

A7A6/11/12



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

RSKI
541.39
Amr
5-1
2012

TUGAS AKHIR - SF 09321

SINTESIS DAN KARAKTERISASI XRD MULTIFEROIK BiFeO₃ DIDOPING Pb

TAHTA AMRILLAH
NRP 1108 100 003

Pembimbing
Prof. Dr. Darminto, M.Sc

Co. Pembimbing
Malik Anjelh Baqiya, M.Si

Jurusan Fisika
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2012

PERPUSTAKAAN ITS	
Tgl. Pinjam	12-6-2012
Terdapat Di	H
No. Agenda Ptp.	-



FINAL PROJECT - SF 09321

SYNTHESIS AND XRD CHARACTERIZATION MULTIFERROIC Pb-DOPED BiFeO_3

TAHTA AMRILLAH
NRP 1108 100 003

Advisor

Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Malik Anjelh Baqiya, M.Si

Jurusan Fisika
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2012

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI XRD MULTIFEROIK BiFeO_3 DIDOPING Pb

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Program Sarjana Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh :

TAHTA AMRILLAH

Nrp. 1108 100 003

Disetujui oleh Pembimbing Tugas akhir :

Prof.Dr.Darminto,M.Sc.....(Pembimbing I)

NIP.19600303 198701.1.002

Malik Anjelh Baqiya,M.Si.....(Pembimbing II)

NIP.19821020 200812.1.003

SURABAYA, 1 JUNI 2012



SINTESIS DAN KARAKTERISASI XRD MULTIFEROIK BiFeO₃ DIDOPING Pb

Nama Mahasiswa : Tahta Amrillah
NRP : 1108 100 003
Jurusan : Fisika
Pembimbing : Prof. Dr Darminto, MSc
Malik Anjelh Baqiya, M.Si

Abstrak

Sintesis multiferoik BiFeO₃ didoping Pb telah dilakukan dengan metode liquid mixing, menggunakan Fe murni dan Fe₂O₃ hasil sintesis dari pasir besi. Dalam penelitian ini digunakan variasi konsentrasi doping Pb $x=0,25$; $x=0,5$; variasi suhu kalsinasi dan variasi holding time. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD (X-ray Diffraction) dan magnetic susceptibility balance. Sampel dengan variasi konsentrasi doping Pb $x=0,25$ ditemukan fasa pengotor BFO sekunder sedangkan sampel dengan $x=0,5$ ditemukan fasa pengotor BFO sekunder dan fasa bahan penyusun. Dekomposisi fasa BiFeO₃ menjadi fasa sekunder BFO meningkat dengan meningkatnya suhu kalsinasi dan holding time. Doping Pb memperbesar kemungkinan terbentuknya fasa BiFeO₃. Konsentrasi doping Pb $x=0,5$ dapat meningkatkan prosentase fraksi volume BiFeO₃ sebesar ~7% dan dapat menurunkan prosentase fraksi volume fasa BFO sekunder sebesar ~15%, namun dekomposisi fasa menjadi fasa bahan penyusun meningkat sebesar ~43%. Ukuran kristal BiFeO₃ hasil sintesis berkisar ~29 nm hingga ~112 nm. Sampel juga memiliki nilai χ berkisar $1,69 \times 10^{-7}$.

Kata Kunci : Multiferoik BiFeO₃, liquid mixing, konsentrasi doping Pb.

SYNTHESIS AND XRD CHARACTERIZATION MULTIFERROIC Pb-DOPED BiFeO₃

Student Name : Tahta Amrillah
NRP : 1108100003
Department : Physics, ITS
Advisor : Prof. Dr Darminto, MSc
Malik Anjelh Baqiya, M.Si

Abstract

Synthesi of multiferroic BiFeO₃ doped with Pb has been done by the liquid mixing method, using pure Fe and Fe₂O₃ synthesized from iron sands. In this study it was used a variation of Pb concentration of $x=0.25$; $x=0.5$; varying heating temperature and holding time. Synthesized samples were characterized by XRD (X-ray Diffraction) and magnetic susceptibility balance. Samples with $x = 0.25$ was found to have BFO secondary impurity phase, while the samples with $x = 0.5$ have BFO secondary impurity phases and constituent materials phase. Decomposition phase BiFeO₃ into the BFO secondary phase increases with increasing calcination temperature and holding time. Doping of Pb has led to increasing phase formation of BiFeO₃. Samples with $x=0.5$ show an increase of volume fraction of BiFeO₃ by ~7% and surpress BFO secondary phase by ~15%, but the phase decomposition of constituent materials increases by ~43%. Synthesized BiFeO₃ has crystal size ranging from ~29 nm to ~112 nm, and magnetic susceptibility χ value around 1.69×10^{-7} .

Key words : *Multiferroic BiFeO₃, liquid-mixing, variation of Pb concentration*

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Alhamdulillah, segala puji penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan dan penelitian laporan Tugas Akhir yang berjudul "**Sintesis dan Karakterisasi XRD Multiferroik BiFeO₃ di Doping Pb**".

Tak lupa penulis sampaikan penghargaan dan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam mengerjakan tugas akhir sehingga dapat terselesaikan dengan baik, khususnya kepada :

1. Ibu dan Bapak saya yang telah memberikan didikan, nasehat, kasih sayang, dan do'a restunya
2. Saudara saya, Alif, Ila dan Risal yang selalu bersedia memberikan suport
3. Dita Ratna Yuwanti atas kasih sayang dan motivasinya
4. Papa Yun, dan Mama Sur atas dukungan moralnya
5. Bapak Prof. Dr. Darminto, M.si dan bapak Malik A. B, M.Si selaku dosen pembimbing , atas segala bimbingan, motivasi dan kesabarannya dalam membantu penulis menyelesaikan tugas akhir ini.
6. Bapak Prof. Dr. rer.nat. Rubiyanto M.si, M. Eng, selaku dosen wali yang selalu memberikan saran, motivasi dan nasehat selama ini
7. Bapak Dr. Yono Hadi P. M.Sc selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA-ITS Surabaya
8. Bapak Drs. Yoyok Cahyono M.si yang telah memberikan banyak cerita dan pengalaman di luar perkuliahan
9. Teman seperjuangan Fahmi dan Retno, yang telah menutupi kekurangan saya dan membantu tugas akhir ini sampai selesai.
10. Sahabat – sahabat ku yang tak terhitung banyaknya yang telah memberi semangatnya dalam tugas akhir ini.

11. Bapak Asrori dan ibu Sriyani selaku dosen penguji yang telah memberikan masukan dan hiburan yang berarti buat penulis

12. Teman – teman spektrum 2008 yang telah memberikan semangat sampai saya bisa menyelesaikan tugas akhir ini

13. Pak Soleh, Pak Abas, Pak Yudi dan Pak Asmat yang telah membantu selesainya tugas ini, terutama masalah ijin dan kunci laboratorium dan Pak Aqida yang membantu saya dalam karakterisasi XRD.

Penulis menyadari akan adanya kekurangan dalam penulisan laporan ini karena keterbatasan wawasan dan pengetahuan penulis. Untuk itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak agar dapat lebih baik di masa yang akan datang. Akhirnya penulis berharap semoga laporan ini bermanfaat bagi semua pihak.

Wassalamu'alaikum Wr.Wb.

Surabaya, 1 Juni 2012

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Lembar Pengesahan	iii
Abstrak	iv
Kata Pengantar	vi
Daftar Isi	viii
Daftar Gambar	xi
Daftar Tabel	xiv
Daftar Lampiran	xvi
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan	2
1.6 Manfaat	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Multiferoik	5
2.1.1 Mikrostruktur Multiferoik BiFeO ₃	6
2.1.2 Material Penyusun Multiferroik BiFeO ₃	8
a. Pasir Besi	8
b. Bi (Bismuth)	9
c. Dopan Pb (Timbal)	9
2.2 Diagram Fasa dan Hasil DTA TGA Multiferoik BiFeO ₃ Penelitian Sebelumnya	10
2.3 Efek Doping Terhadap Multiferoik BiFeO ₃	12
2.4 Sifat Magnet Multiferoik BiFeO ₃	15
2.5 Sintesis Bahan Multiferoik	17

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Peralatan

3.2 Bahan

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Metode Kopresipitasi

3.3.1.1 Sintesis Fe_2O_3

3.3.1.2 Kopresipitasi ulang Fe_2O_3

3.3.2 Metode Pencampuran Basah (*Liquid-Mixing*)

3.3.2.1 Proses Pelarutan Bahan Penyusun BiFeO_3

3.3.2.2 Proses Pencampuran Larutan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ atau

Larutan Fe dan Larutan Bi_2O_3 dengan Larutan PbO_2

3.4 Proses *Heat Treatment*

3.5 Karakterisasi Bahan

3.5.1 *X-Ray Diffraction*

3.5.2 *Magnetic Susceptibility Balance*

3.6 Skema Kerja

3.6.1 Sintesis Fe_2O_3 Kopresipitasi dua kali

3.6.2 Sintesis $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_{(x)}\text{Fe}_2\text{O}_3$

BAB 4 ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Sintesis Fe_2O_3 Pasir Besi

4.2 Hasil Sintesis Sampel $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_{(x)}\text{Fe}_2\text{O}_3$

4.3 Analisis Data

4.3.1 Tinjauan Analisa DTA-TGA

4.3.2 Tinjauan Analisa XRD Kuantitatif

a. Variasi Bahan Fe dan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dari Pasir Besi

b. Variasi Suhu Kalsinasi

c. Variasi *Holding Time*

4.3.3 Tinjauan Analisa XRD Kualitatif (Ukuran Kristal)

4.4 Perbandingan Bahan Multiferoik BiFeO_3 dengan Doping dan Tanpa Doping

4.5 Perhitungan Nilai Suseptibilitas (χ) Sampel dengan Alat *Magnetic Susceptibility Balance*

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	67
5.2 Saran	68
DAFTAR PUSTAKA	69
LAMPIRAN	73
BIODATA PENULIS	108



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Representasi sifat magnet, sifat listrik dan sifat elastik pada bahan multiferroik	5
Gambar 2.2	Pola XRD BiFeO_3 variasi suhu kalsinasi dari 450-700 °C dengan metode sol-gel	6
Gambar 2.3	Gambar SEM serbuk BiFeO_3 dengan variasi suhu kalsinasi, (a)500°C, (b)600°C, (c)700°C,	7
Gambar 2.4	(a) analisa TEM serbuk BiFeO_3 yang dikalsinasi 600 °C, (b) pola SAED serbuk BiFeO_3	8
Gambar 2.5	Diagram fasa BiFeO_3	11
Gambar 2.6	Diagram DTA-TGA BiFeO_3	11
Gambar 2.7	Pola difraksi bergeser ke kiri saat konsentrasi dopan Ti bertambah (variasi konsentrasi dopan Ti = BFO, BFT5, BFT10, dan BFT15)	14
Gambar 2.8	Pengaruh konsentrasi dopan Ti terhadap kurva Histerisis magnetik bahan multiferroik BiFeO_3	14
Gambar 2.9	Grafik nilai induksi magnetik bahan feromagnetik, paramagnetik dan diamagnetik	15
Gambar 2.10	Momen magnetik karena spin elektron	16
Gambar 2.11	Net momen magnetik pada bahan diamagnetik, paramagnetik, feromagnetik dan ferrimagnetik	17
Gambar 3.1	Skema sintesis Fe_2O_3 dengan metode kopresipitasi	25
Gambar 3.2	Skema sintesis $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_{(x)}\text{FeO}_3$ dengan metode <i>Liquid Mixing</i>	26
Gambar 4.1	Grafik XRD sampel Fe_2O_3 kopresipitasi 1 kali	27
Gambar 4.2	Grafik XRD sampel Fe_2O_3 kopresipitasi 2 kali	28

Gambar 4.3	Hasil uji DTA-TGA dari sampel tanpa doping Pb	33
Gambar 4.4	Kurva analisis DTA-TGA serbuk BiFeO ₃ tanpa doping Pb.	34
Gambar 4.5	Perbandingan sampel variasi bahan dasar Fe dan Fe ₂ O ₃ , suhu kalsinasi 600°C - 750°C dan <i>holding time</i> 2 jam dengan variasi konsentrasi doping Pb X=0,5	40
Gambar 4.6	Pola XRD dengan variasi suhu 550°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C dan 900°C dengan <i>holding time</i> 2 jam (a. sampel variasi doping Pb x=0,25. b. x= 0,5)	42
Gambar 4.7	Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C berbahan dasar Fe, <i>holding time</i> 2 jam, x=0,25	45
Gambar 4.8	Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 550°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C berbahan dasar Fe, <i>holding time</i> 2 jam, x=0,5	46
Gambar 4.9	Pola XRD sampel pada suhu 750°C variasi <i> Holding Time</i> (a) variasi konsentrasi Pb x=0,25. (b) sampel variasi x=0,5	48
Gambar 4.10	Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan suhu 750°C berbahan dasar Fe, <i>holding time</i> 1 jam, 2 jam, dan 3 jam dengan x=0,25	49
Gambar 4.11	Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan suhu 600°C berbahan dasar Fe ₂ O ₃ , <i>holding time</i> 1 jam, 2 jam, dan 3 jam dengan x=0,5	50
Gambar 4.12	Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi	51

		suju 750°C berbahan dasar Fe ₂ O ₃ , <i>holding time</i> 1 jam, 2 jam, dan 3 jam	Gambar 4.3
		dengan x=0,5	Gambar 4.4
Gambar 4.13		Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan suhu 600°C berbahan dasar Fe, <i>holding time</i> 1 jam, 2 jam, dan 3 jam dengan x=0,5	51
Gambar 4.14		Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan suhu 750°C berbahan dasar Fe, <i>holding time</i> 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, dan 2+2 jam dengan x=0,5	52
Gambar 4.15		Penyimpangan puncak pola XRD dari sampel BiFeO ₃ tanpa doping, doping dengan konsentrasi Pb x=0,25 dan x=0,5 pada sudut 22,5, bidang kristal (012).	62

DAFTAR TABEL

Table 4.1	Prosentase fasa Fe_2O_3 sintesis dengan metode kopresipitasi	29
Tabel 4.2	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe, $X=0,25$	55
Tabel 4.3	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C , 650°C , 700°C , 750°C , 800°C , 850°C , 900°C dengan bahan dasar Fe, <i>holding time</i> 2 jam, $X=0,25$	56
Tabel 4.4	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C dengan bahan dasar Fe_2O_3 , $X=0,5$	57
Tabel 4.5	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe_2O_3 , $X=0,5$	57
Tabel 4.6	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C dengan bahan dasar Fe, $X=0,5$	57
Tabel 4.7	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe, $X=0,5$	58
Tabel 4.8	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 550°C , 600°C , 650°C , 700°C , 750°C , 800°C , 850°C , 900°C dengan bahan dasar Fe, <i>holding time</i> 2 jam, $X=0,5$	58
Tabel 4.9	Perbandingan prosentase fraksi volum fasa BiFeO_3 maksimal maupun fasa yang terbentuk dengan metode <i>liquid mixing</i>	61
Tabel 4.10	Tabel nilai susceptibilitas sampel variasi bahan Fe, konsentrasi doping Pb $x=0,25$	64
Tabel 4.11	Tabel nilai susceptibilitas sampel variasi bahan Fe, konsentrasi doping Pb $x=0,5$	64

Tabel 4.12 Tabel nilai susceptibilitas sampel variasi bahan Fe dan Fe₂O₃, konsentrasi doping Pb

No	Prosentase fasa Fe ₂ O ₃ sintesis metode kopresipitasi	Tabel
39	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe, X=0,25	Tabel 4.1
40	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C dengan bahan dasar Fe, holding time 2 jam, X=0,25	Tabel 4.2
41	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C dengan bahan dasar Fe ₂ O ₃ , X=0,2	Tabel 4.3
42	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe ₂ O ₃ , X=0,2	Tabel 4.4
43	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C dengan bahan dasar Fe, X=0,2	Tabel 4.5
44	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe, X=0,2	Tabel 4.6
45	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe, X=0,2	Tabel 4.7
46	Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 550°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C dengan bahan dasar Fe, holding time 2 jam, X=0,2	Tabel 4.8
47	Perbandingan prosentase faksi volum fasa BiFeO ₃ maksimal maupun fasa yang terbentuk dengan metode liquid mixing	Tabel 4.9
48	Tabel nilai susceptibilitas sampel variasi bahan Fe, konsentrasi doping Pb x=0,25	Tabel 4.10
49	Tabel nilai susceptibilitas sampel variasi bahan Fe, konsentrasi doping Pb x=0,2	Tabel 4.11

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Hasil perhitungan prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel BiFeO_3 didoping Pb	73
Lampiran B	Hasil analisa <i>Search Match</i> data XRD	79
Lampiran C	Skema metode penelitian untuk Fe_2O_3	97
Lampiran D	Perhitungan stoikiometri	99
Lampiran E	Analisa ukuran kristal BiFeO_3	103
Lampiran F	Perhitungan nilai susceptibilitas (χ) sample	107

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Multiferroik BiFeO_3 merupakan bahan yang memiliki lebih dari satu sifat sekaligus, yaitu sifat magnet dan sifat listrik yang saling berkesinambungan. Para peneliti banyak yang melakukan penelitian tentang bahan multiferroik karena sifat bahan multiferroik yang sangat menarik dan memiliki banyak aplikasi. Untuk mendapatkan sifat multiferroik yang baik, tentunya bahan multiferroik yang dibuat harus *single phase*, sehingga tidak ada impuritas yang dapat mengganggu sifat multiferroik dari bahan. Pada umumnya, bahan multiferroik masih belum memiliki kemurnian yang cukup tinggi. Fasa yang teridentifikasi selain BiFeO_3 antara lain Bi_2O_3 , Fe_2O_3 dan fasa sekunder BFO yaitu $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$. Ketiga impuritas ini lazim muncul pada setiap sintesis multiferroik BiFeO_3 dengan metode apapun, dan sulit dihindari (Hua, et al., 2010; Yuan, et al., 2006).

Single phase multiferroik masih sulit didapatkan. Hal tersebut diakibatkan oleh faktor proses sintesis yang belum maksimal sehingga menimbulkan impuritas di dalam bahan multiferroik (Cha, et al., 2009). Impuritas tersebut membuat struktur fasa perovskite bahan multiferroik menjadi tidak stabil (Yuan, et al., 2006). Para peneliti pada umumnya mendoping multiferroik BiFeO_3 dengan bahan yang memiliki sifat listrik dan magnet yang baik untuk mendapatkan multiferroik dengan sifat yang lebih sempurna meskipun masih terdapat pengotor didalamnya. Doping multiferroik yang pernah digunakan oleh peneliti antara lain Nd (Yuan, et al., 2006), La (Das, et al., 2008), dan Tb (Jiang., 2008). Namun, tentunya cara sintesis bahan multiferroik juga menjadi faktor paling utama yang mempengaruhi hasil akhir bahan multiferroik tersebut. Untuk itu, mendoping bahan multiferroik dengan beberapa bahan lain juga perlu

memerhatikan metode sintesis, perlakuan panas maupun *holding time*.

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan yang terdapat tugas akhir ini antara lain :

- Bagaimana cara mensintesis multiferroik BiFeO_3 didoping Pb dengan metode *Liquid Mixing*?
- Dapatkah multiferroik BiFeO_3 didoping dengan Pb sehingga fasa BiFeO_3 didalam sampel dapat meningkat?
- Bagaimana karakterisasi XRD multiferroik BiFeO_3 dan kaitannya dengan pengaruh doping Pb maupun perlakuan panas terhadap struktur kristal dan fasa yang terbentuk?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam tugas akhir ini ditekankan pada sintesis multiferroik BiFeO_3 didoping Pb untuk meningkatkan fasa BiFeO_3 didalam sampel. Karakterisasi bahan terkait pengaruh doping Pb terhadap pembentukan fase dari hasil *X-Ray Diffraction* (XRD) dan susceptibilitas multiferroik BiFeO_3 .

1.4 Tujuan

Tujuan dari tugas akhir ini antara lain:

- Mensintesis bahan multiferroik BiFeO_3 dan mendoping bahan tersebut dengan menggunakan bahan Pb.
- Mengkarakterisasi multiferroik BiFeO_3 didoping Pb dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *magnetic susceptibility balance*, kemudian mengidentifikasi atau menganalisa pengaruh doping Pb maupun perlakuan panas terhadap fasa yang terbentuk dan menganalisa nilai susceptibilitas dari sampel.

1.5 Manfaat

Manfaat yang diperoleh dari tugas akhir ini antara lain:

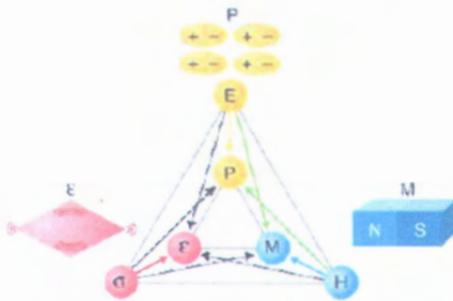
- Tugas akhir ini dapat menjadi parameter sistesis bahan multiferroik BiFeO_3 didoping Pb yang dapat dipatenkan atau dapat digunakan atau disanggah dalam penelitian yang lain.
- Mengembangkan pengetahuan tentang parameter sintesis dan pengaruh doping pada bahan multiferroik BiFeO_3 terhadap struktur kristal bahan dan fasa yang terbentuk, untuk kepentingan ilmiah atau kepentingan penerapan teknologi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Multiferroik

Multiferroik merupakan bahan yang memiliki tiga sifat sekaligus, yaitu sifat magnet, listrik dan elastis. Sifat magnetik pada bahan multiferroik terjadi karena adanya interaksi pertukaran antara dipol magnetik yang berasal dari kulit orbital berisi elektron. Sifat elektrik terjadi akibat adanya dipol listrik lokal. Sedangkan sifat elastis merupakan sifat hasil perpindahan atom karena strain. Terjadinya simultan magnet dan listrik sangat menarik karena menggabungkan sifat yang bisa dimanfaatkan untuk penyimpanan informasi, pengolahan, dan transmisi. Hal ini memungkinkan kedua medan magnet dan medan listrik untuk berinteraksi dengan magnet dan listrik (Schmid,1994).



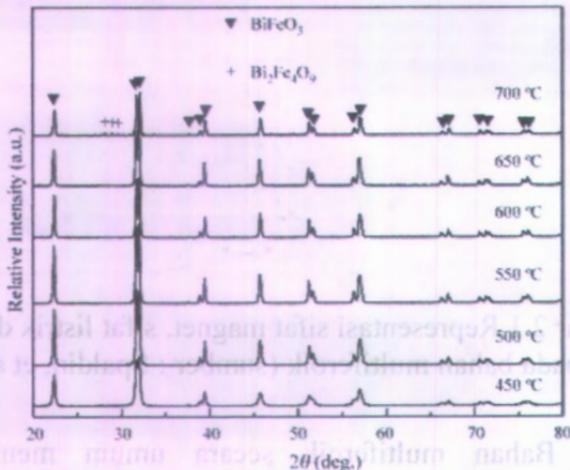
Gambar 2.1 Representasi sifat magnet, sifat listrik dan sifat elastis pada bahan multiferroik (sumber : Spaldin, et al, 2005)

Bahan multiferroik secara umum memiliki struktur perovskite rombo hedral distorsi dengan *space group* $R3c$, parameter kisi $a=b=c=0,563$, dan $\alpha=\beta=\gamma=59,4^\circ$ (Yuan, et al, 2006). Salah satu bahan multiferroik yang memiliki struktur seperti itu adalah BiFeO_3 . Bahan multiferroik BiFeO_3 berbahan

dasar Fe yang didoping dengan Bi. Bahan ini memiliki temperatur transisi fase yang tinggi ($T_N=640^\circ\text{K}$ dan $T_C=1100^\circ\text{K}$) sehingga bahan multiferroik BiFeO_3 sangat baik untuk berbagai aplikasi, seperti untuk alat elektronik. Senyawa BiFeO_3 dapat mengalami polarisasi spontan jika $T_{FE}\sim 1100^\circ\text{K}$ dan suhu nell sebesar $T_N=643^\circ\text{K}$ (Kimura, et al, 2003). Dalam fase feroelektrik jika bahan bertemperatur $T < T_c$, maka bahan akan terpolarisasi secara spontan. Dengan demikian, pada saat di *sintering* sebesar suhu Curie (T_c) merupakan transisi fase. Polarisasi spontan tidak sama di seluruh bagian bahan. Oleh karena itu bahan terdiri dari sejumlah domain yaitu daerah dimana polarisasinya seragam. Feromagnetik berkaitan dengan pensejajaran sebagian besar momen magnet (Hua, et al, 2004).

2.1.1 Mikrostruktur Multiferroik BiFeO_3

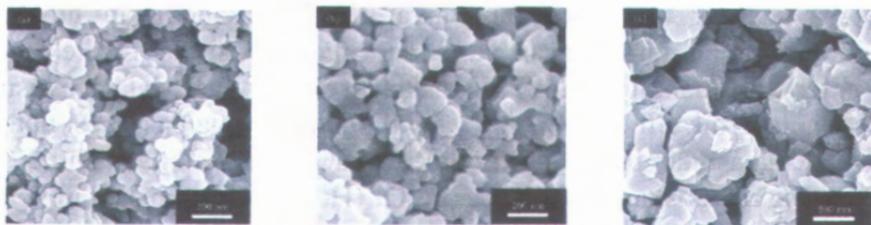
Multiferroik BiFeO_3 memiliki mikrostruktur yang menarik untuk terus dilakukan penelitian, mengidentifikasi dan menganalisis bahan tersebut.



Gambar 2.2 Pola XRD BiFeO_3 variasi suhu kalsinasi dari 450-700 $^\circ\text{C}$ dengan metode sol-gel (sumber : De-Chang, et al, 2009)

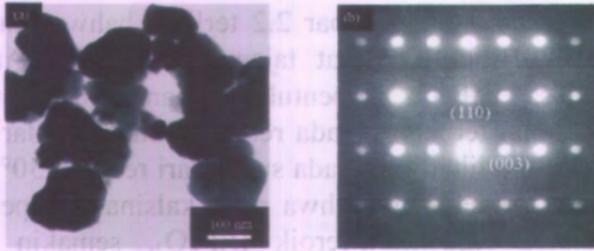
Berdasarkan Gambar 2.2 terlihat bahwa puncak-puncak multiferroik BiFeO_3 terlihat tajam. Hal tersebut menunjukkan bahwa fasa BiFeO_3 terbentuk dengan baik, puncak-puncak tersebut mulai terbentuk pada rentang sudut 2θ dari 20° hingga 80° . Puncak terlihat jelas pada sudut dari rentang 30° sampai 40° . Selain itu, terlihat juga bahwa suhu kalsinasi berpengaruh pada terbentuknya fasa multiferroik BiFeO_3 , semakin besar suhu kalsinasi, pertumbuhan kristal semakin baik.

Hasil uji SEM pada bahan multiferroik BiFeO_3 ditunjukkan pada Gambar 2.3. Berdasarkan Gambar 2.3 terlihat bahwa ukuran rata-rata partikel meningkat seiring bertambahnya suhu kalsinasi dari suhu 500°C sampai 700°C (De-Chang, 2009).



Gambar 2.3 Gambar SEM serbuk BiFeO_3 dengan variasi suhu kalsinasi: (a) 500°C , (b) 600°C , (c) 700°C (De-Chang, 2009).

Selain uji XRD dan SEM, beberapa penelitian melakukan pengujian serbuk BiFeO_3 dengan TEM. Dari hasil uji TEM, tampak bahwa serbuk BiFeO_3 merupakan fasa tunggal BiFeO_3 yang berbentuk perovskite rhombohedral. Hal tersebut diperoleh dari pengujian serbuk BiFeO_3 yang dikalsinasi pada suhu 600°C selama 1 jam berdasarkan pola difraksi elektron area terpilih (SAED) yang diambil pada arah bidang $[\bar{1} 1 0]$, kemudian saat dilakukan analisa pada beberapa bidang yang lain terlihat bahwa hasilnya sama yaitu berbentuk perovskite rhombohedral (De-Chang, 2009).



Gambar 2.4 (a) analisa TEM serbuk BiFeO_3 yang dikalsinasi 600°C , (b) pola SAED serbuk BiFeO_3 (sumber: De-Chang, 2009)

2.1.2 Material Penyusun Bahan Mutiferroik BiFeO_3

a. Pasir Besi

Pasir besi pada umumnya memiliki kandungan Fe_2O_3 , Fe_3O_4 dan unsur-unsur yang lain. Pasir besi harus diekstrak terlebih dahulu untuk digunakan sebagai material penyusun multiferroik BiFeO_3 . Bagian yang digunakan pada pasir besi untuk menghasilkan bahan multiferroik BiFeO_3 yang baik, adalah Fe_2O_3 yang merupakan besi oksida. Fe_2O_3 (Hematit) merupakan mineral yang mempunyai warna abu-abu (*grey shade*), putih dan coklat. Mineral ini struktur kristalnya isometrik, memiliki massa molekul 159,69 gr/mol, titik beku 1566°C , dan densitas 2,2 gr/cm. struktur kristal hematit sama dengan struktur kristal korundum yaitu Trigonal R dengan *space group* R-3c dan tergolong dalam sistem kristal hexagonal. Fasa hematit memiliki suhu Curie di atas 800°C dan di bawah 1000°C (Dunlop, 1971).

Fe_3O_4 pada pasir besi merupakan bahan Ferimagnet dengan sifat kemagnetan berada di antara bahan feromagnet dan antiferomagnet. Ferimagnet memiliki interaksi lemah terhadap medan magnet. Hal ini disebabkan karena pada bahan ferimagnet memiliki momen magnetik yang berlawanan tetapi besarnya tidak sama, sehingga sifat magnetnya merupakan resultan momen magnetnya.

b. Bi (Bismuth)

Dopan Bi pada Fe_2O_3 untuk menghasilkan bahan multiferoik BiFeO_3 , berbentuk bismuth oksida (Bi_2O_3). Bismuth yang terdapat dalam senyawanya dengan tingkat oksidasi +3 dan +5, namun bismuth dengan oksida +3 lebih stabil. Bismuth diperoleh dari berbagai unsur dalam kondisi alami.

