



KOVALEN: Jurnal Riset Kimia

<https://bestjournal.untad.ac.id/index.php/kovalen>



Sintesis dan Karakterisasi Fe_2TiO_5 dari Besi Oksida dan Titanium Dioksida dengan Metode *Planetary Ball-Mill*

[Synthesis and Characterization of Fe_2TiO_5 from Iron Oxide and Titanium Dioxide Using the Planetary Ball-Mill Method]

Laode A. Kadir¹✉, M. H. Azis², S. Musiam³, V. A. Fabiani⁴, Karnelasatri⁵, D. Permana⁶,
T. Azis¹, Syahrir¹

¹Jurusan Kimia, Universitas Halu Oleo, Kampus Hijau Bumi Tridharma, Sulawesi Tenggara 93232

²Jurusan Kimia, Universitas Mataram, Kota Mataram, Nusa Tenggara Bar. 83115

³Jurusan Kimia, Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan ISFI Banjarmasin, Banjarmasin, Kalimantan Selatan 70123

⁴Jurusan Kimia, Universitas Bangka Belitung, Gang IV No.1, Kepulauan Bangka Belitung 33172

⁵Jurusan Farmasi, Universitas Pelita Harapan, MH Thamrin Boulevard 1100, Kota Tangerang, Banten 15811

⁶Jurusan Kimia, Universitas Sembilan Belas November Kolaka, Jl. Pemuda, Sulawesi Tenggara 93561

Abstract. The method of solid hydrogen storage through integration in metal hydride compounds is a new, promising method. This research has succeeded in synthesizing and characterizing the metal hydride alloy Fe-Ti system through a planetary ball-mill process. Based on the XRF analysis, it was found that the composition of Fe oxide content reached 56.22% while Ti oxide reached 43.78%. The FTIR study showed absorption at wavenumbers of 900 cm^{-1} and 500 cm^{-1} . Both are typical absorptions for Ti-O and Fe-O groups, suggesting that the synthesized sample was successful. It can be seen from the XRD data that some of the diffractogram peaks of the resulting Fe-Ti compound match the peaks of the Fe_2TiO_5 and TiO_2 compounds obtained from the Powder Diffraction File (PDF) database number 00-003-0374. After the refinement was performed, information was obtained that the synthesis of Fe-Ti alloy material using the planetary ball mill technique produced Fe_2TiO_5 .

Keywords: Fe-Ti, alloy, Fe_2TiO_5 , hydrogen storage

Abstrak. Metode penyimpanan hidrogen secara padat dengan cara diikat dalam senyawa metal-hidrid merupakan cara baru yang memiliki prospek baik di masa datang. Penelitian ini telah berhasil melakukan sintesis dan karakterisasi paduan hidrida logam sistem Fe-Ti melalui proses *planetary ball-mill*. Hasil analisis XRF menunjukkan bahwa komposisi kandungan Fe oksida mencapai 56,22%, sedangkan Ti oksida mencapai 43,78%. Studi FTIR menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang 900 cm^{-1} dan 500 cm^{-1} . Keduanya merupakan serapan khas untuk gugus Ti-O dan Fe-O, hal ini mengindikasikan bahwa sampel hasil sintesis telah berhasil. Hasil analisis XRD terlihat bahwa beberapa puncak difraktogram dari senyawa Fe-Ti yang dihasilkan berhimpit dengan puncak dari senyawa Fe_2TiO_5 dan TiO_2 yang didapat dari *database Powder Diffraction File (PDF)* nomor 00-003-0374. Setelah dilakukan *refinement*, diperoleh informasi bahwa sintesis material alloy Fe-Ti menggunakan teknik *planetary ball-mill* menghasilkan senyawa Fe_2TiO_5 .

Kata kunci: Fe-Ti, alloy, Fe_2TiO_5 , penyimpanan hidrogen

Diterima: 6 Oktober 2021, Disetujui: 18 November 2022

Sitasi: Kadir, L A., Azis, M H., Musiam, S., Fabiani, V A., Karnelasatri., Permana, D., Azis, T., dan Syahrir. (2022). Sintesis dan Karakterisasi Fe_2TiO_5 Dari Besi Oksida Dan Titanium Dioksida Dengan Metode Planetary Ball-Mill. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 8(3): 210-214.

✉ Corresponding author

E-mail: laode.kadir90@uho.ac.id

<https://doi.org/10.22487/kovalen.2022.v8.i3.15644>



2477-5398/© 2022 Kadir et al.
This is an open-access article under the CC BY-SA license.

