



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH DOPING MAGNESIUM TERHADAP
STRUKTUR KRISTAL BAHAN $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$
($X = 0; 0,15; 0,25, 0,35; 0,50$)**

TESIS

**MAYKEL T. E. MANAWAN
0606151021**

**PROGRAM PASCASARJANA
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA
SALEMBA
JULI 2009**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGARUH DOPING MAGNESIUM TERHADAP
STRUKTUR KRISTAL BAHAN $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$
($X = 0; 0,15; 0,25, 0,35; 0,50$)**

TESIS

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains

**MAYKEL T. E. MANAWAN
0606151021**

**PROGRAM PASCASARJANA
PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA
SALEMBA
JULI 2009**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Thesis ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar

Maykel T. E. Manawan

0606151021

09 Juli 2009

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh

Nama : Maykel T. E. Manawan
NPM : 0606151021
Program Studi : Ilmu Material
Judul : Pengaruh doping Magnesium terhadap struktur kristal bahan $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ ($x = 0; 0,15; 0,25; 0,35; 0,50$)

Telah berhasil dipertahankan dihadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Fisika Murni dan Terapan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Ketua Program Studi : Dr. Bambang Soegijono ()
Pembimbing : Dr. Budhy Kurniawan ()
Penguji I : Dr. Muhammad Hikam ()
Penguji II : Dr. Suhardjo Poertadji ()
Penguji III : Dr. Azwar Manaf, M.Met ()

Ditetapkan di : Jakarta
Tanggal : 09 Juli 2009

KATA PENGANTAR

Puji syukur pada Tuhan Yesus Kristus, karena berkat kasih-Nya saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Sains Jurusan Fisika pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan tesis ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Budhy Kurniawan, selaku pembimbing dengan penuh kesabaran memberikan inspirasi, motivasi, bimbingan dan semangat.
2. Bapak Dr. Bambang Soegijono, selaku Ketua Progran Studi Ilmu Material yang telah memberikan fasilitas untuk menyelesaikan tesis ini.
3. Bapak Dr. Muhammad Hikam, selaku penguji yang selalu memberi dorongan dan bimbingan.
4. Bapak Dr. Suhardjo Poertadji, selaku penguji yang selalu memberi perhatian untuk peningkatan mutu tesis ini.
5. Bapak Dr. Azwar Manaf, selaku penguji yang selalu memberi masukan dalam peningkatan pemahaman ilmu pengetahuan bagi penulis.
6. Bapak Erfan Handoko M.Si dan Bapak Priyono sebagai operator alat-alat pembuatan sampel atas keikhlasannya membantu.
7. Bapak Edi M.Si dari TOFI yang mengizinkan penulis untuk menggunakan alat milling dan penyediaan bahan untuk menyelesaikan tesis ini.
8. Mba Siti dan Staf TU program Material Science yang luar biasa membantu dalam segala hal administrasi.
9. Orang tua, Adik dan keluarga besar yang turut memberikan bantuan dan dukungan.
10. Teman-teman sependertaanku Yus Rama Denny yang selalu sabar dan selalu memberikan bantuannya dengan ikhlas, Pa Willius yang memberikan dukungan pada penyusunan tesis ini

11. Teman-teman Material Science seangkatan yang unik dan aneh atas canda tawanya yang selalu memberikan keceriahan selama perkuliahan berlangsung.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu, yang telah membantu dalam penyelesaian tesis ini. Semoga amal dan budi baik yang diberikan mendapat balasan kebaikan dan keberkahan dari Tuhan Yang Maha Esa, Amin.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penyusunan tesis ini, untuk itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun dari semua pihak. Penulis berharap semoga karya ini bisa memberikan kontribusi terhadap riset magnetik selanjutnya.



HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMISI

Sebagai civitas akademik Universitas Indonesia, saya bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Maykel T. E. Manawan
NPM : 0606151021
Program Studi : Ilmu Material
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis Karya : Tesis

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalty Non-Eksklusif (Non-exclusive Royalty Free Right) atas karya ilmiah saya yang berjudul:

”Pengaruh doping Magnesium terhadap struktur kristal bahan $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ ($x = 0; 0,15; 0,25; 0,35; 0,50$)”

beserta perangkat yang ada (bila diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalty Non-Eksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media / formatkan, mengelolanya dalam bentuk pangkalan data (database), mendistribusikannya dan menampilkan / mempublikasikannya di internet atau media lain untuk kepentingan akademis tanpa perlu meminta ijin penulis sebagai pemilik Hak Cipta. Segala bentuk tuntutan hukum yang timbul atas pelanggaran Hak Cipta dalam karya ilmiah ini menjadi tanggung jawab saya pribadi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Jakarta
Pada tanggal : 09 Juli 2009
Yang menyatakan

(Maykel T. E. MAnawan)

ABSTRAK

Nama : Maykel T. E. Manawan
Program Studi : Ilmu Material
Judul : **Pengaruh doping Magnesium terhadap struktur kristal bahan $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ ($x = 0; 0,15; 0,25; 0,35; 0,50$)**

Telah dilakukan sintesa dan karakterisasi bahan yang memiliki formula $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ ($x = 0; 0,15; 0,25; 0,35$ dan $0,50$) menggunakan metode *fine ceramics* dari bahan-bahan MgO , MnO_2 , dan La_2O_3 melalui perhitungan stoikiometri. Ketiga bahan tersebut dicampur dan dihaluskan dengan alat *High Energy Milling* pada variasi waktu 5, 8 dan 10 jam, kemudian dipanaskan pada suhu 1300°C selama 6 jam, dilanjutkan dengan proses dengan variasi waktu milling 5, 8 dan 10 jam, setelah itu dilakukan pemanasan ulang pada suhu 1100°C selama 24 jam. Seluruh bahan dasar dan setiap hasil proses dikarakterisasi dengan XRD untuk melihat evolusi fasa yang terjadi. Didapati fasa baru terbentuk setelah dilakukan pemanasan pertama. Proses milling yang makin lama ternyata memperkecil ukuran butir. Konsentrasi Mg yang makin meningkat juga ternyata turut memperkecil ukuran butir namun tidak dapat secara langsung dikorelasikan karena faktor dimensi antara ukuran butir dan parameter kisi sekitar sepuluh berbanding satu dalam diameter. *Refine* struktur kristal yang dilakukan dengan software GSAS menunjukkan bahwa parameter kisi pada struktur ortorombik berkurang dengan bertambahnya konsentrasi Mg karena ukuran jari-jari ion Mg^{2+} lebih kecil dari jari-jari ion Mn^{2+} . Sampel LaMnO_3 , $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$, $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$, $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ merupakan fasa tunggal dengan struktur kristal ortorombik dan $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ mempunyai struktur kristal rombohedral (trigonal). Konsentrasi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ terdiri dari dua kristal perovskite (*double perovskite*) yang tersusun pada arah kisi c yang diperlihatkan dari ukuran kisi c yang dua kali lebih besar dibanding dengan kisi a dan b. Karakterisasi dengan SEM memperlihatkan tren yang sama dengan hasil perhitungan ukuran butiran dengan menggunakan metode Sherrer dari hasil XRD, dimana makin lama waktu milling makin kecil ukuran butirannya dan makin banyak konsentrasi Mg juga makin kecil ukuran butirannya.

Kata kunci : $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$, milling, kristal perovskite.

ABSTRACT

Name : Maykel T. E. Manawan
Study Program : Material Science
Title : **The influences of Magnesium doping toward crystal structure on the material of $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ ($x = 0; 0,15; 0,25; 0,35; 0,50$)**

The research of crystal structure characteristic and synthesis on $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ ($x = 0; 0,15; 0,25; 0,35; 0,50$) using MgO , MnO_2 and La_2O_3 components reaction based on stoichiometry measurement had been done. The three materials are mixed and grinded by using High Energy Milling about 5, 8 and 10 hours, then heated in 1300°C about 6 hours, continued by milling process about 5, 8 and 10 hours. After reheated in 1100°C about 24 hours, all basic materials and the result of the process are characterized by using XRD to know the phase of evolution occurred. A new phase formed after doing firstly heated. The milling process which takes much time, is believed can minimize grain size. The developed Mg concentration also influences minimizing the grain size but it cannot be correlated directly because of dimension factor between the size of grain and d parameter about 10 to 1 in differences in diameter. Refinement of the structure of crystal which is done by software GSAS shows that d parameter in Orthorhombic structure decreases and Mg concentration increases as well. It happens because the size of Mg^{2+} radii ion is smaller than Mn^{2+} radii ion. Samples LaMnO_3 , $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$, $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$, $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ are single phase in Orthorhombic crystal structure and $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ has rhombohedral crystal structure (trigonal). $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ concentration consists of double perovskite crystal which are formed in d . It is shown from the size of d which is bigger than a and b . Characterizing by using SEM shows a same trend with sum of grain size by using Scherrer method in XRD result. It is shown that if the longer milling process the smaller the grain size and more Mg concentration also the smaller the grain size.

Key word : $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$, milling time, crystal perovskite.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Pembatasan Masalah	2
1.3 Tujuan penelitian	2
1.4 Sistematika Penulisan	3
2. TINJAUAN LITERATUR	4
2.1 Perovskite	4
2.2 Bahan $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$	5
2.3 Teori Dasar Sinar X	10
2.3.1 Brehmsstrahlung	12
2.3.1 Sinar X Karakteristik	12
2.3.3 X ray diffractometer (XRD)	14
2.4 Scanning Electron Microscope (SEM)	16
2.5 Kristal	19
2.5.1 Kisi Kristal	19
2.5.2 Parameter Kisi	20
2.5.3 Sistim Kristal	20
2.5.4 Indeks Miller	21
2.5.5 Jarak Antar Bidang Kristal	22
2.5 Ukuran Butir	23
3. METODE PENELITIAN	24
3.1 Tempat Penelitian	24
3.2 Bahan dan Metode Penelitian	24
3.2.1 Preparasi Bahan	26
3.2.1.1 Preparasi bahan $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$	26
3.2.1.2 Preparasi bahan $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$	27
3.2.2 Pencampuran Bahan Dasar	27
3.2.3 Pemanasan Sampel dan Kompaksi	28
3.3 Karakterisasi Sampel	29
3.3.1 X-ray Diffraction	29

3.3.1.1 Preparasi Sampel	29
3.3.1.2 Spesifikasi XRD	29
3.3.1.3 Prosedur Pemakaian XRD	30
3.3.2 <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	32
3.3.2.1 Preparasi Sampel	32
3.3.2.2 Spesifikasi SEM	32
3.3.2.3 Prosedur Penggunaan SEM	33
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	34
4.1 Karakterisasi Bahan Dasar	34
4.1.1 La ₂ O ₃	34
4.1.2 MgO	36
4.1.3 MnO ₂	37
4.2 Interpretasi hasil XRD	39
4.2.1 Hasil XRD Milling Pertama	39
4.2.2 Hasil XRD Pemanasan Pertama	42
4.2.3 Hasil XRD Milling Kedua	46
4.2.4 Hasil XRD Pemanasan Kedua	49
4.2.5 Hasil XRD Proses Milling 5 jam	52
4.2.6 Hasil XRD Proses Milling 8 jam	54
4.2.7 Hasil XRD Proses Milling 10 jam	57
4.3 Identifikasi XRD Milling dan Komposisi pada Proses Kedua	60
4.4 Analisa Ukuran Butir dengan Metode Scherer	62
4.4.1 Pengaruh Waktu Milling Terhadap Ukuran Butiran pada Milling Kedua	62
4.4.2 Pengaruh Komposisi Terhadap Ukuran Butiran pada Milling Kedua	63
4.4.1 Pengaruh Komposisi Terhadap Ukuran Butiran pada Pemanasan Kedua	64
4.5 Refinement GSAS Sampel LaMg _x Mn _{1-x} O ₃ Pada Akhir Proses	60
4.5.1 Refinement GSAS Variasi Milling pada x = 0,25	66
4.5.2 Refinement GSAS Variasi Komposisi Pada Milling 5 jam	68
4.6 Analisis Parameter Kivi dan Volume Kristal	70
4.7 Posisi Atom Kristal LaMg _x Mn _{1-x} O ₃	74
4.8 Hasil SEM Variasi Milling dan Komposisi Pada Proses Akhir	76
4.8.1 Identifikasi SEM pada Variasi Milling dengan x = 0,25	76
4.8.2 Identifikasi SEM pada komposisi dengan waktu Milling 5 jam	77
5. KESIMPULAN DAN SARAN	80
5.1 Kesimpulan	80
5.2 Saran	82
DAFTAR REFERENSI	83
LAMPIRAN	86

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Jari-jari atom efektif (R) untuk masing-masing ion	7
Tabel 2.2 Energi ionisasi beberapa atom ringan	10
Tabel 3.1 Bahan Dasar Penelitian	24
Tabel 3.2 Komposisi Bahan Dasar $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$	27
Tabel 4.1 Data Karakteristik Bahan La_2O_3	35
Tabel 4.2 Data Karakteristik Bahan MgO	37
Tabel 4.3 Data Karakteristik Bahan MnO_2	38
Tabel 4.4 Hasil perhitungan ukuran butir untuk variasi waktu milling setelah	62
Tabel 4.5 Hasil perhitungan ukuran butir untuk variasi komposisi setelah proses milling kedua pada sampel dengan waktu milling 5 jam	63
Tabel 4.6 Hasil perhitungan ukuran butir untuk variasi komposisi setelah proses pemanasan kedua pada sampel dengan waktu milling 5 jam	64
Tabel 4.7 Data input untuk refinement GSAS	65
Tabel 4.8 Hasil Refinement GSAS untuk variasi milling	67
Tabel 4.9. Hasil Refinement GSAS untuk variasi komposisi	70
Tabel 4.10. Jari-jari ion beberapa unsur	71
Tabel 4.11. Parameter kisi pada beberapa variasi komposisi	71
Tabel 4.12. Posisi atom pada beberapa variasi komposisi	74

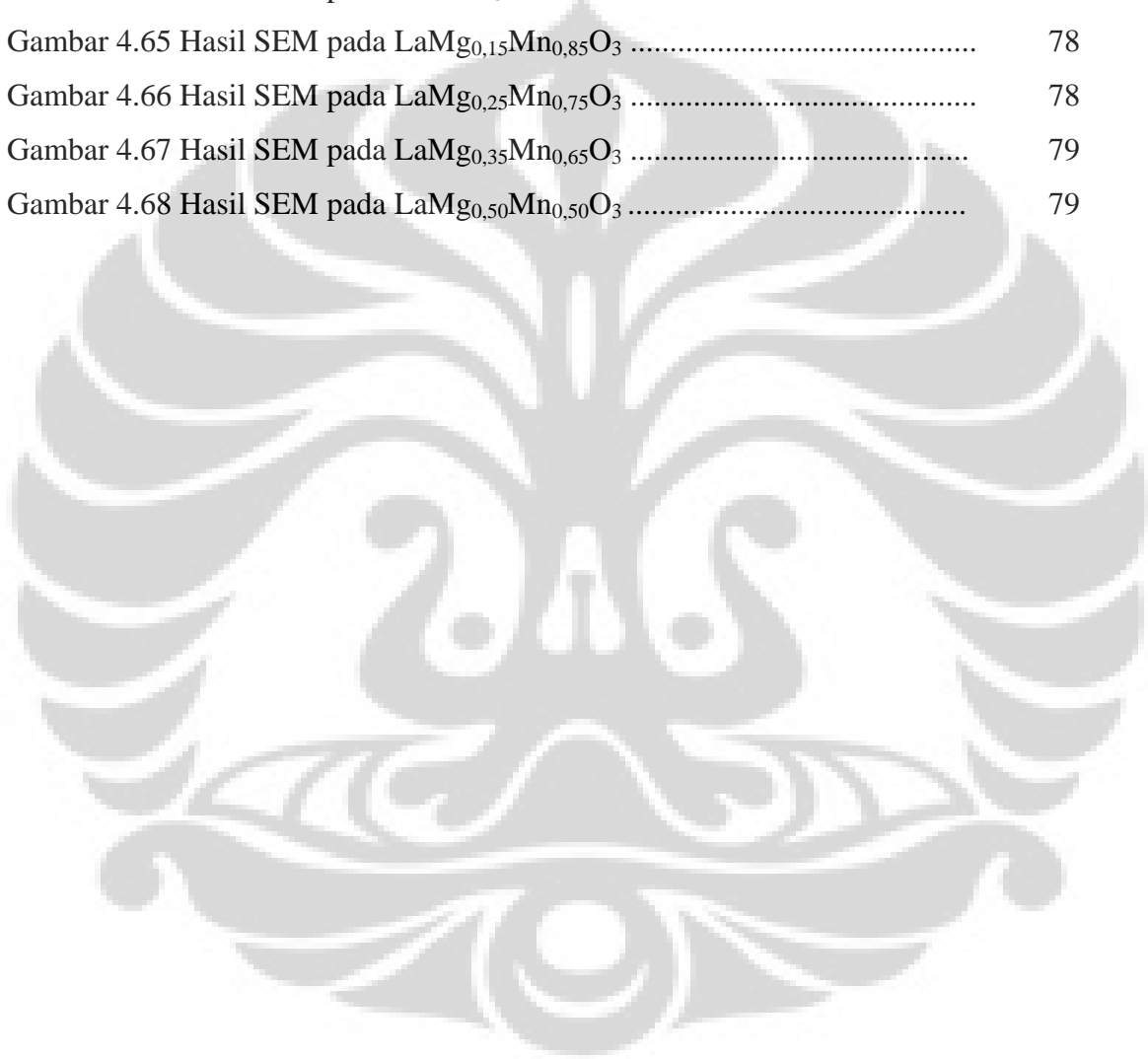
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Kristal Perovskite	4
Gambar 2.2 Perbandingan grafik pola difraksi untuk (a) bahan $\text{La}_{0,95}\text{Mg}_{0,05}\text{MnO}_3$ dan $\text{La}_{0,95}\text{MnO}_3$ (b) $\text{La}_{0,7}\text{Ca}_{0,3}\text{MnO}_3$, $\text{La}_{0,67}\text{Mg}_{0,33}\text{MnO}_3$ dan $\text{La}_{0,7}\text{MnO}_3$	7
Gambar 2.3 Pola difraksi saat suhu kamar (a) $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ (paling bawah $x = 0,1$ paling atas $x = 0,5$) (b) $\text{LaMg}_{0,4}\text{Mn}_{0,6}\text{O}_3$ (bawah) dan $\text{LaMg}_{0,5}\text{Mn}_{0,5}\text{O}_3$ (atas)	8
Gambar 2.4 Pola difraksi sinar x untuk sistim $\text{LaMg}_{0,9}\text{Li}_{0,1}\text{O}_{3,005}$, $\text{LaMn}_{0,8}\text{Mg}_{0,2}\text{O}_{3,045}$ dan $\text{LaMnO}_{3,12}$	9
Gambar 2.5 Skema Produksi Sinar X	11
Gambar 2.6 Sinar-X <i>bremstarhlung</i>	12
Gambar 2.7 Sinar-X karakteristik	13
Gambar 2.8 Berkas sinar-x konstruktif dan destruktif	14
Gambar 2.9 Hamburan sinar-X pada kristal	15
Gambar 2.10 Skema XRD	16
Gambar 2.11 Jenis signal yang dihasilkan sampel	17
Gambar 2.12 Skema SEM	18
Gambar 2.13 Sistem dan kisi kristal	19
Gambar 2.14 Parameter kisi.....	20
Gambar 2.15 7-sistem kristal dan 14-kisi bravais.....	21
Gambar 2.16 Bidang kristal pada berbagai indeks miller.....	22
Gambar 3.1 Alur Penelitian bahan $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$	25
Gambar 3.2 Timbangan Digital	27
Gambar 3.3 (a) Vial tempat sampel (b) HEM SPEX CertiPrep 8000M Mixer	28
Gambar 3.4 (a). Alat Kompaksi (b). Alat pemanas High Temperature Furnace ..	28
Gambar 3.5 Posisi Sampel untuk karakterisasi XRD	29
Gambar 3.6 Alat Difraksi Sinar X	31

Gambar 3.7 Diagram Alir Preparasi SEM	32
Gambar 4.1 Pola difraksi Sinar X bahan La_2O_3	34
Gambar 4.2 Pola difraksi sinar x untuk La_2O_3 di database	35
Gambar 4.3 Pola difraksi Sinar X bahan MgO	36
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar x untuk MgO di database	36
Gambar 4.5 Pola difraksi Sinar X bahan MnO_2	37
Gambar 4.6 Pola difraksi sinar x untuk MnO_2 di database	38
Gambar 4.7 Pola difraksi sinar x untuk LaMnO_3 milling pertama	39
Gambar 4.8 Pola difraksi sinar x untuk $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ milling pertama	40
Gambar 4.9 Pola difraksi sinar x untuk $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ milling pertama	40
Gambar 4.10 Pola difraksi sinar x untuk $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ milling pertama	41
Gambar 4.11 Pola difraksi sinar x $\text{LaMg}_{0,5}\text{LaMg}_{0,5}\text{Mn}_{0,5}\text{O}_3$ milling pertama	41
Gambar 4.12 Pola difraksi LaMnO_3 untuk pemanasan pertama	42
Gambar 4.13. Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ untuk pemanasan pertama	43
Gambar 4.14 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk pemanasan pertama	43
Gambar 4.15 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk pemanasan pertama	44
Gambar 4.16 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk pemanasan pertama	44
Gambar 4.17 Diagram fasa pembentukan LaMnO_3	45
Gambar 4.18 Pola difraksi LaMnO_3 untuk milling kedua	46
Gambar 4.19 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ untuk milling kedua	46
Gambar 4.20 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk milling kedua	47
Gambar 4.21 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk milling kedua	48
Gambar 4.22 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk milling kedua	48
Gambar 4.23 Pola difraksi LaMnO_3 untuk pemanasan kedua	49
Gambar 4.24 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ untuk pemanasan kedua	49
Gambar 4.25 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk pemanasan kedua	50
Gambar 4.26 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk pemanasan kedua	50
Gambar 4.27 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk pemanasan kedua	51
Gambar 4.28 Pola difraksi LaMnO_3 untuk milling 5 jam	52
Gambar 4.29 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ untuk milling 5 jam	52

Gambar 4.30 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk milling 5 jam	53
Gambar 4.31 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk milling 5 jam	53
Gambar 4.32 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk milling 5 jam	54
Gambar 4.33 Pola difraksi LaMnO_3 untuk milling 8 jam	54
Gambar 4.34 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ untuk milling 8 jam	55
Gambar 4.35 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk milling 8 jam	55
Gambar 4.36 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk milling 8 jam	56
Gambar 4.37 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk milling 8 jam	56
Gambar 4.38 Pola difraksi LaMnO_3 untuk milling 10 jam	57
Gambar 4.39 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ untuk milling 10 jam	57
Gambar 4.40 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk milling 10 jam	58
Gambar 4.41 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk milling 10 jam	58
Gambar 4.42 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk milling 10 jam	59
Gambar 4.43 Pola difraksi variasi milling pada pemanasan kedua	60
Gambar 4.44 Pola difraksi variasi komposisi, milling 10 jam, pemanasan kedua.....	61
Gambar 4.45 Pengaruh waktu milling terhadap ukuran butir	62
Gambar 4.46 Pengaruh konsentrasi Mg pada $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ milling kedua	63
Gambar 4.47 Pengaruh konsentrasi Mg pada $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ pemanasan kedua ...	64
Gambar 4.48 Hasil Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ milling 5 jam ...	66
Gambar 4.49 Hasil Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ milling 8 jam ..	66
Gambar 4.50 Hasil Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ milling 10 jam ..	67
Gambar 4.51 Hasil Refinement GSAS Sampel LaMnO_3 milling 5 jam	67
Gambar 4.52 Hasil Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ milling 5 jam ...	66
Gambar 4.53 Hasil Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ milling 5 jam ..	66
Gambar 4.54 Hasil Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ milling 5 jam ..	67
Gambar 4.55 Hasil Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ milling 5 jam ..	67
Gambar 4.56 Pengaruh waktu milling terhadap parameter kisi a	71
Gambar 4.57 Pengaruh waktu milling terhadap parameter kisi b	72
Gambar 4.58 Pengaruh waktu milling terhadap parameter kisi c	72

Gambar 4.59 Pengaruh waktu milling terhadap volume satu unit sel	73
Gambar 4.60 Sistem kristal $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{(1-x)}\text{O}_3$	75
Gambar 4.61 Hasil SEM $x = 0,25$ pada milling 5 jam	76
Gambar 4.62 Hasil SEM $x = 0,25$ pada milling 8 jam	76
Gambar 4.63 Hasil SEM $x = 0,25$ pada milling 10 jam	77
Gambar 4.64 Hasil SEM pada LaMnO_3	77
Gambar 4.65 Hasil SEM pada $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$	78
Gambar 4.66 Hasil SEM pada $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$	78
Gambar 4.67 Hasil SEM pada $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$	79
Gambar 4.68 Hasil SEM pada $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$	79



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Kurva Gaussian untuk perhitungan ukuran butiran	87
Lampiran 2 Diagram Fasa LaMnO_3	90



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Material perovskite yang memiliki formula umum ABX_3 telah menjadi bahan riset yang menarik akhir-akhir ini, karena memiliki sifat magnet dan listrik yang unik, terutama resistansi negatif yang cukup besar saat diberikan medan magnet luar. Beberapa contoh material perovskite adalah $CaMnO_3$, $LaMnO_3$, $YAlO_3$, $CaSnO_3$ dan $NaWO_3$. Dimulai dari penelitian yang dilakukan oleh G.H Jonker dan J.H van Santen [1950] untuk menentukan magnetoresistansi bahan pada formula $RMnO_3$ ($R = La, Ca, Pb, Sr, Ba, Cd$), mereka menemukan kisaran sekitar 0,8 - 1%. Penelitian yang dilakukan Damay [1977] pada formula $A_{0,5}B_{0,5}MnO_3$ ($A = La, Ng, Gd$ dan $B = Ca, Sr, Ba$) memberikan rasio magnetoresistan pada kisaran 16 - 18%. Berdasarkan apa yang dilakukan Damay, Gross [2000] melakukan metoda variasi penambahan Ca kedalam matriks $LaMnO_3$ dengan formula $La_{1-x}Ca_xMnO_3$ yang menghasilkan rasio magnetoresistan 18-20%.

Rasio magnetoresistan yang besar tersebut kemudian diaplikasikan pada bidang elektronik seperti proximity sensor, read head pada hard disk, biomagnetic sensor dan sebagainya. Namun semenjak ditemukannya efek *Giant Magnetoresistansi (GMR)* pada tahun 1995 A.Fert, P. Grunberg et-al [1995] revolusi elektronik dalam penyimpanan data dan sensor magnetik berkembang pesat bahkan mulai dilakukan penelitian untuk mengembangkan peranti berdasarkan orientasi spin electron atau spintronika.

Berdasarkan penelitian-penelitian sebelumnya, pada kesempatan ini akan dilakukan penelitian pada bahan maagnetoresistan paduan $LaMn_{(1-x)}Mg_xO_3$. Formula ini digunakan karena paduan $La_{(1-x)}Mg_xMnO_3$ masih menjadi kontroversi antara Zhao et al. [2000] dan Joly et al. [2001]. Zhao et al. melaporkan bahwa mereka berhasil mensintesa $La_{0,95}Mg_{0,05}MnO_3$ dengan kemungkinan terbentuknya ferromagnetik ideal. Namun oleh Joly et al.

kesimpulan tersebut dipertanyakan, karena berdasarkan pengamatan pola difraksi sinar-X (XRD) pada $\text{La}_{0,95}\text{Mg}_{0,05}\text{MnO}_3$ sama dengan $\text{La}_{0,95}\text{MnO}_3$, demikian juga $\text{La}_{0,67}\text{Mg}_{0,33}\text{MnO}_3$ sama dengan $\text{La}_{0,67}\text{MnO}_3$, sehingga Joly et al. menyimpulkan bahwa Mg tidak mungkin mensubstitusi La. Lebih lanjut pada penelitian Blasco et al. [2004] pada komposisi $\text{LaMn}_{(1-x)}\text{Mg}_x\text{O}_3$ ($x = 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5$), memperkuat pendapat Joly et al.

Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut serta adanya kontroversi diantara beberapa peneliti sebelumnya maka penelitian dilakukan untuk mengulangi eksperimen namun pada beberapa parameter berbeda khususnya pada banyaknya doping Mg^{2+} pada komposisi $\text{LaMn}_{(1-x)}\text{Mg}_x\text{O}_3$ ($x = 0,0; 0,15; 0,25, 0,35; 0,50$) dengan variasi milling 5, 8 dan 10 jam.

1.2 Batasan Masalah

Karena begitu luas cakupan penelitian pada bahan yang berbasis manganat, maka penulis membatasi permasalahan pada beberapa parameter berikut ini:

1. Sintesa $\text{LaMn}_{(1-x)}\text{Mg}_x\text{O}_3$ dari bahan dasar La_2O_3 , MnO_2 dan MgO .
2. Pola difraksi sinar-x untuk komposisi dan waktu milling yang berbeda.
3. Pengaruh komposisi dan waktu milling terhadap ukuran butir.
4. Pengaruh doping Mg terhadap struktur Kristal LaMnO_3 .

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan uraian diatas, maka penelitian ini dibuat untuk mengetahui beberapa hal yang sebelumnya belum dilakukan, yaitu:

1. Mempelajari pembuatan sample $\text{La}_x\text{Mg}_{1-x}\text{MnO}_3$ dengan metode serbuk pada variasi $x = 0,00; 0,35; 0,50$ dan perlakuan terhadap sampel.
2. Mempelajari perubahan parameter kristal pada sampel $\text{La}_x\text{Mg}_{1-x}\text{MnO}_3$ dengan nilai $x=0,00$; $x=0,35$; $x=0,50$.

3. Mempelajari pengaruh konsentrasi doping Mg terhadap distribusi ukuran butir sampel $\text{La}_x\text{Mg}_{1-x}\text{MnO}_3$

1.4 Sistematika Penulisan

Sistematika di dalam penulisan tesis ini adalah

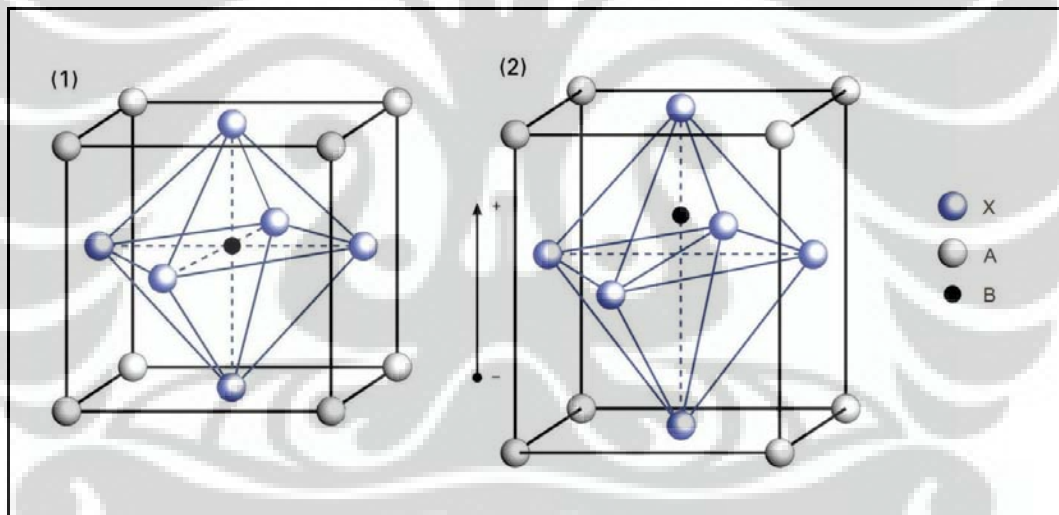
- | | | |
|-------|-----------------------|---|
| Bab 1 | Pendahuluan | Terdiri dari latar belakang, tujuan, rumusan masalah dan sistematika penulisan. |
| BAB 2 | Tinjauan literatur | Meliputi, pemahaman tentang material manganat, difraksi Sinar-X, SEM, struktur kristal dan ukuran butir. |
| Bab 3 | Metodologi penelitian | Menjelaskan alur penelitian, proses preparasi, karakteristik sampel, pengukuran dan pengolahan data. |
| Bab 4 | Hasil dan Pembahasan | Merupakan interpretasi hasil pengukuran dari bahan dasar sampai pada karakterisasi sample, pengolahan dan pembahasan data hasil pengukuran. |
| Bab 5 | Kesimpulan dan saran | Merupakan inti sari dari seluruh kegiatan penelitian yang juga merupakan jawaban dari tujuan yang ingin dicapai. |

BAB 2

TINJAUAN LITERATUR

2.1 Perovskite

Perovskite adalah semua material memiliki susunan kristal yang menyerupai struktur kristal kalsium titanium oksida (CaTiO_3). Mineral *perovskite* pertama kali ditemukan oleh Gustav Rose (1839) di sekitar pegunungan Ural, Russia. Diberi nama berdasarkan pada seorang ahli mineral Russia L. A. Perovski (1792-1856). Formula umum dari material ini adalah ABX_3 , dimana A dan B adalah kation dengan ukuran atom yang cukup jauh berbeda dan X adalah anion yang mengikat keduanya. Struktur kristal perovskite ditunjukkan pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur kristal perovskite

Material berstruktur perovskite memiliki banyak sifat unik baik secara teoritis maupun eksperimental. Beberapa contoh sifat yang terkandung dalam material ini adalah *colossal magnetoresistance*, *ferroelectricity*, *superconductivity*, *charge ordering*, *spin dependent transport* dan lain sebagainya, namun yang paling banyak diteliti adalah magnetik dan elektron transport propertinya. material ini banyak digunakan untuk aplikasi sensor dan katalis pada

fuel cell, selain itu juga material ini merupakan calon media penyimpanan pada aplikasi elektronika lanjut yaitu spintronika.

Struktur perovskite banyak terdapat pada formula oksida ABO_3 . Pada struktur kubik ideal, atom A terletak di kedelapan pojoknya (0,0,0) sedangkan atom B terletak ditengah kubusnya (1/2,1/2,1/2) dan atom oksigen ada pada ke enam sisi kubusnya (1/2,1/2,0). Namun pada kenyataanya tidak ada struktur perovskite ideal, selalu saja ada distorsi pada struktur atomnya karena berbagai hal yang berhubungan dengan properti material penyusunnya, proses sintesa, suhu dan sebagainya.

2.2 Bahan $LaMg_xMn_{1-x}O_3$

Dewasa ini banyak bahan-bahan yang ditemukan dan memperlihatkan perilaku giant magneto resistan terutama pada bahan yang memiliki komposisi $RMnO_3$ dimana R adalah unsur-unsur *rare earth* (La, Nd atau Pr). Pelopor penelitian dari bahan ini adalah G.H Jonker dan J.H van Santen [1950] yang dilakukan pada tahun 1950. Mereka menerbitkan beberapa review dari system biner $LaMnO_3-SrMnO_3$, $LaMnO_3-BaMnO_3$, $LaMnO_3-CdMnO_3$ dan $LaMnO_3-PbMnO_3$, Mangan (Mn) terpilih sebagai ion magnetik sebab pada paduan $LaMnO_3$, mangan menunjukkan sifat ferromagnetic pada suhu rendah. Namun rasio magnetoresistansi yang mereka dapatkan hanya berkisar pada 0,8 – 1% saja.

