

TUGAS AKHIR - TL141584

PENGARUH DOPING Fe₂O₃ DAN TEMPERATUR SINTERING TERHADAP SIFAT FERROELEKTRIK DAN MAGNETIK PbTiO₃ DENGAN METODE *MECHANICAL ALLOYING*

JENNIS FITRIA NRP 2711 100 138

Dosen Pembimbing : Rindang Fajarin, S.Si, M.Si. Hariyati Purwaningsih S.Si, M.Sc.

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2015



TUGAS AKHIR - TL141584

EFFECTS OF DOPING Fe₂O₃ AND SINTERING TEMPERATURE ON FORMING PbTiO₃ USING MECHANICAL ALLOYING METHOD

JENNIS FITRIA NRP 2711 100 138

Dosen Pembimbing : Rindang Fajarin, S.Si, M.Si. Hariyati Purwaningsih S.Si, M.Sc.

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2015

PENGARUH DOPING Fe₂O₃ DAN TEMPERATUR SINTERING TERHADAP SIFAT FERROELEKTRIK DAN MAGNETIK PbTiO₃ DENGAN METODE *MECHANICAL ALLOYING*

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik Pada Bidang Studi Material Inovatif Program Studi S-1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi

Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember

> Oleh : JENNIS FITRIA NRP. 2711 100 138



Surabaya Juli 2015

V

PENGARUH DOPING Fe₂O₃ DAN TEMPERATUR SINTERING TERHADAP SIFAT FERROELEKTRIK DAN FERROMAGNETIK PbTiO₃ DENGAN METODE *MECHANICAL ALLOYING*

Nama	: Jennis Fitria
NRP	: 2711100138
Jurusan	: Teknik material dan metalurgi
Dosen pembimbing	: Rindang Fajarin S.Si, M.Si dan
	Hariyati Purwaingsih, S.Si., M.Si

Multiferoik merupakan topik yang menarik untuk perkembangan penting teknologi dan alam, di mana dua fenomena koeksistensi dari Ferromagnetik (FM) dan Ferroelektrik (FE). PbTiO₃ merupakan material oksida tipe perovskite yang mempunyai peranan penting dalam aplikasi elektronik karena memiliki sifat, dielektrik, ferroelektrik, piezoelektrik dan magnetik. Namun masih sedikit yang meneliti tentang pendopingan Fe pada PbTiO₃ yang dapat menaikkan sifat ferromagnetik sehingga material ini bisa menjadi multiferroik. Penelitian ini mempelajari tentang pengaruh variasi doping dan temperature sintering pada PbTiO₃. Pembuatan nanopartikel Pb(Ti, Fe)O₃ dilakukan dengan cara mencampur Fe₂O₃ pada PbTiO₃ secara mechanical alloying. Untuk mengetahui perubahan yang terjadi ketika penambahan Fe dilakukan pengujian XRD, SEM-EDX, Ferroelektrik dan Suseptibilitas. Penelitian ini menggunakan variasi konsentrasi Fe₂O₃ 0.2, 0.3, 0.4 mol dan temperatur sintering 950, 1000, 1050 °C. PbTiO₃ bersifat multiferroik dengan adanya penambahan Fe₂O₃. Hal ini ditunjukkan dengan nilai polarisasi remanensi \geq 36 μ C/ cm2 dan medan koersif \geq 54 kV/cm.

Kata kunci: Multiferoik, PbTiO₃, Mechanical alloying, PbTiO₃ yang didoping Fe.

EFFECTS OF DOPING Fe₂O₃ AND SINTERING TEMPERATURE ON FORMING PbTiO₃ USING MECHANICAL ALLOYING METHOD

Nama	: Jennis Fitria
NRP	: 2711100138
Jurusan	: Teknik material dan metalurgi
Oosen pembimbing : Rindang Fajarin S.Si, M.Si da	
	Hariyati Purwaingsih, S.Si., M.Si

Multiferroics have been an interesting topic in the development of science and technology, where Ferromagnetic (FM) coexist with Ferroelectric (FE). PbTiO₃ is a perovskite type oxides material which has an important role in the application of electronics because of its dielectric, ferroelectric, piezoelectric and magnetic characteristics. At the moment, there is just a few research about Fe doped on PbTiO₃, although this method could enhance its ferromagnetic characteristic so it becomes multiferroic. In this paper, the effects of doping variation and sintering temperature on PbTiO₃ are examined. Creation of Pb(Ti, Fe)O₃ nanoparticle is done by mixing Fe₂O₃ and PbTiO₃, using mechanical alloying method. In order to examine the changes occurred in Fe addition, some test (XRD, SEM-EDX, Ferroelectricity and Susceptibility) are held. This paper uses Fe₂O₃ doping variations of 0.2, 0.3, 0.5 mol Fe contents and sintering temperatures of 950, 1000, 1050 °C. PbTiO₃ becomes multiferroic with the addition of Fe₂O₃. It is shown that polarization remnant value \geq 36 μ C/cm² and coercive field \geq 54 kV/cm

Keyword: Multiferroic, $PbTiO_3$, Mechanical alloying, Fe doped $PbTiO_3$



KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas limpah rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan judul :

PENGARUH DOPING Fe₂O₃ DAN TEMPERATUR SINTERING TERHADAP SIFAT FERROELEKTRIK DAN FERROMAGNETIK PbTiO₃ DENGAN METODE *MECHANICAL ALLOYING*

Tugas Akhir ini disusun untuk memenuhi syarat memperoleh gelar Sarjana Teknik (ST) Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Penulis juga mngeucapkan terima kasih sebesar-besarnya yang diberikan kepada:

- 1. Allah SWT yang selalu memberikan rahmat dan karunia serta kelancaran dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
- 2. Almarhum Bapak Miswanto, Ibu Yulhayati dan kakakkakak serta keluarga atas segala bimbingan, doa, kasih sayang, semangat, dan petuah yang tidak pernah berhenti dan tanpa diminta selalu diberikan kepada penulis selama ini.
- 3. Ibu Rindang Fajarin, S.Si., M.Si. atas segala bimbingan materi dan bimbingan selama penulis mengerjakan tugas akhir.
- 4. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.So., M.Si. atas segala bimbingan materi dan bimbingan selama penulis mengerjakan tugas akhir.
- 5. Seluruh jajaran dosen Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS, atas segala bimbingan selama masa perkuliahan.
- 6. Sahabat sesama bimbingan Ibu Rindang Fajarin yakni RIzka Andani, Reni Hayu Warit dan Venorita Purnamasari.
- 7. Mas Ridho, Pak Moko, Pak Tari, Pak Chanan dan Mas Dafiq atas bantuan penggunaan alat selama pengejaan Tugas Akhir.



- 8. Romlan Sidiq, Khoiril Metrim, dan A. Marsha Alviani, terima kasih selalu menemani ketika harus lembur di lab hingga larut malam.
- 9. Keluarga Kendo ITS yang selalu memberikan dukungan dan support terutama Bryan Nandriawan.
- 10. Keluarga MT-13 Teknik Material dan Metalurgi terima kasih atas semua dukungan, bantuan, serta ilmu yang selalu diberikan
- 11. Seluruh Anggota HMMT FTI-ITS atas bantuan, pengetahuan, dukungan serta semangat selama masa perkuliahan.
- 12. Semua teman-teman di ITS, yang telah berbagi pengalaman.
- 13. Semua pihak yang telah membantu penelitian Tugas Akhir ini.





DAFTAR ISI

HALAMAN JUDULi
TITLEiii
LEMBAR PENGESAHANv
ABSTRAK
ABSTRACTviii
KATA PENGANTARix
DAFTAR ISI
DAFTAR GAMBARxv
DAFTAR TABEL
BAB I
PENDAHULUAN1
1.1. Latar Belakang1
1.2 Rumusan Masalah1
1.3 Batasan Masalah2
1.4 Tujuan Penelitian2
1.5 Manfaat Penelitian2
1.6 Sistematika Penulisan3
BAB II
TINJAUAN PUSTAKA5
2.1 Karakteristik PbTiO ₃ 5
2.2 Karakteristik Fe ₂ O ₃ 7



_	2.3 Karakteristik PbTiO ₃ yang didoping Fe ₂ O ₃	Error!
	Bookmark not defined.	
	2.4 Material Multiferroik	10
	2.5 Ferroelektrik	11
	2.6 Ferromagnetik	14
	2.7 Mechanical Alloying	15
	2.7.1 Milling Container	15
	2.7.2 Kecepatan Milling	16
	2.7.3 Grinding Medium	17
	2.7.4 Ball to Powder Weight Ratio (BPR)	
	2.7.5 Waktu Milling	
	2.7.6 Process Control Agents	19
	2.7.7 Temperatur Milling	19
	2.8 Planetary Ball mills	20
	2.9 Mechanism of Alloying	21
	2.10 Sintering	
	2.11 Penelitian Sebelumnya	
В	AB III	
N	1ETODOLOGI PENELITIAN	29
	3.1 Bahan	29
	3.2 Peralatan dan Pengujian	31
	3.3 Diagram Penelitian	
	3.4 Rancangan Penelitian	
	3.5 Variabel Penelitian	

3.6 Langkah Penelitian	
3.6.1 Persiapan Serbuk	40
3.6.2 Proses Penggilingan Mekanik	40
3.6.3 Kompaksi	41
3.6.4 Sintering	41
3.6.5 Karakterisasi	41
3.6.5.1 XRD	41
3.6.5.2 SEM	43
3.6.5.3 Karakteristik Sifat Ferroelektrik	45
3.6.5.4 Suseptibilitas	46
BAB IV	47
ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	47
4.1 Sintesa PbTiO3 yang didoping Fe2O3	47
4.2 Hasil Pengujian XRD	51
4.4 Hasil Uji dari SEM dan EDX	59
4.5 Analisa Ferroelektrik	64
4.5.1 Pengaruh Penambahan Konsentrasi Doping Fe ₂ C	∂₃ dan
Temperatur Sintering pada PbTiO ₃	65
4.6 Analisa Kemagnetan dari Suseptibilitas	69
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	71
5.1 Kesimpulan	71
5.2 Saran	71
DAFTAR PUSTAKA LAMPIRAN	



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Process Control Agent (Suryanarayana 2001)	19
Tabel 3.1 Rancangan Penelitian	39
Tabel 3.2 Informasi yang terkandung dalam Hasil	
Pengujian XRD (Pratapa 2004) Tabel 4.1 Komposisi unsur penyusunan paduan partikel PbTiO ₃	43
Tabel 4.2 variasi konsentrasi Fe_2O_3 dengan temperatur sintering $950^{\circ}C$	64
Tabel 4.3 Hasil Suseptibilitas	69

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Kubik ABO₃ perovskite dengan unit cell a=b≠c	
(Ganegoda 2012)	6
Gambar 2.2 Struktur Perovskite PbTiO₃ (Kong 2008)	7
Gambar 2.3 Hubungan antara sifat multiferroik material. Ilust	rasi
kedua sifat material yang diterima (Martin 2008)	11
Gambar 2.4 Kurva histeresis paraelektrik (sebelah kanan) dan	
Ferroelektrik (sebelah kiri)	12
Gambar 2.5 Kurva histerisis (Hikam dkk. 2011)	13
Gambar 2.6 Kurva Histeresis Magnetik (Spaldin 2011)	14
Gambar 2.7 Milling container	16
Gambar 2.8 (a) Planetary ball mills (b) Pergerakan bola saat	
grinding bowl berputar (Suryanarayana 2001)	21
Gambar 2.9 Karakteristik deformasi pada tiap tipe partikel	
serbuk. (Suryanarayana 2001)	22
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar	a
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001)	ia 2 3
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO	ia 23 29
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO Gambar 3.2 Serbuk TiO ₂	ia 23 29 30
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO Gambar 3.2 Serbuk TiO ₂ Gambar 3.3 Larutan PCA	na 23 29 30 30
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO Gambar 3.2 Serbuk TiO ₂ Gambar 3.3 Larutan PCA Gambar 3.4 Serbuk Fe ₂ O ₃	na 23 29 30 30 31
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO Gambar 3.2 Serbuk TiO ₂ Gambar 3.3 Larutan PCA Gambar 3.4 Serbuk Fe ₂ O ₃ Gambar 3.5 Timbangan digital	na 23 30 30 31 31
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO Gambar 3.2 Serbuk TiO ₂ Gambar 3.3 Larutan PCA Gambar 3.4 Serbuk Fe ₂ O ₃ Gambar 3.5 Timbangan digital Gambar 3.6 Kompaksi	na 23 29 30 30 31 31 32
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO Gambar 3.2 Serbuk TiO ₂ Gambar 3.3 Larutan PCA Gambar 3.4 Serbuk Fe ₂ O ₃ Gambar 3.5 Timbangan digital Gambar 3.6 Kompaksi Gambar 3.7 Planetary ball mill	a 23 29 30 30 31 31 32 33
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO Gambar 3.2 Serbuk TiO ₂ Gambar 3.3 Larutan PCA Gambar 3.4 Serbuk Fe ₂ O ₃ Gambar 3.5 Timbangan digital Gambar 3.6 Kompaksi Gambar 3.7 Planetary ball mill Gambar 3.8 Ball Mill.	na 23 29 30 31 31 31 32 33
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO Gambar 3.2 Serbuk TiO ₂ Gambar 3.3 Larutan PCA Gambar 3.4 Serbuk Fe ₂ O ₃ Gambar 3.5 Timbangan digital Gambar 3.6 Kompaksi Gambar 3.7 <i>Planetary ball mill</i> Gambar 3.8 <i>Ball Mill</i> Gambar 3.9 Furnace	a 23 29 30 30 31 31 31 33 33 33
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO Gambar 3.2 Serbuk TiO ₂ Gambar 3.3 Larutan PCA Gambar 3.4 Serbuk Fe ₂ O ₃ Gambar 3.5 Timbangan digital Gambar 3.6 Kompaksi Gambar 3.7 <i>Planetary ball mill</i> Gambar 3.8 <i>Ball Mill</i> Gambar 3.9 Furnace Gambar 3.10 Mesin XRD	ha 23 29 30 31 31 32 33 33 34 34
Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayar 2001) Gambar 3.1 Serbuk PbO Gambar 3.2 Serbuk TiO ₂ Gambar 3.3 Larutan PCA Gambar 3.4 Serbuk Fe ₂ O ₃ Gambar 3.5 Timbangan digital Gambar 3.6 Kompaksi Gambar 3.6 Kompaksi Gambar 3.7 <i>Planetary ball mill</i> Gambar 3.8 <i>Ball Mill</i> Gambar 3.9 Furnace Gambar 3.10 Mesin XRD	ha 23 29 30 31 31 31 33 33 34 34 34 34

Gambar 3.13 Alat uji Suseptibilitas3	6
Gambar 3.14 Diagram Alir3	8
Gambar 3.15 XRD4	2
Gambar 3.16 Alat uji SEM4	5
Gambar 4.1 (a) PbTiO₃ dimortar (b) PbTiO₃ setelah dimiling4	7
Gambar 4.2 PbTiO₃ yang telah didoping4	9
Gambar 4.3 PbTiO3 yang sudah mengalami sintering pada	
temperatur 950°C dengan doping , (a) 0.2 mol, (b) 0.3 mol, (c)	
0.4 mol5	0
Gambar 4.4 PbTiO3 yang sudah mengalami doping 0.4 mol	
Fe2O3 dengan temperatur, (a) 950°C, (b) 1050°C, (d) 1150°C5	0
Gambar 4.5 Hasil Pengujian XRD PbTiO ₃ 5	1
Gambar 4.6 Hasil Pengujian XRD pada Sampel dengan Variasi	
konsentrasi pada temperatur 950°C, 1050°C, 1150°C (a) 0.2 mol	,
(b) 0.3 mol dan (c) 0.4 mol5	4
Gambar 4.7. Terjadinya pergeseran kurva pada hasil XRD PbTiO₃	
yang didoping Fe_2O_3 5	7
Gambar 4.8 Hasil SEM perbesaran 15000x dari PbTiO₃ yang	
belum mengalami doping5	9
Gambar 4.9 Hasil Pengujian EDAX PbTiO ₃ 6	0
Gambar 4.10 Hasil SEM perbesaran 15000x dari PbTiO₃yang	
sudah mengalami sintering pada temperatur 950°C dengan	
doping , (a) 0.2 mol, (c) 0.3 mol, (d) 0.4 mol6	1
Gambar 4.11 Hasil SEM-EDX pada Sintering 950°C PbTiO ₃ , (a) 0.2	2
mol, (b) 0.3 mol dan (c) 0.4 mol6	3
Gambar 4.12 Hubungan Variasi Doping dengan Polarisasi	
Remanen dan Medan Koersif6	6
Gambar 4.13 Hubungan Variasi Temperatur dengan Polarisasi	
Remanen dan Medan Koersif6	8



BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Nano skala ferroelektrik kebanyakan diaplikasikan sebagai peralatan nano-elektronik, dalam bagian memori *non-volatile*. Material multiferroik mempunyai aplikasi yang luas seperti memori *non-volatile*, kapasitor, transduser, *actuator* dan lainnya. Teknologi yang menjanjikan ini dapat lebih baik jika sifat ferroelektrik dan ferromagnetiknya konsisten dalam temperatur ruang.

Timbal titanat (PbTiO₃) telah banyak diteliti selama beberapa dekade terakhir. PbTiO₃ memiliki struktur sederhana di antara banyak ferroelektrik yang berstruktur perovskite dan menunjukkan displacive karakter transisi yang khas. Sampai saat ini, untuk mendapatkan Fe⁺³ yang mendoping PbTiO₃ dilakukan banyak cara seperti solid state, co-precipitation, dan masih banyak lainnya. Salah satunya adalah untuk mendapatkan reaksi antar butir dengan memberikan energi panas. Pemberian energi panas untuk menjadikan butiran-butiran pada Fe₂O₃ - TiO₂ - PbO berinteraksi, dapat dilakukan dengan pemberian energi minimum, yang didapat dari pemberian energi kinetik (gaya gesek) melalui metode Powder Metallurgy dengan berbahan serbuk Fe₂O₃, TiO₂ dan PbO yang dipadukan secara mekanik dengan proses Mechanical Alloying. Pada penelitian ini khususnya untuk membentuk senyawa dari Fe⁺³ yang mendoping PbTiO₃ dengan struktur perovskite. Penelitian ini menggunakan variasi temperatur sintering dan variasi doping Fe⁺³ untuk mengukur nilai magnetiknya dan ferroelektriknya.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan latar belakang di atas, adapun rumusan masalah yang diteliti pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi doping Fe_2O_3 dan temperatur sintering terhadap sifat ferroelektrik PbTiO₃?



2. Bagaimana pengaruh variasi doping Fe_2O_3 dan temperatur sintering terhadap sifat magnetik PbTiO₃?

1.3 Batasan Masalah

Agar permasalahan yang dibahas tidak meluas dan bisa dikontrol, permasalahan pada penelitian ini dibatasi sebagai berikut:

- 1. Ukuran butir serbuk $TiO_2 PbO Fe_2O_3$ diasumsikan homogen.
- 2. Unsur-unsur pengotor pada serbuk $TiO_2 PbO Fe_2O_3$ dianggap tidak ada.
- 3. Kecepatan milling di anggap konstan.
- 4. Ball to powder weight ratio (BPR) konstan.
- 5. Temperatur dan waktu sintering konstan

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

- 1. Menganalisa pengaruh variasi doping Fe^{+3} dan temperatur sintering terhadap pembentukan nanopartikel PbTiO_{3.}
- 2. Menganalisa pengaruh variasi doping Fe⁺³ dan temperatur sintering terhadap sifat ferroelektrik.
- 3. Menganalisa pengaruh variasi doping Fe⁺³ dan temperatur sintering terhadap sifat ferromagnetik.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat mengetahui pengaruh doping Fe_2O_3 dan temperatur sintering terhadap $PbTiO_3$ serta sifat ferroelektrik dan magnetiknya sehingga dapat bermanfaat bagi kemajuan teknologi dalam pengembangan material.



1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan Tugas Akhir ini terbagi dalam lima bab, yaitu:

BAB I PENDAHULUAN

Bab ini berisi latar belakang dibuatnya penelitian, perumusan masalah, batasan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian dan sistematika penulisan laporan hasil penelitian.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini berisi tentang teori-teori dari literatur yang berhubungan dan menunjang analisa permasalahan dalam penelitian ini.

BAB III METODOLOGI

Bab ini berisi rancangan penelitian, prosedur pelaksanaan, spesifikasi peralatan dan material uji serta prosedur pelaksanaan.

BAB IV HASIL dan PEMBAHASAN

Bab ini berisi data-data yang diperoleh selama penelitian, pembahasan dari data yang diperoleh sesuai dengan permasalahan yang ditetapkan pada penelitian.

BAB V KESIMPULAN dan SARAN

Bab ini berisi kesimpulan dari penelitian dan saran yang diharapkan dapat berguna pada penelitian selanjutnya.



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik PbTiO₃

Ferroelektrik dengan struktur perovskite (ABO₃), misalnya titanat timbal (PbTiO₃), adalah oksida ferroelektrik yang paling banyak dipelajari karena banyak digunakan dalam kapasitor film tipis, transduser elektronik, aktuator, high-k dielektrik, sensor piroelektrik, dan nonlinier optik (Wang 2010).

Struktur Kristal senyawa PbTiO₃ merupakan bagian dari senyawa ABX₃ yaitu struktur kristal kubik perovskite. Bahan ini memiliki sifat ferroelektrik dan konstanta dielektrik yang tinggi. Struktur perovskite ABX₃ mempunyai dua buah kation dengan ukuran yang berbeda. Kation A memiliki ukuran sama dengan anion X dan kation B memiliki ukuran lebih kecil. Kation A dan anion X membentuk susunan kubik berpusat muka (*face centered cubic*, *FCC*), sedangkan kation B berada di tengah pusat *oktahedral*. Ion Pb merupakan kation A, sedangkan ion Ti berperan sebagai kation B dan O sebagai X. (Xue 1999).

Studi tentang PbTiO₃ berstruktur nano masih terbatas, hal ini karena kurangnya teknik sintetis yang baik untuk mempersiapkan nanopartikel PbTiO₃. Partikel-partikel dengan dimensi nanoscopik telah mendapat perhatian penelitian yang cukup besar karena sifat kimia dan fisika konvensional (misalnya, elektronik, optik) pada skala nano. PbTiO₃ banyak digunakan di berbagai perangkat elektronik sebagai hasil dari koefisien piroelektrik besar dan permitivitas relatif rendah (Wang 2010).





Gambar 2.1 Kubik ABO₃ perovskite dengan unit cell a=b≠c (Ganegoda 2012)

Karena intrinsik *tetragonality* tinggi dan temperatur Curie yang tinggi TC, (PbTiO₃, PT) adalah kandidat yang menjanjikan untuk perangkat ferroelektrik nano-teknologi. Akibatnya, transisi ferroelektrik ini sangat terpengaruh atau bahkan ditekan untuk ukuran kecil partikel (nano-struktur) atau film tipis (Rene 2009).

PbTiO₃ adalah *Electroceramic* yang terkenal mempunyai sifat dielektrik, piroelektrik, dan sifat piezoelektrik yang baik untuk aplikasi dalam elektronik dan mikroelektronik. Pada temperatur kamar, PbTiO₃ menunjukkan struktur perovskite tetragonal dan, ketika didoping dengan perovskite lainnya, membentuk berbagai solusi kristal padat. Para anggota PT berbasis ferroelektrik banyak digunakan dalam multilayer, aktuator dan sensor kapasitor. Untuk membuatnya, serbuk halus dari fase perovskite dengan tingkat minimal aglomerasi partikel diperlukan untuk meningkatkan kepadatan dan keseragaman mikrostruktur temperatur sintering. (Xue 1999)





Gambar 2.2 Struktur Perovskite PbTiO₃ (Kong 2008)

2.2 Karakteristik Fe₂O₃

Besi oksida adalah senyawa kimia yang terdiri dari besi dan oksigen. Secara keseluruhan, ada enam belas oksida besi dan oxyhydroxides (Cornell dan Schwertmann 2003). Penggunaan dari berbagai oksida dan hidroksida yang sangat beragam mulai dari pigmen dalam glasir keramik, untuk digunakan dalam termit.

Besi (III) oksida atau oksida besi adalah senyawa anorganik dengan rumus Fe_2O_3 . Ini adalah salah satu dari tiga oksida utama besi, dua lainnya adalah besi (II) oksida (FeO), yang langka, dan besi (II, III) oksida (Fe₃O₄), yang juga terjadi secara alami sebagai magnetit mineral. Sebagai mineral yang dikenal sebagai hematit, Fe_2O_3 adalah sumber utama dari besi untuk industri baja (Cornell dan Schwertmann 2003). Bentuk butirannya heksagonal, secara umum berbentuk butiran-butiran. Warna hematite ini bervariasi mulai dari kuning-coklat sampai oranye merah dan ungu (Klein 1993).

Hematite (α - Fe₂O₃) merupakan oksida keramik yang banyak digunakan sebagai bahan dasar pembuatan material magnet kelas soft magnet (magnet tak permanen) dan hard magnet (magnet permanen). Hematite (α - Fe₂O₃) mempunyai struktur heksagonal (rhombohedral) (Cornell dan Schwertmann 2003). Seperti magnet ferrite lainnya, hematite (α - Fe₂O₃) mempunyai sifat mekanik yang



kuat dan tidak mudah terkorosi karena memiliki ketahanan kimia yang baik terhadap lingkungan. Di samping itu magnet ferrit mempunyai koersivitas magnetik sangat stabil terhadap pengaruh medan luar serta temperatur yang cukup baik (Priyono 2004). Hematite (α - Fe₂O₃) banyak digunakan sebagai material awal pada pembentukan senyawa magnet ferrite (Smallman 1999).

