

## ANALISIS RIETVELD SERBUK $\text{FeTiO}_3$ HASIL PREPARASI DENGAN METODE PENCAMPURAN LARUTAN

Dhimas I. Ardeansyah<sup>1</sup> dan Frida U. Ermawati<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya

Email : [dhimasardeansyah@mhs.unesa.ac.id](mailto:dhimasardeansyah@mhs.unesa.ac.id); [frida.ermawati@unesa.ac.id](mailto:frida.ermawati@unesa.ac.id)

### Abstrak

$\text{FeTiO}_3$  dikenal sebagai kandidat bahan dielektrik keramik untuk aplikasi telekomunikasi pada daerah gelombang mikro. Serbuk  $\text{FeTiO}_3$  dilaporkan dapat disintesis dengan metode sol-gel, solid state reaction dan microwave-assisted. Namun sintesis serbuk  $\text{FeTiO}_3$  tersebut seringkali menyisakan problem, diantaranya suhu pembentukan fasa  $\text{FeTiO}_3$  yang masih tinggi, yaitu  $> 1200^\circ\text{C}$  ditahan selama 24 jam dengan metode solid state reaction dan  $600^\circ\text{C}$  selama 2 jam dengan metode sol-gel. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis serbuk  $\text{FeTiO}_3$  dengan metode pencampuran larutan dari bahan awal berupa serbuk logam Fe dan Ti (Merck) serta HCl 12 M sebagai pelarut. Dengan metode tersebut, fasa  $\text{FeTiO}_3$  dapat terbentuk pada suhu serendah  $340^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Analisis komposisi fasa dilakukan kepada serbuk yang telah dikalsinasi pada suhu di atas dengan menggunakan metode Rietveld dan perangkat lunak Rietica. Diperoleh hasil bahwa fasa  $\text{FeTiO}_3$  terbentuk sebagai fasa utama sebesar 83.37 % molar dan sisanya sebesar 16.63 % molar untuk fasa  $\text{TiO}_2$  (rutile). Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa metode pencampuran larutan dapat membentuk fasa  $\text{FeTiO}_3$  pada suhu yang jauh lebih rendah dari yang sudah dilaporkan, meski masih menyisakan fasa  $\text{TiO}_2$ .

**Kata Kunci:** Pencampuran larutan,  $\text{FeTiO}_3$ , Kalsinasi, *Match!*, *Rietica*.

### Abstract

$\text{FeTiO}_3$  is known as a candidate for ceramic dielectric materials for telecommunication applications in microwave areas.  $\text{FeTiO}_3$  powder was reported to be synthesized by sol-gel method, solid state reaction and microwave-assisted. However, the synthesis of  $\text{FeTiO}_3$  powder often leaves a problem, including the temperature formation of  $\text{FeTiO}_3$  phase which is still high, i.e.  $> 1200^\circ\text{C}$  held for 24 hours by solid state reaction and  $600^\circ\text{C}$  for 2 hours using sol-gel method. This study aims to synthesize  $\text{FeTiO}_3$  powder by liquid mixing method from the raw material of Fe and Ti (Merck) metal powders and HCl 12 M as solvent. Via this method,  $\text{FeTiO}_3$  phase can be formed at a temperature as low as  $340^\circ\text{C}$  for 2 hours. Phase composition analysis was carried out on the powder that was calcined at the above temperature using the Rietveld method and Rietica software. The results showed that  $\text{FeTiO}_3$  phase was formed as the main phase of 83.37 % molar and the rest was 16.63 % molar for the  $\text{TiO}_2$  (rutile) phase. Thus it can be concluded that the liquid mixing method can form the  $\text{FeTiO}_3$  phase at a much lower temperature than what has been reported by the other methods, although the liquid mixing method still leaves the  $\text{TiO}_2$  phase behind.

**Keywords:** *Liquid Mixing Method*,  $\text{FeTiO}_3$ , Calcination, *Match!*, *Rietica*.

Universitas Negeri Surabaya

### PENDAHULUAN

Iron titanate ( $\text{FeTiO}_3$ ) merupakan salah satu bahan keramik dielektrik yang sangat populer digunakan sebagai filter, osilator, resonator dan radar untuk sistem komunikasi khususnya pada daerah gelombang mikro (Ermawati et al. 2016).  $\text{FeTiO}_3$  sendiri memiliki struktur *ilmenite* dengan space group R-3 dan parameter kisi  $a = b \neq c$  (Pratapa et al. 2012).