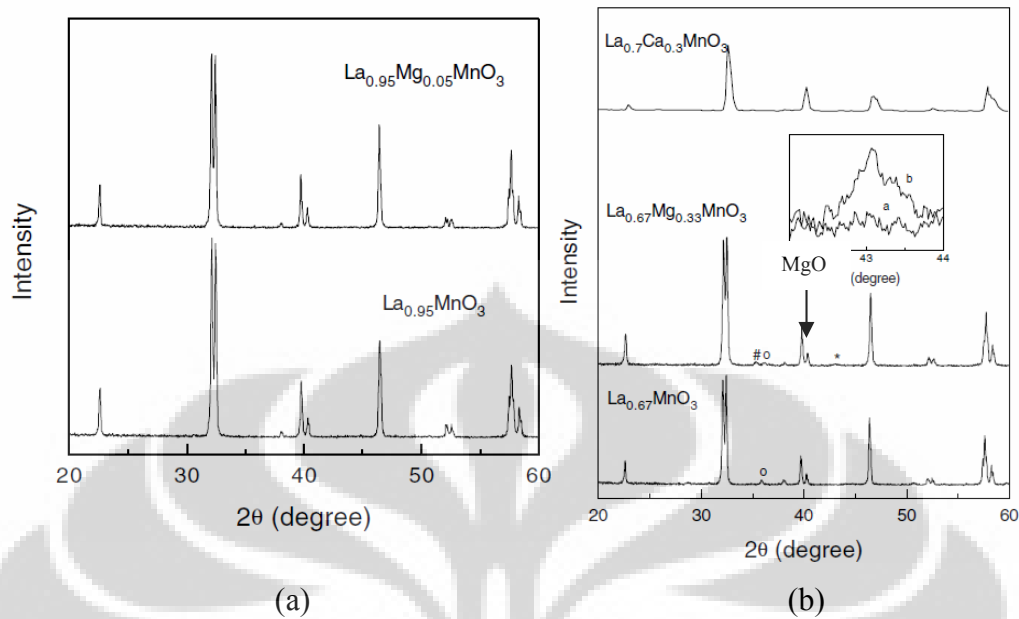
Struktur perovskite ini dikatakan stabil hanya jika memiliki faktor toleransi seperti dirumuskan dalam persamaan :

$$t = \frac{(r_A + r_O)}{(r_{Mn} + r_O)\sqrt{2}} \dots\dots\dots (2.1)$$

Dengan r_A adalah jari-jari ion A, r_O adalah jari-jari O^{2-} di dalam struktur, dan r_{Mn} adalah jari-jari rata-rata ion Mn^{3+} / Mn^{4+} . Jonker dan Van Santen menggambarkan parameter ini untuk system biner dan membandingkan hasil mereka dengan pengamatan. Mereka dapat menghitung harga t dengan menggunakan jari-jari Goldschmidt sekitar ($0,85 < t < 0,96$). Untuk mndapatkan nilai t yang akurat, diperlukan modifikasi jari-jari Goldschmidt dengan menghitung jumlah koordinasi dari jari-jari masing-masing ion di dalam struktur perovskit tersebut (Warren et al, 1996). Penelitian yang dilakukan Damay pada

formula $A_{0,5}B_{0,5}MnO_3$ ($A = La, Ng, Gd$ dan $B = Ca, Sr, Ba$) memberikan rasio magnetoresistansi pada kisaran 16 - 18% (Damay et al, 1977). Berdasarkan apa yang dilakukan Damay, Gross melakukan metoda variasi penambahan Ca kedalam matriks $LaMnO_3$ dengan formula $La_{1-x}Ca_xMnO_3$ yang menghasilkan rasio magnetoresistansi 18 - 20% (Gross et al, 2000).

Karakteristik bahan magnetoresistansi yang unik dari komposisi ini mendorong para peneliti untuk mengembangkannya lebih lanjut sampai menimbulkan beberapa kontroversi untuk jenis paduan tertentu, seperti komposisi yang akan didapatkan jika $LaMnO_3$ di dopping dengan MgO yang dilakukan oleh peneliti Zhao et al (Zhao et al., 2000; 2002) melihat pengaruh spacer Mg terhadap sifat magnet dan konduktivitas elektron dengan melakukan sintesa $La_{1-x}Mg_xMnO_3$ ($0,45 \leq x \leq 0,6$) (Zhao et a., 2002) dan melaporkan bahwa $La_{0,95}Mg_{0,05}MnO_3$ merupakan sistim ferromagnetik yang ideal dan menunjukkan karakter yang unik dengan metode metalurgi serbuk dan seiring penambahan atom Mg nilai resistivitas bahan $La_{1-x}Mg_xMnO_3$ juga mengalami kenaikan. Namun hasil penelitian dari Zhao masih menjadi kontroversi, seperti yang di laporkan oleh Joly et al (Jolly et al., 2001) dengan melakukan pengukuran XRD pada bahan $La_{0,95}Mg_{0,05}MnO_3$ dibandingkan dengan bahan $La_{0,95}MnO_3$. Hasil yang didapatkan Joly et al menyatakan bahwa grafik pola difraksi identik antara $La_{0,95}Mg_{0,05}MnO_3$ dan $La_{0,95}MnO_3$ memiliki struktur kristal yang sama yaitu rhombohedral dengan fasa perovskite dan tidak ditemukannya puncak-puncak milik atom Mg. Bahkan Joly et al juga melakukan pengukuran XRD untuk $La_{0,67}Mg_{0,33}MnO$ dan $La_{0,67}MnO_3$ yang dibandingkan dengan $La_{0,7}Ca_{0,3}MnO_3$ yang dibuat sesuai dengan kondisi yang sama dari penelitian Zhao et al (Zhu et al., 2000). Dari grafik pola difraksi ketiga paduan dapat dilihat pada Gambar 2.6 didapatkan bahwa puncak-puncak untuk atom Mg sangat lemah dan terbentuk sebagai fasa impuritas tersendiri.



Gambar 2.2. Perbandingan grafik pola difraksi untuk (a) bahan $\text{La}_{0,95}\text{Mg}_{0,05}\text{MnO}_3$ dan $\text{La}_{0,95}\text{MnO}_3$ (b) $\text{La}_{0,7}\text{Ca}_{0,3}\text{MnO}_3$, $\text{La}_{0,67}\text{Mg}_{0,33}\text{MnO}_3$ dan $\text{La}_{0,67}\text{MnO}_3$ (Jolly et al., 2001)

Sumber : telah diolah kembali

Kondisi atom La^{3+} tidak dapat digantikan dengan atom Mg^{2+} dapat dijelaskan dengan teori kelarutan *solid state reaction* (Van Vlack, 2001). Atom Mg tidak dapat menggantikan atom La dalam paduan LaMnO_3 karena memiliki jari-jari atom yang lebih kecil dibandingkan dengan atom Mn (ditunjukkan pada tabel 2.1). Jari-jari ion Mn^{2+} lebih besar dan hampir sama dengan jari-jari ion La^{3+} dibandingkan dengan ion Mg^{2+} sehingga kemungkinan besar ion Mn^{2+} yang memiliki andil untuk substitusi menggantikan ion La^{3+} dibandingkan Mg^{2+} saat keduanya berada bersamaan dalam paduan.

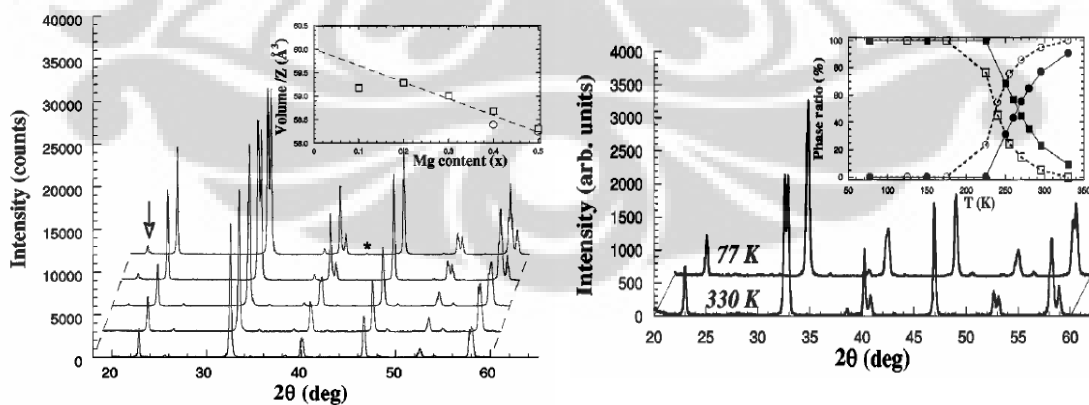
Tabel 2.1. Jari-jari atom efektif (R) untuk masing-masing ion (Jolly et al., 2001)

ion	La^{3+}	Mn^{2+}	Mg^{2+}	Pb^{2+}	Sr^{2+}	Ca^{2+}
R (Å)	1,16	0,96	0,89	1,33	1,26	1,12

Sumber : telah diolah kembali

Senada dengan yang diungkapkan Joly et al, Blasco juga mengemukakan bahwa atom Mn akan menggantikan sejumlah atom Mn pada bahan LaMnO_3 (Blasco et al., 2004) dengan melakukan sintesa paduan $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ ($x = 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; \text{ dan } 0,5$) untuk melihat struktur dan sifat kemagnetan yang dimiliki. Dari identifikasi fasa hasil XRD yang dilakukan Blasco et al menunjukkan untuk bahan paduan dengan $x = 0,5$ sulit untuk diidentifikasi sedangkan nilai x yang lainnya menunjukkan fasa tunggal. $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ merupakan keluarga oksida perovskite, ABO_3 , A merupakan kation terbesar yang koordinasi (dalam hal ini La) sementara bagian B diisi dengan kation terkecil yang dikelilingi 6 oksigen (Mn dan Mg).

Untuk $x \leq 0,3$ dapat diidentifikasi sebagai struktur orthorombik dengan space group Pbnm seperti halnya bahan perovskite yang lain, GdFeO_3 . Sedangkan pada $x \geq 0,4$ memiliki dua fasa yaitu rombohedral (fasa utama) dan fasa monoklinik (minoritas) untuk $x = 0,4; 0,5$, dengan space group $R\bar{3}$. Hal ini menurut Blasco terjadi adanya peningkatan pergeseran fasa dari ketidak homogenan atau perubahan struktur fasa pada suhu ruang yang memang terjadi di sistim ini. Untuk konfirmasi ini dilakukan XRD pada sampel $\text{LaMg}_{0,4}\text{Mn}_{0,6}\text{O}_3$ dan $\text{LaMg}_{0,5}\text{Mn}_{0,5}\text{O}_3$ yang dapat dilihat pada Gambar 2.7. Kesimpulan yang diambil Blasco bahwa $\text{LaMg}_{0,4}\text{Mn}_{0,6}\text{O}_3$ dan $\text{LaMg}_{0,5}\text{Mn}_{0,5}\text{O}_3$ termasuk kristal double perovskite $\text{A}_2\text{BB}'\text{O}_6$ seperti $\text{La}_2\text{MnMgO}_6$.



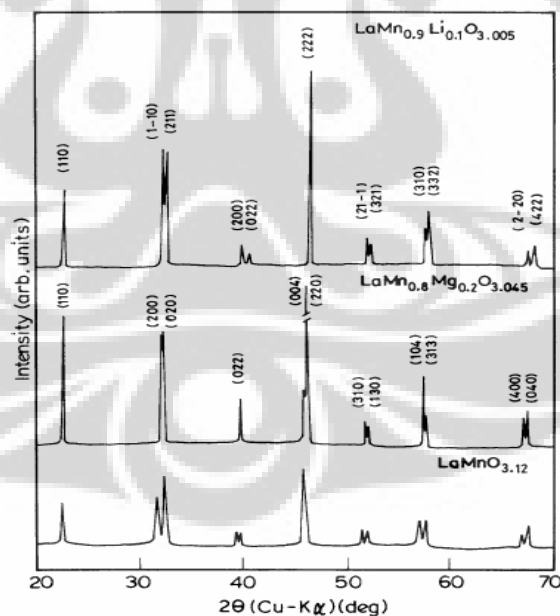
(a).

(b).

Gambar 2.3. Pola difraksi saat suhu kamar (a) $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ (paling bawah $x = 0,1$ paling atas $x = 0,5$) (b) $\text{LaMg}_{0,4}\text{Mn}_{0,6}\text{O}_3$ (bawah) dan $\text{LaMg}_{0,5}\text{Mn}_{0,5}\text{O}_3$ (atas) (Blasco et al., 2004).

Sumber : telah diolah kembali

Beberapa peneliti seperti Kutty mengkaji sifat transport listrik dan magnetoresistansi dari sistim $\text{LaM}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_{3+\delta}$ yang disubsitusi oleh ion diamagnetik ($M = \text{Li}, \text{Mg}, \text{Ti}$) dengan menggunakan metode *wet chemical* yang melibatkan reaksi redoks (Kutty et al., 2000). Dari hasil penelitian oleh Kutty et al disimpulkan bahwa dengan di subsitusi ion diamagnetik kedalam Mn pada matriks LaMnO_3 dapat menurunkan secara drastis nilai resistivitas pada temperatur ruang (dari ~ 368 sampai $\sim 10 \Omega\cdot\text{cm}$) bahkan penambahan bahan diamagnetik juga berpengaruh pada konsentrasi ion Mn^{4+} . Penambahan atom Mg dibandingkan dengan doping yang lain memiliki nilai MR negatif yang besar sebesar 0,8 pada sampel $\text{LaMg}_{0,8}\text{Mn}_{0,2}\text{O}_{3+\delta}$ saat diberikan medan magnet sebesar $H = 1 \text{ T}$ dan nilai MR terus meningkat seiring dengan penambahan konsentrasi atom Mg ($x = 0,05-0,2$). Menurut Kutty, hal ini terjadi karena adanya reduksi interaksi antar tetangga terdekat dari ion Mn dan menurunnya momen efektif magnet. Hasil pengukuran XRD dan MR untuk sistim $\text{LaM}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_{3+\delta}$ dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Pola difraksi sinar x untuk sistim $\text{LaMg}_{0,9}\text{Li}_{0,1}\text{O}_{3,005}$, $\text{LaMn}_{0,8}\text{Mg}_{0,2}\text{O}_{3,045}$ dan $\text{LaMnO}_{3,12}$ (Kutty et al., 2002)

Sumber : telah diolah kembali

2.3 Teori Dasar Sinar-X

Sinar-X adalah salah satu bentuk dari radiasi gelombang elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang antara 0,01 – 100 Å. Karena berbentuk gelombang maka energi yang dimiliki oleh foton sinar-X ini dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (Beiser, 1987) berikut:

$$E = hv = hc/\lambda \quad \dots\dots\dots (2.6)$$

Dengan h konstanta planck ($6,626 \times 10^{-34}$ [J.s]), c kecepatan cahaya (3×10^8 [m/s]) dan λ sebagai panjang gelombang [m]. Sehingga untuk sinar-X dengan panjang gelombang 1 Å (10^{-10} [m]) akan memiliki energi sebesar $1,9898 \times 10^{-15}$ [J] atau 12400,8 eV. Dengan energi yang demikian besar, sinar-X dapat mengionisasi elektron terdalam dari beberapa unsur ringan seperti pada tabel dibawah ini:

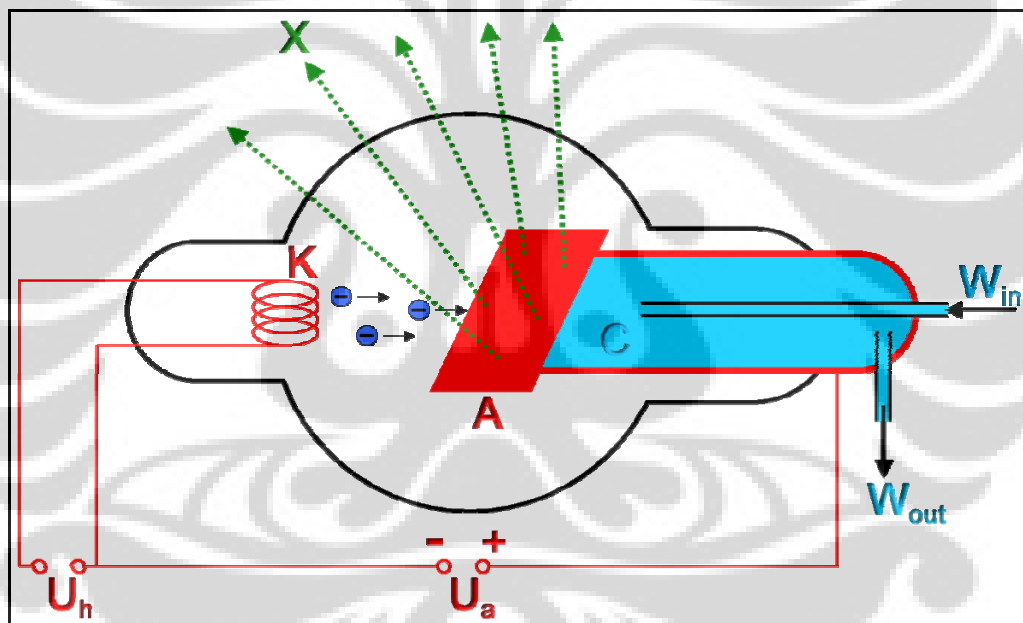
Tabel 2.2 Energi ionisasi beberapa atom ringan (Beiser, 1987)

Atom	Energi Ionisasi (eV)							
	I	II	III	IV	V	VI	VII	
H	14	1						
He	25	55	4					
Li	5	76	123	9				
Be	9	18	154	218	16			
Be	8	25	38	260	341	25		
C	11	24	48	64	393	492	36	
N	14	30	48	78	98	523	668	49

Sinar-x ditemukan dengan tidak sengaja oleh seorang professor Fisika Wilhelm K. Rontgen 8 November 1895 ketika sedang melakukan percobaan dalam laboratorium yang berada di lantai dua apartemennya di Würzburg, Bavaria (sekarang bagian dari German). Dia melakukan percobaan dengan menggunakan tabung sinar katoda dengan sumber tegangan DC sebesar 20 Volt dan dengan menggunakan koil dia dapat menaikkan tegangan sampai 35000 Volt dengan cara memutus secara periodik aliran arus ke rangkaian sebanyak 8 kali per detik. Dia menyimpulkan bahwa radiasi dengan kemampuan tembus yang besar dapat ditimbulkan jika elektron dengan energi kinetik yang besar menumbuk materi. Radiasi ini dapat menembus bahan dengan mudah, menyebabkan bahan

fosforesen berkilau dan menghitamkan plat foto. Karena sifat-sifat dari radiasi ini belum diketahui maka pada saat itu dinamakan sinar-X. Daya tembus sinar-X akan bertambah dengan bertambahnya energi kinetik elektronnya, juga intensitas yang makin besar dengan bertambahnya jumlah elektron.

Pada gambar 2.5 diperlihatkan skema dari produksi sinar-X didalam sebuah tabung katoda. Beda potensial U_a akan mempercepat gerakan elektron dari katoda ke target anoda, sedangkan U_h menentukan banyaknya elektron yang terlepas dari katoda. Elektron yang terlepas akan menumbuk target anoda sehingga akan kehilangan sebagian besar atau seluruh energi kinetiknya ketika mengalami tumbukan dengan dengan atom target; energi inilah yang berubah menjadi sinar-X.



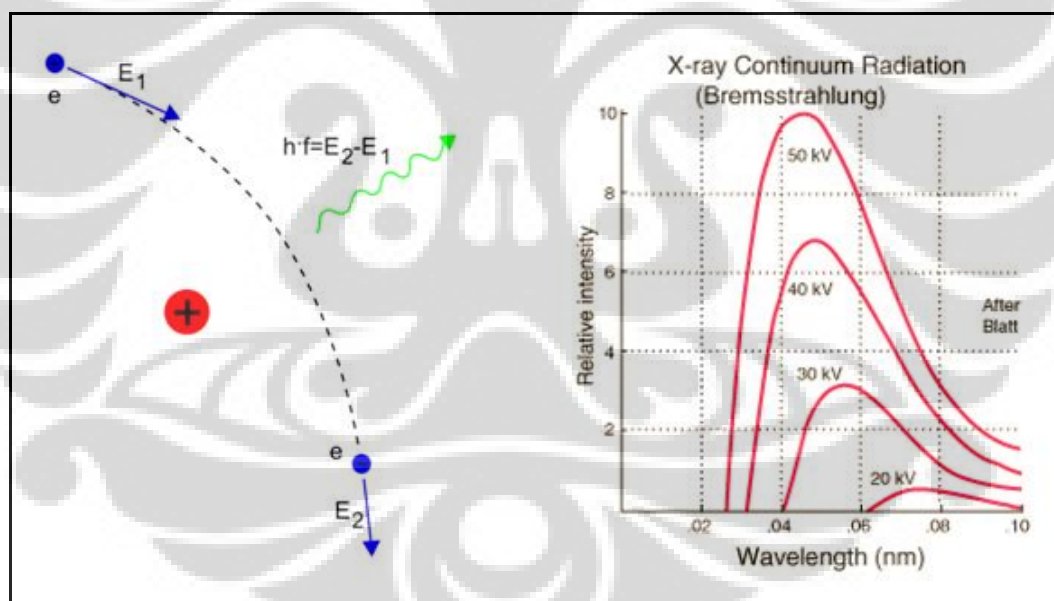
Gambar 2.5 Skema produksi sinar-X (Hikam, 2007)

Sumber : telah diolah kembali

Proses terjadinya sinar-X dapat dikelompokkan menjadi dua, yaitu:

2.3.1 *Bremsstrahlung*

Elektron yang bergerak cepat dari katoda akan mengenai target anoda dan mengalami penghentian mendadak. Berdasarkan teori elektromagnetik, muatan listrik yang mengalami percepatan akan meradiasikan gelombang elektromagnetik dan elektron yang bergerak cepat yang tiba-tiba dihentikan jelas mengalami percepatan. Sinar-X *bremsstrahlung* atau “*breaking radiation*” merupakan produksi sinar-x yang dihasilkan dari penghentian elektron yang bergerak dengan kecepatan yang tinggi oleh inti atom target. Kekuatan sinar-x yang dihasilkan merupakan selisih energi kinetik elektron mula-mula dan energi elektron setelah mengalami penghentian. Gambar 2.9 menjelaskan bagaimana proses terjadinya sinar-X *bremsstrahlung* dan spektrum sinar-X tungsten pada berbagai potensial pemercepat.



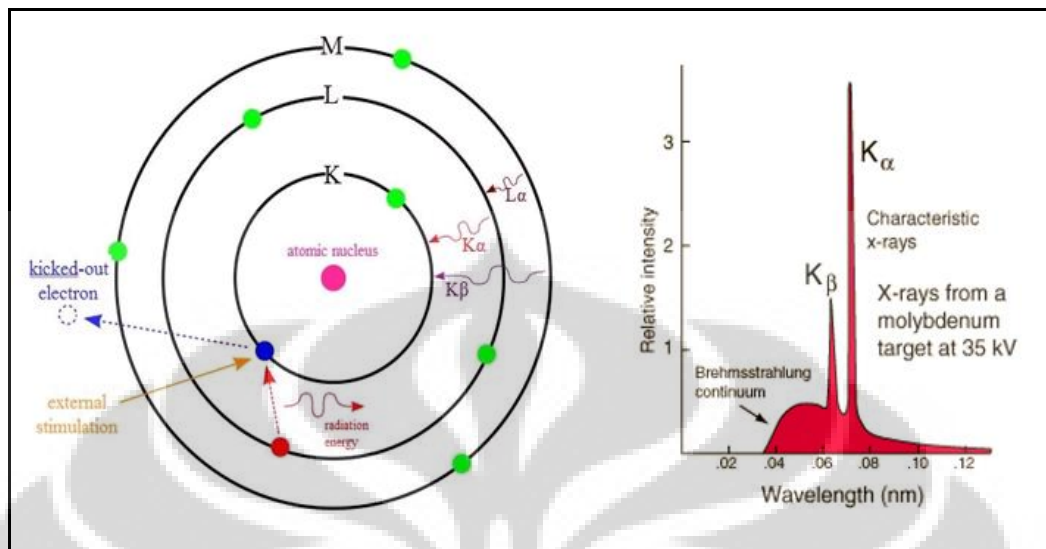
Gambar 2.6 Sinar-X *bremsstrahlung* (Hikam, 2007)

Sumber : telah diolah kembali

2.3.2 Sinar-X karakteristik

Pada gambar 2.10 terlihat dua puncak dengan intensitas yang tajam pada panjang gelombang tertentu dari target unsur molybdenum. Puncak-puncak ini timbul pada berbagai panjang gelombang tertentu untuk masing-masing bahan

target dan asalnya adalah penataan kembali struktur elektron atom target setelah diganggu oleh tembakan elektron energi tinggi.



Gambar 2.7 Sinar-X karakteristik (Hikam, 2007)

Sumber : telah diolah kembali

Elektron dari katoda yang bergerak dengan percepatan yang cukup tinggi, dapat mengenai elektron dari atom target (anoda) sehingga menyebabkan elektron tereksitasi dari atom, selanjutnya elektron lain yang berada pada sub kulit yang lebih tinggi akan mengisi kekosongan yang ditinggalkan oleh elektron tersebut dengan memancarkan sinar-X yang memiliki energi sebanding dengan selisih level energi elektronnya.

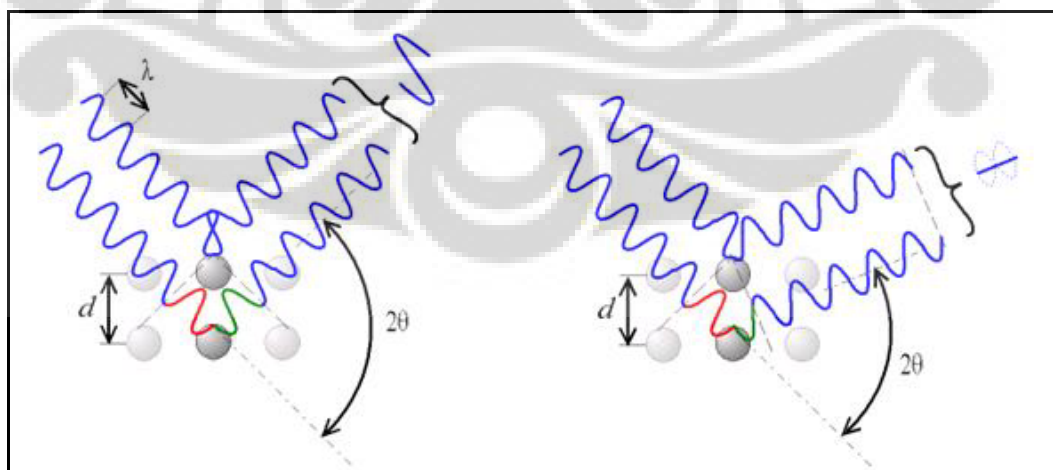
Mekanisme munculnya K_{α} dan K_{β} adalah ketika kekosongan terjadi pada kulit kulit-K ($n=1$), elektron dari kulit di atasnya (L, M, N dst) akan turun mengisi kekosongan tersebut sambil memancarkan foton dengan energi yang merupakan selisih energi dari kulit elektron asal (L,M,N dst) dan kulit-K . Sinar-X yang dihasilkan oleh elektron dari L ke K dinamakan sinar-X K_{α} dan sinar-X K_{β} untuk dari M ke K. Sedangkan pada kulit-L akan menghasilkan sinar-X L_{α} untuk transisi M ke L dan L_{β} untuk transisi N ke L dan seterusnya. Sedangkan kekosongan pada kulit yang ditinggalkan elektron untuk mengisi level energi dibawahnya akan diisi oleh elektron dengan level energi yang ada diatasnya dan seterusnya sehingga dihasilkan sinar-X dengan berbagai panjang gelombang.

2.3.3 X-Ray Diffraktometer (XRD)

Pada tahun 1912, Max Von Laue menyatakan bahwa panjang gelombang sinar-X ternyata bersesuaian dengan jarak antar atom-atom dalam kristal. Dengan alasan itu dia mengusulkan untuk menggunakan kristal untuk mendifraksikan sinar-X dengan kisi kristal berlaku sebagai kisi tiga dimensi.

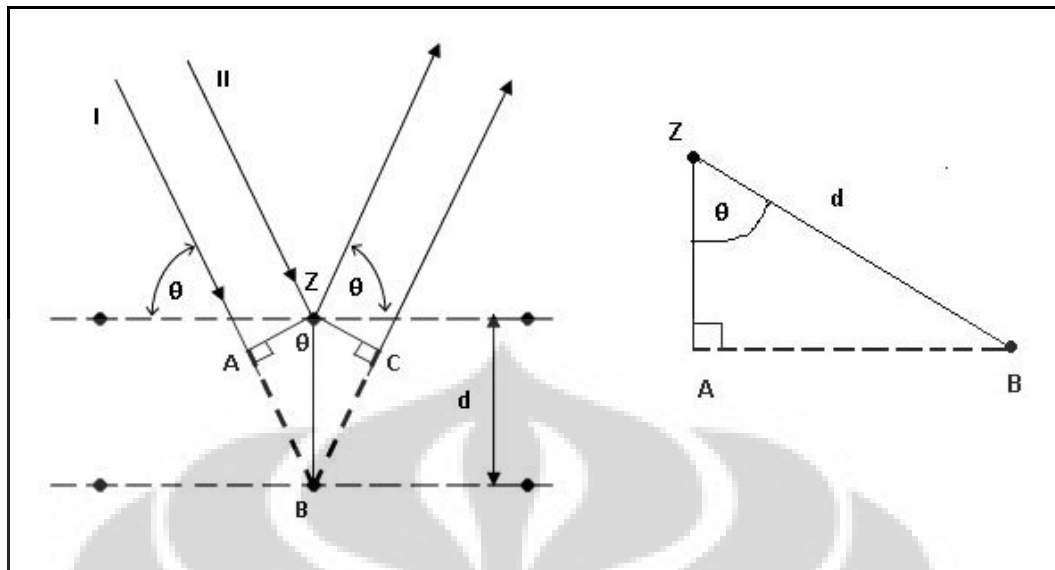
Sebuah kristal terdiri dari deretan atom yang teratur letaknya, masing-masing atom dapat menghamburkan gelombang elektromagnetik yang mengenainya. Berkas sinar-X monokromatik yang jatuh pada sebuah kristal akan dihamburkan ke segala arah, tetapi karena keteraturan letak atom-atom, pada arah tertentu gelombang hambur itu akan berinteraksi konstruktif sedangkan yang lain berinteraksi destruktif. Atom-atom dalam kristal membentuk keluarga bidang datar dengan masing-masing keluarga mempunyai jarak tertentu untuk tiap komponen bidangnya. Analisis ini diusulkan oleh W. L. Bragg pada tahun 1913, yang kemudian bidang-bidang tersebut dinamai bidang Bragg.

Ketika suatu bidang kristal disinari, maka akan terjadi dua kemungkinan interferensi akibat difraksi atom-atom penyusun kristalnya; pertama interferensi konstruktif: berkas sinar yang didifraksikan saling menguatkan karena mempunyai fasa yang sama dan kedua intrferensi destruktif: berkas sinar yang didifraksikan saling melemahkan. Kedua jenis interferensi tersebut dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 2.8 Berkas sinar-x konstruktif dan destruktif (Hikam, 2007)

Sumber : telah diolah kembali



Gambar 2.9 Hamburan sinar-X pada kristal (Hikam, 2007)

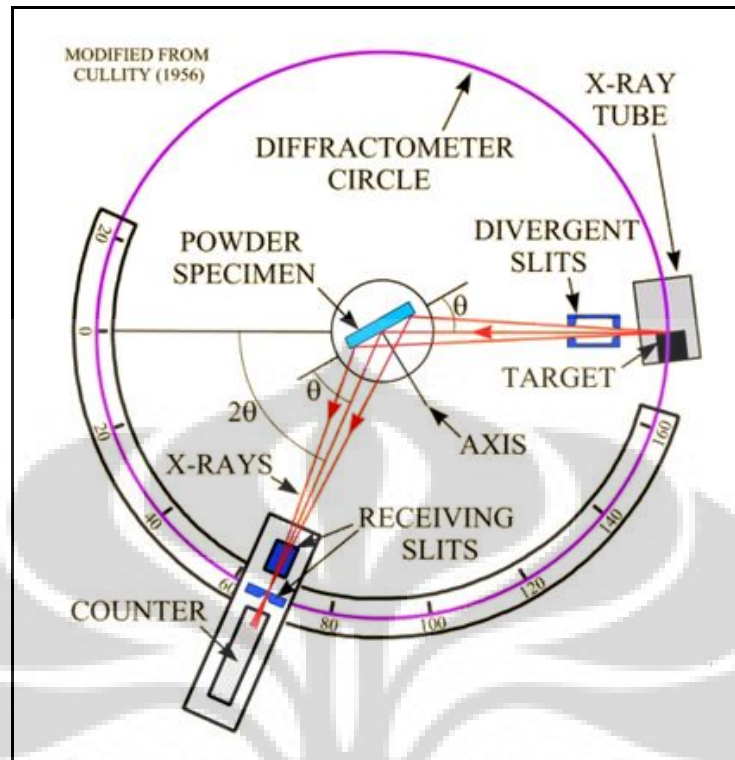
Sumber : telah diolah kembali

Syarat yang diperlukan agar sinar-x membentuk interaksi konstruktif dapat dilihat pada gambar 2.12 di atas. Suatu berkas sinar-x dengan panjang λ jatuh pada kristal dengan sudut θ terhadap permukaan keluarga bidang Bragg yang jarak diantaranya d . Berkas sinar mengenai atom Z pada bidang pertama dan atom B pada bidang berikutnya, dan masing-masing atom akan menghamburkan sebagian berkas tersebut pada arah rambang. Interferensi konstruktif hanya terjadi antara sinar yang terhambur sejajar dengan beda jarak jalannya tepat λ , 2λ , 3λ dan seterusnya. Jadi beda jarak jalan harus $n\lambda$, dengan n sebagai bilangan bulat.

Maka syarat Bragg untuk berkas hamburan konstruktif adalah

- Sudut jatuh dan sudut hambur kedua berkas harus sama
- $2d \sin \theta = n \lambda$; $n = 1, 2, 3, \dots$ dst

karena sinar II harus menempuh $2d \sin \theta$ lebih jauh dari sinar I, bilangan bulat n menyatakan orde berkas sinar yang dihamburkan.



Gambar 2.10 Skema XRD (Hikam, 2007)

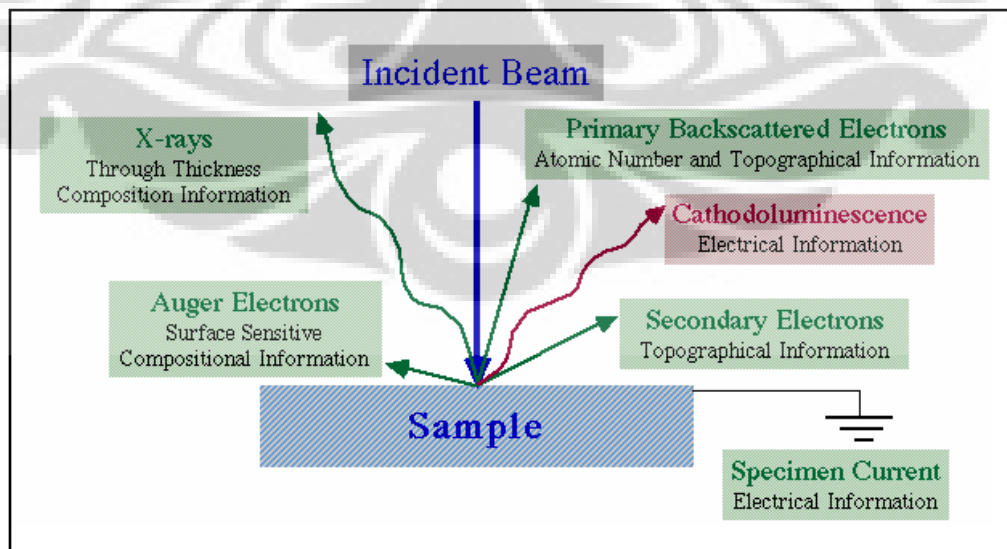
Sumber : telah diolah kembali

2.4 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning electron microscope adalah tipe lain dari mikroskop elektron yaitu jenis mikroskop yang menggunakan tembakan elektron sebagai pengganti cahaya tampak pada mikroskop biasa. *Scanning electron microscope* mempunyai kekuatan perbesaran sampai 250 ribu kali atau 250 kali mikroskop biasa, karena panjang gelombang elektron yang lebih kecil dari panjang gelombang cahaya tampak. *Electron gun* pada SEM akan menembakan berkas elektron yang akan berinteraksi dengan sample dan menghasilkan beberapa jenis signal seperti pada gambar 2.14. Berikut penjelasan jenis signal yang dihasilkan oleh sampel:

- *Secondary electrons*, disebut "secondary" karena disebabkan oleh radiasi lain yaitu elektron berenergi rendah (<50 eV) yang dihasilkan dari ionisasi atom sampel oleh tumbukan elektron primer. Menunjukkan topografi sample karena dihasilkan dari kedalaman beberapa nanometer saja dari permukaan sampel.