Berbagai usaha dilakukan untuk meningkatkan daya guna dari material ini antara lain dengan substitusi kation menggunakan ion bervalensi dua dan empat seperti Mn²⁺, CO²⁺ dan Ti⁴⁺ untuk menggantikan kedudukan ion Fe³⁺. Substitusi kation (Mn dan Ti) dalam hematite dapat merubah konstanta kisi juga ukuran partikel (Raming 2002) yang akan mempengaruhi sifat magnetnya. Sifat hematite yang elektronegatif membuat material ini stabil dan tidak mudah bereaksi dengan senyawa lain. Hematite mempunyai titik lebur yang tinggi, yaitu sekitar 1350°C (Cornell 2003). Sifat tersebut menyebabkan dibutuhkannya temperatur yang tinggi untuk memecah ikatan Fe dalam proses substitusi. (Tang dkk. 2005).

Di antara berbagai logam transisi, besi telah dianggap sebagai kandidat yang tepat karena fakta bahwa radius Fe^{3+} (0.79 Å) adalah mirip dengan Ti⁴⁺ (0,75 Å), sehingga Fe^{3+} dapat dengan mudah dimasukkan ke dalam kristal kisi TiO₂ (Zhang 1998) serta mempunyai sifat antiferromagnetik dan memiliki struktur kristal rhombohedral. Unit selnya heksagonal dengan a = 0,5034 nm dan c = 1,375 nm (Cornell dan Schwertmann 2003).

2.3 Karakteristik PbTiO₃ yang didoping Fe₂O₃

Baru-baru ini, ditemukan dopant magnetik seperti Fe^{3+} yang menjadi nanokristal PbTiO₃ pada temperatur ferromagnetik (Ren 2009) dan mengurangi ukuran dari nanokristal yang ditunjukkan pada kenaikan signifikan ferromagnetik dari *doped* PbTiO₃ (Verma 2008). Mendoping Fe karena sifat ferromagnetik pada perovskite PbTiO₃ (Nguyen dkk. 2011). Menurut Abragam (1970), secara umum sifat ion doping (seperti biaya, massa, dan ukuran) yang berbeda dari ion dasar yang diganti, maka struktur di



sekitar ion doping akan menampilkan distorsi kisi lokal yang dapat sangat mempengaruhi sifat optik dan listrik bahan. Hebatnya, transisi magnetik terjadi di atas suhu kamar dalam sistem PbTi₁. _xFe_xO₃ baru disintesis ini.

Secara khusus, pengukuran magnet menunjukkan bahwa sampel PbTiO₃ yang didoping Fe disajikan adalah *ferromagnetism* yang lemah pada suhu kamar. Hasil menunjukkan bahwa dengan interaksi dipole magnetik dapat merakit nanopartikel menjadi superstruktur melalui orientasi dari interaksi dipol listrik (Polleux 2005). PbTiO₃ adalah ferroelektrik perovskite yang khas dan telah banyak digunakan dalam memori ferroelektrik dan perangkat piezoelektrik (Scott 2000). Kebanyakan penelitian terkonsentrasi pada nanokristal terisolasi atau film tipis PbTiO₃. Namun, beberapa dikhususkan untuk menjelajahi superstruktur telah upaya anisotropik dari nanokristal PbTiO₃. Baru-baru ini, dopan magnetik diencerkan seperti ion Fe³⁺ ke nanokristal PbTiO₃ untuk mendapatkan suhu kamar ferromagnetism (Ren 2007) dan mengurangi ukuran nanokristal secara signifikan vang meningkatkan *ferromagnetism* yang diolah PbTiO₃ (Verma 2008). Dalam penelitian, ion Fe³⁺ menjadi PbTiO₃ dicoba untuk interaksi magnetik untuk membawa menghasilkan dipol nanokristal PbTiO₃. Strategi ini terinspirasi dari munculnya selfassembly partikel magnetik, di mana interaksi dipole magnetik vang digunakan untuk mengarahkan partikel (Lalatonne 2004).

Menurut Ren (2007) interaksi dipol magnetik dan kehadiran PEG (Poly Ethylene Glycol) molekul dapat menyebabkan pembentukan kristal tunggal seperti cincin yang terdiri dari Fe yang mendoping nanokristal PbTiO₃. Fe yang ditambahkan pada nanocrystals PbTiO₃ spontan diatur dalam cincin seperti suprastruktur, melalui lampiran orientasi sempurna. Mekanisme, menunjukkan lemahnya *ferromagnetism* temperatur ruang. Dua bentuk sambungan dari nanocrystals telah terbukti mendukung *architecturing* cincin dalam pandangan geometri

Polarisasi ferroelektrik hasil dari perpindahan ion Ti⁴⁺ dengan oksigen. Hibridisasi tingkat energi terendah dengan O (2p)



tampaknya menjadi persyaratan untuk stabilisasi ferroelektrik (Hill 2000). Namun, PbTiO₃ dikenal distorsi kisi yang sangat besar (c / a ~ 1,064). Oleh karena itu, kisi masih bisa mempertahankan struktur tetragonal sampai batas tertentu bahkan setelah mengganti unsur logam transisi seperti Fe di Ti sehingga memungkinkan untuk menginduksi magnet di PbTiO₃ tanpa mengganggu perilaku ferroelektriknya. Dengan pemikiran ini, PbTi_{1-x}Fe_xO₃ sampel O₃, dengan berbagai x, disintesis dan sifatnya diselidiki. Tujuannya adalah untuk mencapai materi magnetoelektrik dengan sifat yang cukup baik.

2.4 Material Multiferroik

Menurut definisi yang dikemukakan oleh martin, bahan multiferroik adalah bahan yang memiliki dua atau lebih parameter sifat ferroik secara serempak seperti ferroelektrik dan ferromagnetik (Martin 2012).

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. *Single phase* multiferroik masih sulit didapatkan. Hal tersebut diakibatkan oleh faktor proses sintesis yang belum maksimal, sehingga menimbulkan impuritas di dalam bahan multiferroik (Cha 2009). Impuritas tersebut membuat struktur fasa perovskite bahan multiferroik menjadi tidak stabil (Yuan 2006).

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 (Sen 2010).



Gambar 2.3 Hubungan antara sifat multiferroik material. Ilustrasi kedua sifat material yang diterima (Martin 2008)

Banyak para peneliti yang fokus dengan model perovskite ABO₃ untuk mewujudkan multiferroik. Fase tunggal *multiferroism* telah diidentifikasi dalam beberapa oksida perovskite dan biasanya berhasil dengan memanfaatkan stereokimia yang memiliki pasangan elektron bebas pada kation A untuk memberikan *ferroelectricity* sementara juga tetap mempertahankan magnet pada kation B yang lebih kecil (Wang 2003).

2.5 Ferroelektrik

Fenomena ferroelektrik sendiri sudah ditemukan semenjak tahun 1920 oleh Valasek yang menyelidiki sifat dari garam Rochelle (NaKCH₄O₆.H₂O). Juga BaTiO₃ yang ditemukan oleh A von Hippel pada tahun 1944 yang penemuan awalnya berasal dari konstanta dielektrik yang tinggi dari sebuah kapasitor yang berbahan dasar barium titanat (Hikam 2007). Semenjak penemuan material ferroelektrik ini, mulailah banyak pengembangan industri untuk menemukan aplikasi terbaru dari material ferroelektrik pada zaman tersebut seperti kapasitor dengan konstanta dielektrik yang



tinggi dan pengembangan transduser piezoelektrik. Barium titanat dan timbal zirkonium titanat mendominasi pengembangan material ferroelektrik pada jaman tersebut (Haertling 1999).



Gambar 2.4 Kurva histeresis paraelektrik (sebelah kanan) dan Ferroelektrik (sebelah kiri). (www.<u>electrons.wikidot.com/ferroelectrics)</u>

Material yang mempunyai sifat ferroelektrik umumnya adalah material yang mempunyai struktur kristal perovskite. Atom yang berada pada pusat struktur perovskite berada pada posisi kesetimbangan ketika tidak ada medan luar dengan distribusi muatan secara keseluruhan tersebar secara merata, namun ketika diberikan medan listrik dari luar maka posisi atom yang berada di pusat tidak tepat berada di pusat struktur, melainkan condong ke atas atau ke bawah mengikuti arah medan listrik yang diberikan, sehingga distribusi muatan pada kristal tidak lagi merata (Moura 2008).





Gambar 2.5 Kurva histerisis (Hikam dkk. 2011)

Saat medan listrik diberikan nilai polarisasi akan bertambah secara cepat pada titik OA yang disebut polarisasi spontan (Ps') dan dengan bertambahnya nilai medan listrik polarisasi akan berada pada suatu titik jenuh (AB) dimana nilai polarisasi tidak akan bertambah (+Ps). Pada saat medan listrik dikembalikan hingga medan listrik bernilai nol (O), maka fenomena tidak akan kembali mengikuti garis (AO) tetapi akan ke titik (B).

Titik dimana tidak ada penerapan medan listrik tetapi terdapat polarisasi (B) disebut polarisasi remanen (+Pr). Saat medan listrik bernilai negatif diberikan maka akan terdapat fenomena dimana adanya medan listrik tetapi tidak adanya polarisasi yang disebut medan listrik koersif (Ec) yang ditunjukan pada titik (D). Jika medan negatif terus diberikan maka polarisasi akan terjadi kembali secara cepat yang disebut polarisasi spontan (Ps') pada titik E dan akan mencapai titik polarisasi tidak akan bertambah lagi (-Ps). Jika medan listrik dibalik hingga medan listrik bernilai nol iberikan maka fenomena yang dilalui tidak mengikuti garis (CE) tetapi akan melalui titik (G) yang disebut polarisasi remanen (-Pr). Jika medan listrik terus diberikan maka fenomena akan melalui titik (H) dimana tidak adanya polarisasi dan medan listrik pada titik ini disebut medan koersif (Ec). Jika



medan listrik terus diberikan kembali maka fenomena akan kembali menuju titik (A) yaitu polarisasi spontan dan akan menuju titik (B) dimana polarisasi berada pada titik jenuh yaitu polarisasi saturasi (Ps).

2.6 Ferromagnetik

Material magnetik diklasifikasikan menjadi dua yaitu material magnetik lemah atau *soft magnetic materials* maupun material magnetik kuat atau *hard magnetic materials*. Penggolongan ini berdasarkan kekuatan medan koersifnya dimana *soft magnetic* atau material magnetik lemah memiliki medan koersif yang lemah sedangkan material magnetik kuat atau *hard magnetic materials* memiliki medan koersif yang kuat. Hal ini lebih jelas digambarkan dengan diagram histeresis atau histeresis loop sebagai berikut:



Gambar 2.6 Kurva Histeresis Magnetik (Spaldin 2011)

Diagram histeresis diatas menunjukkan kurva histeresis untuk material magnetik lunak pada gambar (a) dan material magnetik keras pada gambar (b). H adalah medan magnetik yang diperlukan untuk menginduksi medan berkekuatan B dalam material. Setelah medan H ditiadakan, dalam spesimen tersisa magnetisme residual Br, yang disebut residual remanen, dan



diperlukan medan magnet Hc yang disebut gaya koersif, yang harus diterapkan dalam arah berlawanan untuk meniadakannya. Magnet lunak mudah dimagnetisasi serta mudah pula mengalami demagnetisasi, seperti tampak pada Gambar 2.6. Nilai H yang rendah sudah memadai untuk menginduksi medan B yang kuat dalam logam, dan diperlukan medan Hc yang kecil untuk menghilangkannya. Magnet keras adalah material yang sulit dimagnetisasi dan sulit di-demagnetisasi. Dimana ukuran untuk menentukan kuat atau lemahnya medan koersif adalah sebagai berikut: Medan koersif lemah adalah sebesar < 10 (A/Cm) Medan koersif kuat adalah sebesar > 300 (A/Cm) (Asyer Paulus 2007).

2.7 Mechanical Alloying

Mechanical alloying adalah bentuk umum untuk suatu proses yang digunakan untuk memperkecil ukuran serbuk, dan di gunakan untuk pencampuran (*alloying*) dari dua serbuk material yang berbeda. *Mechanical alloying* merupakan suatu proses yang rumit, untuk menghasilkan hasil yang sesuai dengan keinginan, maka ada beberapa variabel yang harus di pertimbangkan, yaitu tipe milling, kecepatan milling, waktu milling, tipe dan ukuran bola giling, rasio bola- serbuk, temperatur milling, dan pelumas (*process control agent*). (Suryanarayana 2001)

2.7.1 Milling Container

Material yang di gunakan untuk *container* merupakan salah satu faktor penting dalam menentukan tingkat keberhasilan dari proses milling, jika material bagian dalam dari *container* mudah pecah maka ketika proses milling terjadi, maka sisa serpihan dari pecahan dinding akan menjadi kontaminan bagi serbuk itu sendiri, atau bahkan dapat merubah struktur kimia serbuk tersebut..





Gambar 2.7 Milling container

Ada beberapa macam bahan yang dapat digunakan untuk dinding tersebut, misalnya *hardened steel, tool steel, hardened chromium steel, tempered steel dan stainless steel.* Gambar 2.7 menunjukkan *milling container.*

2.7.2 Kecepatan Milling

Untuk meningkatkan kecepatan milling sangat mudah, kecepatan maksimum tiap tipe milling akan berbeda, ketika perputaran ball mill semakin cepat, maka energi yang di hasilkan juga akan semakin besar. Tetapi di samping semua itu, desain dari milling memiliki pembatasan kecepatan yang harus di lakukan. Sebagai contoh pada planetary ball mill, meningkatkan kecepatan akan mengakibatkan bola yang ada di dalam chamber juga akan semakin cepat pergerakannya, tenaga yang dihasilkan juga besar. Tapi jika kecepatan melebihi kecepatan kritis maka akan terjadi *pinned* pada dinding bagian dalam sehingga bola – bola tidak jatuh sehingga tidak menghasilkan gaya *impact*. Jadi sebaiknya menggunakan kecepatan di bawah kecepatan kritisnya sehingga bola dapat jatuh dan menghasilkan tenaga *impact* yang optimal. Hal ini akan berpengaruh ke waktu yang di butuhkan untuk mencapai hasil yang di inginkan.



Selain itu kecepatan yang tinggi juga akan menghasilkan temperatur yang tinggi. Hal ini menguntungkan di beberapa kasus yang memerlukan proses difusi untuk menunjang proses pemaduan pada serbuk, dan internal stressnya akan berkurang atau bahkan hilang sama sekali. Tapi di beberapa kasus peningkatan temperatur sangat merugikan karena dapat menghasilkan fasa yang tidak stabil selama proses milling berlangsung, dan ukuran serbuk dapat menjadi lebih besar.

2.7.3 Grinding Medium

Hardened steel, tool steel, hardened chromium steel, tempered steel, dan stainless steel adalah bahan yang umum di gunakan untuk bola – bola milling. Untuk tujuan yang khusus maka bahan yang digunakan juga special, misalnya cooper, titanium, zirkonia, yttria stabilized zirkonia, dan silicon nitrit.

Ukuran dari bola juga mempengaruhi efisiensi dari proses milling. Ukuran yang besar dan density yang tinggi pada suatu bola akan menghasilkan energi *impact* yang besar. Bentuk akhir dari serbuk setelah di lakukan milling juga dipengaruhi oleh ukuran ball mill itu sendiri. Contoh, ketika ball mill dengan diameter 8 mm di gunakan untuk paduan Ti-Al maka akan terbentuk solid solution aluminium pada titanium. Dan jika menggunakan diameter 13 mm maka hanya akan terjadi pencampuran saja tanpa disertai dengan alloying.

Jika menggunakan bola yang besar maka kemungkinan adanya kontaminan akan semakin besar walaupun energi yang akan dihasilkan juga besar tapi bagian bola yang akan menumbuk serbuk akan semakin kecil luasnya, selain itu menggunakan bola yang besar juga akan mempercepat kenaikan temperatur yang akan berpengaruh ke serbuk tersebut. Sedangkan jika menggunakan bolanya kecil semua maka energi yang dihasilkan juga kecil, tapi proses terjadinya alloying bisa lebih maksimal. Tetapi ada batasan dalam mengkombinasi bola tersebut, jika perbedaan (bola besar dan bola yang kecil) terlalu besar maka di khawatirkan bola yang besar akan menghancurkan bola yang kecil.



2.7.4 Ball to Powder Weight Ratio (BPR)

Perbandingan berat antara bola dengan serbuk (BPR) merupakan variabel yang penting dalam proses milling. Perbandingan ini dapat memberikan efek yang cukup besar terhadap serbuk yang sedang di milling. Nilai BPR yang tinggi akan menyebabkan berat bola lebih berat sehingga energi yang di transfer ke serbuk juga besar dan hanya waktu yang lebih cepat. BPR yang tinggi akan menyebabkan meningkatnya jumlah berat bola, yang artinya bagian yang kosong pada grinding ball akan berkurang dan jumlah tumbukan akan meningkat. Sehingga energi akan lebih banyak yang tersalur ke serbuk dalam waktu yang singkat. Dapat di simpulkan bahwa semakin besar nilai BPRnya maka jumlah serbuk yang di milling menjadi lebih sedikit, dan jika nilai BPRnya rendah dapat menampung serbuk yang lebih banyak tetapi konsekuensinya akan memerlukan waktu yang lebih lama. (Suryanarayana 2001)

2.7.5 Waktu Milling

Waktu milling merupakan salah satu parameter yang penting untuk milling pada serbuk. Pada umumnya waktu dipilih untuk mencapai posisi tepat antara pemisahan dan pengelasan partikel serbuk untuk memudahkan memadukan logam. Variasi waktu diperlukan tergantung pada tipe mill yang digunakan, pengaturan milling, intensitas milling, BPR, dan temperatur pada milling. Pada saat mengambil keputusan dari kombinasi di atas parameter dan untuk sistem serbuk partikel tertentu dalam pembahasannya. Meskipun demikian, harus disadari bahwa tingkat pencemaran dan beberapa tahap yang tidak diinginkan, jika serbuk digiling terlalu lama dibanding dengan keperluan, terutama batangbatang reaktif seperti titanium dan zirconium. Oleh sebab itu, diinginkan serbuk yang digiling hanya untuk jangka waktu yang diperlukan dan tidak terlalu lama. Pada umumnya mungkin dihitung waktu yang diambil untuk mencapai kondisi yang tepat, yaitu jangka pendek untuk energi milling yang tinggi, dan jangka waktu lama ketika dengan energi milling yang rendah. Waktu yang



dibutuhkan lebih sedikit untuk BPR dengan nilai-nilai yang tinggi dan waktu yang lama untuk BP dengan nilai rendah.

2.7.6 Process Control Agents

Serbuk partikel ada kemungkinan terkena efek *cold weld* antara partikel satu dengan partikel yang lain. Pemaduan (alloying) yang sempurna dapat terjadi ketika ada keseimbangan antara pengelasan dengan penghancuran dari serbuk-serbuk tersebut. *Process control agent* atau biasa disebut pelumas di tambahkan ke dalam campuran serbuk selama terjadi proses milling untuk mengurangi efek dari *cold welding*. PCA bisa berbentuk cairan, gas, maupun padatan.

PCA	Chemical formula	Quantity
Benzene	C ₆ H ₆	-
C wax	H ₃₅ C ₁₇ CONHC ₂ H ₄ NHCO	1.5 wt%
	$C_{17}H_{35}$	
Ethanol	C ₂ H ₅ OH	4 wt%
Ethyl acetate	$CH_3CO_2C_2H_5$	-
Graphite	С	0.5 wt%
Heptane	CH ₃ (CH ₂) ₅ CH ₃	0.5 wt%
Hexane	$CH_3(CH_2)_4CH_3$	-
Methanol	CH ₃ OH	4 wt%
Octane	CH ₃ (CH ₂) ₆ CH ₃	1 wt%
Polyethylene glycol	H(OCH ₂ CH ₂) _n OH	-
Sodium chloride	NaCl	2 wt%
Stearic acid	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	1 wt%
Toluene	$C_6H_5CH_3$	5 ml

 Tabel 2.1 Process Control Agent (Suryanarayana 2001)

2.7.7 Temperatur Milling

Temperatur juga merupakan faktor yang cukup penting, karena dapat mempengaruhi dalam alloying serbuk tersebut. Ada beberapa cara untuk melakukan variasi temperatur, misalnya


dengan menggunakan nitrogen cair untuk menghasilkan temperatur yang dingin dan menggunakan pemanas untuk temperatur yang cukup tinggi.

Mechanical alloying pada umumnya di lakukan pada ruang hampa udara atau di lingkungan yang sudah steril untuk meminimalisir proses oksidasi atau kontaminasi dalam melakukan proses milling. Dalam memasukkan serbuk ke dalam chamber kadang juga disertakan gas argon. Gas argon ini dapat di gunakan untuk mencegah terjadinya proses oksidasi maupun pencemaran serbuk.

2.8 Planetary Ball mills

Dari beberapa tipe di atas yang paling sering di gunakan adalah *Planetary Ball Mills*, dengan proses ini dapat memiling sampai 1000 gram. Hal tersebut dapat terjadi karena pada mill tipe ini ada 4 wadah yang dapat di operasikan bersama, dapat dilihat pada Gambar 2.8a. Di pasaran terdapat 3 ukuran kontainer yang tersedia yaitu kapasitas 80ml, 250ml, dan 500ml. Ada beberapa bahan bola – bola yang dapat dipakai di antaranya *silicone nitride*, *sintered corundum, zirkonia, chrome steel, tungsten carbide, dan plastic polyamide*. Dengan spesifikasi dimensi 70 x 60 x 40 cm, voltage 380, daya 0,5 pk, kecepatan 0 – 900 rpm.

Energi yang dihasilkan berasal dari energi kinetik, semakin tinggi kecepatannya maka gaya atau *impact* yang dihasilkan juga semakin besar. Jika kecepatannya rendah maka *impact* energinya akan berkurang dan seandainya hal itu terjadi maka hanya akan terjadi mixing pada serbuk tersebut karena ball mill tidak memiliki cukup energi untuk menjadikan serbuk yang lebih kecil. Untuk ilustrasinya dapat di lihat pada gambar 2.8b.





Gambar 2.8 (a) *Planetary ball mills* (b) Pergerakan bola saat grinding bowl berputar (Suryanarayana 2001)

2.9 Mechanism of Alloying

Dalam mechanical alloying atau mechanical milling serbuk akan di campur dalam suatu chamber (ruangan) dan dikenai energi agar terjadi deformasi yang berulang- ulang sehingga akan menjadi partikel – partikel yang lebih kecil dari sebelumnya. Akibat dari tumbukan pada tiap tipe dari unsur partikel serbuk akan menghasilkan bentuk yang berbeda juga, untuk bahan yang ulet sebelum terjadi *fracture* akan menjadi *flat* atau pipih terlebih dahulu, sedangkan untuk bahan yang getas akan langsung terjadi



fracture dan menjadi partikel serbuk yang lebih kecil, ilustrasinya dapat di tunjukkan pada Gambar 2.9 di bawah ini.



Gambar 2.9 Karakteristik deformasi pada tiap tipe partikel serbuk. (Suryanarayana 2001)

Saat dua bola bertumbukan ada serbuk dalam jumlah kecil yang terjebak di antara kedua bola tersebut, dan hal tersebut terjadi berulang ulang, ilustrasinya dapat di lihat pada Gambar 2.10.





Gambar 2.10 Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayana 2001)

Selama proses pemaduan mekanik, partikel campuran mengalami proses pengelasan dingin serbuk akan dan penghancuran berulang ulang. Ketika bola saling bertumbukan sejumlah serbuk akan terjebak di antara kedua bola tersebut. Beban *impact* yang di berikan oleh bola tersebut akan membuat serbuk terdeformasi dan akhirnya hancur. Permukaan partikel serbuk campuran yang baru terbentuk memungkinkan terjadinya proses pengelasan dingin kembali antara sesama partikel sehingga membentuk pertikel baru yang ukurannya lebih besar dari ukuran semula. Kemudian partikel tersebut akan kembali mengalami tumbukan dan akhirnya kembali hancur, begitu seterusnya hingga mencapai ukuran yang nano. Dalam proses mechanical alloying/ mechanical milling sifat bahan juga berpengaruh terhadap hasil akhir. Ada tiga kombinasi yang umum di gunakan, kombinasi ductile- ductile. ductile- brittle. dan brittle- brittle.



2.10 Sintering

Sintering merupakan proses produk awal hasil kompaksi pada suatu temperatur yang dilakukan untuk membentuk suatu ikatan antar partikel melalui mekanisme difusi atom sehingga kekuatan produk awal meningkat. Difusi merupakan fenomena transport material dengan pergerakan atomik.

Proses sintering ini hanya melibatkan fasa padat dari campuran serbuk. Temperatur sintering berada di bawah temperatur cair serbuk yaitu 0.6 - 0.85 dari temperatur leleh serbuk atau biasanya 2/3 temperatur leleh serbuk.

Faktor-faktor yang menentukan proses dan mekanisme sintering antara lain: jenis bahan, komposisi, bahan pengotornya dan ukuran partikel. Proses sintering berlangsung apabila:

- a. Adanya transfer materi diantara butiran yang disebut proses difusi.
- b. Adanya sumber energi yang dapat mengaktifkan transfer materi, energi tersebut digunakan untuk menggerakkan butiran hingga terjadi kontak dan ikatan yang sempurna. Difusi adalah aktivitas termal yang berarti bahwa terdapat energi minimum yang dibutuhkan untuk pergerakan atom atau ion dalam mencapai energi yang sama atau diatas energi aktivitas untuk membebaskan dari letaknya semula dan bergerak ke tempat yang lain yang memungkinkannya.

Tahapan sintering pada sampel yang telah mengalami kompaksi sebelumnya, akan mengalami beberapa tahapan sintering sebagai berikut:

1. Ikatan mula antar partikel serbuk

Saat sampel mengalami proses sinter, maka akan terjadi pengikatan diri. Proses ini meliputi difusi atom-atom yang mengarah kepada pergerakan dari batas butir. Ikatan ini terjadi pada tempat dimana terdapat kontak fisik antar partikel-partikel yang berdekatan. Tahapan ikatan mula ini tidak menyebabkan terjadinya suatu perubahan dimensi sampel. Semakin tinggi berat jenis sampel, maka akan banyak bidang kontak antar partikel,



sehingga proses pengikatan yang terjadi dalam proses sinter juga semakin besar. Elemen-elemen pengotor yang masih terdapat, berupa serbuk akan menghalangi terjadinya proses pengikatan ini. Hal ini disebabkan elemen pengotor akan berkumpul dipermukaan batas butir, sehingga akan mengurangi jumlah bidang kontak antar partikel.