LATAR BELAKANG

Menyimpan hidrogen merupakan teknologi cukup yang menantang bagi para ilmuwan karena dapat dilakukan dengan beberapa metode simpan. Metode simpan hidrogen cara konvensional adalah dalam bentuk gas bertekanan tinggi dan bentuk cair dengan teknik kriogenik (Bellosta von Colbe et al., 2019). Kedua metode simpan ini dipandang kurang efisien karena disamping memerlukan teknologi tinggi, daya tampung yang rendah dan tingkat bahaya menjadi pertimbangan tersendiri untuk mengembangkan metode simpan baru, yaitu dengan disimpan dalam bentuk padat sebagai metal hidrid (Tan et al., 2007).

Fe_2TiO_5 merupakan salah satu jenis titanat $\text{M}_x\text{Ti}_y\text{O}_z$ yang memiliki sifat elektrik dan magnetik. Beberapa potensi aplikasinya antara lain adalah sebagai material magnetik, anoda baterai lithium, sensor gas dan material penyimpan gas. Dalam satu dekade terakhir beberapa penelitian mengenai Fe_2TiO_5 cukup berkembang pesat baik mempelajari sifat fotoelektrokimia, spin glass, dan sensitivitas gas Fe_2TiO_5 telah dilakukan (Cacciamani et al., 2006). Selain itu, perkembangan penelitian tentang material ini sampai merambat untuk diujikan sebagai bahan semikonduktor. Fe_2TiO_5 dimanfaatkan sebagai bahan filter optik, fotokatalis, fotoelektroda untuk elektrolisis air, anoda baterai, pigmen warna kuning dan dapat digunakan sebagai membran pada suhu tinggi untuk aplikasi *fuel cell* (Sardjono dkk., 2013).

Pada umumnya sintesis Fe_2TiO_5 menggunakan bahan baku Fe_2O_3 dan TiO_2 melalui metode reaksi padatan dan metode sol-gel untuk mendapatkan nanopartikel Fe_2TiO_5 (Melo et al., 2020). Namun demikian, metode ini menghasilkan ukuran partikel yang tidak

seragam. Min et al. (2012) mensintesis Fe_2TiO_5 menggunakan metode hidrotermal dengan *raw material* berbeda dan menghasilkan ukuran partikel antara 50-200 nm.

Begitu berkembangnya penelitian tentang sintesis Fe_2TiO_5 ini, masih menjadi tantangan tersendiri bagi peneliti untuk mengembangkan ide dan inovasi dibidang tersebut. Dalam tulisan ini, disajikan hasil analisis awal mengenai sintesis Fe_2TiO_5 dengan menggunakan metode *planetary ball-mill*.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis anorganik adalah aquades, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Merck), NH_3 (Merck), dan TiO_2 (Merck).

Alat-alat yang digunakan dalam sintesis anorganik adalah alat pres, *autoclave*, *ball-milling*, *furnace*, oven, seperangkat alat gelas standar, Spektrometer Infra Merah (FTIR Spectrometer LI-5500) dan *X-Ray Diffraction* (SmartLab).

Prosedur Penelitian

Sintesis Fe_2O_3

Sintesis material Fe-Ti dilakukan melalui metode *alloy ball-milling*. Tahap pertama senyawa $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dibuat dalam bentuk oksida dengan metode hidrotermal. $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dicampurkan dengan NH_3 kemudian distirer selama 1 jam pada suhu ruang. Campuran reaksi dimasukkan ke dalam *autoclave hydrothermal* dan dimasukkan ke oven pada suhu 120 °C selama 10 jam (Tadic et al., 2019).

Sintesis Fe-Ti

Material oksida Fe_2O_3 yang terbentuk kemudian dicampurkan dengan TiO_2 dan dimasukkan ke dalam wadah *ball-milling*. *Ball-*

mill yang digunakan sebanyak 1/3 dari volume wadah, setelah campuran dimasukkan bersama *ball-mill* kemudian alat *ball-milling* diatur dengan kecepatan 300 rpm selama 3 jam. Campuran reaksi hasil *ball-milling* dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 6 jam. Hasil kalsinasi ini kemudian dilakukan proses *ball-milling* kembali dengan kecepatan 300 rpm selama 1,5 jam, selanjutnya dicetak membentuk lempengan kecil dengan alat pres dan dikalsinasi pada suhu 1200°C selama 3 jam (Dematteis et al., 2021)