Bismuth digunakan sebagai unsur paduan dengan logam lain yang memiliki titik cair yang rendah. Bismuth bersifat diamagnetik dan merupakan unsur kedua setelah raksa yang memiliki konduktivitas termal rendah. Bismuth memiliki tahanan listrik yang tinggi (www.wikipedia.com).

c. Dopan Pb (Timbal)

Timbal adalah suatu unsur kimia yang terdapat pada golongan IV A dan periode ke enam pada tabel periodik. Timbal memiliki nomor atom 82 dan nomor massa 207,2. Lebih elektropositif dari logam transisi, tetapi kurang dibanding logam alkali dan logam alkali tanah. Titik leleh dan titik didih mereka biasanya lebih rendah dibanding dari logam transisi dan biasanya lebih lunak. Timbal mempunyai bilangan oksidasi utama +2 yang tidak terlibat dalam pembentukan ikatan dan +4. pada umumnya membentuk senyawa-senyawa dengan bilangan oksidasi +2 (lebih stabil) dan +4.

Dopan Pb yang dimasukkan di dalam bahan BiFeO_3 pada bagian unsur Bi karena Pb memiliki ukuran atom yang hampir sama dengan Bi yang memiliki nomor atom 82, sedangkan Bi adalah 83, sehingga dapat mensubstitusi bagian unsur Bi pada bahan BiFeO_3 . Atom Bi di dalam unsur multiferoik BiFeO_3 , sering mengalami kerusakan akibat atom Bi mudah menguap sehingga dapat timbul kekosongan. Penguapan komponen Bi yang terjadi dengan mudah diawal sintesis karena rendahnya suhu penguapan garam bismuth sehingga Bi_2O_3 muncul kembali diakhir proses sebagai impuritas (Hua, et al., 2010). Penambahan unsur Pb pada BiFeO_3 akan dapat memperbesar kemungkinan

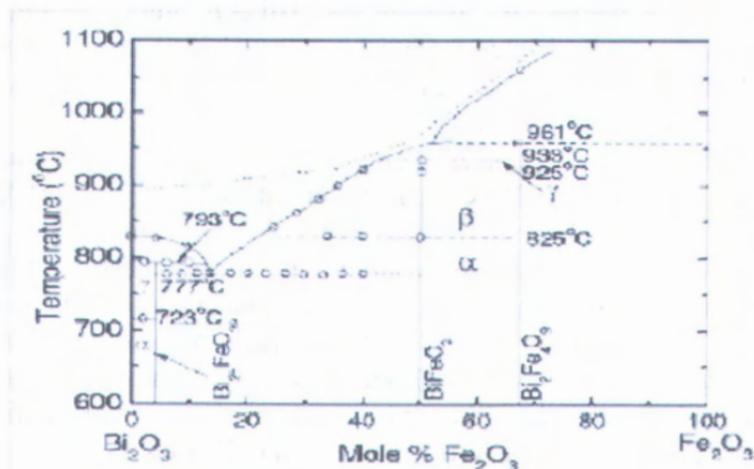
terbentuknya fasa BiFeO_3 karena dapat menggantikan atom Bi yang hilang dalam struktur kristal BiFeO_3 .

2.2 Diagram Fasa dan Hasil DTA-TGA Multiferoik Penelitian Sebelumnya

Bahan multiferoik merupakan bahan yang bergantung dengan perlakuan panas yang diberikan untuk mendapatkan sifat multiferoik yang diinginkan. Perlakuan panas yang akan diberikan terhadap bahan dapat dilakukan dengan melihat diagram fasa dan diagram DTA-TGA dari bahan multiferoik yang akan diberikan perlakuan panas.

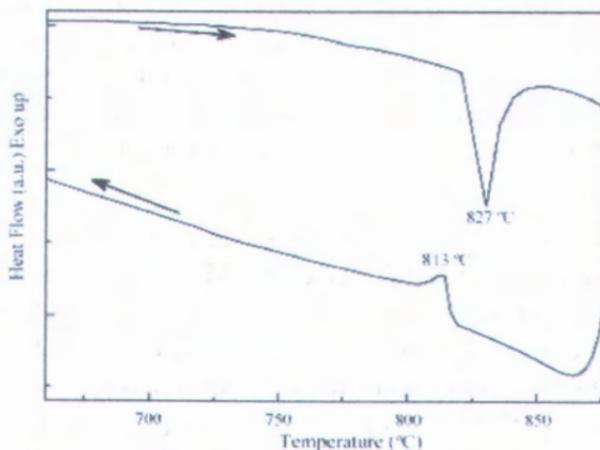
Diagram fasa $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dapat dijadikan sebagai referensi dalam melakukan sintesis multiferoik BiFeO yang ditunjukkan pada Gambar 2.6. Berdasarkan diagram tersebut fasa $\alpha\text{-BiFeO}_3$ terbentuk pada saat konsentrasi Bi_2O_3 50% dan Fe_2O_3 50% *disintering* pada suhu 825°C dan fasa $\beta\text{-BiFeO}_3$ terbentuk pada suhu sinter di atas 825°C dan di bawah 925°C . Sedangkan fasa $\gamma\text{-BiFeO}_3$ akan terbentuk pada suhu di atas 925°C di bawah 933°C (Palai, et al., 2008).

Diagram fasa *pseudo binary* antara serbuk Bi_2O serbuk Fe_2O_3 juga diungkapkan dalam penelitian yang dilakukan oleh Jua, et al. (2010) dengan mengembangkannya dan membandingkan antara hasil eksperimen dengan referensi yang sudah ditunjukkan pada Gambar 2.5. Penentuan suhu dengan diagram fasa pada umumnya dilakukan untuk mengetahui pada suhu berapa sampel akan mengalami pertumbuhan kristal, sehingga membentuk fasa sesuai yang diharapkan.



Gambar 2.5 Diagram fasa BiFeO₃ (sumber: Palai, et al., 2008).

Selain itu, salah satu pengujian sampel yang sering dipakai dalam banyak penelitian adalah uji DTA-TGA, untuk mengetahui perilaku material saat diberikan perlakuan panas.



Gambar 2.6 Diagram DTA-TGA BiFeO₃ (De-Chang, 2009).

Karakterisasi multiferoik BiFeO_3 juga menggunakan DTA-TGA untuk mengetahui sifat feroelektrik dari bahan (De-Chang, 2009). Berdasarkan diagram fasa dan diagram DTA-TGA, perlakuan panas untuk mendapatkan fasa BiFeO_3 dapat diprediksi, sehingga akan mempermudah untuk menentukan pada suhu berapa fasa BiFeO_3 akan terbentuk. Diagram DTA-TGA juga dapat mengetahui pada suhu berapa sampel mengalami reaksi eksotermal dan endotermal. Penentuan suhu reaksi eksotermal dan endotermal dapat digunakan untuk menentukan pada suhu berapa sampel BiFeO_3 akan mengalami pelepasan oksigen (reaksi eksotermal) sehingga dapat mengurangi fasa BFO sekunder yang memiliki rumus senyawa kimia dengan bilangan oksida yang tinggi seperti $\text{Bi}_{25}\text{Fe}_2\text{O}_{40}$ dan $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$.

2.3 Efek Doping terhadap Bahan Multiferoik

Penelitian bahan multiferoik BiFeO_3 masih mengalami hambatan karena berbagai alasan. Salah satunya, yaitu masih sulit untuk menghasilkan bahan multiferoik BiFeO_3 dengan kemurnian yang tinggi. *Single phase* dari BiFeO_3 masih sulit dicapai karena masih ada impuritas yang timbul saat proses sintesis bahan BiFeO_3 . Pada umumnya pada proses sintesis bahan multiferoik terjadi penguapan dari beberapa reaktan penyusun bahan multiferoik, yang menyebabkan terjadinya formasi fasa kedua (Yuan, et al., 2006).

Banyak hal yang dilakukan oleh para peneliti untuk menyelesaikan masalah tersebut. Misalkan, dengan melakukan doping terhadap bahan multiferoik BiFeO_3 . Penambahan atom dopan ke dalam bahan multiferoik sangat berpengaruh pada sifat fisis yang dimiliki bahan tersebut, di antaranya adalah konstanta dielektrik. Penambahan doping dapat menstabilkan fase *Perovskite* dan dapat mereduksi resistivitas yang ditimbulkan oleh impuritas tersebut. Bahan dopan yang digunakan pada umumnya memiliki salah satu sifat magnet dan sifat listrik yang baik, seperti

Ni, La, Nb dan sebagainya, atau dapat berupa senyawa yang memiliki struktur perovskite seperti BaTiO_3 (Kumar, et al., 2000).

Pada keadaan tertentu, doping diperlukan untuk mendapatkan bahan multiferroik yang baik. Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilakukan, doping bahan multiferroik dapat menurunkan ukuran partikel dari bahan multiferroik. Ukuran partikel yang menurun, dapat menaikkan magnetisasi dari bahan multiferroik seperti yang telah dilaporkan oleh Lebeugle, et al., (2009). Selain dapat memperbaiki sifat magnet, perubahan ukuran partikel bahan multiferroik menjadi lebih kecil dapat menaikkan sifat listrik dari bahan tersebut seperti yang telah dilaporkan oleh Chattopadhyy, et al., (2010). Terdapat beberapa bahan doping yang dapat digunakan, seperti doping Nd (Yuan, et al., 2006), Doping La (Das, et al., 2007) dan doping Tb (Jiang, et al., 2008). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Yoneda, et al., (2009), dilaporkan bahwa konsentrasi doping La semakin naik, nilai T_N dan T_c juga naik, dan hal tersebut dapat mempengaruhi fase transisi magnetik dan elektrik dari bahan multiferroik.

Konsentrasi dopan mempengaruhi hasil sintesis bahan multiferroik. Salah satu contoh, seperti pada penelitian bahan multiferroik yang didoping dengan Ti. Berdasarkan Gambar 2.8, terlihat bahwa semakin banyak konsentrasi Ti yang didoping pada bahan multiferroik BiFeO_3 , semakin kecil kisi kristal yang terbentuk, sehingga *grain* yang terbentuk juga semakin kecil. Gambar 2.7 (b) memperlihatkan perbesaran pola difraksi pada sudut $22,4^\circ$ sampai $22,8^\circ$ dan terlihat bahwa puncak pola difraksi bergeser ke kiri sebanding dengan bertambahnya konsentrasi dopan Ti, yang berarti kisi kristalnya semakin kecil saat konsentrasi Ti ditambah pada bahan multiferroik BiFeO_3 .

dapat dibedakan menjadi proses kopresipitasi secara tradisional dan kopresipitasi homogen (Hua, et al., 2010). Selain itu, juga terdapat metode kopresipitasi konvensional yang pada umumnya proses pengendapan menggunakan larutan basa dilakukan di akhir proses. Terdapat juga kopresipitasi homogen, yaitu dengan mencampurkan larutan basa sebagai larutan pengendapan dengan larutan garam secara bersamaan (Hua, et al., 2010).

Metode pencampuran basah atau *liquid mixing* merupakan metode yang menggunakan proses kimiawi. Metode ini pada dasarnya melakukan pelarutan sampel dengan HNO_3 dengan menjaga pH, temperatur, dan kecepatan pengadukan dengan konstan sampai larutan tersebut menjadi padatan.

Tujuan dari beberapa proses sintesis tersebut, tidak lain untuk mendapatkan bahan campuran baru. Sintesis multiferoik dilakukan dengan mencampurkan dopan Bi yang terdapat dalam serbuk Bi_2O_3 dengan serbuk Fe_2O_3 (G. L. Yuan, et al., 2006). Hal yang tidak kalah penting selain metode sintesis, pengaruh *sintering* juga diperlukan untuk mendapatkan *single fase* multiferoik BiFeO_3 .

Penelitian yang telah berhasil mensintesis multiferoik BiFeO_3 dapat dilakukan dengan bervariasi lama *sintering* yang dapat mempengaruhi ukuran partikel dan porositas bahan. *Sintering* dilakukan di bawah suhu leleh yang berfungsi untuk membentuk fase tertentu. Pengontrolan suhu dan waktu *sintering* merupakan parameter kritis yang mempengaruhi terhadap terbentuknya hasil reaksi yang disinter. Penyiapan serbuk atau sampel yang akan disinter pada umumnya dimulai dengan proses penggerusan untuk memperkecil ukuran butiran dan juga agar butiran tetangga dapat bereaksi sehingga terbentuk senyawa baru yang lebih stabil pada saat *disintering*.

BAB III METODOLOGI

3.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam melakukan sintesis antara lain, gelas beker ukuran 200 mL 4 buah, gelas beker ukuran 100 mL 3 buah, gelas ukur, spatula kaca, spatula logam, pipet, corong, kertas saring, magnetik stirer, termometer, Magnet permanen, *crusible*, mortar, cawan, aluminium foil, plastik tempat sampel, timbangan analitik, *furnace*. Sedangkan untuk mengkarakterisasi digunakan difraktometer sinar-X (XRD) dan *Magnetic Susceptibility Balance*.

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan untuk membuat bahan multiferroik BiFeO_3 dengan dopan Pb adalah pasir besi, serbuk Fe murni, serbuk Bi_2O_3 , serbuk PbO_2 , HCl 37%, NH_4OH 80%, HNO_3 65%, dan aquades DM.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Metode Kopresipitasi

3.3.1.1 Sintesis Fe_2O_3

Proses pelarutan pasir besi dilakukan untuk mendapatkan kandungan Fe_2O_3 . Pasir besi yang sudah diekstrak pada umumnya memiliki kandungan Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 . Sehingga diperlukan perlakuan khusus untuk mendapatkan kandungan Fe_2O_3 saja. Pelarutan pasir untuk mendapatkan kandungan Fe_2O_3 dilakukan dengan cara sebagai berikut:

1. Pasir besi yang telah diekstrak dicampur dengan HCl,

diaduk dengan menggunakan magnetik stirer sampai tercampur semua. Setelah itu, di endapkan kemudian diambil larutannya (larutan 1), dan endapannya dibuang.

2. Larutan 1 dicampur dengan NH_4OH secara perlahan dan diaduk dengan menggunakan magnetik stirer sehingga diperoleh endapan.
3. Endapan kemudian dicuci dengan menggunakan aquades berkali-kali sampai $\text{pH}=7$.
4. Endapan dikeringkan dengan suhu 70°C selama 20 jam kemudian dikalsinasi dengan suhu 800°C selama 2 jam dan selanjutnya digerus untuk mendapatkan Fe_2O_3 dalam bentuk serbuk.

3.3.1.2 Kopresipitasi Ulang Fe_2O_3

1. Fe_2O_3 yang telah diekstrak dicampur dengan HCl , diaduk dengan menggunakan magnetik stirer sampai tercampur semua. Setelah itu, diambil larutannya (larutan 1), dan endapannya dibuang.
2. Larutan 1 dicampur dengan NH_4OH secara perlahan dan diaduk dengan menggunakan magnetik stirer sehingga diperoleh endapan.
3. Endapan kemudian dicuci dengan menggunakan aquades berkali-kali sampai $\text{pH}=7$.
4. Endapan dikeringkan dengan suhu 70°C selama 20 jam kemudian dikalsinasi dengan suhu 800°C selama 2 jam dan selanjutnya digerus untuk mendapatkan Fe_2O_3 dalam bentuk serbuk.

3.3.2 Metode Pencampuran Basah atau *Liquid Mixing*

Metode pencampuran basah dilakukan untuk mensintesis bahan multiferroik. Adapun cara sintesis bahan multiferroik BiFeO_3 antara lain sebagai berikut:

3.3.2.1 Proses pelarutan bahan penyusun BiFeO_3

1. Serbuk $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ atau Fe dicampur dengan HNO_3 dan diaduk menggunakan magnetik stirrer dengan suhu 50°C sehingga didapatkan larutan Fe_2O_3 berwarna coklat bening (larutan 1)
 2. Serbuk yang BiFeO_3 dicampur dengan HNO_3 dan diaduk menggunakan magnetik stirrer dengan suhu 50°C sehingga didapatkan larutan Bi_2O_3 berwarna putih bening (larutan 2)
 3. Serbuk PbO_2 dicampur dengan HNO_3 dan diaduk menggunakan magnetik stirrer dengan suhu 50°C sehingga didapatkan larutan PbO_2 berwarna hitam pekat (larutan 3)
2. Larutan PbO_2 didinginkan dengan alami

3.3.2.2 Proses pencampuran larutan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ atau larutan Fe dan larutan Bi_2O_3 dengan larutan PbO_2

1. Larutan hasil reaksi dari proses pelarutan Fe_2O_3 Nano atau Fe dengan HNO_3 (larutan 1) dicampur dengan larutan Bi_2O_3 (larutan 2) dan larutan PbO_2 (larutan 3) (berdasarkan stoikiometri perbandingan mol Fe:Bi dan Pb sebesar 1:1, dan variasi konsentrasi Pb berbanding 0,5 dan 0,25 terhadap mol Bi).
2. Semua larutan dicampur dan diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer sampai rata, kemudian suhunya dinaikkan sampai 50°C

3. Pengadukan ditunggu sampai larutan mengering dan menjadi endapan dengan menjaga suhu tetap konstan 50°C
4. Endapan dioven 200°C selama 5 jam kemudian digerus menjadi serbuk
5. Serbuk $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$, kemudian di *heat treatment* dan siap untuk dilakukan karakterisasi.

3.4 Proses Heat Treatment

Proses *heat treatment* dilakukan untuk mendapatkan fasa $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ murni serta menguraikan senyawa-senyawa dalam bentuk garam atau dihidrat menjadi oksida sehingga membentuk fase kristal. Pada sintesis $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ yang telah dilakukan, digunakan suhu kalsinasi 600°C dan 750°C dengan variasi *holding time* 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam dan 2 jam ditambah 2 jam, dan variasi suhu lain yaitu 650°C sampai 900°C dengan *holding time* 2 jam.

Suhu kalsinasi 750°C yang digunakan sesuai dengan hasil sintesis multiferroik BiFeO_3 berbasis pasir besi tanpa doping Pb dengan metode pencampuran basah yang telah dilakukan sebelumnya oleh Retnowati (2010) memperoleh fasa BiFeO_3 maksimal dengan waktu *holding time* 3 jam. Sedangkan suhu 600°C dipilih karena sesuai hasil kurva DTA-TGA yang telah dilakukan sebelumnya pada bahan multiferroik BiFeO_3 sebelum didoping Pb (Gambar 4.1) dan hasil dari penelitian De-Cang (2009) yang menghasilkan fase BiFeO_3 terbesar pada suhu tersebut. Variasi waktu yang dilakukan, bertujuan untuk mengetahui pengaruh doping Pb terhadap *holding time* untuk mendapatkan fasa multiferroik BiFeO_3 dengan kemurnian tinggi. Selain itu, juga diperhatikan variabel kontrol seperti pemanasan dalam keadaan *crucible* terbuka sedangkan variabel bebas seperti kecepatan pemanasan pada proses *heat treatment* tidak di perhatikan.

3.5 Karakterisasi Bahan

3.5.1 X-Ray Diffraction

Karakterisasi dengan difraktometer sinar-X (XRD) dilakukan untuk mendapatkan pola difraksi sinar-X (XRD) pada sampel. Pengukuran dilakukan dengan sudut 2θ sebesar 20° sampai 70° dengan *step size* $0,04^\circ$. Pola difraksi sinar-X dari sampel kemudian diolah untuk mengetahui fase yang terbentuk, prosentase fraksi volum dan ukuran kristal BiFeO_3 . Hasil pengukuran XRD digunakan untuk mengetahui pengaruh variasi suhu, *holding time* terhadap kandungan fasa dan prosentase fraksi volum BiFeO_3 yang terbentuk maupun ukuran kristal dari sampel BiFeO_3 yang telah dibuat dengan variasi doping Pb. Proses identifikasi fasa dilakukan dengan proses *search and match* menggunakan *software Xpert Identify Graph*, sedangkan pengukuran fraksi volum fasa BiFeO_3 dan ukuran kristal dilakukan dengan proses *search and match* menggunakan *software Expert High Score Plus*

3.5.2 Magnetic Susceptibility Balance

Alat *Magnetic Susceptibility Balance* dapat digunakan untuk mencari nilai susceptibilitas dari sampel. Adapun cara untuk mengkarakterisasi sampel dengan alat *Magnetic Susceptibility Balance* adalah sebagai berikut.

- Preparat atau tabung tempat sampel dipastikan bersih
- *Switch* skala pada alat *Magnetic Susceptibility Balance* di putar pada posisi 1x dan *switch* yang lain diatur sampai menunjukkan angka nol.
- Preparat kosong dimasukkan, kemudian catat angka yang ditunjukkan oleh alat. Angka tersebut adalah nilai R_0 .
- Preparat kosong diambil, kemudian ditimbang dan dicatat massanya.

- Preparat diisi dengan sampel sampai setinggi 1,5 cm, kemudian dimasukkan ke dalam alat *Magnetic Susceptibility Balance*. Setelah itu angka yang di tunjukkan oleh alat dicatat. Angka tersebut adalah nilai R.
- Preparat yang sudah diisi sampel diambil kemudian ditimbang dan dicatat massanya.

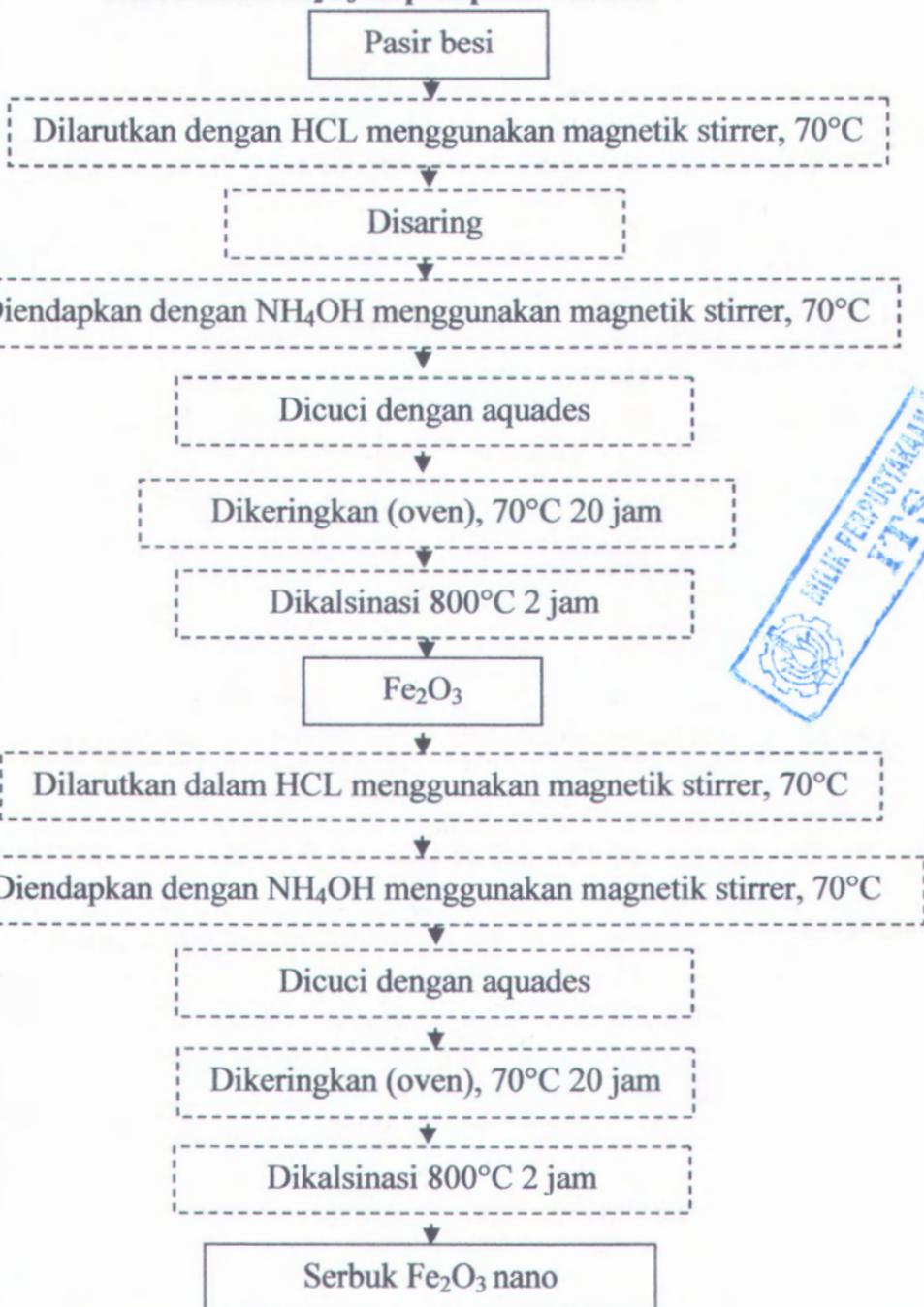
3.5.2 Magnetic Susceptibility Balance

Alat *Magnetic Susceptibility Balance* dapat digunakan untuk mencari nilai *susceptibilitas* dari sampel. Adapun cara untuk mengkalibrasi sampel dengan alat *Magnetic Susceptibility Balance* adalah sebagai berikut.

- Preparat akan tabung tempat sampel dipastikan bersih
- Switch skala pada alat *Magnetic Susceptibility Balance* di putar pada posisi 1x dan switch yang lain diatur sampai menunjukkan angka nol.
- Preparat kosong dimasukkan, kemudian catat angka yang ditunjukkan oleh alat. Angka tersebut adalah nilai R.
- Preparat kosong diambil, kemudian ditimbang dan dicatat massanya.

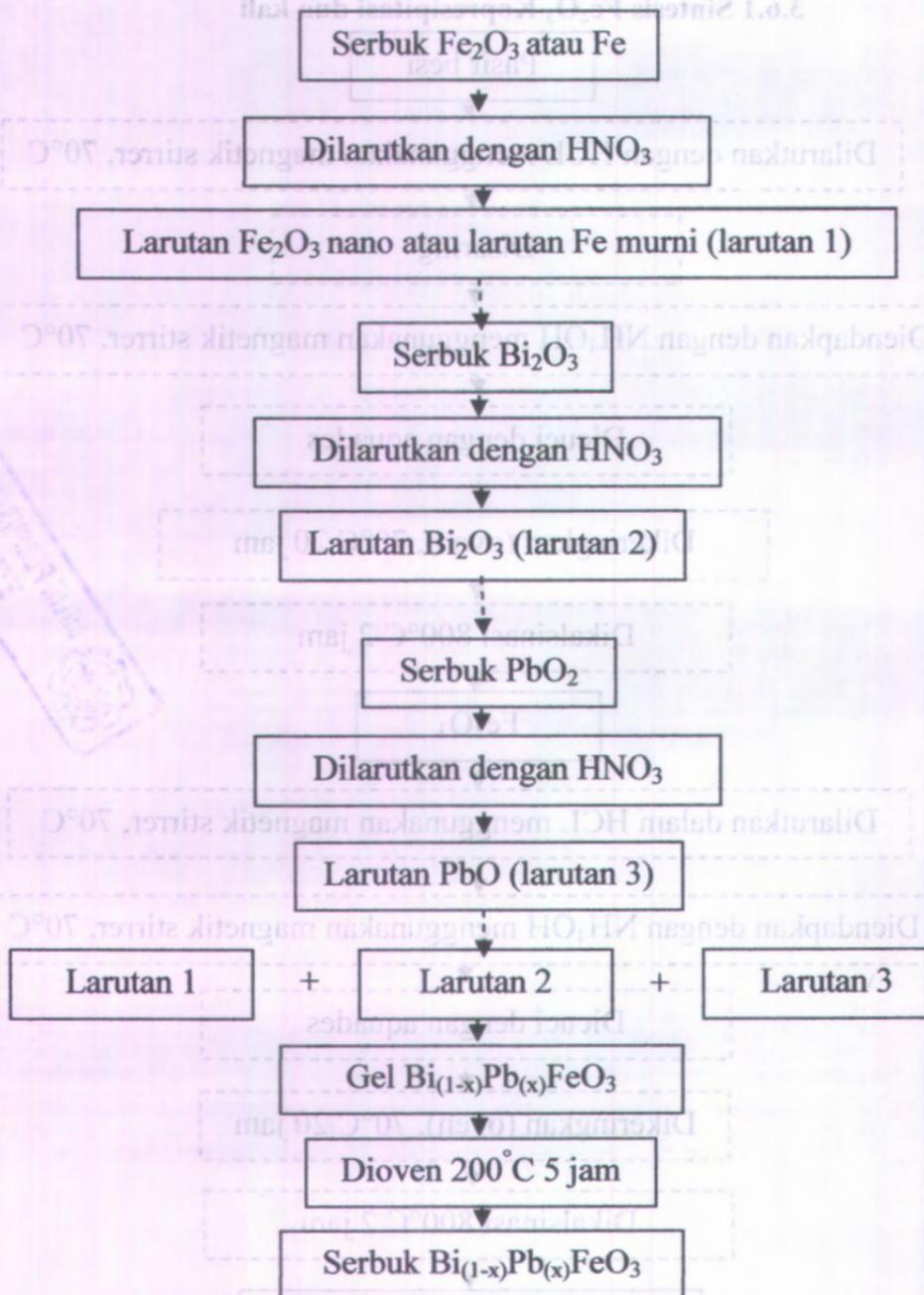
3.6 Skema Kerja

3.6.1 Sintesis Fe_2O_3 Kopresipitasi dua kali



Gambar 3.1 Skema sintesis Fe_2O_3 dengan metode kopresipitasi.