2. Tahap pertumbuhan leher

Tahapan kedua yang tejadi pada proses sintering adalah pertumbuhan leher. Hal ini berhubungan dengan tahap pertama, yaitu pengikatan mula antar partikel yang menyebabkan terbentuknya daerah yang disebut dengan leher (*neck*) dan leher ini akan terus berkembang menjadi besar selama proses sintering berlangsung. Pertumbuhan leher tersebut terjadi karena adanya perpindahan massa, tetapi tidak mempengaruhi jumlah porositas yang ada dan juga tidak menyebabkan terjadinya penyusutan. Proses pertumbuhan leher ini akan menuju ke tahap penghalusan dari saluran-saluran pori antar partikel serbuk yang berhubungan, dan proses ini secara bertahap.

3. Tahap penutupan saluran pori

Merupakan suatu perubahan yang utama dari proses sinter. saling berhubungan saluran pori vang Penutupan akan menyebabkan perkembangan dan pori yang tertutup. Hal ini merupakan suatu perubahan yang penting secara khusus untuk pori yang saling berhubungan untuk pengangkutan cairan, seperti pada saringan-saringan dan bantalan yang dapat melumas sendiri. Salah satu penyebab terjadinya proses ini adalah pertumbuhan butiran. Proses penutupan saluran ini dapat juga terjadi oleh penyusutan pori (tahap kelima dari proses sinter), yang menyebabkan kontak baru yang akan terbentuk di antara permukaan-permukaan pori.

4. Tahapan pembulatan pori

Setelah tahap pertumbuhan leher, material dipindahkan di permukaan pori dan pori tersebut akan menuju ke daerah leher yang mengakibatkan permukaan dinding tersebut menjadi halus. Bila perpindahan massa terjadi terus-menerus melalui daerah leher, maka pori di sekitar permukaan leher akan mengalami proses



pembulatan. Dengan temperatur dan waktu yang cukup pada saat proses sinter maka pembulatan pori akan lebih sempurna.

5. Tahap penyusutan

Merupakan tahap yang terjadi dalam proses sinter. Hal ini berhubungan dengan proses densifikasi (pemadatan) yang terjadi. Tahap penyusutan ini akan menyebabkan terjadinya penurunan volume, di sisi lain sampel yang telah disinter akan mejadi lebih padat. Dengan adanya penyusutan ini kepadatan pori akan meningkat dan dengan sendirinya sifat mekanis dari bahan tersebut juga akan meningkat, khususnya kekuatan dari sampel setelah sinter. Tahap penyusutan pori ini terjadi akibat pergerakan gas-gas yang terdapat di daerah pori keluar menuju permukaan. Dengan demikian tahap ini akan meningkatkan berat jenis yang telah disinter.

6. Tahap pengkasaran pori

Proses ini akan terjadi apabila kelima tahap sebelumnya terjadi dengan sempurna. Pengkasaran pori akan terjadi akibat adanya proses bersatunya lubang-lubang kecil dari pori sisa akan menjadi besar dan kasar. Jumlah total dari pori adalah tetap, tetapi volume pori berkurang dengan diimbangi oleh pembesaran pori tersebut. (German 1991)

2.11 Penelitian Sebelumnya

Sampai saat ini sudah banyak penelitian yang dilakukan untuk mengembangkan PbTiO₃. Salah satu peneliti PbTiO₃ adalah Dahl pada tahun 2010. Penelitiannya menggunakan *thin film* yang menggunakan *magnetron sputtering* dengan tekanan total 0: 4 dan tekanan total 165 mTorr. Kekuatan *sputtering* adalah 90 W, yang memberikan tingkat pertumbuhan ~ 0,2 nm / menit. Kemudian dipanaskan pada temperatur pemanas substrat dari 725 dan 735 °C. Polarisasi remanensi bervariasi dari 51 ± 7 μ C / cm² untuk sampel pada 700°C dan 17 ± 6 μ C / cm² untuk sampel pada 750° C. Menurut Dahl semua sampel sudah bersifat ferroelektrik. Sedangkan nilai koersifnya juga mengalami penurunan dengan temperatur pertumbuhan, dari 474 ± 35 menjadi 366 ± 55 kV / cm.



Kemudian pada tahun 2008 Sakamoto, dkk meneliti PbTiO₃ yang ditambahkan dengan BiFeO₃ dan setelah itu ditambahkan unsur Mn. Sakamoto menggunakan spin coating pada 2500 rpm untuk 30 s. Kemudian film dipanaskan dengan temperatur 150 °C untuk 5 menit dan dikalsinasi pada temperatur 400 ° selama 1 jam kemudian didinginkan pada temperatur udara. Sakamoto, dkk mendapatkan nilai polarisasi remanensi sebesar 60 μ C/cm² and 230 kV/cm. Sedangkan ketika ditambahkan Mn mendapatkan 40 μ C/cm² and 100 kV/cm.



(HALAMAN SENGAJA DIKOSONGKAN)

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan

Adapun pada penelitian ini, memerlukan bahan sebagai berikut:

 Serbuk PbO Serbuk *lead (II) oxide* PbO kemasan 250g produksi Merck. Digunakan sebagai *raw material* dalam metode kopresipitasi untuk mendapatkan serbuk PbTiO₃.



Gambar 3.1 Serbuk PbO

2. Serbuk TiO₂ (merck)

Serbuk *titanium oxyde* TiO₂ anatase kemasan 1 kg produksi Merck. Digunakan sebagai *raw material* dalam proses *mechanical alloying* untuk mendapatkan serbuk PbTiO₃.





Gambar 3.2 Serbuk TiO₂

3. Larutan Analytical Ethanol C₂H₅OH 99,8% kemasan 4 liter produksi PT Smart Lab Indonesia digunakan sebagai PCA pada proses *milling*.



Gambar 3.3 Larutan PCA

4. Serbuk Fe_2O_3 kemasan 20 gram. Hasil dari proses kopresipitasi Fe_3O_4 yang digunakan sebagai pendoping untuk PbTiO₃.





Gambar 3.4 Serbuk Fe₂O₃

3.2 Peralatan dan Pengujian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

1. Timbangan Digital

Timbangan digital digunakan untuk mengukur massa serbuk.



Gambar 3.5 Timbangan digital

2. Spatula

Spatula digunakan untuk mengambil serbuk yang akan digunakan.

- 3. Mortar Mortar digunakan untuk menggerus serbuk yang akan digunakan
- 4. Plastik Klip Plastik Klip digunakan untuk menyimpan spesimen.



5. Dies

Dies digunakan untuk cetakan kompaksi

- 6. Alat Kompaksi
- 7. Alat kompaksi digunakan untuk mengompaksi serbuk hasil milling.



Gambar 3.6 Kompaksi

8. Crusible

Crusible digunakan sebagai wadah spesimen saat sintering.

9. Planetary ball mill

Planetary ball mill yang digunakan adalah Fritsch Pulverisette P-5 four station *ball mill* yang digunakan untuk proses *mechanical alloying*.





Gambar 3.7 Planetary ball mill

10. Ball Mill

Ball Mill digunakan untuk mereduksi ukuran serbuk dalam *vial* saat *milling*.



Gambar 3.8 Ball Mill



11. Furnace

Furnace digunakan untuk proses pemanasan serbuk



Gambar 3.9 Furnace

Peralatan pengujian yang digunakan pada penelitian ini adalah:

1. Mesin XRD



Gambar 3.10 Mesin XRD

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER



2. Mikroskop elektron (SEM)



Gambar 3.11 SEM

3. Alat Uji Ferroelektrik



Gambar 3.12 Alat uji Kelistrikan

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER



4. Suseptibilitas



Gambar 3.13 Alat uji Suseptibilitas



3.3 Diagram Penelitian







Gambar 3.14 Diagram Alir

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER



3.4 Rancangan Penelitian

Pada penelitian ini menggunakan rancangan penelitian yang ditampilkan pada Tabel 3.1 sebagai berikut. **Tabel 3.1** Rancangan Penelitian

		Temperatur	Pengujian			
N o	Penambahan Fe ₂ O ₃	sintering (°C) selama 5 jam	XRD	SEM	Ferroelektrik	Suseptibilitas
1		950	v	v	v	v
2	0.2	1050	v	v	v	v
3		1150	v	v	v	v
4		950	v	v	v	v
5	0.3	1050	v	v	v	v
6		1150	v	v	v	v
7		950	v	v	v	v
8	0.4	1050	v	v	v	v
9		1150	v	v	v	v

3.5 Variabel Penelitian

Variabel yang telah digunakan dalam penelitian ini adalah variasi doping Fe_2O_3 dari 0.75%, 1.25% dan 5% dan temperatur sintering dari 950°C, 1000°C, 1050°C dengan waktu tahan selama 2 jam.

3.6 Langkah Penelitian

Prosedur Penelitian yang dilakukan dalam pembuatan PbTiO₃ dengan Alat *Planetary Ball Mill* yang dilakukan di Laboratorium Fisika jurusan Teknik Material dan Metalurgi ITS dan karakterisasinya dimulai dengan persiapan serbuk, penggilingan mekanik, sintering dan pengujian sampel (XRD, SEM). Sedangkan pengujian ferroelektrik dilakukan di jurusan Fisika FMIPA UM Malang dan Suseptibilitas dilakukan di jurusan Fisika ITS



3.6.1 Persiapan Serbuk

Serbuk PbO dan TiO₂ ditimbang menggunakan timbangan digital yang dilakukan di Laboratorium Kimia Terapan Teknik Material dan Metalurgi ITS dengan massa PbO adalah 7.4 gram dan TiO₂ adalah 2.6 gram.

3.6.2 Proses Penggilingan Mekanik

Proses Penggilingan ini bertujuan untuk menghomogenkan serbuk-serbuk PbO, TiO₂, dan Fe₂O₃ sehingga dapat diperoleh sampel yang padat. Mechanical alloying dilakukan di Laboratorium Keramik Jurusan Fisika FMIPA ITS menggunakan mesin Planetary Ball Mill). Serbuk yang telah ditimbang dan dicampur kemudian dimasukkan dalam tabung penggilingan dengan takaran perbandingan berat serbuk PbO- TiO₂ Fe₂O₃ dengan berat ball mill 10:1 atau berat ball mill 120 gram dan 12 gram serbuk. Setelah itu, ball mill dimasukkan dalam tabung atau Vial dari Planetary Ball Mill beserta serbuk yang telah ditimbang.

I. Sterilisasi ball mill dan millingcontainer (chamber)

Sebelum powder dimasukkan ke dalam vial yang terbuat dari *Stainless*, bola-bola *milling* serta vial disterilisasi dengan cara menambahkan ethanol ke dalam vial yang berisi bola-bola *milling* yang selanjutnya di*milling* selama 10 menit. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan kontaminan yang masih tersisa pada dinding vial serta bola *milling*, selanjutnya dibilas dengan air dan dibilas kembali dengan ethanol.

II. Milling

Setelah semua tahap preparasi selesai, campuran serbuk yang telah ditimbang dimasukan ke dalam wadah / *container*, kemudian dilakukan proses *milling* dengan waktu 2 jam. Setelah proses *milling* selesai maka vial tidak langsung dibuka tetapi didiamkan 15 menit karena dikhawatirkan serbuk masih reaktif / terbakar.



3.6.3 Kompaksi

Setelah proses *milling*, dilakukan proses kompaksi dengan mengambil 3.56 gram serbuk hasil *milling* dengan tekanan 250 Psi.

3.6.4 Sintering

Setelah proses penggilingan dilakukan proses sintering pada temperatur 900°C, 1000°C, 1050°C dengan *holding time* selama 3 jam menggunakan alat furnace.

3.6.5. Uji XRD

Uji XRD dilakukan pada semua spesimen uji. Karakterisasi difraksi Sinar-X (XRD) dilakukan menggunakan seperangkat alat yang disebut difraktrometer Sinar-X. Karakterisasi ini dilakukan pada pelet hasil sintesa mekanik untuk melihat struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk. Tujuan dilakukannya pengujian analisis struktur kristal adalah untuk mengetahui perubahan fase struktur bahan dan mengetahui fase-fase apa saja yang terbentuk selama proses pembuatan sampel uji.

Tahap pertama yang dilakukan dalam analisa sinar-X adalah melakukan analisa pemeriksaan terhadap sampel yang belum diketahui strukturnya. Sampel ditempatkan pada titik fokus hamburan sinar-X yaitu tepat di tengah-tengah *plate* yang digunakan sebagai tempat yaitu sebuah plat tipis yang berlubang di tengah berukuran sesuai dengan sampel (pelet) dengan perekat pada sisi baliknya.



Gambar 3.15 XRD

Secara umum prinsip kerja XRD ditunjukkan oleh Gambar 3.15 berikut:

- 1. Generator tegangan tinggi (A) berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X (B).
- 2. Sampel berbentuk pelet (C) diletakkan diatas tatakan (D) yang dapat diatur.
- Berkas sinar-X didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah (E), kemudian masuk ke alat pencacah (F). Apabila sampel berputar sebesar 2θ maka alat berputar sebesar θ.
- 4. Intensitas difraksi sinar-X direkam dalam bentuk kurva terhadap jarak antara bidang.



Adapun data hasil pengujian XRD, dapat memberikan suatu informasi seperti yang ada pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Informasi yang terkandung dalam Hasil Pengujian
XRD (Pratapa 2004)

Karakter	Informasi dari Material	Informasi dari Instrumen	
Posisi puncak (2 <i>θ</i>)	Fasa kristal/identifikasi Struktur kristal Parameter kisi Regangan Seragam	Kesalahan 20 Ketidaktepatan penempatan sampel	
Tinggi Puncak (intensitas)	Identifikasi Komposisi Hamburan tak koheren <i>Extinction</i> <i>Preffered-orientation</i>		
Lebar dan bentuk puncak (FWHM)	Ukuran kristal (bukan partikel atau grain) Distribusi ukuran	Duplet radiasi Divergen aksial Kedataran permukaan sampel	

1) Analisa Kualitatif

Dilakukan dengan menggunakan program komputer *Match!*, yakni pencocokan puncak kurva dari data terukur hasil XRD dengan data JCPDF. Dan atau dilakukan pencocokan secara manual dengan data JCPDF yang diperoleh dari program komputer PCPDWIN.

2) Analisa Kuantitatif

Analisa kuantitatif dilakukan untuk menghitung ukuran Kristal yang terbentuk dari data XRD.



3.6.6 Uji SEM

Pengujian SEM (Scanning Electron *Microscopy*) menggunakan alat PAN Analitycal Scanning Electron Microscope vang dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Teknik Material dan Metalurgi ITS, terhadap semua benda uji. Pengujian SEM dilakukan untuk mengamati mikrostruktur dan pembentukan senvawa PbTiO₃ hasil dari proses Mechanical Alloying. Pada prinsipnya SEM berfungsi sebagai tools (peralatan) untuk melihat struktur permukaan material dengan resolusi tinggi. Adapun cara kerja dari SEM adalah dengan electron gun yang memproduksi electron beam, lalu anoda menangkap electron beam untuk kemudian diarahkan ke sampel, kemudian serangkaian lensa magnetik memfokuskan beam ini dan menembakkan ke sampel. Scanner membaca struktur permukaan sampel yang selanjutnya menangkap sinyal dari secondary dan back scattered electron untuk dikirim ke sistem kontrol sehingga dapat dilihat gambarnya pada monitor dan dapat dicetak bila diperlukan. Sampel metalografi yang digunakan pada pengujian SEM dilapisi dengan karbon dan lapisan emas putih yang digunakan antara cetakan sampel dan stub untuk mencegah charging. Pengujian SEM semua benda dilakukan terhadap uji untuk mengamati pembentukan mikrostruktur senyawa intermetalik TiAl, hasil dari proses Mehanical Alloying. Pengujian SEM dilakukan dalam 2 tahap:

a. Tahap reparasi

Sampel berupa pelet diletakkan pada holder yang telah disiapkan.

b. Tahap pengujian

Serbuk yang telah diletakkan pada holder dimasukkan ke dalam mesin uji, kemudian gambar muncul pada layar computer.





Gambar 3.16 Alat uji SEM

3.6.7 Karakteristik Sifat Ferroelektrik

Karakteristik sifat ferroelektrik PbTiO₃ yang dilakukan dengan menggunakan alat Radiant Technology 66 A (charge Version 2.2) dengan tujuan untuk mendapatkan nilai polarisasi saturasi (Ps), polarisasi permanen (Pr) dan medan koersif (Ec) dari film. Penggunaan peralatan akan bertempat di laboratorium Kimia Universitas Muhammadiyah Malang, Malang.

Berdasarkan uji sifat ferroelektrik semua material bersifat ferroelektrik yang ditandai dengan terbentuknya kurva histeresis.

Ketika suatu material dielektrik dipengaruhi oleh medan listrik luar, maka akan terjadi pergeseran muatan di dalam dielektrum (terpolarisasi). Akibat dari pergeseran ini akan timbul dipol-dipol listrik. Besarnya momen dipol dirumuskan sebagai berikut :

$$p = q r$$
(3.1)

dimana : p = momen dipol listrik (coulomb meter)

q = muatan listrik (coulomb)

r = jarak antar pusat muatan (meter)

 $Karakterisasi sifat ferroelektrik dari PbTi_{1-x}Fe_xO_3 \\ dilakukan dengan menggunakan polarisasi-meter dengan tujuan$



untuk mendapatkan nilai polarisasi saturasi (Ps), polarisasi remanen (Pr).

3.6.8 Suseptibilitas

Peralatan ini bekerja karena adanya tegangan yang diberikan pada rangkaian osilator sehingga menimbulkan medan magnetik bolak-balik yang berintensitas rendah pada ruang sampel. Selanjutnya pada ruang ini diletakkan sampel, yang mengakibatkan perubahan frekuensi osilator. Nilai suseptibilitas magnetik sampel diperoleh dengan membandingkan frekuensi osilator sebelum dan sesudah sampel diletakkan. Dimana instrumen ini dapat mengukur harga suseptibilitas dari 1 x 10⁻⁶ sampai 9999 x 10⁻⁶ dalam satuan cgs atau 1,26 x 10⁻⁵ sampai 1,26 x 10⁻¹ dalam satuan SI. Seluruh proses pengukuran dan perhitungan dilakukan melalui perangkat lunak komputer. Data suseptibilitas yang diperoleh lalu diolah untuk mendapatkan nilai permeabilitas relatif bahan. Nilai permeabilitas inilah yang dipakai dalam perhitungan, µr dapat dihitung dengan $\mu_r = \chi + 1$ dimana χ adalah suseptibilitas magnetik yang dapat dihitung dengan Magnetic Susceptibility Balance, Mark 1 Serial No 23814.

Berdasarkan alat *Magnetic Susceptibility Balance, Mark 1 Serial No 23814.* Namun, pada alat ini apabila sampel bersifat ferromagnetik, maka tidak dapat terbaca nilai spesifiknya. Hanya dapat terbaca bahwa $\chi > 1$. Adapun perhitungan nilai suseptibilitas sebagai berikut:

$\chi = \chi \text{ terbaca } x \quad \underline{\text{massa kalibrasi}}_{\text{massa sampel}} x \text{ faktor pengali}$

.....(3.2)

Dari perhitungan tersebut, dapat dikelompokkan menjadi 3, yaitu:

1. Diamagnetik (χ bernilai positif, $0 < \chi < 1$)

- 2. Paramagnetik (χ negatif, $\chi < 0$)
- 3. Ferromagnetik (χ positif, χ < 1)



BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesa PbTiO₃ yang didoping Fe₂O₃

Serbuk Fe_2O_3 didapatkan dari proses kopresipitasi. Kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Serbuk Fe_2O_3 didapatkan dari hasil kopresipitasi Fe_3O_4 yang dipanaskan pada temperatur 900°C selama 5 jam. Serbuk Fe_3O_4 didapatkan dari kopresipitasi serbuk $FeCl_2.4H_2O$. Adapun reaksi yang terjadi selama proses kopresipitasi yaitu :

 $3FeCl_2.4H_2O + 3H_2O \rightarrow 3FeCl_2 + 15H_2O$ $3FeCl_2 + 15H_2O + HCl + 7NH_4OH \rightarrow Fe_3O_4 + 7NH_4Cl + 18H_2O + H_2$ $\dots \dots (4.1)$

Serbuk Fe_3O_4 dipanaskan dengan temperatur 900°C selama 5 jam dan didinginkan hingga temperatur ruang agar didapatkan Fe_2O_3 .

Pembuatan serbuk PbTiO₃ diperoleh dari pencampuran 74 % PbO dan 26 % TiO₂ dengan metode *mechanical alloying*. Proses milling menyebabkan serbuk mengalami perubahan warna. Perubahan warna serbuk PbTiO₃ ditampilkan pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 (a) PbTiO₃ dimortar (b) PbTiO₃ setelah dimiling



Setelah tercampur pada proses milling, persamaan reaksi yang terjadi sebagai berikut:

 $PbO + TiO_2 \rightarrow PbTiO_3$

.....(4.2)

Terjadi perubahan warna setelah proses milling selesai. Mulanya serbuk PbTiO₃ berwana putih kemudian berubah warna menjadi kuning agak kehijauan. Perubahan warna disebabkan karena terjadi tumbukkan antara *ball mill* dengan partikel saat proses *milling*. Hal tersebut menunjukkan suatu reaksi dan membentuk suatu senyawa baru. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Nugroho (2013) menyatakan bahwa sintesa PbTiO₃ dengan variabel waktu milling 10, 20 dan 30 jam menunjukan adanya perubahan warna.

Setelah proses *milling* serbuk PbTiO₃, selanjutnya dikompaksi untuk mengurangi udara yang terdapat di antara partikel dan mengurangi porositas sehingga energi thermal yang masuk menyebar secara merata. Dengan pemberian tekanan sebesar 300 bar, hasil dari kompaksi berbentuk pellet yang memiliki ukuran tebal 3 mm dan diameter 14 mm. PbTiO₃ selanjutnya mengalami *heat treatment* dengan memanaskan di dalam furnace sampai temperatur 1000 °C dan ditahan selama 2 jam, setelah itu didinginkan pada temperatur udara. Setelah mengalami *heat treatment* PbTiO₃ berubah warna menjadi lebih gelap dari sebelum diberi perlakuan panas.





Gambar 4.2 PbTiO₃ yang telah didoping

 $PbTiO_3$ kemudian didoping dengan Fe_2O_3 dengan variasi konsentrasi 0.2, 0.3, dan 0.4 mol. Pada awalnya serbuk $PbTiO_3$ berwarna kuning agak kehijauan dan serbuk Fe_2O_3 berwarna merah tua. Setelah proses milling $PbTiO_3$ dan Fe_2O_3 berubah warna menjadi warna merah kecokelatan sesuai pada Gambar 4.2. Variasi konsentrasi Fe_2O_3 merubah warna serbuk $PbTiO_3$.

Serbuk hasil milling dengan variasi konsentrasi Fe_2O_3 sebanyak 0.2 mol, 0.3 mol dan 0.4 mol kemudian dikompaksi menjadi 3 sampel dengan tekanan 200 bar. Setiap sampel bermassa 3.5 gram. Dari hasil kompaksi didapatkan tebal pellet 3 mm dan diameter 14 mm. Kemudian dilakukan proses sintering dengan menggunakan variasi temperatur 950 °C, 1050 °C, dan 1150°C. Pellet yang telah disintering ditampilkan pada Gambar 4.3.





Gambar 4.3 PbTiO3 yang sudah mengalami sintering pada temperatur 950°C dengan doping , (a) 0.2 mol, (b) 0.3 mol, (c) 0.4 mol

Berdasarkan Gambar 4.3 (a) dan 4.3 (b) menunjukkan bahwa pellet PbTiO₃ yang didoping dengan 0.3 mol Fe_2O_3 berwarna lebih gelap dibandingkan dengan 0.2 mol. Pellet PbTiO₃ yang didoping 0.4 mol cenderung lebih gelap apabila dibandingkan dengan 0.3 mol. Hal ini disebabkan karena peningkatan jumlah konsentrasi doping Fe_2O_3 pada PbTiO₃.



Gambar 4.4 PbTiO3 yang sudah mengalami doping 0.4 mol Fe2O3 dengan temperatur, (a) 950°C, (b) 1050°C, (d) 1150°C

Berdasarkan Gambar 4.4 (a) dan 4.4 (b) menunjukkan bahwa pellet $PbTiO_3$ yang didoping dengan 0.4 mol Fe_2O_3



berubah warna lebih gelap pada 1050°C dibandingkan dengan temperatur 950°C. Pelet pada PbTiO₃ pada temperatur 1150°C lebih gelap dibandingkan 1050°C. Hal ini disebabkan karena peningkatan jumlah konsentrasi doping Fe₂O₃ pada PbTiO₃.

4.2 Hasil Pengujian XRD

Sebelum melakukan pendopingan PbTiO₃ diuji XRD untuk memastikan telah terbentuk PbTiO₃ dari hasil *mechanical alloying*. Hasil Uji XRD PbTiO₃ ditampilkan pada Gambar 4.5 sebagai berikut.