Karakterisasi Fe-Ti

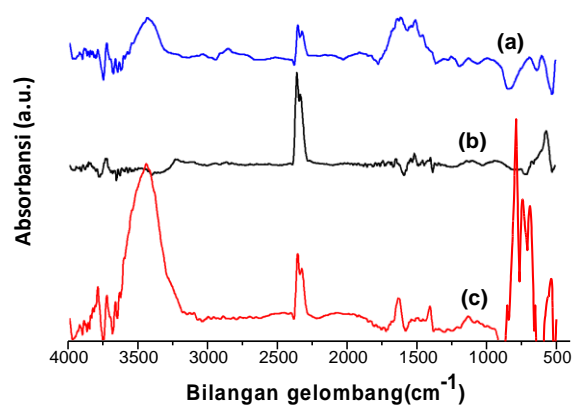
Material *alloy* dikarakterisasi dengan IR dan XRD. Karakterisasi IR dilakukan pada untuk melihat gugus fungsi Fe-O pada oksida logam hasil sintesis, sedangkan XRD dilakukan untuk menentukan kristalinitas dan pembentukan Fe-Ti. Proses *refinement* dilakukan dengan program *rietica*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis *alloy* Fe-Ti pada penelitian ini menggunakan metode *mechanical alloying*. Pada prinsipnya metode ini menggunakan gaya mekanik dalam pembentukan *alloy*. Metode ini dipilih karena tekniknya sederhana dan relatif murah, selain itu dapat menghasilkan partikel berukuran kecil (<10 nm), sehingga meningkatkan luas permukaan material. Luas permukaan yang besar menyebabkan laju reaksi pada sintesis *alloy* ini menjadi cepat. Salah satu jenis metode dari *mechanical alloying* yaitu metode *planetary ball mill*, metode ini menggunakan suatu ball mill yang dapat merubah fasa struktur akibat adanya gaya tekan berenergi tinggi dari proses milling menggunakan bola. Perubahan fasa struktur ini disebabkan karena akumulasi cacat kisi pada

material sehingga terjadi deformasi plastik pada prekursor (El Kharbachi et al., 2020).

Prekursor dalam sintesis *alloy* Fe-Ti yaitu Fe₂O₃ dan TiO₂ (Park et al., 2021), sebelumnya prekursor Fe₂O₃ diperoleh dari metode hidrotermal dengan mereaksikan Fe(NO₃)₃·9H₂O dan mineralizer NH₃. Karakterisasi hasil *ball mill* ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Hasil karakterisasi FTIR untuk (a) hasil *ball mill*; (b) Fe₂O₃; dan (c) TiO₂

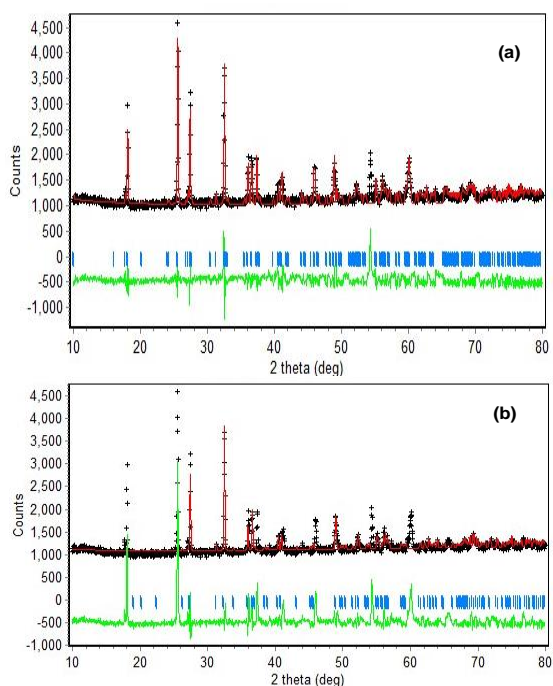
Berdasarkan karakterisasi inframerah nampak bahwa pada spektrum (b) terdapat serapan khas Fe-O pada bilangan gelombang 500 cm⁻¹, sedangkan spektrum (c) terdapat serapan khas pada Ti-O pada bilangan gelombang 900 cm⁻¹ hal ini sesuai dengan hasil yang diperoleh oleh Mežinskis et al. (2018). Spektrum inframerah sampel hasil *ball milling* (a) tidak menunjukkan adanya serapan khas dari kedua prekursor tersebut, hal ini mengindikasikan bahwa adanya senyawa lain yang bukan merupakan senyawa dari kedua prekursor di dalam sampel hasil *ball-milling* tersebut.

