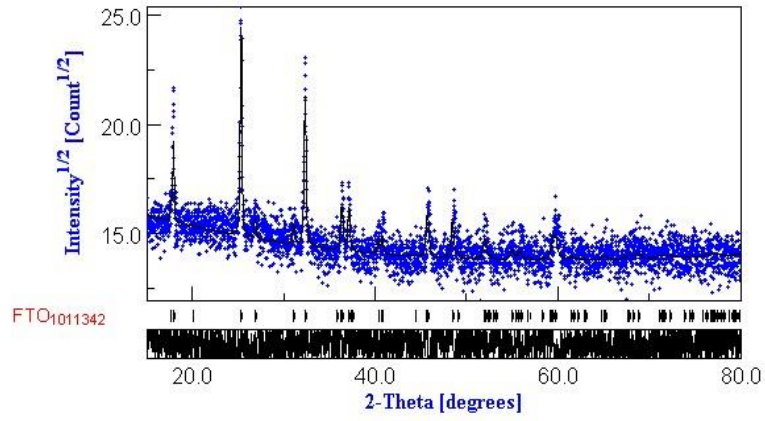
Parameter		Giling			
		0 jam	10 jam	15 jam	25 jam
B0		147.602	233.027	97.538	164.455
B1		3.52964	-0.6592	9.6034	6.1684
B2		0.032461		-0.144	-0.09988
Intensitas		20.239733	26.425	24.5185	25.9324
2theta		-0.040566	0.0054	-0.01388	-0.0221
Parameter kisi	<i>a</i>	3.723844	3.7485	3.73027	3.74203
	<i>b</i>	9.776189	9.8356	9.78546	9.82304
	<i>c</i>	9.95892	10.013	9.97776	9.99267
<i>Crystal size</i>		104	88	64	69
<i>microstrain</i>		4.186834E-4	2.5492E-5	0.00113	0.00169

2. Pola penghalusan menggunakan *software MAUD* Fe_2TiO_5 variasi giling.

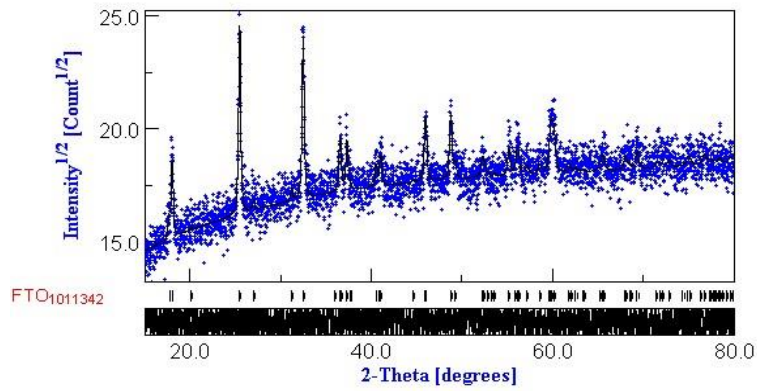
✚ Serbuk giling 0 jam (tanpa giling).



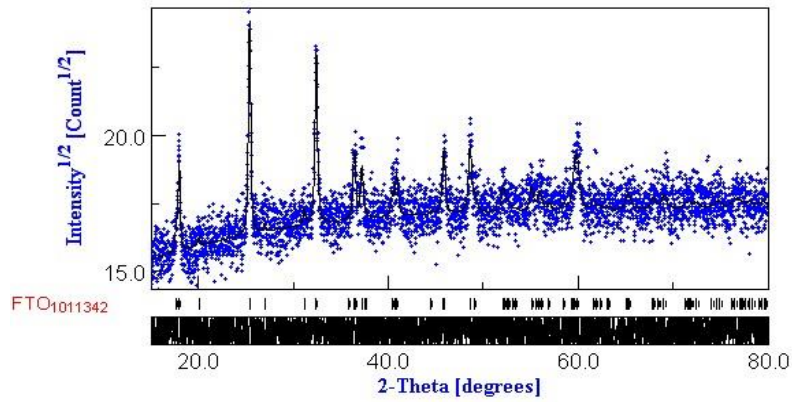
✚ Serbuk giling 10 jam.



✚ Serbuk giling 15 jam.



✚ Serbuk giling 25 jam.



BIBLIOGRAFI PENULIS



Sulistyowati, dilahirkan di Tulungagung pada 23 Mei 1995, merupakan putri kedua dari tiga bersaudara pasangan Mardi Bunyamin dan Sujiarti. Pendidikan di SD Negeri 02 Sukorejo (2002 - 2007), SMP Negeri 01 Gandusari pada tahun (2007 - 2010), SMA Negeri 02 Trenggalek (2010-2013), dan S1 di Universitas Negeri Malang (UM) jurusan Fisika, prodi Pendidikan Fisika FMIPA angkatan 2013. Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif dalam penelitian bidang *assessment* formatif menggunakan web indoasses.com. Selanjutnya, penulis melanjutkan studi S2 di Fisika ITS tahun 2017 genap dengan bidang keahlian material. Akhir kata apabila ada kritik dan saran mohon dikirim ke: sulistya77.wati@gmail.com.