Gambar 4.5 Hasil Pengujian XRD PbTiO₃

Berdasarkan Gambar 4.5 hasil analisa pengujian XRD PbTiO₃ dapat diketahui bahwa fasa yang terjadi pada serbuk PbTiO₃ dengan sintering 1000°C selama 2 jam adalah PbTiO₃ dengan intensitas peak yang tertinggi pada 2theta 31.901°; 31.978°; dan 32.371°. Analisa ini menggunakan *software Match!* dan pencocokan dengan JCPDF 00-048-0105. Dari hasil search match, tidak terbentuk fasa lain pada PbTiO₃ tersebut, sehingga dapat dinyatakan bahwa fasa pada serbuk tersebut adalah 100% PbTiO₃



Pada uji XRD ini variasi konsentrasi yang digunakan 0.2 mol, 0.3 mol dan 0.4 mol disintering pada temperatur 950°C. Adapun hasil dari Uji XRD pada temperatur 950°C ditampilkan pada Gambar 4.6.







Gambar 4.6 Hasil Pengujian XRD pada Sampel dengan Variasi konsentrasi pada temperatur 950°C, 1050°C, 1150°C (a) 0.2 mol, (b) 0.3 mol dan (c) 0.4 mol

Berdasarkan pada Gambar 4.6 dengan 0.2 mol Fe₂O₃ pada temperatur 950° C dan 1150°C terbentuk 100% PbTiO₃. Sedangkan pada temperatur 1050°C masih didapatkan peak Fe₂O₃ dan Ti₆O₁₁. Sedangkan pada doping 0.3 mol pada temperatur 950° C masih terbentuk Fe₂O₃ dan terbentuk fasa baru yaitu Ti₄O₇ pada 1050°C. Pada temperatur 1150°C hanya terbentuk 100% Fe₂O₃. Pada doping 0.4 mol temperatur 950 masih terbentuk Fe₂O₃ dan pada temperatur 1050 terbentuk Ti₄O₇. Kemudian terbentuk peak Fe₂O₃ dan TiO₂ pada temperatur 1150°C.

 $Peak \ Fe_2O_3 \ dan \ TiO_2 \ masih \ muncul \ dalam \ PbTiO_3. \ Hal \ ini \ menunjukkan \ belum \ terjadi \ alloying \ pada \ pembentukan \ PbTiO_3$



yang didoping Fe₂O₃. *Alloying* belum terbentuk dimungkinkan karena kurang homogen serbuk yang dimilling pada pembentukan PbTiO₃ murni ataupun PbTiO₃ setelah mengalami pendopingan. Selain itu, terbentuknya TiO₂ pada temperatur tertinggi disebabkan karena semakin tinggi energi thermal yang diberikan pada kenaikan temperatur sintering, maka difusi atom Ti akan semakin banyak. Hal ini bersesuaian dengan penelitian yang dilakukan oleh Kurnia tahun 2011. Kurnia mununjukkan bahwa pada temperatur di atas 1100°C masih terbentuk TiO₂. Atom-atom Ti dan Fe yang tersebar tidak tersubstitusi kemungkinan besar hanya menempel pada sisi luar kristal dan kemudian berdifusi meninggalkan PbTiO₃. Difusi atom sangat mungkin terjadi karena adanya pemberian energi yang tinggi dalam hal ini temperatur. Sehingga temperatur sangat berpengaruh pada aktivitas pergerakan atom tersebut.

Terdapat fasa baru yaitu Ti₄O₇ dan Ti₆O₁₁ pada temperatur di atas 950°C. Hal tersebut bisa terjadi karena adanya vacancy oksigen sehingga rumus kimianya Ti_nO_{2n-1} dikenal dengan *Magnely phase*. Kombinasi antara doping 0.2-0.4 mol dan temperatur sintering 1050°C memungkinkan terjadinya cacat berupa kekosongan pada oksigen. Apabila TiO₂ diberi perlakuan panas akan menyebabkan cacat seperti kekosongan oksigen di dalam kisi kristal dan penambahan Ti⁺³ atau Ti⁺⁴ secara intertisi sehingga terbentuk senyawa Ti_nO_{2n-1} (Smith 199). Hal ini bersesuaian dengan penelitian Regonini, dkk pada tahun 2012 yang menunjukkan terjadinya *magnely phase* pada temperatur di atas 1000°C.


Doping (mol)	T (°C)	2theta	D	D(nm)	ε	c/a
0.2	950	31.760	2.803	105.9	1.20x10 -6	1.963
0.3	950	31.431	2.846	105.9	1.20x10 -6	1.062
0.4	950	31.472	2.842	242.0	5.28x10 -7	1.062
0.2	1050	31.514	2.838	42.29	3.01x10 ⁻⁶	1.044
0.3	1050	31.611	2.830	18.59	6.84x10 ⁻⁶	6.090
0.4	1050	31.710	2.821	62.65	2.02 x10 ⁻⁶	1.490
0.2	1150	31.652	2.826	242.1	5.24x10 ⁻⁷	1.047
0.3	1150	31.843	2.810	240.0	5.98x10 ⁻⁷	0.517
0.4	1150	31.960	2.797	386.7	3.22x10 ⁻⁷	0.284

Tabel 4.1 Ukuran d-spacing dan nilai *microstrain* pada Fasa PbTiO₃

Berdasarkan hasil XRD, struktur kristal yang terbentuk setelah pendopingan sama seperti sebelum didoping, yaitu tetragonal. Hal ini menunjukkan tidak adanya perubahan struktur kristal. Apabila tidak terdapat perubahan struktur kristal maka dapat dinyatakan Fe₂O₃ telah berhasil masuk dalam kristal PbTiO₃. Sehingga doping dapat dikatakan berhasil.

Dari hasil analisa peak *broadening* Fe₂O₃ berhasil tersubstitusi pada PbTiO₃. Hal ini ditunjukkan dengan bergesernya nilai d-spacing pada nilai 2theta yang berdekatan. Didukung juga dengan nilai parameter kisi yang menurun. Terjadinya perubahan nilai parameter kisi disebabkan karena unsur Fe yang telah masuk dalam kisi PbTiO₃ sehingga mengubah kisi PbTiO₃.

Terdapat nilai regangan mikro (*microstrain*) diakibatkan adanya cacat kristal yang disebabkan oleh defect. Terjadinya regangan kisi dapat ditampilkan pada Gambar 4.7.





Gambar 4.7. Terjadinya pergeseran kurva pada hasil XRD PbTiO₃ yang didoping Fe₂O₃

Pada hasil pengujian XRD dapat dilihat bahwa pada peak terjadi pergeseran. Hal ini dimungkinkan karena butiran ukuran kristal yang kecil dan juga lattice strain. Ini bersesuaian dengan penelitian yang dilakukan Subagia (2011). Lattice strain (regangan kisi) Terjadi jika semua efek yang menyebabkan broadening atau pelebaran puncak terjadi secara bersamaan dan menghasilkan pola puncak difraksi yang lebih lebar (diikuti penurunan nilai intensitas). Penggambaran pola puncak difraksi dari yang ideal kemudian mengalami broadening atau pelebaran yang disebabkan oleh efek instrumental, efek ukuran kristal dan lattice strain. Suatu material dimungkinkan mengalami broadening atau pelebaran puncak difraksi sinar x yang disebabkan oleh ukuran kristal yang kecil dan lattice strain. Perhitungan ukuran kristal dan lattice strain vang menyebabkan broadening biasanya menggunakan puncakpuncak difraksi yang berada pada sudut-sudut kecil agar efek broadening ini bisa terlihat dengan baik.



Perbedaan tersebut menunjukkan adanya penambahan kisi dari kristal PbTiO₃ akibat jari-jari Fe yang sedikit lebih besar daripada jari-jari Ti. Terjadinya pergeseran nilai 2theta antara PbTiO₃ tanpa doping dengan doping dari hasil XRD mengindikasikan bahwa melarutnya Fe ke PbTiO₃ secara substitusi. Adapun reaksi defect yang dapat terjadi sebagai berikut:

 $Fe_2O_3 \xrightarrow{PbTiO_3} 2Fe_{Ti} + 3O_0^x + 3VO^* + 2Pb_{Pb} \dots (4.3)$

Pada persamaan 4.3 tersebut menunjukkan bahwa *defect* ekstrinsik dimana Fe adalah impuritas yang tersubstitusi ke dalam struktur kristal TiO₂ dan menggantikan posisi Ti, hal ini disebabkan karena jari-jari atom Fe dan Ti yang berdekatan. Unsur Fe dipilih karena memiliki jari-jari atom yang tidak jauh berbeda dengan Ti yaitu 0.79 Å. Sedangkan jari-jari atom Ti adalah 0,75 Å. Oleh karena itu Fe₂O₃ dapat dengan mudah masuk dalam kisi Ti



4.4 Hasil Uji dari SEM dan EDX

Uji *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi serbuk hasil *milling* dan laku panas menggunakan SEM FEI Inspect S50. PbTiO₃ yang telah terbentuk dengan *mechanical alloying* dilakukan uji SEM. Adapun hasil SEM dari PbTiO₃ ditampilkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.8 Hasil SEM perbesaran 15000x dari PbTiO₃ yang belum mengalami doping.

Gambar 4.8 menunjukkan stuktur mikro PbTiO₃ dengan perbesaran 15000x berupa agregat dengan bentuk yang tidak beraturan dan terlihat memiliki distribusi ukuran yang acak. Pada Gambar 4.7 terlihat juga bahwa hasil sintering 1000° C masih terdapat porositas. Namun, pada hasil ini senyawa PbO dan TiO₂ sudah tidak terbentuk di mana ketika sebelum sintering terlihat bahwa masih terdapat senyawa PbO dan TiO₂. Kemudian PbTiO₃ dilakukan uji EDAX. Hasil EDAX ditampilkan pada Gambar 4.9.





Gambar 4.9 Hasil Pengujian EDAX PbTiO₃

Berdasarkan Gambar 4.9 ditunjukkan bahwa terdapat unsur Pb, Ti, dan O dalam PbTiO₃. Didapatkan juga persentase unsur dari Pb sebesar 25.49%, Ti sebesar 15.09% dan O sebesar 59.42%.

Kemudian PbTiO₃ ditambahkan Fe_2O_3 Penelitian ini digunakan variasi konsentrasi Fe_2O_3 yaitu 0.2 mol, 0.3 mol dan 0.4 mol pada temperatur sintering 950°C, 1050°C, 1150°C.

Kemudian PbTiO₃ dilakukan penambahan Fe_2O_3 Dengan konsentrasi 0.2, 0.3, 0.4 mol dengan laku panas temperatur 950 °C. Setelah mengalami pendopingan Fe_2O_3 diuji SEM. Hasil SEM ditampilkan pada Gambar 4.10.







Gambar 4.10 Hasil SEM perbesaran 15000x dari PbTiO₃ yang sudah mengalami sintering pada temperatur 950°C dengan doping , (a) 0.2 mol, (c) 0.3 mol, (d) 0.4 mol

Hasil pengujian SEM yang menunjukkan variasi doping Fe_2O_3 pada PbTiO_3 dengan temperatur sintering 950°C pada Gambar 4.10. Berdasarkan Gambar 4.10(a) menunjukkan PbTiO_3 berbentuk agregat yang tidak beraturan dan homogen. Namun ketika ada penambahan Fe_2O_3 0.2 mol dan 0.4 mol pada Gambar 4.10(a) dan 4.10(b) masih berbentuk agregat yang tidak beraturan dan tidak homogen. Distribusi pun tersebar secara acak. Gumpalan



agregat berasal dari ikatan lemah yang memungkinkan tekanan yan der walls oleh ikatan ionic/ kovalen yang memiliki area sangat kecil. Hal ini dapat disebabkan karena tekanan kompaksi yang diberikan masih kecil. Proses kompaksi pada dasarnya adalah merupakan suatu proses pemadatan atau pengikatan sementara antara butiran partikel menjadi suatu massa yang kompak dengan cara ditekan selama kurang lebih 3 menit. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa semakin tinggi gaya tekan atau kompaksi yang diberikan pada serbuk maka ikatan butiran partikel bahan menjadi semakin kuat sehingga jarak antar partikel menjadi semakin rapat atau semakin kecil. Dengan butiran partikel yang semakin rapat tersebut maka densitas bahan hasil kompaksi akan semakin besar. Semakin tinggi tekanan kompaksi yang diberikan, maka pori yang dihasilkan semakin kecil dan densitas semakin besar. Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Asyer Paulus (2007) dan Nizar (2012).

Pada Gambar 4.10(c) menunjukkan gambar yang berbeda apabila dibandingkan dengan Gambar 4.10(a), 4.10(b) dan 4.10(c). Gambar 4.19(c) menunjukkan bentuk silinder yang homogen dengan distribusi ukuran yang merata. Hal ini didukung dari pengujian EDX yang dilakukan. Dari pengujian terdapat persebaran unsur Pb, Ti, O dan Fe sehingga didapatkan komposisi Fe yang tersebar dalam PbTiO₃.



Gambar 4.11 Hasil SEM-EDX pada Sintering 950°C PbTiO₃, (a) 0.2 mol, (b) 0.3 mol dan (c) 0.4 mol

Dari Gambar 4.11 terlihat jelas bahwa terdapat unsur Fe dalam PbTiO₃ setelah pendopingan. Intensitas unsur Pb sedikit lebih turun apabila dibandingkan dengan sebelum didoping. Sedangkan intensitas Ti mengalami penurunan yang signifikan apabila dibandingkan sebelum didoping. Penurunan unsur Pb dan Ti juga disertai dengan kenaikan unsur Fe. Kenaikan konsentrasi Fe₂O₃ menyebabkan terjadinya kenaikan unsur Fe dalam PbTiO₃. Penurunan yang signifikan dari unsur Ti dapat mengindikasikan Fe sudah tersubstitusi Ti. Hal ini mengindikasikan bahwa telah terjadi pendopingan Fe.



V · ·		11/10/	A 0/
Konsentrasi	Element	Wt%o	Ar%
	0	16.29	61.87
0.2 mol	Pb	68.95	20.22
	Ti	10.33	13.10
	Fe	04.42	04.81
	0	28.95	72.07
0.3 mol	Pb	47.23	09.08
	Ti	15.71	13.07
	Fe	08.11	05.78
0.4 mol	0	21.62	68.60
	Pb	61.95	15.18
	Ti	98.57	09.08
	Fe	07.86	07.14

Tabel 4.2 Komposisi unsur penyusunan paduan partikel PbTiO₃ variasi konsentrasi Fe₂O₃ dengan temperatur sintering 950°C

Berdasarkan Tabel 4.2 terdapat unsur Pb, Ti, Fe dan O pada proses pendopingan Fe₂O₃ pada PbTiO₃, sehingga Fe dinyatakan telah berhasil terdoping. Dari 0.2 mol menunjukkan persentase Pb sebesar 20.22%, Ti 13.10%, Fe 04.1% dan O 61.87%. Data dapat dilihat bahwa nilai unsur O tertinggi. Pada 0.3 mol terdapat unsur Pb, Ti, Fe dan O pada proses pendopingan Fe₂O₃ pada PbTiO₃, sehingga dapat dinvatakan telah berhasil. Dari data didapatkan persentase Pb 9.08%, Ti 13.07%, Fe 5.78% dan O 72.07%. Selain itu juga terjadi kenaikan nilai pada masing-masing Ti, O dan Fe. Tetapi terdapat penurunan pada unsur Pb dibandingkan 0.2 mol . Pada 0.3 mol Fe₂O₃ terdapat unsur Pb, Ti, Fe dan O pada proses pendopingan Fe₂O₃ pada PbTiO₃, sehingga dapat dinyatakan telah berhasil. Dari data didapatkan persentase nilai Pb 15.18%, Ti 9.08%, Fe 7.14% dan O 68.0%. Selain itu juga terjadi kenaikan nilai pada masing-masing Pb, Ti, O dan Fe dari hasil EDX yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 karena pengaruh variasi doping.



4.5 Analisa Ferroelektrik

Uji sifat ferroelektrik dilakukan dengan menggunakan kurva histeresis, yaitu dengan menggunakan rangkaian Sawyer Tower dan osiloskop. Dari osiloskop akan didapatkan data berupa nilai volts/div di sumbu X dan sumbu Y. Nilai volts/div baik di sumbu X maupun di sumbu Y digunakan untuk mendapatkan nilai Vx dan Vy pada tiap-tiap sampel. Nilai Vx dan Vy yang didapat kemudian digunakan untuk mendapatkan polarisasi remanen dan medan listrik koersif dengan menggunakan rumus:

Dimana *Pr* adalah polarisasi remanen (Coulomb/m²), *Ec* adalah medan listrik koersif (V/m), *Vy* adalah tegangan pada sumbu y (volt), *Vx* adalah tegangan pada sumbu x (volt), *d* adalah tebal sampel (m), dan ε_o adalah permeabilitas ruang hampa (8.85x10⁻¹² F/m).

4.5.1 Pengaruh Penambahan Konsentrasi Doping Fe₂O₃ dan Temperatur Sintering pada PbTiO₃

Berdasarkan uji polarisasi untuk PbTiO₃ tanpa doping didapatkan nilai Vx sebesar 1 Volt, sedangkan pada Vy adalah sebesar 1.2×10^{-2} Volt. Untuk PbTiO₃ doping Fe₂O₃ 0.2 mol dengan temperatur sintering 950°C didapatkan nilai Vx sebesar 1 Volt, sedangkan pada Vy adalah sebesar 3.2×10^{-3} Volt. Pada doping 0.3 mol temperatur sintering 950°C didapatkan nilai Vx sebesar 0.95 Volt, sedangkan pada Vy adalah sebesar 12.99 $\times 10^{-3}$ Volt. Sedangkan pada Oy adalah sebesar 12.99 $\times 10^{-3}$ Volt. Sedangkan pada Oy adalah sebesar 2.6 $\times 10^{-3}$ Volt.



Sehingga berdasarkan hasil Gambar 4.12 tersebut dapat diperoleh nilai Ec (medan listrik koersif) dan mendapatkan nilai polarisasi remanen. Hasil uji Ferroelektrik ditampilkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Hubungan Variasi Doping dengan Polarisasi Remanen dan Medan Koersif

Berdasarkan pengujian ferroelektrik dengan variasi mol 0.2, 0.3, dan 0.4, pada Gambar 4.12 menunjukkan bahwa dengan semakin banyak komposisi Fe₂O₃ maka semakin tinggi nilai resistivitas polarisasi remanensinya dan medan koersifnya. Dari penelitian didapatkan nilai polarisasi remanensi \geq 36 µC /, cm² dan nilai medan koersif. \geq 58.8 kV/cm. Menurut penelitian Carl (2011) bahwa nilai polarisasi remanensi 35 µC /, cm² dan nilai medan koersif \geq 40 kV/cm sudah bersifat ferroelektrik. Dan nilai polarisari

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER



remanensi (Pr) menunjukkan ketika semakin tinggi mol, maka nilai polarisasi remanensinya juga semakin tinggi. Hal ini sesuai dengan penelitian Xu pada tahun 1991 yang menjelaskan bahwa ion hard doping dapat menghasilkan sifat material ferroelektrik yang memiliki sifat medan koersif yang tinggi. Fe³⁺ merupakan ion hard doping. Ion hard doping dapat menyebabkan sangat efektifnya pembangkitan momen dipol karena ion O dapat mudah melompat dari posisi O ke ruangan kosong posisi O dan loncatan ion dapat mudah terjadi.

Penambahan Fe₂O₃ juga memiliki pengaruh terhadap nilai ferroelektriknya. Nilai ferroelektrik bergantung pada kualitas kristal. Kualitas kristal dapat diamati melalui nilai FWHM yang didapatkan dari XRD. Semakin kecil nilai FWHM, maka kristalnya semakin baik (Wang 2007). Hal ini juga terlihat dengan nilai FWHM yang semakin turun sehingga menunjukkan kualitas kristal yang semakin baik. Hal ini bersesuaian dengan penelitian yang dilakukan oleh Prabandari (2012) yang menunjukkan bahwa nilai remanensi dan medan koersif bergantung dari kualitas kristal itu sendiri. Di mana semakin baik kristal maka nilai polarisasi remanen dan medan koersif mengalami kenaikan. Hal ini juga menunjukkan bahwa seiring dengan semakin besarnya variasi molar maka semakin banyak atom. Fe³⁺ yang menggantikan Ti⁴⁺ Jarak inti terhadap electron menjadi dekat sehingga inti akan mengikat elektron menjadi lebih kuat. Karena elektron terikat kuat oleh inti maka elektron mudah bergerak dan bahan akan semakin konduktif. Hal ini dikarenakan elektron merupakan pembawa muatan dalam material padat. Dengan kata lain nilai polarisasi remanen dan medan koersif menjadi semakin besar.

Akan tetapi, berdasarkan pada Gambar 4.10 ketika temperatur sintering yang digunakan semakin tinggi, nilai medan listrik koersifnya menjadi semakin kecil dan nilai polarisasi remanensinya juga semakin kecil. Dari pengaruh temperatur sintering dapat dinyatakan bahwa nilai polarisasi remanensi dan medan listrik koersifnya tertinggi adalah PbTiO₃ yang didoping dengan 0.4 mol pada temperatur sintering 950 °C. Sedangkan nilai



polarisasi remanensi dan medan listriknya terkecil pada PbTiO₃ yang didoping 0.4 mol pada temperatur sintering 1150°C.



Gambar 4.13 Hubungan Variasi Temperatur dengan Polarisasi Remanen dan Medan Koersif

Berdasarkan Gambar 4.13 pengujian Ferroelektrik dengan variasi temperatur menunjukkan bahwa dengan meningkatnya temperatur sintering maka semakin turun nilai resistivitas polarisasi remanensinya dan medan koersif. Hal ini juga terlihat dengan nilai FWHM yang semakin besar sehingga menunjukkan kualitas kristal yang kurang baik Hal ini disebabkan karena pengaruh kenaikan temperatur pada material adalah dapat mengubah ukuran butirnya yang akan menyebabkan bergesernya titik Curie-titik transisi dari Ferroelektrik menuju paraelektrik. Hal ini menunjukkan bahwa perubahan sifat-sifat listrik dan



mekanisme transport pada temperatur ruang dan temperatur rendah dikontrol oleh butir dan batas butir. Semakin besar ukuran butir akan mengakibatkan resistansi polarisasi remanen dan medan koersif menjadi kecil.

4.5 Analisa Kemagnetan dari Suseptibilitas

Penelitian ini menggunakan Suseptibilitas untuk mendapatkan nilai konstanta magnet.

Spesimen	Doping	Temperatur (° C)	Pengujian Suseptibilitas (χ_m)						
1	0.2 mol	950	>1						
2	0.3 mol	950	>1						
3	0.4 mol	950	>1						
4	0.4 mol	1050	>1						
5	0.4 mol	1150	>1						

 Tabel 4.3 Hasil Suseptibilitas

Berdasarkan data pada Tabel 4.3 ditunjukkan bahwa pada apabila PbTiO₃ mendapatkan penambahan Fe₂O₃ sebesar 0.2 mol menunjukkan nilai suseptibilitas yang lebih besar dari 1 (χ_m >1). Hal ini menandakan bahwa PbTiO₃ yang didoping Fe₂O₃ 0.2 mol bersifat ferromagnetik. Kemudian dengan adanya penambahan 0.3 mol dan 0.4 mol juga memiliki nilai konstanta suseptibilitas yang lebih besar dari 1 (χ_m >1). Hal ini menunjukkan bahwa PbTiO₃ berubah menjadi sifat feromagnetik jika dilakukan pendopingan dengan Fe₂O₃.

Sedangkan ketika mengalami penambahan temperatur sintering 950, 1050 dan 1150°C pada konsentrasi 0.4 mol Fe₂O₃, PbTiO₃ tetap memiliki nilai konstanta suseptibilitas yang lebih besar dari 1 (χ_m >1). Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Verma (2008) bahwa apabila PbTiO₃ didoping dengan Fe₂O₃ bersifat ferromagnetik.



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER



BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

- 1. Nilai Polarisasi remanensi yang tertinggi dan medan koersif yang tertinggi sebesar 67.29 μ C/cm² dan 588 kV/cm terdapat pada PbTiO₃ yang didoping 0.4 mol Fe₂O₃ pada temperatur 950°C.
- 2. Pengaruh penambahan variasi doping Fe_2O_3 pada pembentukan PbTiO₃ adalah meningkatkan nilai polarisasi remanensi dan medan koersif dari 541 kV/cm hingga 588 kV/cm dan 16.56 μ C/cm² hingga 67.29 μ C/cm².
- 3. Pengaruh kenaikan temperature sintering pada pembentuk PbTiO₃ yang didoping Fe_2O_3 adalah menurunkan nilai polarisasi remanensi dan medan koersif dari 588 kV/cm hingga 564kV/cm dan 67.29 μ C/cm² hingga 44 μ C/cm².
- 4. PbTiO₃ yang ditambahkan Fe₂O₃ dengan konsentrasi 0.2 mol hingga 0.4 mol pada temperatur sintering 950°C hingga 1150°C bersifat ferromagnetik.

5.2 Saran

Berdasarkan dari penelitian, dapat beberapa hal yang dapat disarankan:

1. Adanya studi lebih lanjut mengenai penambahan doping Fe_2O_3 terhadap PbTiO₃

2. Waktu yang digunakan pada saat sintering harus diperhatikan karena dapat menyebabkan sampel tidak bersifat optima



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

JURUSAN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

DAFTAR PUSTAKA

- Abragam. A, B. Bleaney. 1970. Electron Paramagnetic Resonance of Transition Ions. Oxford University Press, London.
- A. Nicole Hill. 2000. Why are there so few magnetic ferroelectrics?. J. Phys. Chem. B, 104 [29] (2000) 6694–6709.
- Cornell, R.M., dan Schwertmann, U. 2003. **The Iron Oxides**, **2nd** edn. Weinheim: Wiley-VCH, 664 pp
- Dahl. 2010. Measurements and Modelling of Effect of Interface on Ferroelectricity in Lead Titanate Thin Films. Norwegian University of Science and Technology Faculty of Information Technology, Mathematics and Electrical Engineering Department of Electronics and Telecommunications.
- De-Chang Jia, 2009. "Structure And Multiferroic Properties Of BiFeO3 Powders", Journal of the **European Ceramic Society**, Vol.29, p.3099–3103.
- Ganegoda Hasitha. 2012. Iron Incorporation Into Ferroelectric Lead Titanate. Illinois Institute of Technology, Chicago, Illinois.
- Hikam, M., Soegiyono, B., Manaf, A., Mudzakir, I., Iriani, Y., Fasquelle, D. (2011). Recent Development in Ferroelectric Smart Materials. Proceedings of International Conference on X-ray

Microscopy and Smart Materials (ICXSM), June 13, 2011, Solo, Indonesia.