3.6.2 Sintesis $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_{(x)}\text{FeO}_3$



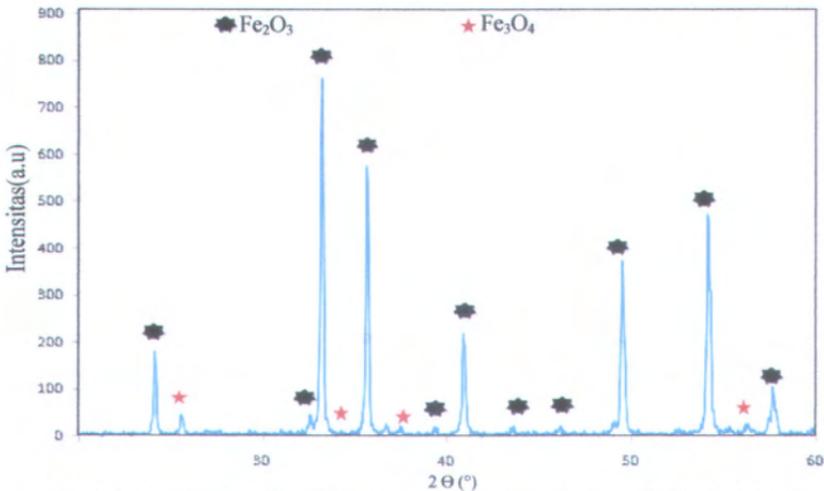
Gambar 3.2 Skema sintesis $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_{(x)}\text{FeO}_3$ dengan metode *Liquid Mixing*.

BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Sintesis Fe_2O_3 dari Pasir Besi

Multiferroik $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ disintesis dengan menggunakan variasi bahan Fe murni dan Fe_2O_3 hasil dari sintesis pasir besi yang diperoleh dari daerah Jolosutro Blitar. Sintesis pasir besi menjadi Fe_2O_3 dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi. Berdasarkan hasil analisa XRD yang telah dilakukan terhadap Fe_2O_3 yang telah disintesis dari pasir besi, diperoleh data grafik yang ditunjukkan pada Gambar 4.1.

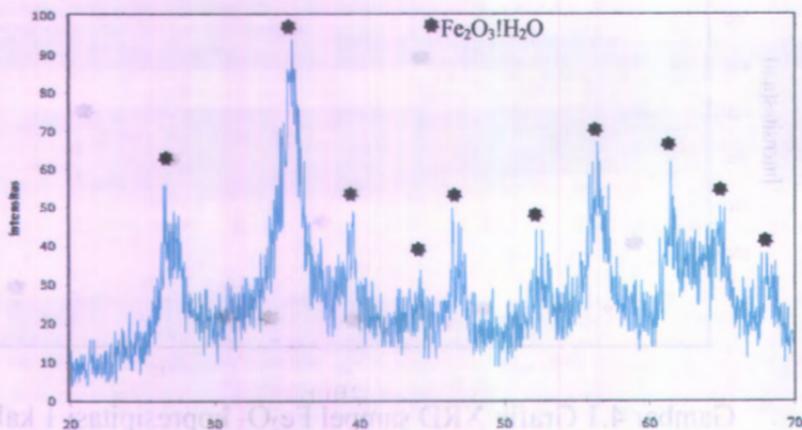


Gambar 4.1 Grafik XRD sampel Fe_2O_3 kopresipitasi 1 kali.

Analisa hasil uji XRD menghasilkan prosentase fase Fe_2O_3 sebesar 87,05% dan 12,95% adalah fasa pengotor yang menunjukkan fasa Fe_3O_4 . Fe_2O_3 yang telah disintesis digunakan untuk bahan dasar pembuatan bahan multiferroik $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$. Namun, pada saat dilakukan sintesis bahan multiferroik $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ dengan bahan dasar Fe_2O_3 yang telah dibuat dengan

pasir besi, Fe_2O_3 tidak dapat dilarutkan dengan sempurna menggunakan HNO_3 . Hal ini merupakan kendala mendasar, karena untuk mendapatkan *single fase* multiferroik $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ bahan dasar pembuat bahan multiferroik $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$, harus dapat terlarut secara sempurna dengan menggunakan HNO_3 . Karena jika tidak dapat larut dengan sempurna, maka akan terjadi kesalahan perhitungan stoikiometri sehingga fasa $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ tidak dapat terbentuk secara sempurna.

Fe_2O_3 yang tidak dapat larut secara sempurna disebabkan karena adanya pengotor Fe_3O_4 yang fasanya tidak sama dengan Fe_2O_3 sehingga saat Fe_2O_3 telah larut sempurna dengan menggunakan HNO_3 sesuai dengan perhitungan stoikiometri, Fe_3O_4 tidak dapat larut. Untuk mendapatkan bahan Fe_2O_3 tanpa adanya pengotor, dilakukan proses sintesis lagi terhadap bahan Fe_2O_3 yang telah dibuat sebelumnya dengan metode kopresipitasi. Hasil sintesis yang kedua kalinya, akan diperoleh $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.



Gambar 4.2 Grafik XRD sampel Fe_2O_3 kopresipitasi 2 kali

Hasil analisa XRD dari sampel Fe_2O_3 yang dikopresipitasi dua kali, diperoleh prosentase $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ sebesar 100% (Gambar 4.2). $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yang dihasilkan, ternyata dapat larut sempurna pada HNO_3 , sehingga dapat digunakan untuk

mensintesis bahan multiferroik $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$. Adapun hasil analisa prosentase bahan Fe_2O_3 yang telah disintesis dengan metode kopresipitasi ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Table 4.1 Prosentase fasa Fe_2O_3 hasil sintesis dengan metode kopresipitasi

Bahan	T (°C)	T (jam)	% Fasa Fe_2O_3	% Fasa Pengotor	Metode
Pasir besi	800	2	87,05%	12,95%	Kopresipitasi
Pasir besi	800	2	100% ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	0%	Kopresipitasi 2x

Pada $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, terdapat kandungan H_2O yang merupakan sisa kandungan air pada Fe_2O_3 yang ditimbulkan dari proses pencucian Fe_2O_3 dengan aquades untuk membuat pH Fe_2O_3 menjadi netral. Proses pengeringan pada suhu 70°C selama 5 jam belum bisa menguapkan kadar air pada Fe_2O_3 tersebut, sehingga kandungan air pada Fe_2O_3 masih ada. Fe_2O_3 yang mengikat molekul H_2O ini sebenarnya juga akan mempengaruhi stoikiometri karena berdasarkan diagram fasa, BiFeO_3 terbentuk untuk perbandingan mol Fe_2O_3 dan Bi_2O_3 tepat 1:1. Kelebihan sedikit komponen Bi memegang peranan penting dalam sintesis BiFeO_3 . Seperti contoh dalam penelitian yang telah dilakukan oleh Hua (2010), penambahan komponen Bi menghasilkan komposisi BiFeO_3 terbanyak ketika komponen Bi ditambahkan 3% dari komposisi yang seharusnya menurut stoikiometri perbandingan molnya harus sama. Hal tersebut dilakukan karena penguapan komponen Bi yang terjadi dengan mudah diawal sintesis karena rendahnya suhu penguapan garam bismuth sehingga Bi_2O_3 muncul kembali diakhir proses sebagai impuritas. Untuk itu, penambahan komposisi Bi_2O_3 akan memperbesar kemungkinan terbentuknya fasa BiFeO_3 .

4.2 Hasil Sintesis Sampel $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$

Sintesis bahan $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ telah dilakukan dengan beberapa variasi konsentrasi doping Pb, bahan penyusun, suhu pemanasan, dan *holding time*. Variasi konsentrasi doping Pb dilakukan untuk mengetahui berapa konsentrasi doping Pb untuk mendapatkan fraksi volum BiFeO_3 tinggi dan pengaruhnya terhadap parameter kisi dan kristal BiFeO_3 .

Sintesis bahan dilakukan dengan variasi bahan Fe murni dan Fe_2O_3 yang terbuat dari pasir besi dari daerah Blitar. Hal ini perlu dilakukan untuk mengetahui potensi pasir besi Blitar untuk dijadikan bahan yang memiliki nilai lebih sebagai bahan campuran bahan multiferroik $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$, yang nantinya dibandingkan dengan bahan Fe murni yang juga digunakan untuk campuran bahan multiferroik $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ yang dimana nilai jual Fe murni jauh lebih tinggi dari pada pasir besi. Pasir besi disintesis terlebih dahulu menjadi Fe_2O_3 dengan cara kopresipitasi dua kali, dengan menjaga suhu saat di stirrer maksimal sebesar 70°C . Hal tersebut dilakukan karena ion-ion Fe akan menguap jika panaskan lebih dari 70°C (Gufron, 2010).

Variabel-variabel yang lain juga perlu diperhatikan agar didapatkan fase Fe_2O_3 yang tinggi, seperti putaran stirrer yang konstan dimana pada sintesis ini digunakan putaran dengan kecepatan 65 rpm, suhu pengeringan sampel di dalam oven sebesar 70°C selama 5 jam, dan suhu kalsinasi sebesar 800°C dengan *holding time* selama 2 jam (Gufron, 2010). Berdasarkan hasil analisa data XRD terhadap sampel Fe_2O_3 yang telah disintesis, didapatkan persentase fase Fe_2O_3 yang di kopresipitasi satu kali sebesar 87% (Gambar 4.1), sedangkan saat dilakukan dua kali kopresipitasi didapatkan kandungan kandungan fasa Fe_2O_3 sebesar 100% (Gambar 4.2).

Sintesis sampel $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ dilakukan dengan cara *liquid mixing*. Terdapat parameter yang perlu diperhatikan dalam melakukan sintesis dengan cara *liquid mixing* agar dapat menghasilkan sampel dengan campuran yang sempurna tanpa

merusak perhitungan stokiometri reaksi kimia antara bahan-bahan penyusun sampel. Antara lain, memastikan bahan-bahan penyusun sampel telah terlarut sempurna menjadi larutan dengan dosis HNO_3 yang tepat sebelum dilakukan pencampuran semua bahan penyusun secara keseluruhan menjadi $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$. Dalam sintesis yang telah dilakukan, pelarutan PbO_2 sulit dilakukan. Meskipun sudah sesuai dengan perhitungan, konsentrasi maupun volume HNO_3 yang digunakan untuk melarutkan PbO_2 masih saja belum menghasilkan pelarutan PbO_2 yang maksimal, namun setelah ditambah 10 mL HNO_3 lagi ke dalam proses pelarutan, PbO_2 dapat larut dengan sempurna.

Hal tersebut juga terjadi pada Fe murni dan Fe_2O_3 , sehingga memerlukan penambahan HNO_3 pada saat proses pelarutan untuk melarutkan bahan tersebut dengan sempurna. Bahan PbO_2 , Fe, dan Fe_2O_3 yang sulit larut, memerlukan penambahan sejumlah volume HNO_3 untuk melarutkannya, sehingga membuat ketidaksesuaian dengan perhitungan kimia dan stokiometri, sehingga memungkinkan terjadi proses reaksi kimia yang tidak diharapkan, dan kemudian akan terbentuk fasa pengotor dalam sampel yang dihasilkan.

Pada proses pencampuran bahan-bahan penyusun sampel yang telah dilarutkan sebelumnya, juga perlu diperhatikan suhu pemanasan saat bahan-bahan di stirrer. Karena hal tersebut juga akan mempengaruhi pembentukan fasa sampel yang dibuat. Pb dan Bi mudah menguap, sehingga suhu pemanasan tidak boleh terlalu tinggi. Jika terlalu tinggi, Pb atau Bi akan menguap terlebih dulu dari pada Fe, sehingga massa dari Pb atau Bi akan berkurang dan akan semakin sedikit dari pada massa Fe, sehingga membuat stokiometri dan reaksi kimia dari pencampuran akan tidak setimbang, dan memungkinkan terbentuknya fase pengotor. Pada sintesis yang telah dilakukan, untuk menjaga suhu pencampuran tetap konstan sulit tercapai karena *hot plate stirrer* akan terus mengalami kenaikan suhu dan sulit mengalami penurunan suhu sehingga pada proses sintesis yang telah

dilakukan telah terjadi beberapa kali kenaikan suhu pencampuran lebih dari 50°C dan hampir mendekati 100°C. Parameter suhu sebesar 50°C diambil karena Pb, Bi dan Fe tidak akan mengalami penguapan pada suhu tersebut.

Selain dengan variasi bahan penyusun, bahan multiferroik $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$, variasi suhu kalsinasi dan *holding time* terhadap bahan multiferroik $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ juga perlu dilakukan agar dapat diketahui pada suhu berapa dan *holding time* berapa akan tercapai prosentase fraksi volum fasa $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ maksimal. Acuan penggunaan suhu kalsinasi dan *holding time*, disesuaikan dengan hasil DTA-TGA bahan BiFeO_3 , diagram fasa BiFeO_3 dan hasil penelitian sebelumnya.

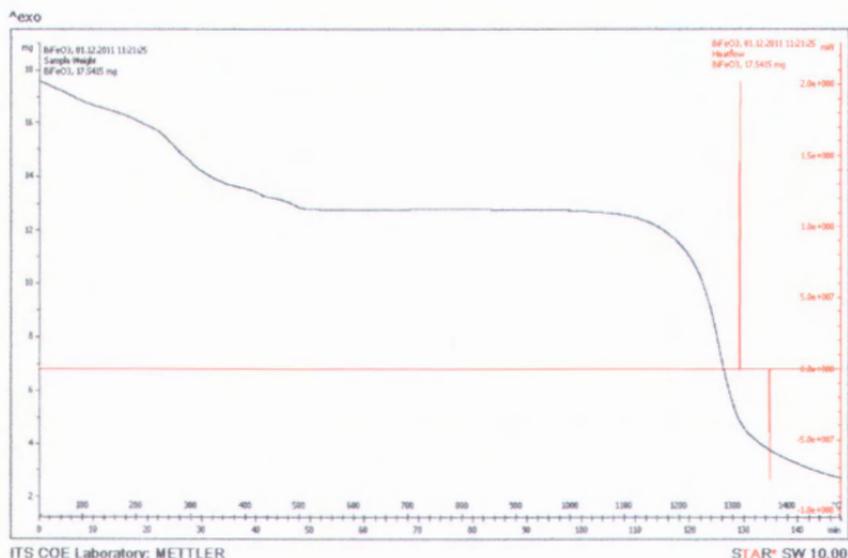
Perlakuan panas yang berbeda terhadap sampel, akan menghasilkan hasil yang berbeda pula. Dari hal tersebut, nantinya akan diketahui parameter perlakuan panas apa saja yang dapat membuat multiferroik BiFeO_3 memiliki *single fase* yang cukup tinggi dan kaitannya pengaruh doping Pb terhadap multiferroik BiFeO_3 . Perlakuan panas dengan suhu 600°C menghasilkan bahan yang berwarna coklat kehitaman, dan semakin besar suhu pemanasan, warna sampel semakin gelap. Selain itu, semakin lama *holding time* maka juga akan semakin gelap warna sampel tersebut.

4.3 Analisis Data

4.3.1 Tinjauan Analisa DTA-TGA

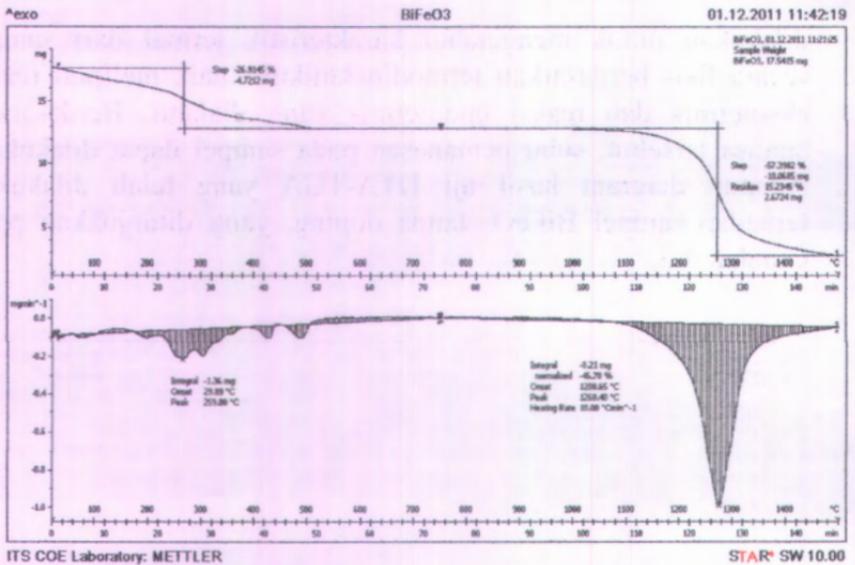
Hasil uji DTA-TGA dilakukan untuk untuk mengetahui perilaku sampel saat diberikan perlakuan panas. Karakterisasi multiferroik BiFeO_3 juga menggunakan DTA-TGA untuk mengetahui sifat feroelektrik dari bahan (De-Chang, 2009). Uji DTA-TGA pada penelitian ini digunakan untuk mengetahui pada suhu berapa multiferroik BiFeO_3 yang telah disintesis tanpa doping Pb mengalami proses pertumbuhan fasa secara maksimal. Analisis termal yang telah dilakukan dengan DTA-TGA

dilakukan untuk mengetahui karakteristik termal dari sampel secara fisis berdasarkan termodinamikanya baik meliputi reaksi eksotermis dan reaksi endotermis yang dialami. Berdasarkan analisa tersebut, suhu pemanasan pada sampel dapat dilakukan. Adapun diagram hasil uji DTA-TGA yang telah dilakukan terhadap sampel BiFeO_3 tanpa doping, yang ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil uji DTA-TGA dari sampel tanpa doping Pb (Sumber:Retno, 2012).

Berdasarkan hasil analisis pola difraksi pada serbuk BiFeO_3 tanpa doping yang disintesis dengan metode *liquid mixing*, disimpulkan bahwa fase BiFeO_3 belum terbentuk sehingga perlu diberikan *heat treatment*. Selanjutnya kurva DTA-TGA yang sudah dianalisa ditunjukkan pada Gambar 4.4. Berdasar Gambar 4.4, terlihat adanya dua kali penurunan massa secara signifikan, yaitu pada suhu 259,80°C dan 1268,40 °C.



Gambar 4.4 Kurva analisis DTA-TGA serbuk BiFeO₃ tanpa doping Pb (Sumber:Retno, 2012).

Gambar 4.4 menunjukkan kurva analisis termal pada sampel yang disintesis dari bahan dasar pasir besi tanpa doping. Kurva pada gambar 4.4 menunjukkan informasi tentang aliran panas (*heat flow*) yang terjadi pada serbuk serta kaitannya dengan reaksi eksotermis dan endotermis. Reaksi eksotermis dan endotermis berkaitan dengan kestabilan termodinamik serbuk dan karakterisasi suhunya. Kurva TG memberikan informasi tentang perubahan masa serbuk saat dipanaskan dengan kecepatan 100°C per menit. Masa awal serbuk sebesar 17,5415 mg. Pada suhu 259,80°C terjadi pengurangan massa (*weight loss*) sebesar 4,7212 mg. Pada suhu tersebut diperkirakan terjadi penguapan air sehingga terlepasnya ikatan mengurangi masa sampel. Rentang suhu antara 900°C hingga 1100°C tidak terjadi pengurangan massa bisa dikatakan reaksi yang terjadi masih stabil. Pada suhu 1268,40 °C serbuk kembali mengalami penurunan massa sebesar 8,21 mg.

Terjadinya kehilangan massa pada serbuk dapat diindikasikan dengan beberapa hal, yaitu terjadinya transformasi dengan pelepasan ikatan kimianya sehingga pada saat ikatannya lepas atomnya terpisah dan menjadikan massa atom relatif berubah. Kedua, menguapnya beberapa garam impuritas yang masih tersisa pada serbuk. Konsep perlakuan panas pada serbuk yang berdasarkan pada hasil DTA-TGA tidak hanya dilihat pada sebuah koordinat penurunan massa yang besar namun perlu dipertimbangkan pula dari segi termodinamikanya. Untuk itu tidak ada jaminan bahwa pada suhu tertentu yang mengindikasikan ada penurunan massa itu adalah transformasi fasa menjadi fasa yang diinginkan karena bisa jadi itu hanyalah hilangnya impuritas.

Jika dianalisa lebih lanjut pada rentang suhu 550°C sampai 900°C dapat diperkirakan terjadi kenaikan kurva yang menunjukkan adanya proses eksotermis yang menyebabkan adanya proses oksida pada suhu ini. Proses oksida memungkinkan terjadinya pengikatan oksigen atom Bi, Pb dan Fe karena adanya pelepasan oksigen oleh senyawa bahan dasar Bi_2O_3 , Fe_2O_3 dan PbO_2 untuk membentuk senyawa BiFeO_3 . Namun, pada rentang suhu ini juga memungkinkan adanya pengikatan oksigen berlebihan sehingga akan terbentuk BFO sekunder yang memiliki bilangan oksida besar seperti $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ dan $\text{Bi}_{46}\text{Fe}_2\text{O}_{72}$. Untuk itu, peran *holding time* yang tepat akan dapat berpengaruh besar dalam pembentukan fasa BiFeO_3 bukan justru menjadi fasa BFO sekunder. Untuk mendapatkan fraksi volum fasa BiFeO_3 yang lebih tinggi dapat diperoleh dengan pemanasan pada suhu rendah dan pemanasan cepat (~1jam) sehingga memperkecil kemungkinan terbentuknya fasa sekunder $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ dan $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{39}$. Walaupun begitu, fasa BiFeO_3 yang terbentuk pada suhu rendah ini merupakan fasa yang metastabil sehingga harus dihindari untuk perlakuan panas yang terlalu lama (Carvalho dan Tavares, 2008). *Holding time* yang terlalu lama memungkinkan terlalu banyak oksigen yang terlepas ataupun juga bisa terjadi terlalu banyak oksigen yang terikat kembali karena adanya proses oksidasi. *Holding time* yang juga terlalu pendek akan membuat

pelepasan oksigen oleh bahan dasar tidak dapat lepas secara sempurna sehingga pembentukan fasa BiFeO_3 juga tidak terbentuk secara sempurna, sehingga kontrol *holding time* yang tepat sangat penting. Fasa pengotor akan terbentuk ketika suhu dan oksigen tidak dikontrol secara akurat selama kristalisasi dari fasa BFO yang menyebabkan kinetika fasa formasi selalu menyebabkan tahapan impuritas lain di sistem Bi-Fe-O (Jong, 2005)

Pada rentang suhu 550°C sampai 900°C juga diperkirakan adanya transformasi fasa pada sampel dan terjadi reaksi kimia yang berkaitan dengan kristalisasi serbuk BiFeO_3 yang dapat di perkirakan berdasarkan diagram fasa $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$, yang menunjukkan pada suhu sekitar 600°C sudah terbentuk fasa BiFeO_3 dengan perbandingan mol Bi:Fe harus 1:1 (Gambar 2.5). Temperatur kristalisasi didominasi oleh reaksi kimia yang mana dapat dikontrol dengan pH level dan konten atom Bi selama proses kopresipitasi (Hua, et al, 2010). Pada rentang suhu 550°C sampai 900°C juga dapat diperkirakan terjadinya transisi fasa feroelektrik-paraelektrik dengan terjadinya reaksi eksotermis pada serbuk yang di asumsikan terjadi pada suhu 550°C sampai 900°C seperti yang ditunjukkan pada kurva DTA-TGA (Gambar 4.4). Untuk itu, pemilihan suhu yang digunakan adalah suhu 600°C karena pada suhu tersebut terjadi gejala proses eksotermis yang tinggi. Sedangkan suhu 750°C dipilih sesuai dengan penelitian sebelumnya dan sesuai kurva DTA-TGA maupun diagram fasa yang menunjukkan pada suhu ini terjadi proses reaksi eksotermis dan cenderung stabil. Selain itu, untuk mengetahui lebih lanjut keadaan sampel jika di berikan perlakuan panas, maka juga digunakan referensi suhu lain yaitu 550°C , 650°C , 700°C , 800°C , 850°C , dan 900°C .

Tinjauan terhadap energi potensial secara fisis juga harus dilakukan agar diketahui fasa apa yang akan terbentuk terlebih dahulu. Hal ini akan memberikan solusi *treatment* tambahan akan fasa tunggal yang diinginkan dapat diraih. Hasil uji termal perlu

dibandingkan dengan diagram fasa BFO. Berdasarkan diagram fasa pada suhu 600°C sampai 900°C terbentuk fasa α -BiFeO₃ kemudian ketika suhunya dinaikkan fasa alfa akan berubah menjadi beta. Hal ini juga menunjukkan bahwa transformasi fasa yang terjadi tidak mengurangi berat persen masing-masing komponen atau dengan kata lain tidak terjadi pengurangan massa. Transformasi fasa dapat terjadi dalam beberapa kemungkinan dan dugaan ini baru dapat dibuktikan dengan data yang ada. Menurut Fitriyah, 2011 menjelaskan bahwa pemberian pemanasan pada sampel akan jelas tujuannya, apakah hanya ingin mengurangi impuritas atau menginginkan terjadinya transformasi fasa pada kordinat yang tepat.

4.3.2 Tinjauan Analisis XRD Kuantitatif

Data yang diperoleh dari karakterisasi bahan dengan menggunakan XRD dihasilkan informasi fasa yang terbentuk yang telah disintesis dengan variasi doping Pb, bahan penyusun, suhu pemanasan, dan *holding time*. Identifikasi fasa Bi_(1-x)Pb_xFeO₃ dilakukan dengan proses *search and match* menggunakan *software Xpert Identify Graph*.

Hasil identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data dengan metode *Search and Match* yang telah dilakukan menunjukkan bahwa pada sampel masih terdapat fasa sekunder yang muncul di dalam sampel selain fasa BiFeO₃. Fasa tersebut antara lain Bi₂₅Fe₂O₄₀, Bi₂Fe₄O₉, Bi₂₄Fe₂O₃₉, Fe₂O₃, Pb₂O₃, dan Bi₂O₃. Fasa sekunder yang timbul diakibatkan beberapa faktor dalam proses sintesis. Seperti, proses pelarutan bahan dasar yang tidak sesuai dengan stoikiometri karena bahan sulit larut sehingga perlu menambahkan HNO₃ yang menyebabkan ketidaksesuaian volume yang dihitung dengan perhitungan stoikiometri sebelumnya. Proses pelarutan pada setiap bahan dasar juga seharusnya tidak sama satu sama lain karena jari-jari atom pada setiap bahan tidak sama. Atom Pb dan Bi yang jari-jarinya jauh

lebih besar dari pada Fe menyebabkan energi untuk memecahkan atom pada Pb dan Bi tidak sama dengan Fe.

Menurut Hua, et al., 2010 bahwa perbedaan sifat pada setiap komponen penyusun BiFeO_3 membuat pembentukan fasa BiFeO_3 sulit tercapai. Penguapan komponen Bi yang terjadi dengan mudah diawal sintesis karena rendahnya suhu penguapan garam bismuth dari pada komponen Fe sehingga Bi_2O_3 muncul kembali diakhir proses sebagai impuritas. Untuk itu, penambahan komposisi Bi_2O_3 akan memperbesar kemungkinan terbentuknya fasa BiFeO_3 . Dalam penelitian yang telah dilakukan oleh Hua (2010), penambahan komponen Bi menghasilkan komposisi BiFeO_3 terbanyak (88,5%) ketika komponen Bi ditambahkan 3% dari komposisi yang seharusnya menurut stoikiometri.

Solusi lain juga dapat dilakukan dengan mendoping komponen Bi pada BiFeO_3 dengan komponen yang memiliki jari-jari yang hampir sama dengan Bi, misalkan dengan Pb (jari-jari Bi=83 dan Pb=82). Pb diharapkan dapat masuk ke dalam posisi atom Bi dalam kristal BiFeO_3 , yang dimana menurut Hua (2010), komponen Bi sering hilang dari struktur kristal BiFeO_3 akibat rendahnya suhu penguapan garam bismuth. Untuk itu, adanya doping Pb tersebut akan memperbesar kemungkinan terbentuknya fasa BiFeO_3 . Namun permasalahannya, jika dilihat dari nomor atom, aturan konfigurasi elektron dan aturan dalam reaksi kimia, Pb dengan nomor atom 82 pada umumnya akan lebih stabil membentuk senyawa dengan bilangan oksida 2+, sedangkan Fe dengan nomor atom 26 akan lebih stabil membentuk senyawa dengan bilangan oksida 3+ atau 4+. Jika Pb didoping pada multiferroik BiFeO_3 akan membuat keseimbangan ion akan tidak stabil, sehingga akan memungkinkan membentuk fasa pengotor.

Impuritas dalam sintesis BiFeO_3 sulit dihindari karena transformasi fasa kinetik dalam sistem Fe_2O_3 - Bi_2O_3 sangat memungkinkan terjadinya impuritas selama proses (Felicia, et al, 2010). Fase pengotor seperti Bi_2O_3 , $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ (*mullite*) dan $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{39}$ (*sillenite*) adalah fase yang biasa terbentuk selama

sintesis. Adanya pengotor $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ dan $\text{Bi}_{46}\text{Fe}_2\text{O}_{72}$ juga akan terbentuk ketika suhu dan oksigen tidak dikontrol secara akurat selama kristalisasi dari fasa BFO yang menyebabkan kinetika fasa formasi selalu menyebabkan tahapan impuritas lain di sistem Bi-Fe-O (Jong, 2005). Fase pengotor mengubah stoikiometri dan menciptakan kekosongan oksigen. Selain itu oksida besi yang muncul selama pemrosesan dapat menghasilkan kebocoran arus yang tidak diinginkan untuk penggunaan praktis (Shami, et al, 2011). Untuk memperbaiki sifat dari BiFeO_3 yang rusak akibat adanya fasa pengotor yang sulit untuk dihindari, para peneliti pada umumnya mendoping BiFeO_3 dengan bahan yang memiliki sifat listrik atau sifat magnetik yang baik sehingga BiFeO_3 memiliki sifat multiferroik yang lebih sempurna. Namun, penambahan doping pada BiFeO_3 yang telah dilakukan dalam penelitian yang pernah dilakukan oleh para peneliti, masih belum didapatkan *single phase* BiFeO_3 sebesar 100% seperti yang telah dilakukan oleh Felicia (2010), K. Balamurugan (2009) dan S.J kim (2010) yang masih ditemukan fasa pengotor $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ dan $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{39}$.