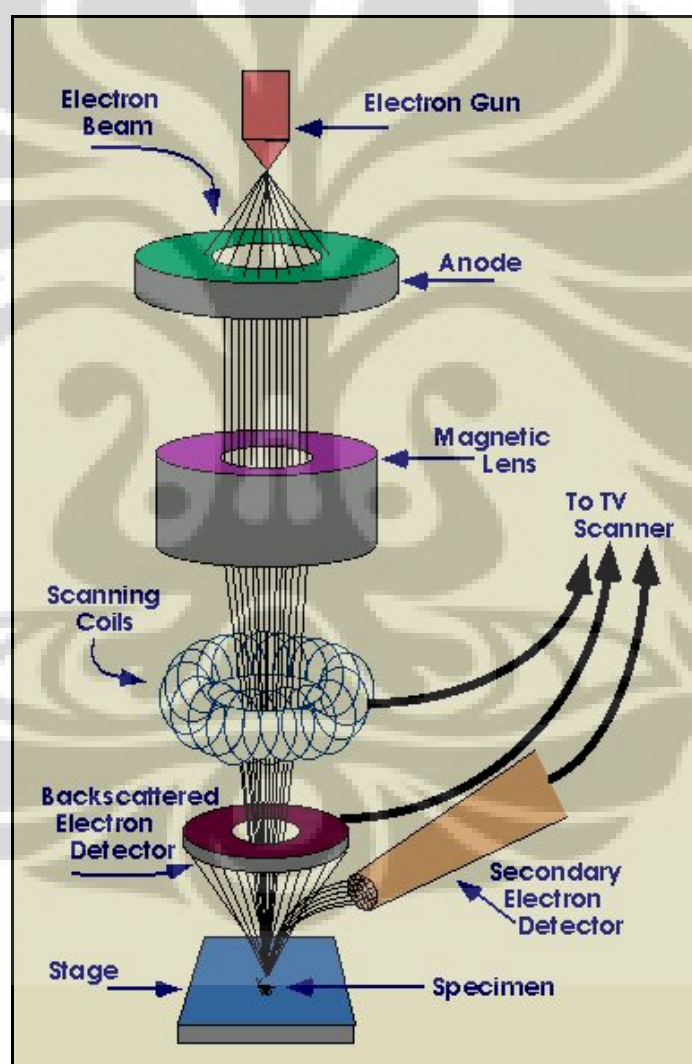
- *Back scattered electrons* yaitu elektron primer yang berhasil melintasi dekat inti dan membalikan arah elektron tersebut kembali searah dengan arah datangnya tanpa mengurangi kecepatannya. Intensitas elektron bersesuaian dengan ukuran nukleus sehingga dapat digunakan untuk mengidentifikasi nomor atom sample.
- *X-rays characteristic* untuk mengidentifikasi komposisi penyusun sampel dan kelimpahannya seperti yang telah dibahas pada bagian 2.5.2.
- *Cathodoluminescence*, ketika elektron berenergi tinggi menumbuk materi dengan band gap yang lebih kecil, maka elektron pada pita valensi dapat berpindah ke pita konduksi dan menciptakan hole. Ketika hole tersebut kembali diisi oleh elektron maka foton cahaya tampak akan dihasilkan. Warna dan intensitas cahaya yang dihasilkan bergantung dari jenis material yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi konduktivitas, impuritas ataupun cacat kristal materialnya.
- *Auger electrons* adalah *secondary electrons* berenergi tinggi karena berasal dari kulit terdalam atom. Energi kinetik yang dimiliki bersesuaian dengan level energi yang ditempatinya sehingga dapat untuk mengidentifikasi jenis atom dan lokasinya pada sampel.



Gambar 2.11 Jenis signal yang dihasilkan sampel ("wiki")

Sumber : telah diolah kembali

Metode SEM merupakan pemeriksaan dan analisis permukaan. Data atau tampilan yang diperoleh adalah data dari permukaan atau dari lapisan yang tebalnya sekitar 20 μm dari permukaan. Gambar permukaan yang diperoleh merupakan gambar topografi dengan segala tonjolan dan lekukan permukaan yang diperoleh dari penangkapan elektron sekunder yang dipancarkan oleh spesimen. Berkas elektron yang mengenai permukaan spesimen titik demi titik membentuk garis demi garis yang selanjutnya ditangkap oleh SE detector dan kemudian diolah dan ditampilkan pada layar CRT (TV). Berikut skema dari peralatan SEM:



Gambar 2.12 Skema SEM ("wiki")

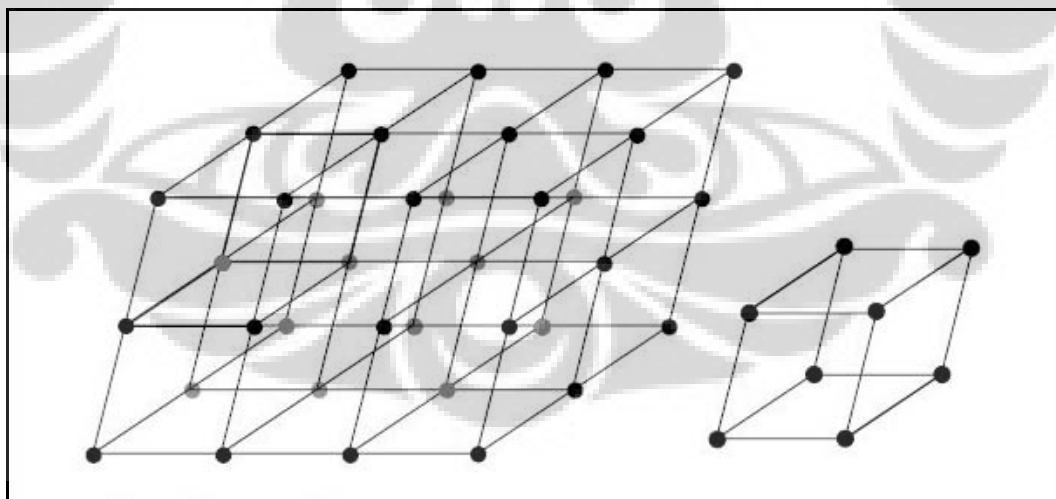
Sumber : telah diolah kembali

2.5 Kristal

Zat padat yang terdapat di alam ini bila ditinjau secara mikrostruktur dapat dikelompokkan ke dalam dua kategori, yaitu zat padat yang memiliki susunan atom tidak teratur (non kristal) dan zat padat yang memiliki susunan atom yang teratur (kristal). Kristal didefinisikan sebagai material padat yang letak atom-atomnya membentuk barisan yang teratur rapih secara periodik dalam pola tiga dimensi, sehingga memiliki sifat fisika maupun kimia serba sama di seluruh bagiannya, adapun yang termasuk bahan-bahan kristal seperti: semua logam, sebagian besar keramik dan beberapa polimer.

2.5.1 Kisi kristal

Cara paling sederhana untuk memahami kisi kristal adalah dengan membayangkan atom-atom dalam kristal berupa titik-titik. Setiap titik-titik mempunyai lingkungan yang serba sama, sehingga satu sama lain tidak dapat dibedakan walaupun dipandang dari segala arah. Bila tiap-tiap titik tersebut dihubungkan maka akan diperoleh kisi-kisi yang teratur dan periodik memenuhi ruang. Berikut ilustrasi yang menunjukkan kisi sebuah suatu sistem kristal:



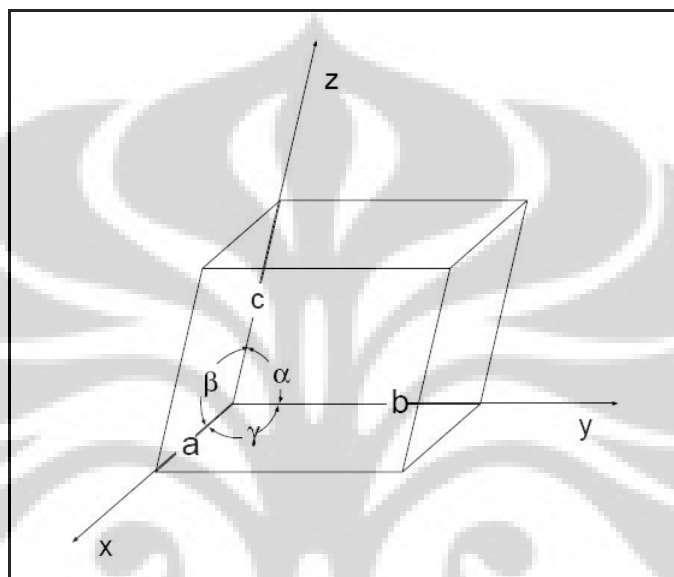
Gambar 2.13 Sistem dan kisi kristal (Hikam, 2007)

Sumber : telah diolah kembali

2.5.2 Parameter Kisi

Panjang tiap-tiap ruang sel yang searah dengan sumbu kristalografi disebut dengan tetapan kisi (lattice constant), dan dinamakan dengan parameter kisi sumbu a , b , dan c . Sudut yang dibentuk oleh garis bc , ac , dan ab berturut-turut disebut dengan α , β , λ .

Berikut adalah ilustrasi dari parameter kisi:



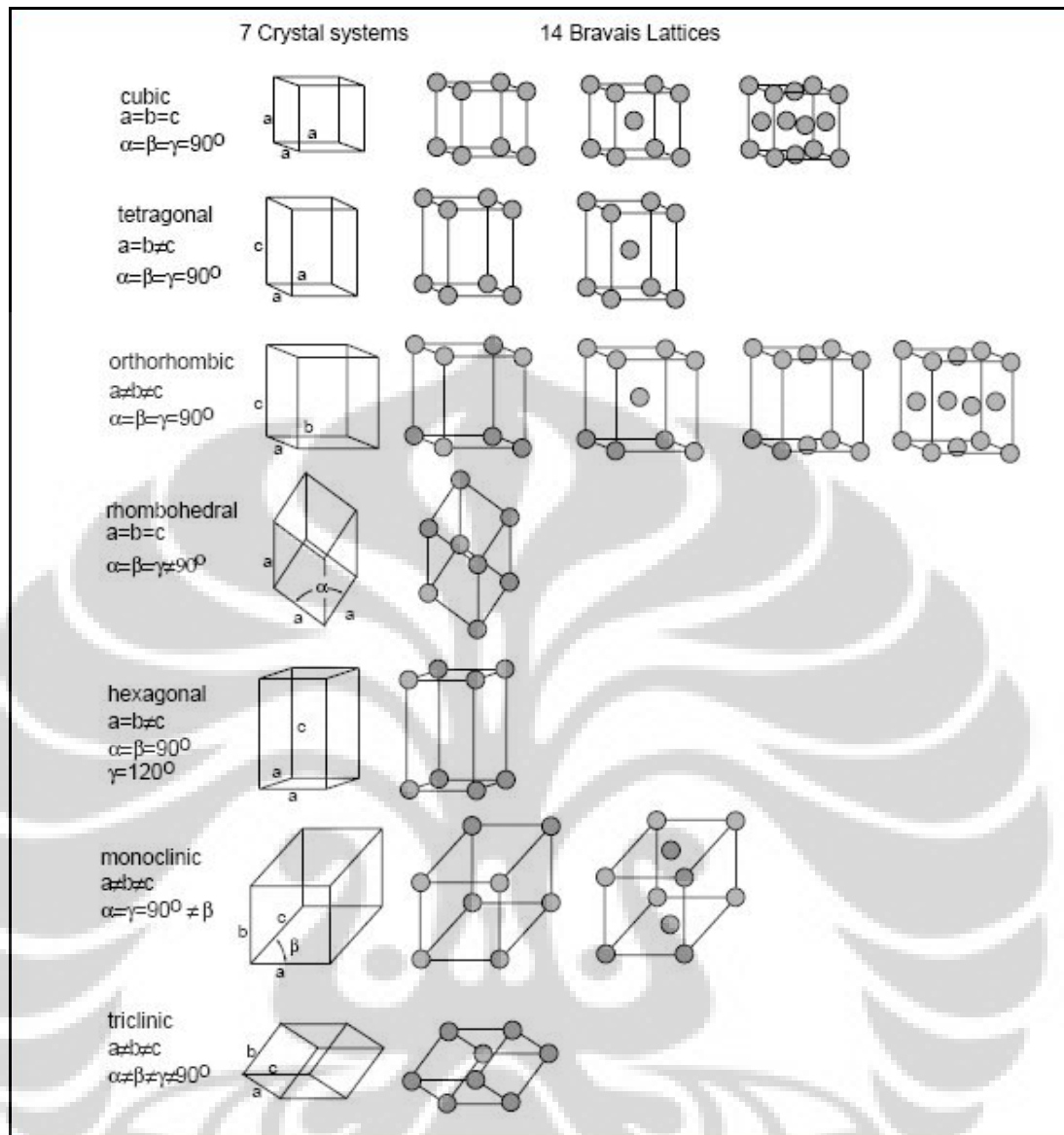
Gambar 2.14 Parameter kisi (Hikam, 2007)

Sumber : telah diolah kembali

2.5.3 Sistem kristal

Terdapat tujuh system kristal yang dikembangkan menjadi empat belas kisi bravais dalam pengelompokan struktur kristal.

Pengelompokan ini berdasarkan pada karakteristik unit selnya, antara lain sifat-sifat vector basis, sudut antar vector basis dan karakteristik elemen simetrinya. Pada karakteristik unit sel terdapat sifat-sifat geometri kristal antara lain ; indeks Miller, bidang kristal (hkl) dan konstanta kisi. Pada gambar 2.18 ditunjukkan tujuh system krsital berikut pengembangan empat belas kisi bravaisnya.

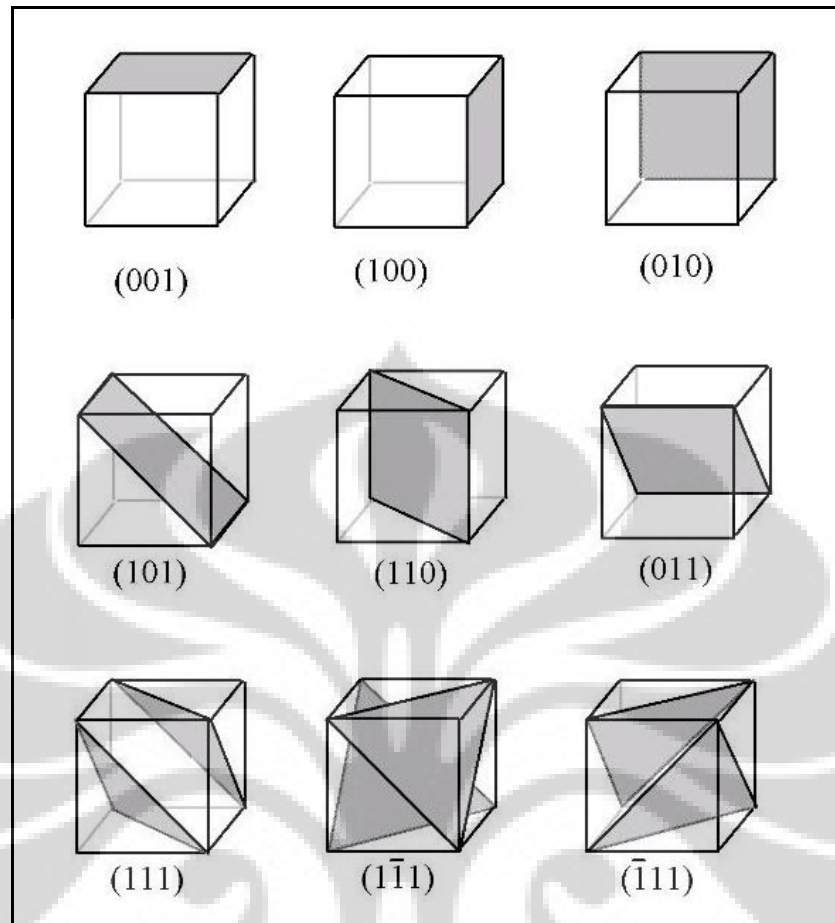


Gambar 2.15 7-sistem kristal dan 14-kisi bravais (Hikam, 2007)

Sumber : telah diolah kembali

2.5.4 Indeks Miller

Misalkan x adalah fraksi perkalian dari vector basis a , y adalah fraksi perkalian dari vector b dan z adalah perkalian dari vector basis c , maka invers dari ketiga fraksi dapat dikalikan dengan suatu bilangan sedemikian rupa sehingga ketiga fraksi (triplet) menghasilkan bilangan bulat terkecil. Triplet atau set bilangan bulat ini disebut indeks miller, diberi symbol (hkl) . Hubungan ketiga indeks miller ini akan membentuk bidang yang disebut dengan bidang Bragg.



Gambar 2.16 Bidang kristal pada berbagai indeks miller (Hikam, 2007)

Sumber : telah diolah kembali

2.5.5 Jarak Bidang Kristal (d)

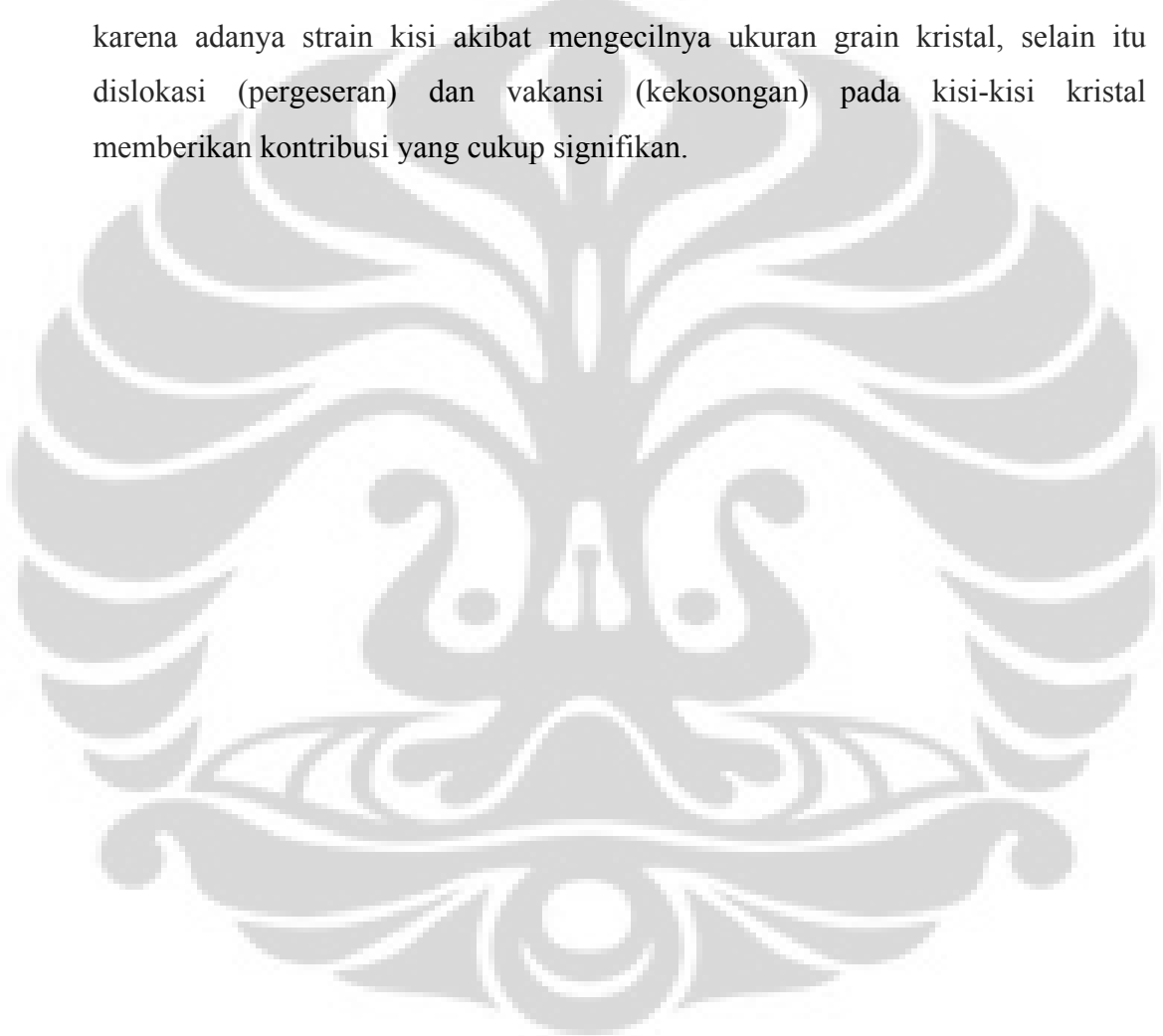
Untuk mengetahui jarak antara bidang di dalam kristal adalah harus mengetahui indeks miller dari bidang-bidang tersebut. Misalkan jarak antar bilangan diberi symbol d_{hkl} , maka secara matematis hubungan antara d_{hkl} dengan indeks miller basis kostanta kisi untuk sistem orthorombik, dapat ditulis sebagai berikut:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \dots\dots\dots (2.7)$$

dimana : h k l itu merupakan bidang kristalografi atau indeks miller.

2.6 Ukuran Butir

Difraktometer sinar-X dapat digunakan untuk mengidentifikasi ukuran butir pada suatu sistem kristal dengan cara mengukur lebar setengah puncak pada sudut 2θ tertentu menggunakan metode Debye Scherrer. Hal tersebut didasarkan pada prinsip interferensi konstruktif dari butir-butir kristal yang memiliki parameter kisi yang sama sehingga akan mendifraksikan sinar-X pada arah yang sama pula. Menurut Cullity [1978] pelebaran garis difraksi sinar-X dapat terjadi karena adanya strain kisi akibat mengecilnya ukuran grain kristal, selain itu dislokasi (pergeseran) dan vakansi (kekosongan) pada kisi-kisi kristal memberikan kontribusi yang cukup signifikan.



BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Universitas Indonesia, BATAN Serpong – Tangerang, dan Laboratorium Fisika Universitas Negri Jakarta.

3.2 Bahan dan Metode Penelitian

Bahan yang digunakan untuk penelitian ini adalah MgO, La₂O₃, dan MnO₂. Ketiga bahan ditimbang sesuai dengan persamaan steikiometri dengan reaksi :

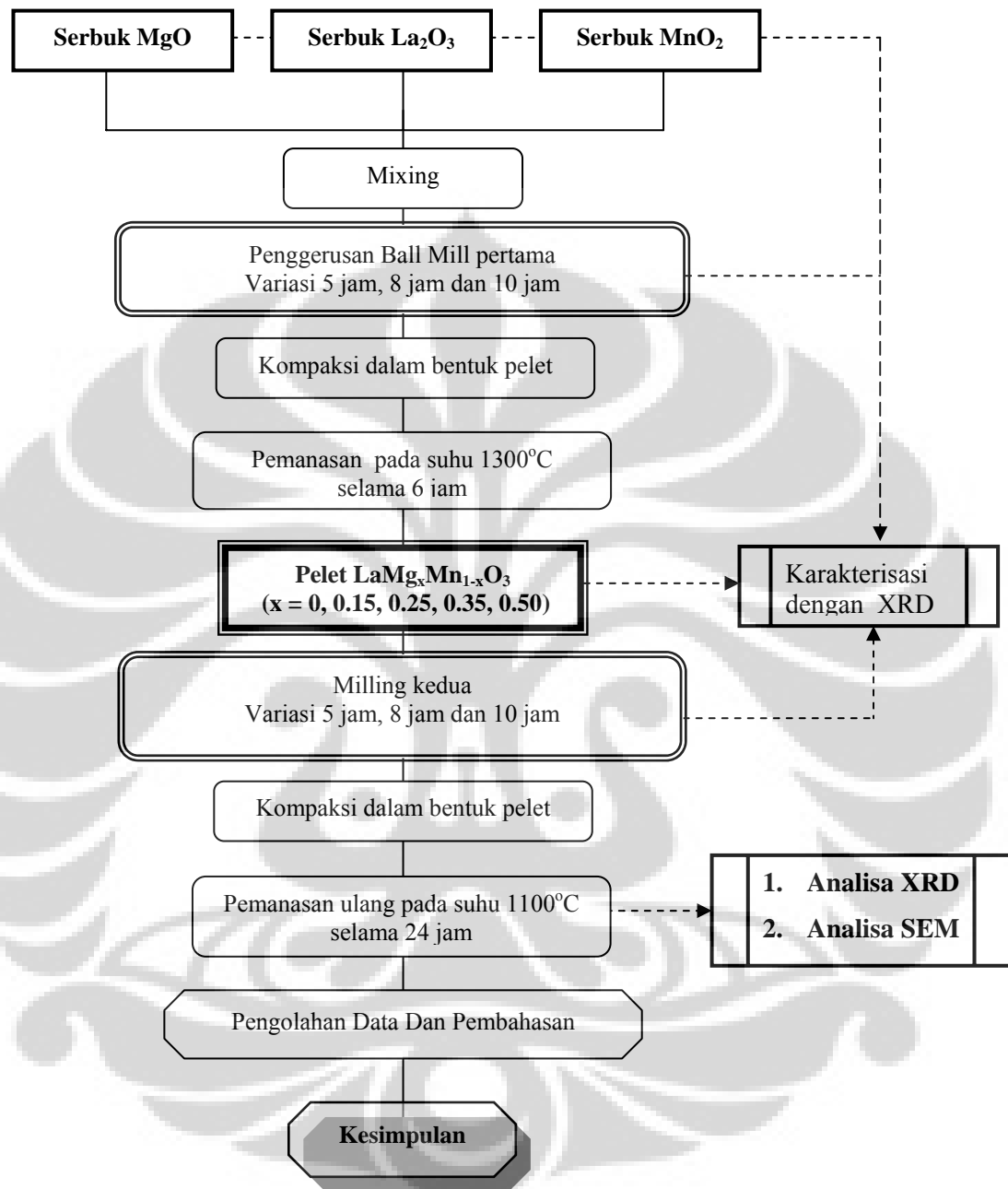
Tabel 3.1 Bahan Dasar Penelitian

No	Nama Senyawa	Formula Kimia	Produk	Kemurnian
1	Magnesium Oxide	MgO	Merck	99 %
2	Manganese (IV) Oxide	MnO ₂	Aldrich	≥ 99 %
3	Lantanum Oxide	La ₂ O ₃	Merck	≥ 99 %

Adapun alat-alat yang digunakan pada preparasi bahan diantaranya :

1. Untuk menimbang bahan digunakan alat glove box dan timbangan AND Type FA 2009.
2. Untuk mencampur bahan dengan alat High Energy Milling type 8000 M SPEX Mixer/Mill.
3. Untuk pemanasan digunakan alat furnace dengan seri Termolyne high temperatur furnace.

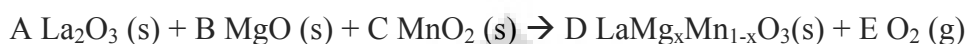
Berikut alur penelitian pada bahan $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$:



Gambar 3.1. Alur Penelitian bahan $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$

3.2.1 Preparasi Bahan

Preparasi dimulai dengan menghitung massa dari masing-masing bahan yang diperlukan untuk membentuk paduan $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ dengan perhitungan steikiometri, persamaan reaksi dapat ditulis sebagai berikut :



$$\text{Massa La}_2\text{O}_3 = \frac{A}{D} x \frac{15 \text{ gram}}{\text{Mr LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3} x \text{Mr La}_2\text{O}_3 x \frac{1}{\text{Kemurnian La}_2\text{O}_3}$$

$$\text{Massa MgO} = \frac{B}{D} x \frac{15 \text{ gram}}{\text{Mr LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3} x \text{Mr MgO} x \frac{1}{\text{Kemurnian MgO}}$$

$$\text{Massa MnO}_2 = \frac{C}{D} x \frac{15 \text{ gram}}{\text{Mr LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3} x \text{Mr MnO}_2 x \frac{1}{\text{Kemurnian MnO}_2}$$

Diketahui : Ar La = 138,9

Ar Mg = 24,312

Ar O = 16

Ar Mn = 54,94

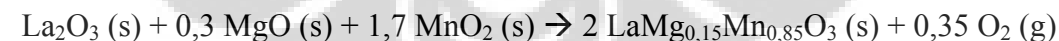
Sehingga : MgO = 40,312

Mr La_2O_3 = 325,8

MnO_2 = 86,94

3.2.1.1 Preparasi bahan $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$

Pencampuran bahan dengan $x = 0,15$ agar menghasilkan $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ sebanyak 20 gram dilakukan dengan menimbang bahan dasar sesuai persamaan diatas :



$$\text{Mr LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3 = 237,25$$

$$\text{Massa La}_2\text{O}_3 = \frac{1}{2} x \frac{15 \text{ gram}}{237,25} x 325,8 x \frac{1}{0,99} = 10,403 \text{ gram}$$

$$\text{Massa MgO} = \frac{0,3}{2} x \frac{15 \text{ gram}}{237,25} x 40,312 x \frac{1}{0,99} = 0,386 \text{ gram}$$

$$\text{Massa MnO}_2 = \frac{1,7}{2} x \frac{15 \text{ gram}}{237,25} x 86,94 x \frac{1}{0,99} = 4,719 \text{ gram}$$

Bahan dasar tersebut ditimbang dengan menggunakan Type FA dapat dilihat pada gambar dibawah beserta dengan tabel variasi komposisinya.



Gambar 3.2 Timbangan Digital

Tabel 3.2 Komposisi Bahan Dasar $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$

Komposisi	Massa Bahan Dasar (gram)		
	La_2O_3	MgO	MnO_2
LaMnO_3	10,206	0	5,447
$\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$	10,403	0,386	4,719
$\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$	10,539	0,652	4,219
$\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$	10,680	0,925	3,705
$\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$	10,896	1,348	2,907

3.2.2 Pencampuran bahan dasar

Bahan dasar La_2O_3 , MgO dan MnO_2 setelah ditimbang tersebut dicampurkan sesuai komposisi sampel yang akan dibuat. Kemudian masing-masing campuran dimasukkan ke dalam vial, setiap vial dipasangkan pada alat Ball High Energy bertemperatur 37°C (suhu kamar), proses milling dilakukan dengan 3 variasi waktu yaitu selama 5 jam, 8 jam dan 10 jam.

Peralatan high energy milling pada penelitian ini adalah SPEX CertiPrep 8000 M Mixer /Mill dengan kecepatan sekitar 4500 rpm, run time 60 menit, of time 30

menit untuk tiap satu siklus. Vial yang digunakan terbuat dari *low carbon stainless steel* dengan ukuran tinggi 7,6 cm dan diameter dalam 5,1 cm, sedangkan bola terbuat dari *stainless steel* dengan ukuran diameter 0,8 mm.



Gambar 3.3 Vial sampel dan Alat HEM SPEX CertiPrep 8000M Mixer

3.2.3 Kompaksi dan pemanasan

Tiap selesai proses milling, sampel dikompaksi dengan alat kompaksi seperti pada gambar 3.4. Sebelum pemanasan dengan Carnolite Furnace, sampel dimasukkan dalam alumina. Pemanasan pertama pada suhu 1300°C selama 6. Sampel dimilling kembali, dikompaksi dan dilakukan pemanasan kedua selama 24 jam pada suhu 1100°C.



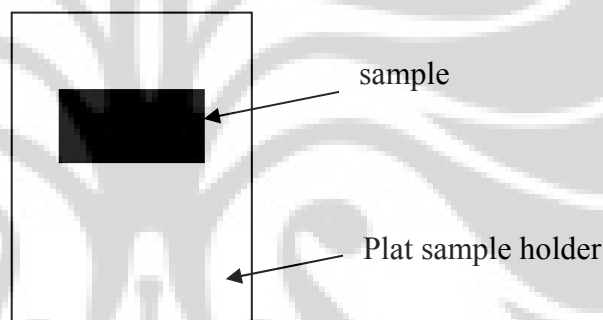
Gambar 3.4. Alat Kompaksi dan alat pemanas High Temperature Furnace

3.3 Karakterisasi Sampel

3.3.1 XRD

3.3.1.1 Preparasi Sampel

Sampel berupa serbuk ditempelkan pada tempat pengujiannya yang kemudian siap diuji coba sebagai sampel uji pada mesin XRD. Spesimen serbuk lebih menguntungkan karena berbagai arah difraksi dapat diwakili oleh partikel-partikel yang halus tersebut. Ukuran partikel harus lebih kecil dari 10 micron agar intensitas relatif sinar difraksi dapat dideteksi dengan teliti. Kalau ukuran partikelnya besar, maka akan timbul efek penyerapan linear seperti halnya permukaan yang kasar pada spesimen pelat. Spesimen serbuk dapat dipasang pada pemegangnya dengan memadatkannya terlebih dahulu atau dicampur dengan pengikat kemudian dipasang kedalam pemegang spesimen.



Gambar 3.5 Posisi Sampel untuk karakterisasi XRD

3.3.1.2 Spesifikasi XRD

1. Diffractometer type	: XRD Phillips PW 3710 Based
2. Tube anode	: Co
3. Generator tension (kV)	: 40
4. Generator current (mA)	: 30
5. Wavelength Alpha1 (Å)	: 1.78896
6. Wavelength Alpha2 (Å)	: 1.79285
7. Intensity ratio (alpha2/alpha1)	: 0.500
8. Divergence slit	: 1/4°
9. Receiving slit	: 0.2
10. Monochromator	: tidak digunakan
11. Start angle (°2θ)	: 20.010

12. End angle ($^{\circ}2\theta$)	: 99.970
13. Step size ($^{\circ}2\theta$)	: 0.020
14. Maximum intensity	: 707.5600
15. Time per step (s)	: 0.5000
16. Tye of scan	: continuous
17. Minimum peak tip width	: 0.00
18. Maximum peak tip width	: 1.00
19. Peak base width	: 2.00
20. Mimimum significance	: 0.75
21. Number of peak	: 25
22. Software	: PC-APD Software Phillips

3.3.1.3 Prosedur Penggunaan XRD

1. Nyalahkan trafo di bawah jendela
2. Nyalahkan saklar otomatis ke atas (tombol 3 / paling kanan) diruang sebelah
3. Nyalahkan air, hingga menunjukkan tekanan air 2,6 – 2,8
4. Naikkan voltage di tembok
5. Pasang steker PW control dibelakang bawah meja PC (warna abu-abu).
6. Pasang Nagoya stabilisator dibelakang pintu
7. nyalahkan computer (PC)
8. Nyalahkan XRD tombol merah putih tunggu samapi terdengar bunyi klik yang cukup keras.
9. Naikkan arus (mA) dan voltage (kV) bergantian. Biasanya 2 x menaikkan arus diikuti 1 x menaikkan voltage. Tunggu sebentar baru naikkan kembali hingga mencapai 20 mA, 35 kV.
10. Pasang specimen pada sample holder dan letakkan pada penjepit specimen di goniometer
11. Pengatur PC
 - a. Tekan tombol untuk mulai
 - b. System preparation
 - c. System parameter untuk mencari directory dan file

- d. Utilities
 - e. Diffractometer command, enter muncul $C = \sin$
 - f. Ketik par akan muncul data parameter
 - g. Sesuaikan data dengan data yang ada dibelakang buku biru
 - h. Esc
12. Edit, pilih program (*identify Program*) tentukan program sesuai keperluan.
 13. Data collection, identify measurement
 14. Pasang shutter dengan memutar tombol 4 ke penunjukkan tak terhingga, tekan tombol 4 yang berwarna merah.
 15. Tekan F1 untuk memulai pengukuran.
 16. Pengukuran berjalan, untuk melihat pola yang terjadi selama pengukuran tekan *Data Collection*, *Display Scan* dan pengukuran terlihat pada layer monitor.
 17. Setelah pengukuran selesai, matikan shutter dengan memutar tombol 4 ke penunjukkan 0.
 18. Peak hasil XRD dapat dicari dengan melihat peak search
 19. Pola XRD dapat dihaluskan dengan Smooth Data.
 20. Catatlah pemakaian peralatan XRD ini pada buku biru. Data penting untuk pemakai yang berikutnya.

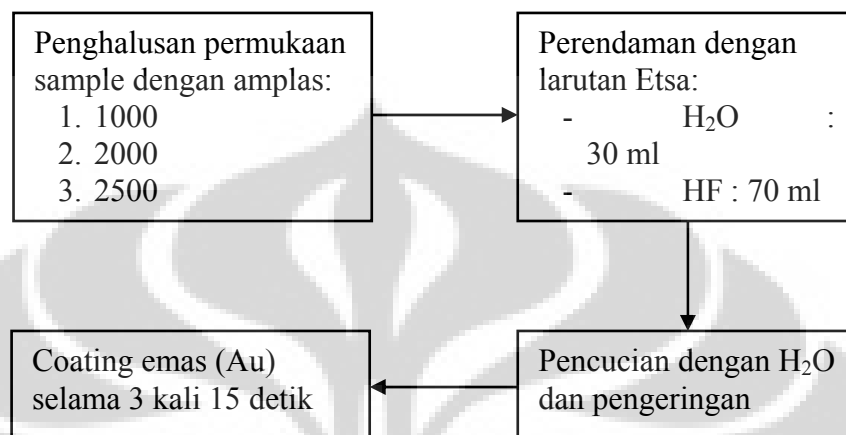


Gambar 3.6 Alat Difraksi Sinar X

3.3.2 SEM

3.3.2.1 Preparasi Sampel

Dibawan ini adalah diagram alir preparasai sampel untuk keperluan SEM.



Gambar 3.7 diagram alir preparasi sampel SEM

3.3.2.2 Spesifikasi SEM

Tipe Alat	: SEM - EDX JEOL5310 LV.
System resolution	: 61 eV
Geometry (degrees)	: Tilt = 0,00
ED geometry	: Elevation =18,00
Azimuth	: 0,00
Entry angle	: 0,00
Accelerating voltage	: 20,00 kV
Quantitative method	: ZAF

Dilengkapi dengan *komputer PC & printer* dan *software*.

Bagian terpenting dan SEM adalah kolom elektron, yang memiliki komponen piranti sebagai berikut :

- Pembangkit elektron (*electron gun*) dengan filamen sebagai pengemisi elektron (*sumber iluminasi*).
- Sistem lensa elektromagnetik yang dapat diberi muatan untuk memfokuskan berkas elektron yang dihasilkan filamen.

