

# Sintesis dan Karakterisasi XRD Multiferroik BiFeO<sub>3</sub> Didoping Pb

Tahta A, Malik A. B, Darminto

Jurusan 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**—Sintesis multiferoik BiFeO<sub>3</sub> didoping Pb telah dilakukan dengan metode Pencampuran basah (*liquid mixing*), menggunakan Fe murni dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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*. Sampel dikarakterisasi dengan XRD (*X-ray Diffraction*) dan *magnetic susceptibility balance*. Sampel variasi konsentrasi doping Pb x=0,25 ditemukan fasa pengotor BFO sekunder sedangkan sampel x=0,5 ditemukan fasa pengotor BFO sekunder dan fasa bahan penyusun. Dekomposisi fasa BiFeO<sub>3</sub> menjadi fasa sekunder BFO meningkat dengan meningkatnya suhu kalsinasi dan *holding time*. Doping Pb memperbesar kemungkinan terbentuknya fasa BiFeO<sub>3</sub>. Konsentrasi doping Pb x=0,5 dapat meningkatkan prosentase fraksi volume BiFeO<sub>3</sub> sebesar ~7% dan dapat menurunkan prosentase fraksi volume fasa BFO sekunder sebesar ~15%, namun dekomposisi fasa menjadi fasa bahan penyusun meningkat ~43%. Ukuran kristal BiFeO<sub>3</sub> sebesar ~29 nm sampai ~112 nm. Sampel memiliki nilai  $\chi$  berkisar  $1,69 \times 10^{-7}$ .

**Kata Kunci**— *Liquid mixing*, XRD, *magnetic susceptibility balance*, konsentrasi doping

## I. PENDAHULUAN

Multiferoik BiFeO<sub>3</sub> memiliki sifat magnet dan sifat listrik sekaligus. Peneliti melakukan penelitian multiferoik karena sifatnya menarik untuk aplikasi. Namun, multiferoik sulit disintesis. Dalam setiap sintesis, fasa pengotor sering muncul, misal Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan fasa sekunder BFO. Ketiga impuritas ini lazim muncul pada setiap sintesis dengan metode apapun [1]. Peneliti umumnya mendoping multiferoik untuk mendapatkan sifat yang lebih baik. Pada penelitian ini, BiFeO<sub>3</sub> didoping Pb dan disintesis dengan metode *Liquid Mixing*. Sampel dikarakterisasi dengan XRD dan *magnetic susceptibility balance*. Hal ini dilakukan untuk mengetahui apakah BiFeO<sub>3</sub> didoping Pb dapat disintesis dengan metode *liquid mixing* dan kaitannya pengaruh doping Pb maupun perlakuan panas terhadap fasa yang terbentuk serta nilai susceptibilitas.

## II. EKPERIMEN

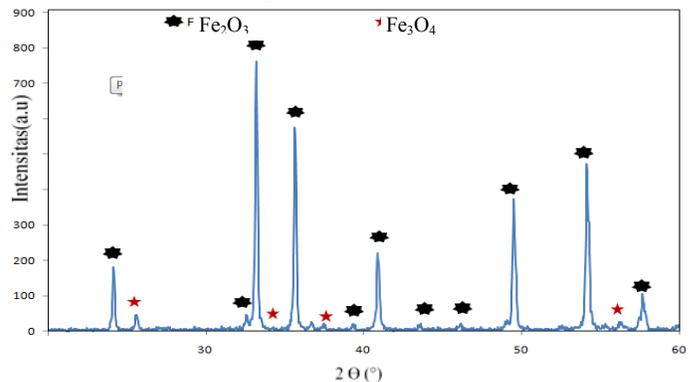
Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O disintesis dengan metode kopresipitasi. Pasir besi dilarutkan dengan HCl, disaring, diambil larutannya kemudian dicampur NH<sub>4</sub>OH sampai mengendap. Endapan

dicuci sampai pH=7 kemudian dikalsinasi. Kopresipitasi diulangi, tanpa kalsinasi. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O digunakan untuk sintesis Bi<sub>(1-x)</sub>Pb<sub>x</sub>FeO<sub>3</sub> dengan metode *liquid mixing*. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O atau Fe, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan PbO<sub>2</sub>, masing-masing dilarutkan dengan HNO<sub>3</sub>. Setelah itu semua larutan dicampur sampai mengerak kemudian dioven dan digerus. Percursor Bi<sub>(1-x)</sub>Pb<sub>x</sub>FeO<sub>3</sub>, diberikan perlakuan panas suhu 550°C, 600°C, 650°C, 750°C, 700°C, 800°C, 850°C, dan 900°C. *Holding time* 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam dan pemanasan bertahap 2 jam. Sampel dikarakterisasi dengan XRD dan *magnetic susceptibility balance*.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. Hasil Sintesis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari Pasir Besi

Multiferoik Bi<sub>(1-x)</sub>Pb<sub>x</sub>FeO<sub>3</sub> disintesis menggunakan Fe murni dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sintesis pasir besi dari daerah Jolosutro Blitar.