Sintesis bahan dielektrik keramik  $\text{FeTiO}_3$  telah banyak dilaporkan dengan berbagai macam metode, diantaranya metode sol-gel, solid state reaction, dan microwave-assisted. Ghambire et al (2011) menggunakan metode sol-gel dan mendapatkan fasa tunggal  $\text{FeTiO}_3$  pada suhu

kalsinasi  $600^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Metode sol-gel mampu menghasilkan serbuk dengan kemurnian tinggi. Namun metode ini juga memiliki kekurangan, yaitu reagen yang dibutuhkan relatif mahal (Mona et al. 2006). Ohara et al (2010) mengadopsi metode solid state reaction dimana fasa tunggal  $\text{FeTiO}_3$  mulai terbentuk pada suhu kalsinasi di atas  $1200^\circ\text{C}$  selama 24 jam dengan kelebihan proses yang lebih mudah dan reagen yang digunakan relatif murah. Akan tetapi metode solid state reaction ini juga memiliki kekurangan yaitu proses sintesis membutuhkan waktu yang lama dan suhu kalsinasi yang tinggi (Ru et al. 2014). Metode sintesis yang lainnya adalah microwave-assisted (Ru et al. 2014). Dengan metode ini fasa tunggal  $\text{FeTiO}_3$  mulai terbentuk pada suhu kalsinasi  $450^\circ\text{C}$  selama

20 menit. Akan tetapi metode ini memiliki kekurangan yaitu proses sintesisnya yang rumit.

Dengan fakta-fakta di atas, maka menjadi tantangan tersendiri bagi Penulis untuk dapat mensintesis serbuk keramik  $\text{FeTiO}_3$  dengan metode yang sederhana namun menghasilkan fasa  $\text{FeTiO}_3$  yang hampir tunggal (*nearly single phase*). Telah dilaporkan terdapat metode sintesis serbuk keramik yang sederhana dengan biaya operasional relatif lebih murah apabila dibandingkan dengan biaya operasional dari ketiga metode di atas. Metode yang dimaksud adalah metode pencampuran larutan (*liquid mixing method*). Metode pencampuran larutan pada prinsipnya adalah melarutkan beberapa bahan awal berupa serbuk logam ke dalam larutan asam kuat (dalam hal ini HCl) sehingga menjadi ion-ion. Keberadaan ion-ion dapat mempercepat terjadinya reaksi kimia sehingga senyawa yang diharapkan dapat terbentuk lebih cepat.

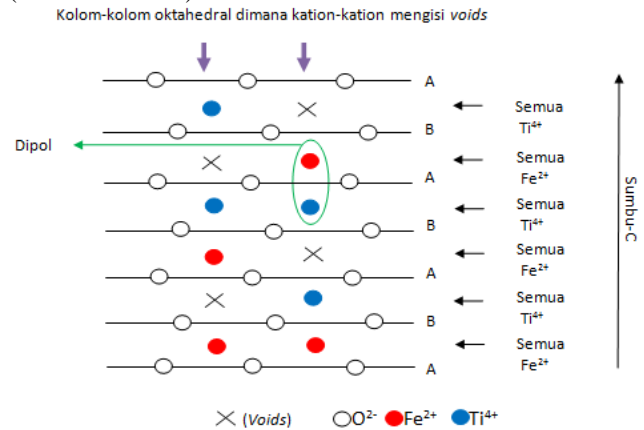
Metode sintesis pencampuran larutan tersebut telah dilaporkan oleh: (1) Pratapa et al (2012) pada sistem  $\text{MgTiO}_3$  dan mampu menghasilkan fasa  $\text{MgTiO}_3$  hampir tunggal (*nearly single phase*) pada suhu kalsinasi  $800^\circ\text{C}$ . (2) Ermawati et al (2015) melaporkan hasil sintesis  $(\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2})\text{TiO}_3$  dan mampu menghasilkan fasa  $\text{MgTiO}_3$  juga hampir tunggal pada suhu kalsinasi  $550^\circ\text{C}$ . (3) Ermawati et al (2016) mensintesis serbuk  $(\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{TiO}_3$  dengan  $x = 0-0,5$  dan menghasilkan fasa  $\text{MgTiO}_3$  yang juga hampir tunggal pada suhu kalsinasi  $550^\circ\text{C}$ . (4) Zahro dan Ermawati (2018) telah mensintesis serbuk  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4$  dan menghasilkan fasa  $\text{MgTiO}_3$ ,  $\text{MgO}$  dan  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4$  pada suhu kalsinasi  $1000^\circ\text{C}$ . (5) Imamah dan Ermawati (2018) mensintesis serbuk  $\text{ZnTiO}_3$  dan mampu menghasilkan fasa  $\text{ZnTiO}_3$  pada suhu serendah  $500^\circ\text{C}$ .