- Sistem perambah (*scan*) untuk menggerakkan berkas elektron terfokus pada permukaan sample.
- Detektor yang rnerubah informasi interaksi antara berkas elektron dengan permukaan sample menjadi sinyal listrik.
- Konektor ke pompa vakum.

3.3.2.3 Prosedur Penggunaan SEM

- Setelah alat SEM menyala, masukkan sample ke dalam alat tersebut. Banyaknya sample yang dapat dianalisa maksimum adalah empat sample.
- Tunggu sampai alat menunjukkan Ready
- Sambil melihat monitor, atur lensa sehingga sample dapat terfokus.
- Untuk memperbesar dan memperjelas gambar sample dapat dilakukan dengan memutar magnifier dan brightnes
- Cetak gambar sample yang diharapkan dengan bantuan personal computer



Gambar 3.8 Alat Karakterisasi SEM

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

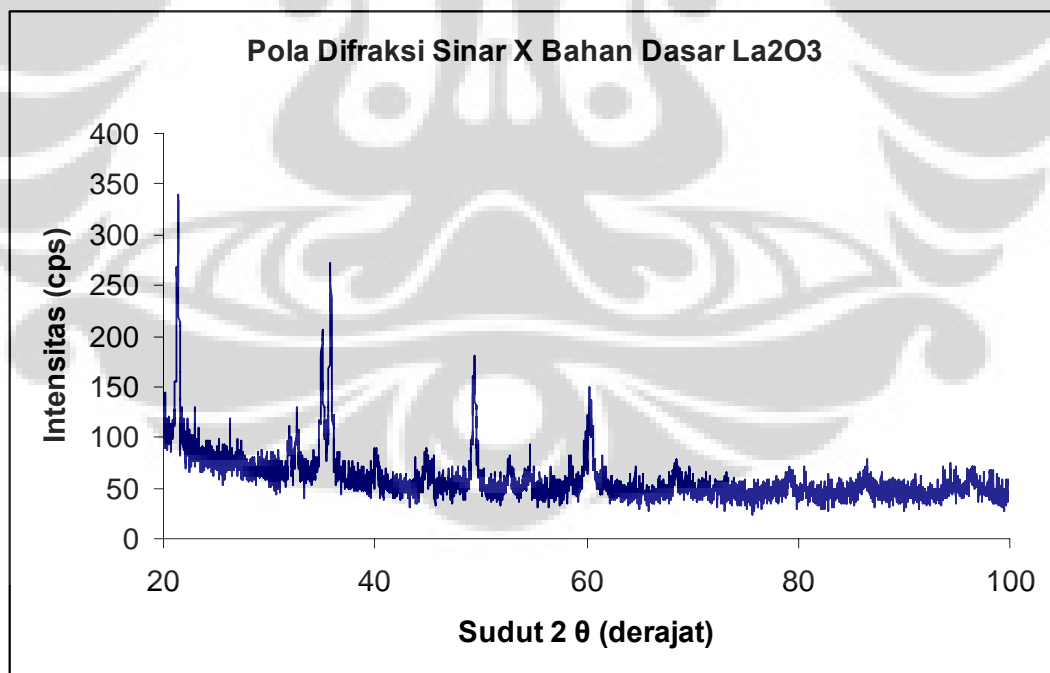
4.1 Karakterisasi bahan dasar

Komposisi $\text{LaMn}_{1-x}\text{Mg}_x\text{O}_3$ didapat dari pencampuran La_2O_3 , MnO_2 dan MgO . Sebelum melakukan karakterisasi pada $\text{LaMn}_{1-x}\text{Mg}_x\text{O}_3$, terlebih dahulu dilakukan karakterisasi pada bahan-bahan penyusunnya untuk melihat evolusi yang prosesnya.

Berikut ini hasil uji XRD, data ICDD dan properties bahan-bahan dasarnya:

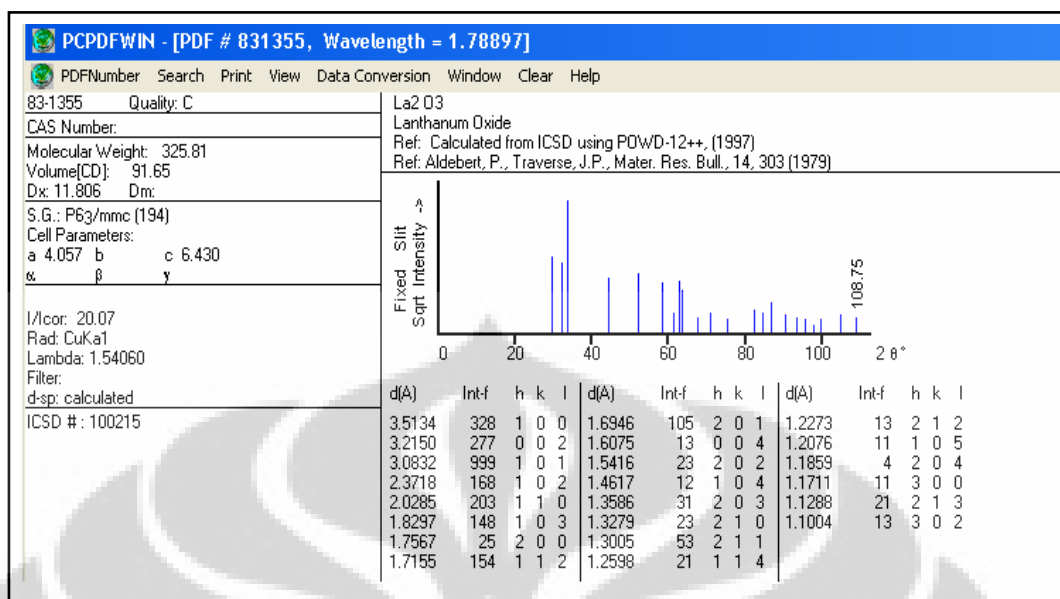
4.1.1 La_2O_3

Pola difraksi La_2O_3 ditunjukkan pada gambar berikut:



Gambar 4.1 Pola difraksi Sinar-X bahan La_2O_3

Identifikasi fasa yang terbentuk dari pola difraksi La_2O_3 merujuk pada data base JCPDS nomor 83-1355 seperti yang diperlihatkan pada gambar berikut:

Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X untuk La_2O_3

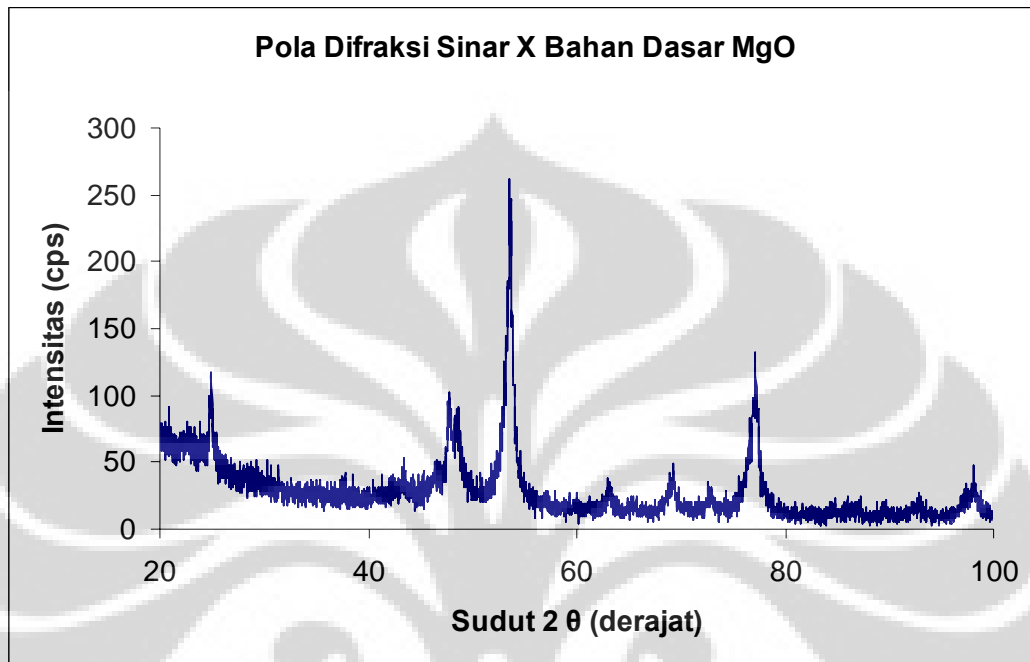
Properties bahan La_2O_3 yang diambil dari instruksi manual bahan La_2O_3 diperlihatkan pada table berikut :

Tabel 4.1. Data Karakteristik Bahan La_2O_3

No.	Karakteristik	Data
1.	Titik Leleh	2315°C
2.	Densitas	6,51 g/cm ³
3.	Struktur Kristal	Tetragonal
4.	Space group	P 3 m 1
5.	Parameter Kisi	A = b = 3,907 Å c = 6,328 Å

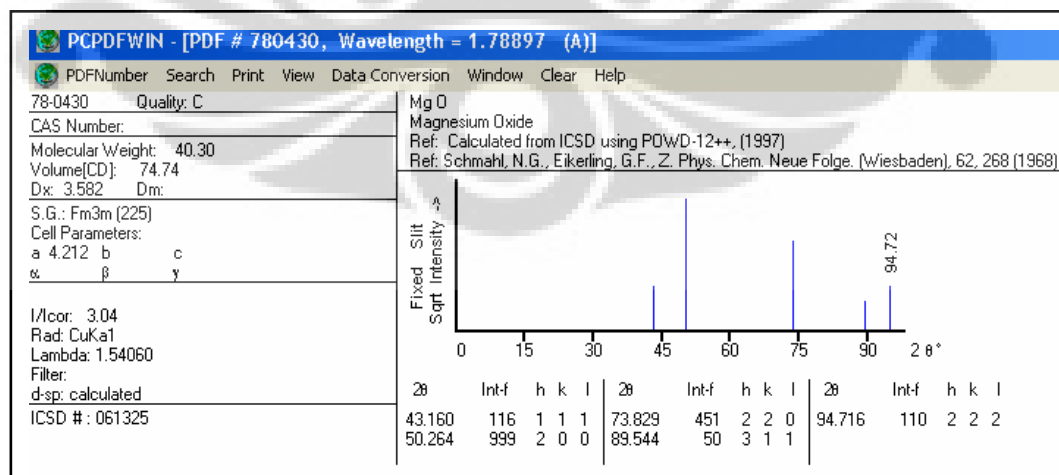
4.1.2 MgO

Pola difraksi MgO ditunjukkan pada gambar berikut:



Gambar 4.3 Pola difraksi Sinar-X bahan MgO

Identifikasi fasa yang terbentuk dari pola difraksi MgO merujuk pada data base JCPDS nomor 78-0430 seperti yang diperlihatkan pada gambar berikut:



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X untuk MgO di database

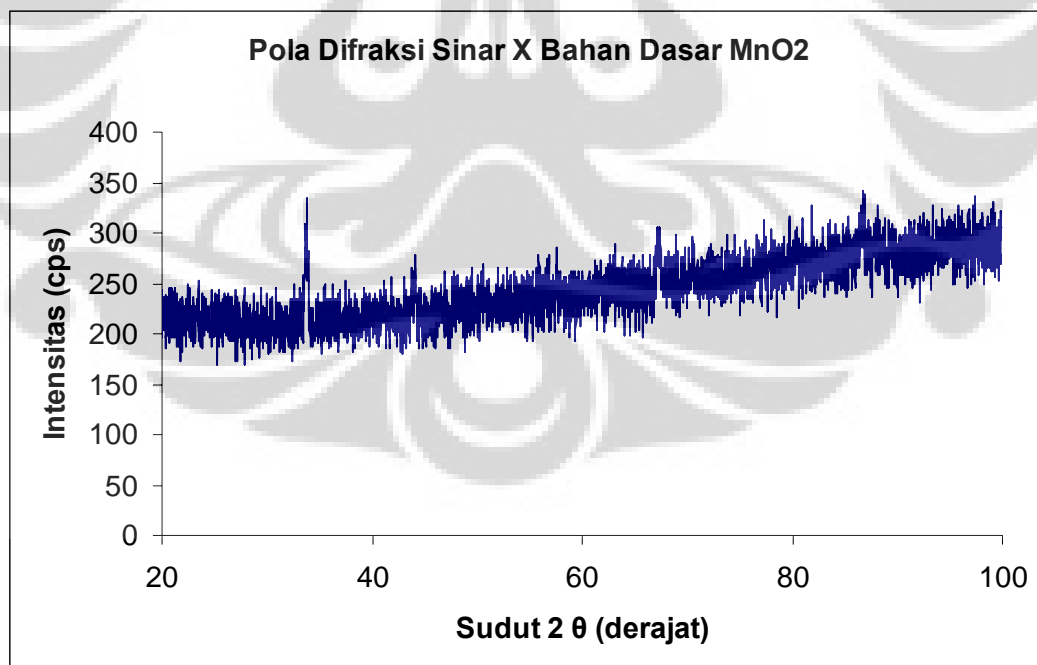
Properties bahan La_2O_3 yang diambil dari instruksi manual bahan La_2O_3 diperlihatkan pada table berikut :

Tabel 4.2. Data Karakteristik Bahan MgO

No.	Karakteristik	Data
1.	Titik Leleh	2800°C
2.	Densitas	3,58 g/cm ³
3.	Struktur Kristal	Kubik
4.	Space group	F m 3 m
5.	Parameter Kisi	a = b = c = 4,213 Å

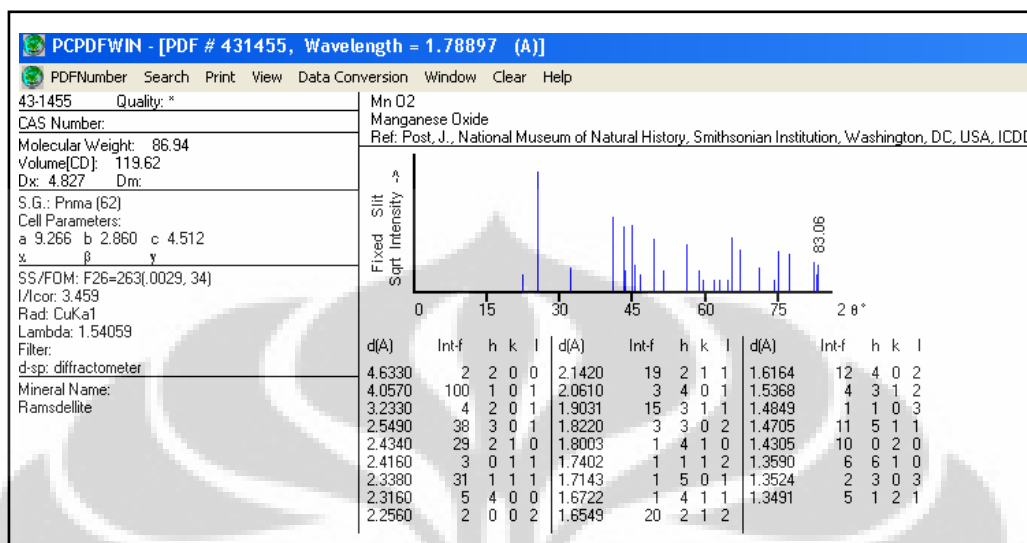
4.1.3 MnO₂

Pola difraksi MnO₂ ditunjukkan pada gambar berikut:



Gambar 4.5 Pola difraksi Sinar-X bahan MnO₂

Identifikasi fasa yang terbentuk dari pola difraksi MnO_2 merujuk pada data base JCPDS seperti yang diperlihatkan pada gambar berikut:



Gambar 4.6 Pola difraksi sinar-X untuk MnO_2 di database

Properties bahan MnO_2 yang diambil dari instruksi manual bahan MnO_2 diperlihatkan pada table berikut :

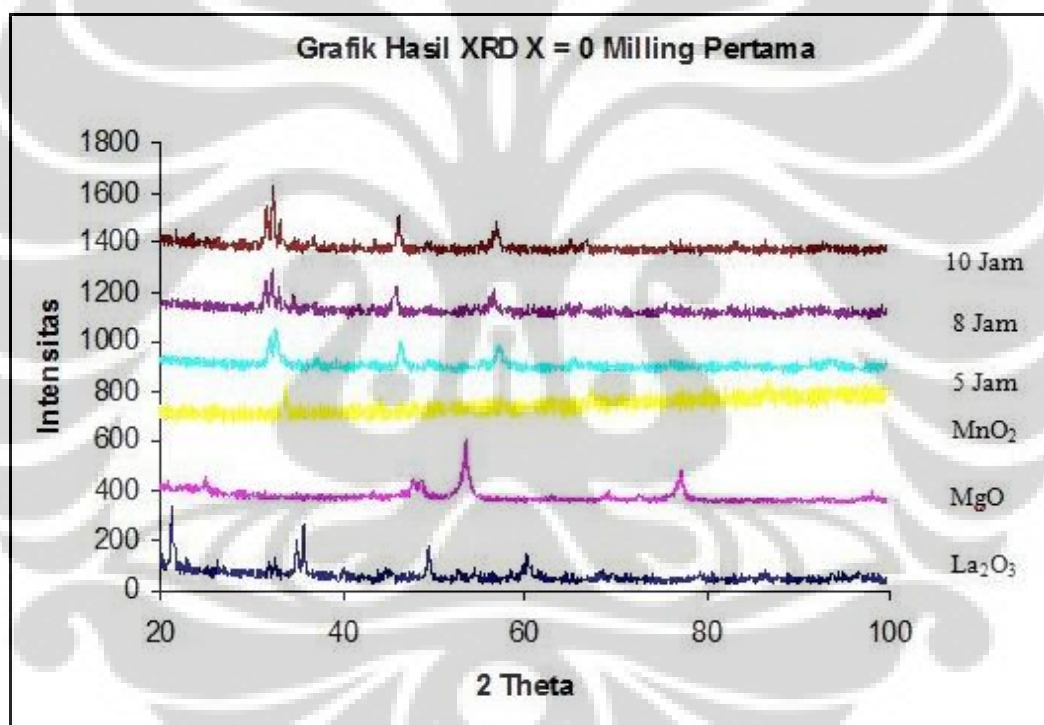
Tabel 4.3. Data Karakteristik Bahan MnO_2

No.	Karakteristik	Data
1.	Titik Leleh	535°C
2.	Densitas	5,206 g/cm ³
3.	Struktur Kristal	Tetragonal
4.	Space group	P 42 / m n m
5.	Parameter Kisi	a = b = 4,399 Å c = 2,874 Å

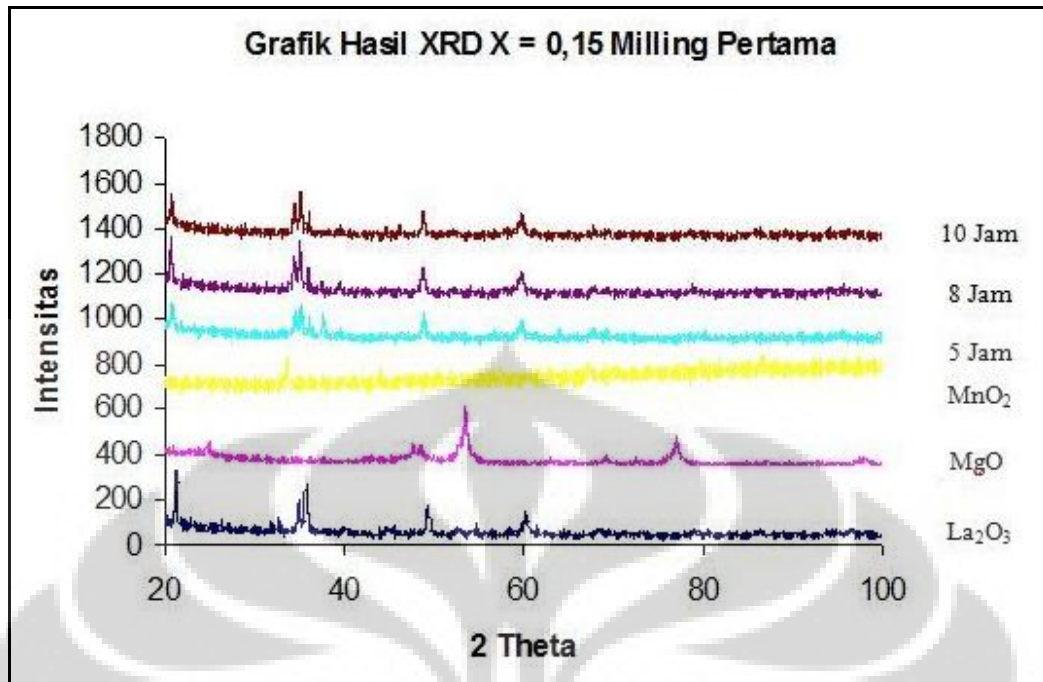
4.2 Interpretasi hasil XRD

Ketiga bahan dasar dilakukan mixing dengan menggunakan *High Energy Milling* untuk mendapatkan $\text{LaMn}_{1-x}\text{Mg}_x\text{O}_3$ ($x = 0,15$ dan $0,25$) dengan nilai variasi milling 5, 8 dan 10 jam dan dilakukan pemanasan selama 1300°C selama 6 jam dan dimilling kembali pada variasi waktu miliing, kemudian dipanaskan ulang pada suhu 1100°C selama 24 jam sehingga diharapkan campuran homogen dengan ukuran partikel yang relatif kecil.

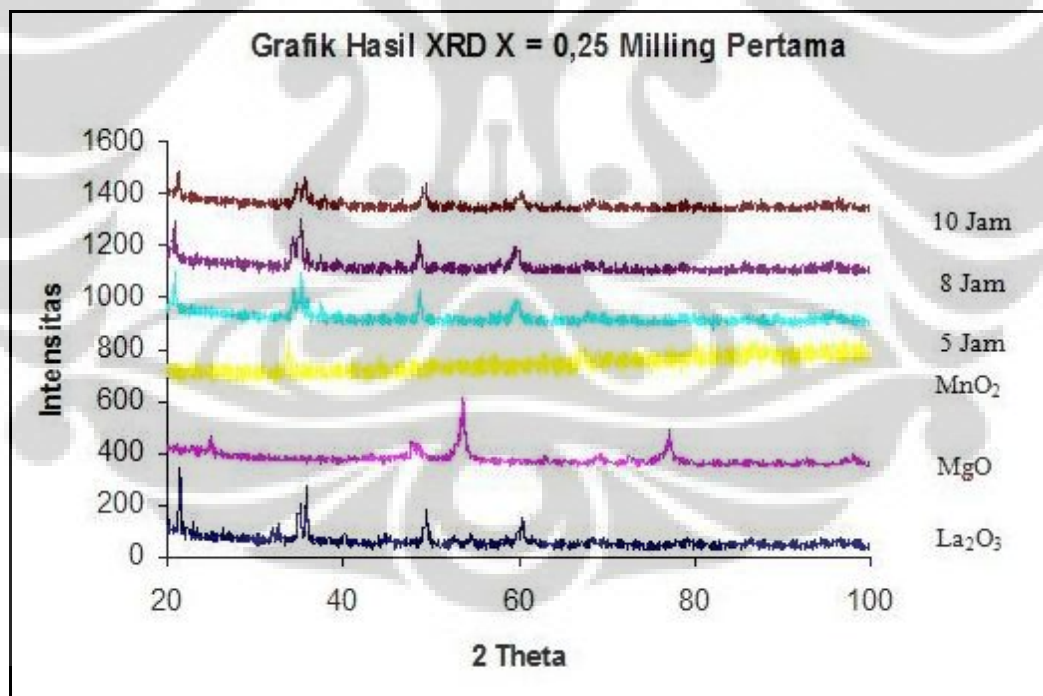
4.2.1 Hasil XRD Milling Pertama



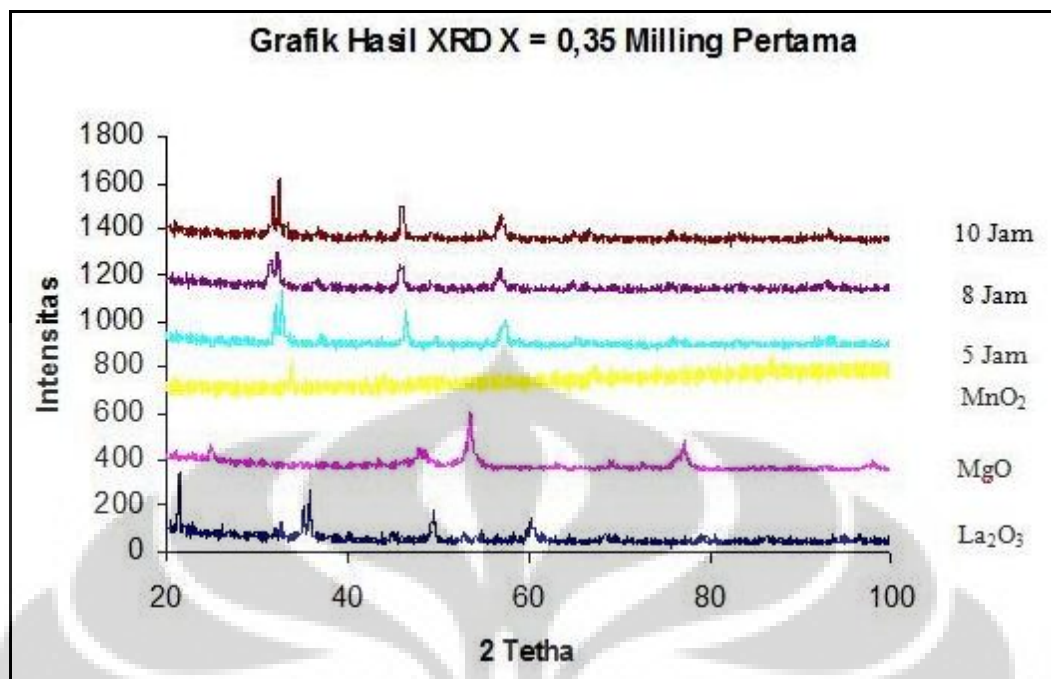
Gambar 4.7 Pola difraksi LaMnO_3 untuk milling pertama



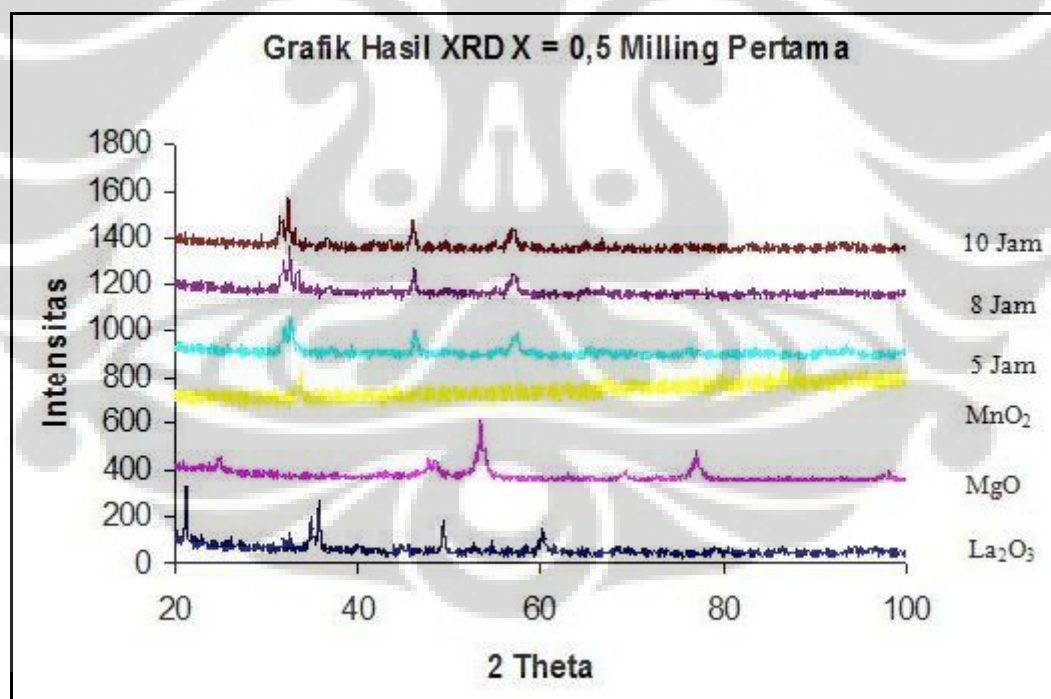
Gambar 4.8 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ untuk milling pertama



Gambar 4.9 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk milling pertama



Gambar 4.10 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk milling pertama



Gambar 4.11 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk milling pertama

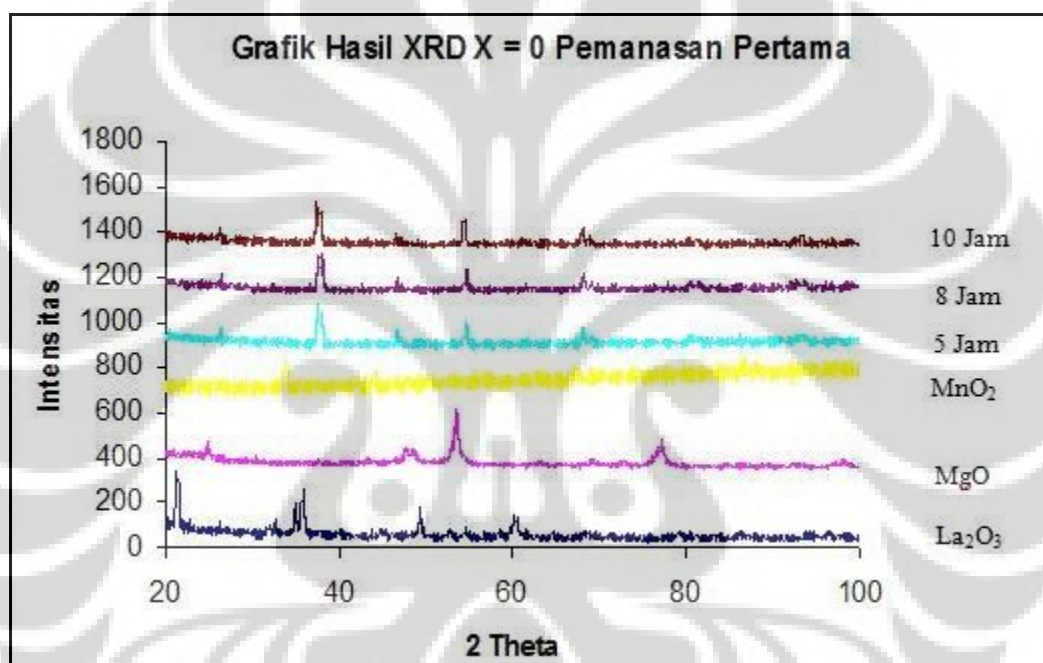
Dari gambar 4.7 sampai gambar 4.11 terlihat bahwa puncak-puncak MgO telah hilang, tetapi puncak-puncak pada MnO_2 dan La_2O_3 masih ada namun terjadi pergeseran dan pelebaran. Hal ini dapat terjadi karena selama proses milling

berlangsung butir-butir kristal bahan-bahan dasar tersebut hancur dan saling bercampur. Struktur kristal MnO_2 dan La_2O_3 serupa sehingga mendominasi campuran dan menghasilkan puncak intensitas terbesar pada daerah yang mendekati puncak kedua bahan dasar tersebut.

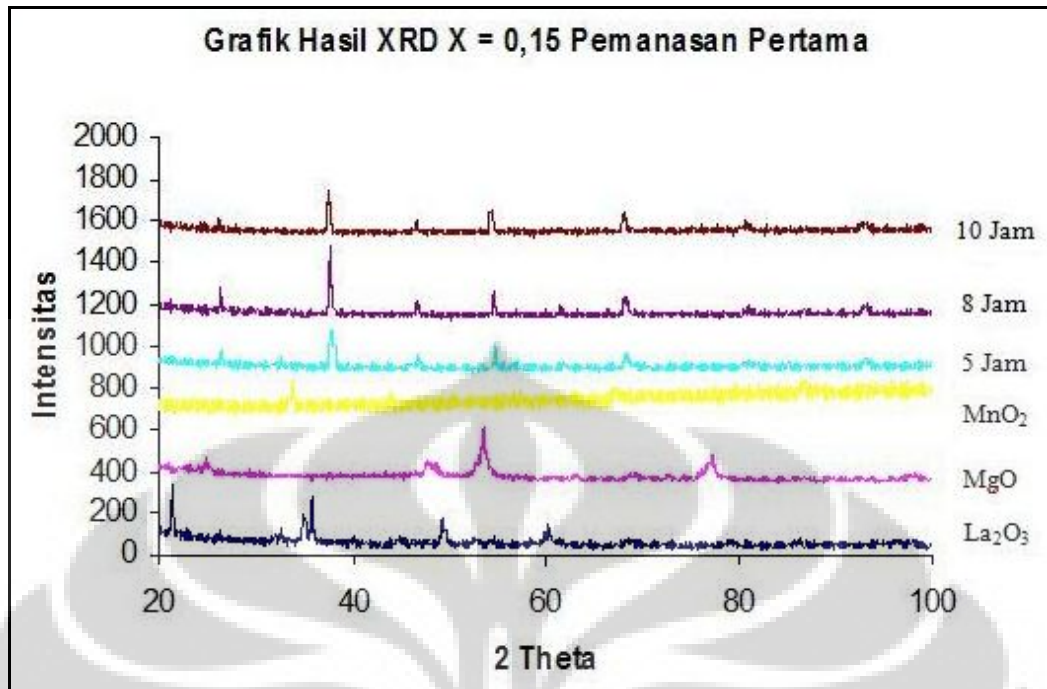
Sebagai perbandingan komposisi untuk nilai x terbesar yaitu:

$$(\text{La}_2\text{O}_3 + \text{MnO}_2) : \text{MgO} = (10,899 + 2,907) : 1,348 = 13,803 : 1,348 = 10,25 : 1$$

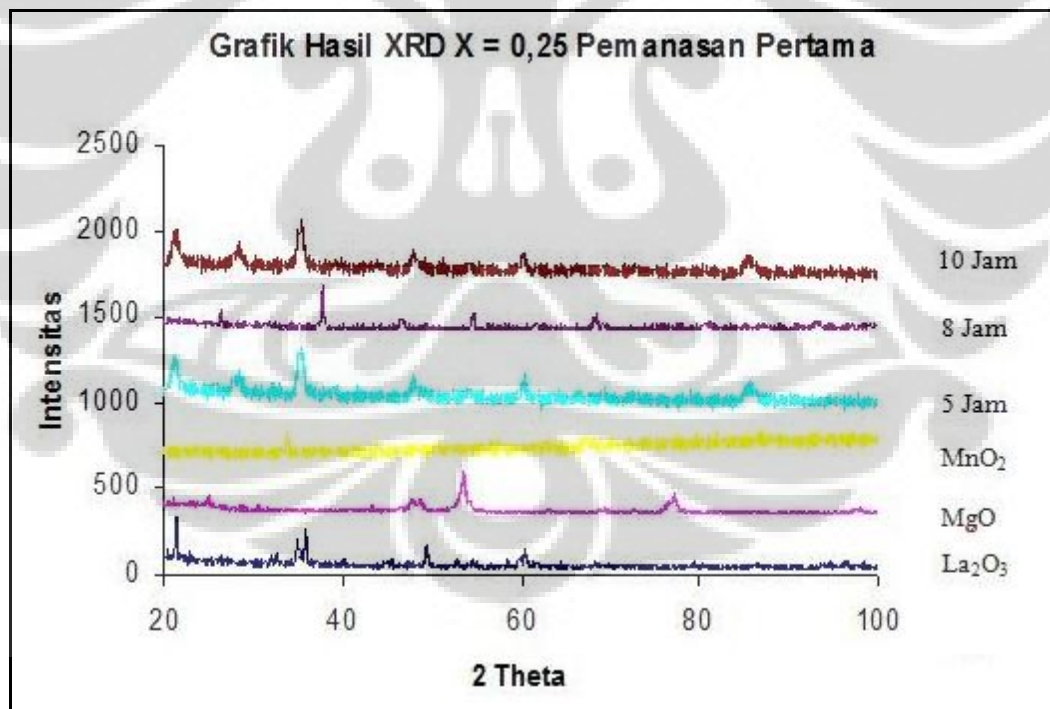
4.2.2 Hasil XRD Pemanasan Pertama



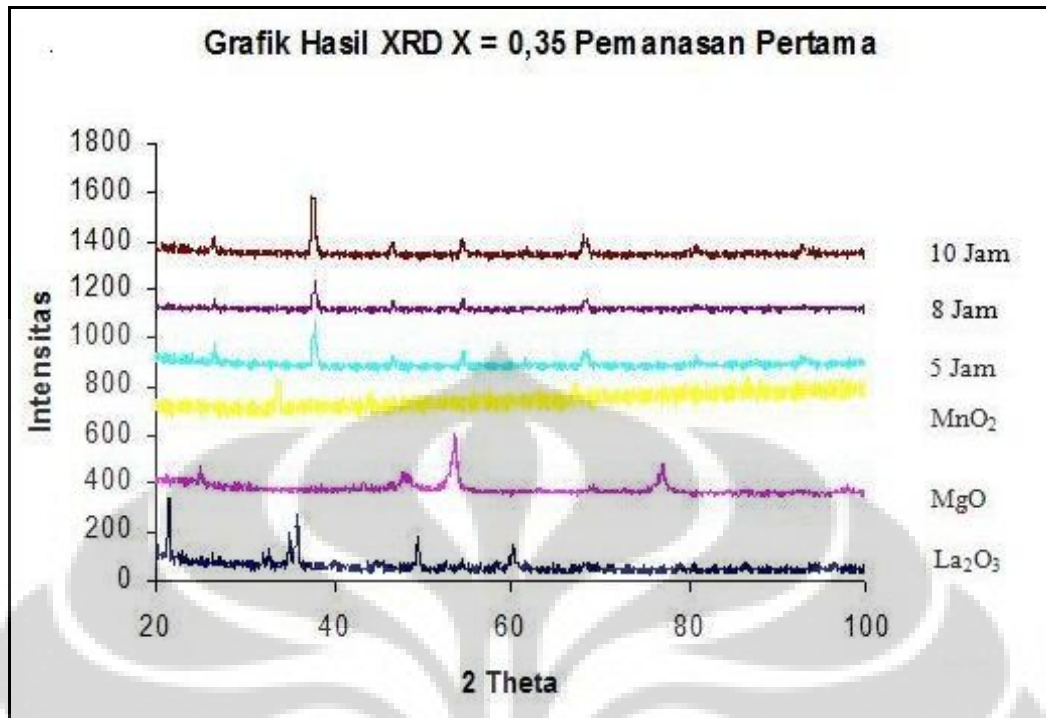
Gambar 4.12 Pola difraksi LaMnO_3 untuk pemanasan pertama