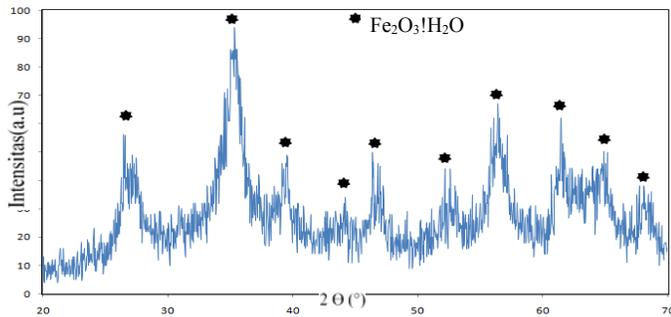


Gambar 1. Pola XRD Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kopresipitasi 1 kali.

Berdasarkan analisa XRD pada Gambar 1, masih terdapat fasa pengotor Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> lebih stabil daripada Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, sehingga untuk mendapatkan fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tanpa terdapat fasa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, dilakukan kopresipitasi lagi terhadap sampel Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Table 1.  
Prosentase fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sintesis

T (°C)	t (h)	%Fasa		Metode
		Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Pengotor	
800	2	87,05	12,95	Kopresipitasi
800	2	100 (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .H <sub>2</sub> O)	0	Kopresipitasi 2x



Gambar 2. Pola XRD Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kopresipitasi 2 kali.

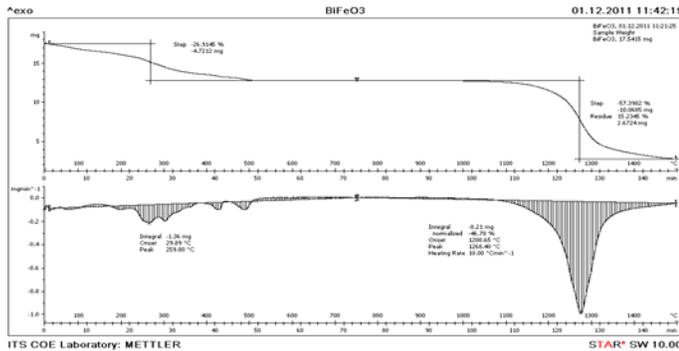
Analisa XRD sampel kopresipitasi dua kali, diperoleh Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O 100%. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O larut pada HNO<sub>3</sub> sehingga dapat digunakan untuk sintesis Bi<sub>(1-x)</sub>Pb<sub>x</sub>FeO<sub>3</sub>. Kandungan H<sub>2</sub>O adalah sisa pencucian dengan aquades. H<sub>2</sub>O akan mempengaruhi stoikiometri.

**B. Hasil Sintesis Sampel Bi<sub>(1-x)</sub>Pb<sub>x</sub>FeO<sub>3</sub>**

Sintesis Bi<sub>(1-x)</sub>Pb<sub>x</sub>FeO<sub>3</sub> dilakukan dengan variasi konsentrasi doping Pb, bahan penyusun, suhu, dan *holding time* dengan metode *liquid mixing*. Dalam sintesis PbO<sub>2</sub> dan Fe murni sulit larut meskipun sesuai stoikiometri, sehingga ditambahkan HNO<sub>3</sub>. Penambahan NHO<sub>3</sub> membuat ketidaksesuaian stoikiometri. Bi juga mudah menguap, sehingga suhu pemanasan tidak boleh terlalu tinggi. Bi menguap terlebih dulu dari Fe sehingga membuat stoikiometri tidak seimbang.

**1. Tinjauan Analisa DTA-TGA**

Analisis DTA-TGA dilakukan untuk mengetahui karakteristik termal sampel secara fisis berdasarkan termodinamik, meliputi reaksi eksotermis dan endotermis.



Gambar 3. DTA-TGA BiFeO<sub>3</sub> tanpa doping [2].

Pada Gambar 3, dijelaskan massa awal 17,5415 mg, suhu 259,80°C terjadi pengurangan massa 4,7212 mg yang diperkirakan massa pelarut. Suhu 900°C-1100°C tidak terjadi pengurangan massa. Suhu 1268,40°C serbuk kembali mengalami penurunan massa 8,21 mg.

