

Sintesis Multiferoik BiFeO_3 Berbasis Pasir Besi dengan Metode Sol Gel

Mariya Arifani, Malik A. Baqiya, Darminto

FISIKA, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: darminto@physics.its.ac.id

Abstrak—Multiferoik BiFeO_3 telah berhasil disintesis dengan metode Sol Gel yang berbasis pasir besi (Pantai Jolosutro, Blitar). Pada penelitian ini digunakan metode Sol Gel dengan variasi suhu kalsinasi antara 250°C - 500°C dengan waktu penahanan selama 1 jam pada tungku tabung yang dialiri gas nitrogen. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan uji XRD (X-ray Diffraction). Multiferoik BiFeO_3 yang disintesis menggunakan metode sol gel memiliki kemurnian 93,13%. Ukuran kristal yang dihasilkan pada rentang suhu kalsinasi tersebut antara 7,2 nm – 62,4 nm. Nilai suseptibilitas bahan semakin meningkat yang mengidentifikasi bahan bersifat feromagnetik.

Kata Kunci— Sol Gel, Multiferoik BiFeO_3 , Pasir Besi

I. PENDAHULUAN

BEBERAPA tahun terakhir bahan BiFeO_3 menjadi tema riset yang banyak dikembangkan. Hal ini disebabkan material BiFeO_3 memiliki sifat multiferoik yang tinggi, multiferoik merupakan suatu bahan atau material yang memperlihatkan sifat feroelektrik dan feromagnetik secara bersamaan. Dengan kata lain bahan Multiferoik ini memiliki lebih dari satu sifat dalam satu material.

Salah satu aplikasi dari bahan multiferoik ini yaitu sebagai magnetoelektrik dalam suhu ruang karena memiliki sifat feroelektrik dan anti-ferromagnetik pada temperatur Curie dan temperatur Neel cukup tinggi yaitu 810°C dan 375°C . Akan tetapi aplikasi praktis dalam pemanfaatan multiferoik BiFeO_3 masih terkendala untuk mendapatkan fase tunggal BiFeO_3 . Hal ini terjadi karena permasalahan kebocoran yang timbul dari non-stoikiometri sehingga menimbulkan pengotor. Metode dalam mensintesis fase tunggal BiFeO_3 yang telah dikembangkan antara lain kopresipitasi, sol-gel, mekanik, dan sintesis hidrotermal. Selain itu bahan Multiferoik juga berpotensi menawarkan jangkauan menyeluruh pada aplikasi terbaru. Salah satu nya yaitu pada bidang spintronik. Media penyimpanan data baru dan *multiple-state memory*. Bahan dasar yang akan digunakan pada penelitian ini yaitu pasir besi yang berasal dari pantai Jolosutro yang terletak di desa Ringenrejo, kecamatan Wates Blitar. Pasir besi yang terdapat di daerah Blitar ini memiliki kandungan Fe yang cukup tinggi yaitu 88,29 %, data tersebut didapat setelah melakukan uji XRF. Sehingga sangat memungkinkan pasir besi tersebut di olah menjadi material yang lebih advance. Oleh sebab itu sangat disayangkan jika sumber daya alam yang sangat berpotensi ini tidak dikembangkan dan hanya di eksploitasi oleh perusahaan asing. Bahan dasar pasir besi sampai saat ini

sudah telah berhasil disintesa menjadi *ferrofluid*, Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , bahkan telah digunakan dalam sintesa nano-multiferoik BiFeO_3 menggunakan metode kopresipitasi. Akan tetapi belum berhasil diperoleh fase tunggal BiFeO_3 . Sehingga diperlukan analisa lebih lanjut untuk mensintesa multiferoik BiFeO_3 dari pasir besi menggunakan metode kopresipitasi dengan mengatur suhu pemanasan, kecepatan pemanasan serta pendinginan guna memperoleh fase tunggal multiferoik [4].