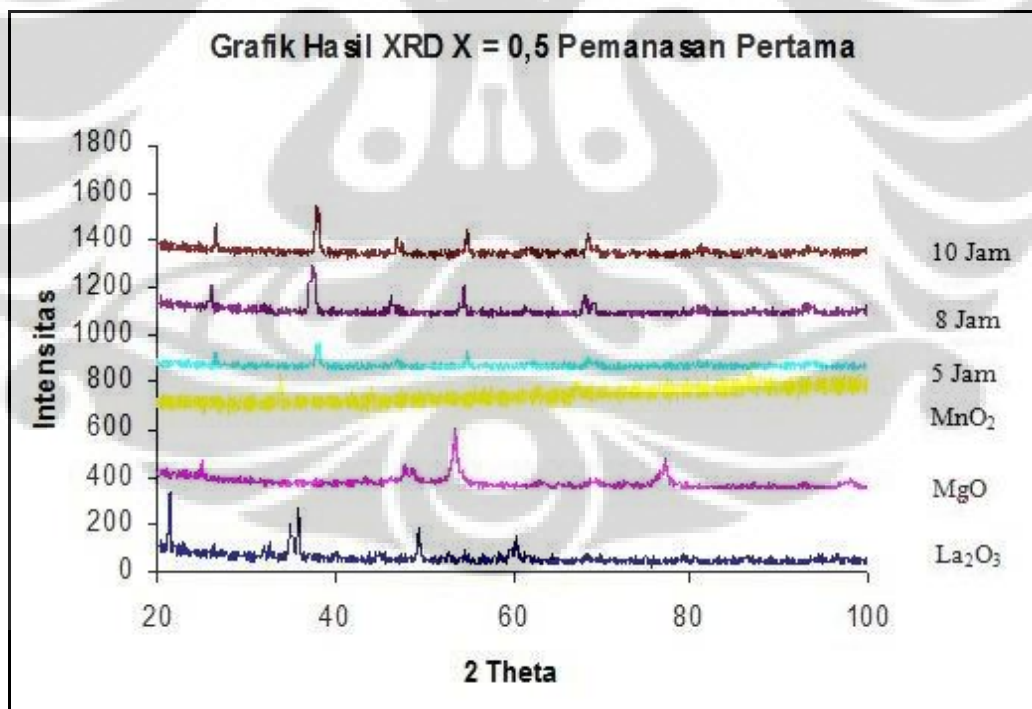
Gambar 4.13 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0.15}\text{Mn}_{0.85}\text{O}_3$ untuk pemanasan pertama



Gambar 4.14 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0.25}\text{Mn}_{0.75}\text{O}_3$ untuk pemanasan pertama



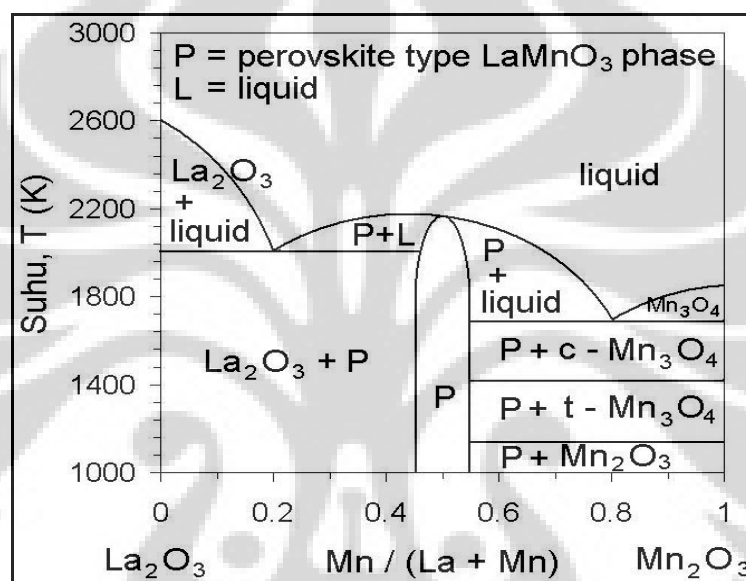
Gambar 4.15 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk pemanasan pertama



Gambar 4.16 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk pemanasan pertama

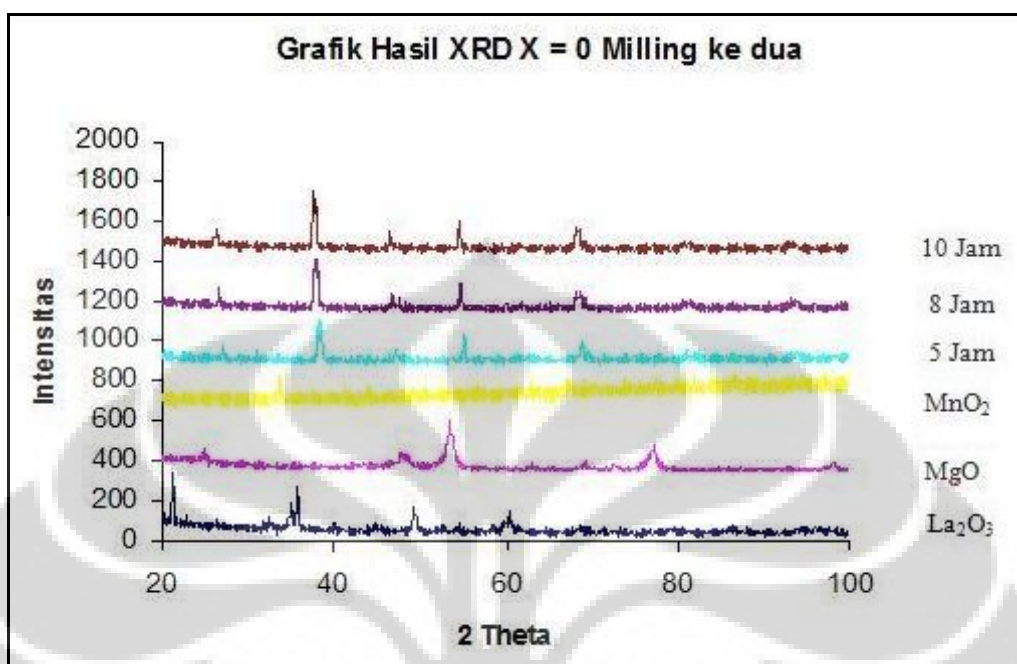
Pada gambar 4.12 sampai 4.16 pemanasan pertama selama 1300°C selama 6 jam dilakukan. Terlihat telah terbentuk puncak-puncak utama bahan dasar telah hilang

dan telah terbentuk puncak-puncak baru dengan intensitas terbesar berada pada sudut $2\theta \approx 37,44^\circ$. Hal ini menandakan bahwa telah terbentuk fasa perovskite yang diinginkan sesuai dengan konfirmasi diagram fasa pembentukan LaMnO_3 pada gambar 4.17. Fungsi pembentukan pellet dengan proses penekan yaitu untuk menghindari terjadinya ledakan akibat titik nyala MgO sama dengan titik lelehnya. Selain itu proses penekanan memungkinkan kontak permukaan antar butir makin besar dengan berkurangnya ruang untuk dimasuki udara.

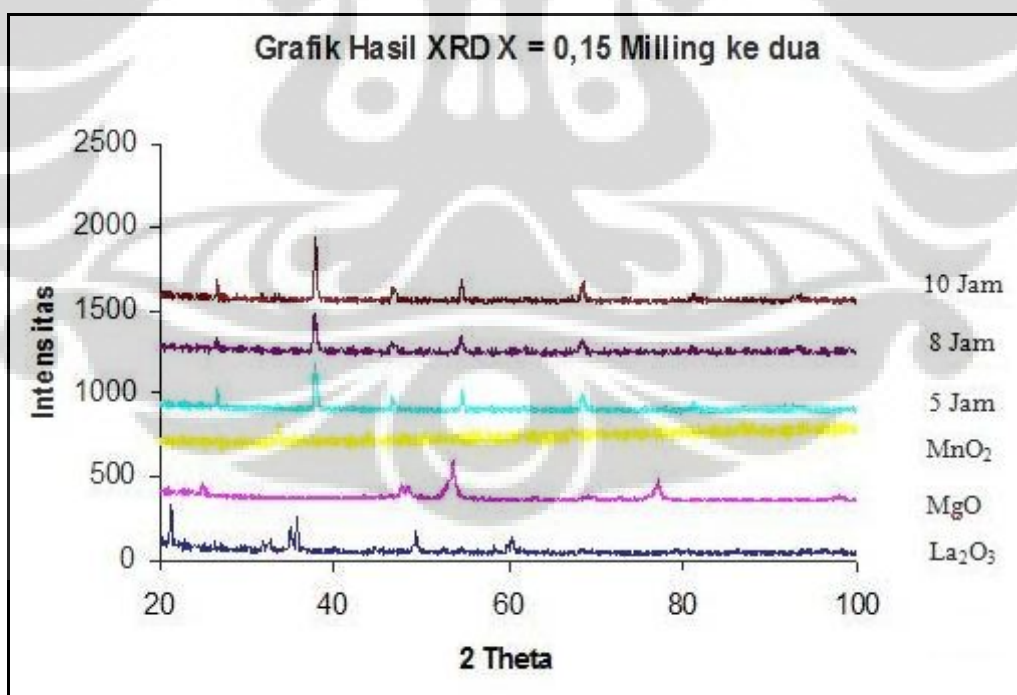


Gambar 4.17 Diagram fasa pembentukan LaMnO_3 (Grundy et al., 2004)

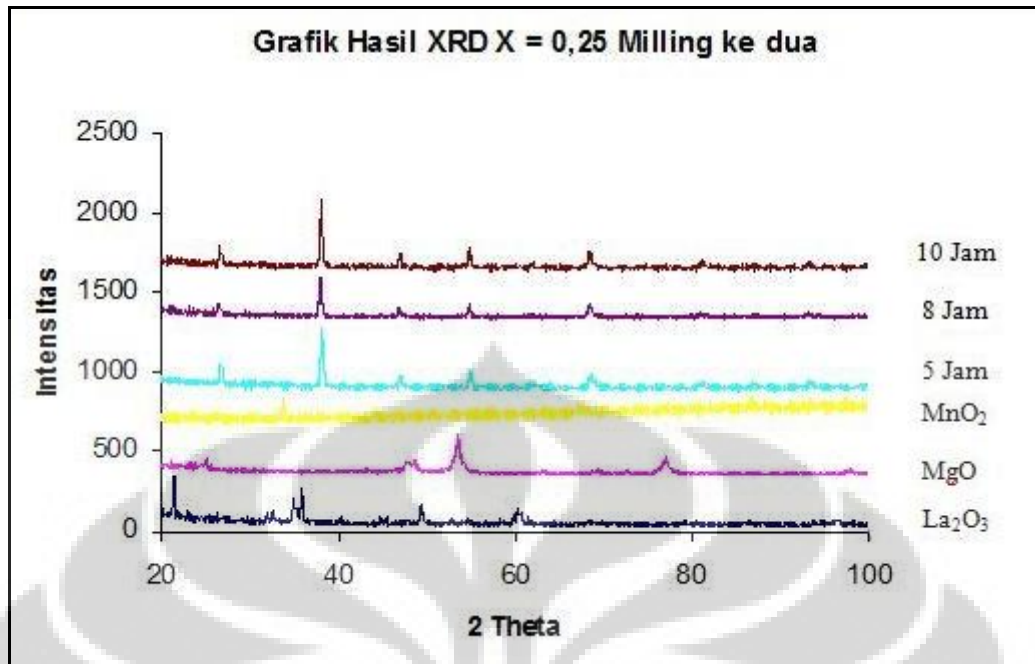
4.2.3 Hasil XRD Milling Kedua



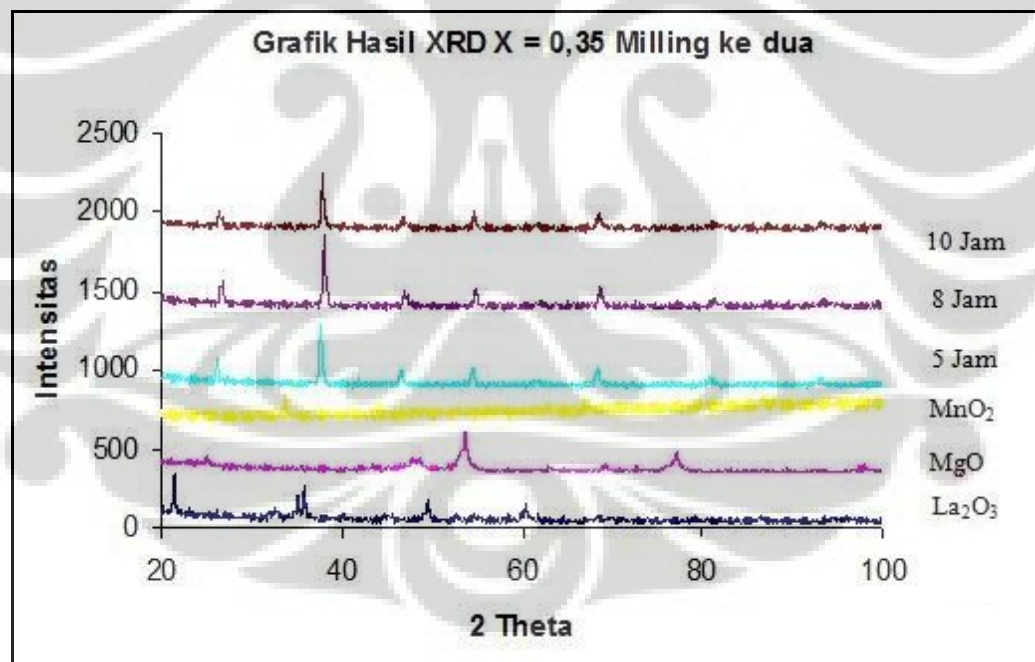
Gambar 4.18 Pola difraksi LaMnO_3 untuk milling kedua



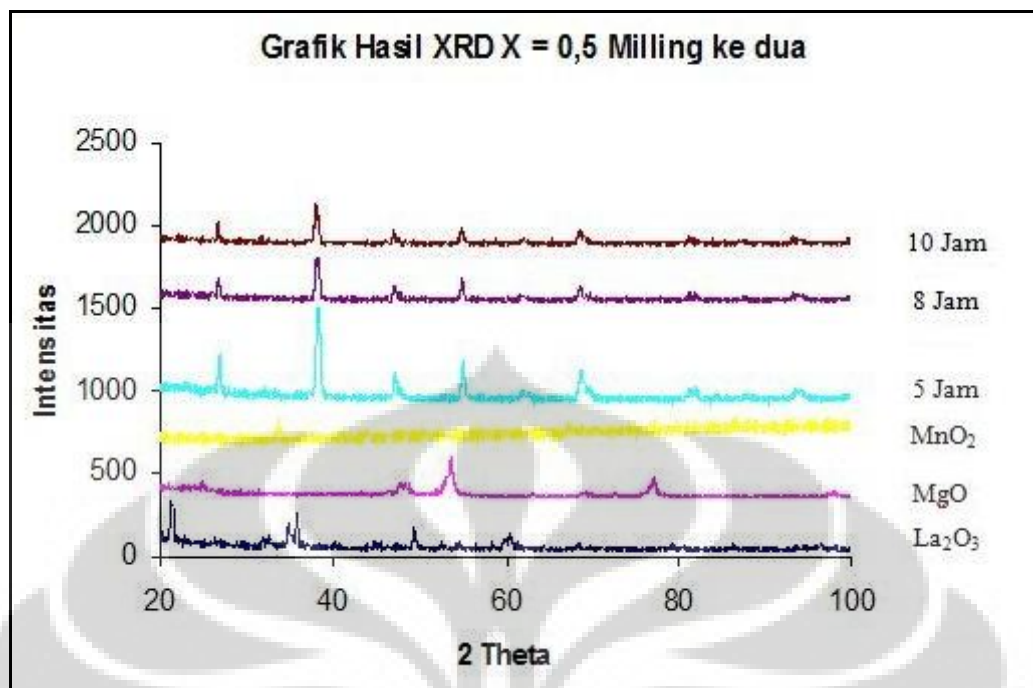
Gambar 4.19 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0.15}\text{Mn}_{0.85}\text{O}_3$ untuk milling kedua



Gambar 4.20 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk milling kedua



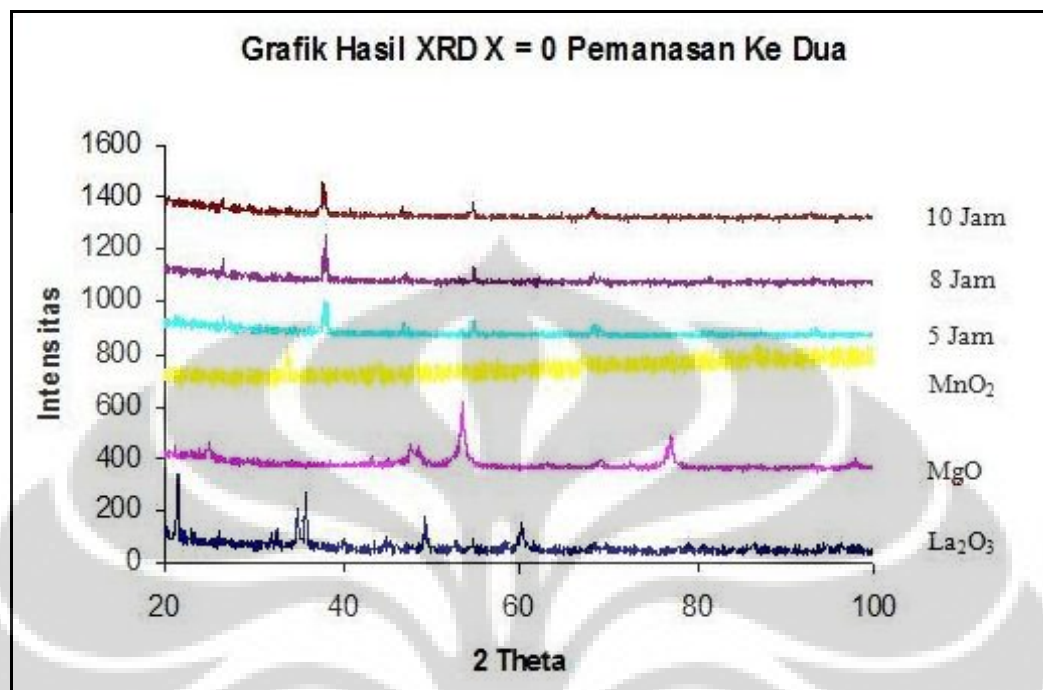
Gambar 4.21 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk milling kedua



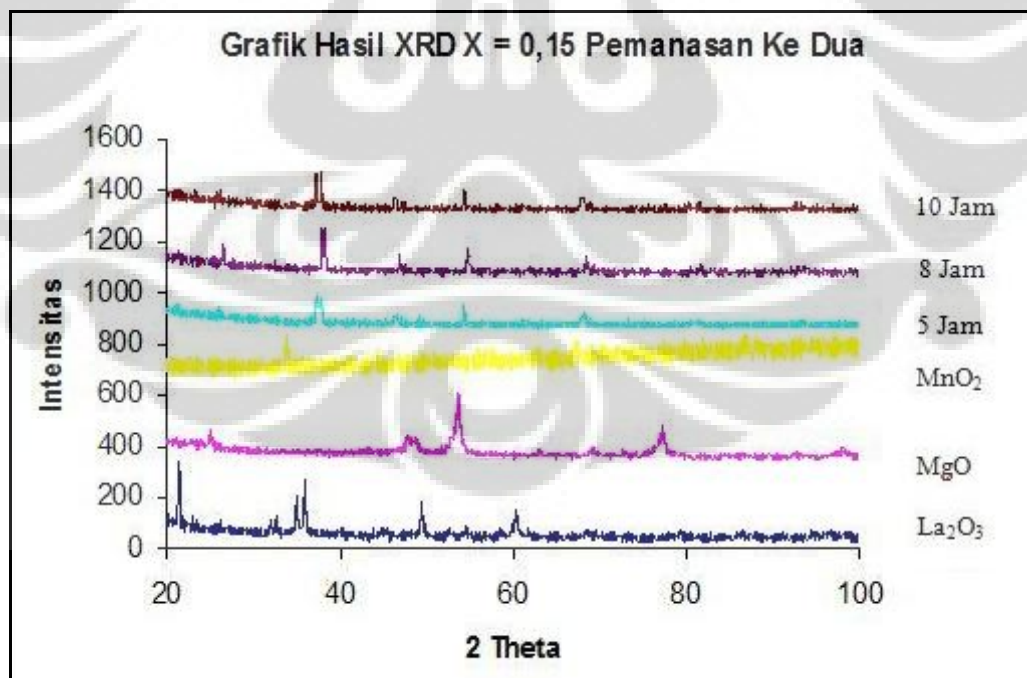
Gambar 4.22 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0.5}\text{Mn}_{0.5}\text{O}_3$ untuk milling kedua

Pada gambar 4.18 sampai 4.22 terlihat bahwa setelah fasa perovskite terbentuk melalui pemanasan pertama tersebut, proses milling yang kedua ini berfungsi untuk menghancurkan butir-butir kristal yang telah terbentuk dengan indikasi makin melebarnya puncak utama namun diimbangi dengan turunnya intensitas akibat penyebaran sudut difraksi yang makin lebar disekitar puncak-puncaknya, terutama pada sudut $2\theta \approx 37,44^\circ$ tersebut.

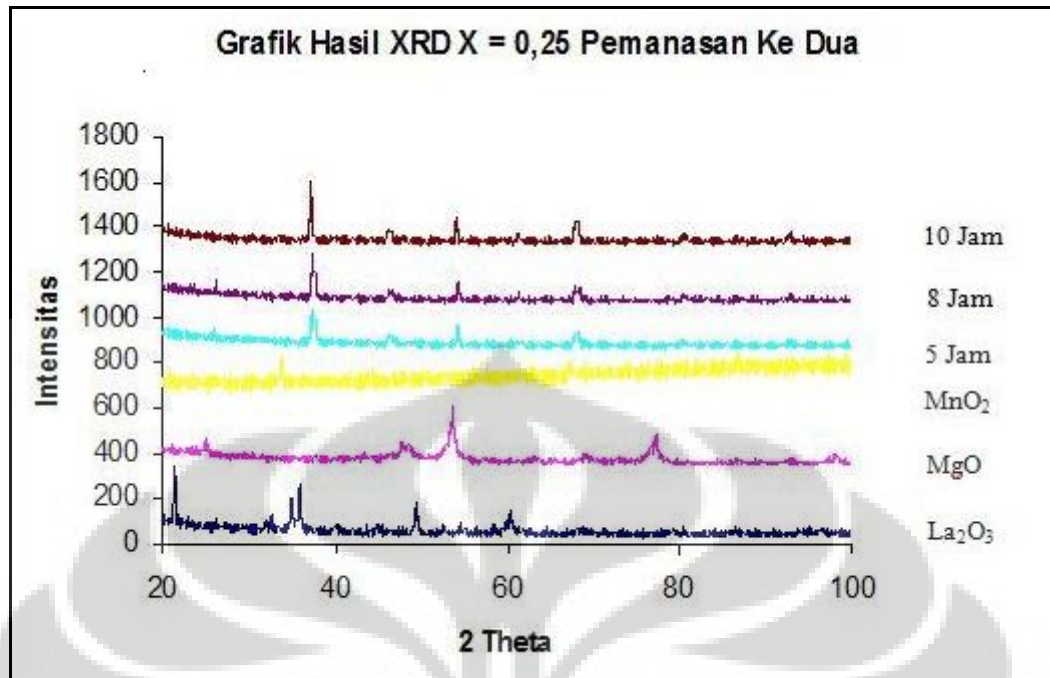
4.2.4 Hasil XRD Pemanasan Kedua



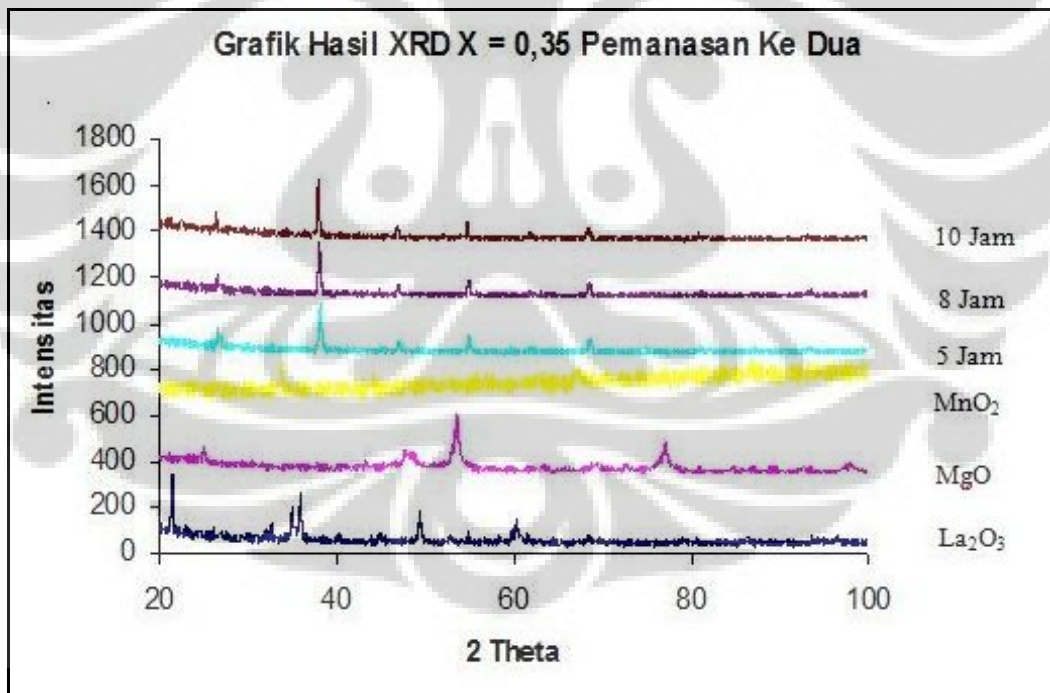
Gambar 4.23 Pola difraksi LaMnO_3 untuk pemanasan kedua



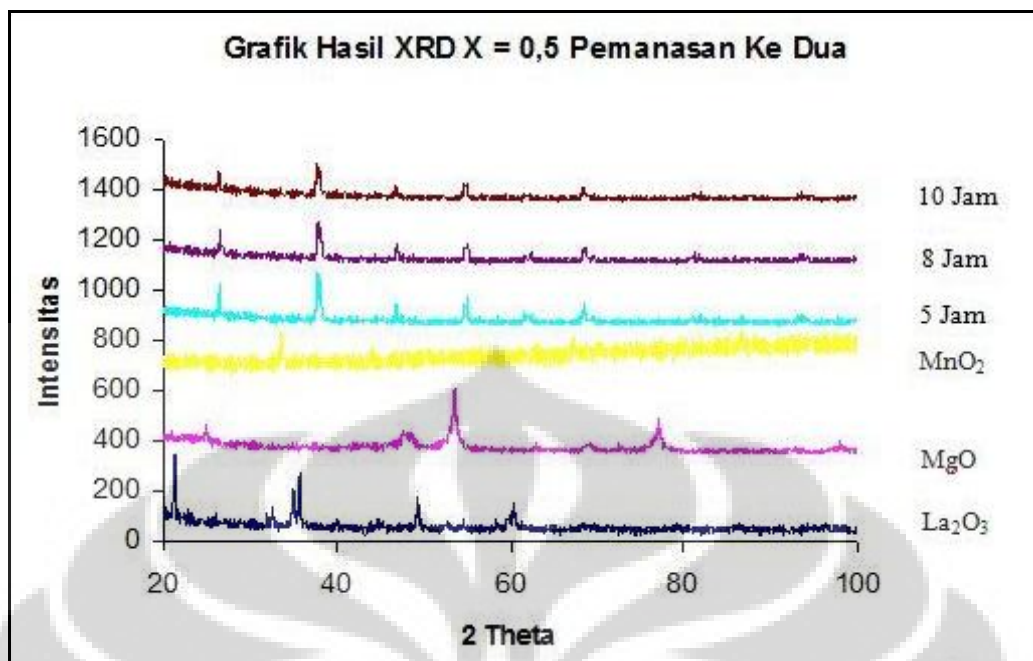
Gambar 4.24 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ untuk pemanasan kedua



Gambar 4.25 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk pemanasan kedua



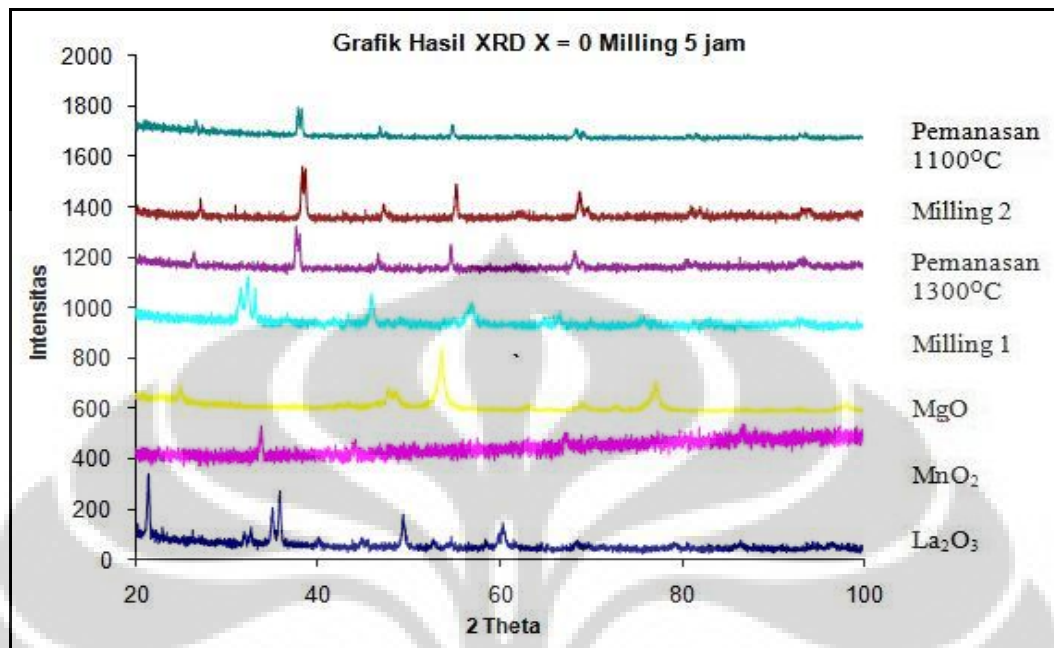
Gambar 4.26 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk pemanasan kedua



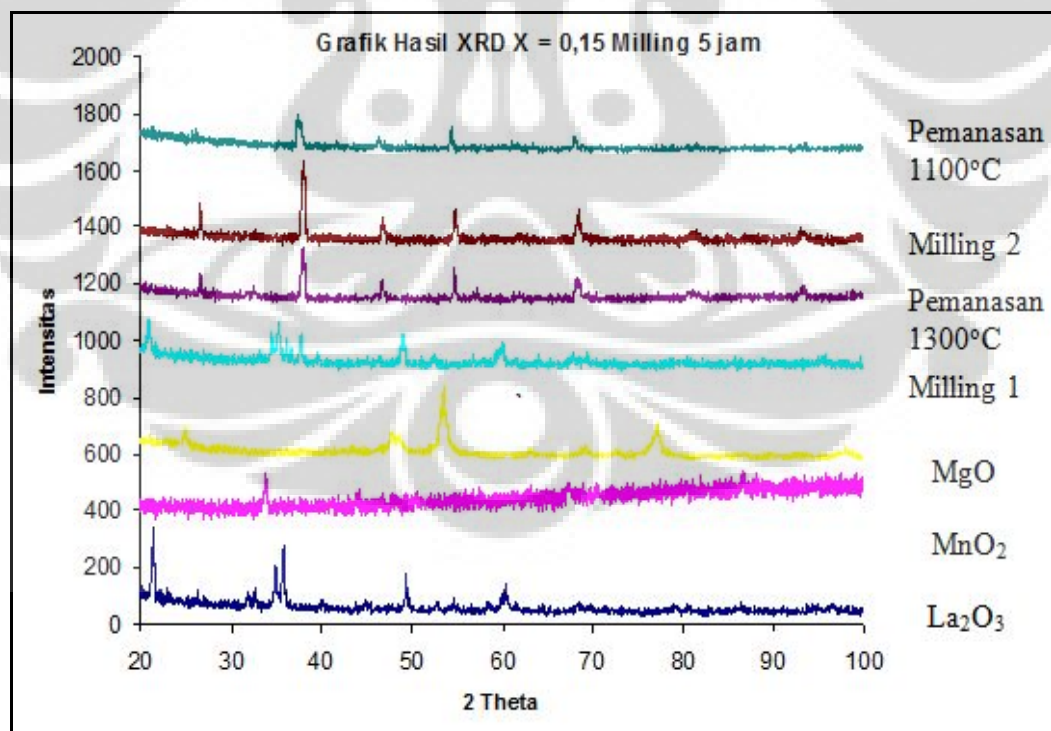
Gambar 4.27 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk pemanasan kedua

Pada gambar 4.23 sampai 4.27 kembali dilakukan pemanasan kembali pada suhu 1100°C selama 24 jam dengan hasil yang menunjukkan puncak utama yang tetap sama dengan pemanasan pertama sehingga dapat disimpulkan bahwa pada pemanasan kedua ini tidak terjadi perubahan fasa. Sesuai dengan literatur, pemanasan kembali pada suhu dibawah suhu pembentukan suatu bahan dengan waktu yang lebih disebut dengan *annealing* yang pada fasa pertama bertujuan untuk recovery; material akan menjadi lunak akibat eksitasi thermal sehingga struktur akan bergerak untuk mencapai kesetimbangan mekanik dengan mengurangi cacat kristal terutama dislokasi dan *void* serta internal stress bahan. Fasa yang kedua adalah pembentukan grain-grain baru melalui proses nukleasi yang disebut juga sebagai proses rekristalisasi [Verhoeven, 1975].