Suhu 550°C-900°C diperkirakan terjadi reaksi eksotermis, dan sesuai diagram fasa BiFeO<sub>3</sub> pada rentang suhu tersebut juga terjadi transformasi fase yang berkaitan dengan kristalisasi BiFeO<sub>3</sub>. Adanya reaksi eksotermis memungkinkan terjadinya pengikatan oksigen oleh atom Bi, Pb dan Fe karena adanya pelepasan oksigen oleh senyawa bahan dasar Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan PbO<sub>2</sub> membentuk senyawa BiFeO<sub>3</sub>. Namun, pada

rentang suhu ini juga memungkinkan pengikatan oksigen berlebih sehingga terbentuk BFO sekunder yang memiliki bilangan oksida besar seperti Bi<sub>46</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>72</sub>. Untuk itu, peran *holding time* yang tepat berpengaruh besar dalam pembentukan fase BiFeO<sub>3</sub> bukan justru menjadi fase BFO sekunder. Dari proses eksotermis ini juga dapat diperkirakan terjadinya transisi fase feroelektrik-paraelektrik [3]. Pemilihan Suhu 750°C sesuai dengan penelitian sebelumnya dan sesuai kurva DTA-TGA maupun diagram fase.

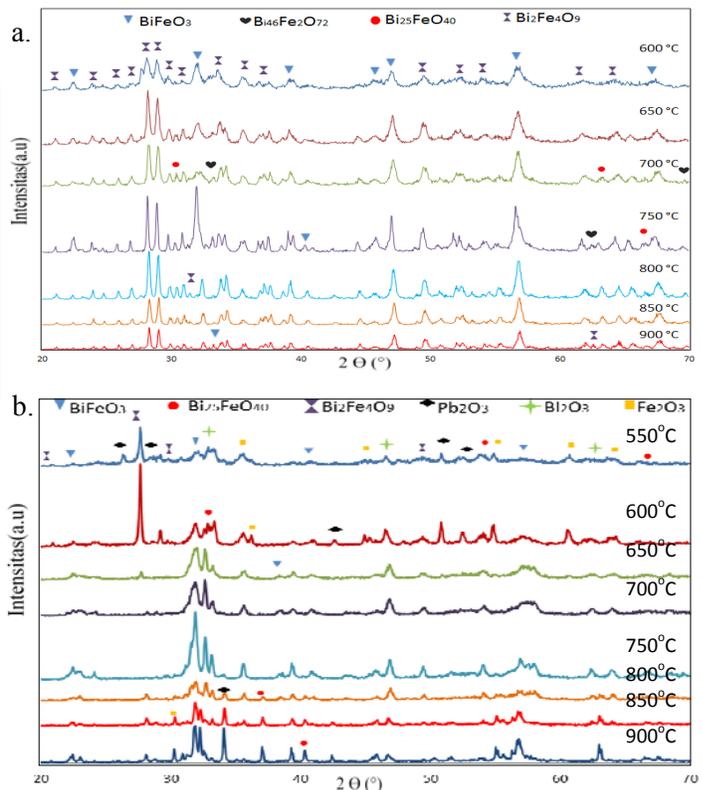
**2. Tinjauan Analisis XRD Kuantitatif**

Analisa XRD menunjukkan adanya fase pengotor Bi<sub>25</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>40</sub>, Bi<sub>2</sub>Fe<sub>4</sub>O<sub>9</sub>, Bi<sub>24</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>39</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Pb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Perbedaan sifat tiap komponen penyusun membuat pembentukan fase BiFeO<sub>3</sub> sulit tercapai. Penguapan Bi yang mudah terjadi diawal sintesis karena rendahnya suhu penguapan garam bismuth membuat Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> muncul kembali diakhir proses sebagai impuritas [1]. Dopan Pb memiliki jari-jari yang hampir sama dengan Bi sehingga Pb diharapkan masuk dalam posisi Bi yang hilang dalam kristal BiFeO<sub>3</sub>, sehingga akan memperbesar kemungkinan terbentuknya fase BiFeO<sub>3</sub>.

Impuritas sulit dihindari karena transformasi fase kinetik dalam sistem Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sangat memungkinkan terjadinya impuritas selama proses [4]. Untuk memperbaiki sifat BiFeO<sub>3</sub> yang rusak akibat fase pengotor, para peneliti umumnya mendoping BiFeO<sub>3</sub> dengan bahan yang memiliki sifat listrik atau magnet yang baik sehingga sifatnya lebih sempurna. Namun, penambahan doping yang pernah dilakukan masih belum didapatkan *single phase* BiFeO<sub>3</sub> [4] dan [5].

**2. a. Variasi Suhu Kalsinasi**

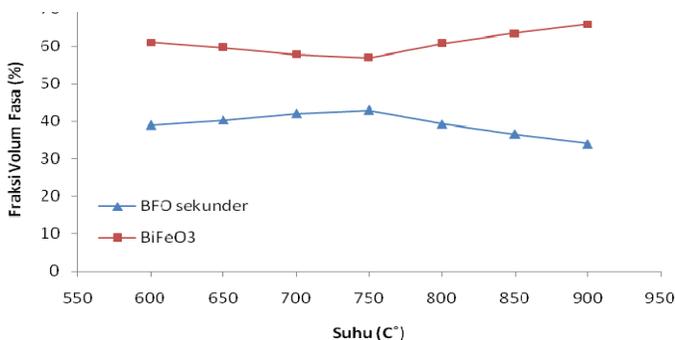
Informasi beberapa fase yang terbentuk dari sampel dapat dilihat dari Gambar 4a dan 4b.