Penelitian ini dilakukan bertujuan untuk: (a).Mengetahui proses sintesis multiferoik BiFeO_3 dengan metode sol-gel dengan bahan dasar Fe_2O_3 yang disintesis dari pasir besi Blitar. (b).Mengetahui faktor – faktor yang mempengaruhi terhadap pembentukan fase BiFeO_3 . (c).Mengetahui pengaruh atmosfer yang digunakan pada proses kalsinasi BiFeO_3 . (d).Mengetahui fase yang terbentuk serta ukuran kristal bahan multiferoik BiFeO_3 . (e).Mengetahui nilai suseptibilitas pada sampel BiFeO_3 .

Penelitian dilakukan dengan memiliki beberapa manfaat bagi beberapa pihak, yaitu: (a).Mengembangkan penelitian dan penguasaan pada bidang material khususnya dalam hal sintesa dan karakterisasi multiferoik BiFeO_3 yang bermanfaat dalam teknologi dan pengembangan ilmiah. (b). Mengembangkan penelitian dalam rangka meningkatkan pendayagunaan sumber daya alam Indonesia yang dalam hal ini berupa pasir besi. (c).Memberikan kontribusi dalam bidang penelitian yang berkesinambungan sehingga dapat dikembangkan baik dalam bidang penelitian maupun penerapan teknologi secara berjenjang. (d).Menghasilkan jurnal atau paper ilmiah yang mampu memberikan informasi mengenai sintesis multiferoik BiFeO_3 dengan metode sol-gel dengan *raw material* Fe_2O_3 yang disintesis dari pasir besi.

II. URAIAN PENELITIAN

A. Pasir Besi Alam

Pasir merupakan bahan alam yang tersedia sangat melimpah di Indonesia. Pasir biasa dimanfaatkan untuk bahan bangunan sebagai campuran semen dalam pembuatan tembok sebagai pelapis batu bata. Pasir besi pada umumnya mempunyai komposisi utama besi oksida (Fe_2O_3 dan Fe_3O_4), silikon oksida (SiO_2), serta senyawa-senyawa lain dengan kadar yang lebih rendah. Komposisi kandungan pasir dapat diketahui setelah dilakukan pengujian, misalnya dengan menggunakan XRD (X-

Ray Diffraction) atau XRF (X-Ray Fluorescence), sehingga dapat digunakan dalam penelitian ini.

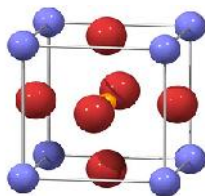
B. Multiferoik BiFeO₃

Multiferoik merupakan bahan yang menarik karena memiliki sifat magnet dan listrik sekaligus. Penambahan atom dopan ke dalam bahan multiferoik sangat berpengaruh pada sifat fisis yang dimiliki bahan tersebut, diantaranya adalah konstanta dielektrik. Bahan multiferoik akan memiliki sifat listrik dan sifat magnet sekaligus. Multiferoik merupakan penggantian unsur-unsur senyawa yang mempunyai struktur yang sama, seperti BiFeO₃ dan YmnO₃ yang merupakan contoh feroelektrik dan feromagnet. Senyawa BiMnO₃ menunjukkan sifat sebagai feroelektrik pada saat disintering dengan suhu curie Tc = 450 K dan feromagnetik pada suhu 105 K.

Sifat magnetik terjadi karena adanya interaksi pertukaran antara dipol magnetik, yang berasal dari kulit orbital berisi elektron. Sifat elektrik terjadi akibat adanya dipol listrik lokal. 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 [2].