Sejauh yang Penulis ketahui, metode pencampuran larutan belum pernah dilaporkan untuk mensintesis serbuk  $\text{FeTiO}_3$ . Untuk itu makalah ini dimaksudkan melaporkan hasil sintesis serbuk  $\text{FeTiO}_3$  dengan metode pencampuran larutan. Mengingat semua publikasi di atas yang melaporkan penggunaan metode pencampuran larutan untuk mensintesis berbagai sistem sampel dan ternyata mampu menghasilkan fasa yang hampir tunggal (*nearly single phase*), maka Penulis berharap bahwa metode sintesis ini juga mampu menghasilkan fasa  $\text{FeTiO}_3$  hampir tunggal dan pada suhu rendah. Selain itu, studi analisis komposisi fasa yang terbentuk pada serbuk  $\text{FeTiO}_3$  melalui pola difraksi sinar-x atas sampel  $\text{FeTiO}_3$  juga dilaporkan pada makalah ini. Analisis komposisi fasa tersebut dilakukan dengan metode Rietveld dan perangkat lunak Rietica.

### Dipol listrik permanen di dalam $\text{FeTiO}_3$

Ilmenite  $\text{FeTiO}_3$  merupakan turunan dari struktur bahan keramik yang bernama Corundum untuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan stokiometri  $\text{ABO}_3$ , dimana A dan B menyatakan kation-kation, sedangkan O menyatakan anion (Chai et al. 2008). Untuk kasus struktur Ilmenite  $\text{FeTiO}_3$  di atas, kation-kation tersebut adalah ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Ti}^{4+}$  yang menempati 2 dari 3 kekosongan (*voids*) yang ada pada susunan oktahedral secara bergantian. Sedangkan sebagai anion adalah oksigen yang tertata dalam *heksagonal close-packed* (HCP) dengan susunan lapisan (*layer*) A-B-A-B

yang memiliki orientasi sejajar sumbu-C (Gambar 1), (Chai et al. 2008).



**Gambar 1.** Struktur  $\text{FeTiO}_3$  yang menunjukkan keberadaan dipol-dipol listrik permanen di dalamnya (Chai et al 2008).

Seperti terlihat pada Gambar 1, kation-kation  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Ti}^{4+}$  tersebut tertata secara bergantian pada kolom-kolom oktahedral. Setiap pasangan ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan  $\text{Ti}^{4+}$  menjadi sebuah dipol listrik. Pasangan dipol-dipol listrik di dalam  $\text{FeTiO}_3$  tersebut disebut dipol listrik permanen sebab dipol-dipol tersebut telah terbentuk di dalam struktur kristal  $\text{FeTiO}_3$  meski tanpa adanya energi dari luar, berupa medan listrik, yang datang pada bahan  $\text{FeTiO}_3$  (Chai et al, 2008). Keberadaan dipol-dipol listrik di dalam suatu bahan menjadikan bahan tersebut berpotensi sebagai bahan dielektrik.

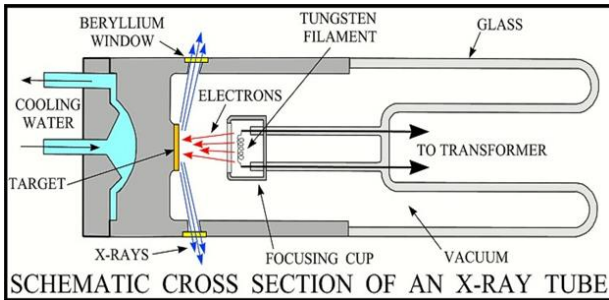
*Mengapa demikian?* Karena polarisasi dipol-dipol listrik akan mampu menyerap energi dari medan listrik luar. Semakin tinggi polarisasi dipol-dipol listrik, maka semakin besar kemampuan bahan dielektrik untuk menyerap energi dari luar tersebut. Kemampuan bahan dielektrik untuk menyerap energi dari luar tersebut disebut konstanta dielektrik (permitivitas relatif). Oleh karenanya sebuah bahan dielektrik ditandai oleh konstanta dielektrik. Jadi apabila konstanta dielektrik suatu bahan bernilai tinggi, itu artinya energi dari luar yang datang kepada bahan dielektrik tersebut diserap dengan baik. Kemampuan penyerapan energi inilah menjadi salah satu ciri bahan dielektrik keramik yang baik. Dengan fakta bahwa di dalam bahan  $\text{FeTiO}_3$  terkandung dipol-dipol listrik permanen, maka bahan  $\text{FeTiO}_3$  sangat berpotensi menjadi bahan keramik dielektrik.