Gambar 4. Pola XRD variasi suhu 550°C-900°C, *holding time* 2 jam (a. x=0,25. b. x=0,5).

Rentang suhu 550°C-900°C selain terjadi proses oksidasi, juga menunjukkan adanya pertumbuhan fase yang terbentuk, namun pertumbuhan fase yang terbentuk lebih menuju pada fase BFO sekunder. Dekomposisi fase BiFeO<sub>3</sub> menjadi fase sekunder BiFeO<sub>3</sub> meningkat dengan meningkatnya suhu kalsinasi dan *holding time* [2]. Pada suhu kalsinasi tinggi proses oksidasi terlalu besar, pelepasan oksigen dari bahan dasar (Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan PbO<sub>2</sub>) pada suhu range 550°C-900°C berlangsung cepat karena proses oksidasi terlalu besar sehingga terjadi pengikatan oksigen dengan jumlah besar oleh Bi dan Fe, dan terjadi pertumbuhan fase sekunder dengan rumus oksida besar seperti Bi<sub>25</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>40</sub>, Bi<sub>2</sub>Fe<sub>4</sub>O<sub>9</sub>, Bi<sub>24</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>39</sub>.

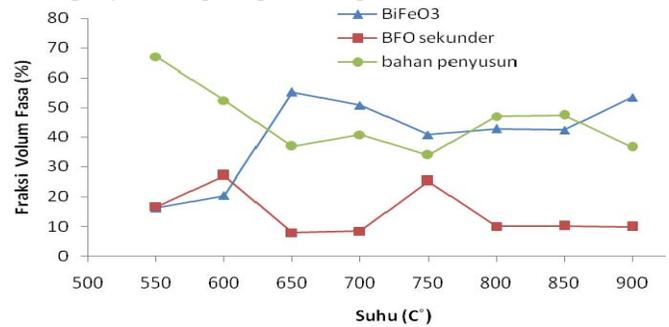
Fase BiFeO<sub>3</sub> yang lebih tinggi diperoleh dengan pemanasan pada suhu rendah dan pemanasan cepat (~1jam) sehingga memperkecil kemungkinan terbentuknya fase BFO sekunder. Fase BiFeO<sub>3</sub> merupakan fase metastabil sehingga harus dihindari untuk perlakuan panas yang lama [6]. Adanya pengikatan oksigen berlebih membuat struktur kristal BiFeO<sub>3</sub> 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<sub>3</sub> sehingga atom Bi dan Fe tidak sesuai dengan rumus kimia BiFeO<sub>3</sub> dan mengakibatkan jumlah atom Bi dan Fe bertambah sesuai dengan sejumlah oksigen berlebih yang diikat dalam satu kristal tersebut. Berdasarkan area pembentukan BiFeO<sub>3</sub> dalam diagram fase Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang sangat sempit, kedua fase Bi<sub>2</sub>Fe<sub>4</sub>O<sub>9</sub> dan Bi<sub>25</sub>FeO<sub>39</sub> merupakan impuritas yang biasa terbentuk dalam sintesis BiFeO<sub>3</sub>[1]. Berdasarkan Gambar 5, suhu kalsinasi tinggi memungkinkan terbentuk BiFeO<sub>3</sub> 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 pada sampel x=0,5 masih terdapat fase Pb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Namun pada sampel dengan doping Pb x=0,25, Pb sudah tersubsitusi dengan sempurna. Fase BFO sekunder Bi<sub>2</sub>Fe<sub>4</sub>O<sub>9</sub> ditemukan pada sampel x=0,25 yang dikalsinasi pada suhu 600°C dan 650°C, sedangkan di atas suhu tersebut, terdapat fase BFO sekunder yang lain.



Gambar 5. Grafik prosentase fraksi volum fase sampel variasi suhu 600°C-900°C bahan dasar Fe, *holding time* 2 jam, x=0,25.