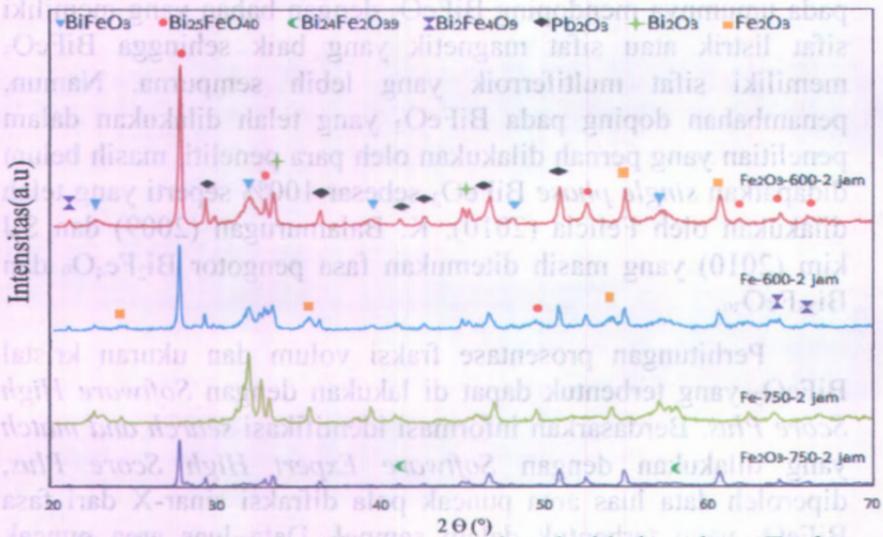
Perhitungan prosentase fraksi volum dan ukuran kristal BiFeO_3 yang terbentuk dapat dilakukan dengan *Software High Score Plus*. Berdasarkan informasi identifikasi *search and match* yang dilakukan dengan *Software Expert High Score Plus*, diperoleh data luas area puncak pola difraksi sinar-X dari fasa BiFeO_3 yang terbentuk dalam sampel. Data luas area puncak tersebut dapat digunakan untuk menentukan berapa besar prosentase fraksi volum BiFeO_3 dengan perhitungan sederhana. Dari perhitungan prosentase yang telah dilakukan, diperoleh beberapa hasil prosentase fraksi volum yang ditunjukkan pada Tabel 1 sampai 7 (lampiran A).

Perlakuan panas pada sampel disesuaikan dengan diagram fasa dan hasil DTA-TGA dari sampel BiFeO_3 dan diagram fasa yang menunjukkan suhu yang sama. Prosentase fraksi volum BiFeO_3 maksimal terjadi pada sampel dengan suhu pemanasan

750°C untuk sampel dengan $x=0,5$ dan 650°C untuk sampel $x=0,25$. Perlakuan panas dengan suhu tinggi dalam rentang suhu 550°C-900°C membuat prosentase volum BiFeO_3 semakin kecil.

a. Variasi Bahan Fe dan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dari Pasir Besi

Variasi bahan dasar Fe dan $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dari pasir besi yang digunakan memperlihatkan perbedaan hasil dari fasa yang terbentuk. Pada Sampel dengan variasi bahan dasar Fe, fasa BFO sekundernya lebih kecil dari sampel dengan variasi bahan dasar Fe_2O_3 seperti yang dijelaskan pada gambar d bawah ini.



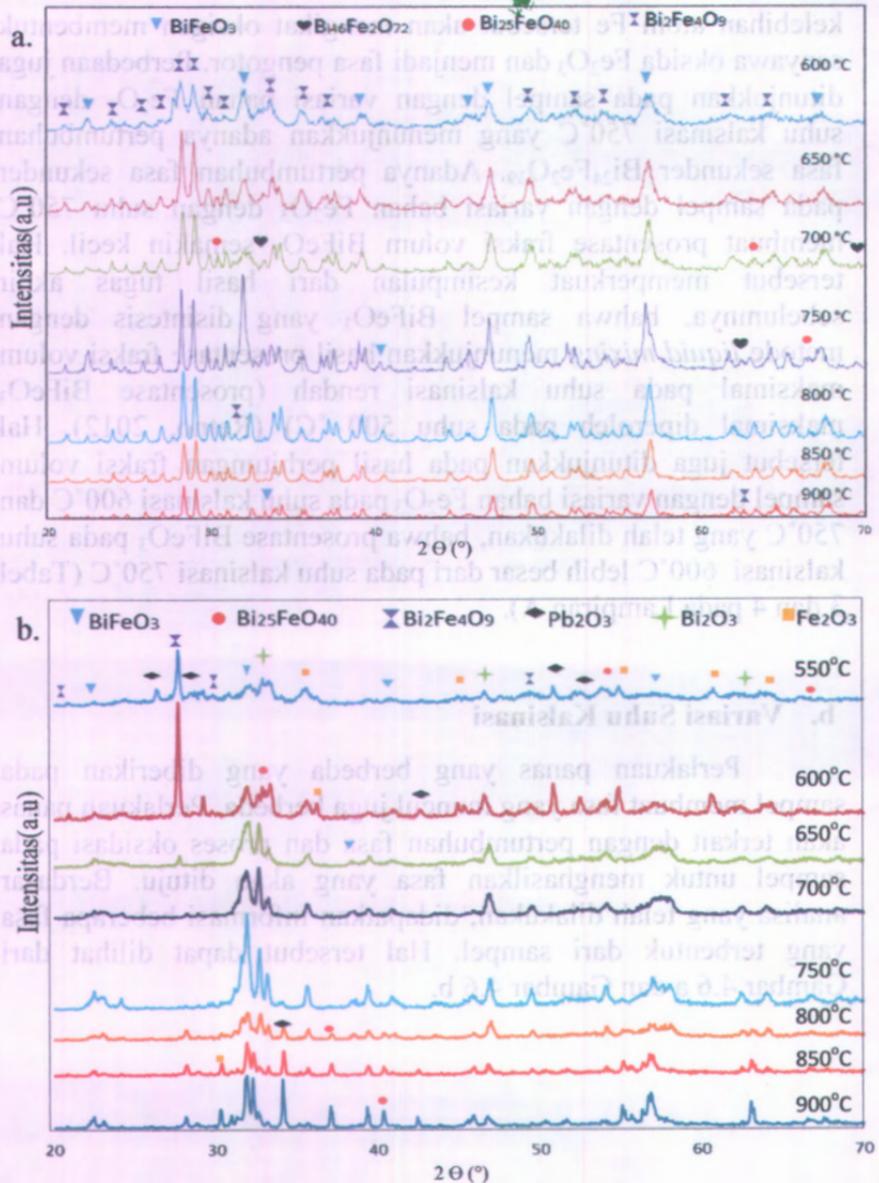
Gambar 4.5 Perbandingan sampel variasi bahan dasar Fe dan Fe_2O_3 , suhu kalsinasi 600°C - 750°C dan *holding time* 2 jam dengan variasi konsentrasi doping Pb $X=0,5$

Sampel dengan bahan Fe memperlihatkan masih adanya fase Fe_2O_3 yang terbentuk. Penguapan Bi dalam struktur kristal BiFeO_3 membuat stoikiometri tidak seimbang. Adanya atom Bi yang menghilang membuat pengikatan atom Fe tidak sempurna. Sedangkan Pb juga tidak dapat mengikat atom Fe secara sempurna karena pembentukan ion pada Pb lebih stabil +2 sedangkan Fe akan lebih stabil membentuk +3. Sehingga

kelebihan atom Fe tersebut akan mengikat oksigen membentuk senyawa oksida Fe_2O_3 dan menjadi fasa pengotor. Perbedaan juga ditunjukkan pada sampel dengan variasi bahan Fe_2O_3 dengan suhu kalsinasi 750°C yang menunjukkan adanya pertumbuhan fasa sekunder $\text{Bi}_{24}\text{Fe}_2\text{O}_{39}$. Adanya pertumbuhan fasa sekunder pada sampel dengan variasi bahan Fe_2O_3 dengan suhu 750°C membuat prosentase fraksi volum BiFeO_3 semakin kecil. Hal tersebut memperkuat kesimpulan dari hasil tugas akhir sebelumnya, bahwa sampel BiFeO_3 yang disintesis dengan metode *liquid mixing* menunjukkan hasil prosentase fraksi volum maksimal pada suhu kalsinasi rendah (prosentase BiFeO_3 maksimal diperoleh pada suhu 500°C) (Retno, 2012). Hal tersebut juga ditunjukkan pada hasil perhitungan fraksi volum sampel dengan variasi bahan Fe_2O_3 pada suhu kalsinasi 600°C dan 750°C yang telah dilakukan, bahwa prosentase BiFeO_3 pada suhu kalsinasi 600°C lebih besar dari pada suhu kalsinasi 750°C (Tabel 3 dan 4 pada Lampiran A).

b. Variasi Suhu Kalsinasi

Perlakuan panas yang berbeda yang diberikan pada sampel membuat fasa yang muncul juga berbeda. Perlakuan panas akan terkait dengan pertumbuhan fasa dan proses oksidasi pada sampel untuk menghasilkan fasa yang akan dituju. Berdasar analisa yang telah dilakukan, didapatkan informasi beberapa fasa yang terbentuk dari sampel. Hal tersebut dapat dilihat dari Gambar 4.6 a dan Gambar 4.6 b.



Gambar 4.6 Pola XRD dengan variasi suhu 550°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C dan 900°C dengan *holding time* 2 jam (a. sampel variasi doping Pb $x=0,25$. b. $x=0,5$)

Gambar 4.6 menunjukkan semakin besar suhu kalsinasi, semakin tajam dan sempit puncak pola XRD yang terbentuk yang memperlihatkan adanya pertumbuhan kristal. Hal tersebut menunjukkan pada suhu tersebut selain terjadi proses oksidasi, juga menunjukkan pertumbuhan fasa yang terbentuk, namun pertumbuhan fasa yang terbentuk lebih menuju pada fasa BFO sekunder serta ukuran kristal yang semakin besar. Suhu tersebut juga termasuk suhu *sintering* karena pada suhu dengan rentang suhu 550°C-900°C menunjukkan adanya pertumbuhan kristal yang baik yang ditunjukkan semakin tajamnya puncak saat diberikan suhu yang lebih tinggi.

Dekomposisi fasa BiFeO_3 menjadi fasa sekunder BiFeO_3 meningkat dengan meningkatnya suhu kalsinasi dan *holding time* (Retno, 2012). Pada suhu kalsinasi tinggi proses oksidasi terlalu besar, pelepasan oksigen dari bahan dasar (Bi_2O_3 , Fe_2O_3 , dan PbO_2) pada suhu range 550°C-900°C yang terjadi sampel sesuai hasil DTA-TGA sebelumnya berlangsung secara cepat karena proses oksidasi terlalu besar sehingga terjadi pengikatan oksigen dengan jumlah yang banyak oleh Bi dan Fe, untuk itu pada sampel terjadi pertumbuhan fasa sekunder dengan rumus kimia oksida besar seperti $\text{Bi}_{25}\text{Fe}_2\text{O}_{40}$, $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$, $\text{Bi}_{24}\text{Fe}_2\text{O}_{39}$. Fasa pengotor terbentuk ketika suhu kalsinasi tidak dikontrol secara akurat selama kristalisasi fasa BFO menyebabkan kinetika fasa formasi menimbulkan tahapan impuritas lain pada sistem Bi-Fe-O (Jong, 2005). Menurut Carvalho dan Tavares (2008) fasa BiFeO_3 yang lebih tinggi diperoleh dengan pemanasan pada suhu rendah dan pemanasan cepat (~1jam) sehingga memperkecil kemungkinan terbentuknya fasa sekunder $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ dan $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{39}$. Adanya pengikatan oksigen membuat struktur kristal BiFeO_3 tidak terbentuk dan membentuk struktur kristal yang lain. Pengikatan oksigen yang terlalu banyak membuat jumlah atom Bi dan Fe tidak seimbang dalam satu struktur kristal BiFeO_3 sehingga atom Bi dan Fe tidak sesuai dengan rumus kimia BiFeO_3 dan mengakibatkan jumlah atom Bi dan Fe bertambah sesuai dengan sejumlah oksigen berlebih yang diikat dalam satu kristal

tersebut. Berdasarkan area pembentukan BiFeO_3 dalam diagram fasa $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang sangat sempit (Gambar 2.5), kedua fasa $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ dan $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{39}$ merupakan impuritas yang biasa terbentuk dalam sintesis BiFeO_3 (Hua, et al, 2010).

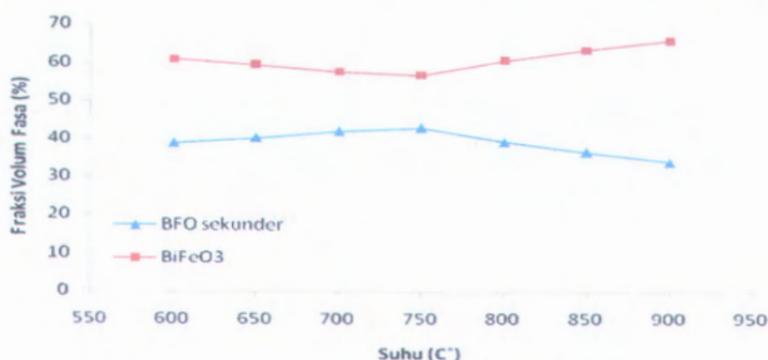
Berdasarkan analisa Gambar 4.6, pada suhu kalsinasi tinggi akan memungkinkan terbentuk struktur kristal BiFeO_3 yang maksimal dengan *holding time* yang lebih lama karena ada waktu lebih untuk melepaskan oksigen lagi setelah terikat kembali oleh atom Bi dan Fe. Hal tersebut juga memungkinkan doping Pb akan tersubsitusi secara sempurna, karena dari sintesis yang telah dilakukan dengan variasi *holding time* 2 jam pada sampel dengan doping Pb $x=0,5$ masih terdapat fasa Pb_2O_3 . Namun pada sampel dengan doping Pb $x=0,25$, Pb sudah tersubsitusi dengan sempurna pada suhu rendah.

Fase BFO sekunder $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ ditemukan pada sampel $x=0,25$ yang dikalsinasi pada suhu 600°C dan 650°C , sedangkan di atas suhu tersebut, terdapat fasa BFO sekunder yang lain. Fase sekunder timbul disebabkan oleh dekomposisi fase BiFeO_3 pada suhu tinggi (Carvalho dan Tavares, 2008). Fase sekunder, $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ terbentuk pada pemanasan diatas 675°C (Mukherjee, 1971). Untuk mendapatkan fasa BiFeO_3 yang lebih tinggi dapat diperoleh dengan pemanasan pada suhu rendah dan pemanasan cepat (~ 1 jam) sehingga memperkecil kemungkinan terbentuknya fasa sekunder $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ dan $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{39}$. Walaupun begitu, fasa BiFeO_3 yang terbentuk pada suhu rendah ini merupakan fasa yang metastabil sehingga harus dihindari untuk perlakuan panas yang terlalu lama (Carvalho dan Tavares, 2008).

Fasa bahan penyusun BiFeO_3 yang masih terdeteksi pada sampel dengan $x=0,5$ menunjukkan konsentrasi doping Pb $x=0,5$ terlalu banyak jika digunakan suhu kalsinasi dengan rentang sesuai hasil DTA-TGA dari sampel BiFeO_3 tanpa doping yang telah dilakukan sebelumnya. Konsentrasi doping Pb yang terlalu banyak membuat Bi dan Fe juga tidak tercampur dengan sempurna. Ion Pb yang lebih stabil dengan membentuk senyawa

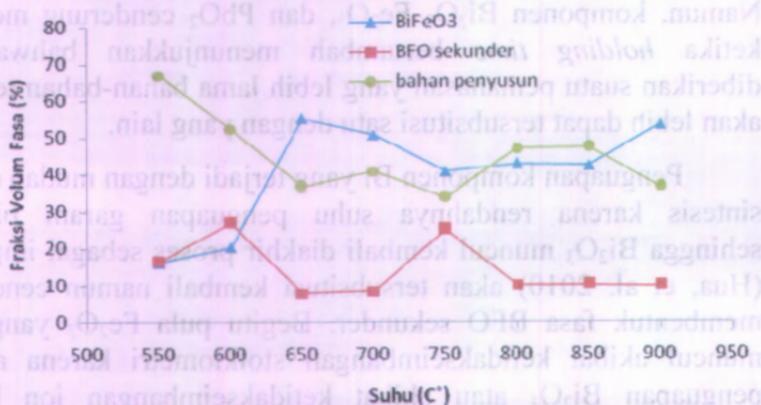
dengan bilangan oksida +2 membuat ion Bi dan Fe tidak seimbang karena Bi dan Fe lebih stabil dengan membentuk senyawa dengan bilangan oksida +3. Hal tersebut membuat pengikatan ion-ion antara Bi dan Fe tidak terjadi secara sempurna sehingga dari hasil XRD pada sampel dengan variasi konsentrasi doping Pb $x=0,5$, Bi dan Fe juga masih terdeteksi karena tidak saling berinteraksi karena ketidakseimbangan ion yang terjadi. Namun, komponen Bi_2O_3 , Fe_2O_3 , dan PbO_2 cenderung menurun ketika *holding time* bertambah menunjukkan bahwa saat diberikan suatu pemanasan yang lebih lama bahan-bahan tersebut akan lebih dapat tersubsitisi satu dengan yang lain.

Penguapan komponen Bi yang terjadi dengan mudah diawal sintesis karena rendahnya suhu penguapan garam bismuth sehingga Bi_2O_3 muncul kembali diakhir proses sebagai impuritas (Hua, et al, 2010) akan tersubsitisi kembali namun cenderung membentuk fasa BFO sekunder. Begitu pula Fe_2O_3 yang juga muncul akibat ketidakseimbangan stoikiometri karena adanya penguapan Bi_2O_3 atau akibat ketidakseimbangan ion karena adanya doping Pb, juga menurun karena semakin banyak atom Fe yang tersubsitisi, namun cenderung membentuk fasa BFO sekunder.



Gambar 4.7 Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C bahan dasar Fe, *holding time* 2 jam, $x=0,25$

Variasi suhu yang dipakai juga memperlihatkan bahwa semakin besar suhu kalsinasi, maka semakin kecil fraksi volum fasa BiFeO_3 . Hal tersebut juga diakibatkan karena adanya proses pengikatan oksigen berlebih oleh atom Bi dan Fe sehingga menghasilkan fasa BFO sekunder yang telah dijelaskan sebelumnya. Pada sampel dengan variasi $x=0,25$ tidak ditemukan fasa bahan penyusun seperti pada sampel dengan $x=0,5$.



Gambar 4.8 Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel variasi suhu 550°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C bahan dasar Fe, *holding time* 2 jam, $x=0,5$

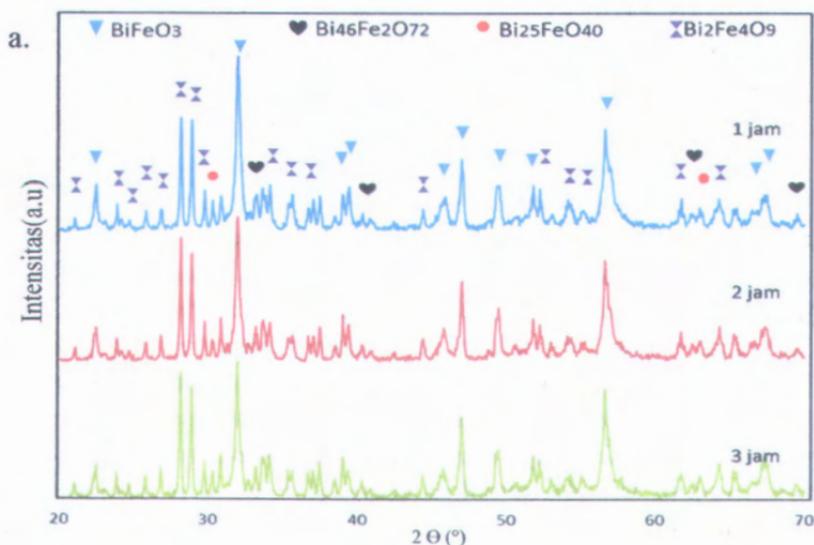
Sampel dengan $x=0,5$ memperlihatkan hasil yang cenderung linear antara kenaikan suhu dan kenaikan fraksi volum total fasa BFO (BiFeO_3 dan BFO sekunder) yang terbentuk. Semakin besar suhu yang diberikan pada sampel, semakin sedikit fasa bahan penyusun. Artinya semakin besar suhu, semakin banyak bahan penyusun yang tersubsitisi.

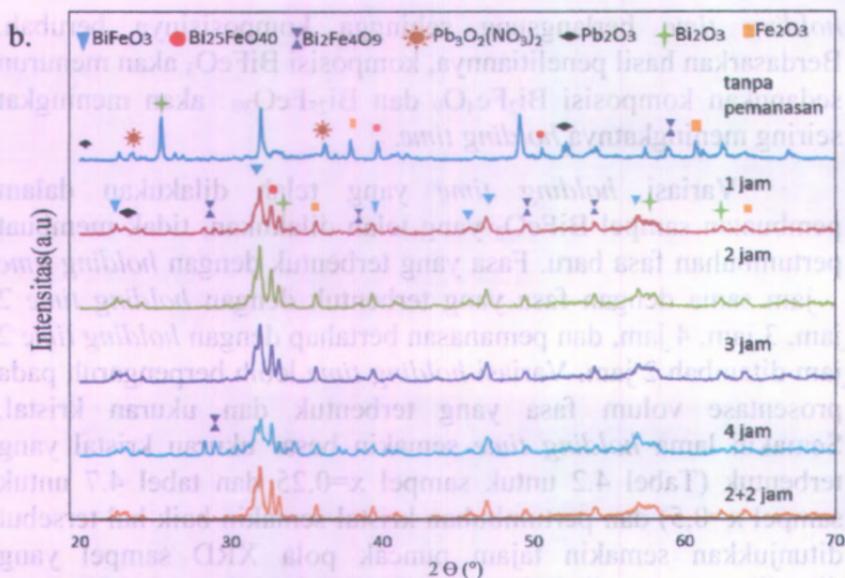
a. Variasi *Holding Time*

Pengaruh *holding time* terhadap pembentukan fasa BFO telah diteliti Carvalho dan Tavares (2008) dalam penelitiannya tentang kestabilan termodinamik BiFeO_3 yang disintesis dengan metode sol-gel. BiFeO_3 mengalami dekomposisi fasa selama

holding time berlangsung sehingga komposisinya berubah. Berdasarkan hasil penelitiannya, komposisi BiFeO_3 akan menurun sedangkan komposisi $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ dan $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{39}$ akan meningkat seiring meningkatnya *holding time*.

Variasi *holding time* yang telah dilakukan dalam pembuatan sampel BiFeO_3 yang telah dilakukan, tidak membuat pertumbuhan fasa baru. Fasa yang terbentuk dengan *holding time* 1 jam sama dengan fasa yang terbentuk dengan *holding time* 2 jam, 3 jam, 4 jam, dan pemanasan bertahap dengan *holding time* 2 jam ditambah 2 jam. Variasi *holding time* lebih berpengaruh pada prosentase volum fasa yang terbentuk dan ukuran kristal. Semakin lama *holding time* semakin besar ukuran kristal yang terbentuk (Tabel 4.2 untuk sampel $x=0,25$ dan tabel 4.7 untuk sampel $x=0,5$) dan pertumbuhan kristal semakin baik hal tersebut ditunjukkan semakin tajam puncak pola XRD sampel yang dihasilkan saat dilakukan karakterisasi dengan XRD yang ditunjukkan pada Gambar 4.9 a dan 4.9 b.



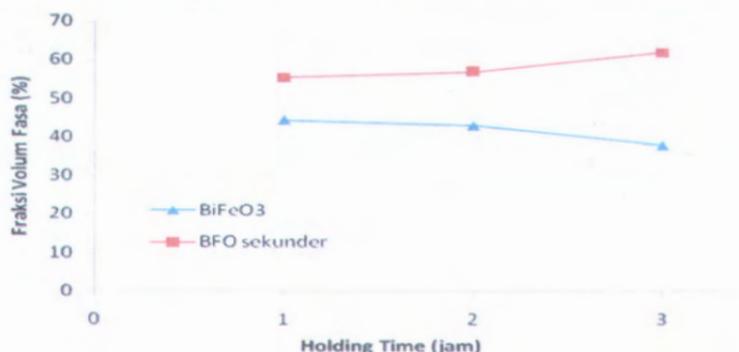


Gambar 4.9 Pola XRD sampel pada suhu 750°C variasi *holding time* (a) variasi konsentrasi Pb $x=0,25$, (b) sampel variasi $x=0,5$

Semakin lama *holding time*, fraksi volum BiFeO₃ semakin kecil. Hal tersebut dapat dilihat pada tabel 1 untuk $x=0,25$ dan Tabel 6 untuk $x=0,5$ pada Lampiran A. Sampel yang tidak diberikan perlakuan panas memperlihatkan adanya fasa BiFeO₃ namun prosentase fraksi volumnya sangat kecil. Hal tersebut menunjukkan bahwa perlakuan panas sangat penting untuk pertumbuhan fasa sampel yang akan dibuat karena terkait dengan pertumbuhan fasa dan proses oksida (Palai et al,2008). Pada saat sampel diberikan perlakuan panas, pertumbuhan fasa BiFeO₃ yang akan dituju semakin besar, namun tidak berlaku pada saat di*holding time* dengan waktu lama secara langsung. Semakin lama *holding time* secara langsung maka prosentase fraksi volum BiFeO₃ semakin kecil. Hal tersebut terjadi karena semakin lama *holding time* pada suhu rendah akan terjadi pengikatan oksigen kembali oleh atom Bi dan Fe dengan jumlah yang lebih banyak sehingga fasa sekunder dengan rumus kimia oksida yang lebih besar dari BiFeO₃ seperti Bi₂₅Fe₂O₄₀, Bi₂Fe₄O₉,

$\text{Bi}_{24}\text{Fe}_2\text{O}_{39}$ fraksi volumenya semakin besar. Pada suhu rendah, *holding time* yang tidak terlalu lama akan lebih maksimal. Namun, pada sampel dengan perlakuan *holding time* 2 jam ditambah 2 jam menghasilkan fraksi volum yang besar. Hal tersebut memperlihatkan hasil fraksi volum BiFeO_3 yang paling maksimal dari sampel dengan konsentrasi doping $\text{Pb } x=0,5$ yang disintesis dengan metode *liquid mixing* variasi *holding time*. Idealnya *holding time* adalah 2 sampai 3 jam baik dilakukan secara langsung maupun bertahap (Fitriyah, 2011).

Berdasarkan hasil perhitungan prosentase fraksi volum dapat diketahui pengaruh *holding time* terhadap jumlah prosentase dari fasa yang terbentuk. Hal tersebut dapat dilihat dari Gambar 4.10 sampai Gambar 4.13.

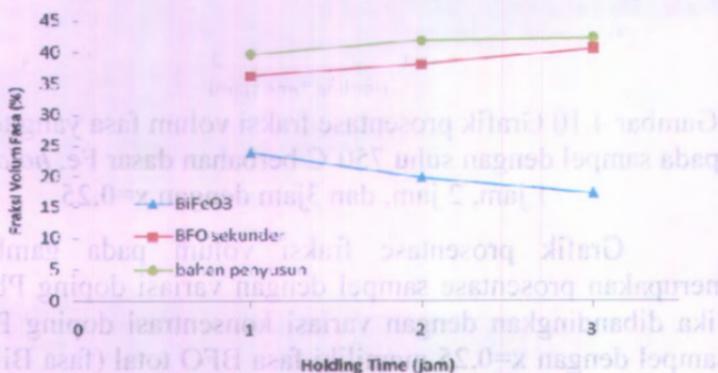


Gambar 4.10 Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan suhu 750°C berbahan dasar Fe, *holding time* 1 jam, 2 jam, dan 3jam dengan $x=0,25$

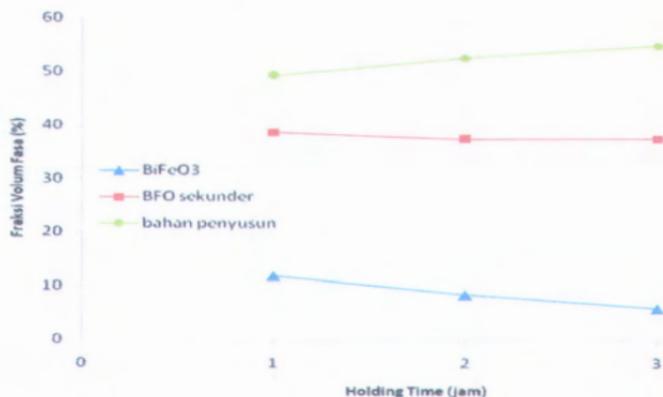
Grafik prosentase fraksi volum pada gambar 4.10 merupakan prosentase sampel dengan variasi doping $\text{Pb } x=0,25$. Jika dibandingkan dengan variasi konsentrasi doping $\text{Pb } x=0,5$, sampel dengan $x=0,25$ memiliki fasa BFO total (fasa BiFeO_3 dan fasa BFO sekunder) di atas 90%. Pada sampel juga tidak ditemukan fasa dari bahan penyusun seperti Bi_2O_3 , Fe_2O_3 dan Pb_2O_3 . Variasi *holding time* 1 jam, 2 jam, 3 jam dengan suhu kalsinasi 750°C memperlihatkan adanya perubahan prosentase

fraksi volum fasa yang terbentuk. Semakin lama *holding time*, fraksi volum BiFeO_3 semakin kecil.