### Metode Pencampuran Larutan

Metode pencampuran larutan (*liquid mixing method*) merupakan metode preparasi serbuk yang relatif baru yang digunakan untuk sintesis bahan dielektrik keramik. Tahapan dalam metode pencampuran larutan pada prinsipnya adalah mengubah bahan awal berupa logam menjadi larutan ion-ion dengan cara melarutkannya di dalam asam kuat. Kemudian larutan ion-ion tersebut dicampur menjadi satu (*mixing*) sambil dipanaskan sampai homogen hingga menjadi kerak kering, setelah itu kerak kering ini dihaluskan dan dipanaskan (kalsinasi) sehingga didapatkan fasa kristalin.

**Difraksi Sinar-X**

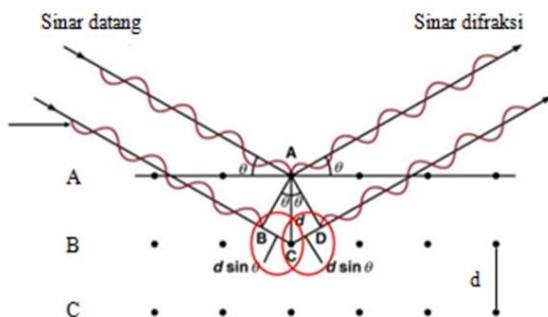
Sinar-X dapat dihasilkan dari proses dalam suatu tabung katoda. Penjelasan mengenai proses terbentuknya hamburan sinar-X ditunjukkan oleh Gambar 2.



**Gambar 2.** Ilustrasi penampang melintang (cross section) alat produksi sinar-X (Beiser, 2003).

Pada Gambar 2, hamburan sinar-X dihasilkan ketika elektron-elektron yang berasal dari filamen tungsten yang dipanaskan dengan diberi tegangan tinggi pada rentang (30-50) kV di dalam ruang vakum. Oleh karena suhu tinggi, maka gerakan elektron menjadi dipercepat sehingga elektron memiliki energi yang besar dan menumbuk logam target dengan kecepatan tinggi. Tumbukan ini mampu melepaskan ikatan antara elektron pada kulit terluar dengan inti atom logam target. Terlepasnya elektron pada kulit terluar tersebut menyebabkan terjadinya kekosongan elektron pada kulit terluar atom target sehingga elektron dari tingkat yang lebih tinggi akan mengisi kekosongan tersebut dengan cara mengemisikan energi agar energinya dapat menyesuaikan dengan kulit K yang tingkat energinya lebih rendah. Energi yang diemisikan tersebut dipancarkan dalam bentuk radiasi sinar-X. Sinar-X yang dihasilkan tersebut akan dikeluarkan melalui jendela *Beryllium*.

Sinar-X yang telah dihasilkan kemudian ditembakkan menuju ke bahan kristal sehingga mengalami peristiwa difraksi. Peristiwa difraksi terjadi karena sinar-X memiliki panjang gelombang yang orde nya sama dengan jarak antar atom terdekat suatu kristal. Konsep difraksi sinar-X diilustrasikan pada Gambar 3 berikut.



**Gambar 3** Ilustrasi geometri dari difraksi sinar-X oleh kristal (Beiser, 2003).

Pada gambar di atas dapat dilihat bahwa terdapat susunan atom-atom pada kristal yang terbentuk secara teratur pada ketiga bidang kristal A,B,dan C yang saling sejajar satu dengan lain. Jarak antar atom adalah sama yaitu sebesar d.

Radiasi sinar-X datang menuju bidang kristal dengan sudut datang sebesar  $\theta$ . Sudut datang atau disebut juga sudut Bragg merupakan sudut yang dibentuk antara berkas sinar-X yang datang dengan bidang yang dikenai sinar-X.

Pada dasarnya, saat sinar-X mengenai suatu bidang kristal maka atom-atom pada bidang kristal akan menghamburkan sinar-X ke segala arah. Dan diantara sinar-sinar yang dihamburkan tersebut, ada sinar-sinar tertentu yang benar-benar sefase (*completely in phase*) sehingga berkas-berkas tersebut akan diperkuat satu sama lain (interferensi konstruktif) dan membentuk berkas-berkas yang terdifraksi dan memenuhi hukum Bragg, yaitu:

$$2d \sin \theta = n\lambda \tag{1}$$

Dimana  $d$  = jarak antar atom pada kristal,  $\sin \theta$  = sudut Bragg, dan  $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X yang dipergunakan (Ermawati. 2018).

**Match! (Analisis Kualitatif)**

Analisis kualitatif dilakukan pada sampel yang telah diuji XRD dengan perangkat lunak *Match!* yang bertujuan untuk mengidentifikasi fasa-fasa kristalin yang terdapat di dalam sampel bahan uji. Proses identifikasi fasa tersebut didasarkan pada data posisi puncak yang terukur dengan basis data (*database*) pada perangkat lunak *Match!* yang disebut *powder diffraction file* (PDF).