C. Struktur Kristal BiFeO₃

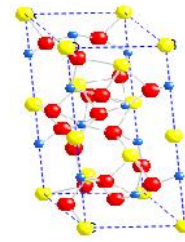
Bismut ferit memiliki struktur perovskite rhombohedral terdistorsi dengan grup ruang R3c. Ion – ion Bi dan O secara bersama membentuk bangunan cubic *close packing* dengan ion Fe menempati posisi interstisial oktahedron. Struktur kristal multiferoik BiFeO₃ ditunjukkan seperti ada Gambar 2.4 di bawah ini. Multiferoik BiFeO₃ memiliki kristal yang berbentuk kubik perovskite. Dengan menggunakan software *crystal maker* dapat dilihat dengan jelas bentuk kristalnya seperti pada Gambar 1



Gambar 1. Struktur kristal kubik perovskite BiFeO₃

Posisi atom-atom dalam kristal kubik perovskite ditunjukkan dalam Tabel 2.2 di bawah ini. Site A menunjukkan kation dalam hal ini adalah Bi³⁺, site B juga merupakan kation dengan muatan yang sama dalam hal ini adalah Fe³⁺ dan site O adalah atom oksigen yang merupakan anion dengan muatan O²⁻ [6].

Distorsi yang lebih dikenal dan memungkinkan untuk terjadinya distorsi ini yaitu menjadi stuktur rhombohedral dengan space group R 3 c. Bentuk strukturnya ditunjukkan pada Gambar 2.5 . Ukuran atom yang bertindak sebagai kation akan mempengaruhi bentuk distorsi Kristal.



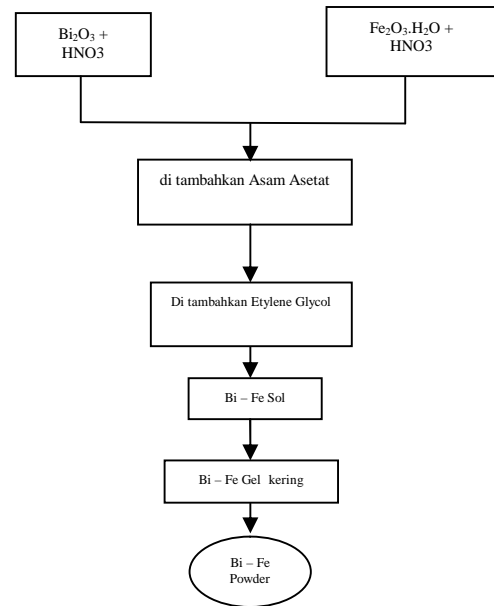
Gambar 2. Unit sel perovskite rhombohedral R3c. Bola berwarna biru menunjukkan kation , bola kuning sebagai kation dan bola merah sebagai atom oksigen.

D. Metode Sol GeL

Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu “wet method” karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol). Bahan-bahan yang biasanya digunakan sebagai katalis adalah urea, polyvinyl alcohol atau asam sitrat. Proses sol-gel merupakan proses yang banyak digunakan untuk membuat keramik dan material gelas. Pada umumnya, proses sol-gel, melibatkan transisi sistem dari sebuah liquid “sol” menjadi solid “gel”. Melalui proses sol-gel, maka produksi keramik atau material gelas dalam berbagai jenis dan bentuk dapat dilakukan.

III. METODOOGI PENELITIAN

A. Diagram Alir Penelitian



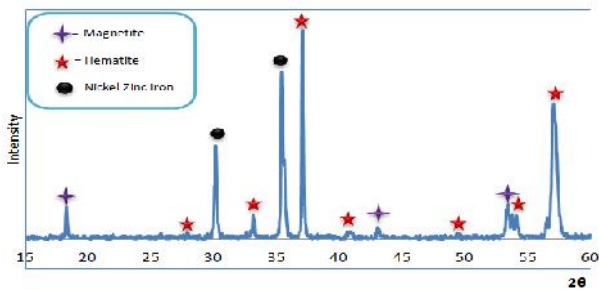
Gambar 2. Diagram alir penelitian perovskite BiFeO₃