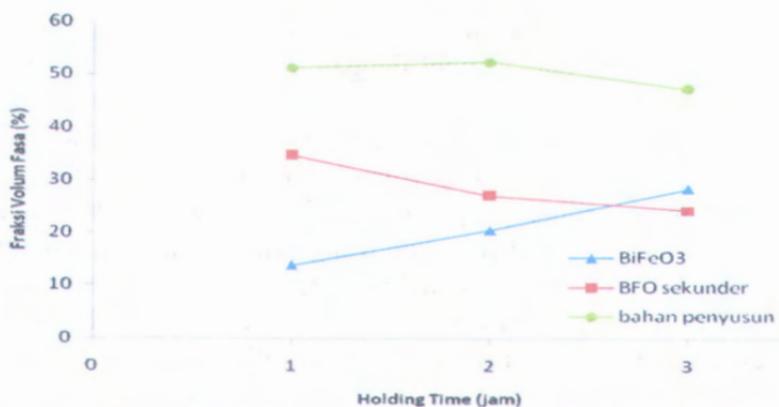
Penurunan prosentase BiFeO_3 terjadi karena semakin lama *holding time*, maka proses penangkapan oksigen oleh atom Bi dan Fe akan semakin besar. Semakin lama Oksidasi maka semakin banyak oksigen yang dilepas oleh bahan penyusun kemudian terjadi pengikatan oksigen kembali oleh atom Bi dan Fe dengan jumlah yang banyak membentuk BFO sekunder. Suhu 750°C masih kurang untuk membuat semua oksigen terlepas ke udara maka oksigen di ikat kembali oleh BiFeO_3 yang sudah terbentuk. Hal tersebut membuat struktur Kristal BiFeO_3 tidak seimbang karena terlalu banyak oksigen yang diikat kembali. Karena terlalu banyak oksigen yang diikat maka atom Bi dan Fe yang lain juga diikat sehingga terbentuk fasa sekunder yang memiliki rumus kimia dengan oksida yang besar seperti $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$, $\text{Bi}_{25}\text{Fe}_2\text{O}_{40}$, dan $\text{Bi}_{46}\text{Fe}_2\text{O}_{72}$. Sampel dengan $x=0,5$ memiliki prosentase fraksi volum yang lebih besar dari pada sampel dengan $x=0,25$. Adapun prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan $x=0,5$ akibat pengaruh *holding time* dan variasi suhu kalsinasi terdapat pada Tabel 3 sampai 7 pada Lampiran A.



Gambar 4.11 Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan suhu 600°C berbahan dasar Fe_2O_3 , *holding time* 1 jam, 2 jam, dan 3 jam dengan $x=0,5$.



Gambar 4.12 Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan suhu 750°C berbahan dasar Fe_2O_3 , *holding time* 1 jam, 2 jam, dan 3 jam dengan $x=0,5$.



Gambar 4.13 Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan suhu 600°C berbahan dasar Fe , *holding time* 1 jam, 2 jam, dan 3 jam, dengan $x=0,5$.



Gambar 4.14 Grafik prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan suhu 750°C berbahan dasar Fe, *holding time* 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, dan 2+2 jam dengan $x=0,5$

Gambar 4.14 menunjukkan prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk dari sampel dengan variasi bahan Fe dan Fe_2O_3 yang diberikan perlakuan panas 600°C dan 750°C dengan *holding time* 1 jam sampei 4 jam dan pemanasan bertahap 2 jam ditambah 2 jam. Analisa XRD dari sampel dengan variasi bahan Fe dan Fe_2O_3 memperlihatkan perbedaan fasa yang terbentuk maupun besar prosentase fraksi volum yang telah dihitung. Penggunaan bahan Fe dan Fe_2O_3 menghasilkan reaksi yang berbeda saat dilarutkan dengan HNO_3 , sehingga fasa yang terbentuk juga berbeda. Dari analisa data yang telah dilakukan, sintesis BiFeO_3 akan menghasilkan prosentase fraksi volum fasa yang maksimal jika menggunakan Fe murni daripada Fe_2O_3 yang telah disintesis dari pasir besi. Hal tersebut juga sama dengan sintesis BiFeO_3 dengan metode *liquid mixing* yang telah dilakukan Retnowati (2011) yang menunjukkan bahwa komposisi BiFeO_3 terbanyak pada sampel dari bahan dasar Fe murni, hal tersebut karena Fe^{3+} dalam serbuk Fe dapat mudah terlarut semua dalam HNO_3 , sehingga mempermudah pembentukan fasa BiFeO_3 dan kesalahan stoikiometri dapat diminimalisir karena pelarutan Fe tidak membutuhkan penambahan volume HNO_3 dalam jumlah banyak.

Hasil perhitungan prosentase volum fasa yang terbentuk yang telah dilakukan pada sampel dengan $x=0,5$ menunjukkan bahwa semakin lama *holding time*, maka semakin sedikit fasa bahan penyusun yang terdeteksi. Namun karena variasi suhu 600°C dan 750°C kurang tinggi untuk membuat semua bahan penyusun mengalami oksidasi untuk dapat mengalami substitusi dengan bahan lain membentuk fasa BiFeO_3 . Sampel yang telah dibuat dengan variasi doping Pb $x=0,5$ dan suhu 600°C - 750°C memungkinkan akan mengalami oksidasi dan bahan-bahan penyusun akan membentuk fasa BiFeO_3 yang lebih sempurna jika di *holding time* lebih lama. Namun, pada kenyataannya hal tersebut tidak dapat terjadi. Terlihat saat diberikan *holding lebih lama*, prosentase fraksi volum BiFeO_3 semakin kecil dan fasa sekunder seperti $\text{Bi}_{25}\text{Fe}_2\text{O}_{40}$ dan $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ menjadi lebih besar. Hal tersebut di akibatkan karena beberapa hal, antara lain stoikiometri yang salah menyebabkan tidak terjadinya keseimbangan kimia sehingga perbandingan massa Bi dan Fe yang seharusnya berbanding 1:1 tidak tercapai. Selain itu, doping Pb $x=0,5$ terlalu besar sehingga terjadi ketidakseimbangan ion-ion yang membuat ikatan ion antara bahan penyusun tidak tercapai secara sempurna. Fasa bahan penyusun tersubstitusi membentuk fasa BFO sekunder karena ada kemungkinan adanya pengikatan oksigen kembali oleh atom-atom Bi dan Fe dengan jumlah yang banyak sehingga membentuk fasa dengan bilangan oksida yang besar.

Stoikiometri dan keseimbangan ion yang tidak tercapai membuat sampel saat diberikan *holding time* yang semakin lama mengalami proses oksidasi yang tidak sempurna pula seperti yang telah dijelaskan sebelumnya. Proses oksidasi yang tidak sempurna memungkinkan terjadinya pengikatan kembali oksigen sehingga akan terbentuk fasa sekunder dengan bilangan oksida yang besar. Proses oksidasi yang tidak sempurna juga mengakibatkan pertumbuhan fasa dan kristalisasi berlangsung secara tidak sempurna. Variasi *holding time* belum menghasilkan sampel dengan $x=0,5$ yang cukup baik. Untuk itu dilakukan perlakuan

panas dengan variasi suhu sesuai hasil DTA-TGA dan diagram fasa.

Dalam penelitian ini menunjukkan bahwa pemanasan bertahap dengan kelipatan lama pemanasan konstan (misalkan bertahap setiap 2 jam) mampu memberikan komposisi jumlah fasa BiFeO_3 lebih baik dari pada pemanasan langsung, dan jumlahnya paling maksimal yaitu sebesar 58,35%. Akan tetapi harus memperhatikan dekomposisi BiFeO_3 . *Holding time* ini berkaitan dengan pemberian kesempatan bagi atom-atom untuk menyusun diri membentuk fasa yang lebih stabil. Walaupun dengan metode pemanasan ini belum mampu meminimalkan pembentukan fasa sekunder BFO.

Holding time yang lama memungkinkan akan lebih maksimal saat digunakan pada suhu kalsinasi tinggi. Karena pada suhu tinggi terjadi proses oksidasi yang terlalu besar sehingga memungkinkan adanya pengikatan oksigen kembali oleh atom Bi, Fe, dan Pb dengan jumlah yang besar sehingga terbentuk fasa sekunder seperti $\text{Bi}_{25}\text{Fe}_2\text{O}_{40}$, $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$, $\text{Bi}_{24}\text{Fe}_2\text{O}_{39}$. Pada suhu tinggi jika digunakan *holding time* yang lebih lama akan memungkinkan akan terjadi pelepasan oksigen kembali, sehingga dapat mengurangi fasa BFO sekunder. Selain itu, pada sampel dengan variasi konsentrasi doping Pb $x=0,5$ juga akan memungkinkan membuat bahan penyusun yang sebelumnya masih terdeteksi akan tersubsitusi lebih sempurna.

Hasil *Search and Match* menjelaskan semakin besar konsentrasi doping Pb maka semakin sedikit fasa BFO sekunder yang muncul namun masih terdeteksi adanya fasa bahan penyusun dari sampel. Hal tersebut menjelaskan bahwa semakin banyak konsentrasi Pb membuat reaksi kimia semakin tidak setimbang. Pada sampel dengan doping Pb dengan $x=0,5$ terlihat adanya dekomposisi bahan dasar penyusun BiFeO_3 sedangkan sampel dengan doping Pb dengan $x=0,25$ hanya terdapat fasa sekunder $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$, $\text{Bi}_{25}\text{Fe}_2\text{O}_{40}$, dan $\text{Bi}_{46}\text{Fe}_2\text{O}_{72}$. Hal tersebut dapat

dilihat dari hasil perhitungan fraksi volum beberapa fasa yang terdeteksi dalam Tabel 1 sampai Tabel 7 di bagian lampiran B.

Pengaruh suhu kalsinasi dan *holding time* terhadap sampel dengan variasi doping Pb $x=0,5$ tidak terlalu berdampak besar terhadap fasa bahan penyusun seperti Bi_2O_3 , Fe_2O_3 dan Pb_2O_3 yang terdeteksi. Semakin besar suhu kalsinasi dan *holding time* fasa bahan penyusun semakin sedikit meskipun dalam jumlah yang sangat kecil. Hal tersebut memperlihatkan bahwa semakin banyak bahan penyusun yang tersubsitusi satu sama lain saat diberikan perlakuan panas dengan suhu yang lebih tinggi dan *holding time* yang lebih lama. Hal tersebut dipertegas dengan analisa data dan perhitungan prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk dengan *software high score plus* pada Lampiran A Tabel 1 sampai Tabel 7.

4.3.3 Tinjauan Analisa XRD Kualitatif (Ukuran Kristal)

Variasi suhu dan *holding time* juga berpengaruh terhadap ukuran kristal yang terbentuk. Hal tersebut dapat dilihat dari perhitungan ukuran kristal dari data FWHM yang dihasilkan dari proses *search and match* dengan *software high score plus*. Ukuran kristal yang terbentuk tersaji dalam Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe, $X=0,25$.

t (jam)	BiFeO_3	Ukuran (nm)
1 jam	44,41	86.97
2 jam	43,04	93.98
3 jam	37,94	115.93

Tabel 4.3 Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C dengan bahan dasar Fe, *holding time* 2 jam, X=0,25

T (C°)	BiFeO ₃	Ukuran (nm)
600	38,95	53.39
650	40,35	75.69
700	42,11	87.54
750	43,00	93.16
800	39,30	103.34
850	36,49	107.77
900	33,99	112.21

Pada sampel dengan $x=0,25$ terlihat bahwa ukuran kristal BiFeO₃ semakin besar seiring dengan naiknya *holding time*. Hal tersebut menunjukkan adanya pertumbuhan kristal BiFeO₃. Selain itu, semakin besar suhu kalsinasi, semakin besar pula ukuran kristal yang terbentuk. Pada rentang suhu 600C°- 900C° yang ditentukan dari hasil DTA-TGA sebelumnya, terjadi pertumbuhan kristal yang ditunjukkan dari ukuran kristal yang semakin besar. Namun tidak berarti pada suhu tersebut terjadi pertumbuhan fasa, karena dari hasil perhitungan fraksi volum BiFeO₃ yang telah dilakukan sebelumnya memperlihatkan penurunan seiring kenaikan suhu yang diberikan terhadap sampel.

Pada sampel yang telah disintesis terjadi pertumbuhan kristal saat suhu dinaikkan, namun oksidasi yang tidak sempurna membuat pertumbuhan fasa BiFeO₃ tidak terbentuk dan terbentuk fasa BFO sekunder yang lain. Dengan kata lain, saat diberikan suhu yang lebih tinggi terjadi transformasi fasa dari BiFeO₃ menjadi fasa sekunder dengan bilangan oksidasi yang lebih besar. Hal tersebut juga terjadi saat *holding time* yang lebih lama. Pada dasarnya *holding time* tidak terlalu berpengaruh terhadap terjadinya transformasi fasa karena *holding time* hanya berpengaruh terhadap pertumbuhan kristal, namun saat diberikan

holding time yang lebih lama, terjadi pengikatan oksigen kembali oleh atom Bi dan Fe yang menyebabkan adanya pembentukan fasa sekunder.

Tabel 4.4 Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C dengan bahan dasar Fe_2O_3 , $X=0,5$

t (jam)	BiFeO_3	Ukuran (nm)
1 jam	23,91	29.31
2 jam	19,84	33.35
3 jam	17,25	41.02

Tabel 4.5 Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe_2O_3 , $X=0,5$

t (jam)	BiFeO_3	Ukuran (nm)
1 jam	11,91	40.61
2 jam	8,46	45.73
3 jam	5,93	69.28

Tabel 4.6 Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C dengan bahan dasar Fe, $X=0,5$

T (jam)	BiFeO_3	Ukuran (nm)
1 jam	13,86	55.38
2 jam	20,49	77.11
3 jam	28,38	79.74

Tabel 4.7 Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe, X=0,5

t (jam)	BiFeO ₃	Ukuran (nm)
-	13,48	97.31
1 jam	38,96	57.66
2 jam	40,81	67.12
3 jam	41,71	66.47
4 jam	39,02	87.09
2+2 jam	58,35	77.91

Tabel 4.8 Data ukuran kristal yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 550°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C dengan bahan dasar Fe, holding 2 jam, X=0,5

T(C°)	BiFeO ₃	Ukuran (nm)
550	16,27	37.13
600	20,49	37.11
650	55,24	38.59
700	50,85	49.82
750	40,81	57.12
800	42,79	65.55
850	42,43	75
900	53,56	81.67

Pertumbuhan kristal juga terjadi pada sampel dengan $x=0,5$. Perbedaan dengan sampel dengan $x=0,25$, ukuran kristal BiFeO₃ sampel dengan $x=0,5$ relatif lebih kecil. Hal tersebut terkait oleh besar konsentrasi doping. Doping menyebabkan adanya penurunan kisi kristal BiFeO₃. Hal tersebut terkait dengan jari-jari Pb yang lebih kecil daripada Bi. Semakin besar konsentrasi doping, semakin kecil kisi kristal yang terbentuk. Substitusi Pb pada posisi Bi dalam struktur kristal, membuat kisi

antara ikatan Bi semakin kecil sehingga membuat ukuran kristal BiFeO_3 semakin kecil.

4.4 Perbandingan Bahan Multiferroik BiFeO_3 dengan Doping dan Tanpa Doping

Hasil analisa bahan multiferroik BiFeO_3 dengan doping Pb ($\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$) yang telah disintesis menghasilkan beberapa kesimpulan tentang parameter untuk mensintesis bahan multiferroik yang didoping Pb. Dari hasil analisa, pada variasi suhu 750°C dengan variasi hoding time 2 ditambah 2 jam, memiliki prosentase fase BiFeO_3 yang tinggi dari pada yang lain, yaitu sebesar $\sim 58\%$.

Tujuan dari doping Pb pada tugas akhir ini yaitu untuk mensubsitusi komponen Bi yang hilang dari strukur kristal BiFeO_3 akibat rendahnya suhu penguapan garam bismuth. Subsitusi Pb terhadap komponen Bi yang menguap akan memperbesar kemungkinan terbentuknya fasa BiFeO_3 . Namun, permasalahannya, Pb pada umumnya akan lebih stabil membentuk senyawa dengan bilangan oksida $2+$, sedangkan Fe akan lebih stabil membentuk senyawa dengan bilangan oksida $3+$ atau $4+$. Jika Pb didoping pada multiferroik BiFeO_3 akan membuat keseimbangan ion akan tidak stabil, sehingga akan memungkinkan membentuk fasa pengotor.

Perbedaan yang sangat mencolok pada hasil fraksi volum fasa total BFO pada sampel dengan $x=0,25$ dan sampel dengan $x=0,5$. Pada sampel $x=0,25$ tidak terdeteksi fasa bahan penyusun. Hal tersebut membuktikan bahwa doping Pb dapat membantu substitusi bahan penyusun. Jika dibandingkan dengan BiFeO_3 tanpa doping yang sebelumnya telah dilakukan, yang masih terdeteksi bahan penyusun meskipun dalam jumlah yang sangat kecil. Namun jumlah konsentrasi doping yang terlalu banyak, akan membuat bahan penyusun masih belum bisa tersubsitusi dengan baik. Hal tersebut dapat dilihat dari sampel

dengan $x=0,5$ yang masih terdeteksi bahan penyusun. Hal tersebut disebabkan karena Pb merusak keseimbangan ion, sehingga membuat substitusi antara atom-atom tidak terbentuk secara sempurna dan menyebabkan fasa bahan penyusun masih terdeteksi dalam pengamatan pola XRD.

Doping Pb akan menyusutkan kisi kristal BiFeO_3 sehingga akan membuat ikatan antara atom-atom penyusun terikat lebih kuat dari pada susunan kristal sampel BiFeO_3 tanpa doping. Namun jika doping Pb terlalu banyak, penyusutan kisi akan terlalu besar sehingga akan dapat membuat ikatan atom-atom bahan penyusun akan tidak stabil dan terlepas, sehingga saat di karakterisasi dengan XRD, fasa bahan penyusun masih terdeteksi pada bahan dengan $x=0,5$ sedangkan pada sampel dengan $x=0,25$ tidak terdeteksi.

Selain fasa bahan penyusun yang masih terdeteksi, perbedaan juga terjadi pada fasa sekunder. Pada sampel dengan $x=0,25$ fraksi volum fasa sekunder lebih banyak dari pada sampel dengan $x=0,5$. Hal tersebut terjadi karena masih belum terjadi keseimbangan reaksi antara bahan-bahan penyusun dan kemungkinan terjadi pengikatan kembali oksigen oleh atom Bi dan Fe. Fasa sekunder pada sampel dengan $x=0,25$ maupun $x=0,5$ meningkat seiring kenaikan suhu dan *holding time*, dan hal tersebut juga terjadi pada sampel dengan bahan BiFeO_3 tanpa doping. Hasil penelitian dari Retno (2012) yang telah melakukan sintesis BiFeO_3 tanpa doping dengan metode *liquid mixing*, juga membuktikan bahwa terjadi dekomposisi fasa BiFeO_3 menjadi fasa sekunder BiFeO_3 meningkat dengan meningkatnya suhu kalsinasi dan *holding time*.

Hasil analisa $\text{Bi}_{(1-x)}\text{Pb}_x\text{FeO}_3$ memperlihatkan adanya peningkatan prosentase fasa BiFeO_3 dibandingkan dengan bahan multiferroik BiFeO_3 tanpa doping. Hal tersebut dapat dibandingkan dengan hasil tugas akhir sebelumnya yang disintesis dengan metode *liquid mixing*, yang disajikan dalam Tabel 4.9.

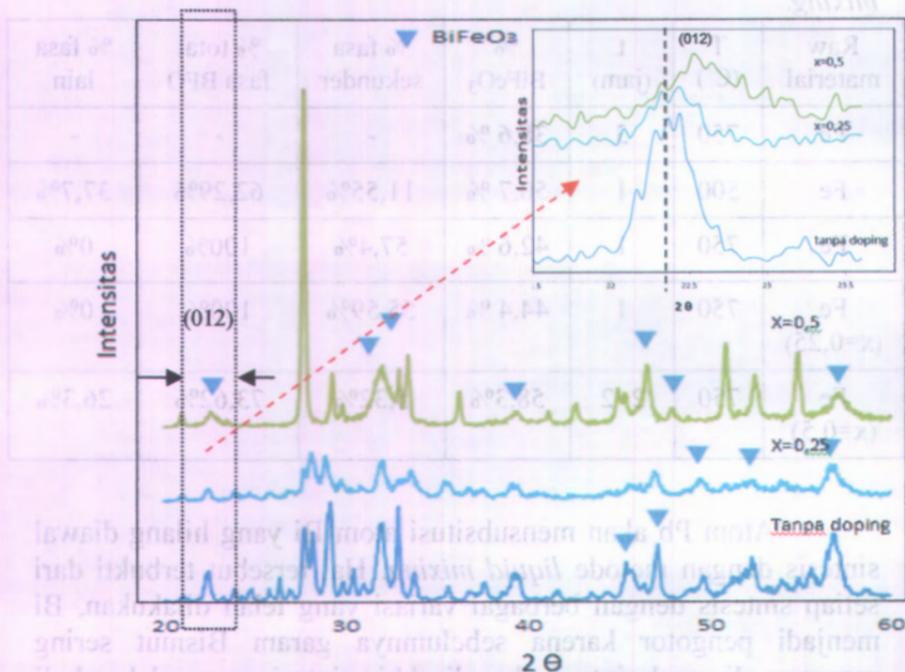
Tabel 4.9 Perbandingan prosentase fraksi volum fasa BiFeO_3 maksimal maupun fasa yang terbentuk dengan metode *liquid mixing*.

Raw material	T (C°)	t (jam)	% BiFeO_3	% fasa sekunder	% total fasa BFO	% fasa lain
Fe	750	3	38,6 %	-	-	-
Fe	500	1	50,7 %	11,55%	62,29%	37,7%
Fe	750	1	42,6 %	57,4%	100%	0%
Fe (x=0,25)	750	1	44,4 %	55,59%	100%	0%
Fe (x=0,5)	750	2+2	58,3%	5,32%	73,62%	26,3%

Atom Pb akan mensubsitusi atom Bi yang hilang diawal sintesis dengan metode *liquid mixing*. Hal tersebut terbukti dari setiap sintesis dengan berbagai variasi yang telah dilakukan, Bi menjadi pengotor karena sebelumnya garam Bismut sering menguap di awal sintesis dan di akhir sintesis muncul kembali menjadi pengotor. Semakin besar konsentrasi doping Pb maka akan semakin banyak atom Pb yang tersubsitusi mengisi posisi atom Bi yang hilang dalam kristal BiFeO_3 , sehingga memperbesar kemungkinan terbentuknya kristal BiFeO_3 yang sebelumnya sulit terbentuk karena kehilangan atom Bi.

Doping mempengaruhi ukuran kristal dan terjadi penyimpangan puncak hasil XRD. Berdasarkan pola XRD yang terbentuk, terlihat bahwa terjadi pergeseran puncak. Lebih banyak konsentrasi doping, lebih besar penyimpangan puncak. Penyimpangan puncak terjadi karena doping mengisi bagian atom yang disubsitusi sehingga akan membuat kisi antara atom akan mengalami pengecilan karena jari-jari Pb lebih kecil daripada Bi. Hal tersebut membuat jarak antara bidang kristal semakin kecil,

sehingga saat dikenai sinar-X dan terjadi difraksi sudut sinar datang dan sinar pantul menjadi semakin besar.



Gambar 4.15 Penyimpangan puncak pola XRD dari sampel BiFeO₃ tanpa doping, doping dengan konsentrasi Pb $x=0,25$ dan $x=0,5$ pada sudut 2θ , bidang kristal (012).

Penyimpangan pola Difraksi pada gambar 4.15 menjadi parameter bahwa pada sampel yang telah disintesis terdoping oleh Pb. Semakin besar konsentrasi doping, maka semakin besar pergeseran pola difraksi ke sudut 2θ yang lebih besar. Hal tersebut juga mengidentifikasi bahwa ukuran kristal semakin kecil saat konsentrasi doping semakin besar.

4.5. Perhitungan Nilai Susceptibilitas (χ) Sampel dengan Alat *Magnetic Susceptibility Balance*

Nilai susceptibilitas (χ) sampel yang telah dilakukan memberikan informasi tentang sifat kemagnetan dari sampel. Bahan BiFeO_3 termasuk bahan antiferromagnetik (schmid, 1994). Pada dasarnya bahan antiferromagnetik memiliki nilai $\chi=0$, namun bahan antiferromagnetik jika berada di atas T_N (~ 260 K) akan menjadi bahan paramagnetik (Callister, 2008). Untuk itu, nilai χ pada sampel yang diperoleh dari perhitungan, nilainya sangat kecil, berkisar $1,69 \times 10^{-7}$ sampai dengan nilai lebih dari 10^{-8} (sampel yang tidak terdeteksi nilai χ -nya). Fasa pengotor yang masih terdapat di dalam sampel, dimana fasa pengotor yang terdeteksi pada umumnya adalah fasa bahan oksida yang memiliki sifat antiferromagnetik, juga dapat mengurangi faktor kemagnetan pada sampel.

Nilai susceptibilitas pada sampel semakin besar seiring kenaikan prosentase BiFeO_3 . Fasa pengotor bahan penyusun BiFeO_3 dapat memperkecil nilai susceptibilitas dari sampel. Fasa Bi_2O_3 dan Pb_2O_3 buka termasuk bahan ferromagnetik. Sehingga semakin banyak fasa Bi_2O_3 dan Pb_2O_3 yang terdapat dalam fasa sampel maka akan semakin kecil nilai χ pada sampel. Hal tersebut dapat dilihat dari Tabel 4.10 sampai 4.12.

Nilai χ diperoleh dari nilai R yang terdeteksi dari alat *Magnetic Susceptibility Balance*. Nilai R nantinya dihitung dengan persamaan (di Lampiran F), sehingga akan diperoleh nilai χ dari setiap sampel. Nilai R pada Alat *Magnetic Susceptibility Balance* memiliki nilai maksimal 1000, sehingga jika lebih dari 1000, alat tidak akan memberikan informasi tentang nilai χ dari sampel. Dari persamaan untuk menghitung nilai χ dengan nilai R yang diperoleh dari alat, dapat disimpulkan bahwa alat hanya dapat menghitung sampel yang nilai χ -nya kecil, yaitu berkisar 10^{-9} sampai 10^{-6} , dimana sampel dengan nilai χ yang sangat kecil merupakan paramagnetik atau ferrimagnetik.

Tabel 4.10 Tabel nilai susceptibilitas sampel variasi bahan Fe, konsentrasi doping Pb $x=0,25$.

BiFeO₃ (%)	Total BFO (%)	Fasa lain (%)	Konstanta R	Susceptibilitas (χ)
38,95	95,56	4,44	846	$5,33 \times 10^{-7}$
39,30	100	-	977	$6,73 \times 10^{-7}$
42,11	100	-	>1000	$>1 \times 10^{-6}$
44,41	100	-	>1000	$>1 \times 10^{-6}$

Tabel 4.11 Tabel nilai susceptibilitas sampel variasi bahan Fe, konsentrasi doping Pb $x=0,5$.

BiFeO₃ (%)	Total BFO (%)	Fasa lain (%)	Konstanta R	Susceptibilitas (χ)
38,96	60,24	39,76	780	$4,18 \times 10^{-7}$
39,02	75,50	24,49	797	$4,66 \times 10^{-7}$
42,79	52,86	47,13	>1000	$>1 \times 10^{-6}$
58,35	73,62	26,38	>1000	$>1 \times 10^{-6}$

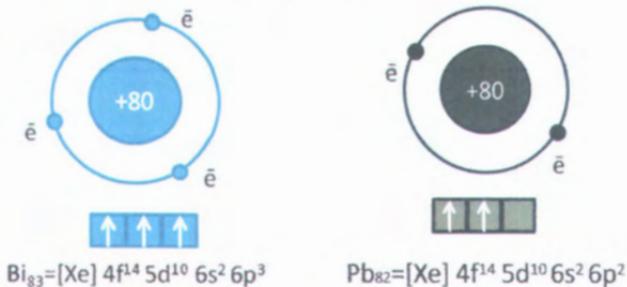
Tabel 4.12 Tabel nilai susceptibilitas sampel variasi bahan Fe dan Fe₂O₃, konsentrasi doping Pb $x=0,5$.

Bahan	BiFeO₃ (%)	Total BFO (%)	Fasa lain (%)	Konstanta R	Susceptibilitas (χ)
Fe	16,27	32,98	67,02	679	$1,83 \times 10^{-7}$
	20,49	47,61	52,39	697	$2,14 \times 10^{-7}$
Fe ₂ O ₃	17,25	57,76	42,23	678	$1,69 \times 10^{-7}$
	19,84	58,05	41,95	689	$1,93 \times 10^{-7}$

Fasa pengotor BFO sekunder, jika dilihat dari rumus kimianya yang memiliki nilai oksida yang besar, dapat di perkirakan bahwa nilai χ lebih kecil dari pada fasa BiFeO₃ yang memiliki nilai oksida yang jauh lebih kecil. Oksigen yang terikat pada atom Fe dan Bi atau Pb akan mempengaruhi spin tidak

mempengaruhi spin tidak berpasangan di dalam fase BFO karena spin tidak berpasangan pada oksigen akan cenderung menghilangkan spin tidak berpasangan pada atom Fe yang banyak menyumbang sifat magnetik pada sampel BiFeO_3 , sehingga spin tidak berpasangan pada sampel akan saling meniadakan. Semakin besar fase BFO sekunder, maka semakin kecil pula nilai χ sampel, hal tersebut juga dapat dilihat dari Tabel 4.10 sampai Tabel 4.12. Namun jika dibandingkan dengan sampel yang memiliki fase pengotor bahan penyusun, sampel yang memiliki fase pengotor BFO sekunder memiliki nilai χ yang lebih besar. Hal tersebut memperlihatkan bahwa BFO sekunder juga memiliki peran terhadap sifat magnet pada sampel BiFeO_3 . Fase BFO sekunder memiliki atom Fe yang termasuk ferromagnetik, sehingga BFO sekunder juga memiliki sifat magnet meskipun kecil dari pada fase pengotor bahan dasar yang masih tersisa dalam sampel.

Pengaruh besar konsentrasi doping Pb juga dapat dilihat dari nilai χ dari sampel yang telah di ketahui. Nilai χ pada sampel dengan konsentrasi doping Pb $x=0,5$ lebih kecil daripada sampel dengan $x=0,25$. Hal tersebut memungkinkan fase BiFeO_3 pada sampel dengan $x=0,5$ lebih banyak terbentuk oleh substitusi Pb terhadap Bi dari pada sampel dengan $x=0,25$. Nilai χ dari Pb dan Bi dapat dilihat dari konfigurasi elektron Bi dan Pb, yang memperlihatkan bahwa spin tidak berpasangan Bi lebih banyak daripada Pb, sehingga memungkinkan nilai χ Bi lebih besar dari pada Pb. Karena hal tersebut, maka nilai χ pada sampel dengan $x=0,5$ lebih kecil daripada sampel dengan $x=0,25$.