Fase bahan penyusun BiFeO<sub>3</sub> yang masih terdeteksi pada sampel x=0,5, menunjukkan besar konsentrasi x=0,5 terlalu banyak jika digunakan suhu kalsinasi dengan rentang sesuai hasil DTA-TGA sampel BiFeO<sub>3</sub> tanpa doping yang dilakukan

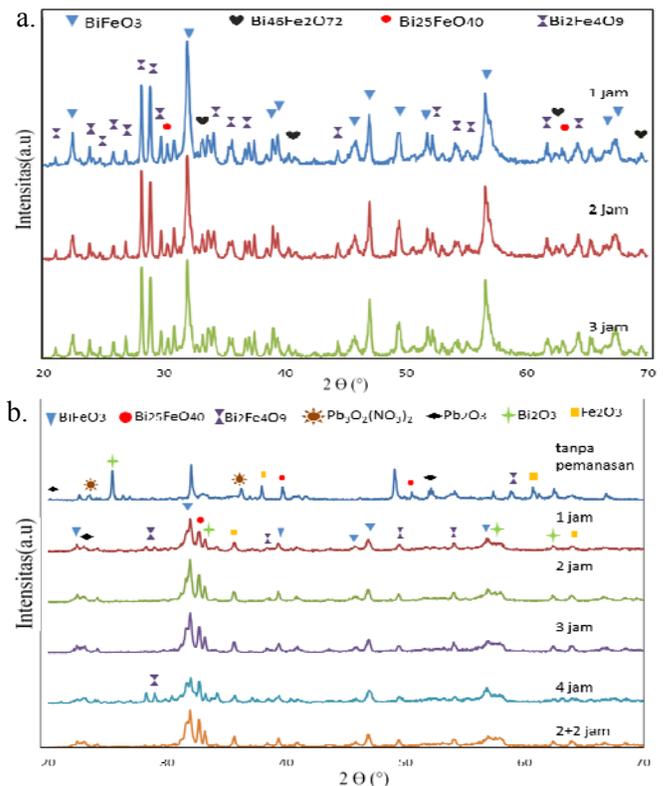
sebelumnya. Konsentrasi doping Pb yang terlalu banyak membuat Bi dan Fe juga tidak tercampur dengan sempurna karena ion Pb akan membuat proses ionisasi tidak seimbang. Hal tersebut membuat pengikatan ion-ion antara Bi dan Fe tidak terjadi secara sempurna sehingga pada sampel x=0,5, Bi dan Fe masih terdeteksi karena tidak saling berinteraksi. Namun, fasa Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan PbO<sub>2</sub> cenderung menurun ketika *holding time* bertambah, yang menunjukkan bahwa pemanasan lebih lama, bahan penyusun akan tersubsitusi satu dengan yang lain. Untuk sampel x=0,25 tidak ditemukan fase bahan penyusun seperti pada sampel x=0,5.



Gambar. 6. Grafik prosentase fraksi volum fase sampel variasi suhu 550°C-900°C bahan dasar Fe, *holding time* 2 jam, x=0,5.

### 3. b. Variasi *Holding Time*

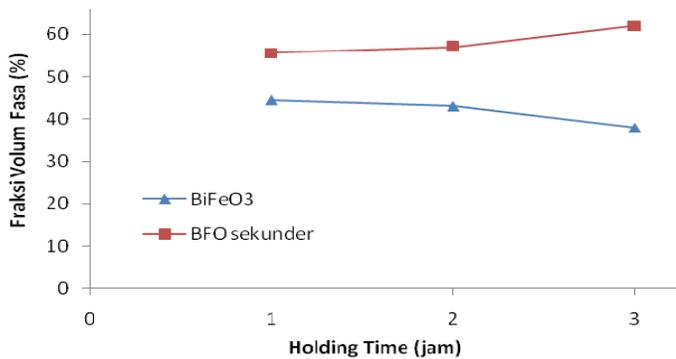
BiFeO<sub>3</sub> mengalami dekomposisi fase selama *holding time* berlangsung sehingga komposisinya berubah. Komposisi BiFeO<sub>3</sub> menurun sedangkan BFO sekunder meningkat seiring meningkatnya *holding time* [6]. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, semakin lama *holding time* pertumbuhan kristal semakin baik hal tersebut ditunjukkan semakin sempit pola XRD sampel yang ditunjukkan pada Gambar 8a dan 8b.



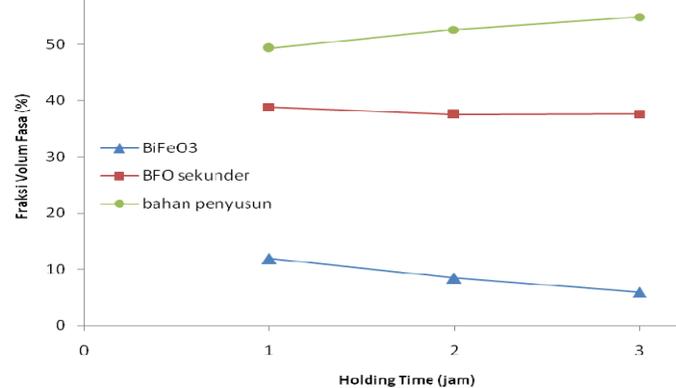
Gambar 7. Pola XRD sampel suhu 750°C variasi *holding time* (a. x=0,25. b. x=0,5).