**Metode Rietveld (Analisis Kuantitatif)**

Analisis kuantitatif pada sampel yang telah diuji XRD selanjutnya dilakukan dengan menggunakan metode Rietveld (Rietveld, 1969) yang diimplementasikan pada perangkat lunak *Rietica* (Hunter, 1998a).

$$y_{ci} = s \sum_K L_K |F_K|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_K) P_K A + y_{bi} \tag{2}$$

dengan  $i$  adalah indeks untuk sebuah titik yang sedang dihitung,  $s$  adalah faktor skala,  $K$  adalah indeks Miller ( $hkl$ ) untuk sebuah puncak Bragg,  $L_K$  adalah berisi faktor-faktor polarisasi Lorentz dan pelipatan (*multiplication*),  $|F_K|$  adalah faktor struktur untuk refleksi Bragg ke  $K$ ,  $\phi$  adalah fungsi bentuk puncak,  $2\theta_i$  dan  $2\theta_K$  masing-masing menyatakan sudut-sudut detektor yang berhubungan dengan titik  $i$  dan puncak Bragg  $K$ ,  $P_K$  adalah fungsi *preferred orientation*,  $A$  adalah faktor serapan, dan  $y_{bi}$  adalah kontribusi dari latar (*background*).

$$S = \sum w_i (y_i - y_{ci})^2 \tag{3}$$

dengan  $y_i$  adalah intensitas terukur pada titik data ke- $i$ ,  $y_{ci}$  adalah nilai terhitung, dan  $w_i$  adalah faktor bobot untuk titik  $i$ , dimana nilai  $w_i$  biasanya ditetapkan sebagai nilai resiprokal variansi intensitas terhitung pada titik data ke- $i$ ,

$$\text{atau } w_i = \frac{1}{\sigma^2} .$$

**Penghalusan Rietveld**

Penghalusan Rietveld, yaitu pencocokan pola difraksi terhitung dengan pola terukur. Parameter-parameter

kesesuaian *figures-of-merit* (*FOM*) yang digunakan dalam melihat perkembangan penghalusan Rietveld (Hunter, 1998b) adalah:

1. Faktor profil ( $R_p$ ):

$$R_p = \frac{\sum_i |y_i - y_{ic}|^2}{\sum_i y_i} \quad (4)$$

2. Faktor profil terbobot ( $R_{wp}$ ):

$$R_{wp} = \left[ \frac{\sum_i w_i |y_i - y_{ic}|^2}{\sum_i w_i y_i^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (5)$$

3. Indeks *goodness-of-fit* (*GoF*) atau biasa dilambangkan dengan  $\chi$ :

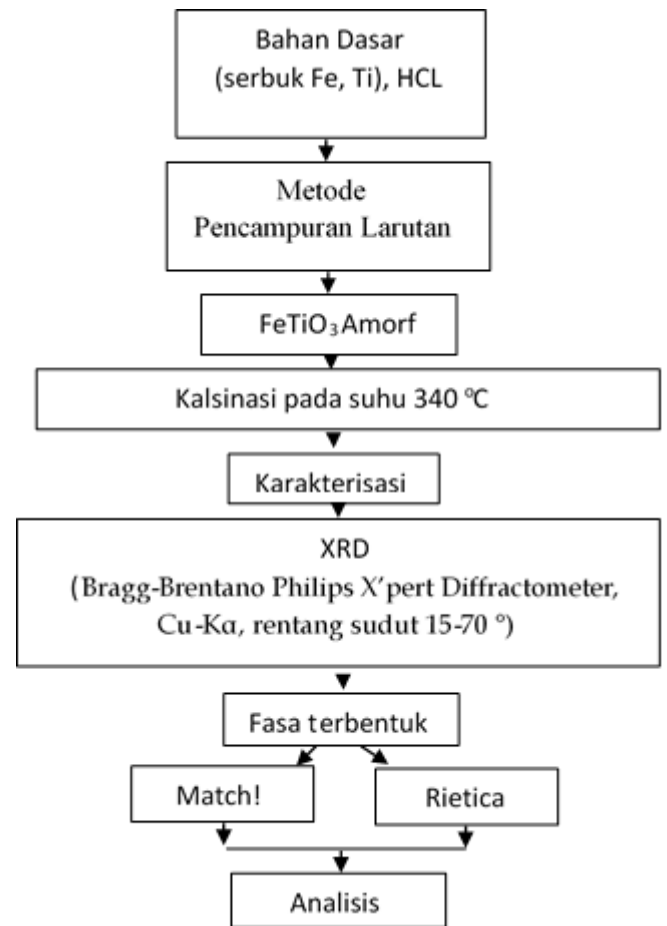
$$GoF = \left[ \frac{R_{wp}}{R_{exp}} \right] \quad (6)$$

dengan

$$R_{exp} = \left[ \frac{N - P}{\sum_i w_i y_i^2} \right] \quad (7)$$

$N$  menyatakan jumlah titik data, sedangkan  $P$  jumlah parameter yang terlibat dalam sebuah penghalusan.