4.16 Gambar konfigurasi elektron Bi dan Pb

Selain dipengaruhi oleh spin tidak berpasangan, pada sampel dengan $x=0,5$ memiliki prosentase volum fasa BFO sekunder yang lebih kecil daripada sampel dengan $x=0,25$. Sehingga nilai χ dari sampel dengan $x=0,5$ lebih kecil daripada sampel dengan $x=0,25$. Hal tersebut juga membuktikan bahwa BFO sekunder menyumbang sifat magnetik didalam sampel. Penggunaan variasi bahan Fe dan Fe_2O_3 tidak mempengaruhi nilai χ pada sampel. Karena pada sampel dengan variasi bahan Fe dan Fe_2O_3 yang memiliki prosentase $BiFeO_3$ yang hampir sama rata-rata nilai χ -nya hampir sama.

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian Tugas Akhir ini adalah :

1. Doping Pb dapat menaikkan fraksi volum BiFeO_3 dengan pemanasan bertahap 2 jam ditambah 2 jam dengan suhu kalsinasi 750°C dengan besar konsentrasi doping Pb $x=0,5$.
2. Besar konsentrasi doping Pb $x=0,5$ menghasilkan prosentase fraksi volum fasa BiFeO_3 paling tinggi dari pada sampel dengan $x=0,25$ dan sampel tanpa doping yaitu sebesar 58,35%. Sedangkan konsentrasi doping Pb $x=0,25$ mampu menghasilkan total prosentase fraksi volum BFO (BiFeO_3 dan fasa sekunder) sebesar 100%.
3. Doping Pb memperbesar kemungkinan terbentuknya fasa BiFeO_3 . Konsentrasi doping Pb $x=0,5$ meningkatkan prosentase fraksi volume BiFeO_3 sebesar $\sim 7\%$, dan menurunkan prosentase fraksi volume fasa BFO sekunder sebesar $\sim 15\%$, namun meningkatkan dekomposisi fasa menjadi fasa bahan penyusun sebesar $\sim 43\%$,
4. Suhu, *holding time* dan konsentrasi doping Pb sangat berpengaruh terhadap fasa BiFeO_3 . Semakin besar suhu pemanasan dan semakin lama *holding time*, semakin menurun prosentase volum fasa BiFeO_3 sebesar $\sim 8\%$ dan fasa bahan penyusun sebesar $\sim 30\%$, namun fraksi volum fasa BFO sekunder semakin meningkat sebesar $\sim 16\%$.
5. Semakin besar suhu kalsinasi (rentang suhu 550°C - 900°C), dan *holding time* (1 jam - 4 jam dan pemanasan bertahap 2 jam ditambah 2 jam) maka semakin meningkat ukuran kristal sebesar $\sim 16\%$. Namun sampel dengan konsentrasi doping Pb $x=0,5$ ukuran kristalnya menurun sebesar $\sim 43\%$ dibandingkan sampel dengan konsentrasi doping Pb $x=0,25$.
6. Nilai χ (susceptibilities) sampel berkisar $1,69 \times 10^{-7}$, yang menunjukkan bahwa sampel termasuk bahan paramagnetik.

5.2 Saran

Adapun saran yang ingin disampaikan penulis antara lain:

1. Variabel pemanasan antara lain suhu pemanasan, kecepatan pemanasan dan pendinginan sangat berpengaruh terhadap fasa yang terbentuk, sehingga perlu dikaji kembali untuk mendapatkan parameter yang tepat dalam BiFeO_3 yang didoping Pb.
2. Semakin besar konsentrasi doping Pb, semakin sulit Pb tersubstitusi. Doping Pb dengan $x=0,5$ dapat menaikkan prosentase fraksi volum fasa BiFeO_3 , namun membutuhkan suhu yang lebih tinggi atau *holding time* yang lebih lama agar dapat membuat doping Pb dapat tersubstitusi secara sempurna.
3. Mengontrol reaksi sesuai stoikiometri yang tepat untuk meningkatkan pembentukan fasa BiFeO_3 .
4. Perlunya analisis DTA-TGA untuk sampel yang disintesis dengan metode *liquid mixing* yang didoping Pb untuk mengetahui perlakuan panas yang lebih tepat.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, (2011), <http://www.chem-is-try.org/Timbal>, diakses : 23 september 2011.
- Anonim, (2011), [http://www.wikipedia.com/Fe₃O₄](http://www.wikipedia.com/Fe3O4) ,Diakses : 27 september 2011.
- Anonim, (2011), <http://www.wikipedia.com/Bismuth> ,Diakses : 27 september 2011.
- Asih, Retno .(2012).”*Sintesis Multiferoik BiFeO₃ dengan Metode Kopresipitasi, Wet-Mixing, dan Solid-State Reaction Menggunakan Fe₂O₃ Hasil Sintesis dari Pasir Besi*”.Institut Taknologi Sepuluh Nopember;Surabaya.
- Balamurugan, K, et al, (2009), “*Investigation On The Multiferroic Properties Of Sr-Substituted BiFeO₃ and Electrical, Optical and Magnetic Properties Of Fe/Mn Doped BaSnO₃*”, Indian Institute Of Technology Madras.
- Carvalho, P.B. Tavares,(2008),”*Synthesis and Thermodynamic Stability of Multiferroic BiFeO₃*”,Materials Letters 62 (2008) 3984–3986
- Callister, William J.,(2007),” *Material Science and Engineering*”,Addison-Wesley publishing company , Inc
- Cha. G. L et all, (2009), “*Multiferroic Properties of Ti-Doped BiFeO₃*”, Korean Physics, vol. 54, p.884
- Das. S. R et all, (2007), “*Multiferroic Properties of Ti-Doped BiFeO₃*”, Application Physics, vol 034104, p.101

De-Ungang Jia et al.,(2009), "**Structure And Multiferroic Properties Of BiFeO_3 Powders**", Journal of the European Ceramic Society, Vol.29,p.3099–3103.

Dunlop J.D, (1971), "**Magnetic Properties of Fine-particles Hematite**", Ann. Géophysics ,Vol.27, p. 269–293. Ederer, N.A. Spaldin,(2005), "**Physics**". Rev. B 71 224103.

Felicia et al,(2010), "**Preparation and Properties of (1-x) BiFeO_3 -x BaTiO_3 Ceramics**", journal of alloy and compound 506.862-867

Fitriyah,Nurul.(2011)."**Sintesis Bahan Multiferroik BiFeO_3 dengan Metode Kopersipitasi**".Institut Teknologi Sepuluh Nopember;Surabaya

Gufron,Muhammad.2009."**Pengaruh Suhu dan Waktu Pemanasan terhadap Pembentukan Nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$** ".Institut Teknologi Sepuluh Nopember;Surabaya

Hill A., Nicola,(2004), "**First Principles Study of Multiferroic Magnetolectric Manganites**", University of California

Hua et al.,(2010),"**Factors Controlling Pure-phase Multiferroic BiFeO_3 Powders Synthesized by Chemical Coprecipitation**", Journal of Alloys and Compounds Vol.509,p.2192–2197.

Hur N. et all,(2004),"**Electric Polarization Reversal And Memory In A Multiferroic Material Induced By Magnetic Fields**",Nature ,Vol.429, p.392-395.

Kim. S. J. Et all, (2009), "**Multiferroic Properties of Ti-Doped BiFeO_3** ", Journal of Korean Physics Society, vol. 56, p. 439-442

- Kimura et al.,(2003),”*Magnetic Control Ferroelectric Polarization*”, Nature , Vol.426,p.55 .
- Kumar M.M , V.R. Palkar, K. Srinivas, S.V. Suryanarayana, (2000),” *Applied Physics Letter*”, Vol.76, p. 2764–2766
- Palai et al.,(2008), “ *Physics*”,Rev.B-7,Vol. 014110.
- Retnowati,Dwi Yuli.2011.”*Karakterisasi Sifat Magnet dan Listrik Bahan Multiferoik BiFeO3*”.Institut Teknologi Sepuluh Nopember: Surabaya
- S. O. Kasap , (2008), “*Electric Material and Device*” McGraw Hill, Inc.
- Schmid.H,(1994), “*Chemical Physics; Materials Science Taylor & Francis Ferroelectrics*”,Vol.162, Issue 1 1994 , p. xix – xxv.
- Spaldin N.A,Fiebig ,(2005),”*The Renaissance of Magnetoelectric Multiferroics*”, Science ,Vol.309, p.391.
- Yuan et al ,(2006), “*Preparation and Multi-properties of Insulated Single-phase BiFeO3 ceramics*”, Solid State Communications . Vol.138 ,p.76–81

LAMPIRAN A

Hasil Perhitungan Prosentase Fraksi Volum Fasa yang Terbentuk pada Sampel BiFeO₃ Didoping Pb

Table 1. Data prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe, X=0,25

t (Jam)	BiFeO ₃ (%)	Bi ₁₂ Fe ₄ O ₉ (%)	Bi ₁₂₅ Fe ₂ O ₄₀ (%)	Bi ₄₆ Fe ₂ O ₇₂ (%)	??? (%)	Total BFO	Fase lain
1	44,41	46,82	2,01	6,75	-	100	-
2	43,04	50,68	2,31	2,65	1,36	98,64	1,36
3	37,94	52,48	5,31	3,71	0,55	99,44	0,56

Table 2. Data prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C dengan bahan dasar Fe, *holding time* 2 jam, $X=0,25$

T (°C)	BiFeO ₃ (%)	Bi ₂ Fe ₄ O ₉ (%)	Bi ₁₂ Fe ₂ O ₄₀ (%)	Bi ₄₆ Fe ₂ O ₇₂ (%)	???	Total BFO	Fase lain
600	38,95	56,60	-	-	4,44	95,56	4,44
650	40,35	58,51	-	-	1,13	98,87	1,13
700	42,11	52,96	3,45	1,4719	-	100	-
750	43,00	50,68	2,31	2,6478	1,36	98,64	1,36
800	39,30	54,84	5,08	0,768	-	100	-
850	36,49	57,48	5,12	0,9017	-	100	-
900	33,99	58,87	3,72	1,4032	2,02	96,57	3,42

Table 3. Data prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C dengan bahan dasar Fe_2O_3 , $X=0,5$

t (jam)	BiFeO_3 (%)	$\text{Bi}_{25}\text{Fe}_2\text{O}_{40}$ (%)	Fe_2O_3 (%)	Pb_2O_3 (%)	Bi_2O_3 (%)	???	Total BFO	Fase lain
1	23,91	36,37	10,37	17,63	9,26	2,45	60,28	39,72
2	19,84	38,21	11,47	18,83	8,77	2,85	58,05	41,95
3	17,25	40,51	11,74	17,62	10,29	2,58	57,76	42,23

Table 4. Data prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe_2O_3 , $X=0,5$

T (jam)	BiFeO_3 (%)	$\text{Bi}_{25}\text{Fe}_2\text{O}_{40}$ (%)	$\text{Bi}_{12}\text{Fe}_4\text{O}_9$ (%)	$\text{Bi}_{124}\text{Fe}_2\text{O}_{39}$ (%)	Fe_2O_3 (%)	Pb_2O_3 (%)	Bi_2O_3 (%)	Total BFO	Fasa lain
1	11,91	10,11	7,81	20,8737	11,69	22,95	14,65	50,70	49,29
2	8,46	5,76	9,82	21,928	9,89	26,83	15,84	45,97	54,03
3	5,93	8,82	6,89	21,8712	11,48	28,99	14,34	43,51	56,49

Table 5. Data prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 600°C dengan bahan dasar Fe, X=0,5

T (jam)	BiFeO ₃ (%)	Bi ₂₅ Fe ₂ O ₄₀ (%)	Bi ₂ Fe ₄ O ₉ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	Pb ₂ O ₃ (%)	Bi ₂ O ₃ (%)	???	Total BFO	Fasa lain
1	13,86	31,11	3,69	15,54	14,65	19,16	1,98	48,66	51,34
2	20,49	22,11	5,01	14,26	16,15	20,61	1,36	47,61	52,39
3	28,38	18,75	5,63	11,78	17,12	16,19	2,14	47,76	52,23

Table 6. Data prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 750°C dengan bahan dasar Fe, X=0,5

T (jam)	BiFeO ₃ (%)	Bi ₂₅ Fe ₂ O ₄₀ (%)	Bi ₂ Fe ₄ O ₉ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	Pb ₂ O ₃ (%)	Bi ₂ O ₃ (%)	Pb ₃ O ₂ (NO ₃) ₂	???	Total BFO	Fasa lain
-	13,48	19,83	6,87	5,99	18,84	18,66	7,82	8,47	40,19	59,81
1	38,96	11,98	9,29	8,63	7,93	20,67	-	2,51	60,24	39,76
2	40,81	9,82	15,43	9,13	7,41	12,55	-	4,86	66,06	33,94
3	41,71	11,26	19,48	8,66	3,17	12,72	-	2,99	72,45	27,55
4	39,02	15,52	20,95	6,88	6,26	6,85	-	4,49	75,50	24,49
2+2	58,35	11,26	4,01	7,22	3,30	13,19	-	2,66	73,62	26,38

Table 7. Data prosentase fraksi volum fasa yang terbentuk pada sampel dengan variasi suhu 550°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C dengan bahan dasar Fe, *holding time* 2 jam, X=0,5

T (C°)	BiFeO ₃ (%)	Bi ₁₂ Fe ₂ O ₄₀ (%)	Bi ₁₂ Fe ₄ O ₉ (%)	Fe ₂ O ₃ (%)	Pb ₂ O ₃ (%)	Bi ₂ O ₃ (%)	???	Total BFO	Fasa lain
550	16,27	5,42	11,28	22,49	12,06	15,95	16,52	32,98	67,02
600	20,49	22,11	5,01	14,27	16,15	20,61	1,36	47,61	52,39
650	55,24	4,19	3,71	7,52	7,69	18,17	3,47	63,14	36,85
700	50,85	2,03	6,35	6,05	7,81	21,91	4,99	59,23	40,77
750	40,81	9,82	15,43	9,13	7,41	12,55	4,85	66,06	33,94
800	42,79	2,14	7,92	18,59	7,6	18,84	2,01	52,86	47,13
850	42,43	4,52	5,65	22,18	11,10	12,84	1,27	52,61	47,39
900	53,56	4,53	5,34	19,61	9,41	5,63	1,92	63,43	36,57

1960) telah berakumulasi dengan demikian yang berarti bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

sejak 2000 tahun sebelum masehi. Untuk itu, dapat disimpulkan bahwa proses leleburan telah berlangsung

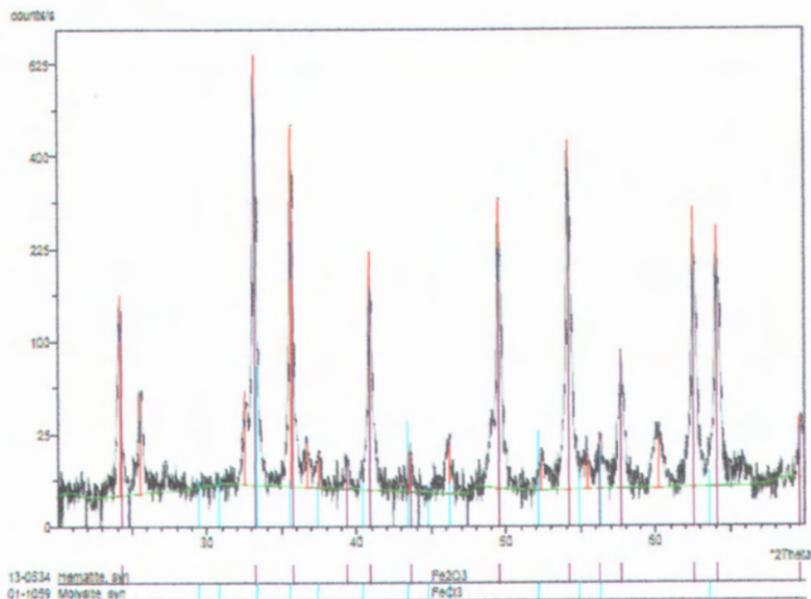
"Halaman ini sengaja dikosongkan"

LAMPIRAN B

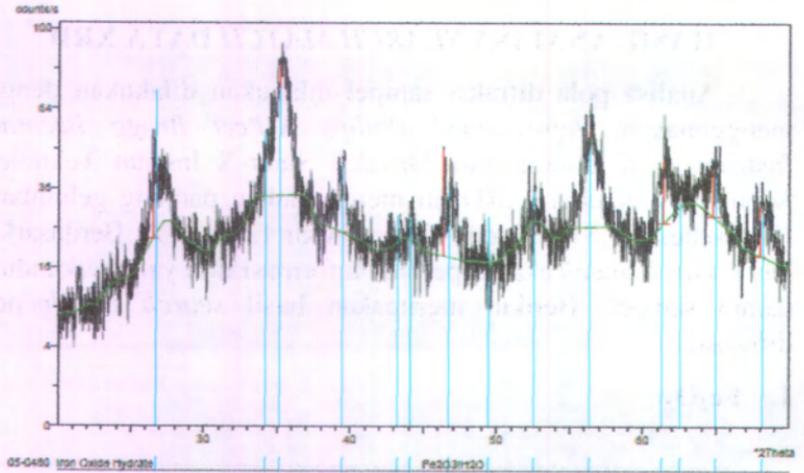
HASIL ANALISA *SEARCH MATCH* DATA XRD

Analisa pola difraksi sampel dilakukan dengan menggunakan *step-scanned Philips X-Pert Bragg Brentano Instrument* di laboratorium Difraksi Sinar-X Institut Teknologi Sepuluh Nopember. XRD ini menggunakan panjang gelombang $K\text{-}\alpha_1$ sebesar $1,5406 \text{ \AA}$ dan $K\text{-}\alpha_2$ sebesar $1,54439 \text{ \AA}$. Berdasarkan hasil *search match* akan diperoleh informasi fasa yang terkandung dalam sampel. Berikut merupakan hasil *search match* pola difraksi.

1. Fe_2O_3

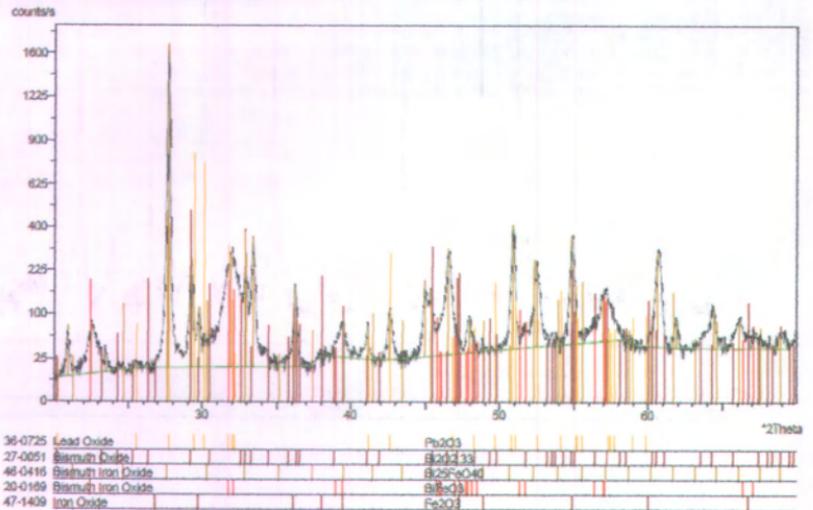


2. $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$



3. BiFeO_3 Variasi bahan Fe_2O_3 Suhu Kalsinasi 600°C konsentrasi Pb $x=0,5$

a. Holding Time 1 jam

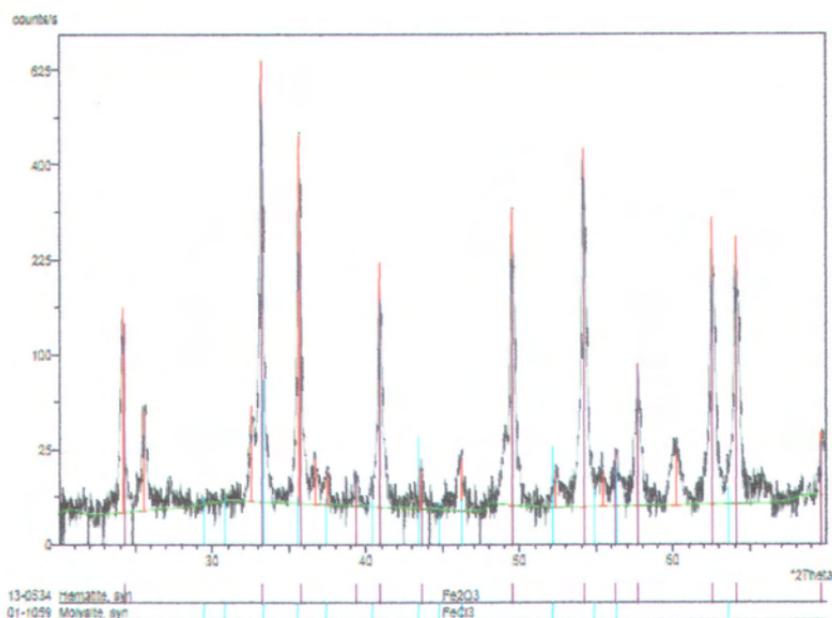


LAMPIRAN B

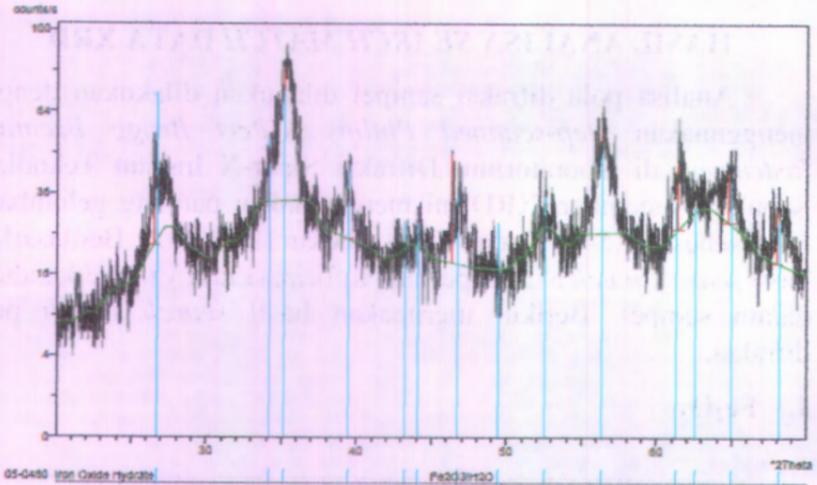
HASIL ANALISA *SEARCH MATCH* DATA XRD

Analisa pola difraksi sampel dilakukan dilakukan dengan menggunakan *step-scanned Philips X-Pert Bragg Brentano Instrument* di laboratorium Difraksi Sinar-X Institut Teknologi Sepuluh Nopember. XRD ini menggunakan panjang gelombang $K\text{-}\alpha_1$ sebesar $1,5406 \text{ \AA}$ dan $K\text{-}\alpha_2$ sebesar $1,54439 \text{ \AA}$. Berdasarkan hasil *search match* akan diperoleh informasi fasa yang terkandung dalam sampel. Berikut merupakan hasil *search match* pola difraksi.