- Haertling, G. 1999. Ferroelectric Ceramic : History and Technology. J. Am. Ceram. Soc, Vol 82, pages 797-818.
- Hikam, M. 2007. Catatan Kuliah Kristalografi dan Teknik Difraksi.
- H. Tabata H, O. Murata, T. Kawai, S. Kawai dan M. Okuyama. 1994. Appl. Phys. Lett. 64, 428
- J. Polleux, N. Pinna, M. Antonietti, C. Hess, U. Wild, R. Schlogl. 2005. "M. Niederberger, Chem. Eur. J. 11 3541.
- K. Carl. 2011. Ferroelectric properties and fatiguing effects of modified PbTiO3 ceramics. Ferroelectrics Volume 9, Issue 1, 1975
- K.C. Verma, R.K. Kotnala, N.S. Negi. 2008. Improved dielectric and ferromagnetic properties in Fe-doped PbTiO3 nanoparticles at room temperature, Appl. Phys. Lett. 92 (2008) 152902–152904.
- Klein, Cornellis. 1993. Manual of Mineralogy. New York, USA.
- Kong, L.B., Zhang, T.S., Ma, J., Boey, F. 2008. Progress in synthesis of ferroelectric ceramic materials via highenergy mechanochemical technique, Temasek

Laboratories, National University of Singapore, 10 Kent Ridge Crescent, Singapore 119260, Singapore School of Materials Science and Engineering, Nanyang Technological University, Nanyang Avenue,

- Kurnia Helmy Rizky. Pengaruh Waktu Milling dan Temperatur Sintering Pada Pembentukan Nanopartikel Fe2TiO5 Dengan Metode Mechanical Alloying. Jurnal Teknik Pomits Vol.1 No.1-5. Jurusan Teknik Material dan Metalurgi. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Moura, F., Simoes, A.Z., Stojanovic, B.D., Zaghete, M.A., Longo, E., Varela, J.A. 2008. Dielectric and Ferroelectric Characteristics of Barium Zirconate Titanate Ceramic Prepared From Mixed Oxide Method. Journal of Alloys and Compound 462, 129-134. Singapore 639798, Progress in Materials Science 53, 207–322.
- Martin, Lane W. dan Darrell G. Schlom. 2012. Advanced synthesis techniques and routes to new single-phase multiferroics. Jurnal of Current Opinion in Solid State and Materials Science.
- Nizar. 2012. Studi Pengaruh Tekanan Kompaksi dan Waktu Kalsinasi Terhadap Pelet Zeolit Alam Sebagai Dessicant. Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Jakarta.

- Nugroho Febri. 2011. Pengaruh Waktu Miling dan Temperatur sintering Terhadap Pembentukan Partikel PbTiO₃ Dengan Metode Mechanical Alloying. Jurusan Material dan Metalurgi Institut Sepuluh Nopember. Surabaya
- Nugroho Stefanus Haryo. 2011. Pengaruh Temperatur Kalsinasi Terhadap Pembentukan Nanopartikel Tungsten Trioksida Hasil Proses Sol-Gel. Jurusan Material dan Metalurgi Institut Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Pratapa, S. 2004. **Bahan Kuliah Difraksi Sinar-x.** Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.
- Priyono. Yuli Astanto. Happy Traningsih dan Ainie Khuriati R.S. 2004. Efek Aditiv Al2O3 Terhadap Struktur dan Sifat Fisis Magnet Permanen BaO.6(Fe2O3). Jurnal Berkala Fisika. Vol. 7, No. 2, April 2004, hal 69-73.
- Prabandari Gristin. 2012. Pengaruh perubahan komposisi dan temperatur terhadap resistivitas ferroelektrik Ba1-xLaxTiO3. Universitas Negeri Malang, Malang.
- Paulus Asyer. 2007. Pengaruh Tekanan Kompaksi dan Waktu Penahanan Temperatur Sintering Terhadap Sifat Tekanan Kompaksi dan Waktu Penahanan Temperatur Sintering Terhadap Sifat Magnetik dan Kekerasan Pada Pembuatan Iron Soft Doping Magnetik dari Serbuk Besi. Jurusan Material dan Metalurgi Institut Sepuluh Nopember. Surabaya/

- Raming, T.P. Winnubst, van Kats, and Phlipse. 2002. The Synthesis and Magnetic Properties of Nanosized Hematite (α-Fe2O3) Particles. Journal of Colloid and Interface Science 249, 346-350.
- Ren Z.H., G. Xu, X. Wei, Y. Liu, X.H. Hong, P.Y. Du, W.J. Weng, G. Shen, G.R. 2009. Ring- and single-crystallike superstructures of Fe-doped PbTiO3 nanocrystals, Journal of Crystal Growth 311 (2009) 4593–4597.
- Junghuo Ryu, Guifang Han, Tae Kwon Song, Aaron Welsh, Susan Trolier-McKinstry, Hongsoo Choi, Jong-Pil Lee, Jong-Woo Kim, Woon-Ha Yoon, Jong-jin Choi, Dong-Soo Park,, Cheol-Woo Ahn, Shashank Priya, Si-Young Choi dan Dae- Jeong. 2014. Upshift of phase transition temperature in nanostructured PbTiO3 thick film for high temperature. Department of Convergence Materials Science and Engineering, Changwon National University, Changwon.
- Regonini D., V. Adamaki, C.R. Bowen, S.R. Pennock, J. Taylor, A.C.E Dent. 2012. Materials Research Centre, Department of Mechanical Engineering, University of Bath, UK.
- Sakamoto Wataru. Asaki Iwata, and Toshinobu Yogo. 2008. Ferroelectric Properties of Chemically Synthesized Perovskite BiFeO3 –PbTiO3 thin films. JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 104, 104106, 2008.

- Scott, J. F. 1998. The physics of ferroelectric ceramics thin films for memory applications. Ferroelectr. Rev., 1998, 1, 1–129.
- Sen Dey, A.K. Mukhopadhyay, S.K. Pintu, A. Himanshu. Bandyopadhyay, AK 2010. "Nanoindentation Behaviour of Nano BiFeO3. Ceramics International", doi: 10.1016/j. ceramint. 2011.09.011
- Smallman, R. E. dan R. J. Bishop. 1991. Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material. Edisi keenam. Terj. Sriati Djaprie. Jakarta: Erlangga.
- Smith J. R. dan F. C. Walsh. 1998. Electrodes Based on Magnel Phase Titanium Oxides : The Properties and Applications of Ebonex Materials. Journal of Electrochemistry 1021-1033.
- Spaldin Nicole. 2011. MAGNETIC MATERIALS Fundamentals and Applications. Second Edition, 18.
- Subagja Bagus. 2011. Pengaruh Variasi Persen Berat Bi dan Pemberian Tekanan Pada Parameter Kisi dan Ukuran Kristal Sistem Material Sn-Cu-Bi dan Sn-Cu. Fisika FMIPA Universitas Indonesia, Jakarta.
- Suryanarayana, C. 2001. Mechanical alloying and milling, departement of metallurgical and materials engineering,

colorado school of mines, golden, CO 80401-1887,USA progress in materials science 46, 1-184.

- Takeshi Yoshimura dan Susan Trolier-McKinstrya. 2002.
 Growth and properties of "001... BiScO3 PbTiO3 epitaxial films. APPLIED PHYSICS LETTERS VOLUME 81, NUMBER 11 Materials Research Institute, The Pennsylvania State University, University Park, Pennsylvania 16802.
- Tang, Xin. 2005. Influence of Synthesis Variables on The Phase Component and Magnetic Properties of M-Baferrite Powders Prepared Via Sugar-Nitrates Process. Journal of Material Science. ISSN 0022-2461
- Van Minh Nguyen , Le Mai Oanh, Pham Van Doan, Pham Van Hai, Luc Huy Hoang. 2011. Investigation of structural, optical and magnetic properties in PbTi1xFexO3 ceramics. Journal of Center for Nano science and Technology and Department of Physics, Hanoi National University of Education, 136 Xuan Thuy Road, Cau Giay, Hanoi, Viet Nam (2011).
- Van, V. L.H. 2004. **Elemen-elemen Ilmu dan Rekayasa Material**. Terjemahan Djaprie. Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Wang Chun. 2007. Investigation of Sputtered Ferroelectric Thin Films on Silicon Substrates. Carnegie Mellon University, Pittsburg.

- Wang Jun., Xinchang Pang, Mufit Akinc and Zhiqun Lin. 2010. Synthesis and characterization of perovskite PbTiO3 nanoparticles with solution processability, Journal of Materiala Chemistry
- Xu, Yuhuan. 1991. Ferroelectric Materials and Their Applications. Los Angeles : University California
- Xue, J., Wan, D., Wang, J. 1999. Mechanochemical synthesis of nanosized lead titanate powders from mixed oxides. Department of Materials Science, Faculty of Science, National University of Singapore, Materials Letters 39, 364–369.
- Yessica Ivana. 2014. Pengaruh Komposisi Fe₂O₃ dan Temperatur Laku Panas Terhadap Sifat Optik dan Sifat Listrik Fe₂TiO₅. Jurusan Material dan Metalurgi Institut Sepuluh Nopember. Surabaya
- YN. Venevtsev, GS. Zhdanov, SP. Solov'ev dan VV. Ivanova. 1959. Krystallografiya 4, 235 (1959).
- Y.Latatone. 2004. Van der Waals versus dipolar forces controlling mesoscopic organizations of magnetic nanocrystals. Nature Materials 3, 121 – 125.
- Yuan. 2006. "Preparation and Multi-properties of Insulated Singlephase BiFeO3 ceramics", Solid State Communications . Vol.138 ,p.76–81

Z. Zhang, C. Wang, R. Zakaria, J.Y. Ying. 1998. Role of particle size in nanocrystalline TiO2-based photocatalysts, J. Phys. Chem. B 102 (1998) 10871– 10878

www.electrons.wikidot.com/ferroelectrics dikutip pada tanggal 24 Juli 2015.

PDF CARD 01-070-4258



No.	h	k	1	d [A] 2	2Theta[de	g] I [%]]	No.	h
1	0	0	1	4.13480	21.473	20.6		23	3
2	1	0	0	3.90390	22.760	33.4		24	3
3	1	0	1	2.83860	31.491	100.0		25	2
4	1	1	0	2.76050	32.406	44.1		26	3
5	1	1	1	2.29580	39.209	33.0		27	3
6	0	0	2	2.06740	43.751	11.1		28	0
7	2	0	0	1.95200	46.485	23.7		29	1
8	1	0	2	1.82700	49.874	11.1		30	4
9	2	0	1	1.76520	51.746	7.9		31	2
10	2	1	0	1.74590	52.362	7.2		32	1
11	1	1	2	1.65480	55.484	17.6		33	3
12	2	1	1	1.60840	57.230	31.7		34	4
13	2	0	2	1.41930	65.740	10.9		35	4
14	2	2	0	1.38020	67.850	6.2		36	3
15	2	1	2	1.33390	70.547	6.9		37	4
16	2	2	1	1.30920	72.083	2.7		38	3
17	1	0	3	1.29960	72.701	7.6		39	3
18	3	0	1	1.24130	76.714	5.7		40	2
19	3	1	0	1.23450	77.214	5.8		41	3
20	3	1	1	1.18290	81.264	5.3		42	2
21	2	2	2	1.14790	84.297	4.6		43	4
22	2	0	3	1.12590	86.340	1.9		44	4

No.	h	k	1	d [A] 2Theta[deg] I [%]
23	3	0	2	1.10130 88.765 1.6
24	3	2	0	1.08180 90.805 7.5
25	2	1	3	1.08180 90.805 7.5
26	3	1	2	1.05990 93.232 6.4
27	3	2	1	1.04740 94.689 6.1
28	0	0	4	1.03370 96.350 0.6
29	1	0	4	0.99930 100.859 1.5
30	4	0	0	0.97600 104.229 1.9
31	2	2	3	0.97530 104.335 1.6
32	1	1	4	0.96810 105.439 2.5
33	3	2	2	0.95920 106.848 2.2
34	4	0	1	0.94990 108.373 0.9
35	4	1	0	0.94620 108.997 2.7
36	3	0	3	0.94620 108.997 2.7
37	4	1	1	0.92290 113.159 4.5
38	3	3	0	0.91960 113.785 2.0
39	3	1	3	0.91960 113.785 2.0
40	2	0	4	0.91350 114.968 1.8
41	3	3	1	0.89820 118.097 1.1
42	2	1	4	0.88950 119.992 2.3
43	4	0	2	0.88260 121.562 2.2
44	4	2	0	0.87290 123.881 2.6

No.	h	k	1	d [A] 2Theta[deg]	I [%]
45	4	1	2	0.86080 126.982	1.8
46	4	2	1	0.85410 128.814	1.6
47	3	2	3	0.85140 129.578	4.3
48	3	3	2	0.84070 132.771	2.0
49	2	2	4	0.82740 137.179	1.7

No.	h	k	1	d [A] 2Theta[deg]	I [%]
50	0	0	5	0.82740 137.179	1.7
51	1	0	5	0.80900 144.413	2.2
52	3	0	4	0.80900 144.413	2.2
53	4	2	2	0.80420 146.609	4.2

PDF CARD 01-074-3462



No.	h	k	1	d[A] 2	Theta[deg	g] I [%]
1	0	0	1	4.15410	21.373	25.4
2	1	0	0	3.89890	22.790	35.7
3	1	0	1	2.84290	31.442	100.0
4	1	1	0	2.75700	32.449	44.8
5	1	1	1	2.29710	39.186	35.2
6	0	0	2	2.07700	43.539	10.5
7	2	0	0	1.94940	46.550	23.7
8	1	0	2	1.83320	49.694	10.3
9	2	0	1	1.76480	51.759	9.0
10	2	1	0	1.74360	52.436	7.9
11	1	1	2	1.65890	55.336	20.9
12	2	1	1	1.60780	57.254	30.4
13	2	0	2	1.42140	65.630	9.8
14	0	0	3	1.38470	67.600	1.5
15	2	2	0	1.37850	67.945	5.8

16	2	1	2	1.33550	70.450	6.7
No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg	g] I [%]
17	2	2	1	1.30830	72.141	3.1
18	1	0	3	1.30480	72.365	6.8
19	3	0	0	1.29960	72.701	1.5
20	3	0	1	1.24040	76.780	5.4
21	1	1	3	1.23740	77.000	2.5
22	3	1	0	1.23290	77.333	4.9
23	3	1	1	1.18200	81.339	5.7
24	2	2	2	1.14860	84.233	4.0
25	2	0	3	1.12890	86.054	2.5
26	3	0	2	1.10170	88.724	1.6
27	2	1	3	1.08440	90.526	6.3
28	3	2	0	1.08140	90.848	1.6
29	3	1	2	1.06020	93.198	6.5
30	3	2	1	1.04650	94.796	5.5

			1		. Thetajueg	1 %
31	0	0	4	1.03850	95.760	0.6
32	1	0	4	1.00350	100.280	1.4
33	2	2	3	0.97690	104.094	1.6
34	4	0	0	0.97470	104.426	1.5
35	1	1	4	0.97190	104.853	2.5
36	3	2	2	0.95920	106.848	2.2
37	4	0	1	0.94900	108.524	1.1
38	3	0	3	0.94760	108.760	2.1
39	4	1	0	0.94560	109.099	1.1
40	4	1	1	0.92200	113.329	4.0
41	3	1	3	0.92080	113.556	2.0
42	3	3	0	0.91900	113.900	1.0
43	2	0	4	0.91660	114.362	1.6

No.	h	k	1	d [A] 2Theta[deg] I [%]
44	3	3	1	0.89730 118.289 1.2
45	2	1	4	0.89230 119.373 2.2
46	4	0	2	0.88240 121.609 1.8
47	4	2	0	0.87180 124.153 2.2
48	4	1	2	0.86060 127.036 1.9
49	4	2	1	0.85320 129.067 1.9
50	3	2	3	0.85230 129.322 3.5
51	3	3	2	0.84040 132.864 1.8
52	0	0	5	0.83080 135.998 0.3
53	2	2	4	0.82950 136.445 1.4
54	1	0	5	0.81260 142.863 1.6
55	3	0	4	0.81130 143.414 1.1
56	4	2	2	0.80390 146.752 3.2

PDF CARD 01-078-0299



h	k	1	d[A] 2	Theta[deg]	I [%]
3	0	0	1.29850	72.772	1.3
3	0	1	1.23910	76.875	5.0
1	1	3	1.23500	77.177	2.4
3	1	0	1.23180	77.415	4.8
3	1	1	1.18080	81.439	5.1
2	2	2	1.14710	84.369	3.6
2	0	3	1.12700	86.235	2.0
3	0	2	1.10040	88.857	1.5
2	1	3	1.08260	90.719	5.9
3	2	0	1.08040	90.955	1.3
3	1	2	1.05890	93.347	5.2
3	2	1	1.04550	94.915	4.9
0	0	4	1.03630	96.030	0.4
1	0	4	1.00150	100.555	1.5
2	2	3	0.97540	104.320	1.2
4	0	0	0.97380	104.563	1.4
1	1	4	0.96990	105.161	1.9
3	2	2	0.95800	107.041	1.9
4	0	1	0.94800	108.692	0.8
	h 3 3 1 3 3 2 2 3 2 3 2 3 3 2 3 3 0 1 2 4 1 3 4	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $

No.	h	k	1	d [A] 2Thet	a[deg] I [%	1
38	3	0	3	0.94620 108.	997 1.9)
39	4	1	0	0.94480 109.	235 0.8	;
40	4	1	1	0.92120 113.	480 3.4	ŀ
41	3	1	3	0.91950 113.	804 1.7	7
42	3	3	0	0.91820 114.	053 0.9)
43	2	0	4	0.91490 114.	693 1.1	
44	3	3	1	0.89640 118.	482 1.0)
45	2	1	4	0.89060 119.	748 2.3	;
46	4	0	2	0.88140 121.	842 1.6)
47	4	2	0	0.87100 124.	352 2.0)
48	4	1	2	0.85970 127.	277 1.5	,
49	4	2	1	0.85240 129.	293 1.4	ŀ
50	3	2	3	0.85110 129.	664 3.0)
51	3	3	2	0.83950 133.	147 1.4	ŀ
52	0	0	5	0.82900 136.	618 0.3	;
53	2	2	4	0.82810 136.	933 0.9)
54	1	0	5	0.81090 143.	585 1.2	2
55	3	0	4	0.81000 143.	974 1.0)
56	4	2	2	0.80300 147.	185 2.7	7

PDF CARD 01-075-0438



No.	h	k	1	d [A] 2	2Theta[de	g] I [%]	
1	0	0	1	4.13000	21.499	20.5	
2	1	0	0	3.89000	22.842	35.3	
3	1	0	1	2.83170	31.570	100.0	
4	1	1	0	2.75060	32.526	45.5	
5	1	1	1	2.28940	39.323	38.9	
6	0	0	2	2.06500	43.805	15.1	
7	2	0	0	1.94500	46.662	24.4	
8	1	0	2	1.82390	49.964	8.4	
9	2	0	1	1.75960	51.923	7.4	
10	2	1	0	1.73970	52.562	7.1	
11	1	1	2	1.65140	55.609	16.6	
12	2	1	1	1.60320	57.433	29.7	
13	2	0	2	1.41580	65.923	13.3	
14	0	0	3	1.37530	68.125	6.0	
15	2	2	0	1.37530	68.125	6.0	
16	2	1	2	1.33050	70.754	5.2	
17	2	2	1	1.30490	72.359	2.5	
18	1	0	3	1.29780	72.818	6.5	
19	3	0	0	1.29780	72.818	6.5	
20	3	0	1	1.23710	77.022	5.1	
21	3	1	0	1.23010	77.542	5.9	
22	1	1	3	1.23010	77.542	5.9	
23	3	1	1	1.17890	81.598	5.5	
24	2	2	2	1.14470	84.587	5.2	
25	2	0	3	1.12370	86.550	1.3	
26	3	0	2	1.09810	89.092	1.2	
27	3	2	0	1.07950	91.052	6.1	
28	2	1	3	1.07950	91.052	6.1	

No.	h	k	1	d [A] 2Theta[deg] I [%]
29	3	1	2	1.05680 93.588 5.3
30	3	2	1	1.04390 95.107 5.1
31	0	0	4	1.03250 96.499 0.9
32	1	0	4	0.99790 101.053 0.9
33	4	0	0	0.97250 104.761 1.7
34	2	2	3	0.97250 104.761 1.7
35	1	1	4	0.96660 105.673 2.0
36	3	2	2	0.95620 107.334 1.5
37	4	0	1	0.94660 108.929 0.8
38	4	1	0	0.94390 109.389 2.2
39	3	0	3	0.94390 109.389 2.2
40	4	1	1	0.91980 113.747 3.5
41	3	1	3	0.91730 114.227 2.7
42	3	3	0	0.91730 114.227 2.7
43	2	0	4	0.91200 115.264 2.4
44	3	3	1	0.89510 118.762 1.1
45	2	1	4	0.88790 120.351 1.3
46	4	0	2	0.87980 122.218 2.2
47	4	2	0	0.86980 124.652 2.1
48	4	1	2	0.85810 127.710 1.2
49	4	2	1	0.85120 129.635 1.3
50	3	2	3	0.84920 130.212 3.0
51	3	3	2	0.83800 133.622 1.5
52	0	0	5	0.82570 137.785 2.0
53	2	2	4	0.82570 137.785 2.0
54	1	0	5	0.80800 144.857 1.7
55	3	0	4	0.80800 144.857 1.7
56	4	2	2	0.80160 147.872 3.8





No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg	g] I [%]	No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg] I [%]
45	0	5	1	1.72670	52.989	2.8	93	3	4	2	1.29290	73.138	2.7
46	2	1	4	1.70200	53.819	1.0	94	1	1	7	1.29290	73.138	2.7
47	1	4	3	1.69910	53.919	0.6	95	0	5	5	1.28750	73.495	0.2
48	3	1	0	1.66960	54.951	0.4	96	2	2	6	1.28320	73.782	0.2
49	2	4	0	1.66390	55.155	1.6	97	0	4	6	1.28110	73.923	0.2
50	1	2	5	1.64560	55.822	0.1	98	4	0	0	1.27550	74.302	0.1
51	3	1	1	1.64560	55.822	0.1	99	2	6	0	1.26940	74.720	1.2
52	2	4	1	1.63880	56.074	0.4	100	4	0	1	1.26400	75.094	1.3
53	2	2	4	1.61350	57.033	0.2	101	4	1	0	1.26220	75.220	0.5
54	0	4	4	1.60940	57.191	0.5	102	2	6	1	1.25810	75.508	0.7
55	0	3	5	1.58960	57.971	1.1	103	3	1	5	1.25280	75.884	0.7
56	0	0	6	1.57770	58.450	1.9	104	1	2	7	1.25280	75.884	0.7
57	3	1	2	1.57450	58.581	3.9	105	1	5	5	1.24900	76.156	2.0
58	2	4	2	1.56970	58.777	1.8	106	3	3	4	1.24900	76.156	2.0
59	3	2	1	1.56400	59.013	1.1	107	0	6	4	1.24470	76.466	0.5
60	1	4	4	1.53450	60.263	11.1	108	0	7	1	1.24470	76.466	0.5
61	0	5	3	1.53450	60.263	11.1	109	1	4	6	1.24260	76.619	0.4
62	2	0	5	1.52030	60.885	10.6	110	3	4	3	1.23680	77.044	0.5
63	1	3	5	1.51770	61.001	24.1	111	2	5	4	1.23420	77.237	0.3
64	3	2	2	1.50370	61.630	2.5	112	4	0	2	1.23150	77.437	0.2
65	2	1	5	1.49800	61.891	1.0	113	2	6	2	1.22610	77.843	0.3
66	2	3	4	1.49240	62.149	0.5	114	4	2	0	1.22610	77.843	0.3
67	1	1	6	1.48470	62.507	0.6	115	4	1	2	1.21960	78.337	2.3
68	0	2	6	1.48470	62.507	0.6	116	2	3	6	1.21960	78.337	2.3
69	3	1	3	1.47580	62.927	1.1	117	3	2	5	1.21570	78.636	0.4
70	1	5	3	1.47040	63.185	15.7	118	4	2	1	1.21570	78.636	0.4
71	3	3	0	1.47040	63.185	15.7	119	1	6	4	1.20920	79.142	0.8
72	0	6	0	1.46340	63.522	6.7	120	1	7	1	1.20820	79.220	0.7
73	3	3	1	1.45300	64.030	1.7	121	1	3	7	1.19350	80.393	0.1
74	2	5	1	1.42990	65.192	1.4	122	2	1	7	1.18390	81.181	1.3
75	1	2	6	1.42560	65.413	2.3	123	0	0	8	1.18390	81.181	1.3
76	3	2	3	1.41690	65.865	7.9	124	1	7	2	1.17970	81.531	0.1
77	1	6	0	1.40670	66.404	1.5	125	2	6	3	1.17770	81.699	0.3
78	0	6	2	1.39810	66.866	0.1	126	4	1	3	1.17190	82.190	0.1
79	1	6	1	1.39140	67.231	0.2	127	3	4	4	1.16930	82.412	0.3
80	2	5	2	1.38340	67.672	5.8	128	4	3	0	1.16930	82.412	0.3
81	3	1	4	1.36420	68.756	0.1	129	0	7	3	1.16560	82.731	0.1
82	2	4	4	1.36110	68.935	0.4	130	4	3	1	1.16130	83.105	0.8
83	2	3	5	1.34910	69.636	0.5	131	3	3	5	1.16130	83.105	0.8
84	1	6	2	1.34910	69.636	0.5	132	2	2	7	1.15290	83.848	0.5
85	3	4	0	1.34440	69.915	0.1	133	2	5	5	1.14940	84.161	0.1
86	2	0	6	1.34180	70.070	0.5	134	3	1	6	1.14670	84.405	0.3
87	l	3	6	1.34000	70.178	0.7	135	2	4	6	1.14490	84.569	0.1
88	0	1	7	1.33650	/0.389	1.5	136	4	2	3	1.14180	84.852	0.3
89	3	3	3	1.33280	/0.614	0.1	137	0	2	8	1.14180	84.852	0.3
90	3	4	I	1.33100	/0./24	0.1	138	5	5	3	1.13930	85.082	0.1
91	2	1	6	1.32640	/1.006	0.5	139	1	1	5	1.13640	85.351	0.1
92	2	5	3	1.31490	/1./22	4.0	140	1	6	5	1.12910	86.035	0.2