Sebagai pembandingan, dari hasil karakterisasi menggunakan XRF, diperoleh komposisi senyawa hasil *ball mill*, disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi senyawa hasil *ball mill*

No.	Komponen kimia	Kadar (%)
1	Fe ₂ O ₃	56,22
2	TiO ₂	43,78

Namun, karakterisasi inframerah dan XRF belum dapat membuktikan secara pasti material *alloy* yang dihasilkan, maka kemudian dilakukan karakterisasi dengan difraksi sinar-X. Karakterisasi difraksi sinar-X dilakukan terhadap dua sampel hasil tahapan kalsinasi dan sintering.



Gambar 2. Difraktogram material hasil sintesis (a) hasil sintering 1000°C dan (b) hasil sintering 1200°C

Difraktogram yang dihasilkan dari instrumen XRD merupakan plot antara intensitas dengan 2θ (dua theta). Terdapat dua grafik dalam satu gambar, difraktogram yang berwarna hijau menunjukkan selisih dari difraktogram senyawa hasil sintesis dengan difraktogram *database*. Gambar 2(a) menunjukkan bahwa beberapa puncak difraktogram dari senyawa Fe-Ti yang dihasilkan berhimpit dengan puncak dari

senyawa Fe₂TiO₅ dan TiO₂ yang didapat dari *database Powder Diffraction File* (PDF) nomor 01-087-1996. Sistem kristal, grup ruang, dan parameter sel satuan dari kristal besi (III) titanium oksida hasil sintesis didapatkan dari hasil *refinement* dengan program *rietica*. Gambar 2(a) memperlihatkan difraktogram hasil *refinement*, yang berwarna hijau menunjukkan selisih dari difraktogram senyawa hasil sintesis dengan difraktogram dari *database*. Berdasarkan hasil *refinement*, diketahui bahwa senyawa besi (III) titanium oksida hasil sintesis memiliki rumus empiris Fe₂TiO₅ dengan sistem kristal monoklinik dan grup ruang C₁₂/C₁, serta parameter sel $a = 22,3 \text{ \AA}$, $b = 3,75 \text{ \AA}$, $c = 9,8 \text{ \AA}$, $\beta = 116,2 \text{ \AA}$.

Difraktogram pada gambar 2(b) memperlihatkan bahwa beberapa puncak difraktogram dari senyawa Fe-Ti yang dihasilkan berhimpit dengan puncak dari senyawa Fe₂TiO₅ dan TiO₂ yang didapat dari *database* PDF nomor 00-003-0374. Merujuk hasil *refinement*, diketahui bahwa senyawa besi (III) titanium oksida hasil sintesis memiliki rumus empiris Fe₂TiO₅ dengan sistem kristal monoklinik dan grup ruang C₁₂/M₁, serta parameter sel $a = 10,1 \text{ \AA}$, $b = 5,037 \text{ \AA}$, $c = 7,024 \text{ \AA}$, $\beta = 110,9 \text{ \AA}$.

Hasil *refinement* Gambar 2(a) dan 2(b) menghasilkan nilai Z yang berbeda. Nilai Z merupakan jumlah atom dalam satu kisi kristal, dari hasil *refinement* nilai Z untuk material 2(a) yaitu 4 dan sintering 2(b) yaitu 8. Hal ini menyimpulkan bahwa kisi kristal material kalsinasi pada suhu 1200°C lebih besar dari kisi kristal material kalsinasi pada suhu 1000°C.

KESIMPULAN

Sintesis material alloy Fe-Ti menggunakan teknik *Planetary ball-mill* telah berhasil

dilakukan. Hasil karakterisasi didapatkan *alloy* stoikiometrik dengan rumus empiris Fe_2TiO_5 .

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kepada pengelola Laboratorium Kimia Anorganik Fisika, Jurusan Kimia Intitut Teknologi Bandung yang telah membantu proses menyelesaikan penelitian. LPPM UHO sebagai sponsor yang membantu biaya penelitian dengan No: 966/UN29.2.1/KU/2021.