1. Fe_2O_3

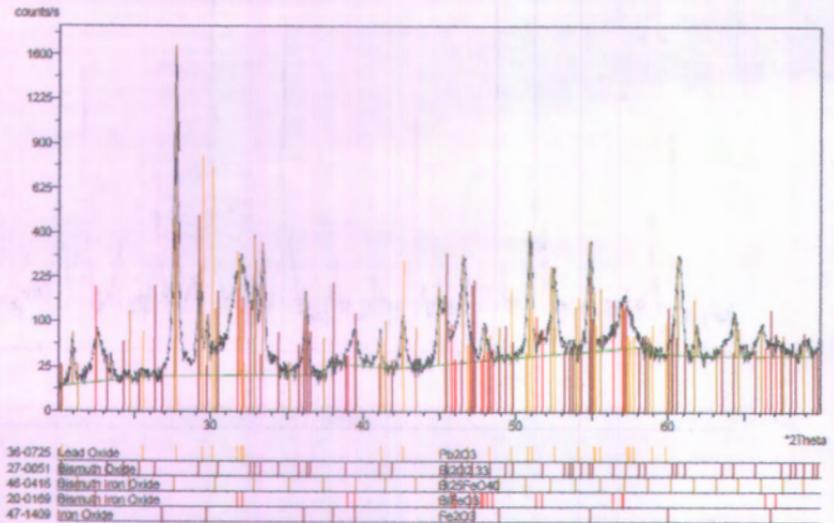


2. $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

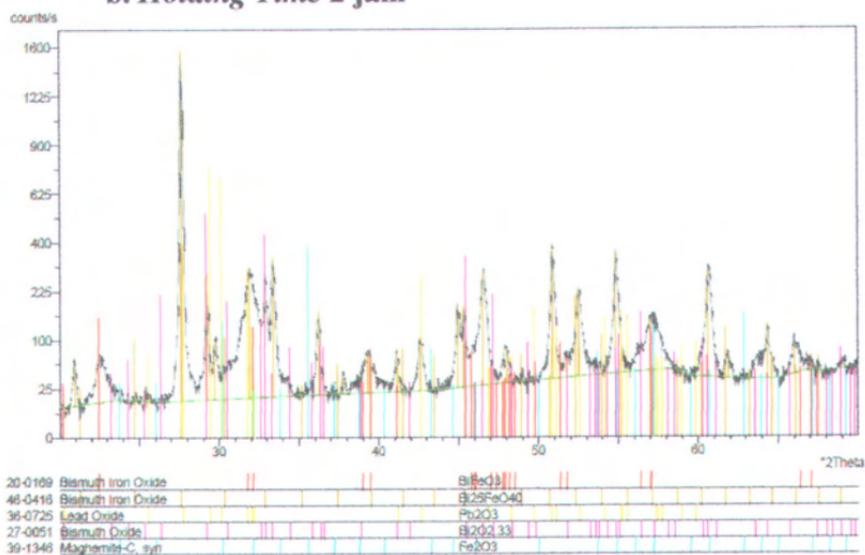


3. BiFeO_3 Variasi bahan Fe_2O_3 Suhu Kalsinasi 600°C konsentrasi Pb $x=0,5$

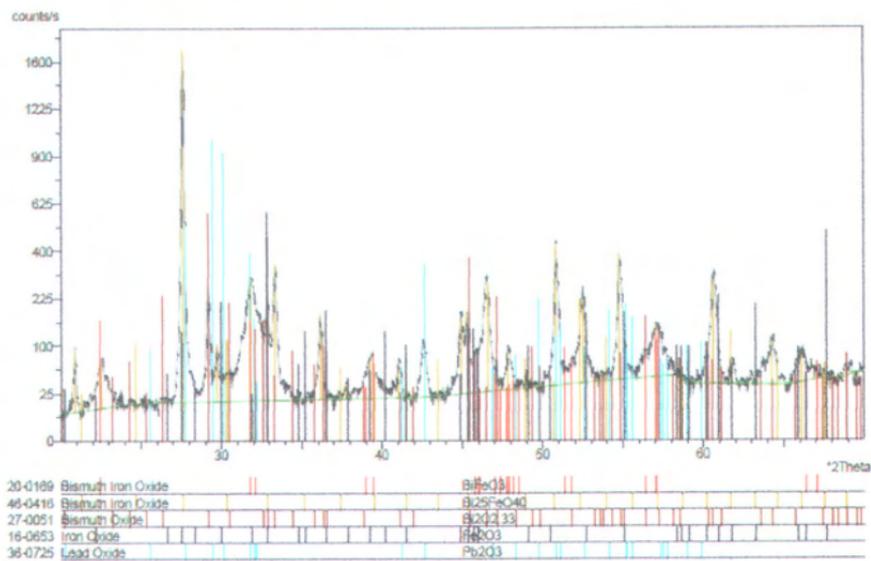
a. Holding Time 1 jam



b. Holding Time 2 jam

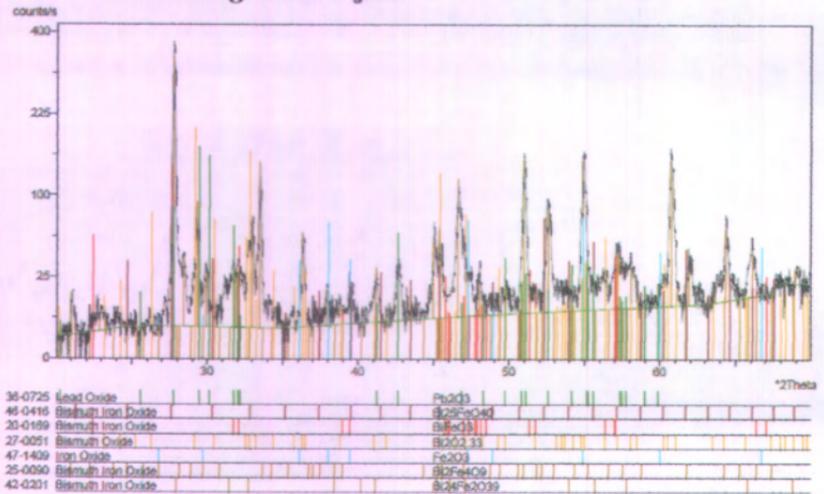


c. Holding Time 3 jam

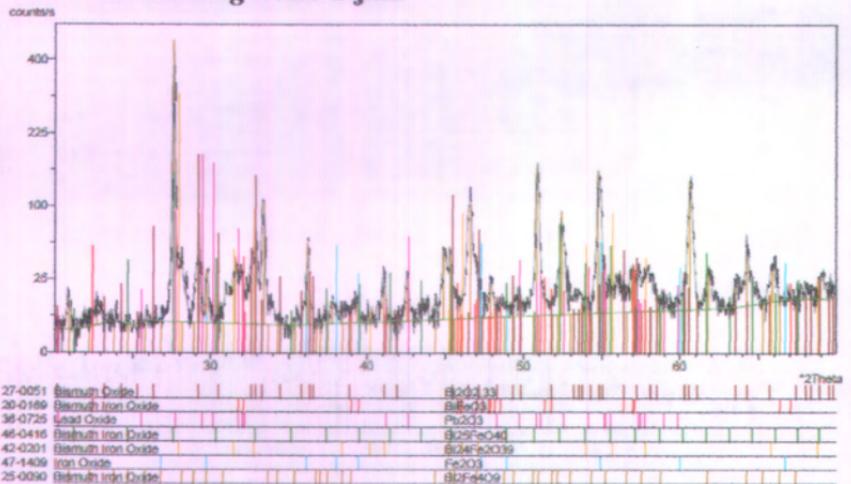


4. BiFeO₃ Variasi bahan Fe₂O₃ Suhu Kalsinasi 750°C konsentrasi Pb x=0,5

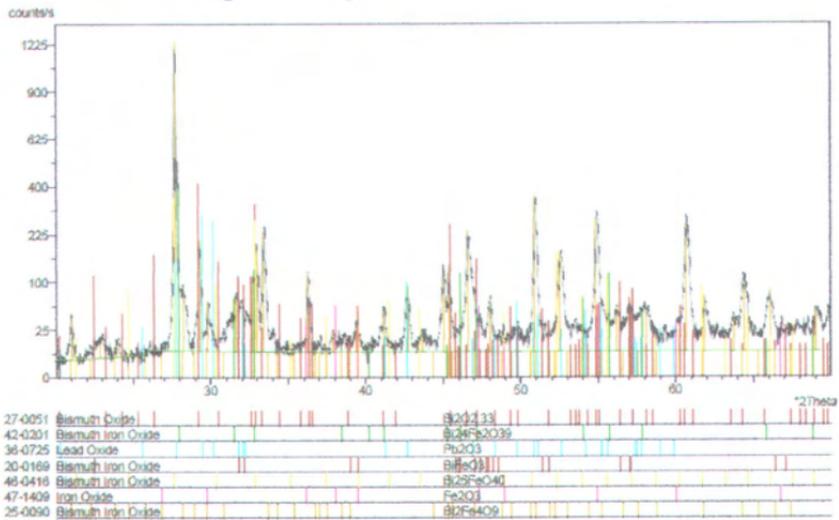
a. Holding Time 1 jam



b. Holding Time 2 jam

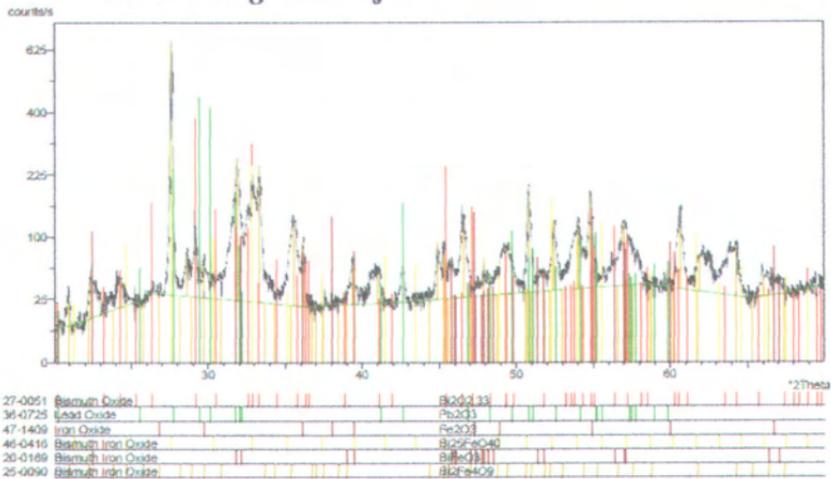


c. Holding Time 3 jam

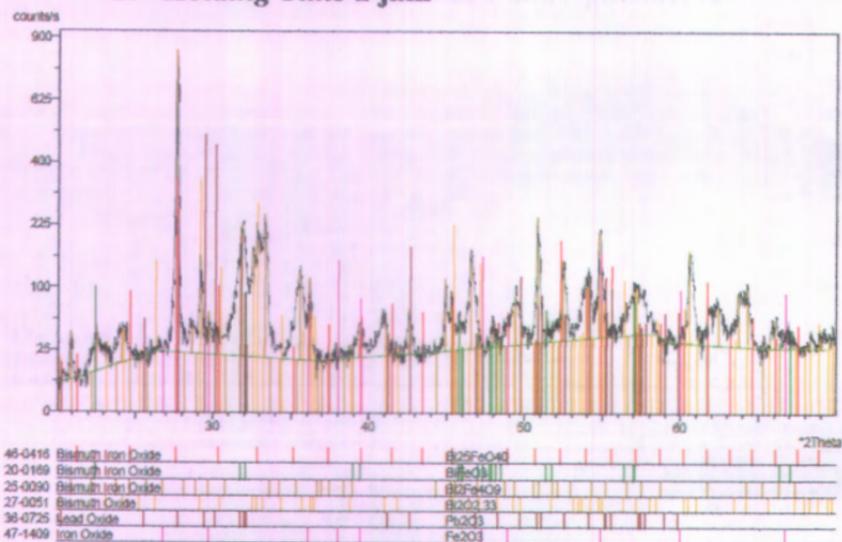


5. BiFeO₃ Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 600°C konsentrasi Pb x=0,5

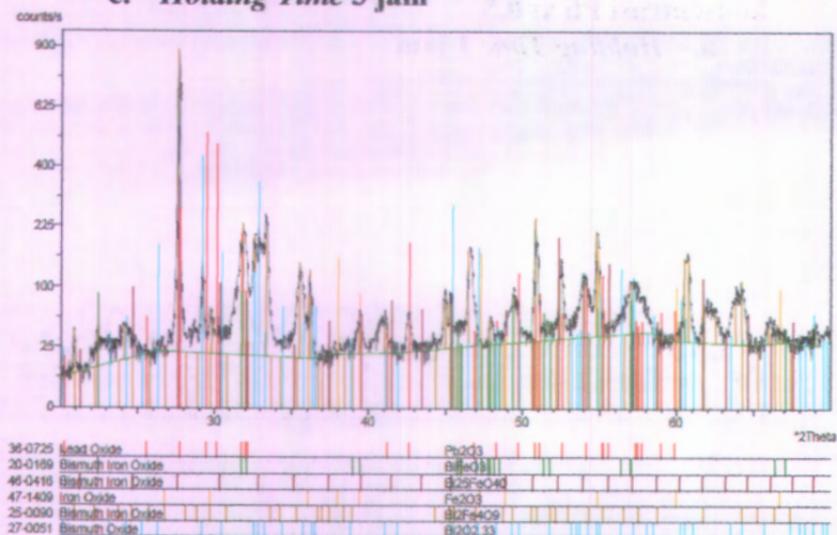
a. Holding Time 1 jam



b. Holding Time 2 jam

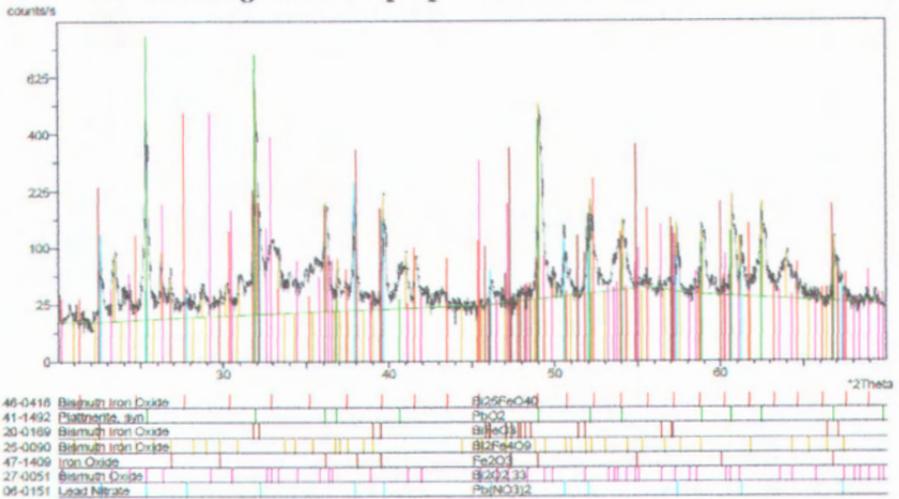


c. Holding Time 3 jam

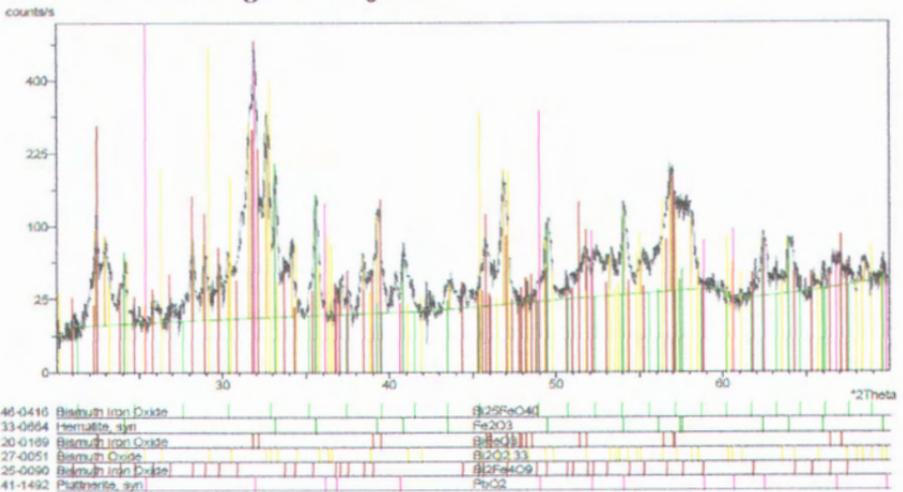


6. BiFeO_3 Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 750°C konsentrasi Pb $x=0,5$

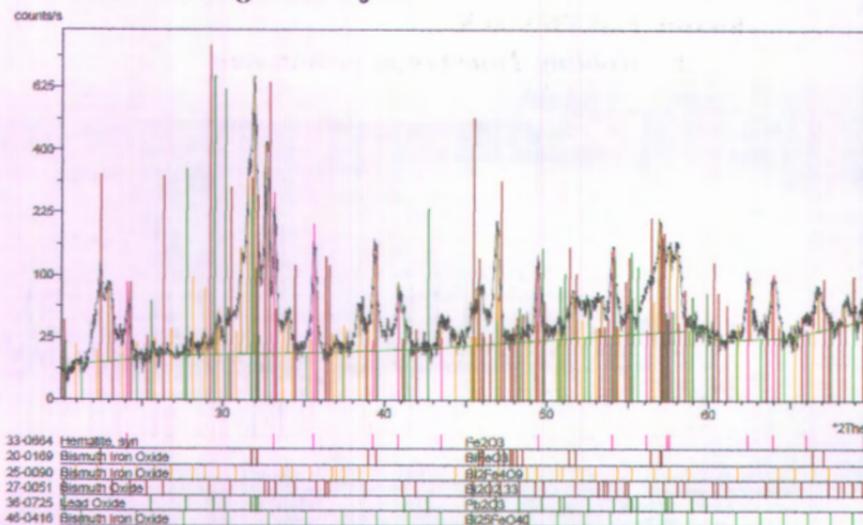
a. Holding Time tanpa pemanasan



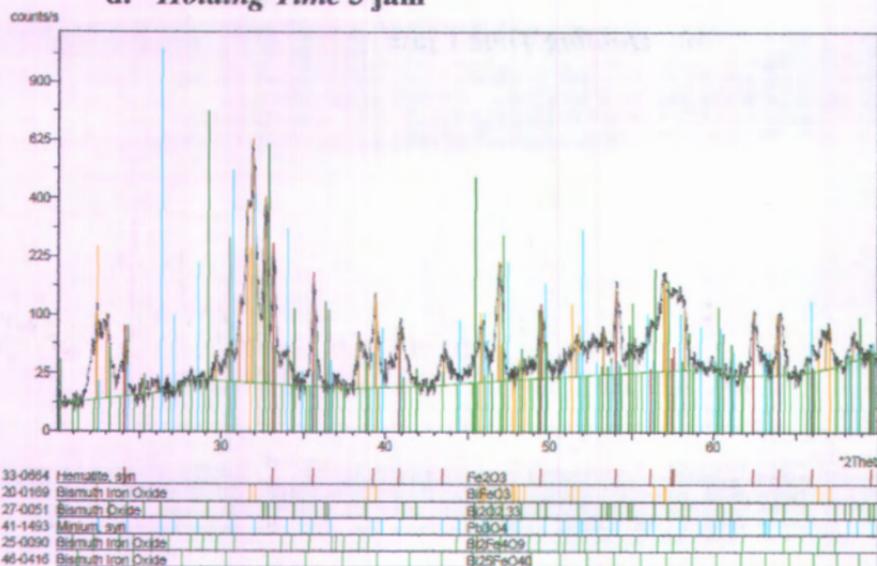
b. Holding Time 1 jam



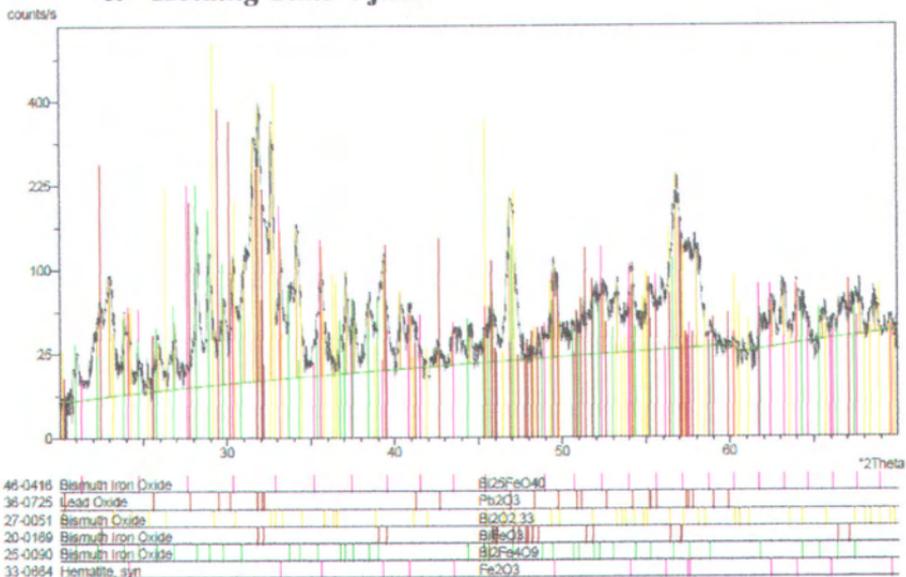
c. Holding Time 2 jam



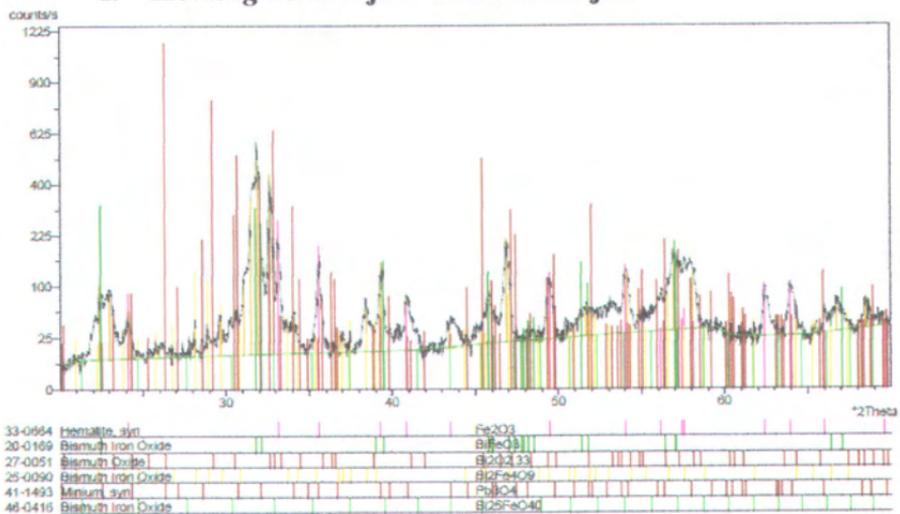
d. Holding Time 3 jam



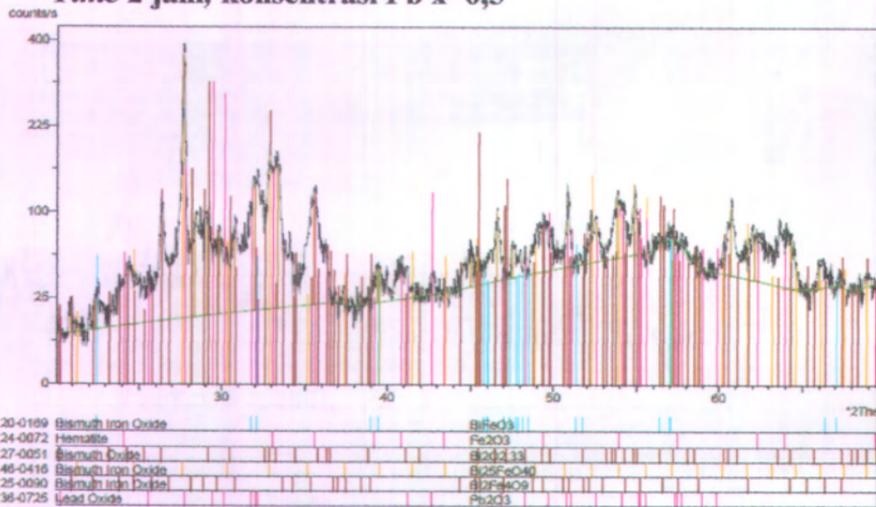
e. Holding Time 4 jam



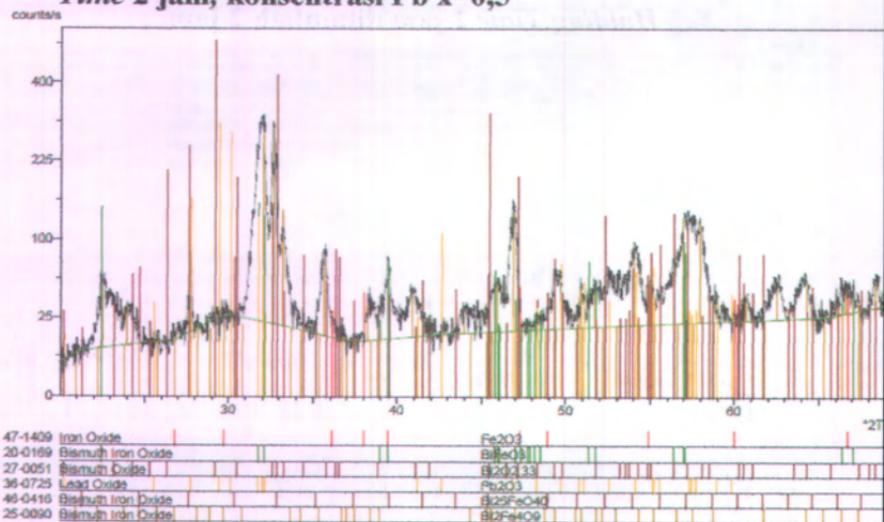
f. Holding Time 2 jam ditambah 2 jam



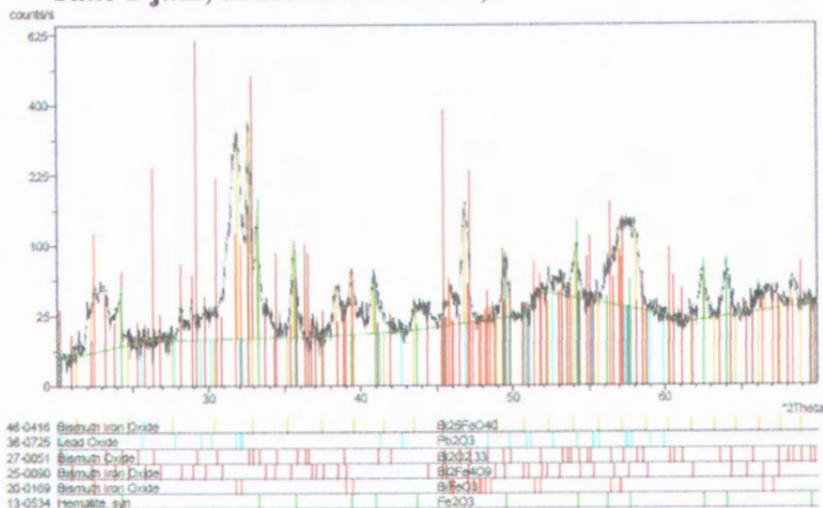
7. BiFeO_3 Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 550°C , Holding Time 2 jam, konsentrasi Pb $x=0,5$



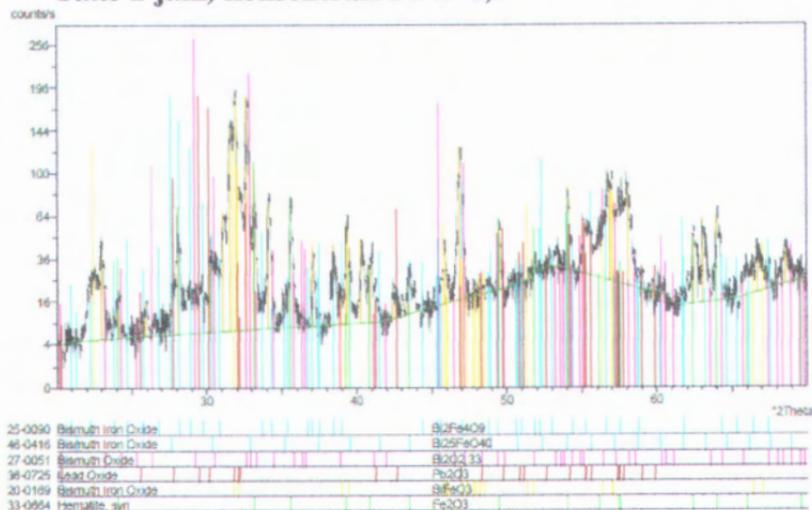
8. BiFeO_3 Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 650°C , Holding Time 2 jam, konsentrasi Pb $x=0,5$



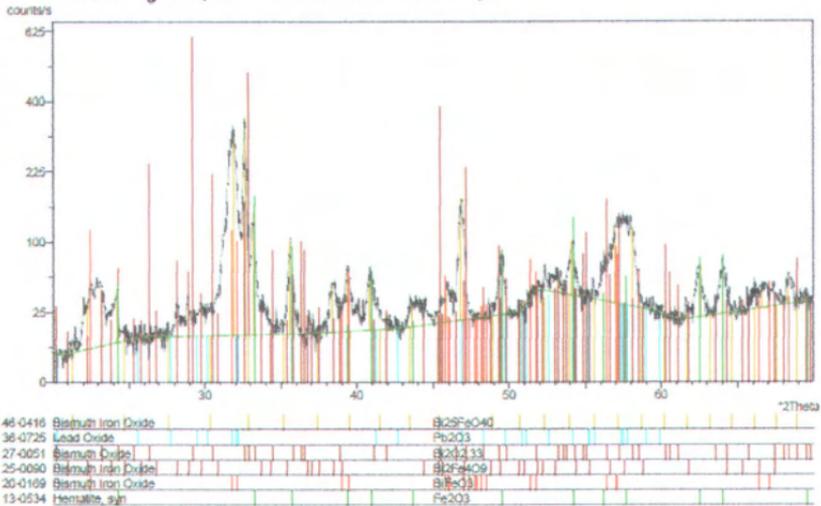
9. BiFeO_3 Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 700°C , *Holding Time* 2 jam, konsentrasi Pb $x=0,5$



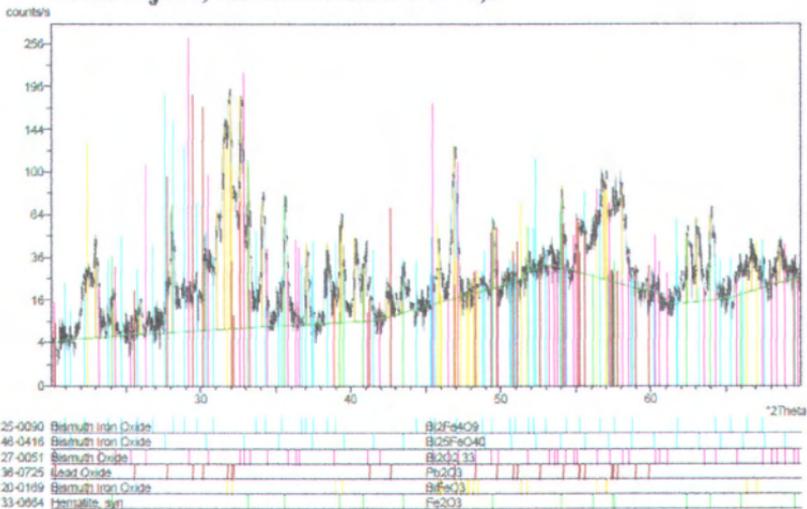
10. BiFeO_3 Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 800°C , *Holding Time* 2 jam, konsentrasi Pb $x=0,5$



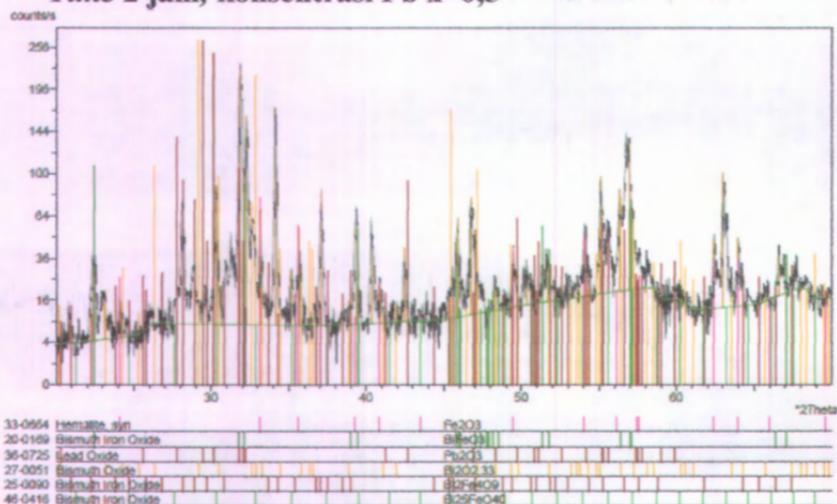
9. BiFeO₃ Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 700°C, Holding Time 2 jam, konsentrasi Pb x=0,5



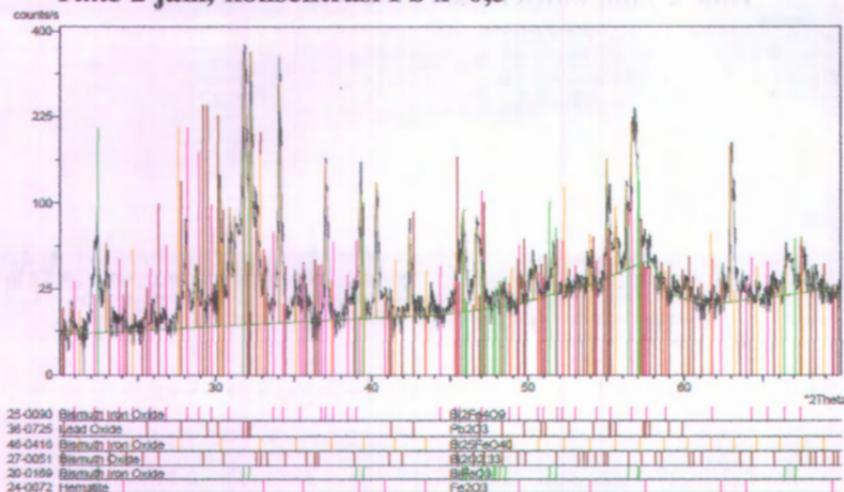
10. BiFeO₃ Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 800°C, Holding Time 2 jam, konsentrasi Pb x=0,5