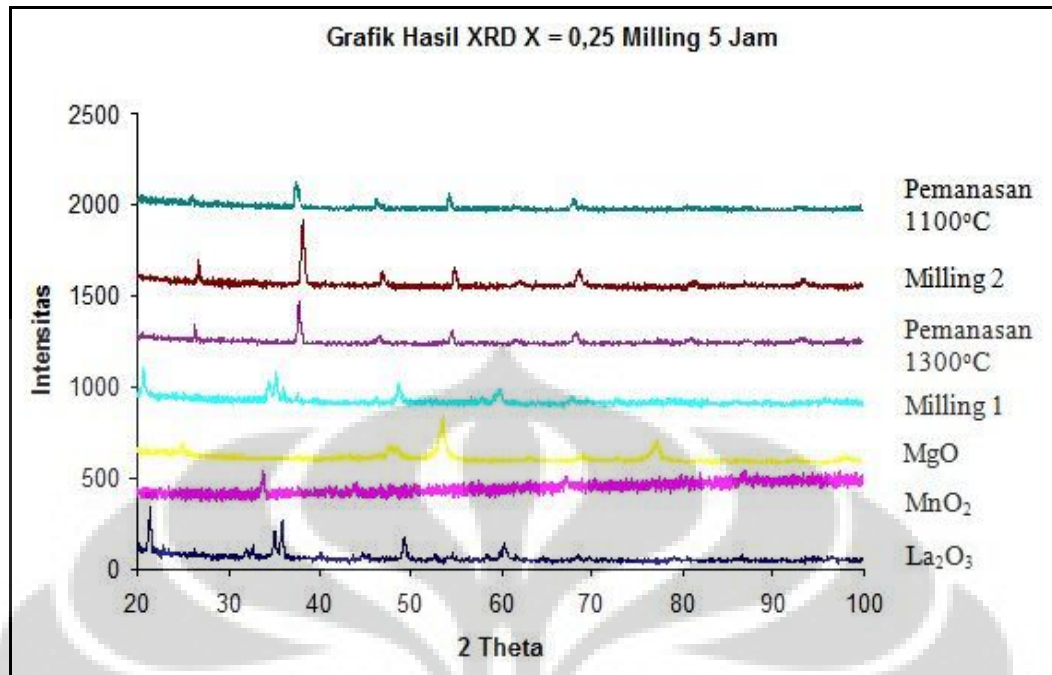
4.2.5 Hasil XRD Proses pada Milling 5 jam



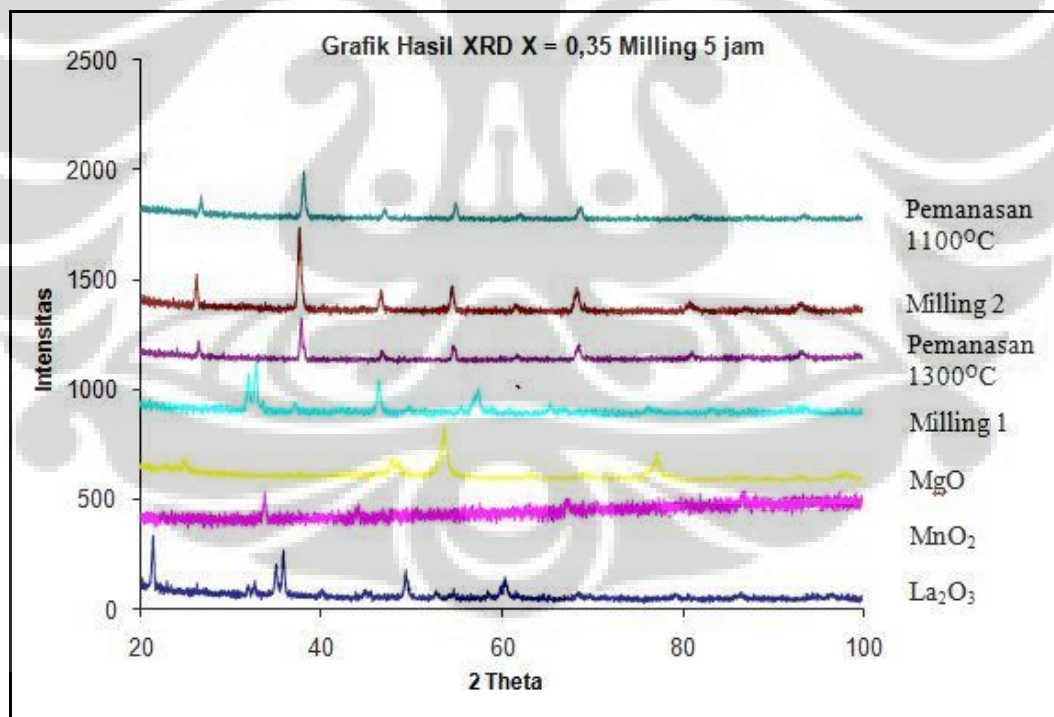
Gambar 4.28 Pola difraksi LaMnO₃ untuk milling 5 jam



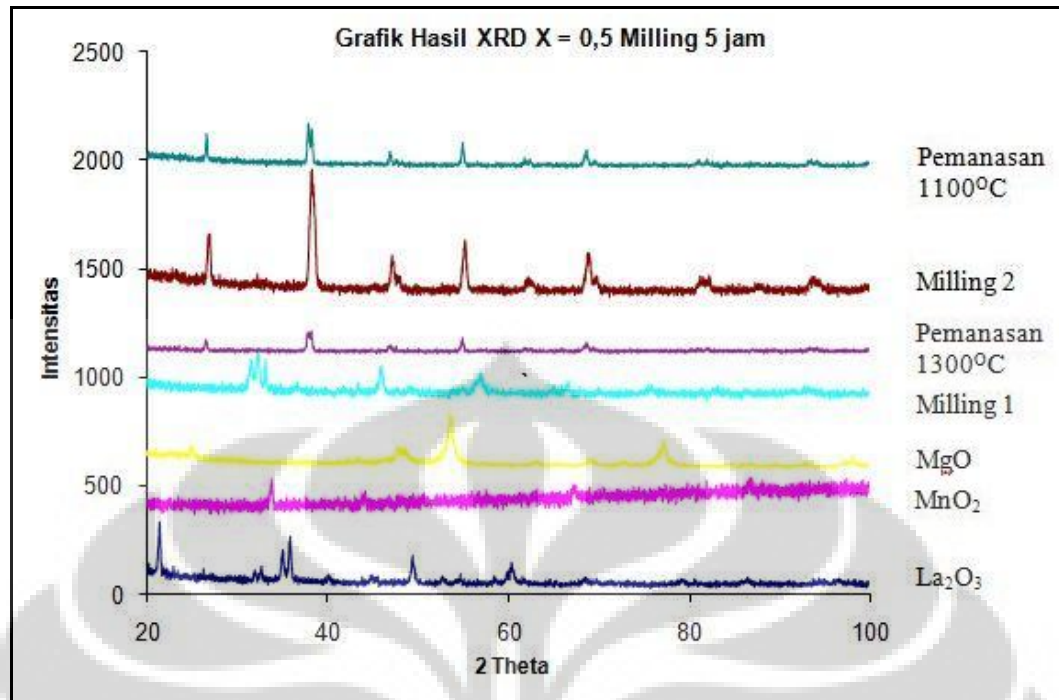
Gambar 4.29 Pola difraksi LaMg_{0,15}Mn_{0,85}O₃ untuk milling 5 jam



Gambar 4.30 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk milling 5 jam

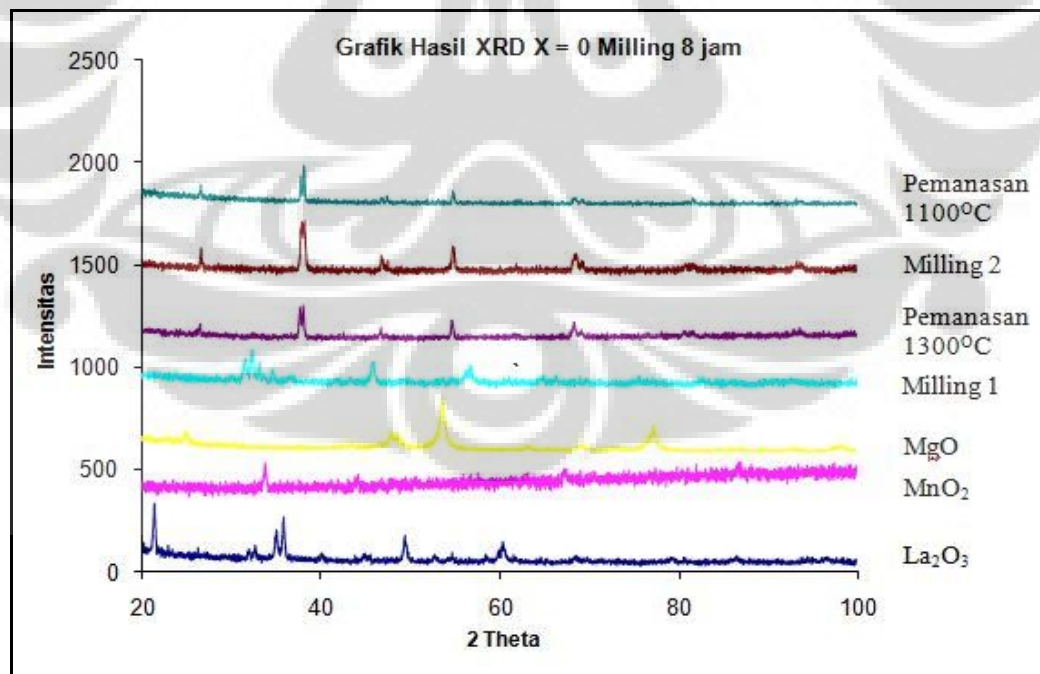


Gambar 4.31 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk milling 5 jam

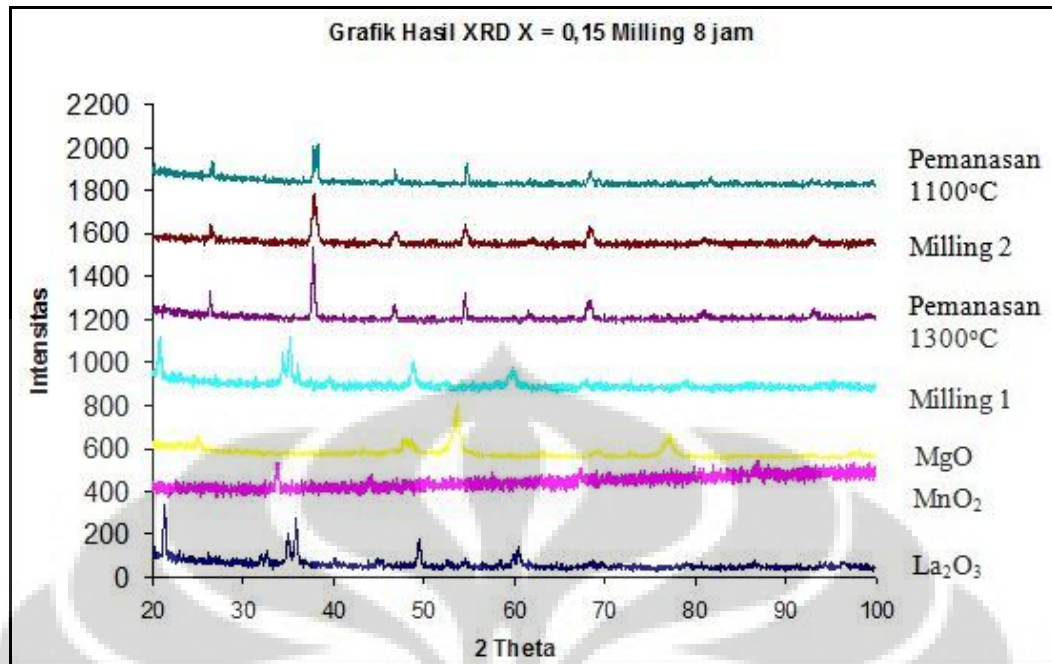


Gambar 4.32 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk milling 5 jam

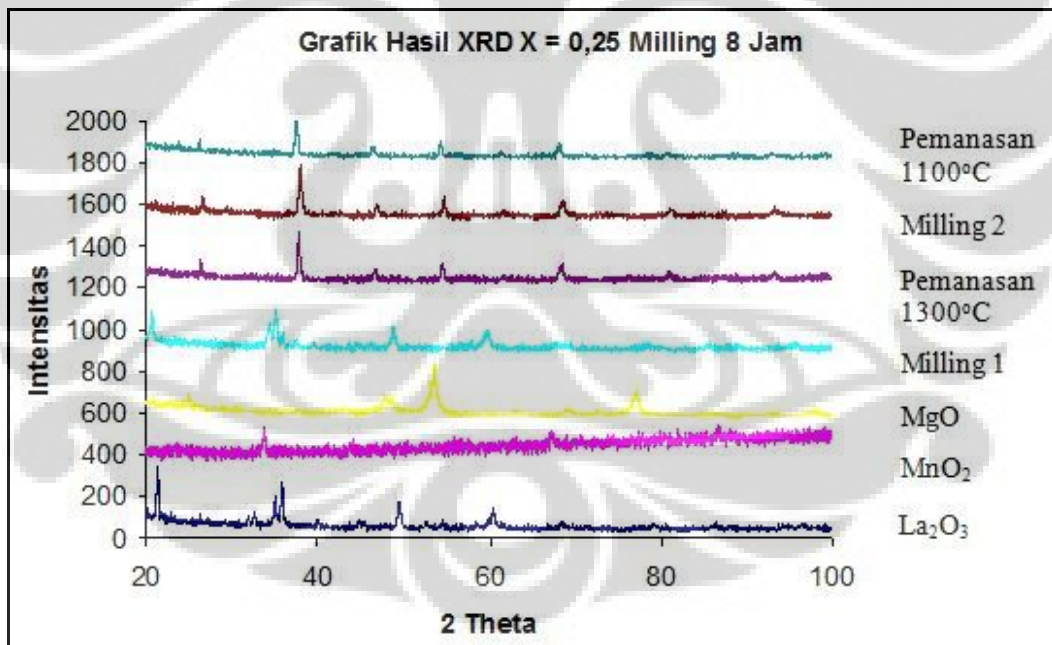
4.2.6 Hasil XRD Proses pada Milling 8 jam



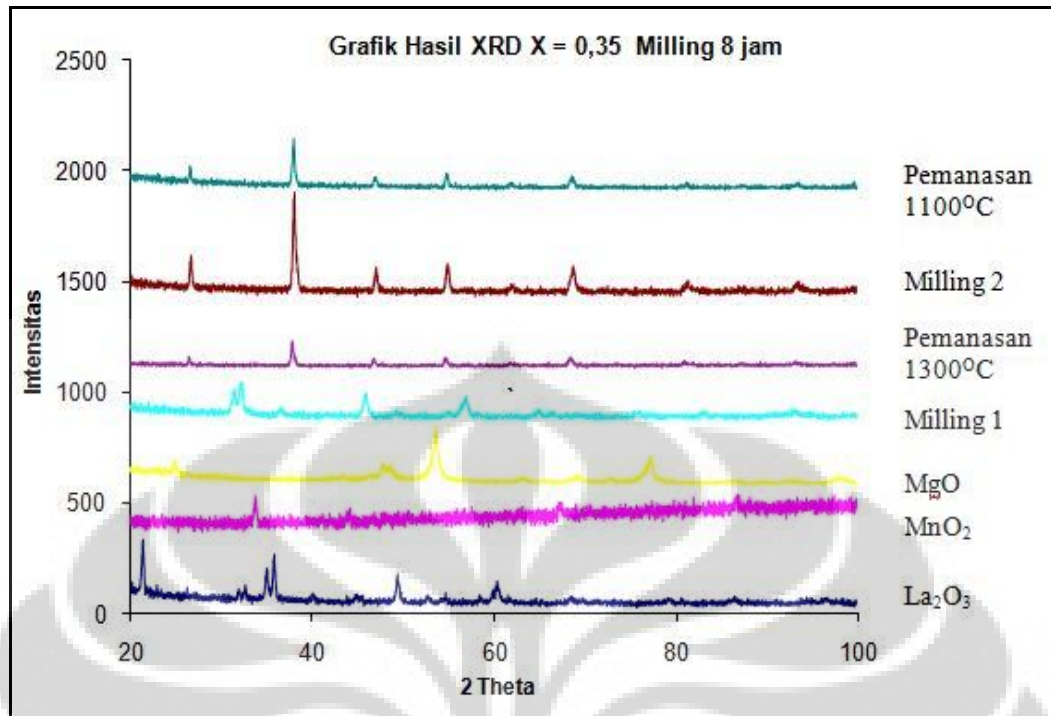
Gambar 4.33 Pola difraksi LaMnO_3 untuk milling 8 jam



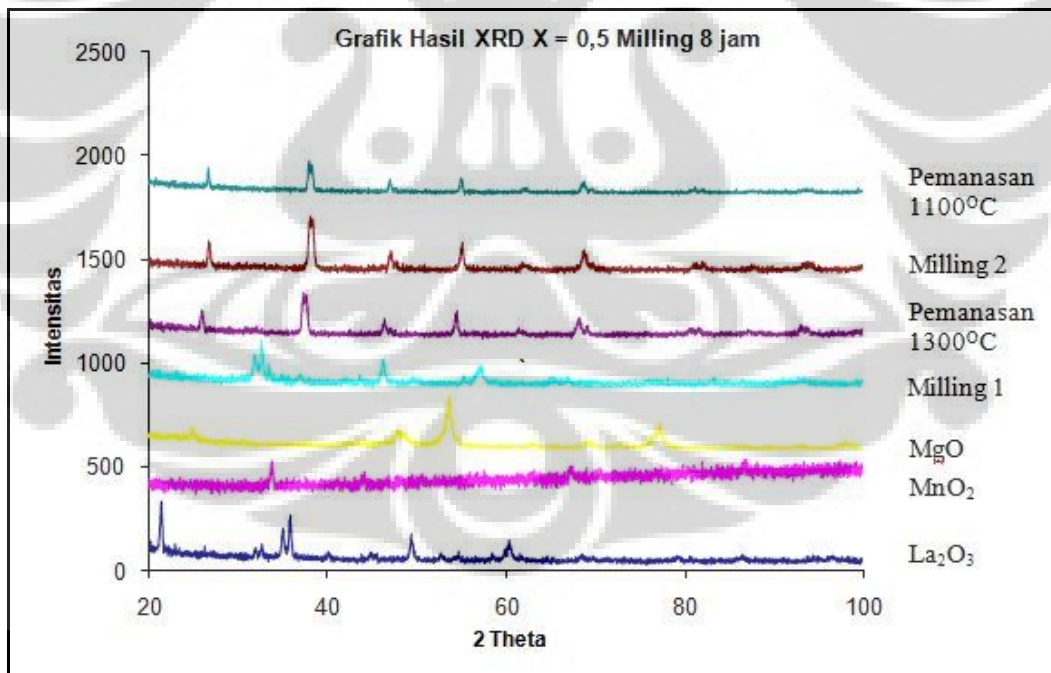
Gambar 4.34 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ untuk milling 8 jam



Gambar 4.35 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk milling 8 jam

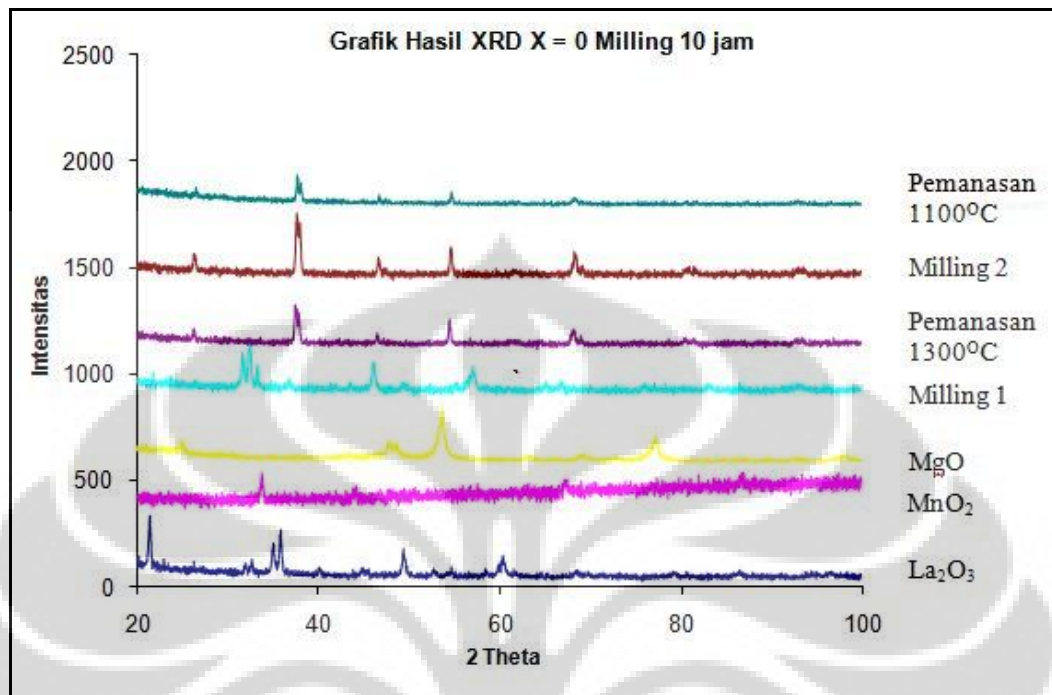


Gambar 4.36 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk milling 8 jam

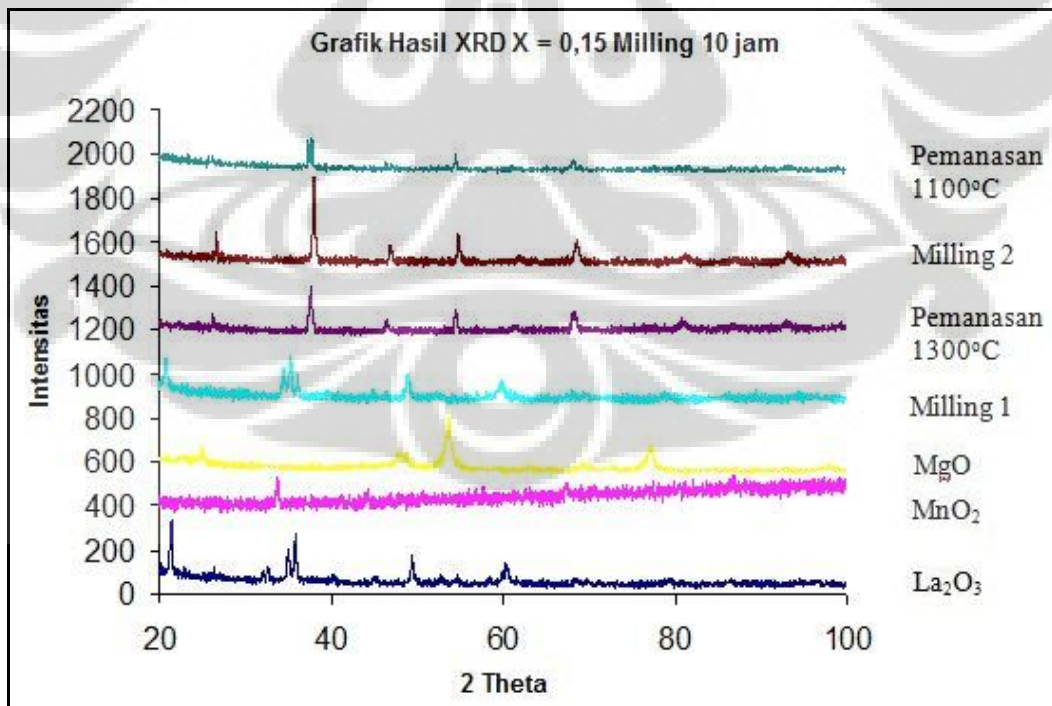


Gambar 4.37 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk milling 8 jam

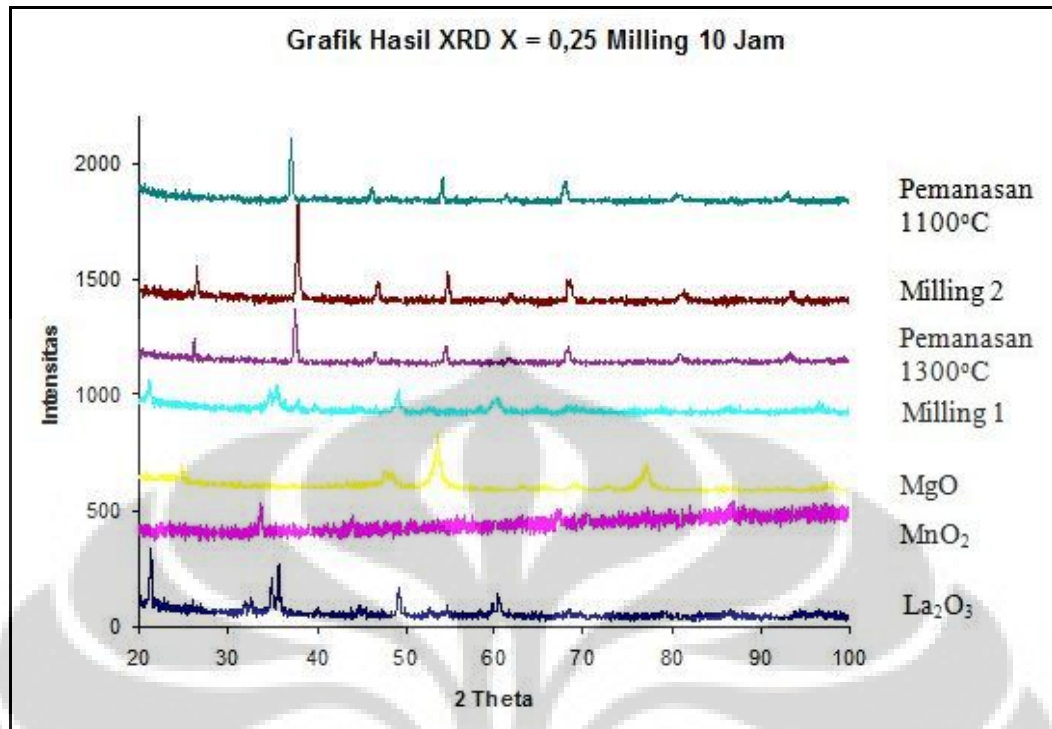
4.2.7 Hasil XRD Proses pada Milling 10 jam



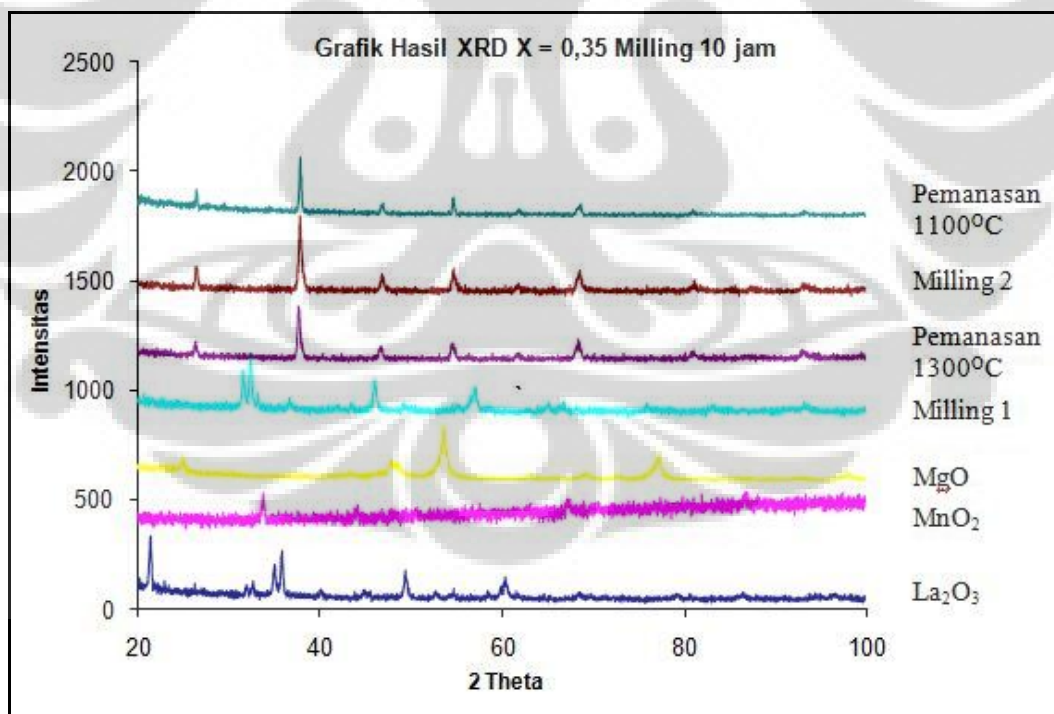
Gambar 4.38 Pola difraksi LaMnO₃ untuk milling 10 jam



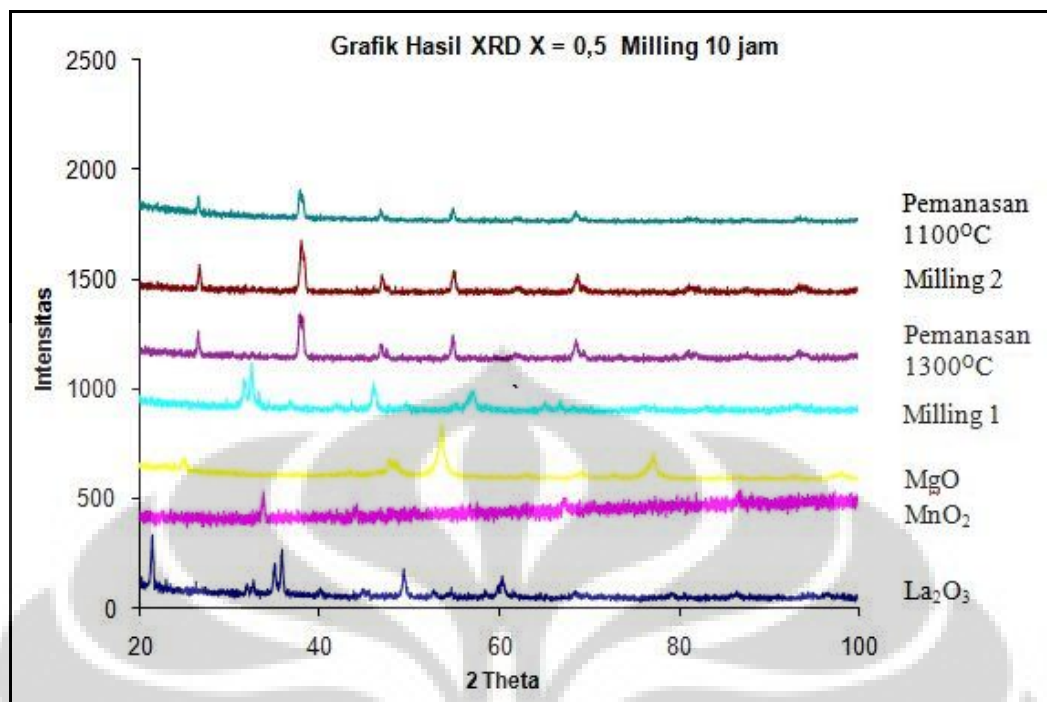
Gambar 4.39 Pola difraksi LaMg_{0,15}Mn_{0,85}O₃ untuk milling 10 jam



Gambar 4.40 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ untuk milling 10 jam



Gambar 4.41 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,35}\text{Mn}_{0,65}\text{O}_3$ untuk milling 10 jam



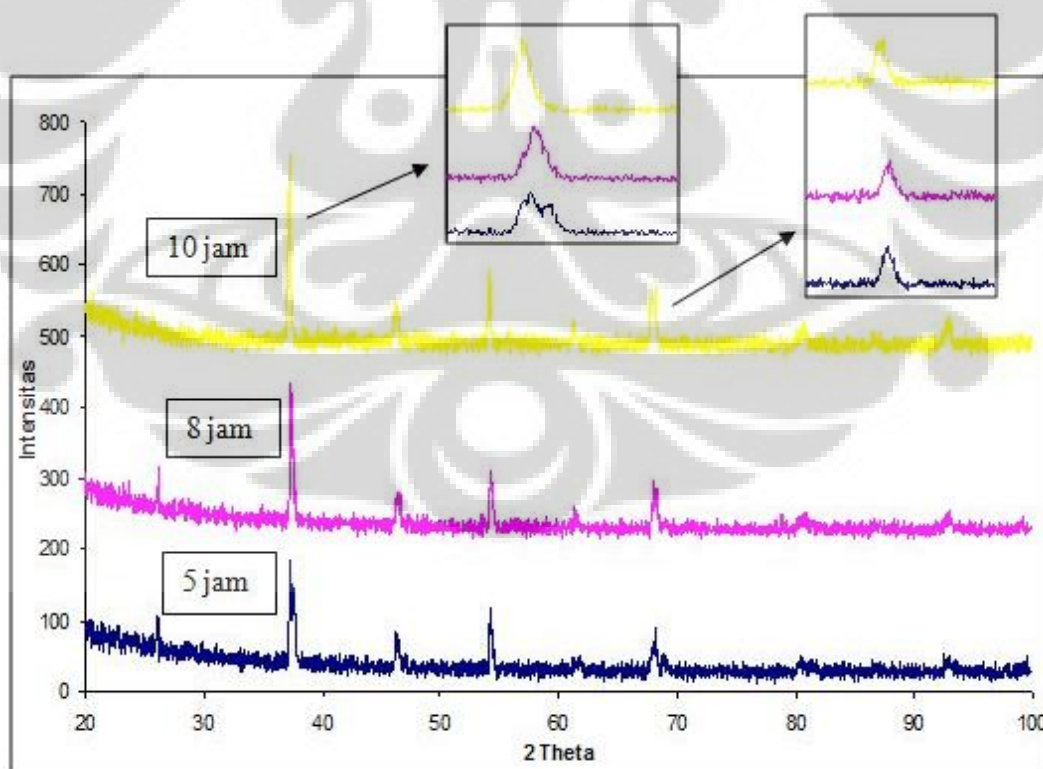
Gambar 4.42 Pola difraksi $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ untuk milling 10 jam

Pada gambar 4.28 sampai 4.42 ditunjukkan hasil XRD dari evolusi yang terjadi pada sampel selama menjalani proses milling pertama, pemanasan pertama, milling kedua dan pemanasan kedua untuk variasi komposisi ($x = 0, 0.15, 0.25, 0.35, 0.5$). Berdasarkan pola difraksi yang terbentuk:

1. Proses pertama; milling pertama belum membentuk fasa baru. Hal ini dapat diamati dari puncak-puncak pola difraksi yang masih memiliki karakteristik bahan dasarnya terutama La_2O_3 dan MnO_2 karena komposisi kedua bahan tersebut mendominasi dengan perbandingan 10,5:1 dengan MgO . Meskipun belum terbentuk fasa baru, namun selama proses milling pertama telah menghasilkan ukuran butir yang cukup kecil dan homogen dilihat dari pelebaran puncak utamanya.
2. Proses kedua; pemanasan pertama pada suhu 1300°C selama 6 jam telah menghasilkan puncak-puncak baru yang berbeda dengan pola difraksi bahan-bahan dasarnya. Hal ini menandakan bahwa campuran La_2O_3 , MnO_2 , dan MgO telah berdiffusi dan membentuk fasa baru sesuai dengan komposisi $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{(1-x)}\text{O}_3$.

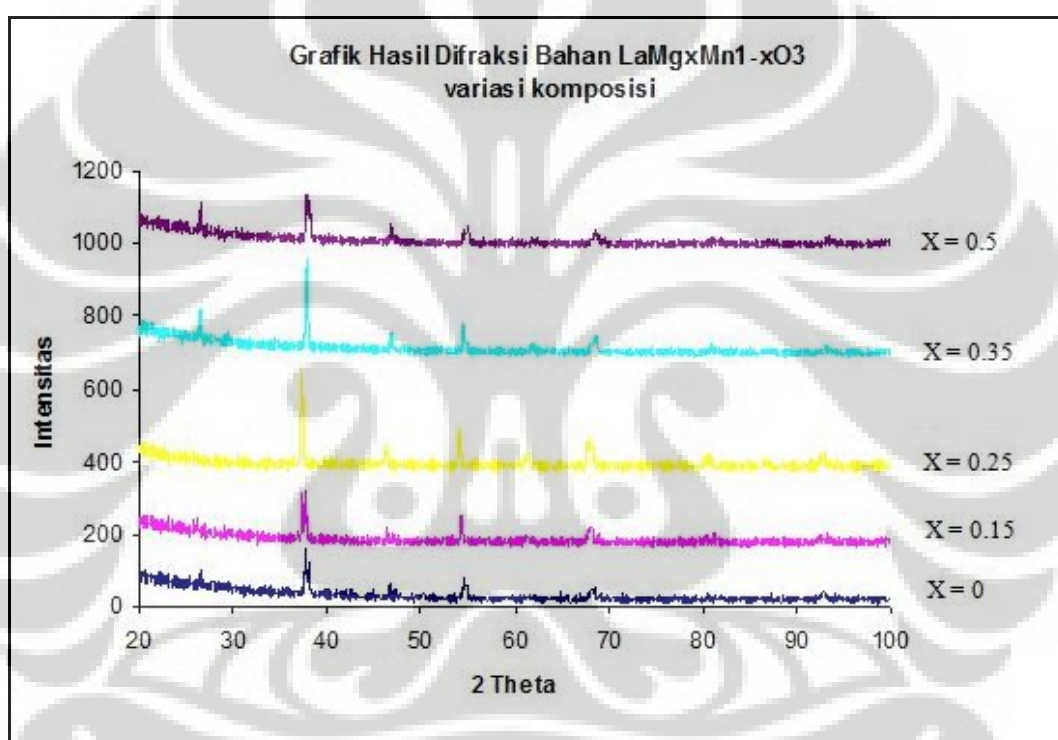
3. Proses ketiga; milling kedua tidak merubah fasa dari sample tetapi hanya memperkecil ukuran butirannya. Fakta ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Jazuli [2007], dimana makin lama waktu milling, makin kecil ukuran butir. Terlihat intensitas dan pelebaran yang makin meningkat setelah dilakukan milling kedua. Hal ini dapat dijelaskan dengan makin banyaknya interferensi konstruktif pada sudut 2θ tertentu akibat makin banyaknya butir kristal yang mendifraksikan sinar-X pada sudut tersebut.
4. Proses keempat, pemanasan kedua pada suhu 1100°C selama 24 jam terlihat di pola difraksi intensitas mengalami penurunan dan penyempitan. Untuk mengetahui pengaruh pemanasan 1100°C terhadap ukuran butiran dilakukan penghitungan ukuran butiran dengan menggunakan persamaan Debye Scherer pada sample pemanasan 1100°C untuk masing-masing variasi komposisi dan waktu milling dengan mengambil sudut 2θ sekitar 54° .