Semakin lama *holding time* secara langsung prosentase fraksi volum BiFeO<sub>3</sub> 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 banyak sehingga fase sekunder dengan rumus oksida yang lebih besar dari BiFeO<sub>3</sub> seperti Bi<sub>25</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>40</sub> semakin besar. Namun, sampel *holding time* 2+2 jam menghasilkan fraksi volum maksimal dari semua sampel yang di sintesis dengan variasi *holding time*.

Berdasarkan analisa dapat diketahui pengaruh *holding time* terhadap jumlah prosentase dari fase yang terbentuk.



Gambar. 8. Grafik prosentase fase sampel suhu 750°C variasi Fe, holding time 1,2, 3 jam, x=0,25.



Gambar. 9. Grafik prosentase fraksi volum fase sampel suhu 750°C berbahan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, holding time 1, 2, 3 jam, x=0,5.

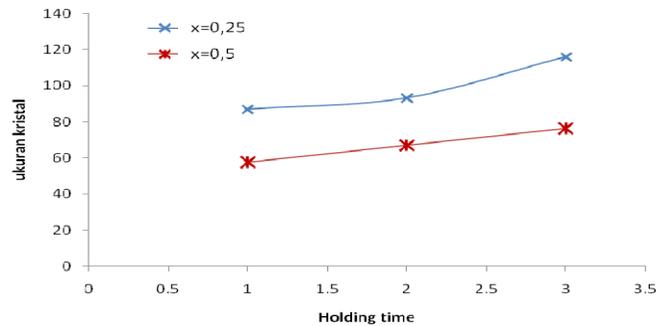
Berdasarkan analisis, pemanasan bertahap dengan kelipatan pemanasan konstan (bertahap 2 jam) mampu memberikan komposisi fase BiFeO<sub>3</sub> paling maksimal yaitu 58,35%. *Holding time* lama memungkinkan lebih maksimal saat digunakan suhu tinggi. Pada suhu tinggi terjadi proses oksidasi yang besar. Pada suhu tinggi jika digunakan *holding time* lebih lama akan memungkinkan akan terjadi pelepasan oksigen kembali, sehingga mengurangi fase BFO sekunder dan membuat bahan penyusun akan tersubsitusi lebih sempurna.

### 3. Tinjauan Analisa XRD Kualitatif (Ukuran Kristal)

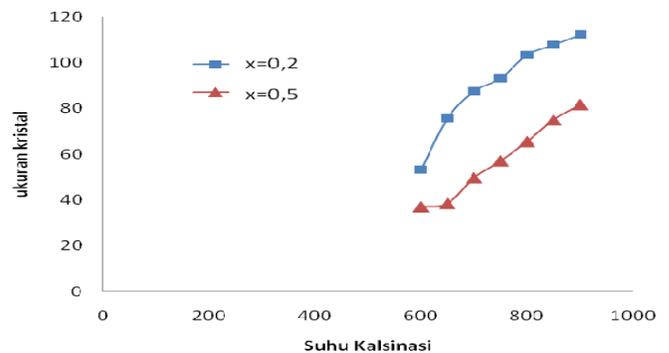
Ukuran kristal sampel diperoleh dari perhitungan ukuran kristal dari data FWHM yang dihasilkan dari proses *search and match* dengan *software expret high score plus*.

Ukuran kristal BiFeO<sub>3</sub> Sampel x=0,25 dan x=0,5 semakin besar seiring naiknya *holding time* dan suhu. Pada suhu 600°C - 900°C, terjadi pertumbuhan kristal yang ditunjukkan semakin besar ukuran kristal. Namun tidak berarti suhu

tersebut terjadi pertumbuhan fase BiFeO<sub>3</sub>, karena fraksi volum BiFeO<sub>3</sub>, semakin turun seiring naiknya suhu. Pada sampel terjadi pertumbuhan kristal saat suhu dan *holding time* dinaikkan, namun oksidasi yang tidak sempurna membuat pertumbuhan fase BiFeO<sub>3</sub> tidak terbentuk dan terbentuk fase BFO sekunder.



Gambar. 10. Ukuran kristal sampel variasi holding time, konsentrasi x=0,25 dan x=0,5.



Gambar. 11. Ukuran kristal sampel variasi suhu kalsinasi, konsentrasi x=0,25 dan x=0,5.

Ukuran kristal BiFeO<sub>3</sub> sampel x=0,5 relatif lebih kecil dari sampel x=0,25. Hal tersebut terkait besar konsentrasi doping. Doping menyebabkan penurunan kisi kristal BiFeO<sub>3</sub>. Substitusi Pb pada posisi Bi dalam kristal, membuat kisi antara ikatan Bi semakin kecil sehingga ukuran kristal BiFeO<sub>3</sub> semakin kecil.