## EKSPERIMEN

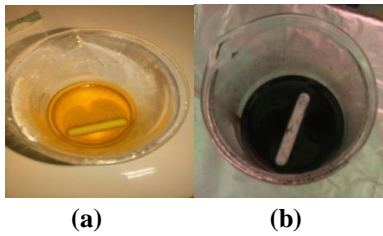


**Gambar 4.** Diagram alir rancangan penelitian ini.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

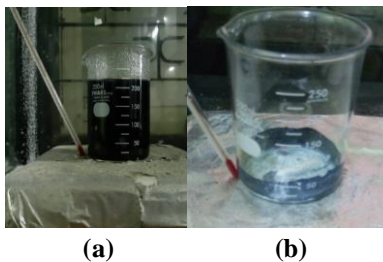
### Hasil Sintesis

Sintesis serbuk FeTiO<sub>3</sub> dilakukan dengan metode pencampuran larutan dengan menggunakan bahan awal berupa serbuk logam Ti (kemurnian 96 %) dan Fe (97 %) dari Merck dan HCl 12 M sebagai pelarutnya (dalam hal ini, kemurnian HCl tersebut 37% sedangkan sisanya adalah H<sub>2</sub>O). Sintesis ini dimulai dengan menimbang serbuk Fe dan Ti yaitu Fe:Ti = 1:1 sesuai dengan stoikiometri FeTiO<sub>3</sub>. Masing-masing serbuk kemudian dilarutkan ke dalam HCl dengan menggunakan stirrer hotplate. Serbuk Fe dilarutkan selama 2 jam pada suhu 60 °C hingga homogen yang ditandai dengan larutan menjadi bening dan berwarna kekuningan sehingga terbentuk larutan FeCl<sub>2</sub> (Gambar 5a). Sedangkan untuk serbuk Ti dilarutkan selama 50 menit pada suhu 60 °C hingga homogen yang ditandai dengan larutan menjadi ungu sehingga terbentuk larutan TiCl<sub>4</sub> (Gambar 5b).



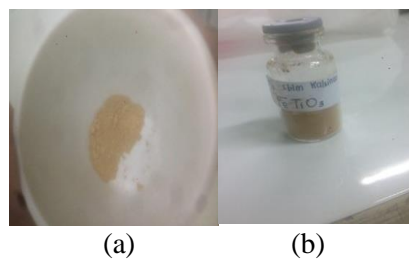
**Gambar 5.** (a) Larutan  $\text{FeCl}_2$  homogen, dan (b) Larutan  $\text{TiCl}_4$  homogen dilihat dari atas .

Larutan  $\text{FeCl}_2$  (Gambar 5a) dan larutan  $\text{TiCl}_4$  (Gambar 5b) di campur dan diaduk hingga homogen, setelah itu dipanaskan hingga mengental dan mengering seperti yang terlihat pada Gambar 6 (a) dan (b) sebagai berikut:



**Gambar 6.** (a) Hasil larutan  $\text{FeCl}_2$  dengan  $\text{TiCl}_4$  yang telah dicampur, dan (b) Larutan pada Gambar 6 (a) yang telah mengering dan mengerak setelah mengalami pemanasan pada suhu  $100\text{-}110\text{ }^\circ\text{C}$  selama  $\pm 4$  jam.

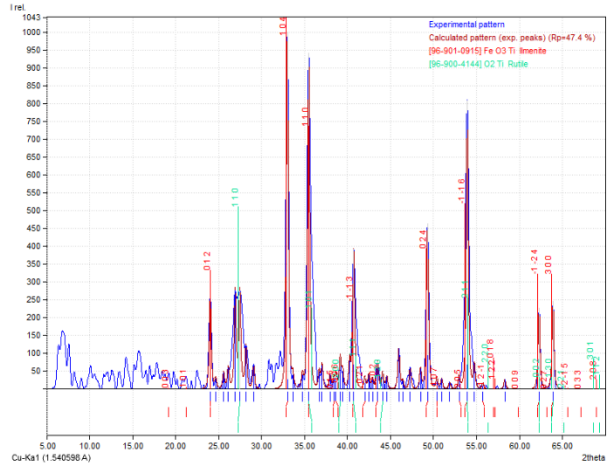
Setelah kerak benar-benar kering (Gambar 6b), kemudian kerak dihaluskan dengan alu dan mortar hingga menjadi serbuk halus (Gambar 7).