No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg]I[%]	No.	h	k	1	d [A]	2Theta[deg]I[%]
141	2	7	0	1.12560	86.368	0.1	170	1	8	2	1.04650	94.796	3.2
142	4	0	4	1.12310	86.608	0.1	171	0	1	9	1.04430	95.059	0.5
143	1	4	7	1.12310	86.608	0.1	172	2	2	8	1.04270	95.251	0.2
144	2	6	4	1.11860	87.043	1.3	173	4	4	3	1.04110	95.444	0.3
145	2	7	1	1.11860	87.043	1.3	174	0	4	8	1.04110	95.444	0.3
146	1	2	8	1.11490	87.405	1.4	175	3	2	7	1.02900	96.937	1.4
147	3	6	0	1.10930	87.959	0.1	176	4	2	5	1.02900	96.937	1.4
148	2	3	7	1.10620	88.269	0.1	177	1	7	5	1.02440	97.520	1.3
149	3	6	1	1.10170	88.724	0.3	178	1	4	8	1.02050	98.020	0.2
150	4	4	1	1.09610	89.298	0.7	179	2	7	4	1.01590	98.619	0.4
151	3	4	5	1.09610	89.298	0.7	180	1	8	3	1.01590	98.619	0.4
152	4	2	4	1.08780	90.165	0.1	181	5	1	0	1.01360	98.922	0.1
153	3	5	4	1.08560	90.399	0.1	182	3	7	0	1.00950	99.468	0.9
154	1	7	4	1.08310	90.665	0.1	183	4	5	2	1.00830	99.629	3.0
155	3	6	2	1.08000	90.998	0.1	184	2	3	8	1.00830	99.629	3.0
156	3	3	6	1.07570	91.465	0.7	185	3	6	4	1.00380	100.239	0.1
157	0	6	6	1.07290	91.773	0.4	186	3	7	1	1.00380	100.239	0.1
158	1	3	8	1.07290	91.773	0.4	187	1	2	9	1.00290	100.362	0.1
159	0	5	7	1.07140	91.938	1.6	188	2	8	1	1.00290	100.362	0.1
160	0	8	2	1.06920	92.182	0.1	189	4	4	4	0.99960	100.817	0.1
161	2	5	6	1.06620	92.518	0.8	190	3	3	7	0.99540	101.404	0.1
162	2	1	8	1.06620	92.518	0.8	191	4	3	5	0.99540	101.404	0.1
163	4	0	5	1.05780	93.473	2.6	192	5	1	2	0.99110	102.013	0.4
164	2	6	5	1.05430	93.878	1.7	193	4	0	6	0.99110	102.013	0.4
165	1	6	6	1.04940	94.452	0.6	194	2	5	7	0.98780	102.487	1.5
166	2	4	7	1.04940	94.452	0.6	195	3	7	2	0.98780	102.487	1.5
167	1	5	7	1.04830	94.582	0.5	196	4	1	6	0.98560	102.806	0.2
168	4	3	4	1.04830	94.582	0.5	197	2	8	2	0.98560	102.806	0.2
169	0	7	5	1.04650	94.796	3.2	198	4	5	3	0.98090	103.497	0.1



No.	h	k	1	d[A] 2	Theta[deg	g] I [%]
1	0	0	1	12.51100	7.060	0.1
2	0	1	0	11.06140	7.986	0.1
3	0	-1	1	9.53340	9.269	3.6
4	0	1	1	7.42870	11.904	0.1
5	-1	1	0	6.98800	12.657	0.1
6	-1	0	1	6.98800	12.657	0.1
7	1	0	0	6.75480	13.096	0.1
8	-1	1	1	6.65930	13.285	0.1
9	0	0	2	6.25550	14.147	0.1
10	0	-1	2	6.13020	14.437	0.1
11	1	-1	1	5.67170	15.611	0.2
12	0	-2	1	5.60620	15.795	0.1
13	-1	0	2	5.60620	15.795	0.1
14	-1	1	2	5.16760	17.145	4.3
15	-1	2	1	4.94060	17.939	10.3
16	0	1	2	4.94060	17.939	10.3
17	0	-2	2	4.76670	18.600	2.8
18	0	2	1	4.65250	19.060	0.1
19	-1	0	3	4.22820	20.994	2.0
20	0	0	3	4.16940	21.293	0.1
21	1	1	1	4.16940	21.293	0.1
22	-1	2	2	4.10220	21.646	0.1

No.	h	k	1	d[A] 2	Theta[deg]] I [%]	
23	1	-2	2	4.00770	22.163	0.1	
24	-1	-1	3	3.98120	22.312	0.2	
25	1	0	2	3.98120	22.312	0.2	
26	-1	3	0	3.87810	22.914	55.5	
27	0	3	0	3.68710	24.118	0.1	
28	-1	3	1	3.63380	24.477	0.1	
29	-2	1	0	3.61500	24.606	0.1	
30	0	1	3	3.61500	24.606	0.1	
31	-2	1	2	3.58610	24.808	0.2	
32	0	-3	2	3.58610	24.808	0.2	
33	-2	2	1	3.54510	25.099	0.1	
34	-2	0	2	3.49400	25.473	0.3	
35	-2	2	0	3.49400	25.473	0.3	
36	1	1	2	3.36950	26.430	80.0	
37	2	0	0	3.36950	26.430	80.0	
38	1	-1	3	3.32120	26.822	1.0	
39	-1	2	3	3.32120	26.822	1.0	
40	2	-1	1	3.23990	27.508	20.3	
41	1	2	1	3.23990	27.508	20.3	
42	-1	-1	4	3.22030	27.679	4.8	
43	2	-2	1	3.22030	27.679	4.8	
44	0	-3	3	3.17780	28.057	2.3	
No.	h	k	1	d[A] 2	Theta[des	g] I [%]	No. h k l d [A] 2Theta[deg] I [%]
-----	----	----	---	---------	-----------	----------	-----------------------------------
45	1	0	3	3.11740	28.612	81.8	93 -1 -4 4 2.20890 40.819 28.7
46	-2	3	0	3.11740	28.612	81.8	94 -3 -1 1 2.16290 41.727 15.6
47	1	-4	1	2.96140	30.154	100.0	95 -1 -2 6 2.16290 41.727 15.6
48	-1	4	0	2.96140	30.154	100.0	96 2 -5 2 2.14840 42.022 11.9
49	-2	3	2	2.90050	30.802	0.4	97 0 -1 6 2.14840 42.022 11.9
50	2	-2	2	2.83590	31.522	12.9	98 1 4 1 2.13610 42.275 0.5
51	1	3	0	2.83590	31.522	12.9	99 -3 4 2 2.13610 42.275 0.5
52	-1	4	1	2.80850	31.838	0.3	100 -2 0 6 2.11410 42.737 0.3
53	1	-4	2	2.80850	31.838	0.3	101 -1 5 2 2.11410 42.737 0.3
54	1	2	2	2.78020	32.170	0.1	102 2 -1 4 2.09830 43.075 10.1
55	0	4	0	2.76970	32.296	0.1	103 3 0 1 2.09830 43.075 10.1
56	-2	1	4	2.76970	32.296	0.1	104 -3 -1 4 2.09210 43.209 2.2
57	0	-3	4	2.74130	32.640	0.2	105 0 5 1 2.09210 43.209 2.2
58	-1	3	3	2.74130	32.640	0.2	106 0 0 6 2.08520 43.359 5.1
59	-2	-2	2	2.68210	33.381	30.8	107 3 -2 2 2.08520 43.359 5.1
60	2	-3	2	2.68210	33.381	30.8	108 -2 1 6 2.06750 43.749 0.2
61	-2	-2	1	2.64800	33.824	0.4	109 1 2 4 2.05880 43.944 1.1
62	-1	-1	5	2.64800	33.824	0.4	110 -3 1 5 2.05880 43.944 1.1
63	-2	4	1	2.61870	34.214	9.1	111 1 3 3 2.05210 44.095 0.6
64	-2	3	3	2.61870	34.214	9.1	112 -2 3 5 2.05210 44.095 0.6
65	0	-1	5	2,58380	34.690	43.1	113 -1 -4 5 2.03810 44.414 0.1
66	-2	2	4	2.58380	34.690	43.1	114 -1 3 5 2.03810 44.414 0.1
67	2	2	0	2.50840	35.768	43.9	115 -1 -3 6 2.02680 44.674 0.4
68	-1	-2	5	2.50840	35.768	43.9	116 -1 -5 2 2.00380 45.215 3.2
69	-3	1	2	2.48330	36.142	42.8	117 2 -4 4 2.00380 45.215 3.2
70	-3	2	1	2.48330	36.142	42.8	118 2 0 4 1.99100 45.522 0.2
71	-2	1	5	2.38570	37.675	33.4	119 -3 -2 2 1.99100 45.522 0.2
72	2	-3	3	2.38570	37.675	33.4	120 -3 -1 5 1.96810 46.082 1.1
73	-2	-1	5	2.36480	38.020	0.6	121 -1 6 0 1.96810 46.082 1.1
74	2	1	2	2.36480	38.020	0.6	122 -1 2 6 1.95560 46.394 0.1
75	-3	0	1	2.35450	38.193	0.3	123 -2 -4 2 1.95560 46.394 0.1
76	-3	2	3	2.35450	38.193	0.3	124 2 -6 1 1.93900 46.815 1.2
77	1	-5	2	2.33410	38.540	3.9	125 -2 6 0 1,93900 46.815 1.2
78	-3	3	0	2.33410	38.540	3.9	126 3 1 1 1.93230 46.987 0.2
79	0	4	2	2.32620	38.676	11.2	127 -3 -2 4 1.93230 46.987 0.2
80	-3	0	3	2.32620	38.676	11.2	128 1 -2 6 1,92530 47,168 0,1
81	0	1	5	2.32060	38.773	4.8	129 3 0 2 1.92530 47.168 0.1
82	1	4	0	2.28950	39.321	0.3	130 -2 -4 1 1.91660 47.395 0.2
83	-1	4	3	2.28950	39.321	0.3	131 1 -6 3 1.90670 47.657 3.1
84	2	0	3	2.28140	39.467	0.3	132 0 -5 5 1.90670 47.657 3.1
85	-2	-3	2	2.28140	39.467	0.3	133 -2 -4 4 1.89530 47.961 2.1
86	-2	4	3	2.26870	39.697	0.8	134 -1 6 1 1.89530 47.961 2.1
87	-1	5	1	2.26870	39.697	0.8	135 1 -3 6 1.89190 48.053 1.4
88	3	0	0	2.24910	40.058	20.2	136 3 -3 3 1.89190 48.053 1.4
89	-2	-3	3	2.24910	40.058	20.2	137 -4 2 2 1.87890 48.406 0.1
90	-3	3	3	2.21980	40.609	17.7	138 2 2 3 1.87610 48.483 0.1
91	3	-3	1	2.21980	40.609	17.7	139 2 -2 5 1.87610 48.483 0.1
92	-1	0	6	2.20890	40.819	28.7	140 3 2 0 1.86450 48.805 0.3

No.	h	k	1	d [A] 27	[heta[deg] I [%]
141	0	-6	3	1.86450	48.805	0.3
142	-4	2	3	1.85610	49.040	0.1
143	-4	1	2	1.85610	49.040	0.1
144	-3	-2	5	1.84360	49.395	0.9
145	0	6	0	1.84360	49.395	0.9
146	0	-1	7	1.83710	49.581	7.0
147	2	-1	5	1.83710	49.581	7.0
148	1	3	4	1.82360	49.973	0.1
149	-3	2	6	1.81550	50.212	0.2
150	-2	3	6	1.81550	50.212	0.2
151	-1	4	5	1.80830	50.425	0.3
152	-2	5	4	1.80830	50.425	0.3
153	1	2	5	1.80080	50.650	0.1
154	-1	-3	7	1.80080	50.650	0.1
155	-4	2	4	1.79380	50.862	0.1
156	-1	6	2	1.79380	50.862	0.1
157	3	1	2	1.78440	51.149	0.5
158	-4	0	3	1.78440	51.149	0.5
159	-3	6	0	1.77250	51.518	0.4
160	-4	4	2	1.77250	51.518	0.4
161	-1	5	4	1.76770	51.668	0.5
162	-4	1	0	1.76770	51.668	0.5
163	0	6	1	1.76270	51.825	0.2
164	-3	6	1	1.76270	51.825	0.2
165	-3	4	5	1.75360	52.114	2.1
166	3	0	3	1.75360	52.114	2.1
167	-3	3	6	1.72480	53.052	25.5
168	-3	5	4	1.72480	53.052	25.5
169	-1	-6	3	1.70650	53.666	42.4
170	-1	2	7	1.70650	53.666	42.4

h	k	1	d [A] 2'	Theta[deg] I [%]
4	0	0	1.69020	54.226	26.4
2	-7	1	1.69020	54.226	26.4
2	2	4	1.68480	54.414	4.1
4	-1	1	1.67920	54.610	38.0
-4	5	1	1.67920	54.610	38.0
3	3	0	1.67190	54.869	30.7
3	-1	4	1.67190	54.869	30.7
-3	6	3	1.64690	55.774	4.2
-4	-1	1	1.64690	55.774	4.2
-3	2	7	1.64190	55.958	31.7
2	1	5	1.64190	55.958	31.7
1	3	5	1.63040	56.388	0.4
0	-7	2	1.63040	56.388	0.4
1	-4	7	1.61750	56.879	3.6
-3	-3	6	1.61750	56.879	3.6
0	-2	8	1.61240	57.075	10.9
-1	-3	8	1.61240	57.075	10.9
1	-7	4	1.60410	57.398	1.1
-2	1	8	1.60410	57.398	1.1
-2	6	4	1.59930	57.586	0.3
-4	2	6	1.59930	57.586	0.3
-4	0	6	1.59550	57.736	0.6
0	-5	7	1.59550	57.736	0.6
0	-6	6	1.58890	57.999	16.0
2	-6	5	1.58890	57.999	16.0
0	-7	4	1.57520	58.552	0.3
-4	-2	3	1.57520	58.552	0.3
1	-6	6	1.56740	58.872	0.2
-3	3	7	1.56740	58.872	0.2
	h 4 2 2 4 -4 3 3 -3 -4 -3 2 1 0 1 -3 0 -1 1 -2 -2 -4 -4 0 0 2 0 -4 1 -3	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$



2	1	0	0	5.26000	16.842	40.0
3	-1	0	2	4.27000	20.786	90.0
4	1	0	2	3.77000	23.580	40.0
5	1	-2	0	3.38000	26.347	100.0
6	0	2	0	3.35000	26.587	40.0
7	0	-2	2	3.11000	28.681	40.0
8	1	-2	2	3.02000	29.555	100.0
9	-1	2	2	2.90900	30.710	60.0
10	-1	0	4	2.81600	31.751	100.0
11	0	2	2	2.80100	31.925	90.0
12	2	0	0	2.63000	34.062	90.0
13	-1	-1	4	2.53800	35.337	20.0

110.	11	K	1		Theta deg	1 /0
14	1	0	4	2.52400	35.539	90.0
15	1	2	0	2.47700	36.237	90.0
16	0	-2	4	2.42300	37.073	90.0
17	-2	2	2	2.34900	38.286	40.0
18	2	0	2	2.31700	38.836	40.0
19	2	-2	2	2.30600	39.029	40.0
20	-2	-1	1	2.23300	40.359	60.0
21	-1	2	4	2.22500	40.510	60.0
22	2	-1	3	2.22100	40.587	60.0
23	-1	-1	5	2.19500	41.089	60.0
24	0	-3	2	2.18800	41.226	60.0
25	0	2	4	2.13800	42.236	90.0

PDF CARD 01-076-1066



No.	h	k	1	d [A]2	2Theta[de	g]I[%]
1	2	0	0	4.68840	18.913	57.3
2	1	1	0	4.46300	19.878	17.1
3	0	1	1	4.05700	21.890	0.6
4	0	0	2	3.37680	26.372	78.0
5	-2	0	2	3.32850	26.762	16.2
6	-1	1	2	2.93060	30.478	76.5
7	2	1	1	2.79820	31.958	0.1
8	3	1	0	2.66130	33.649	100.0
9	0	2	0	2.53740	35.345	37.6
10	1	1	2	2.50500	35.818	10.4
11	-3	1	2	2.46560	36.410	58.6
12	2	0	2	2.38290	37.721	9.2
13	-1	2	1	2.37100	37.917	1.8
14	4	0	0	2.34420	38.367	5.6
15	-4	0	2	2.33240	38.569	1.1
16	1	2	1	2.23970	40.233	33.3
17	-4	1	1	2.23970	40.233	33.3
18	2	2	0	2.23150	40.387	9.0
19	-2	1	3	2.14550	42.081	19.8
20	0	1	3	2.05780	43.966	0.1
21	0	2	2	2.02850	44.635	26.8
22	-2	2	2	2.01790	44.882	3.8

No.	h	k	1	d[A] 2	Theta[deg]	I [%]
23	4	1	1	1.87100	48.624	1.0
24	-4	1	3	1.85910	48.956	0.5
25	3	1	2	1.84660	49.309	1.4
26	-5	1	2	1.81500	50.226	0.1
27	-2	0	4	1.79480	50.832	1.1
28	3	2	1	1.79080	50.953	1.6
29	5	1	0	1.75910	51.939	38.7
30	2	2	2	1.73700	52.650	52.0
31	-1	2	3	1.73700	52.650	52.0
32	4	2	0	1.72180	53.152	5.5
33	-4	2	2	1.71720	53.305	1.3
34	0	0	4	1.68840	54.288	0.3
35	-3	2	3	1.67120	54.894	52.0
36	-1	1	4	1.67120	54.894	52.0
37	-4	0	4	1.66420	55.144	11.6
38	1	3	0	1.66420	55.144	11.6
39	-3	1	4	1.65930	55.321	4.6
40	-6	0	2	1.64760	55.748	19.3
41	1	2	3	1.59020	57.947	0.2
42	-2	3	1	1.59020	57.947	0.2
43	-6	1	1	1.56980	58.773	0.3
44	6	0	0	1.56280	59.062	2.7

No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg]I[%]	No.	h	k	1	d [A] 2'	Theta[deg]	I [%]
45	-1	3	2	1.53020	60.450	7.7	93	0	4	2	1.18760	80.875	2.4
46	2	3	1	1.51040	61.327	1.0	94	-2	4	2	1.18550	81.048	1.0
47	1	1	4	1.50090	61.758	2.1	95	-4	0	6	1.18370	81.197	1.3
48	3	3	0	1.48770	62.367	17.6	96	-3	4	1	1.18370	81.197	1.3
49	-6	1	3	1.48770	62.367	17.6	97	-6	3	1	1.18140	81.389	0.2
50	-5	1	4	1.47550	62.941	2.3	98	-5	2	5	1.17900	81.589	0.8
51	-2	2	4	1.46530	63.430	0.8	99	8	0	0	1.17210	82.173	2.3
52	1	3	2	1.45860	63.756	2.0	100	-3	1	6	1.16460	82.818	0.5
53	-5	2	3	1.45070	64.144	35.5	101	2	1	5	1.16270	82.983	0.3
54	-3	3	2	1.45070	64.144	35.5	102	1	3	4	1.15120	84.000	0.2
55	2	0	4	1.44020	64.668	5.1	103	-6	3	3	1.14480	84.578	0.1
56	-6	0	4	1.41050	66.202	12.3	104	-5	3	4	1.13960	85.054	0.9
57	0	2	4	1.40570	66.458	0.7	105	-1	1	6	1.13590	85.397	3.4
58	4	2	2	1.39970	66.780	0.4	106	6	2	2	1.13140	85.818	0.3
59	-4	3	1	1.39970	66.780	0.4	107	-5	1	6	1.12560	86.368	0.3
60	5	2	1	1.39160	67.220	11.0	108	0	0	6	1.12560	86.368	0.3
61	-4	2	4	1.39160	67.220	11.0	109	2	4	2	1.11980	86.927	7.8
62	5	1	2	1.38920	67.351	18.9	110	5	2	3	1.11980	86.927	7.8
63	-6	2	2	1.38190	67.755	13.2	111	-8	2	2	1.11860	87.043	3.7
64	6	1	1	1.36770	68.556	2.4	112	4	4	0	1.11580	87.317	0.5
65	-7	1	2	1.36770	68.556	2.4	113	7	2	1	1.11130	87.760	0.1
66	0	3	3	1.35240	69.442	0.6	114	-3	4	3	1.10140	88.755	0.3
67	4	1	3	1.35240	69.442	0.6	115	5	3	2	1.09840	89.062	3.8
68	3	2	3	1.34650	69.790	1.1	116	7	1	2	1.09500	89.412	0.6
69	6	2	0	1.33070	70.742	1.8	117	-2	3	5	1.09390	89.526	0.3
70	0	1	5	1.30530	72.333	1.7	118	6	1	3	1.09190	89.735	0.2
71	7	1	0	1.29520	72.987	0.4	119	6	3	1	1.08840	90.102	0.3
72	4	3	1	1.29520	72.987	0.4	120	-7	3	2	1.08840	90.102	0.3
73	-4	3	3	1.29100	73.263	0.2	121	-9	1	2	1.08170	90.815	2.6
74	3	3	2	1.28680	73.542	0.4	122	4	2	4	1.07850	91.161	1.9
75	-5	3	2	1.27600	74.268	0.2	123	-2	2	6	1.07750	91.269	2.2
76	3	1	4	1.26870	74.768	3.7	124	1	4	3	1.07750	91.269	2.2
77	0	4	0	1.26870	74.768	3.7	125	-4	2	6	1.07270	91.795	7.1
78	6	0	2	1.26400	75.094	0.4	126	8	1	1	1.06940	92.160	0.4
79	5	3	0	1.25610	75.649	1.4	127	-5	4	1	1.06940	92.160	0.4
80	2	2	4	1.25250	75.905	7.7	128	8	2	0	1.06410	92.755	5.4
81	-3	2	5	1.24620	76.358	0.6	129	5	1	4	1.06080	93.129	1.3
82	-1	4	1	1.24620	76.358	0.6	130	0	3	5	1.05550	93.739	0.1
83	-7	1	4	1.24380	76.532	1.3	131	1	1	6	1.05180	94.170	2.6
84	-6	2	4	1.23280	77.341	3.0	132	7	3	0	1.05020	94.358	0.7
85	2	3	3	1.23280	77.341	3.0	133	-9	1	4	1.04000	95.578	3.8
86	1	4	1	1.22600	77.850	1.1	134	-2	4	4	1.03620	96.042	0.6
87	2	4	0	1.22460	77.956	1.3	135	3	3	4	1.03620	96.042	0.6
88	-1	3	4	1.22290	78.085	3.0	136	-7	1	6	1.03440	96.264	4.6
89	-6	1	5	1.21820	78.444	1.2	137	0	2	6	1.02890	96.949	0.4
90	-3	3	4	1.21820	78.444	1.2	138	-7	3	4	1.02220	97.801	0.7
91	-7	2	3	1.20860	79.189	1.6	139	2	0	6	1.01880	98.241	0.1
92	4	0	4	1.19140	80.564	4.6	140	-6	2	6	1.01700	98.475	0.2

141	3	2	5	1.01700	98.475	0.2
142	4	1	5	1.00900	99.535	3.2
143	-4	4	4	1.00900	99.535	3.2
144	8	0	2	1.00640	99.885	1.2
145	-6	4	2	1.00520	100.048	2.9
146	-9	2	1	0.99900	100.900	0.4
147	-8	0	6	0.99900	100.900	0.4
148	-10	0	2	0.99480	101.488	0.5
149	-8	3	3	0.99130	101.984	1.1
150	3	4	3	0.99130	101.984	1.1
151	6	4	0	0.98500	102.894	1.0
152	-1	5	2	0.97670	104.124	1.2
153	-3	3	6	0.97670	104.124	1.2
154	2	5	1	0.97140	104.930	0.1
155	-10	0	4	0.97140	104.930	0.1
156	3	5	0	0.96530	105.877	2.6
157	-6	1	7	0.96530	105.877	2.6
158	-1	3	6	0.95970	106.767	1.3
159	-10	1	1	0.95730	107.155	0.5
160	1	5	2	0.95730	107.155	0.5
161	-3	5	2	0.95500	107.530	2.0
162	2	4	4	0.95200	108.024	3.5
163	-3	2	7	0.95060	108.256	0.6
164	-3	4	5	0.94880	108.558	0.1
165	2	2	6	0.94540	109.133	0.3
166	-6	4	4	0.94320	109.509	1.3
167	-7	4	1	0.94320	109.509	1.3
168	-4	5	1	0.94000	110.063	0.8
169	-5	2	7	0.93770	110.466	0.4
170	10	0	0	0.93770	110.466	0.4