4.3 Identifikasi XRD Milling dan Komposisi pada Proses Kedua



Gambar 4.43 Pola difraksi variasi milling pada pemanasan kedua

Pada gambar 4.43 terlihat bahwa milling kedua tidak merubah sudut kemunculan puncak baru pada pola difraksi (posisi sudut 2θ tetap). Intensitas yang makin meningkat juga diperlihatkan dengan makin lamanya proses milling. Hal tersebut dapat dipahami dengan mengambil asumsi bahwa makin banyak butir kristal yang mendifraksikan sinar-X ke arah yang sama. Pelebaran sudut 2θ (*broadening*) dari waktu milling 5 jam ke 8 jam kemudian 10 jam mengindikasikan turunnya ukuran butir namun seperti yang terlihat pada gambar perbedaannya terlalu kecil untuk diamati sehingga diperlukan metode yang lain sebagai konfirmasi.



Gambar 4.44 Pola difraksi variasi komposisi, milling 10 jam, pemanasan kedua

Pada gambar 4.4 di atas terlihat puncak-puncak difraksi antara komposisi yang satu dengan yang lain terutama puncak difraksi pada intensitas terbesar pada sudut $2\theta \approx 37,4$ tidak mengalami perubahan sudut difraksi, sehingga untuk sementara dapat diassumsikan bahwa struktur kristal sampel tidak berubah. Perbedaan intensitas yang cukup signifikan terlihat pada komposisi $x = 0,25$ dan $x = 0,35$ yang memiliki intensitas dua kali lebih besar dibandingkan tiga sampel yang lain. Hasil tersebut bersesuaian dengan apa yang dilakukan Blasco [2004] pada sampel dengan komposisi yang berbeda.

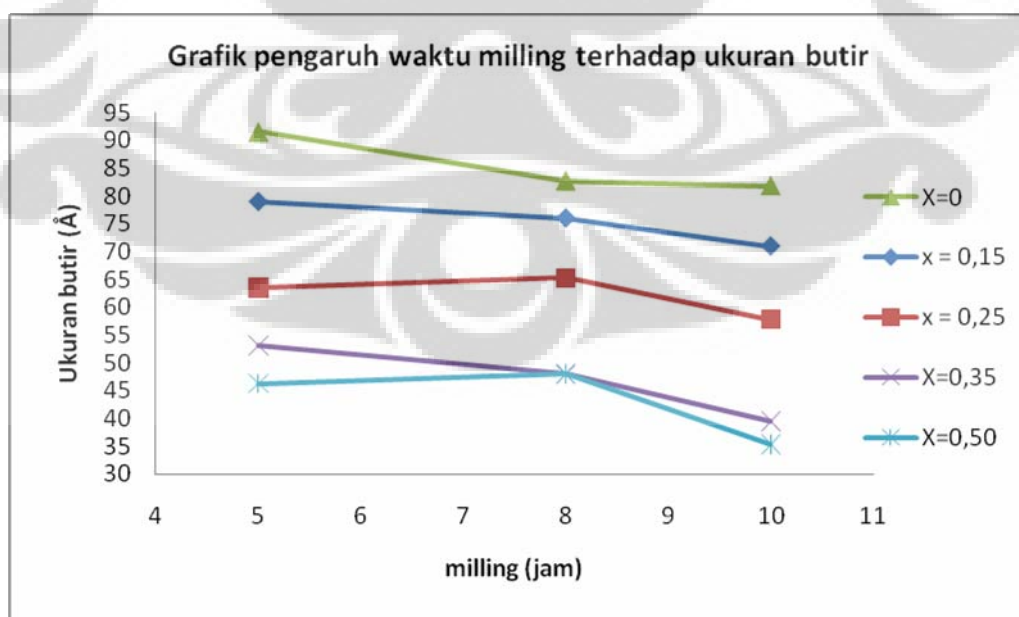
4.4 Analisis Ukuran Butir dengan Metode Scherer

Dengan menggunakan salah satu fitur pada software Bella versi 2 (lihat lampiran), ukuran butir rata-rata sampel dapat dianalisa dengan metode Debye Scherer.

4.4.1 Pengaruh Waktu Milling terhadap Ukuran Butir pada Milling Kedua

Tabel 4.4. Hasil perhitungan ukuran butir untuk variasi waktu milling setelah

Komposisi	Milling (jam)	2θ (°)	K (rad)	FWHM (rad)	λ (Å)	θ (°)	Ukuran butir (nm)
x = 0	5	54.52779	0.9	0.19778	1.789	27.263895	91
	8	54.3192	0.9	0.21876	1.789	27.1596	82
	10	54.3284	0.9	0.22109	1.789	27.1642	81
x = 0,15	5	54.4687	0.9	0.22893	1.789	27.23435	79
	8	54.3775	0.9	0.23787	1.789	27.18875	76
	10	54.3475	0.9	0.25487	1.789	27.17375	71
x = 0,25	5	54.2741	0.9	0.28482	1.789	27.13705	63
	8	54.3394	0.9	0.27725	1.789	27.1697	65
	10	54.5599	0.9	0.31327	1.789	27.27995	57
x = 0,35	5	54.3296	0.9	0.34038	1.789	27.1648	53
	8	54.2475	0.9	0.37743	1.789	27.12375	47
	10	54.4523	0.9	0.45772	1.789	27.22615	39
x = 0,50	5	54.3501	0.9	0.39115	1.789	27.17505	46
	8	54.4839	0.9	0.37728	1.789	27.24195	48
	10	54.5389	0.9	0.51312	1.789	27.26945	35



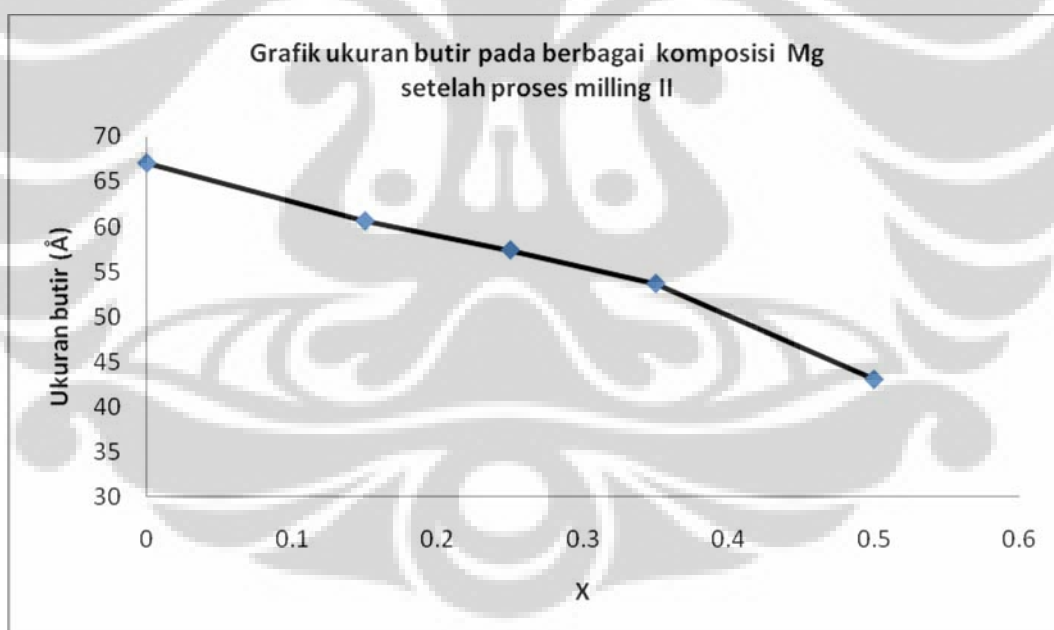
Gambar 4.45 Pengaruh waktu milling terhadap ukuran butir

Pada gambar 4.45 terlihat bahwa ukuran butir semakin mengecil seiring makin lama proses milling dilakukan. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian Jazuli [2007].

4.4.2 Pengaruh Komposisi terhadap Ukuran Butir pada Milling Kedua

Tabel 4.5. Hasil perhitungan ukuran butir untuk variasi komposisi setelah proses milling kedua pada sampel dengan waktu milling 5 jam

Komposisi x	Proses	2θ (°)	K (rad)	FWHM (rad)	λ (Å)	Ukuran butir (nm)
0	milling II	55.2108	0.9	0.2711	1.789	67
0,15	milling II	54.7799	0.9	0.2992	1.789	60
0,25	milling II	54.8944	0.9	0.3162	1.789	57
0,35	milling II	54.5124	0.9	0.3376	1.789	53
0,50	milling II	54.1444	0.9	0.3864	1.789	43



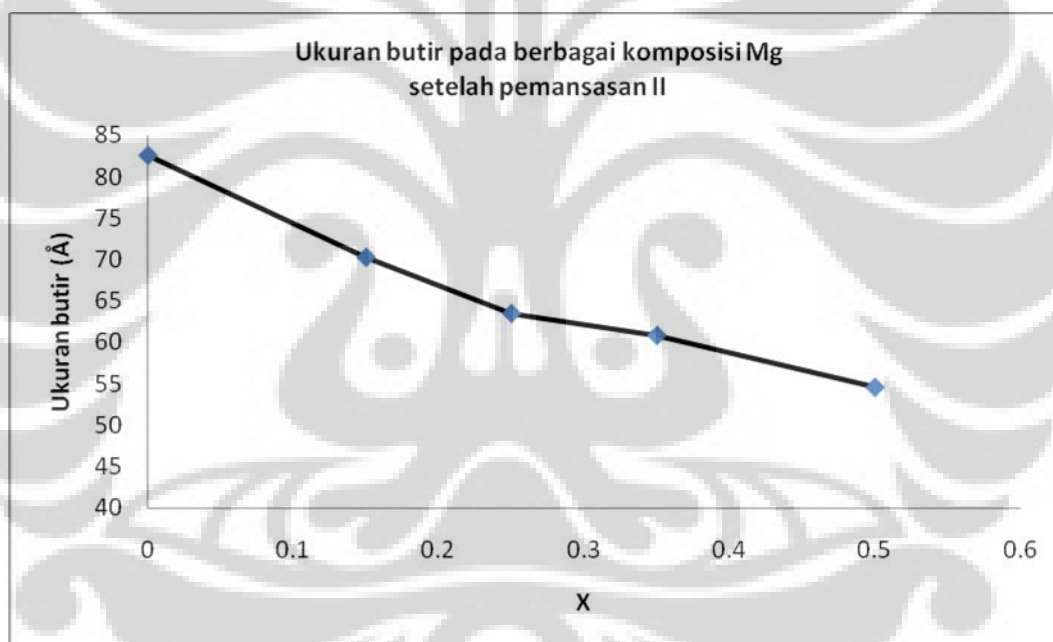
Gambar 4.46 Pengaruh konsentrasi Mg pada $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ milling kedua

Pada gambar 4.46 terlihat ukuran butir mengecil dengan bertambahnya konsentrasi Mg pada sampel. Faktor mikro strain menurut Hikam [2007] tidak dipergunakan karena sampel berbentuk serbuk (tidak dikompaksi) saat dikarakteristik dengan XRD.

4.4.3 Pengaruh Komposisi terhadap Ukuran Butir pada Pemanasan Kedua

Tabel 4.6. Hasil perhitungan ukuran butir untuk variasi komposisi setelah proses pemanasan kedua pada sampel dengan waktu milling 5 jam

Komposisi x	Proses	2θ (°)	K (rad)	FWHM (rad)	λ (Å)	Ukuran butir (nm)
0	panas II	55.8004	0.9	0.2196	1.789	82
0,15	panas II	54.3501	0.9	0.2574	1.789	70
0,25	panas II	54.2741	0.9	0.2848	1.789	63
0,35	panas II	54.8838	0.9	0.2989	1.789	60
0,50	panas II	54.9341	0.9	0.3322	1.789	54



Gambar 4.47 Pengaruh konsentrasi Mg pada $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ pemanasan kedua

Pada gambar 4.47 terlihat bahwa ukuran butir semakin kecil dengan bertambahnya konsentrasi Mg. Hasil ini sesuai dengan proses milling kedua namun dengan perbesaran pada rata-rata ukuran butir akibat rekristalisasi oleh pemanasan yang dilakukan. Hasil ini juga tidak memerlukan faktor koreksi mikro strain, sebab selama pemanasan kedua ini dilakukan, eksitasi termal proses annealing dianggap telah menyeimbangkan faktor-faktor mekanik bahan

(Verhoeven, 1975) termasuk internal stress akibat penekanan yang dilakukan saat proses pembentukan pelet.

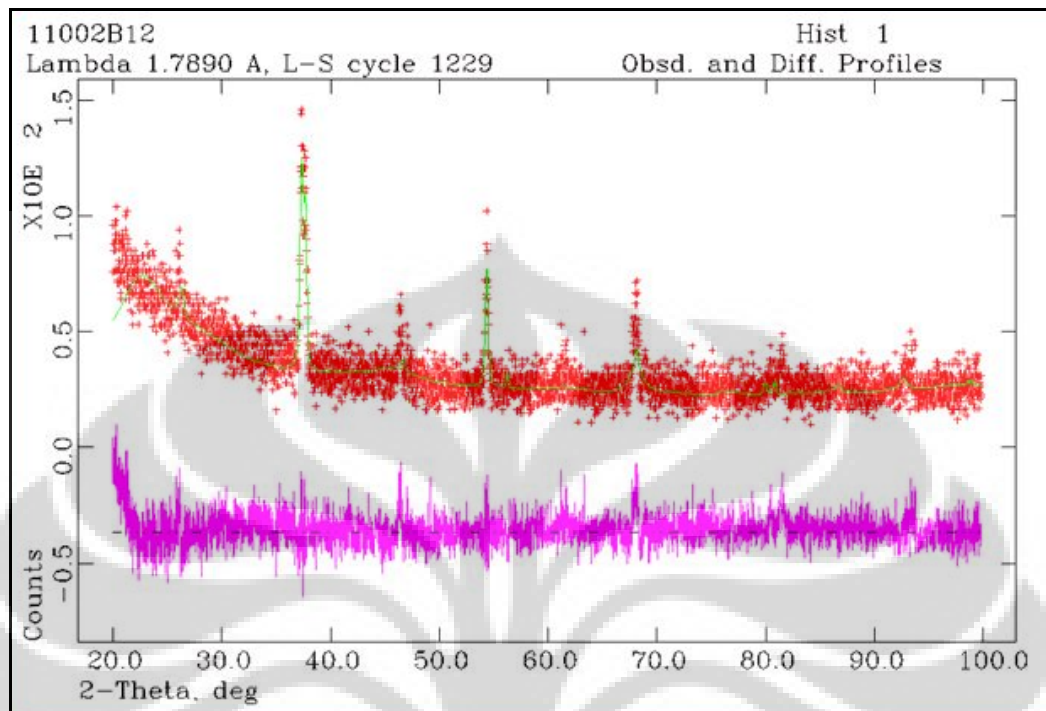
4.5 Refinement GSAS sampel $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ pada akhir Proses

Sampel $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ pada proses terakhir (pemanasan kedua) pada berbagai variasi konsentrasi dan milling direfine dengan software GSAS dengan menggunakan input data dari Blasco et al. Hal tersebut dilakukan karena komposisi ini belum memiliki data di ICDD. Data input yang dilakukan ke dalam program GSAS dapat dilihat pada table 4.5 untuk masing-masing variasi komposisi.

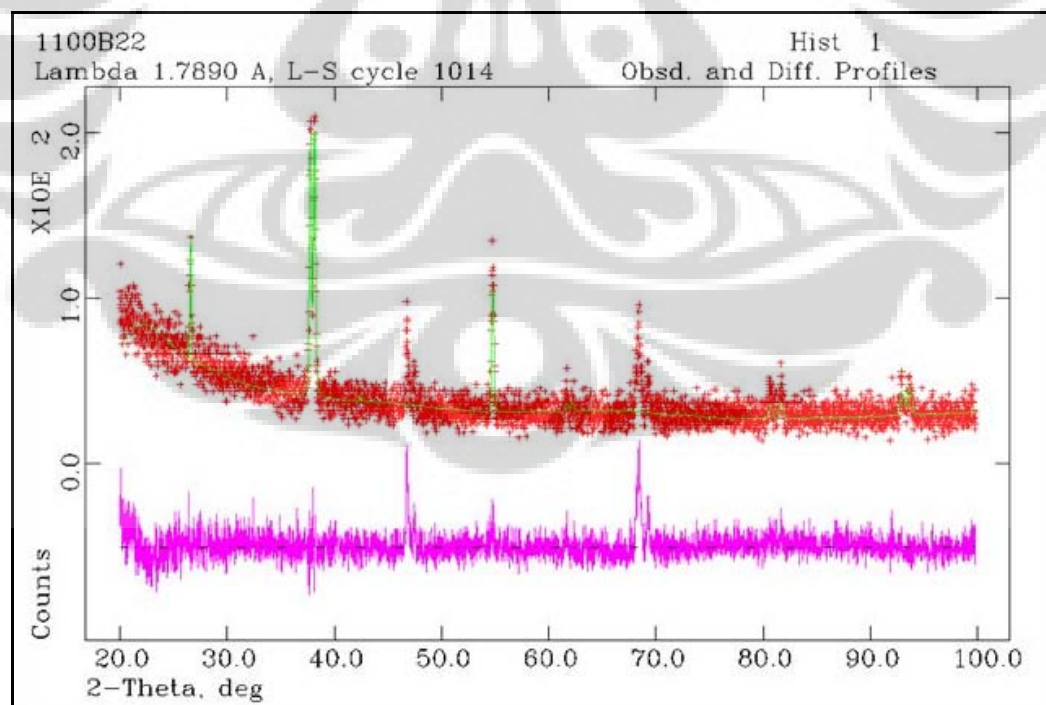
Tabel 4.7. Data input untuk refinement GSAS (Blasco et al., 2004)

Sample	x=0.1	x=0.2	x=0.3	x=0.4	x=0.5
δ	0.11	0.03	0.01	0.02	-0.01
<i>s.g.</i>	<i>Pbnm</i>	<i>Pbnm</i>	<i>Pbnm</i>	$\overline{R3}(79\%)$	$\overline{R3}(91\%)$
<i>a</i> (Å)	5.5339(1)	5.5340(1)	5.5288(1)	5.5156(1)	5.5109(1)
<i>b</i> (Å)	5.4948(2)	5.5002(1)	5.4898(1)	-	-
<i>c</i> (Å)	7.7844(2)	7.7912(2)	7.7771(2)	13.2977(2)	13.2861(2)
La:x	0.9966(3)	0.9951(2)	0.9947(2)	0	0
y	0.0191(1)	0.0210(1)	0.0179(1)	0	0
z	1/4	1/4	1/4	0.2494(2)	0.2498(1)
<i>B</i> (Å ²)	0.34(2)	0.18(1)	0.46(2)	0.34(2)	0.45(2)
Mn:x,y,z	1/2 0 0	1/2 0 0	1/2 0 0	0 0 0	0 0 0
<i>B</i> (Å ²)	0.05(2)	0.09(2)	0.35(3)	0.15(10)	0.38(9)
Mg:x,y,z	1/2 0 0	1/2 0 0	1/2 0 0	0 0 1/2*	0 0 1/2
<i>B</i> (Å ²)	0.05(2)	0.09(2)	0.35(3)	0.10(10)	0.25(10)
O:x	0.081(2)	0.071(2)	0.043(1)	0.556(1)	0.559(1)
y	0.492(1)	0.490(1)	0.496(1)	0.010(2)	0.011(2)
z	1/4	1/4	1/4	0.2552(7)	0.2521(5)
O:x	0.723(1)	0.725(1)	0.731(1)	-	-
y	0.275(2)	0.276(1)	0.268(1)	-	-
z	0.030(1)	0.0351(8)	0.0462(8)	-	-
<i>B</i> (Å ²)	0.86(12)	0.89(11)	0.44(9)	0.38(12)	0.52(9)
R_p/R_{wp} (%)	7.4/10.8	6.6/9.5	7.0/9.7	6.4/9.0	6.1/9.0
R_{Bragg} (%)	3.1	3.4	4.2	3.3	3.0

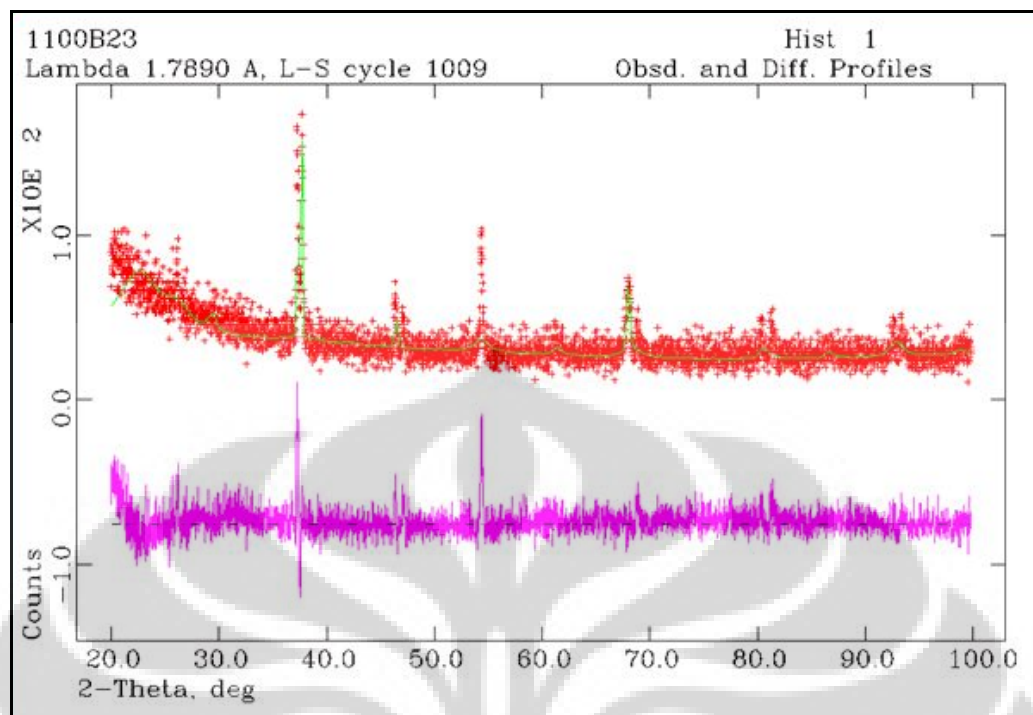
4.5.1 Refinement GSAS variasi Milling pada $x = 0,25$



Gambar 4.48 Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0.25}\text{Mn}_{0.75}\text{O}_3$ milling 5 jam



Gambar 4.49 Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0.25}\text{Mn}_{0.75}\text{O}_3$ milling 8 jam



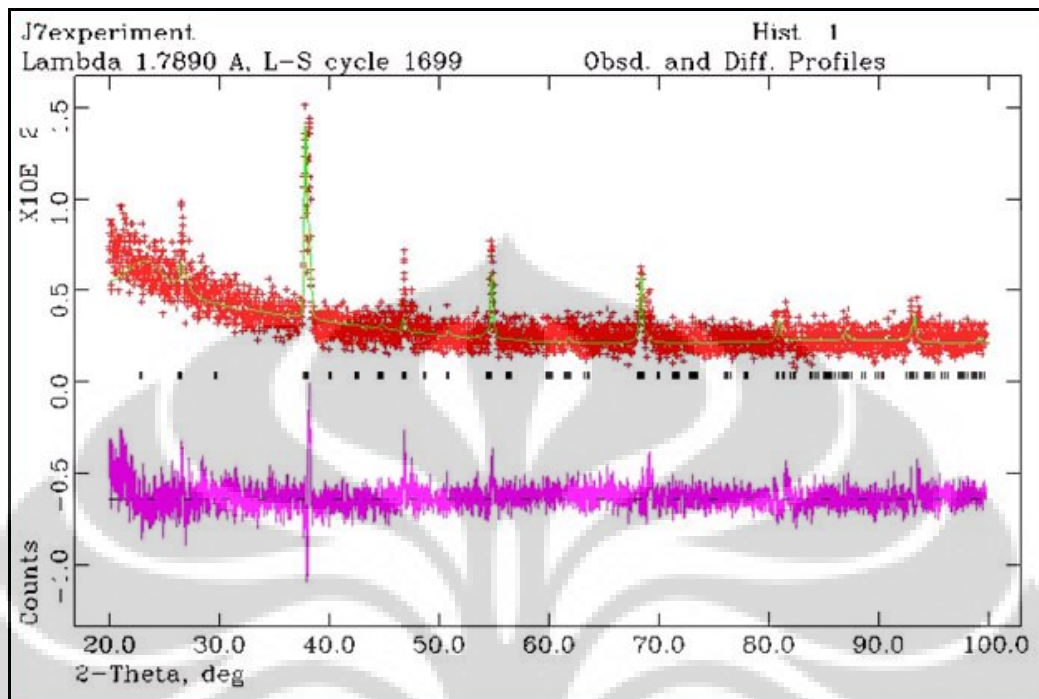
Gambar 4.50 Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ milling 10 jam

Tabel 4.8. Hasil Refinement GSAS untuk variasi milling

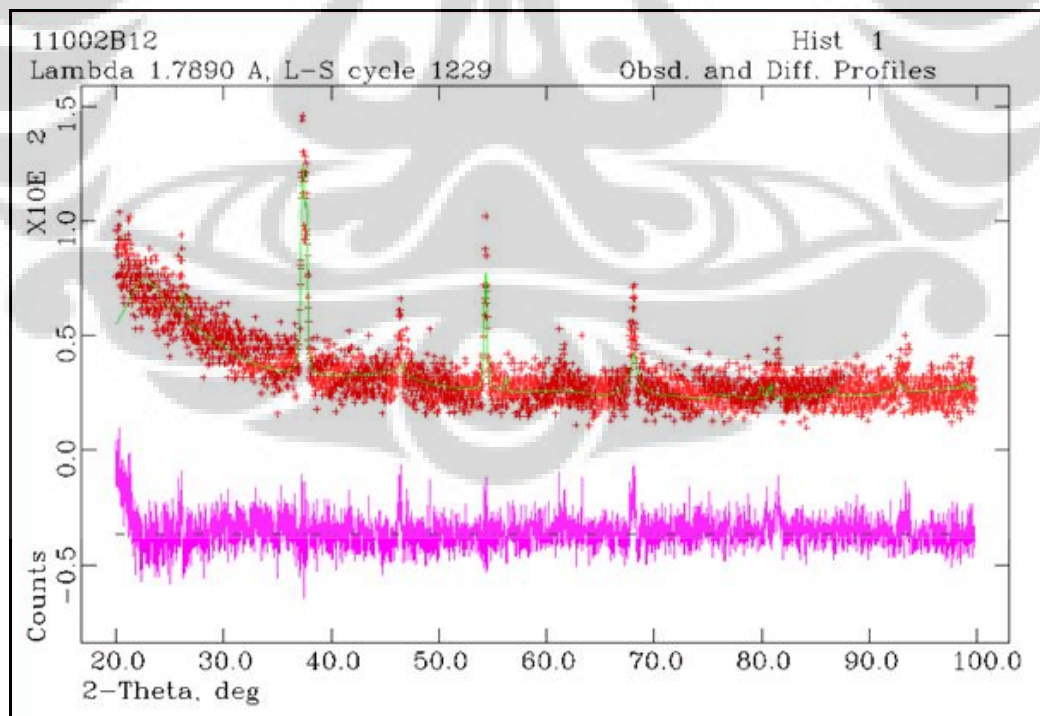
Proses	Komposisi x	Milling (jam)	Chi ²	wRp (%)
Pemanasan II	0,25	5	1,362	19,83
Pemanasan II	0,25	8	1,346	18,16
Pemanasan II	0,25	10	1,497	20,22

Menurut Hikam [2007] kriteria numeris yang digunakan untuk menentukan hasil fitting terbaik adalah nilai Chi². Nilai Chi² yang dianggap sesuai dengan data inputnya berkisar antara 1 sampai 1,3. Pada tabel 4.8. menunjukkan nilai Chi² melebihi kisaran 1.3, namun hal tersebut dapat dianggap cukup mendekati mengingat belum ada standard yang baku dalam ICDD selain itu faktor preparasi dan lingkungan sangat berpengaruh pada kadar kemurnian sampel.

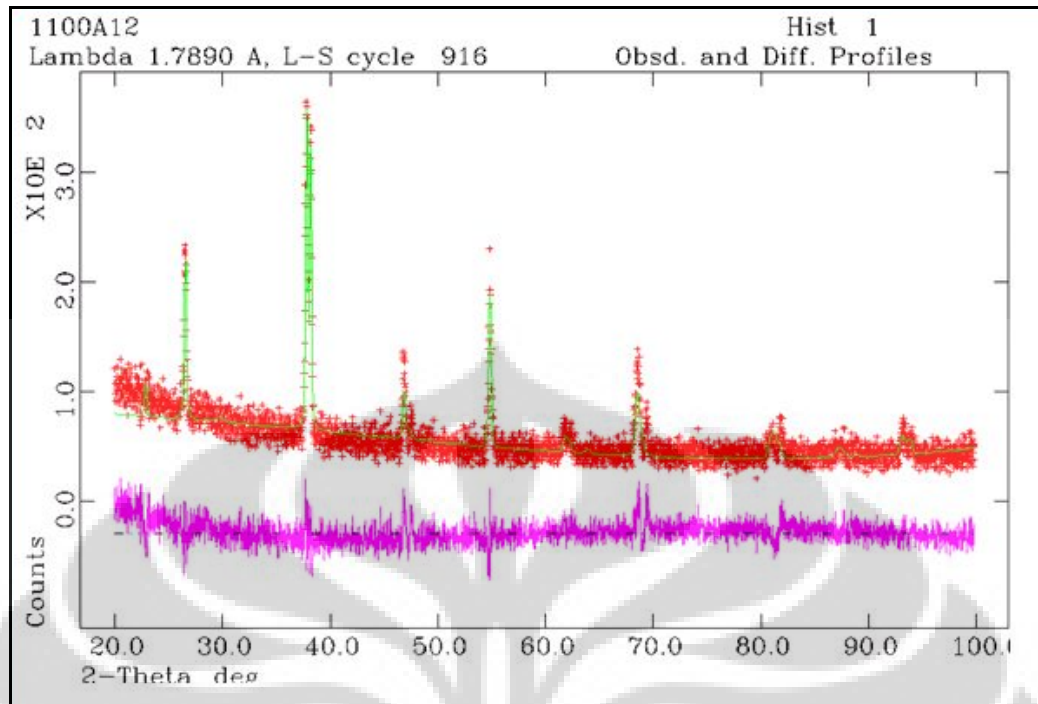
4.5.2 Refinement GSAS variasi Komposisi pada Milling 5 jam



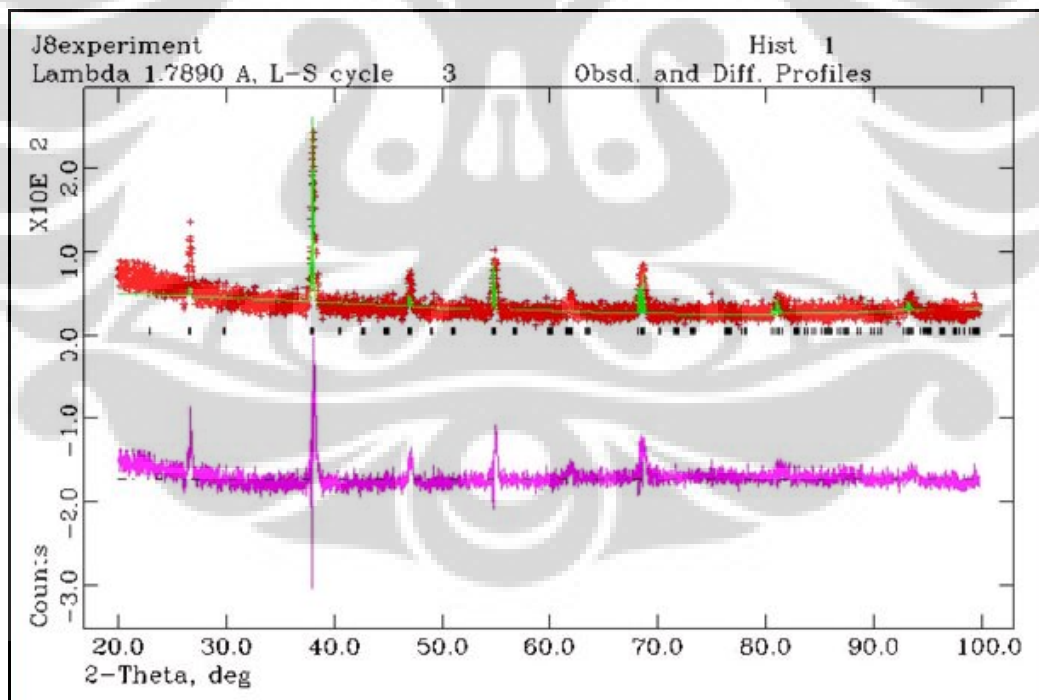
Gambar 4.51 Refinement GSAS sampel LaMnO_3 milling 5 jam



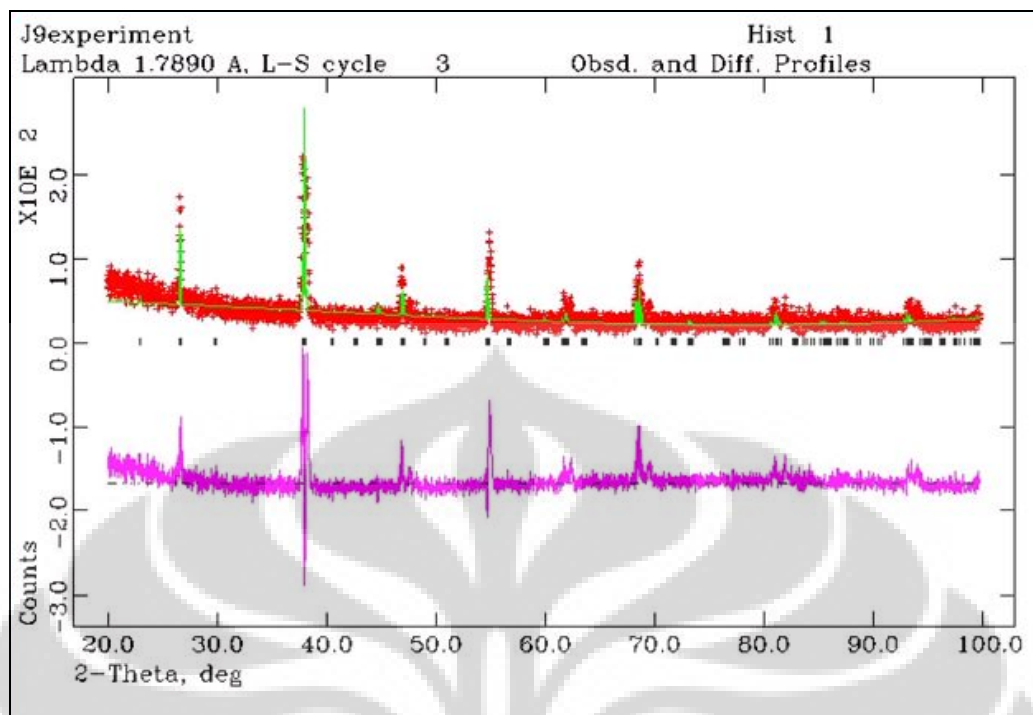
Gambar 4.52 Refinement GSAS sampel $\text{LaMg}_{0.15}\text{Mn}_{0.85}\text{O}_3$ milling 5 jam



Gambar 4.53 Refinement GSAS Sampel LaMg_{0.25}Mn_{0.75}O₃ milling 5 jam



Gambar 4.54 Refinement GSAS Sampel LaMg_{0.35}Mn_{0.65}O₃ milling 5 jam



Gambar 4.55 Refinement GSAS Sampel $\text{LaMg}_{0,50}\text{Mn}_{0,50}\text{O}_3$ milling 5 jam

Tabel 4.9. Hasil Refinement GSAS untuk variasi komposisi

Proses	Komposisi x	Milling (jam)	Chi ²	wRp (%)
Pemanasan II	0,0	5	1,309	20,29
Pemanasan II	0,15	5	1,362	19,83
Pemanasan II	0,25	5	1,389	16,46
Pemanasan II	0,35	5	1,305	22,31
Pemanasan II	0,50	5	1.423	18.78

Hasil yang diperlihatkan dari proses refinement GSAS nampak adanya kesesuaian dengan data input yang diberikan. Data pada table 4.9. menunjukkan nilai Chi² yang dilakukan penelitian ini secara umum sekitar 1,3 sehingga dapat dikatakan bahwa sampel yang dibuat telah mendekati hasil dari literatur (Hikam, 2007) juga.