11. BiFeO₃ Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 850°C, Holding Time 2 jam, konsentrasi Pb x=0,5

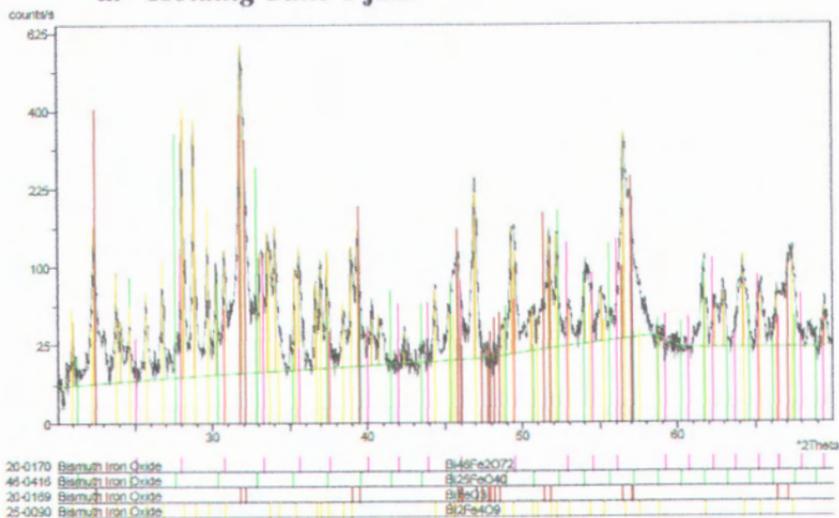


12. BiFeO₃ Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 900°C, Holding Time 2 jam, konsentrasi Pb x=0,5

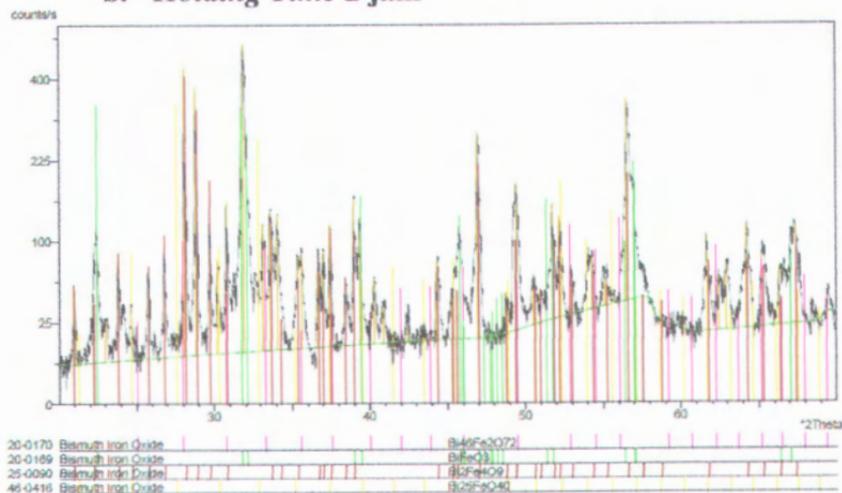


13. BiFeO₃ Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 750°C konsentrasi Pb x=0,25

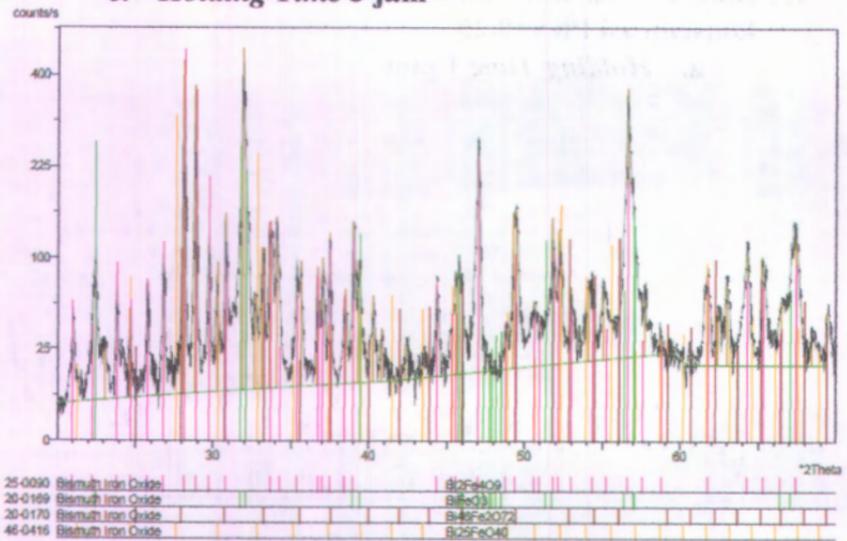
a. Holding Time 1 jam



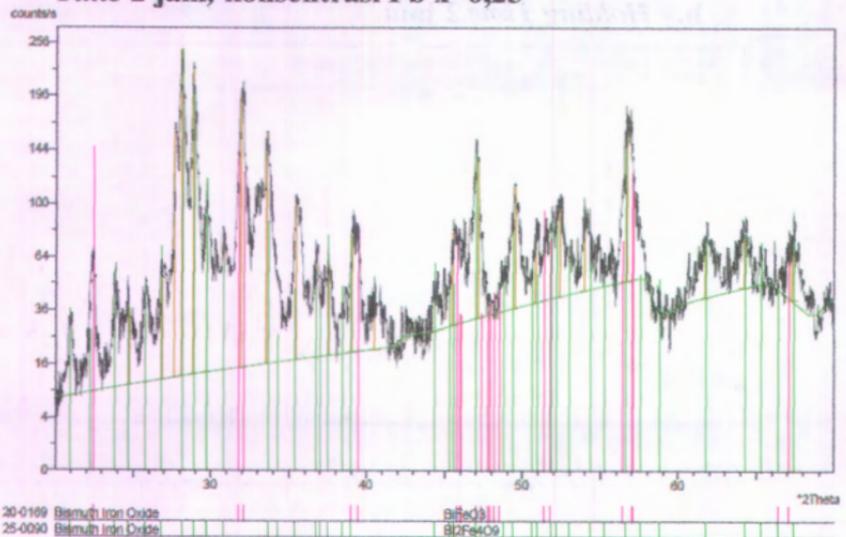
b. Holding Time 2 jam



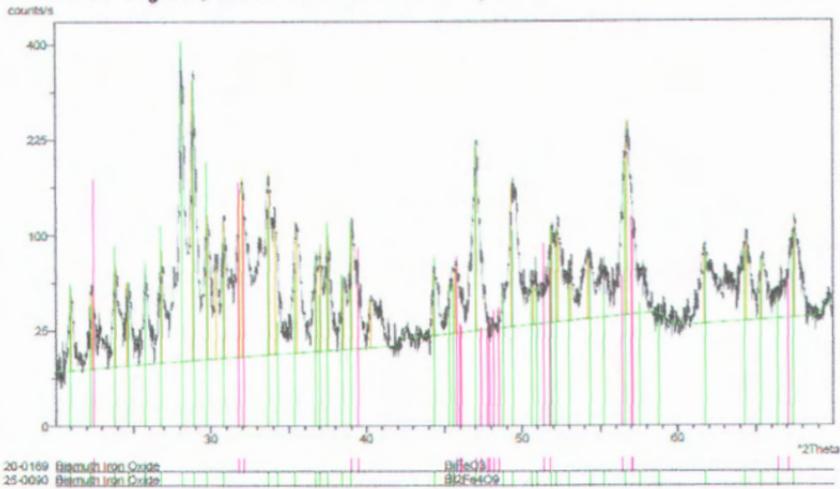
c. *Holding Time 3 jam*



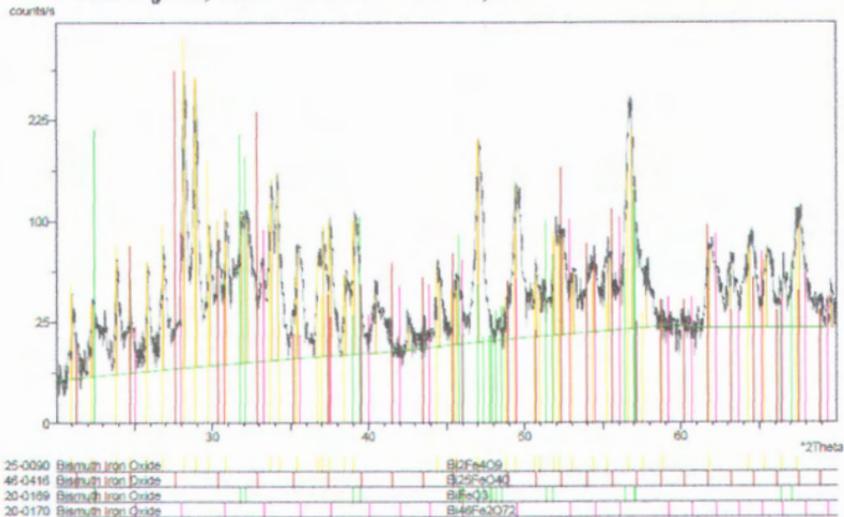
14. BiFeO_3 Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 600°C , *Holding Time 2 jam*, konsentrasi Pb $x=0,25$



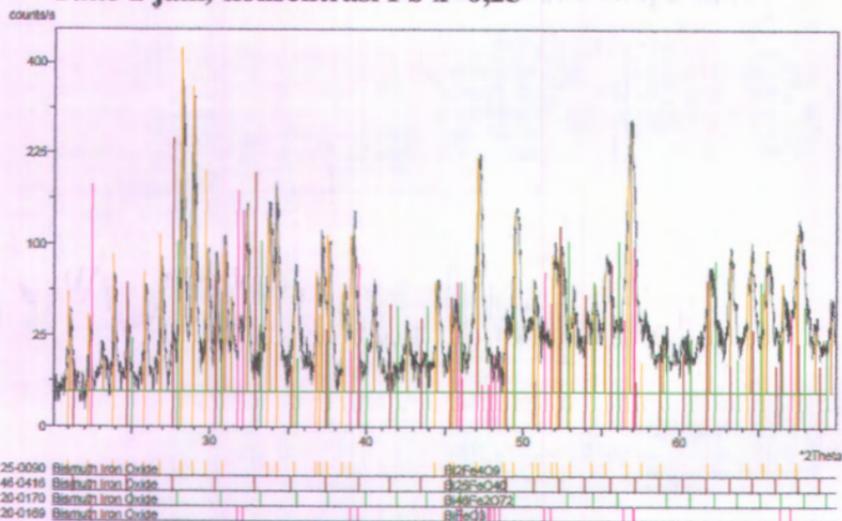
15. BiFeO_3 Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 650°C , *Holding Time* 2 jam, konsentrasi Pb $x=0,25$



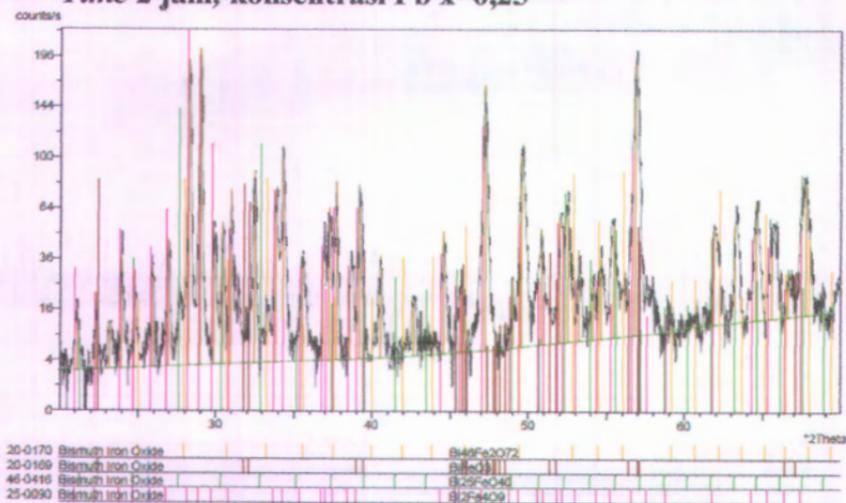
16. BiFeO_3 Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 700°C , *Holding Time* 2 jam, konsentrasi Pb $x=0,25$



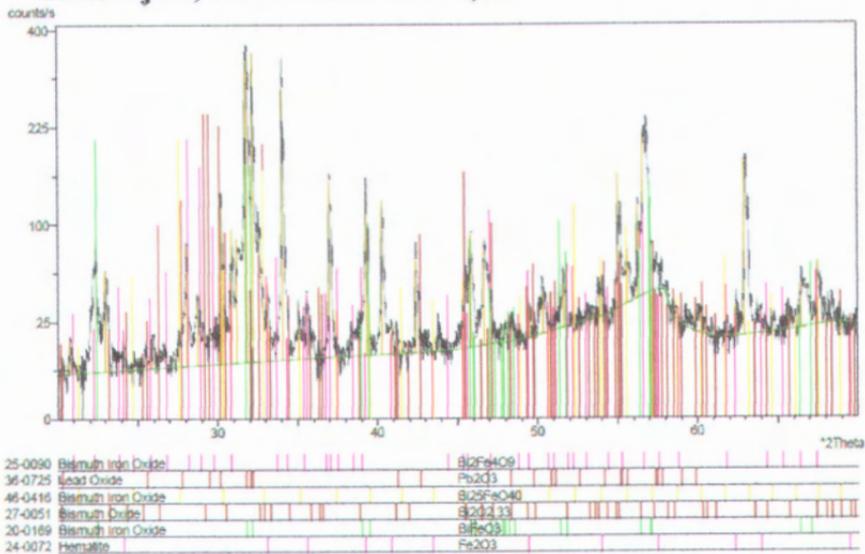
17. BiFeO₃ Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 800°C, Holding Time 2 jam, konsentrasi Pb x=0,25



18. BiFeO₃ Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 850°C, Holding Time 2 jam, konsentrasi Pb x=0,25



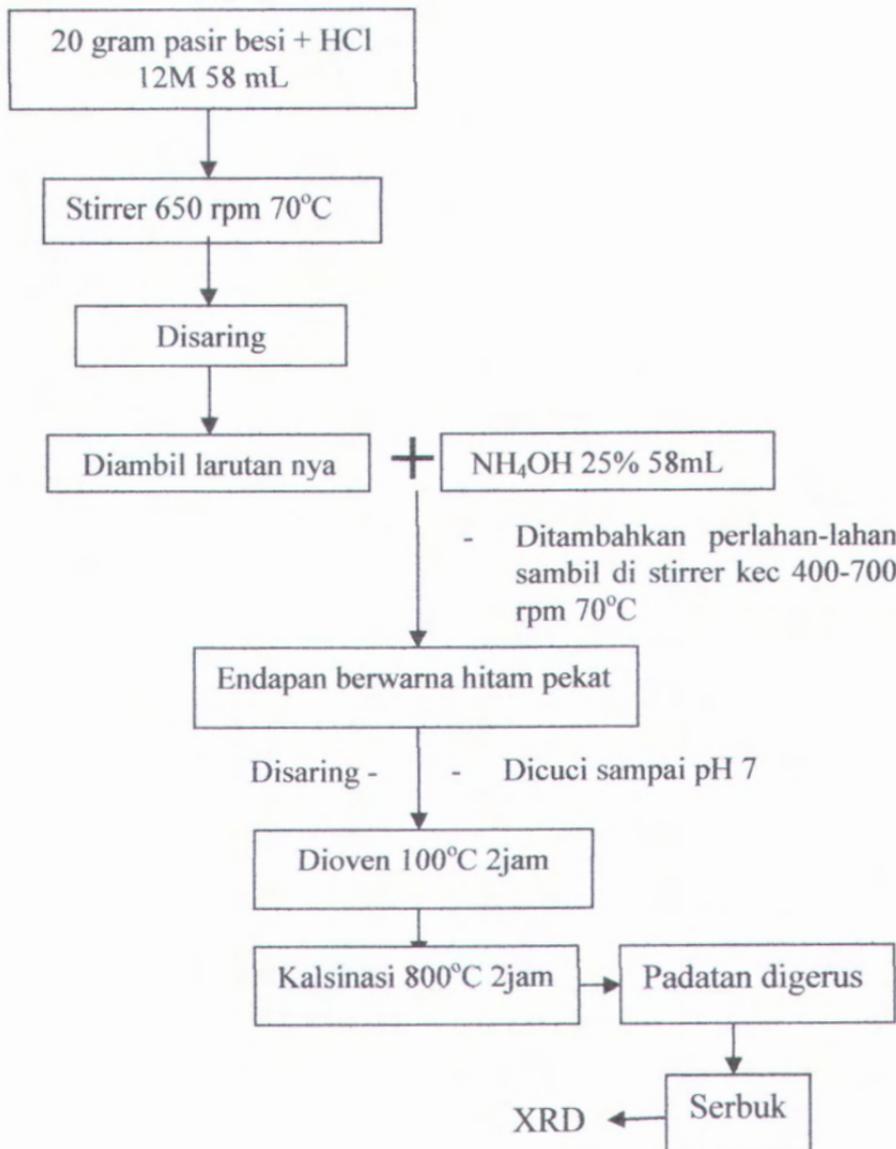
19. BiFeO_3 Variasi bahan Fe Suhu Kalsinasi 900°C , *Holding Time 2 jam*, konsentrasi Pb $x=0,25$



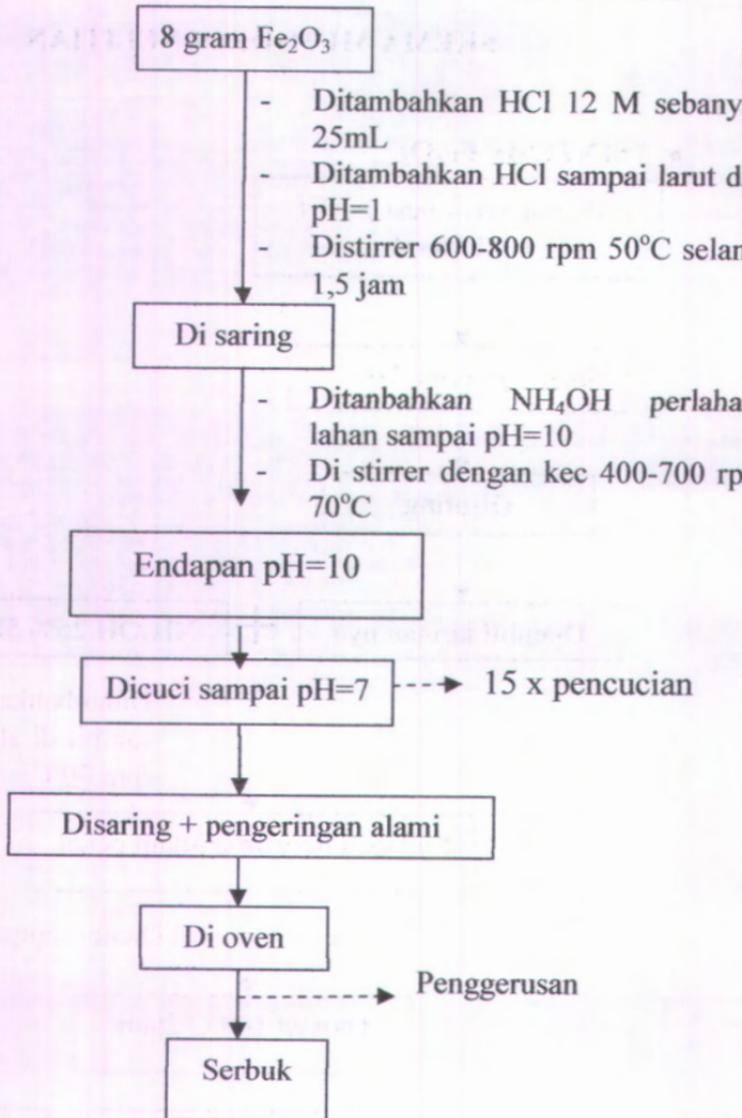
LAMPIRAN C

SKEMA METODE PENELITIAN

• SINTESIS Fe_2O_3



• **KOPRESIPITASI ULANG Fe_2O_3**



LAMPIRAN D

Perhitungan Stoikiometri

Perhitungan dilakukan dengan variasi doping $x=0,25$ dan $0,5$ adapun perhitungannya sebagai berikut:

a. Variasi Menggunakan Bahan Fe_2O_3

- $\text{Bi}(0,75)\text{Pb}(0,25)\text{FeO}_3$

$$\begin{aligned} - \text{Bi}_2\text{O}_3 &= 0,75/2 \times 465,93 = 174,72 \\ - \text{PbO}_2 &= 0,25/1 \times 239,18 = 59,795 \\ - \text{Fe}_2\text{O}_3 &= 1/2 \times 159,66 = 79,83 \quad + \\ &\quad \underline{314,345} \end{aligned}$$

Misal, yang akan di hasilkan 10 gr $\text{Bi}(0,75)\text{Pb}(0,25)\text{FeO}_3$

$$\begin{aligned} - \text{Bi}_2\text{O}_3 &= 10/314,345 \times 174,72 = 5,558 \text{ gr} \\ - \text{PbO}_2 &= 10/314,345 \times 59,795 = 1,902 \text{ gr} \\ - \text{Fe}_2\text{O}_3 &= 10/314,345 \times 79,83 = 2,539 \text{ gr} \end{aligned}$$

- $\text{Bi}(0,5)\text{Pb}(0,5)\text{FeO}_3$

$$\begin{aligned} - \text{Bi}_2\text{O}_3 &= 0,5/2 \times 465,93 = 116,482 \\ - \text{PbO}_2 &= 0,5/1 \times 239,18 = 119,591 \\ - \text{Fe}_2\text{O}_3 &= 1/2 \times 159,66 = 79,83 \quad + \\ &\quad \underline{315,902} \end{aligned}$$

Misal yang akan di hasilkan 10 gr $\text{Bi}(0,5)\text{Pb}(0,5)\text{FeO}_3$

$$\begin{aligned} - \text{Bi}_2\text{O}_3 &= 10/315,902 \times 116,482 = 3,687 \text{ gr} \\ - \text{PbO}_2 &= 10/315,902 \times 119,591 = 3,785 \text{ gr} \\ - \text{Fe}_2\text{O}_3 &= 10/315,902 \times 79,83 = 2,527 \text{ gr} \end{aligned}$$

b. Variasi Menggunakan Bahan Fe

- $\text{Bi}(0,75)\text{Pb}(0,25)\text{FeO}_3$
 - $\text{Bi}_2\text{O}_3 = 0,75/2 \times 465,93 = 174,72$
 - $\text{PbO}_2 = 0,25/1 \times 239,18 = 59,795$
 - $\text{Fe} = 1/1 \times 159,66 = 159,66 +$

394,175

Misal yang akan di hasilkan 10 gr $\text{Bi}(0,75)\text{Pb}(0,25)\text{FeO}_3$

- $\text{Bi}_2\text{O}_3 = 10/394,175 \times 174,72 = 4,432 \text{ gr}$
- $\text{PbO}_2 = 10/394,175 \times 59,795 = 1,516 \text{ gr}$
- $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 10/394,175 \times 159,66 = 4,050 \text{ gr}$

- $\text{Bi}(0,5)\text{Pb}(0,5)\text{FeO}_3$
 - $\text{Bi}_2\text{O}_3 = 0,5/2 \times 465,93 = 116,482$
 - $\text{PbO}_2 = 0,5/1 \times 239,18 = 119,591$
 - $\text{Fe} = 1/1 \times 159,66 = 159,66 +$

395,733

Misal yang akan di hasilkan 10 gr $\text{Bi}(0,5)\text{Pb}(0,5)\text{FeO}_3$

- $\text{Bi}_2\text{O}_3 = 10/395,733 \times 116,482 = 2,934 \text{ gr}$
- $\text{PbO}_2 = 10/395,733 \times 119,591 = 3,022 \text{ gr}$
- $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 10/395,733 \times 159,66 = 4,034 \text{ gr}$

c. Volume HNO_3



$$V(\text{HNO}_3) = 10 \text{ mL, dibuat } 8 \text{ M}$$

$$V \text{ campuran} = M(\text{asli}) \times V(\text{HNO}_3) / M(\text{yang dituju})$$

$$= 14,7 \times 10/8$$

$$= 18,375 \text{ mL}$$

$$V \text{ aquades} = V \text{ campuran} - V(\text{HNO}_3)$$

$$= 18,375 - 10$$

$$= 8,375 \text{ mL}$$



$$V(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mL, dibuat } 2 \text{ M}$$

$$V \text{ campuran} = M(\text{asli}) \times V(\text{HNO}_3) / M(\text{yang dituju})$$

$$= 14,7 \times 2/2$$

$$= 14,7 \text{ mL}$$

$$V \text{ aquades} = V \text{ campuran} - V(\text{HNO}_3)$$

$$= 14,7 - 2$$

$$= 12,7 \text{ mL}$$



$$V(\text{HNO}_3) = 10 \text{ mL, dibuat } 8 \text{ M}$$

$$V \text{ campuran} = M(\text{asli}) \times V(\text{HNO}_3) / M(\text{yang dituju})$$

$$= 14,7 \times 10/8$$

$$= 18,375 \text{ mL}$$

$$V \text{ aquades} = V \text{ campuran} - V(\text{HNO}_3)$$

$$= 18,375 - 10$$

$$= 8,375 \text{ mL}$$

LAMPIRAN E

ANALISA UKURAN KRISTAL BiFeO_3

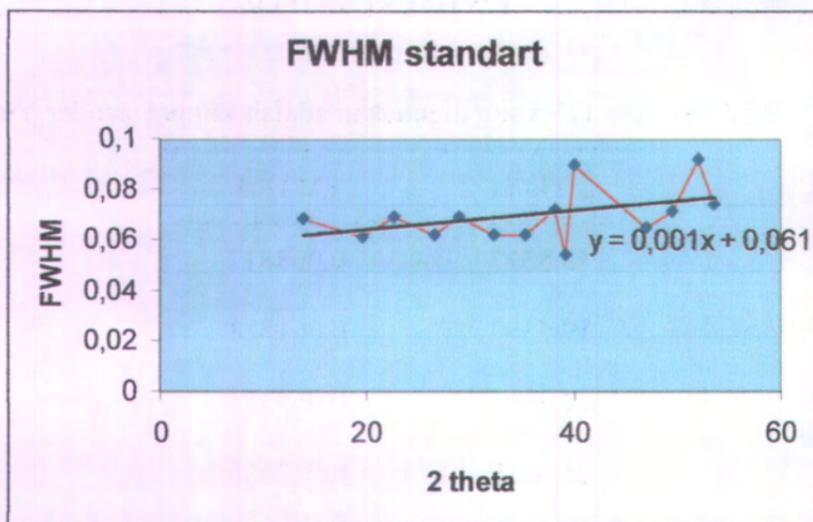
Ukuran partikel serbuk dapat dihitung menggunakan rumus Scherer dengan memanfaatkan data XRD dan software FIT-YK. Software ini digunakan untuk menentukan nilai FWHM dari sebuah peak dalam data XRD. Setiap peak akan memiliki nilai FWHM yang berbeda bergantung dari jenis kurvanya. Jika peak yang ada lebih mendekati ke bentuk lorentzian maka nilai FWHM nya akan mendekati sama dengan FWHM lorentzian, begitu pula sebaliknya untuk gaussian

FWHM STANDAR

FWHM standar ITS yang digunakan adalah sampel standar Yittria

2 Theta	FWHM
13.8517	0.068817
19.5397	0.061828
22.5666	0.069357
26.5615	0.062668
28.9435	0.069553
32.2416	0.062482
35.3307	0.062406
38.2165	0.0721

39.1563	0.054859
40.0577	0.09
47.023	0.06549
49.5082	0.071741
52.0024	0.0923
53.5656	0.07422



Diperoleh besarnya regresi linear $y = 0,001x + 0,061$
(Hikmah,2009)

Contoh Perhitungan:

Diketahui: $2\theta = 24,84^\circ \rightarrow \theta = 0,216831 \text{ rad}$

$k = 0,9$

$$\lambda = 0,154056 \text{ nm}$$

$$FWHM = 0,211898^\circ = 0,003696 \text{ rad}$$

FWHM standar = regresi linear sampel standar Yittria

$$= 0,0012^\circ x + 0,061^\circ$$

$$= (0,0012^\circ \times 24,84^\circ) + 0,061^\circ$$

$$= 0,06152^\circ$$

$$= 0,001069 \text{ rad}$$

Didapatkan ukuran kristal:

$$D = \frac{k \times \lambda}{(FWHM - FWHM \text{ sd}) \times \cos \theta}$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,154056}{(0,003696 - 0,001069) \times \cos 0,216831}$$

$$D = 67 \text{ nm}$$

LAMPIRAN F

Perhitungan Nilai Susceptibilitas (χ) Sampel

Alat *Magnetic Susceptibility Balance* yang digunakan untuk mengetahui besar susceptibilitasnya (χ) akan memberikan informasi nilai R (konstanta) dari preparat atau tabung tempat sampel yang akan di ukur. Nilai R nantinya di bagi menjadi R_0 dan R.

R_0 adalah nilai konstanta dari tabung kosong tanpa sampel yang telah dikalibrasi atau yang telah diukur di alat *Magnetic Susceptibility Balance*. Sedangkan R adalah konstanta dari tabung yang di isi sampel yang telah diukur dengan *Magnetic Susceptibility Balance*.

Nilai susceptibilitas (χ) sampel yang diukur dengan alat *Magnetic Susceptibility Balance* dapat di hitung dengan rumus dibawah ini.

$$\chi_g = \frac{(R - R_0) \times C}{\text{densitas sampel dalam preparat atau tabung}}$$

$$\chi_g = \frac{\text{panjang preparat atau tabung (cm)}}{\text{massa sampel dalam tabung (g)}} \times (R - R_0) \times C$$

Dengan C adalah konstanta di dalam alat

$$C = \frac{C_{\text{bal}}}{10^5}$$

C_{bal} merupakan konstanta balance atau skala dari alat yang digunakan dalam mengukur susceptibilitas sampel. Dalam karakterisasi yang telah dilakukan, C_{bal} yang digunakan adalah 1. Sehingga nilai C adalah

$$C = \frac{1}{10^5} = 10^{-5}$$

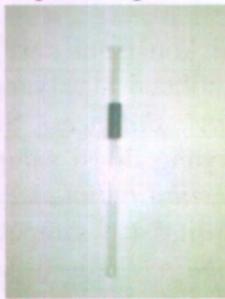
χ sampel juga dapat dihitung dari volume sampel yang dimasukkan dalam tabung, yaitu dengan perhitungan χ melalui persamaan berikut.

$$\chi_v = \frac{(R - R_0) \times C}{\text{area}}$$

Dimana area adalah volume tabung, yaitu $V = \pi r^2 \times t$; r adalah jari-jari tabung dan t adalah tinggi sampel di dalam preparat atau tabung tempat sampel.



a



b



c

Gambar F. a. alat *Magnetic Susceptibility Balance*, b. preparat atau tabung tempat sampel, c. preparat dimasukkan dalam alat

BIODATA PENULIS



Tahta Amrillah lahir di kabupaten Pamekasan-Madura pada tanggal 29 Nopember 1989. Penulis masuk Jurusan Fisika-FMIPA ITS pada tahun 2008 melalui jalur PMDK. Selama menempuh kuliah di jurusan Fisika-FMIPA ITS Penulis aktif di Organisasi Himpunan Mahasiswa Fisika ITS (HIMASIKA) sebagai staf Divisi Entrepreneurship pada periode 2009-2010, kemudian sebagai

kepala Departemen Kewirausahaan pada periode 2010-2011. Penulis juga aktif dalam organisasi kedaerahan, Forum Komunikasi Mahasiswa Pamekasan-ITS (FORKAMP-ITS) sebagai staff eksternal pada periode 2009-2010 kemudian sebagai ketua FORKAMP-ITS pada periode 2010-2011. Selain aktif dalam organisasi, Penulis juga aktif sebagai asisten dosen Fisika Dasar dan asisten Laboratorium Fisika Dasar sejak di semester empat. Pelatihan yang pernah diikuti selama menjadi mahasiswa antara lain Latihan Ketrampilan Manajemen Mahasiswa pra-Tingkat Dasar (LKMM pra-TD), LKMM TD (Tingkat Dasar), Pelatihan-pelatihan Karya Ilmiah dan Pengembangan Kepribadian. Penulis juga aktif dalam kegiatan Ilmiah dan Pengabdian Masyarakat, seperti yang telah dilakukan dalam kegiatan pembuatan Instalasi Pengolah Limbah Cair Batik dan Instalasi Biogas Portabel untuk Masyarakat Desa Klampar-Pamekasan yang di danai DIKTI, serta penelitian Penulis dalam bidang *Material Science* termasuk Bahan Multiferroik yang telah dibahas dalam draft tugas akhir ini. Apabila ingin berdiskusi lebih jauh terkait Tugas Akhir dapat menghubungi penulis melalui : tahvisikawan@gmail.com