171	-9	2	5	0.93550	110.855	2.5
172	8	2	2	0.93550	110.855	2.5
173	7	3	2	0.93470	110.998	2.1
174	-2	5	3	0.93280	111.338	0.4
175	-7	4	3	0.93280	111.338	0.4
176	-8	2	6	0.92950	111.936	0.2
177	-9	3	2	0.92640	112.506	2.0
178	-10	2	2	0.92640	112.506	2.0
179	0	5	3	0.92530	112.710	0.4
180	-9	1	6	0.92460	112.841	0.6
181	6	2	4	0.92330	113.084	0.4
182	8	3	1	0.91850	113.996	0.7
183	-5	4	5	0.91850	113.996	0.7
184	-10	1	5	0.91760	114.169	0.3
185	-8	3	5	0.91480	114.713	0.1
186	9	2	1	0.91480	114.713	0.1
187	5	3	4	0.91320	115.027	0.7
188	-10	2	4	0.90740	116.186	5.0
189	1	3	6	0.90740	116.186	5.0
190	-4	5	3	0.90490	116.697	0.4
191	8	1	3	0.90490	116.697	0.4
192	4	0	6	0.90210	117.276	2.3
193	-9	3	4	0.89980	117.758	4.4
194	-5	5	2	0.89980	117.758	4.4
195	9	1	2	0.89770	118.204	1.2
196	-4	0	8	0.89770	118.204	1.2
197	-7	3	6	0.89610	118.547	3.0
198	6	4	2	0.89540	118.697	3.1
199	7	1	4	0.89540	118.697	3.1



ът

No.	h	k	1	d[A] = 2	[heta[deg	1[%]	
1	0	0	2	4.99400	17.746	11.1	
2	0	2	0	4.92300	18.004	42.3	
3	0	2	1	4.41580	20.092	0.3	
4	1	1	0	3.54350	25.111	100.0	
5	0	2	2	3.50590	25.385	11.6	
6	1	1	1	3.33960	26.671	8.1	
7	1	1	2	2.88990	30.918	5.5	
8	0	2	3	2.75790	32.438	71.0	
9	0	0	4	2.49700	35.937	2.4	
10	1	3	0	2.48330	36.142	18.4	
11	0	4	0	2.46150	36.473	6.2	
12	1	1	3	2.42640	37.020	20.9	
13	1	3	1	2.40990	37.282	2.1	
14	0	4	1	2.39000	37.604	0.2	
15	0	2	4	2.22690	40.474	13.9	
16	1	3	2	2.22690	40.474	13.9	
17	0	4	2	2.20790	40.838	20.0	
18	1	1	4	2.04110	44.345	0.1	
19	1	3	3	1.99060	45.532	3.6	
20	0	4	3	1.97930	45.807	19.6	
21	2	0	0	1.89900	47.862	31.6	
22	0	2	5	1.85100	49.184	9.6	
23	2	2	0	1.77180	51.539	3.9	

INO.	n	K	1		<u>i neta deg</u>	1 70
24	1	3	4	1.76080	51.885	10.2
25	1	5	0	1.74820	52.287	0.4
26	2	2	1	1.74450	52.407	0.2
27	1	1	5	1.74010	52.549	0.8
28	1	5	1	1.72200	53.145	1.1
29	2	2	2	1.66980	54.944	2.0
30	0	0	6	1.66470	55.126	9.1
31	1	5	2	1.65000	55.660	16.3
32	0	6	0	1.64100	55.992	1.4
33	0	6	1	1.61930	56.810	4.5
34	0	2	6	1.57700	58.479	3.2
35	2	2	3	1.56410	59.008	18.4
36	1	3	5	1.55650	59.325	8.7
37	1	5	3	1.54780	59.692	12.6
38	2	0	4	1.51150	61.278	0.9
39	1	1	6	1.50670	61.494	2.9
40	2	4	0	1.50360	61.635	2.3
41	2	4	1	1.48680	62.409	0.1
42	0	6	3	1.47190	63.113	1.1
43	2	2	4	1.44500	64.428	4.1
44	2	4	2	1.43970	64.694	7.0
45	1	5	4	1.43210	65.079	2.3
46	1	3	6	1 38270	67 711	34

4 ... F

-1 T F0/1

No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg	g]I[%]	No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg]	I[%]
47	0	4	6	1.37890	67.923	0.6	95	3	1	5	1.06310	92.868	0.1
48	2	4	3	1.37030	68.408	9.8	96	3	5	1	1.05900	93.335	0.4
49	0	2	7	1.37030	68.408	9.8	97	1	1	9	1.05900	93.335	0.4
50	2	2	5	1.32550	71.061	4.5	98	2	6	5	1.05450	93.855	2.1
51	1	1	7	1.32360	71.179	3.2	99	1	9	0	1.05130	94.228	0.1
52	1	7	0	1.31900	71.465	0.7	100	0	8	5	1.04780	94.641	0.5
53	1	5	5	1.31560	71.678	0.8	101	1	9	1	1.04550	94.915	1.8
54	1	7	1	1.30770	72.179	3.9	102	2	0	8	1.04320	95.191	0.3
55	2	4	4	1.28810	73.455	0.1	103	3	5	2	1.04150	95.396	2.1
56	1	7	2	1.27530	74.316	5.5	104	2	4	7	1.03500	96.190	0.3
57	0	6	5	1.26800	74.817	2.1	105	1	7	6	1.03380	96.338	0.1
58	3	1	0	1.25570	75.678	2.0	106	1	9	2	1.02870	96.975	0.1
59	2	0	6	1.25180	75.955	4.8	107	2	8	1	1.02730	97.151	0.1
60	3	1	1	1.24590	76.380	0.2	108	3	3	5	1.01600	98.606	3.0
61	2	6	0	1.24160	76.692	0.7	109	1	5	8	1.01600	98.606	3.0
62	1	3	7	1.23720	77.015	0.5	110	3	5	3	1.01430	98.830	2.0
63	0	4	7	1.23440	77.222	0.4	111	2	8	2	1.01140	99.214	1.6
64	2	6	1	1.23220	77.385	2.6	112	0	4	9	1.01140	99.214	1.6
65	1	7	3	1.22630	77.827	0.3	113	3	1	6	1.00250	100.417	0.8
66	0	8	1	1.22150	78.191	0.1	114	1	9	3	1.00250	100.417	0.8
67	3	1	2	1.21780	78.475	0.3	115	0	0	10	0.99880	100.928	0.8
68	2	2	6	1.21320	78.830	1.8	116	2	6	6	0.99530	101.418	0.4
69	1	5	6	1.20500	79.472	0.2	117	0	6	8	0.99360	101.658	0.2
70	2	6	2	1.20500	79.472	0.2	118	0	8	6	0.98960	102.228	0.1
71	2	4	5	1.20130	79.766	0.1	119	2	8	3	0.98640	102.690	0.1
72	0	8	2	1.19500	80.272	1.2	120	0	10	0	0.98460	102.952	0.1
73	3	3	0	1.18120	81.405	1.3	121	3	5	4	0.97950	103.705	0.6
74	1	1	8	1.17760	81.707	0.1	122	0	10	1	0.97950	103.705	0.6
75	3	1	3	1.17490	81.935	1.7	123	0	2	10	0.97890	103.794	0.5
76	3	3	1	1.17300	82.096	0.3	124	1	9	4	0.96860	105.362	0.4
77	0	6	6	1.16860	82.472	0.4	125	1	7	7	0.96860	105.362	0.4
78	1	7	4	1.16630	82.671	0.2	126	0	10	2	0.96600	105.767	0.4
79	2	6	3	1.16340	82.922	0.7	127	3	3	6	0.96330	106.193	0.9
80	0	8	3	1.15440	83.714	0.1	128	2	4	8	0.96050	106.639	2.3
81	3	3	2	1.14950	84.152	0.1	129	2	8	4	0.95440	107.628	0.1
82	3	1	4	1.12180	86.733	0.1	130	4	0	0	0.94950	108.440	1.5
83	2	4	6	1.11580	87.317	0.6	131	0	10	3	0.94420	109.338	0.1
84	1	3	8	1.11580	87.317	0.6	132	3	1	7	0.94260	109.612	0.8
85	3	3	3	1.11350	87.543	2.3	133	2	2	9	0.94050	109.976	0.8
86	0	4	8	1.11350	87.543	2.3	134	3	7	0	0.94050	109.976	0.8
87	2	6	4	1.11130	87.760	2.2	135	2	6	7	0.93680	110.625	1.0
88	2	2	7	1.11130	87.760	2.2	136	3	7	1	0.93680	110.625	1.0
89	1	5	7	1.10540	88.350	0.4	137	4	2	0	0.93230	111.428	0.4
90	1	7	5	1.10070	88.826	2.0	138	0	8	7	0.93230	111.428	0.4
91	0	2	9	1.08260	90.719	0.6	139	1	9	5	0.93030	111.790	3.9
92	0	6	7	1.07680	91.345	0.1	140	1	3	10	0.92670	112.450	1.5
93	3	3	4	1.06770	92.350	0.9	141	3	7	2	0.92470	112.822	1.7
94	3	5	0	1.06490	92.664	0.1	142	0	6	9	0.91930	113.842	0.1

No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg]	I [%]	No.	h	k	1	d [A] 2	2Theta[deg]	I [%]
143	2	8	5	0.91740	114.208	0.5	171	0	6	10	0.85280	129.180	0.9
144	4	2	2	0.91600	114.479	0.3	172	3	7	5	0.85130	129.607	1.0
145	0	10	4	0.91600	114.479	0.3	173	1	7	9	0.84920	130.212	0.1
146	3	3	7	0.90990	115.682	0.1	174	0	10	6	0.84750	130.710	0.1
147	1	7	8	0.90670	116.329	2.7	175	4	2	5	0.84480	131.514	0.9
148	4	2	3	0.89780	118.182	2.2	176	1	11	3	0.84280	132.122	0.4
149	2	4	9	0.89290	119.241	0.8	177	2	8	7	0.83660	134.072	0.1
150	0	2	11	0.89290	119.241	0.8	178	4	4	4	0.83490	134.626	0.1
151	1	9	6	0.88890	120.126	0.2	179	3	1	9	0.83200	135.591	0.4
152	4	0	4	0.88750	120.441	0.2	180	2	4	10	0.83200	135.591	0.4
153	4	4	0	0.88590	120.804	0.4	181	2	6	9	0.82740	137.179	0.2
154	3	1	8	0.88590	120.804	0.4	182	3	9	0	0.82740	137.179	0.2
155	2	0	10	0.88400	121.239	1.3	183	4	0	6	0.82480	138.110	2.4
156	0	10	5	0.88320	121.423	0.6	184	3	9	1	0.82480	138.110	2.4
157	2	6	8	0.88040	122.077	0.3	185	1	11	4	0.82260	138.918	0.2
158	3	7	4	0.88040	122.077	0.3	186	4	6	0	0.82180	139.217	0.3
159	0	8	8	0.87650	123.005	0.9	187	0	12	0	0.82050	139.708	0.6
160	4	2	4	0.87340	123.758	0.5	188	0	2	12	0.82050	139.708	0.6
161	4	4	2	0.87230	124.029	1.2	189	4	6	1	0.81910	140.245	0.8
162	1	11	0	0.87120	124.302	1.0	190	3	7	6	0.81910	140.245	0.8
163	2	10	1	0.87120	124.302	1.0	191	0	12	1	0.81770	140.791	0.2
164	2	2	10	0.87010	124.577	0.7	192	3	9	2	0.81660	141.227	0.1
165	1	11	1	0.86790	125.133	0.2	193	4	2	6	0.81340	142.529	0.5
166	2	10	2	0.86100	126.929	0.6	194	3	5	8	0.81020	143.888	1.7
167	3	3	8	0.85830	127.655	1.5	195	4	4	5	0.81020	143.888	1.7
168	1	11	2	0.85830	127.655	1.5	196	2	2	11	0.80810	144.812	0.6
169	4	4	3	0.85610	128.258	1.2	197	1	5	11	0.80580	145.859	0.1
170	1	3	11	0.85280	129.180	0.9	198	1	9	8	0.80420	146.609	0.3



•

No.	h	k	1	d [A]2	Theta[deg	<u>g]I[%]</u>
1	1	0	0	10.61360	8.324	14.0
2	0	0	1	6.51710	13.576	35.0
3	-1	0	1	5.94290	14.895	12.0
4	1	0	1	5.22880	16.943	18.0
5	-2	0	1	4.43290	20.014	5.0
6	2	0	1	3.85610	23.046	16.0
7	1	1	0	3.58830	24.792	3.0
8	3	0	0	3.53970	25.138	16.0
9	-3	0	1	3.31340	26.886	6.0
10	-1	0	2	3.24870	27.432	35.0
11	-1	1	1	3.20800	27.787	25.0
12	2	1	0	3.09670	28.807	30.0
13	1	1	1	3.07890	28.977	30.0
14	1	0	2	2.99700	29.787	40.0
15	3	0	1	2.93990	30.379	25.0
16	-2	1	1	2.89140	30.902	100.0
17	2	1	1	2.71070	33.019	14.0
18	4	0	0	2.65480	33.734	20.0
19	2	0	2	2.61730	34.232	4.0
20	-3	0	2	2.58900	34.618	30.0
21	-3	1	1	2.50350	35.840	3.0
22	-1	1	2	2.47220	36.310	18.0
23	1	1	2	2.35650	38.159	20.0

INO.	n	K	1		<u>i neta deg</u>	1 70
24	-2	1	2	2.34420	38.367	18.0
25	3	1	1	2.32930	38.623	4.0
26	3	0	2	2.24380	40.156	9.0
27	-4	0	2	2.21890	40.627	6.0
28	-1	0	3	2.19020	41.183	7.0
29	4	1	0	2.17860	41.412	25.0
30	0	0	3	2.17180	41.548	16.0
31	2	1	2	2.15710	41.844	8.0
32	-4	1	1	2.14240	42.145	9.0
33	-5	0	1	2.11020	42.820	9.0
34	1	0	3	2.07120	43.667	6.0
35	4	1	1	1.99730	45.371	6.0
36	-3	0	3	1.98120	45.760	6.0
37	4	0	2	1.92860	47.082	6.0
38	0	2	0	1.90640	47.664	18.0
39	-1	1	3	1.89910	47.859	12.0
40	1	2	0	1.87600	48.486	3.0
41	5	1	0	1.85510	49.068	25.0
42	-2	1	3	1.85300	49.127	12.0
43	-5	1	1	1.84590	49.329	8.0
44	0	2	1	1.82910	49.813	4.0
45	1	1	3	1.81970	50.088	6.0
46	-4	0	3	1.81220	50.309	3.0

T FO/7

No.	h	k	1	d [A] 2Theta[deg] I [%]
47	1	2	1	1.79140 50.935 3.0
48	-6	0	1	1.77320 51.496 9.0
49	6	0	0	1.77020 51.589 8.0
50	-3	1	3	1.75810 51.971 4.0
51	-2	2	1	1.75190 52.169 2.0
52	3	0	3	1.74420 52.417 10.0
53	5	1	1	1.72890 52.916 9.0
54	4	1	2	1.72080 53.185 8.0
55	2	1	3	1.71290 53.450 20.0
56	-5	1	2	1.70670 53.659 7.0
57	3	2	0	1.67810 54.649 5.0
58	-6	0	2	1.65750 55.386 4.0
59	-3	2	1	1.65230 55.576 10.0
60	6	0	1	1.65010 55.656 9.0
61	-1	2	2	1.64420 55.873 8.0
62	0	0	4	1.62930 56.430 12.0
63	-2	0	4	1.62370 56.642 4.0
64	-6	1	1	1.60820 57.238 18.0
65	1	2	2	1.60820 57.238 18.0
66	3	2	1	1.59960 57.574 7.0
67	4	0	3	1.57540 58.544 5.0
68	-3	0	4	1.56760 58.864 3.0

No.	h	k	1	d [A] 2Theta[deg] I [%]
69	4	2	0	1.54870 59.654 7.0
70	-4	2	1	1.53540 60.224 10.0
71	5	1	2	1.53240 60.354 9.0
72	7	0	0	1.51720 61.023 3.0
73	-5	1	3	1.50660 61.499 9.0
74	-2	1	4	1.49400 62.075 10.0
75	-4	0	4	1.48630 62.432 10.0
76	4	2	1	1.47920 62.766 5.0
77	-6	0	3	1.47920 62.766 5.0
78	1	1	4	1.45730 63.819 9.0
79	3	2	2	1.45250 64.055 4.0
80	-4	2	2	1.44600 64.378 3.0
81	-1	2	3	1.43790 64.784 6.0
82	7	0	1	1.43310 65.028 6.0
83	5	0	3	1.42100 65.651 3.0
84	-5	2	1	1.41440 65.996 4.0
85	3	0	4	1.40600 66.442 3.0
86	2	1	4	1.39500 67.034 5.0
87	-3	2	3	1.37390 68.204 4.0
88	2	2	3	1.35170 69.483 4.0
89	-5	2	2	1.34850 69.672 4.0

PDF CARD 01-076-3272



No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg	g] I [%]	No.	h	k	1	d [A]	2Theta[deg	<u>] I [%]</u>
1	0	1	1	6.43890	13.742	7.5	49	1	2	5	1.64570	55.818	0.2
2	0	0	2	4.73540	18.724	2.2	50	3	1	1	1.64020	56.022	0.1
3	0	2	0	4.40260	20.153	1.4	51	2	3	3	1.64020	56.022	0.1
4	1	1	0	4.40260	20.153	1.4	52	2	4	1	1.63700	56.141	0.3
5	1	1	1	3.99230	22.250	1.3	53	1	5	1	1.63500	56.216	0.3
6	1	2	0	3.32400	26.799	4.6	54	0	4	4	1.60970	57.180	0.7
7	0	2	2	3.21940	27.687	21.0	55	0	3	5	1.59020	57.947	1.0
8	1	1	2	3.21940	27.687	21.0	56	0	0	6	1.57850	58.418	1.5
9	1	2	1	3.13640	28.435	3.0	57	3	1	2	1.57100	58.724	4.2
10	0	1	3	2.97080	30.056	33.4	58	1	5	2	1.56820	58.839	2.2
11	0	3	1	2.79630	31.980	2.1	59	2	4	2	1.56820	58.839	2.2
12	1	2	2	2.72060	32.895	100.0	60	3	2	1	1.56060	59.154	1.2
13	1	1	3	2.56560	34.944	14.3	61	1	4	4	1.53460	60.259	10.5
14	2	0	0	2.54420	35.248	16.9	62	0	5	3	1.53460	60.259	10.5
15	1	3	0	2.53700	35.351	8.2	63	1	3	5	1.51780	60.996	26.9
16	2	0	1	2.45710	36.541	13.7	64	2	0	5	1.51780	60.996	26.9
17	1	3	1	2.45060	36.641	28.9	65	3	2	2	1.50060	61.772	2.4
18	2	1	1	2.36770	37.972	5.5	66	2	1	5	1.49710	61.932	1.1
19	0	0	4	2.36770	37.972	5.5	67	2	3	4	1.49140	62.195	0.5
20	1	2	3	2.28910	39.329	8.0	68	0	2	6	1.48540	62.474	0.5
21	2	0	2	2.24120	40.205	6.0	69	1	1	6	1.48540	62.474	0.5
22	1	3	2	2.23630	40.297	12.5	70	1	5	3	1.46750	63.324	17.0
23	0	4	0	2.19500	41.089	4.3	71	3	3	0	1.46750	63.324	17.0
24	2	1	2	2.17160	41.552	12.7	72	0	6	0	1.46340	63.522	7.7
25	0	3	3	2.14410	42.110	0.5	73	3	3	1	1.45020	64.169	1.6
26	2	2	1	2.14410	42.110	0.5	74	2	2	5	1.43580	64.891	0.1
27	1	1	4	2.08530	43.357	0.4	75	2	5	1	1.42870	65.253	1.4
28	0	2	4	2.08530	43.357	0.4	76	1	2	6	1.42590	65.397	2.6
29	1	4	0	2.01550	44.939	2.9	77	3	2	3	1.41450	65.991	7.2
30	2	2	2	1.99620	45.397	3.1	78	1	6	0	1.40640	66.420	1.4
31	0	4	2	1.99150	45.510	6.4	79	3	3	2	1.40180	66.666	0.2
32	1	3	3	1.97760	45.848	7.2	80	0	6	2	1.39810	66.866	0.1
33	2	1	3	1.93240	46.984	8.1	81	1	6	1	1.39110	67.247	0.2
34	2	3	0	1.92010	47.304	1.2	82	2	5	2	1.38230	67.733	6.1
35	2	3	1	1.88190	48.324	0.5	83	2	4	4	1.36030	68.981	0.4
36	1	4	2	1.85450	49.085	4.2	84	1	5	4	1.36030	68.981	0.4
37	0	1	5	1.85160	49.167	3.1	85	2	3	5	1.34850	69.672	0.5
38	2	2	3	1.80570	50.503	2.4	86	1	6	2	1.34850	69.672	0.5
39	2	3	2	1.77940	51.303	0.1	87	1	3	6	1.34020	70.166	1.5
40	1	1	5	1.74000	52.553	1.6	88	2	0	6	1.34020	70.166	1.5
41	2	0	4	1.73330	52.772	10.9	89	0	1	7	1.33720	70.347	1.7
42	1	3	4	1.73330	52.772	10.9	90	3	3	3	1.33080	70.736	0.1
43	0	5	1	1.72660	52.992	2.8	91	3	4	1	1.32890	70.852	0.1
44	1	4	3	1.70050	53.871	0.9	92	2	1	6	1.32590	71.037	0.4
45	2	1	4	1.70050	53.871	0.9	93	3	2	4	1.31410	71.773	3.9
46	3	1	0	1.66540	55.101	0.6	94	2	5	3	1.31410	71.773	3.9
47	2	4	0	1.66200	55.223	1.8	95	1	1	7	1.29330	73.112	2.4
48	1	5	0	1.66200	55.223	1.8	96	0	5	5	1.28780	73.475	0.1

No.	h	k	1	d [A] 2'	Theta[deg	<u>] I [%]</u>	No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg] I [%]
97	0	4	6	1.28280	73.809	0.2	145	2	7	1	1.11820	87.082	1.6
98	2	2	6	1.28280	73.809	0.2	146	2	6	4	1.11820	87.082	1.6
99	2	6	0	1.26850	74.782	1.2	147	1	2	8	1.11520	87.376	1.4
100	4	0	1	1.26080	75.318	1.5	148	4	1	4	1.11160	87.731	0.1
101	4	1	0	1.25900	75.445	0.5	149	3	6	0	1.10800	88.089	0.1
102	2	6	1	1.25730	75.564	0.8	150	2	3	7	1.10600	88.290	0.1
103	1	2	7	1.25320	75.855	0.8	151	4	4	0	1.10050	88.847	0.2
104	2	4	5	1.24930	76.134	0.6	152	3	6	1	1.10050	88.847	0.2
105	4	1	1	1.24740	76.271	1.5	153	0	8	0	1.09750	89.154	0.1
106	3	3	4	1.24740	76.271	1.5	154	4	3	3	1.09510	89.402	0.5
107	0	6	4	1.24480	76.459	0.5	155	3	4	5	1.09510	89.402	0.5
108	0	7	1	1.24270	76.612	0.3	156	4	2	4	1.08580	90.377	0.1
109	1	4	6	1.24270	76.612	0.3	157	3	5	4	1.08450	90.516	0.1
110	3	4	3	1.23520	77.162	0.5	158	1	7	4	1.08300	90.676	0.1
111	2	5	4	1.23360	77.281	0.3	159	3	6	2	1.07890	91.117	0.1
112	4	0	2	1.22860	77.654	0.4	160	3	3	6	1.07480	91.564	0.7
113	0	3	7	1.22860	77.654	0.4	161	1	3	8	1.07320	91.740	0.4
114	2	6	2	1.22530	77.903	0.4	162	0	6	6	1.07320	91.740	0.4
115	4	1	2	1.21670	78.559	2.4	163	0	5	7	1.07180	91.894	1.7
116	1	7	0	1.21670	78.559	2.4	164	4	4	2	1.07180	91.894	1.7
117	3	2	5	1.21430	78.745	0.4	165	2	5	6	1.06590	92.552	0.9
118	4	2	1	1.21180	78.939	0.2	166	2	1	8	1.06590	92.552	0.9
119	3	5	1	1.20920	79.142	0.8	167	2	7	3	1.05980	93.243	0.1
120	1	6	4	1.20920	79.142	0.8	168	4	0	5	1.05610	93.669	2.7
121	1	7	1	1.20790	79.244	0.5	169	2	6	5	1.05400	93.913	2.1
122	2	0	7	1.19380	80.369	0.1	170	1	5	7	1.04930	94.464	0.6
123	1	3	7	1.19380	80.369	0.1	171	2	4	7	1.04930	94.464	0.6
124	2	1	7	1.18370	81.197	1.7	172	0	7	5	1.04630	94.820	3.4
125	4	2	2	1.18370	81.197	1.7	173	1	8	2	1.04630	94.820	3.4
126	3	5	2	1.18140	81.389	0.2	174	2	2	8	1.04200	95.335	0.3
127	1	7	2	1.17990	81.514	0.4	175	0	4	8	1.04200	95.335	0.3
128	4	0	3	1.17990	81.514	0.4	176	4	4	3	1.03930	95.663	0.3
129	2	6	3	1.17700	81.758	0.4	177	3	2	7	1.02830	97.025	1.6
130	4	3	0	1.16670	82.636	0.2	178	4	5	1	1.02440	97.520	1.2
131	0	7	3	1.16670	82.636	0.2	179	1	7	5	1.02440	97.520	1.2
132	3	3	5	1.16010	83.210	0.7	180	1	4	8	1.02080	97.982	0.1
133	2	2	7	1.15270	83.865	0.4	181	2	7	4	1.01580	98.632	0.5
134	2	5	5	1.14900	84.197	0.1	182	1	8	3	1.01580	98.632	0.5
135	3	1	6	1.14560	84.505	0.2	183	5	1	0	1.01090	99.281	0.1
136	0	2	8	1.14300	84.742	0.3	184	3	7	0	1.00850	99.602	0.7
137	1	1	8	1.14300	84.742	0.3	185	4	5	2	1.00670	99.845	2.9
138	4	2	3	1.13950	85.063	0.3	186	3	7	1	1.00320	100.321	0.2
139	3	5	3	1.13800	85.202	0.1	187	1	2	9	1.00320	100.321	0.2
140	1	7	3	1.13620	85.369	0.2	188	4	4	4	0.99810	101.026	0.1
141	4	3	2	1.13280	85.687	0.1	189	0	8	4	0.99580	101.347	0.1
142	1	6	5	1.12920	86.026	0.2	190	3	3	7	0.99470	101.502	0.1
143	2	7	0	1.12500	86.426	0.1	191	4	0	6	0.99050	102.099	0.2
144	1	4	7	1.12340	86.579	0.1	192	0	3	9	0.99050	102.099	0.2