**Gambar 7** (a) Hasil penghalusan dengan mortar dan alu untuk kerak kering Gambar 6 (b). (b) Serbuk  $\text{FeTiO}_3$  amorf pada Gambar 7 (a) setelah disimpan di dalam botol tertutup.

Serbuk  $\text{FeTiO}_3$  tersebut kemudian di kalsinasi pada suhu  $340\text{ }^\circ\text{C}$  lalu di uji XRD dan diidentifikasi fasa menggunakan software *Match!* dan *Rietica*.

**Hasil Uji Serbuk  $\text{FeTiO}_3$   
Hasil Match!**

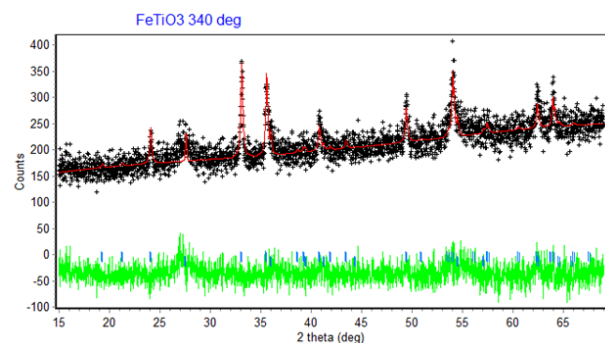


**Gambar 8.** Hasil XRD serbuk  $\text{FeTiO}_3$  pada suhu  $340\text{ }^\circ\text{C}$ .

Berdasarkan gambar di atas dapat dilihat bahwa fasa  $\text{FeTiO}_3$  sudah terbentuk pada suhu kalsinasi  $340\text{ }^\circ\text{C}$ . Namun masih ada fasa lain yang juga terdeteksi, yaitu fasa  $\text{TiO}_2$  (rutile). Fasa  $\text{FeTiO}_3$  ditandai dengan garis yang berwarna merah sedangkan untuk  $\text{TiO}_2$  ditandai dengan garis berwarna hijau.

**Analisis Komposisi Fasa**

Gambar 9 berikut menunjukkan pola difraksi hasil refinement dengan menggunakan metode Rietveld dan perangkat lunak *Rietica* untuk sampel  $\text{FeTiO}_3$  dengan suhu kalsinasi  $340\text{ }^\circ\text{C}$ . Hasil penghalusan Rietveld kemudian dinyatakan dalam parameter-prameter kesesuaian *Figures of Merit* (FoM) yang digunakan untuk melihat perkembangan dari penghalusan Rietveld yaitu faktor profil (Rp), faktor profil berbobot (Rwp), indeks *goodness-of-fit* (GoF), dan  $R_{exp}$ .



**Gambar 9.** Hasil pola penghalusan Rietveld pada program *Rietica* untuk serbuk  $\text{FeTiO}_3$  yang dikalsinasi pada suhu  $340\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam, (FoM : GoF = 1.349, Rwp = 8.30, Rp = 6.54, dan  $R_{exp}$  = 6.87).

Simbol “ + “berwarna hitam pada Gambar 9 di atas menyatakan pola difraksi terukur (eksperimen), garis merah menyatakan pola difraksi terhitung (model). Garis hijau menyatakan selisih puncak antara pola eksperimen dengan pola model, sedangkan garis tegak berwarna biru menyatakan posisi puncak-puncak Bragg milik semua fasa

yang teridentifikasi pada sampel FeTiO<sub>3</sub>, yaitu milik fasa FeTiO<sub>3</sub> dan TiO<sub>2</sub>.

**Tabel 1** Output penghalusan Rietveld untuk pola XRD serbuk FeTiO<sub>3</sub> 340 °C.

Sampel	FoM (%)		Identifikasi kasi Fasa	Parameter Lattice Å		Volume unit cell Å	Fasa molar (%)	Densitas (g.cm <sup>3</sup> )
	Gof			a = b	c			
FeTiO <sub>3</sub> 340 °C	Gof	1.349	FeTiO <sub>3</sub>	a = b	5.034	301.849 ± 0.13	83.37 ± 3.81	4.744
	Rp	6.54		c	13.749			
	Rwp	8.30	TiO <sub>2</sub>	a = b	4.565	61.885 ± 0.06	16.63 ± 1.96	
	Rexp	6.87		c	2.969			

Nilai GoF untuk sampel uji pada suhu kalsinasi 340 °C adalah 1.349 % < 4 %. Demikian juga untuk nilai-nilai Rp 6.54 %, Rwp 8.30 %, dan Rexp 6.87 % yakni < 20 %, dimana nilai 4 % untuk GoF dan 20 % untuk Rp, Rwp, dan Rexp, keduanya menyatakan batas maksimal untuk sebuah proses penghalusan dinyatakan tuntas. Dapat dilihat bahwa Persentase molar fasa FeTiO<sub>3</sub> sebesar 83.37 % sedangkan persentase molar fasa TiO<sub>2</sub> sebesar 16.63 % yang menandakan bahwa masih banyak fasa TiO<sub>2</sub> yang terdapat di dalam sampel.