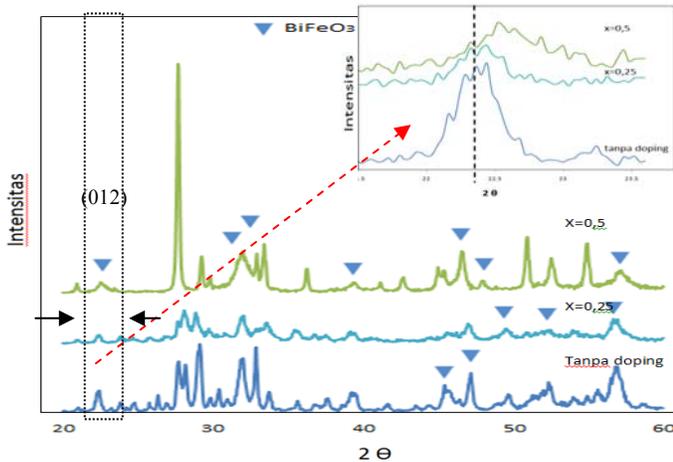
### 4. Perbandingan Bahan Multiferroik BiFeO<sub>3</sub> dengan Doping dan Tanpa Doping

Tabel. 2. Perbandingan prosentase fraksi volum fase BiFeO<sub>3</sub> disintesis dengan metode *liquid mixing*.

Raw Material	T (C°)	T (h)	% BiFeO <sub>3</sub>	%BFO sekunder	%total BFO	% Lain
Fe	750	3	38,6	-	-	-
Fe	550	1	50,7	11,5	62,2	37,7
Fe	750	1	42,6	57,4	100	0
Fe(0,25)	750	1	44,4	55,5	100	0
Fe (0,5)	750	2+2	58,3	5,32	73,6	26,3

Berdasarkan analisa, sampel didoping Pb prosentase BiFeO<sub>3</sub>-nya lebih besar dibanding sample tanpa doping. Pb mensubsitusi Bi yang hilang. Dari setiap sintesis yang dilakukan dengan berbagai variasi, Bi menjadi pengotor karena sebelumnya garam bismut sering menguap diawal sintesis. Semakin besar konsentrasi doping Pb maka semakin banyak atom Pb yang mensubsitusi Bi yang hilang dalam kristal

$\text{BiFeO}_3$ , sehingga memperbesar kemungkinan terbentuknya kristal  $\text{BiFeO}_3$ . Doping menyebabkan penyimpangan puncak (XRD). Berdasarkan pola XRD yang terbentuk, terlihat terjadi pergeseran puncak. Lebih banyak konsentrasi doping, lebih besar penyimpangan puncak ke sudut  $2\theta$  besar. Penyimpangan terjadi saat Pb mensubstitusi Bi yang membuat kisi kristal semakin kecil karena jari-jari Pb lebih kecil dari Bi, hal tersebut membuat jarak antara bidang kristal semakin kecil, dan saat dikenai sinar-X, terjadi difraksi sudut sinar datang dan sinar pantul yang semakin besar.



Gambar 12. Penyimpangan puncak pola XRD  $\text{BiFeO}_3$  ( $x=0$ ;  $0,25$ ;  $0,5$ ) sudut  $22,5$ .

Penyimpangan pola difraksi pada gambar 12 menjadi parameter bahwa sampel telah terdoping Pb dan ukuran kristal semakin kecil saat konsentrasi doping semakin besar.

5. Perhitungan Nilai Susceptibilitas ( $\chi$ ) Sampel dengan Alat *Magnetic Susceptibility Balance*

Nilai  $\chi$  sampel semakin besar seiring kenaikan prosentase  $\text{BiFeO}_3$ . Fase pengotor bahan penyusun  $\text{BiFeO}_3$  dapat memperkecil nilai susceptibilitas sampel.  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Pb}_2\text{O}_3$  bukan ferromagnetik, sehingga semakin banyak fase tersebut dalam sampel semakin kecil  $\chi$  sampel.

Tabel 3  
Susceptibilitas variasi bahan Fe,  $x=0,25$ .

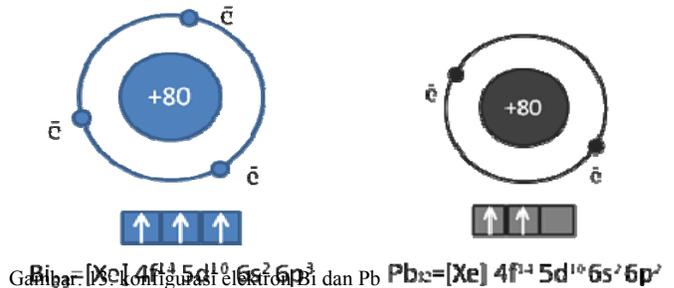
$\text{BiFeO}_3$ (%)	Total BFO (%)	Fase lain (%)	R	$\chi$ ( $\times 10^{-6}$ )
38,95	95,56	4,44	846	53,3
39,30	100	-	977	67,3

Tabel 4.  
Susceptibilitas variasi bahan Fe,  $x=0,5$ .