B. Prosedur Kerja

Tahap persiapan ini meliputi menyiapkan semua peralatan yang akan digunakan dalam penelitian. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas beker ukuran (50,100,250,500) ml, gelas ukur ukuran (5,10,100) ml, thermometer, *magnetic bar*, *hot-plate stirrer*, spatula kaca dan logam, crucible, combustion boat, aluminium foil, pipet, pipet ukur 1 ml, corong kaca, cawan keramik, magnet permanen, kertas saring, *pH paper*, mortar, *furnace*, *furnace tubular*, timbangan analitik. Bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis multiferroik BiFeO₃ adalah pasir besi sebagai bahan dasar pembuatan Fe₂O₃, serbuk Bi₂O₃ Aldrich 99,9%, larutan HCl 37%, aquades DM, HNO₃ 65%, Asam Asetat, Etylene Glycol, dan gas nitrogen. Sedangkan peralatan yang digunakan untuk karakterisasi fasa digunakan difraktometer sinar-X (XRD).

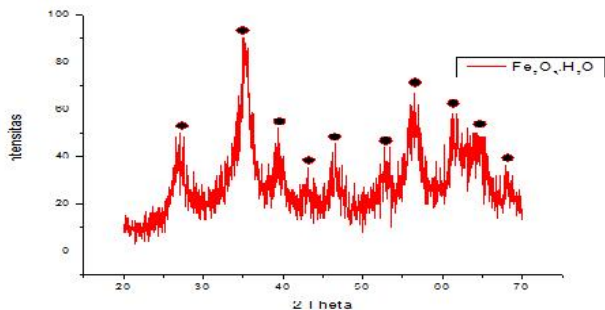
IV. HASIL DATA DAN PEMBAHASAN

Pasir besi alam nantinya akan digunakan sebagai bahan dasar pembuatan Fe₂O₃ dengan menggunakan metode kopresipitasi yang di ekstrak terlebih dahulu kemudian akan di sintesis lagi dengan bahan dasar lain yaitu Bi₂O₃ menggunakan metode Sol Gel yang nantinya akan menghasilkan material baru yaitu BiFeO₃.



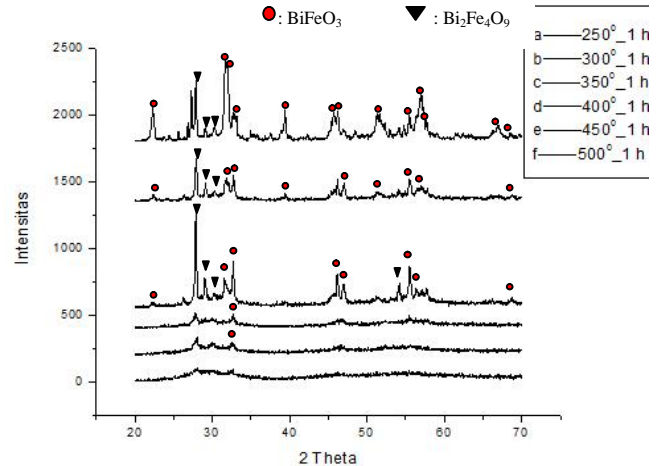
Gambar 3. Pola Difraksi dari Pasir Besi [1].

Pasir besi alam tersebut disintesis menggunakan metode kopresipitasi untuk mendapatkan Fe₂O₃ yang nantinya akan disintesis menggunakan metode sol gel untuk menghasilkan BiFeO₃. Berdasarkan hasil uji XRD, serbuk Fe₂O₃ yang melalui proses kopresipitasi ulang terbukti menghasilkan fase Fe₂O₃ dengan kemurnian 100% dan dapat larut secara sempurna pada pelarut HNO₃.



Gambar 4. Pola difraksi serbuk Fe₂O₃ yang melalui proses kopresipitasi ulang.

Sintesis multiferroik BiFeO₃ menggunakan metode Sol gel. Bahan dasar yang digunakan untuk sintesis multiferroik BiFeO₃ yaitu pasir besi alam yang disintesis terlebih dahulu menjadi Fe₂O₃·H₂O. Sintesis BiFeO₃ tersebut dengan memvariasikan suhu pemanasan dengan variabel kontrol lama pemanasan.