## PENUTUP

### Simpulan

Metode pencampuran larutan terbukti dapat digunakan untuk mensintesis serbuk FeTiO<sub>3</sub> selain itu metode pencampuran juga mempercepat pembentukan fasa FeTiO<sub>3</sub> pada suhu kalsinasi yang rendah yaitu serendah 340 °C, jauh lebih rendah dibandingkan dengan suhu pembentukan fasa FeTiO<sub>3</sub> dengan metode sintesis lain. Namun masih terdapat fasa sekunder yaitu TiO<sub>2</sub> dengan perbandingan persentase molar keduanya sebesar 83.37 % (FeTiO<sub>3</sub>) dan 16.63 % (TiO<sub>2</sub>).

## DAFTAR PUSTAKA

- A. Aziz, A. Wahida, M. Amin. 2018. 'Manganese Substituted Iron Titanate Particles with Enhancement Adsorption Capacity For Removal Of Remazol Brilliant Blue R Dye'. Trans Tech Publications, Switzerland.
- Anil B. Gambhire, Machhindra K. Lande, Sandip B. Rathod, Balasaheb R. Arbad, Kaluram N. Vidhate, Rama krishna S. Gholap Kashinath R. Patil. 2011. 'Synthesis and characterization of FeTiO<sub>3</sub> ceramics'. Arabian Journal of Chemistry.
- A.T. Raghavender, Nguyen Hoa Hong, Kyu Joon Lee, Myung-Hwa Jung, Z. Skoko, M. Vasilevskiy, M.F. Cerqueira, A.P. Samantilleke. 2013. 'Nano-ilmenite FeTiO<sub>3</sub>: Synthesis and characterization'. Journal of magnetism and magnetic materials 331: 129-132.
- Beiser, Arthur. 2003. *Concepts of Modern Physics*. 6th ed. North America: McGraw-Hill Companies, Inc.

Ermawati, Frida U. 2018. 'Difraksi Sinar-X : Teori dan Analisis Data Eksperimen'. Surabaya: Unipress UNESA

Ermawati, Frida U., Suminar Pratapa, S. Suasmoro, Thomas Hübert, and Ulrich Banach. 2016. 'Preparation and Structural Study of Mg<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>TiO<sub>3</sub> Ceramics and Their Dielectric Properties from 1 Hz to 7.7 GHz'. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 27 (7): 6637-45.

Ermawati, Frida Ulfah. 2017. *Fisika Bahan Keramik*. Surabaya: Unipress UNESA.

Ermawati, Frida Ulfah, Suasmoro Suasmoro, and Suminar Pratapa. 2015. 'A Simple Dissolved Metals Mixing Route to Prepare Nanostructured Mg<sub>0.8</sub>Zn<sub>0.2</sub>TiO<sub>3</sub> Solid Solution'. *Advanced Materials Research* 1112 (July): 47-52. .

Juanjian Ru, Yixin Hua, Cunying Xu, Jian Li, Yan Li, Ding Wang, Kai Gong, Rui Wang, Zhongren Zhou. 2014. 'Microwave-assisted preparation of submicron-sized FeTiO<sub>3</sub> powders'. Ceramics International.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.11.142>.

Pratapa, Suminar, Malik A. Baqiya, Istianah, Rina Lestari, and Riyan Angela. 2014. 'A Simple Dissolved Metals Mixing Method to Produce High-Purity MgTiO<sub>3</sub> Nanocrystals'. In , 39-42. <https://doi.org/10.1063/1.4866726>.

Rietveld, H. M. 1969. 'A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures'. *Journal of Applied Crystallography*, 65-71.

Rietveld, H. M. (1969). "A profile refinement method for nuclear and magnetic structures." *Journal of Applied Crystallography*2(2): 65-71.

Sakinatus Zahro, Frida U. Ermawati. 2018. 'ANALISIS STRUKTUR DAN KOMPOSISI FASA SERBUK Mg<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub>'. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI) Volume 07: 63-66*. <https://doi:10.1016/j.jallcom.2010.05.090>.

Satoshi Ohara, Kazuyoshi Sato, Zhenquan Tan, Hirofumi Shimoda, Masami Ueda, Takehisa Fukui. 2010. Novel mechanochemical synthesis of fine FeTiO<sub>3</sub> nanoparticles by a high-speed ball-milling process. *Journal Of Alloys and Compounds*. <https://doi:10.1016/j.jallcom.2010.05.090>.