$\text{BiFeO}_3$ (%)	Total BFO (%)	Fase lain (%)	R	$\chi$ ( $\times 10^{-6}$ )
38,96	60,24	39,76	780	41,8
39,02	75,50	24,49	797	46,6

Semakin besar fase BFO sekunder, semakin kecil nilai  $\chi$  sampel. Namun jika dibandingkan dengan sampel yang memiliki fase pengotor bahan penyusun, sampel yang memiliki fase pengotor BFO sekunder memiliki  $\chi$  lebih besar. Hal tersebut memperlihatkan BFO sekunder memiliki peran

terhadap sifat magnet sampel. Fase BFO sekunder memiliki atom Fe yang termasuk ferromagnetik, sehingga BFO sekunder memiliki sifat magnet. Pengaruh besar konsentrasi doping Pb juga dapat dilihat dari nilai  $\chi$  sampel. Nilai  $\chi$  sampel  $x=0,5$  lebih kecil daripada sampel  $x=0,25$ . Hal tersebut memungkinkan fase  $\text{BiFeO}_3$  sampel  $x=0,5$  lebih banyak terbentuk oleh substitusi Pb terhadap Bi dari pada sampel  $x=0,25$ . Nilai  $\chi$  dari Pb dan Bi dapat dilihat dari konfigurasi elektron, yang memperlihatkan bahwa spin tidak berpasangan Bi lebih banyak daripada Pb, sehingga nilai  $\chi$  Bi lebih besar dari Pb. Untuk itu,  $\chi$  sampel  $x=0,5$  lebih kecil dari sampel  $x=0,25$ .



Sampel  $x=0,5$  memiliki prosentase fasa BFO sekunder lebih kecil daripada sampel  $x=0,25$ . Sehingga nilai  $\chi$  sampel  $x=0,5$  lebih kecil dari sampel  $x=0,25$ . Hal tersebut juga membuktikan bahwa BFO sekunder menyumbang sifat magnetik didalam sampel.

IV. KESIMPULAN

- Kesimpulan dari penelitian ini adalah:
1. Doping Pb meningkatkan prosentase fraksi volume  $\text{BiFeO}_3$  sebesar  $\sim 7\%$ , dan menurunkan prosentase fraksi volume fasa BFO sekunder sebesar  $\sim 15\%$ , namun meningkatkan dekomposisi fasa menjadi fasa bahan penyusun sebesar  $\sim 43\%$ .
  2. Semakin besar suhu pemanasan dan semakin lama *holding time*, semakin menurun prosentase fraksi volum fasa  $\text{BiFeO}_3$  dan bahan penyusun masing-masing sebesar  $\sim 8\%$  dan  $\sim 30\%$ , namun fraksi volum fasa BFO sekunder semakin meningkat  $\sim 16\%$ .
  3. Semakin besar suhu kalsinasi dan *holding time*, ukuran kristal meningkat  $\sim 16\%$ . Namun sampel dengan  $x=0,5$  ukuran kristalnya menurun  $\sim 43\%$  daripada  $x=0,25$ .
  4. Nilai  $\chi$  sampel berkisar  $1,69 \times 10^{-7}$ , sehingga sampel termasuk paramagnetik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih Penulis T.A. disampaikan kepada pihak-pihak yang mendukung penelitian ini, antara lain staf Laboratorium Fisika Material dan Research Centre ITS, para dosen Fisika, DIKTI melalui PKM, yayasan beasiswa KSE dan YAGI, beserta beberapa pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Hua, et al.,(2010), "Factors Controlling Pure-phase Multiferroic BiFeO<sub>3</sub> Powders Synthesized by Chemical Coprecipitation", *Journal of Alloys and Compounds* Vol.509,p.2192–2197.
- [2] Asih, Retno .(2012). "Sintesis Multiferroik BiFeO<sub>3</sub> dengan Metode Kopresipitasi, Wet-Mixing, dan Solid-State Reaction Menggunakan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Hasil Sintesis dari Pasir Besi". Institut Teknologi Sepuluh Nopember; Surabaya.
- [3] Felicia, et al,(2010), "Preparation and Properties of (1-x) BiFeO<sub>3</sub>-xBaTiO<sub>3</sub> Ceramics", *journal of alloy and coumpound*. Vol 506.862-867.
- [4] De-Chang, Jia et al ,(2009), "Structure And Multiferroic Properties Of BiFeO<sub>3</sub> Powders", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol.29,p.3099–3103.
- [5] Kim, S, J., (2009), "Multiferroic Properties of Ti-Doped BiFeO<sub>3</sub>", *Journal of Korean Physics Society*, vol.56,p439-442.
- [6] Carvalho, P.B. Tavares,(2008), "Synthesis and Thermodynamic Stability of Multiferroic BiFeO<sub>3</sub>", *Materials Letters* 62 (2008) 3984–3986.