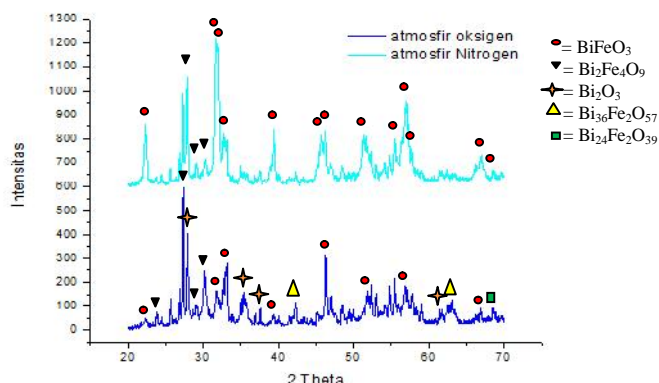
Gambar 5. Pola difraksi sampel BiFeO₃ dengan variasi kenaikan suhu dan *holding time* selama 1 jam pada *furnice tubular*

Pada pola difraksi hasil sintesis BiFeO₃ dengan metode sol gel dapat dilihat pada gambar 4.4. Pada gambar tersebut menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka semakin tajam dan sempit puncak yang terbentuk. Hal tersebut menunjukkan adanya pertumbuhan kristal yang terjadi. Karena pada saat suhu kalsinasi semakin meningkat akan terjadi proses oksidasi dan pertumbuhan fasa BiFeO₃ mulai terbentuk. Dimana pada saat sampel dikalsinasi pada suhu 250°C fasa yang terbentuk sebagian besar masih *amorf*, hal tersebut dapat dilihat pada pola difraksi sampel yang landai dan belum terbentuk *peak* yang sempurna. Sedangkan pada sampel yang di kalsinasi pada suhu 300°C - 350°C mulai muncul *peak* yang menyatakan bahwa telah muncul fase BFO. Hal tersebut sesuai dengan hasil analisa data menggunakan *Software Expert High Score Plus* yang menyatakan bahwa pada range suhu 300°C - 350°C sudah terbentuk fase BFO murni fase tersebut yaitu Bi₂Fe₄O₉ dengan nomor PDF 020-0836. Hal tersebut di karenakan zat – zat organik di dalam prekursor tersebut mulai terbakar dan membusuk. Transformasi fasa pada prekursor BFO untuk menjadi fase perovskit di mulai pada suhu kalsinasi 400°C. Fasa BFO benar – benar mengkristal dan menjadi fase perovskit pada suhu kalsinasi 450°C - 500°C.

Salah satu faktor terbentuknya fasa sekunder pada sintesis multiferroik BiFeO₃ ini yaitu adanya perbedaan tingkat keelektronegativan dari masing – masing prekursor. Dimana pada sintesis BiFeO₃ dengan menggunakan metode sol gel digunakan etylene glycol (C₂H₆O₂) yang berfungsi sebagai pelarut untuk oksida logam. Etylene glycol sangat baik untuk membentuk larutan yang stabil karena etylene glycol memiliki molekul linier dan dapat bertindak sebagai templete pada struktur padatan. Selain itu etylene glycol pada saat sintesis BiFeO₃ ini juga berfungsi untuk menjaga keelektronegativan dari komponen Bi maupun Fe selama proses hidrolisis sehingga akan didapatkan larutan yang stabil, dimana larutan dikatakan stabil saat konsentrasi akhir prekursor dalam kisaran

0,05M – 0,2M. Selain itu juga digunakan asam asetat yang berfungsi sebagai katalis pada sistem sol yang mana dapat mengontrol kecepatan hidrolisis dan juga mengatur konsentrasi larutan [5].

Selain metode sintesis yang dapat mempengaruhi hasil akhir dari sintesis tersebut, atmosfer pada *furnice* juga sangat mempengaruhi. Berikut akan disajikan data perbedaan hasil akhir sintesis BiFeO₃ yang dikalsinasi menggunakan *furnice* dengan atmosfer oksigen dan hasil sintesis BiFeO₃ yang dikalsinasi pada *furnice tubular* yang di aliri gas nitrogen.