No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg]	I [%]
193	2	6	6	0.98870	102.357	0.8
194	5	1	2	0.98870	102.357	0.8
195	2	5	7	0.98770	102.502	1.5

No.	h	k	1	d [A] 2	2Theta[deg]	I [%]
196	2	8	2	0.98640	102.690	0.5
197	3	7	2	0.98640	102.690	0.5
198	4	1	6	0.98430	102.996	0.2

PDF CARD 01-077-1391

	Inte	ensity	[%]											
	100 – Ref. Pattern: Titapium Oxide, 01-077-1391													
						,								
		2	5 -											
			0-4		- ***** -	40	F0					70	4	
				20	30	40 Desition	UCopp 100Thetel (Copp	~ 11	טט גוייי			70		
						Pusiciui	r[~2meta] (wpp	a (t))					
No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[de	g] I [%]	<u>N</u>	Jo.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg	<u>g] I [%]</u>
1	0	1	1	6.24430	14.172	0.2		19	-1	2	3	2.93470	30.435	23.8
2	0	0	2	6.12290	14.455	8.1	2	20	-1	0	1	2.81470	31.766	100.0
3	0	1	3	5.59730	15.820	0.1		21	0	2	6	2.79860	31.953	53.8
4	1	0	3	5.24910	16.877	11.8		22	2	-1	3	2.78160	32.154	5.0
5	-1	1	0	4.75190	18.658	0.3		23	2	0	6	2.62450	34.136	67.5
6	1	-1	2	4.64250	19.102	0.2		24	2	0	4	2.53940	35.317	10.0
7	1	0	1	4.28030	20.735	69.1	,	25	2	-2	2	2.53940	35.317	10.0
8	1	0	5	3.74360	23.749	5.1		26	1	1	8	2.50190	35.864	49.5
9	0	-1	1	3.70820	23.979	0.2		27	1	0	7	2.50190	35.864	49.5
10	1	1	4	3.59250	24.763	0.5		28	1	2	7	2.46770	36.378	40.7
11	-1	2	1	3.42430	26.000	92.6		29	0	2	0	2.42490	37.043	33.0
12	0	2	4	3.36230	26.488	6.6		30	1	2	5	2.42490	37.043	33.0
13	0	1	5	3.30520	26.954	0.7		31	0	-1	3	2.40320	37.390	0.8
14	1	1	6	3.29440	27.044	1.1		32	-2	2	0	2.37600	37.834	11.4
15	-1	1	2	3.23560	27.545	0.2		33	-1	3	2	2.37600	37.834	11.4
16	0	2	2	3.12220	28.567	24.1		34	1	-2	3	2.33340	38.552	1.1
17	1	-2	1	3.04580	29.299	81.4		35	2	-2	4	2.32120	38.763	9.5
18	1	1	2	2.93470	30.435	23.8		36	-1	3	4	2.30250	39.090	8.0

No.	h	k	1	d[A] 2	Thetaldes	1 I [%]	No.	h	k	1	d [A] 2'	Thetaldeg	11[%]
37	2	0	8	2.30250	39,090	8.0	85	1	2	1	1.71220	53.473	4.5
38	0	3	5	2.25710	39.910	0.3	86	0	4	6	1.67940	54.603	36.3
39	-1	1	4	2,23440	40 333	1.8	87	-1	4	7	1 67940	54 603	36.3
40	-1	2	5	2.23440	40 333	1.8	88	-2	4	ó	1.66790	55 012	41.6
41	2	ĩ	7	2 22550	40 501	14.9	89	2	2	6	1.66520	55 108	34.6
42	2	-1	7	2 21630	40.676	24.1	90	õ	2	10	1.65260	55 565	4.6
43	0	1	7	2.21030	40.070	21.1	91	2	2	12	1.63200	55 763	1.6
44	1	1	ó	2.21150	41 157	15.5	92	-1	3	8	1.64720	55 763	1.0
45	1	2	9	2.17130	41 528	62	93	0	1	9	1.64220	55 947	0.8
46	0	3	7	2 15610	41.865	19.7	9/	1	_1	8	1.63780	56 111	0.0
40	2	0	2	2.13010	42 103	12.7	95	_2	-1	1	1.63060	56 381	1.2
۳, 18	0	2	8	2 13080	42.175	28.0	96	3	1	10	1.62670	56 528	1.2
40	1	2	0	2.13080	42.380	28.9	90	2	0	11	1.62670	56 528	4.4
50	2	1	0	2.15000	42.560	20.7	08	3	0	5	1.61580	56 044	т.т 5 8
51	1	2	2	2.10840	42.050	0.4	00	2	2	1	1.61580	56 044	5.8
52	1	2	2	2.08940	43.207	0.1	100	-2	2	4	1.01580	57 206	0.3
52	2	2	1	2.08140	42.579	0.1	100	1	-5	1	1.50470	57 769	0.5
55	2	-5	5	2.07520	43.378	0.1	101	1	2	12	1.59470	57.020	0.1
54	2	1	5	2.07320	43.370	0.1	102	2	2	12	1.59040	59 224	0.5
55	1	0	2	2.04100	44.547	1.9	103	-3	1	10	1.58550	58 224	1.4
50	-1	2	5	1.99520	45.421	2.9	104	0	1	10	1.58550	50.224	1.4
50	-1	2	2	1.99320	45.421	5.9	105	2	4	10	1.57020	50.757	5.0 0 7
50	-2	2	2	1.98640	43.383	1.0	100	2	-2	11	1.50000	50 225	0.7
39	-2	2		1.93000	47.051	1.7	107	0	3	11	1.55050	59.525	0.5
60	2	-2	0	1.92510	4/.1/3	10.0	108	-2	1	3	1.54700	59.720	0.2
01	1	2	10	1.00400	40.243	0.8	1109	2	-5	0	1.54700	59.720	0.2
62	2	-3	10	1.88000	48.300	1.0	110	3	1	8	1.54150	59.901	10.5
61	2	1	10	1.6/160	48.002	0.0	112	1	0	0 5	1.55070	60.428	10.2
64	5	-1	0	1.60/30	40.727	0.7	112	-1	1	12	1.52580	60.643	2.0
05	1	2	9	1.804/0	48.799	0.8	113	2	1	12	1.52580	00.043	2.0
00	1	2	8	1.804/0	48./99	0.8	114	2	0	12	1.51520	01.112	0.4
07	-2	2	2	1.80000	40.915	0.4	115	2	-4	11	1.30130	(2.225	2.9
08	2	-2	2	1.85410	49.090	3.9	110	2	3	11	1.48800	02.323	1.3
09	3	-2	5	1.83590	49.010	0.1	11/	-1	4	12	1.48860	02.323	1.3
70	1	1	9	1.82170	50.029	0.9	110	1	1	12	1.48060	62.700	0.2
/1	2	1	11	1.821/0	50.029	0.9	119	1	-3	1	1.4/450	02.989	0.5
12	2	-1	8	1.808/0	50.414	1.0	120	1	4	9	1.4/080	03.105	3.8
73	3	-2	5	1.79390	50.859	1.8	121	2	2	4	1.40/30	03.334	2.9
74	-1	4	5	1.79390	51.045	1.8	122	-2	4	6	1.46/30	63.334	2.9
15	1	2	11	1.78780	51.045	3.7	123	1	-3	4	1.46320	63.532	5.9
/6	1	-2	5	1.78780	51.045	3./	124	1	2	13	1.46320	63.532	5.9
//	1	3	10	1.78230	51.214	1.1	125	2	3	9	1.45820	63.775	5.0
/8	3	-1	4	1.76460	51.765	5.6	126	-3	4	1	1.45820	63.775	5.0
/9	-1	4	3	1.76460	51.765	5.6	127	2	2	14	1.44660	64.348	26.3
80	3	0	/	1./4560	52.3/1	29.2	128	3	0	13	1.43/90	04./84	8.5
81	2	0	0	1.72790	52.949	29.4	129	2	3	13	1.43280	65.043	0.7
82	3	-2	/	1.72520	53.039	40.5	130	3	0	3	1.42680	65.351	2.1
83	-1	2	1	1.72050	53.195	40.7	131	2	-1	11	1.42680	65.351	2.1
84	-2	4	2	1.71220	53.473	4.5	132	1	0	11	1.42070	65.667	21.2

No.	h	k	1	d [A] 2]	Theta[deg]I[%]
133	1	-2	7	1.42070	65.667	21.2
134	-3	2	1	1.41570	65.928	14.2
135	-2	5	3	1.41570	65.928	14.2
136	1	-4	1	1.41260	66.091	10.2
137	-2	0	2	1.40740	66.367	3.7
138	-1	-2	1	1.40400	66.548	12.4
139	-1	5	8	1.40190	66.661	15.4
140	1	4	7	1.40190	66.661	15.4
141	4	-2	6	1.39080	67.264	13.1
142	4	-1	9	1.39080	67.264	13.1
143	0	4	2	1.38860	67.384	4.2
144	3	2	11	1.38340	67.672	0.4
145	1	3	14	1.37460	68.164	7.1
146	1	4	13	1.37460	68.164	7.1
147	3	2	13	1.36910	68.476	9.2
148	0	-1	7	1.36910	68.476	9.2
149	2	3	7	1.36040	68.976	0.3
150	-1	3	10	1.36040	68.976	0.3
151	4	-1	11	1.35710	69.167	2.4
152	4	-1	7	1.35710	69.167	2.4
153	-3	4	3	1.34810	69.695	5.4
154	3	-4	5	1.34810	69.695	5.4
155	4	-3	7	1.34080	70.130	1.7
156	2	-4	4	1.34080	70.130	1.7
157	-2	3	7	1.33670	70.377	1.1
158	4	-2	10	1.33670	70.377	1.1
159	0	2	12	1.33060	70.748	0.8
160	3	2	9	1.33060	70.748	0.8
161	-1	1	8	1.32530	71.074	0.1
162	0	5	11	1.31920	71.453	1.4
163	3	-2	11	1.31920	71.453	1.4
164	2	3	15	1.31760	71.553	1.2
165	4	-2	4	1.31760	71.553	1.2
166	4	0	12	1.31230	71.887	2.2

No.	h	k	1	d [A] 27	[heta[deg]	I [%]
167	4	-3	3	1.31230	71.887	2.2
168	-2	5	7	1.31020	72.020	1.3
169	1	-1	10	1.30520	72.339	2.0
170	-3	5	0	1.30520	72.339	2.0
171	0	1	11	1.30140	72.584	0.7
172	0	3	13	1.30140	72.584	0.7
173	2	-2	10	1.29270	73.151	0.3
174	3	2	15	1.29270	73.151	0.3
175	-1	5	2	1.29130	73.244	0.3
176	-1	4	11	1.28950	73.363	0.3
177	-2	4	8	1.28440	73.702	6.3
178	1	4	5	1.28170	73.883	2.8
179	2	1	15	1.27600	74.268	0.3
180	4	-4	4	1.27130	74.589	2.6
181	4	-1	5	1.26790	74.824	0.6
182	2	2	2	1.26790	74.824	0.6
183	4	-1	13	1.26510	75.018	0.3
184	4	-3	9	1.26510	75.018	0.3
185	2	-5	1	1.25900	75.445	0.2
186	2	0	14	1.25090	76.020	3.9
187	1	4	15	1.24830	76.206	3.7
188	2	4	12	1.24830	76.206	3.7
189	4	-4	6	1.23660	77.059	2.9
190	3	1	16	1.23660	77.059	2.9
191	2	4	14	1.23380	77.266	1.1
192	-1	0	7	1.22980	77.564	0.5
193	3	2	7	1.22980	77.564	0.5
194	2	3	5	1.22640	77.820	0.2
195	0	0	10	1.22460	77.956	0.4
196	1	-3	6	1.22250	78.115	1.8
197	0	4	14	1.22250	78.115	1.8
198	4	-3	1	1.21900	78.383	1.0
199	-3	2	3	1.21900	78.383	1.0



No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg	g] I [%]	No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg]] I [%]
51	-2	1	1	1.92140	47.270	11.6	99	3	-4	1	1.48070	62.695	2.3
52	1	1	10	1.90150	47.795	0.1	100	1	2	13	1.47470	62.979	3.8
53	2	0	10	1.88560	48.223	0.1	101	0	-3	1	1.47470	62.979	3.8
54	2	-3	3	1.86560	48.774	0.1	102	1	4	9	1.46930	63.237	2.2
55	1	3	8	1.86560	48.774	0.1	103	2	2	4	1.46930	63.237	2.2
56	0	-2	2	1.85620	49.037	1.6	104	2	2	14	1.45840	63.765	26.8
57	2	1	11	1.83600	49.613	0.1	105	-2	4	6	1.45370	63.996	2.6
58	1	0	9	1.83600	49.613	0.1	106	3	0	13	1.44680	64.338	8.7
59	3	-2	5	1.82090	50.052	0.2	107	-3	4	1	1.43860	64.749	5.8
60	3	-1	8	1.80620	50.488	0.4	108	2	3	13	1.43860	64.749	5.8
61	2	2	8	1.80110	50.641	1.4	109	1	0	11	1.43020	65.176	1.1
62	1	2	11	1.80110	50.641	1.4	110	3	0	3	1.42540	65.423	22.0
63	1	-2	5	1.79030	50.969	3.1	111	1	-2	7	1.42540	65.423	22.0
64	3	-2	3	1.77710	51.375	1.3	112	3	-1	12	1.41520	65.954	0.6
65	1	-3	2	1.76970	51.605	0.2	113	-3	2	1	1.40740	66.367	21.6
66	0	3	1	1.76690	51.693	0.3	114	1	-4	1	1.40740	66.367	21.6
67	3	0	9	1.75240	52.153	1.9	115	0	4	12	1.39980	66.774	16.8
68	3	0	7	1.74450	52.407	28.7	116	1	4	7	1.39980	66.774	16.8
69	-1	4	3	1.74450	52.407	28.7	117	-1	5	8	1.39060	67.275	0.9
70	2	0	0	1.72740	52.966	27.4	118	4	-2	8	1.39060	67.275	0.9
71	-1	2	7	1.72100	53.178	36.9	119	4	-1	9	1.38800	67.417	1.0
72	3	-2	7	1.71690	53.315	37.8	120	3	2	11	1.38800	67.417	1.0
73	-2	4	2	1.68860	54.281	0.9	121	0	4	2	1.38430	67.622	2.2
74	0	4	8	1.67350	54.812	4.6	122	-1	5	4	1.38100	67.805	12.1
75	-1	1	6	1.67350	54.812	4.6	123	4	-2	6	1.38100	67.805	12.1
76	0	4	6	1.66750	55.026	47.2	124	-1	2	9	1.37750	68.001	8.2
77	2	2	6	1.66750	55.026	47.2	125	1	4	13	1.37750	68.001	8.2
78	-1	4	7	1.66580	55.087	46.0	126	0	-1	7	1.37600	68.085	10.0
79	3	-3	2	1.66580	55.087	46.0	127	3	2	13	1.37600	68.085	10.0
80	1	-1	8	1.64730	55.759	33.7	128	-1	3	10	1.36160	68.906	0.1
81	-2	4	0	1.64730	55.759	33.7	129	2	3	7	1.36160	68.906	0.1
82	3	0	11	1.63230	56.317	4.3	130	2	-3	7	1.35180	69.477	1.5
83	-2	2	4	1.61310	57.048	4.0	131	4	-1	7	1.35180	69.477	1.5
84	3	0	5	1.61310	57.048	4.0	132	-3	1	0	1.34420	69.927	1.2
85	2	-3	5	1.60040	57.543	0.9	133	4	-3	5	1.34420	69.927	1.2
86	-1	4	1	1.60040	57.543	0.9	134	0	2	12	1.33630	70.401	1.1
87	3	1	10	1.58820	58.027	0.1	135	3	-4	5	1.33630	70.401	1.1
88	2	-2	8	1.56920	58.798	8.5	136	-2	3	7	1.33270	70.620	2.6
89	0	4	4	1.55380	59.439	0.6	137	-3	4	3	1.33270	70.620	2.6
90	0	0	8	1.54020	60.017	15.0	138	-2	2	6	1.32890	70.852	1.3
91	-1	0	5	1.53100	60.415	1.9	139	4	-3	7	1.32890	70.852	1.3
92	3	1	12	1.53100	60.415	1.9	140	0	5	7	1.32150	71.309	1.5
93	2	0	12	1.52760	60.564	1.1	141	3	-2	11	1.32150	71.309	1.5
94	3	-2	9	1.52760	60.564	1.1	142	4	0	10	1.31980	71.415	0.9
95	2	3	11	1.49300	62.121	0.1	143	0	5	11	1.31430	71.760	0.6
96	1	1	12	1.49300	62.121	0.1	144	4	0	12	1.31430	71.760	0.6
97	2	1	1	1.48750	62.376	0.2	145	4	-2	4	1.30820	72.147	0.9
98	-1	4	9	1.48070	62.695	2.3	146	3	2	15	1.30200	72.545	0.4

No.	h	k	1	d [A]	2Theta[deg	[%] I [%]
147	2	-2	10	1.2965	0 72.902	1.2
148	-2	5	7	1.2965	0 72.902	1.2
149	-1	4	11	1.2872	0 73.515	1.1
150	-3	5	0	1.2872	0 73.515	1.1
151	1	4	5	1.2802	0 73.984	1.7
152	-3	5	2	1.2802	0 73.984	1.7
153	-2	4	8	1.2767	0 74.221	6.2
154	-2	1	5	1.2694	0 74.720	0.5
155	2	2	2	1.2694	0 74.720	0.5
156	4	-1	13	1.2673	0 74.865	0.2
157	2	2	16	1.2613	0 75.283	3.7
158	2	0	14	1.2613	0 75.283	3.7
159	3	0	15	1.2561	0 75.649	2.1
160	4	-4	4	1.2561	0 75.649	2.1
161	4	0	14	1.2536	0 75.827	1.3
162	1	4	15	1.2520	0 75.941	1.5
163	2	4	12	1.2505	0 76.048	1.0
164	3	0	1	1.2377	0 76.978	2.2
165	2	4	14	1.2377	0 76.978	2.2
166	-1	0	7	1.2347	0 77.200	0.5
167	3	2	7	1.2321	0 77.393	0.3
168	0	0	10	1.2321	0 77.393	0.3
169	4	1	13	1.2271	0 77.767	2.8
170	1	2	15	1.2271	0 77.767	2.8
171	4	-4	6	1.2242	0 77.986	4.4
172	1	-3	6	1.2242	0 77.986	4.4
173	1	1	14	1.2189	0 78.390	1.0

No.	h	k	1	d [A] 2	Theta[deg]	I[%]
174	1	-4	3	1.21740	78.505	1.1
175	3	-1	14	1.21740	78.505	1.1
176	2	4	10	1.21450	78.729	0.4
177	-3	2	3	1.21450	78.729	0.4
178	0	4	0	1.21070	79.025	2.4
179	3	3	14	1.21070	79.025	2.4
180	3	-4	7	1.20300	79.631	1.5
181	1	5	10	1.20300	79.631	1.5
182	-3	4	5	1.19910	79.942	0.2
183	3	-3	10	1.19780	80.046	0.1
184	4	-2	2	1.19780	80.046	0.1
185	4	1	15	1.19360	80.385	0.1
186	2	-1	13	1.19030	80.654	0.1
187	1	3	0	1.18610	80.999	0.9
188	-2	5	9	1.18340	81.222	0.8
189	1	5	14	1.18340	81.222	0.8
190	2	4	16	1.17950	81.547	0.5
191	-1	-2	3	1.17640	81.808	4.2
192	4	0	6	1.17640	81.808	4.2
193	-1	6	9	1.17430	81.986	7.4
194	-4	4	0	1.17430	81.986	7.4
195	1	0	13	1.16740	82.576	0.2
196	2	-4	6	1.16400	82.870	0.2
197	-1	5	0	1.15920	83.289	0.7
198	4	1	9	1.15590	83.581	0.1
199	3	-5	4	1.15590	83.581	0.1

PDF CARD 01-070-6826





HASIL UJI FERROELEKTRIK



Gambar Kurva Histeresis Uji Ferroelektrik PbTiO₃ pada Temperatur 950°C (a) PbTiO₃ tanpa doping (b) 0.2 mol (c) 0.3 mol (d) 0.4 mol



Gambar Hasil Kurva Histeresis Uji Ferroelektrik dari PbTiO₃ yang didoping Fe₂O₃ pada 0.4 mol (a) 950°C, (b) 1050°C, (c) 1150°C, (d) PbTiO₃ tanpa doping

No	Doping	Temperatur	Medan Listrik	Polarisasi
		(°C)	Koersif	Remanensi
1	0.2 mol	950	0.541	16.56 x 10 ⁻¹²
2	0.3 mol	950	0.564	36.23 x 10 ⁻¹²
3	0.4 mol	950	0.588	67.29 x 10 ⁻¹²
4	0.4 mol	1050	0.5850	46.58 x 10 ⁻¹²
5	0.4 mol	1150	0.564	$44 \ge 10^{-12}$

Tabel 4. 4 Hasil Uji ferroelektrik

Persiapan Serbuk

Serbuk PbO dan TiO₂ ditimbang menggunakan timbangan digital yang dilakukan di Laboratorium Kimia Terapan Teknik Material dan Metalurgi ITS dengan massa PbO adalah 7.4 gram dan TiO₂ adalah 2.6 gram. Berikut adalah perhitungan komposisi Titanium dan Aluminium:

PbO : 74%at, massa atom = 223.2

 TiO_2 : 26%at, massa atom = 79.9

Perbandingan PbO dan TiO₂ = 1:1 $\$

 $\% wt Pb0 = \frac{(0.5 \times 223.2)}{(0.5 \times 79.9) + (0.5 \times 223.2)} \times 100\%$ $\% wt Pb0 = \frac{(111.6)}{(39.95) + (111.6)} \times 100\%$ $\% wt Pb0 = \frac{(111.6)}{(151.55)} \times 100\%$ $\% wt Pb0 = 0.74 \times 100\%$ % wt Pb0 = 74% $\% wt TiO_2 = \frac{(0.5 \times 79.9)}{(0.5 \times 79.9) + (0.5 \times 223.2)} \times 100\%$ $\% wt TiO_2 = \frac{(39.95)}{(39.95) + (111.6)} \times 100\%$ $\% wt TiO_2 = \frac{(39.95)}{(151.55)} \times 100\%$ $\% wt TiO_2 = 0.26 \times 100\%$ $\% wt TiO_2 = 26\%$ Total dari PbTiO₃ yang didoping Fe₂O₃ adalah 12 gram. Karena PbO tidak mengalami substitusi oleh Fe₂O₃, maka PbO yang digunakan adalah

 $=\frac{74}{100} \times 12 = 8,88$ gram

Sedangkan, karena Fe₂O₃ mensubstitusi Ti⁺⁴ perhitungannya adalah sebagai berikut

$$TiO_2 = \frac{26}{100} \times 12 = 3,12 \text{ gram}$$

Untuk 5 % dari TiO2 maka perhitugannya adalah

Berat dari $Fe_2O_3 = 0.05 \times 3.12 = 0.156$ gram

Berat dari Ti = 3.12 - 0.0312 = 2.97 gram

Untuk 1.25 % dari TiO₂ maka perhitungannya adalah

Berat dari $Fe_2O_3 = 0.0125 \text{ x } 3.12 = 0.039 \text{ gram}$

Berat dari Ti = 3.12 - 0.039 = 3.081 gram

Untuk 0.75% dari TiO₂ maka perhitungannya adalah

Berat dari $Fe_2O_3 = 0.0075 \times 3.12 = 0.0234$ gram

Berat dari Ti = 3.12 - 0.0234 = 0.097 gram

BIODATA PENULIS



Jennis Fitria, wanita kelahiran Bandar Lampung, 01 April 1993, merupakan anak terakhir dari empat bersaudara. Memulai pendidikan formal di TK Sejahtera IV, Bandar Lampung. Kemudian melanjutkan pendidikan di SD Sejahtera IV Bandar Lampung. Studi setelah itu dilanjutkan di SMPN 1 Bandar Lampung. Kemudian studi berlanjut di SMAN

12 Bandar Lampung dan melanjutkan studinya diJurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya. Penulis aktif dalam beberapa kegiatan organisasi kampus maupun luar kampus. Pada organisasi kampus penulis pernah menjabat sebagai staff Departemen Riset dan Teknologi Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi (HMMT FTI-ITS) periode 2012/2013. Penulis juga pernah menjabat sebagai seketaris pada tahun 2011/2012 pada kepengurusan UKM Kendo ITS. Pada tahun berikutnya penulis menjabat sebagai Ketua UKM Kendo ITS 2012/2013. Pada tahun 2013/201, penulis tetap menjadi Ketua UKM Kendo ITS. Penulis menjabat sebagai Ketua UKM Kendo ITS selama dua periode kepengurusan. Oraganisasi luar kampus, penulis mengikuti organisasi daerah Lampung (SACOM) dengan jabatan sebagai seketaris pada tahun 2012/2013. Dalam memulai keprofesiannya, penulis melaksanakan kerja praktek di PT. Dirgantara Indonesia, Bandung dengan tema NDT dari trailing Edge Pesawat Terbang. Material yang selalu berkembang dan tidak monoton, menyebabkan penulis untuk tertarik mengambil Tugas Akhir Material Inovatif.

E-mail : jennisfitria.jf@gmail.com