DAFTAR PUSTAKA

- Bellosta von Colbe, J., Ares, J. R., Barale, J., Baricco, M., Buckley, C., Capurso, G., Gallandat, N., Grant, D. M., Guzik, M. N., Jacob, I., Jensen, E. H., Jensen, T., Jepsen, J., Klassen, T., Lototsky, M. V., Manickam, K., Montone, A., Puzkiel, J., Sartori, S., Dornheim, M. (2019). Application of hydrides in hydrogen storage and compression: Achievements, outlook and perspectives. *International Journal of Hydrogen Energy*, 44(15), 7780–7808. <https://doi.org/10.1016/J.IJHYDENE.2019.01.104>
- Cacciamani, G., De Keyser, J., Ferro, R., Klotz, U. E., Lacaze, J., & Wollants, P. (2006). Critical evaluation of the Fe-Ni, Fe-Ti and Fe-Ni-Ti alloy systems. *Intermetallics*, 14(10–11), 1312–1325. <https://doi.org/10.1016/J.INTERMET.2005.11.028>
- El Kharbachi, A., Dematteis, E. M., Shinzato, K., Stevenson, S. C., Bannenberg, L. J., Heere, M., Zlotea, C., Szilágyi, P., Bonnet, J. P., Grochala, W., Gregory, D. H., Ichikawa, T., Baricco, M., & Hauback, B. C. (2020). Metal Hydrides and Related Materials. Energy Carriers for Novel Hydrogen and Electrochemical Storage. *Journal of Physical Chemistry C*, 124(14), 7599–7607. <https://doi.org/10.1021/ACS.JPCC.0C01806>
- M. Dematteis, E., Nicola Berti, Fermin Cuevas, Michel Latroche, & Marcello Baricco. (2021). Substitutional effects in TiFe for hydrogen storage: a comprehensive review. *Materials Advances*, 2(8), 2524–2560. <https://doi.org/10.1039/D1MA00101A>
- Melo, M.A., Centurion, H.A., Lucas, T.T.A., Muche, D.N.F., Souza, F.L., and Gonçalves, R.V. (2020). Pseudobrookite Fe_2TiO_5 Nanoparticles Loaded with Earth-Abundant Nanosized NiO and Co_3O_4 Cocatalysts for Photocatalytic O_2 Evolution via Solar Water Splitting. *ACS Appl. Nano Mater.* 3(9), 9303–9317. <https://doi.org/10.1021/acsnm.0c01957>
- Mežinskis, G., Larionova, D., and Grase, L. (2018). Characterization of Fe_2O_3 - TiO_2 Thin Films Prepared from Sonicated and Unsonicated Sols. *Key Engineering Materials*, 762, 306–310. <https://doi.org/10.4028/www.Scientific.Net/Kem.762.306>
- Min, Kyung-Mi., Park, Kyung-Soo., Lim, Ah-Hyeon. (2012). Synthesis of pseudobrookite-type Fe_2TiO_5 nanoparticles and their Li-ion electroactivity. *Ceramics International*, 38, 6009-6013.
- Park, K. B., Fadonougbo, J. O., Park, C. S., Lee, J. H., Na, T. W., Kang, H. S., Ko, W. S., and Park, H. K. (2021). Effect of Fe substitution on first hydrogenation kinetics of TiFe-based hydrogen storage alloys after air exposure. *International Journal of Hydrogen Energy*, 46(60), 30780–30789. <https://doi.org/10.1016/J.IJHYDENE.2021.06.188>
- Sardjono, P., WisnuAri, A., dan Sudirman. (2013). Sintesis Bahan Magnetik Pseudobrookite Fe_2TiO_5 Berbasis Sumber Daya Mineral Lokal. *Indonesian Journal of Materials Science*. 14(3), 209 – 213
- Tadic, M., Trpkov, D., Kopanja, L., Vojnovic, S., dan Panjan, M. (2019). Hydrothermal synthesis of hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) nanoparticle forms: Synthesis conditions, structure, particle shape analysis, cytotoxicity and magnetic properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 792, 599–609. <https://doi.org/10.1016/J.JALLCOM.2019.03.414>
- Tan, S., Taylan, Ö., Akyıldız, H., Kalcioğlu, A. F., and Öztürk, T. (2007). Synthesis of FeTi Hydrogen Storage Alloys for Stationary Applications. *Proceedings 2nd International Hydrogen Energy Congress and Exhibition IHEC 2007*, Istanbul, Turkey, 13-15 July 2007. https://www.researchgate.net/publication/236161201_Synthesis_of_FeTi_Hydrogen_Storage_Alloys_for_Stationary_Applications