Gambar 6. Perbandingan pola difraksi BiFeO₃

BiFeO₃ dengan prosentase fraksi volume tinggi terbentuk pada saat suhu kalsinasi yang rendah yaitu 500°C dan *holding time* dalam waktu yang cepat yaitu selama 1 jam pada *furnice tubular* yang dialiri gas nitrogen. Hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan [5]. Fasa BiFeO₃ yang tinggi akan diperoleh dengan pemanasan pada suhu rendah dan *holding time* dengan cepat yaitu kurang dari 1 jam. Pemanasan pada suhu rendah dan *holding time* yang cepat akan memperkecil kemungkinan terbentuknya fasa pengotor atau fasa sekunder [3].

Ukuran kristal semakin meningkat seiring dengan meningkatnya suhu kalsinasi dan juga seiring dengan pertumbuhan fasa BiFeO₃. Pada suhu kalsinasi pada suhu 250°C dengan *holding time* selama 1 jam memiliki ukuran kristal yang paling kecil yaitu 7,21 nano meter pada suhu tersebut fasa BiFeO₃ belum terbentuk. Hal tersebut dapat juga dilihat pada pola difraksi yang masih *amorf* dengan *peak* yang landai dan belum sempurna. Dan seiring dengan kenaikan suhu kalsinasi ukuran kristalpun semakin meningkat. Terbukti pada sampel yang dikalsinasi pada suhu 500°C memiliki ukuran kristal yang paling besar yaitu 62,36 nano meter. Semakin tinggi suhu yang diberikan maka nilai R juga semakin meningkat dan akan membuat nilai susceptibilitas bahan semakin tinggi yang mengidentifikasi bahan tersebut bersifat feromagnetik. Dimana bahan feromagnetik adalah sifat material yang mudah termagnetisasi dengan susceptibilitas magnetik yang sangat besar. Feromagnetik bergantung pada suhu, berkurang dengan turunnya suhu dan hilang pada suhu Curie. Pada suhu 500°C memiliki nilai R yang tinggi yaitu >1000 sehingga alat yang digunakan tidak dapat mendeteksi nilai R pada sampel tersebut.

V. KESIMPULAN/RINGKASAN

Kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan yaitu metode sol gel terbukti efektif digunakan untuk mensintesis BiFeO₃ karena mampu mengurangi timbulnya fasa pengotor. Ukuran kristal yang terbentuk dari sintesis ini pun juga telah berukuran nanopartikel. Nilai susceptibilitas pada sampel yang menunjukkan sampel tersebut memiliki sifat paramagnetik.

UCAPAN TERIMA KASIH

“Penulis M.A. mengucapkan terimakasih kepada Laboratorium Material di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya yang telah menyediakan tempat serta peralatan yang dibutuhkan selama penelitian”

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Arifani, Mariya.2011. “Identifikasi dan Karakterisasi Pasir Besi Dipantai Selatan Kabupaten Blitar”. Institut Teknologi Sepuluh Nopember:Surabaya.
- [2] Bakar.M.Abu, et al.2007. “Journal of Magnetism and Mgetic Material”.314.
- [3] Carvalho, P.B. Tavares,(2008),”Synthesis and Thermodynamic Stability of Multiferroic BiFeO₃”,Materials Letters 62 (2008) 3984–3986
- [4] Fitriyah,Nurul.(2011).”Sintesis Bahan Multiferroik BiFeO₃ dengan Metode Kopresipitasi”.Institut Taknologi Sepuluh Nopember;Surabaya.
- [5] Jia Huan Xu et al,(2009).” Low Temperature synthesis of BiFeO₃ Nanopowder Via a Sol Gel Method”, Journal of Alloy and Compounds 437-477.
- [6] Levy Mark,(2005).”Crystal Structure and Defect Property Predictions in Ceramic Materials”, Department of Materials Imperial College of Science,Technology and Medicine : London.