4.6 Analisis Parameter Kisi dan Volume Kristal

Dengan menggunakan data hasil refinement GSAS parameter kisi dan volume kristal dapat ditentukan. Hal ini diperlukan untuk sebagai konfirmasi terhadap dugaan mengecilnya rata-rata ukuran kristal dengan bertambahnya

konsentrasi Mg karena jari-jari ion Mg^{2+} yang lebih kecil dari jari-jari Mn^{2+} pada tabel berikut:

Tabel 4.10. Jari-jari ion beberapa unsur (Joly et al., 2001)

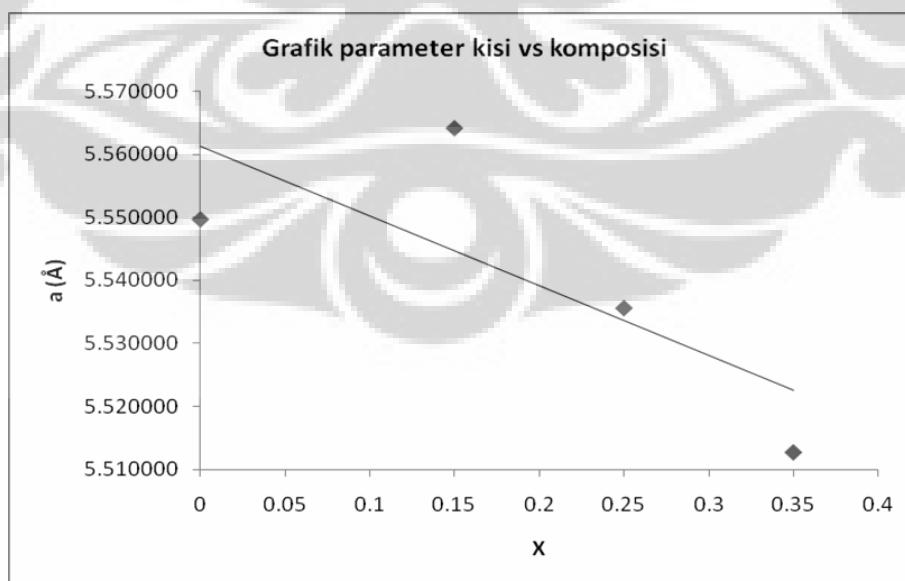
Ion	Pb^{2+}	Sr^{2+}	La^{3+}	Ca^{2+}	Ce^{4+}	Mn^{2+}	Mg^{2+}	Sn^{4+}
$R (\text{Å})$	1.29	1.26	1.16	1.12	0.97	0.96	0.89	0.81

4.6.1 Pengaruh Komposisi terhadap Parameter Kisi

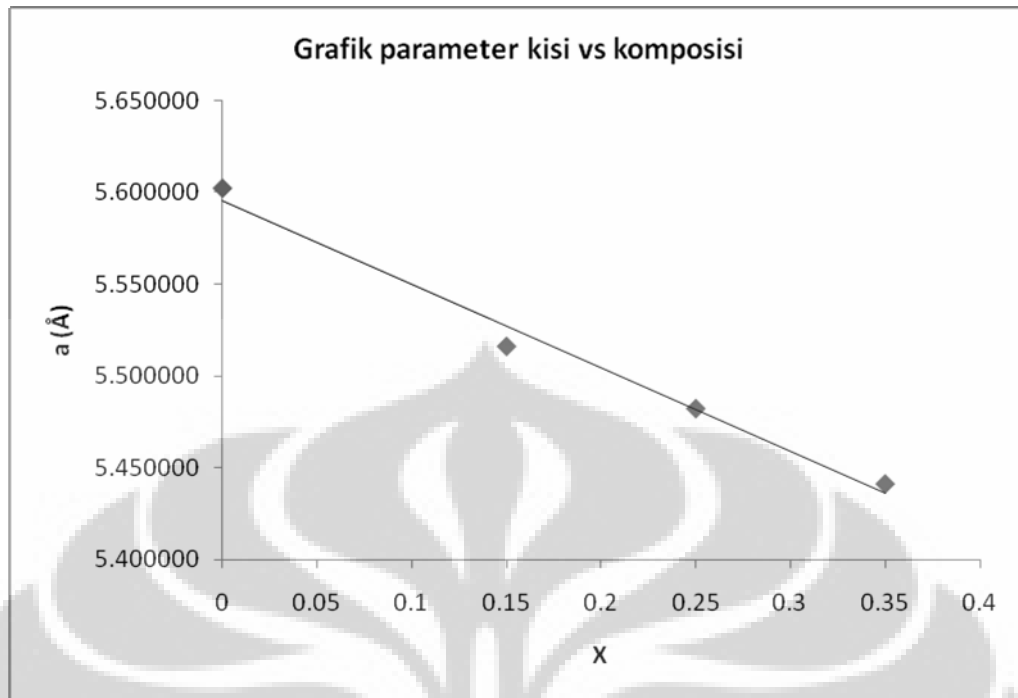
Tabel 4.11. Parameter kisi pada beberapa variasi komposisi

Proses	Komposisi x	Parameter Kisi (Å)			Volume (Å)
		A	b	c	
Pemanasan II	0	5,549647	5,602173	7,813168	242,912041
Pemanasan II	0,15	5,564104	5,515996	7,816791	239,909630
Pemanasan II	0,25	5,535585	5,482081	7,801836	236,758614
Pemanasan II	0,35	5,512733	5,4490992	7,791837	233,714095
Pemanasan II	0,50	Rombohedral			

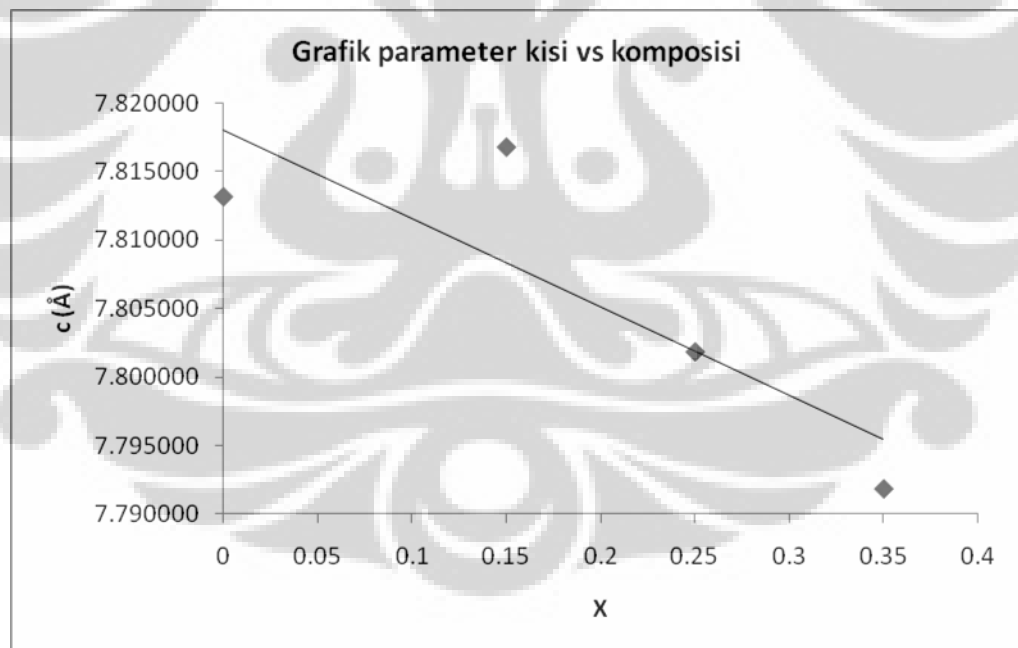
Pada tabel 4.12. diatas, sampel dengan komposisi $LaMg_{0,5}Mn_{0,5}O_3$ tidak dimasukan sebagai perbandingan karena struktur kristalnya telah mengalami perubahan dari ortorombik ke rombohedral.



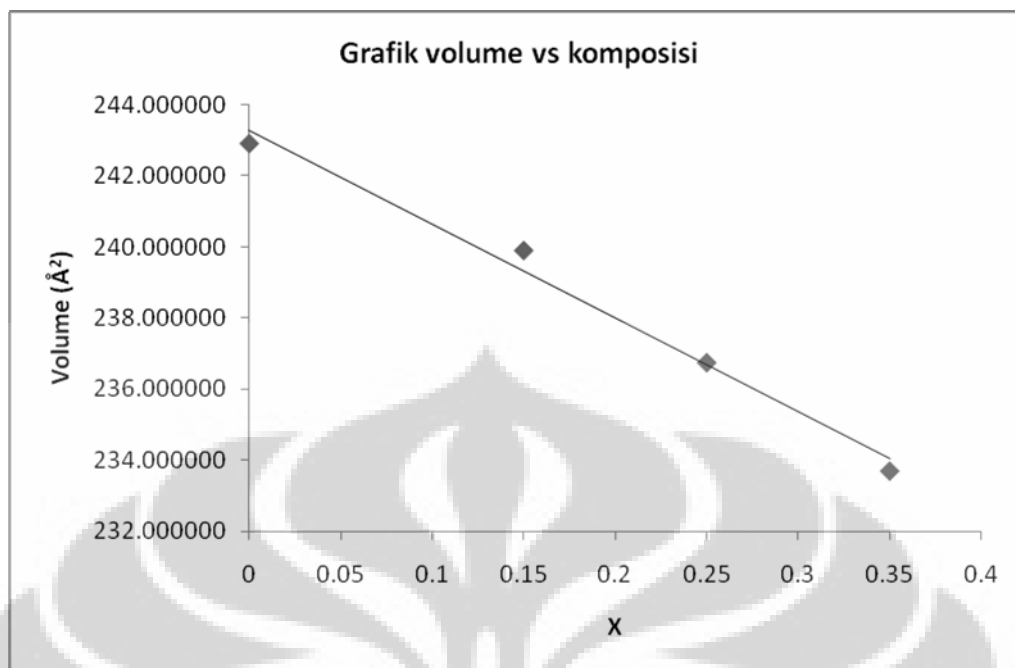
Gambar 4.56 Pengaruh waktu milling terhadap parameter kisi a



Gambar 4.57 Pengaruh waktu milling terhadap parameter kisi b



Gambar 4.58 Pengaruh waktu milling terhadap parameter kisi c



Gambar 4.59 Pengaruh waktu milling terhadap volume satu unit sel

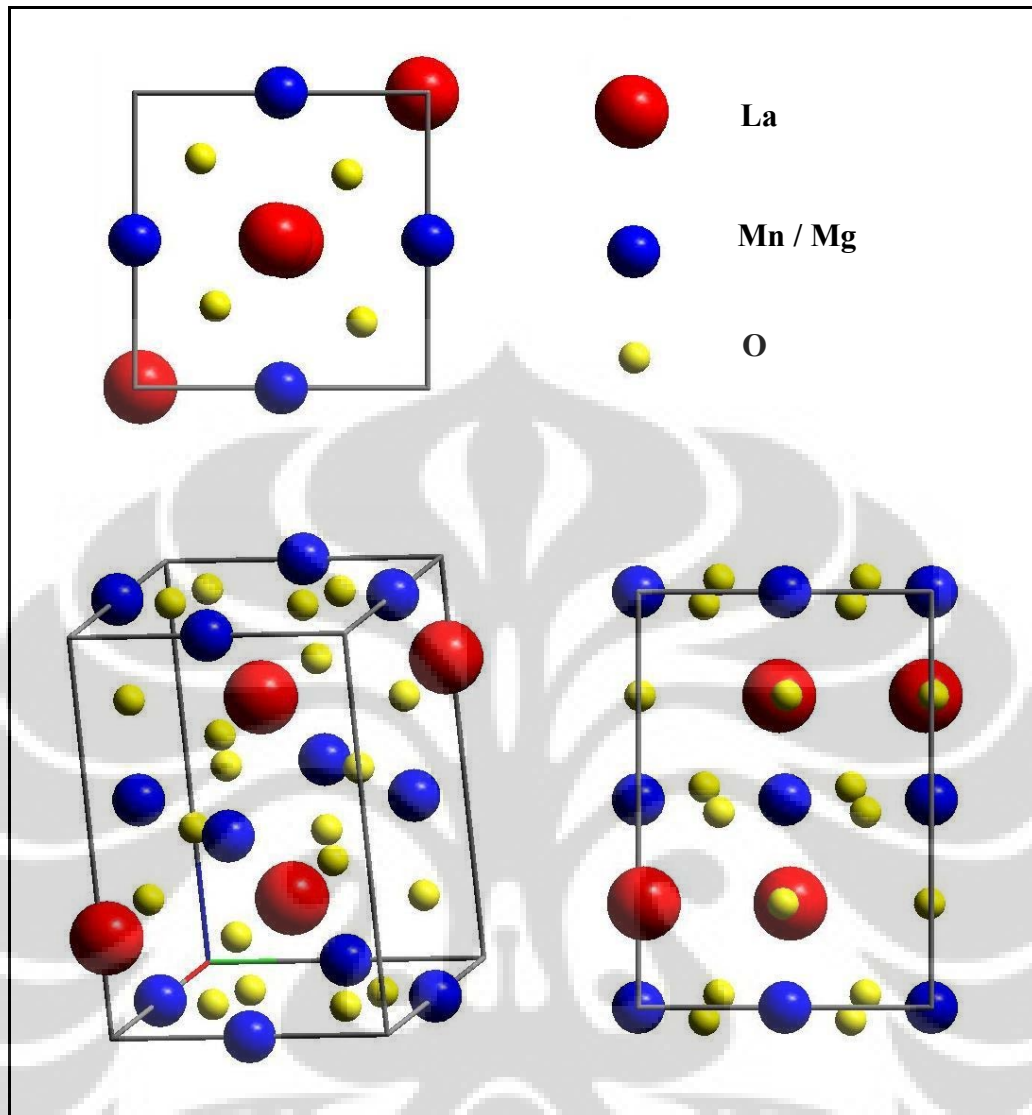
Dari gambar 4.57, 4.58 dan 4.59 terlihat parameter kisi berturut a, b dan c menurun dengan bertambahnya konsentrasi Mg, karena jari-jari ion Mg^{2+} yang lebih kecil dari jari-jari ion Mn^{2+} sesuai yang dikemukakan Joly [2001]. Kondisi ini menghasilkan volume rata-rata yang makin mengecil dengan bertambahnya konsentrasi Mg yang menggantikan Mn pada sampel. Namun hasil perhitungan tersebut tidak bisa secara langsung dihubungkan dengan analisis pada bagian 4.4.2 dan 4.4.3 yang membahas mengenai mengecilnya ukuran butir dengan bertambahnya konsentrasi Mg. Hal tersebut dikarenakan faktor dimensi yang jauh berbeda antara ukuran butir dan ukuran satu unit kristal, sehingga diperlukan kajian lebih lanjut untuk menghubungkan kedua hasil tersebut.

4.7 Posisi Atom Kristal $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$

Perubahan parameter kisi akan mendistorsi posisi atom dan panjang ikatan antar atom dalam satu unit sel. Berikut tabel posisi atom pada komposisi yang berbeda:

Tabel 4.12. Posisi atom pada beberapa variasi komposisi (Blasco et al., 2004)

komposisi	Space Group	Parameter Kisi (Å)			Atom	Posisi Atom (Å)		
		a	b	c		x	Y	z
x = 0	Pbnm	5.549647	5.602173	7.813168	La	0.543348	0.006365	0.250000
					Mn	0.500000	0.000000	0.000000
					Mg	0.500000	0.000000	0.000000
					O1	0.017813	0.073375	0.250000
					O2	0.301452	0.225759	0.038542
x = 0.15	Pbnm	5.564104	5.515596	7.816791	La	1.134436	0.044040	0.250000
					Mn	0.500000	0.000000	0.000000
					Mg	0.500000	0.000000	0.000000
					O1	0.055280	0.373129	0.250000
					O2	0.526194	0.389445	0.004508
x = 0.25	Pbnm	5.568035	5.552249	7.823162	La	1.028417	0.015722	0.250000
					Mn	0.500000	0.000000	0.000000
					Mg	0.500000	0.000000	0.000000
					O1	0.071000	0.490000	0.250000
					O2	0.510436	0.355147	0.026219
x = 0.35	Pbnm	5.512733	5.440992	7.791837	La	0.999472	0.017910	0.250000
					Mn	0.500000	0.000000	0.000000
					Mg	0.500000	0.000000	0.000000
					O1	0.068131	0.496122	0.250000
					O2	0.731134	0.368121	0.035157
x = 0.50	R3	5.508244	5.508244	13.322240	La	0.000000	0.000000	0.249811
					Mn	0.000000	0.000000	0.000000
					Mg	0.000000	0.000000	0.500000
					O1	0.559130	0.011217	0.252153
					O2	-	-	-

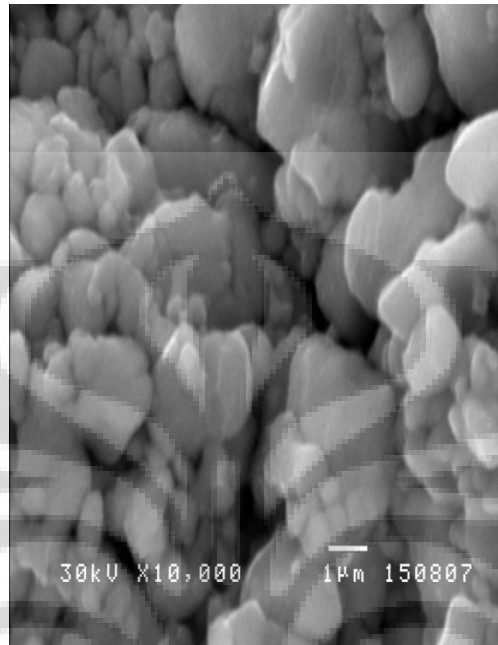


Gambar 4.60 Sistem kristal $\text{LaMg}_x\text{Mn}_{(1-x)}\text{O}_3$

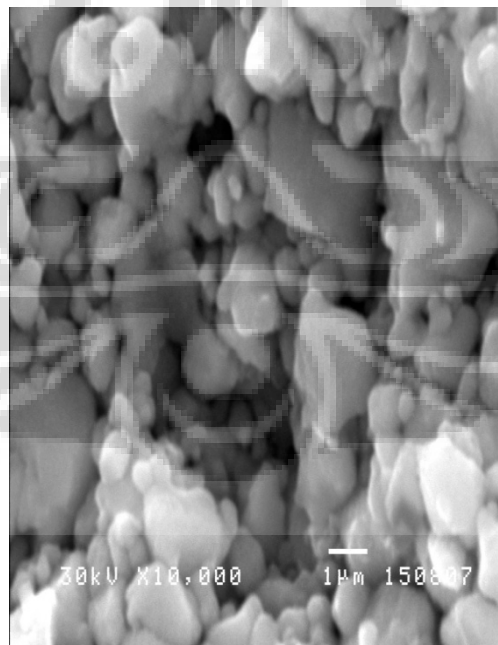
Gambar 4.60 diatas memperlihatkan struktur perovskite yang dibentuk oleh program XtalDraw. Input posisi atom-atomnya berdasarkan tabel 4.12. Multiplikasi akan dilakukan dengan sendirinya oleh program tersebut. Perbedaan yang teramat kecil yang merupakan fungsi parameter kisi dan posisi atom tidak memberikan banyak perubahan pada struktur kristalnya, bahkan untuk struktur double perovskite pada komposisi $\text{LaMg}_{0,5}\text{Mn}_{0,5}\text{O}_3$.

4.8 Hasil SEM variasi Milling dan Komposisi pada Proses Akhir

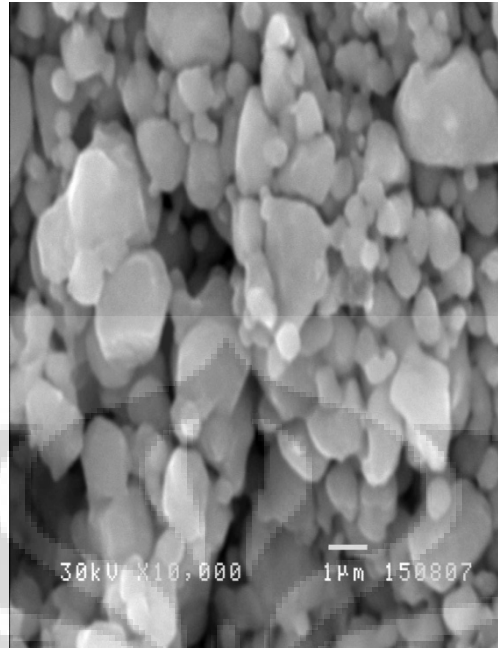
4.8.1 Identifikasi SEM pada variasi milling dengan $x = 0,25$



Gambar 4.61 Hasil SEM pada milling 5 jam



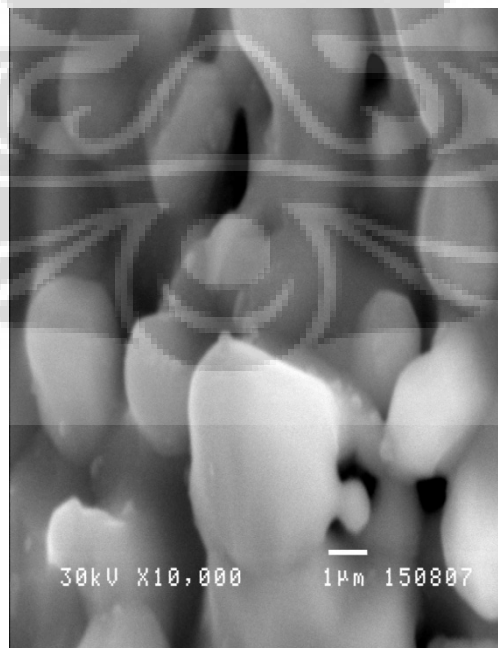
Gambar 4.62 Hasil SEM pada milling 8 jam



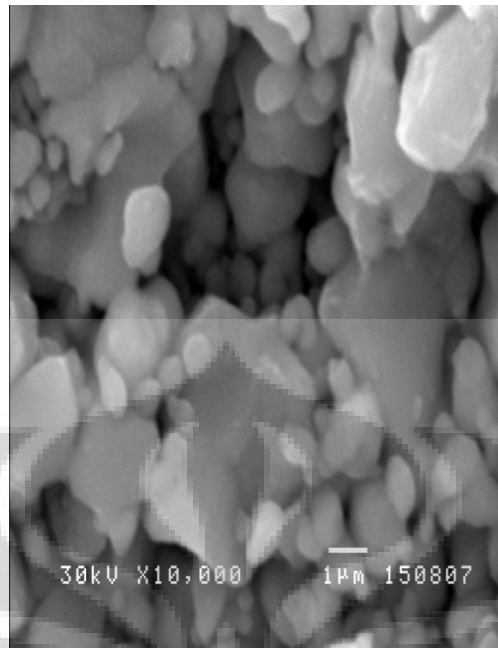
Gambar 4.63 Hasil SEM pada milling 10 jam

Dari gambar 4.61, 4.62 dan 4.63 terlihat ukuran butir makin mengecil dengan makin lamanya waktu milling.

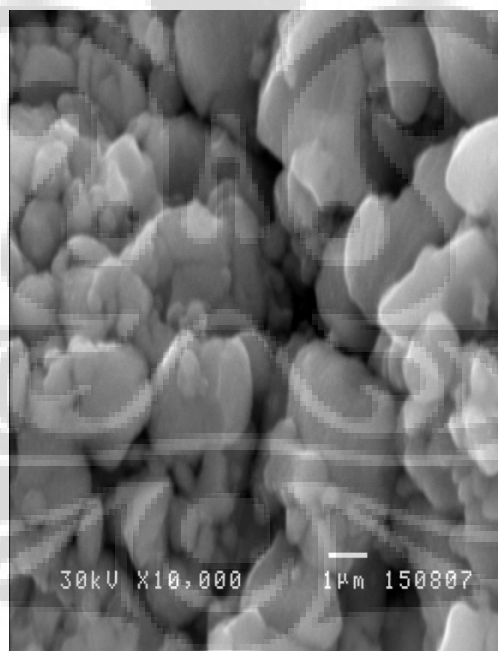
4.8.2 Identifikasi SEM pada Komposisi dengan Waktu Milling 5 jam



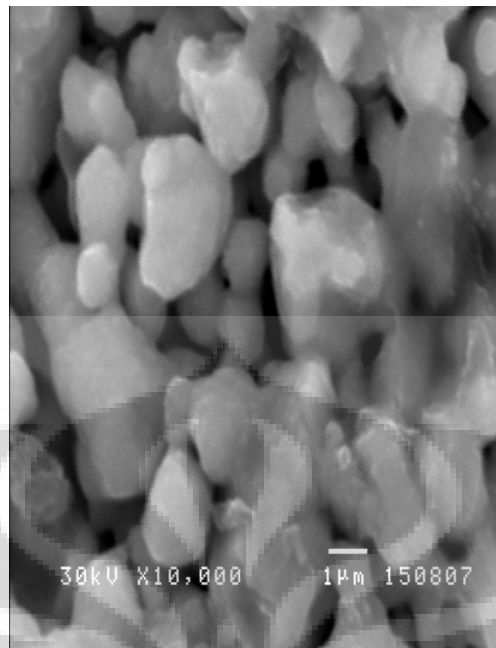
Gambar 4.64 Hasil SEM pada LaMnO₃



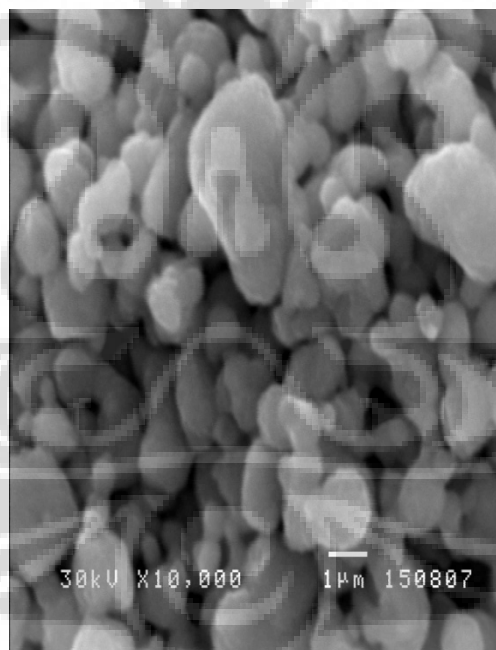
Gambar 4.65 Hasil SEM pada LaMg_{0,15}Mn_{0,85}O₃



Gambar 4.66 Hasil SEM pada LaMg_{0,25}Mn_{0,75}O₃



Gambar 4.67 Hasil SEM pada LaMg_{0.35}Mn_{0.65}O₃



Gambar 4.68 Hasil SEM pada LaMg_{0.50}Mn_{0.50}O₃

Pada gambar 4.64 sampai 4.68 terlihat mengecilnya ukuran butir rata-rata dengan bertambahnya konsentrasi Mg. Hal ini dapat digunakan sebagai konfirmasi pengukuran ukuran butir dengan metode Debye Sherrer pada bagian 4.42 dan 4.43. Selain itu juga terlihat intensitas dan pola warna yang serupa di semua ukuran butir dijadikan sebagai konfirmasi telah terbentuknya fasa baru.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

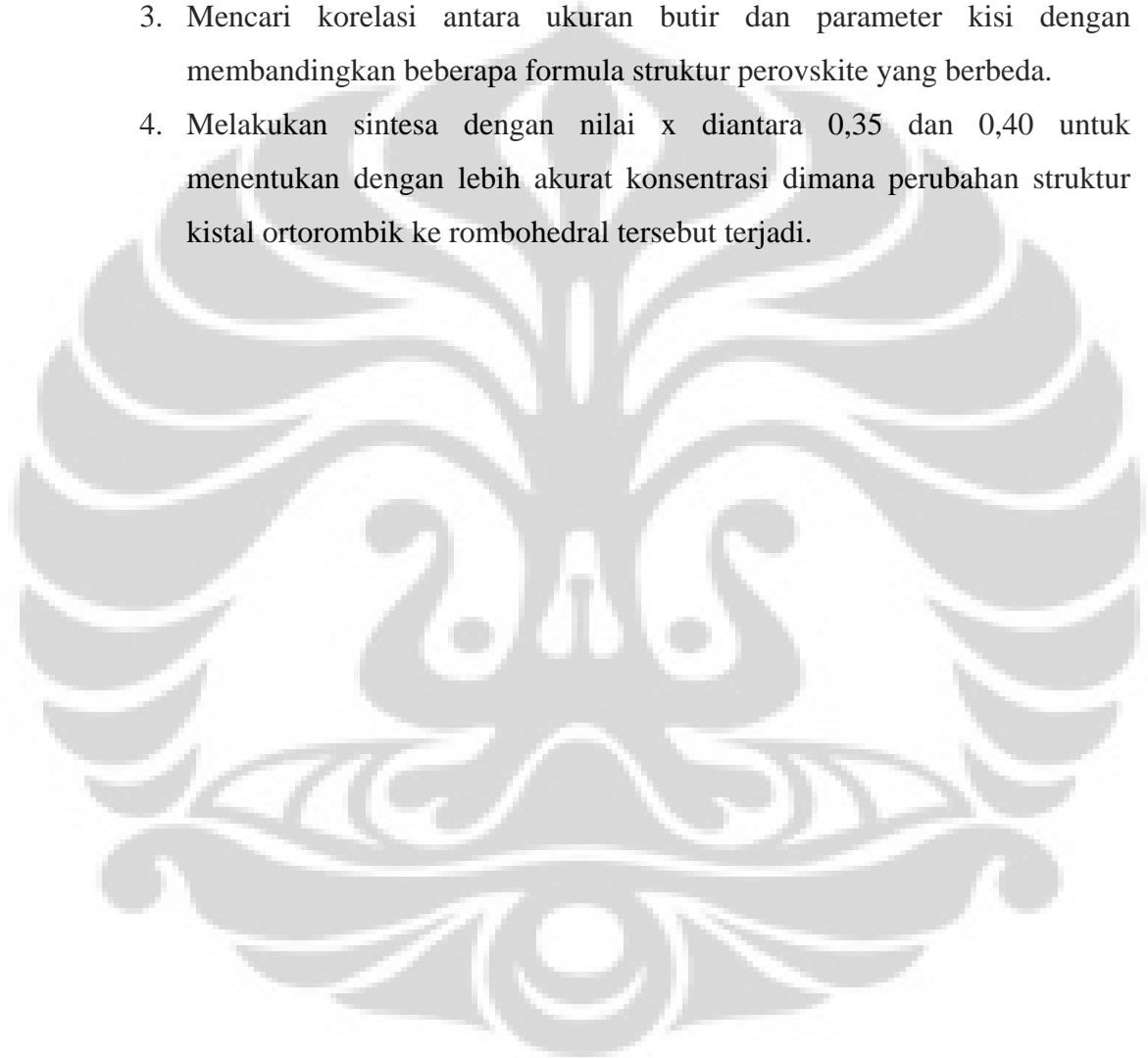
Dari hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Karakterisasi dengan XRD pada proses milling pertama belum memperlihatkan terjadinya fasa baru meskipun terjadi pergeseran pada puncak-puncak difraksinya karena puncak-puncak bahan dasar masih terlihat kecuali puncak-puncak MgO. Hal tersebut dapat dipahami dengan melihat perbandingan campuran bahan-bahan dasarnya. La_2O_3 dan MnO_2 memiliki struktur kristal tetragonal, sedangkan MgO kubik. Saat dilakukan pencampuran komposisi La_2O_3 dan MnO_2 10:1 dengan MgO sehingga sebagian besar intensitas difraksi berada pada daerah tetragonal. Dari kenyataan tersebut proses milling pertama berfungsi mencampur dan mengecilkan ukuran butir.
2. Kompaksi yang dilakukan memperbanyak permukaan sentuh antar butir sehingga memperbesar kemungkinan terjadinya difusi. Selain mengurangi ruang udara akibat proses milling yang, kompaksi dapat mencegah terjadinya ledakan akibat titik nyala MnO_2 sangat rendah (520°C) dibandingkan proses pemanasan (1300°C) yang dilakukan.
3. Berdasarkan identifikasi dengan XRD dan GSAS, proses pemanasan pertama pada suhu 1300°C selama 6 jam telah menghasilkan fasa baru. Hal ini sesuai dengan diagram fasa LaMnO_3 untuk membentuk struktur perovskite.
4. Melalui proses milling kedua, mengecilnya ukuran butir akibat waktu milling yang makin lama dapat dikonfirmasi karena sudah berbentuk fasa tunggal.

5. Dari identifikasi XRD dan GSAS, proses pemanasan kedua tidak menghasilkan fasa baru. Namun proses ini menghasilkan fitting kurva yang makin halus sesuai dengan yang diprediksikan literatur.
6. Dari analisis ukuran butir dengan metode Sherrer didapatkan hasil sebagai berikut:
 - a. Pada proses milling kedua, ukuran butir semakin kecil dengan makin lama waktu milling
 - b. Pada proses pemanasan kedua, ukuran butir makin kecil dengan makin lama waktu milling.
 - c. Pada proses pemanasan kedua, ukuran butir makin kecil dengan bertambahnya konsentrasi Mg pada sampel.
7. Dari analisis parameter kisi sesudah dilakukan refinemen dengan GSAS, didapatkan hasil sebagai berikut:
 - a. Waktu milling tidak mempengaruhi ukuran parameter kisi
 - b. Bertambahnya konsentrasi Mg mengakibatkan mengecilnya parameter kisi dan volume per unit sel kristalnya. Hal ini sesuai dengan tinjauan Joly [2001] bahwa ion Mg^{2+} memiliki jari-jari yang lebih kecil dari Mn^{2+} .
 - c. Formula $LaMg_xMn_{(1-x)}O_3$ dapat dikonfirmasi kebenarannya, selain melalui syarat teoritis yang dikemukakan oleh Van Vlack [2001] bahwa substitusi hanya dapat terjadi jika perbedaan jari-jarinya kurang dari 15%.
 - d. Berubahnya struktur kristal dari ortorombik (Pnbn) ke rombohedral (R3) pada konsentrasi $x = 0,50$. Blasco et al. [2004] melaporkan perubahan strukturnya dimulai pada konsentrasi $x = 0,40$ terus ke $x = 0,50$. Sehingga dapat diasumsikan bahwa perubahan dapat terjadi diantara $x = 0,35$ dan $x = 0,4$.
8. Foto *secondary electron* dari SEM pada proses akhir menunjukkan hasil sebagai berikut :
 - a. Ukuran butir semakin kecil dengan bertambah lamanya waktu milling.
 - b. Ukuran butir semakin kecil dengan meningkatnya konsentrasi Mg.

5.2 Saran

1. Untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan penambahan variasi waktu milling untuk mendapatkan hasil yang lebih akurat.
2. Memperpanjang waktu milling dan mengurangi suhu pada pemanasan kedua dengan tujuan menghasilkan butiran pada skala nano.
3. Mencari korelasi antara ukuran butir dan parameter kisi dengan membandingkan beberapa formula struktur perovskite yang berbeda.
4. Melakukan sintesa dengan nilai x diantara 0,35 dan 0,40 untuk menentukan dengan lebih akurat konsentrasi dimana perubahan struktur kystal ortorombik ke rombohedral tersebut terjadi.



DAFTAR REFERENSI

A.Beiser, T. H. Liong, *Konsep Fisika Modernk*, Edisi keempat, Penerbit Erlangga, Jakarta (2004)

A.Fert, P. Grünberg, A. Barthelemy, F. Petroff, W. Zinn., Layered magnetic structures: interlayer exchange coupling and giant magnetoresistance, *JMMM* 140-144, 1 (1995).

Barsoum, M., *Fundamental of Ceramics*, Megraw Hill, Comp. Inc. International Edition (1997).

Binasch et. all, *Phys. Rev. B. P.* 4828 – 4830 (1989).

Blasco, J., Gracia, J., Subias, G., Sanchez, M.C., *Structure and Magnetic properties of $LaMn_{1-x}Mg_xO_3$ compounds*, *Phys Rev B* **70**, 094426 (2004).

Cullity, B.D., *Element of X-ray diffraction*, second edition, Departement of Metallurgical Engineering and Materials Science, University of Notre Dame (1978).

E. Warren at al., Pb displacements in $Pb(Zr,Ti)O_3$ perovskites, *Phy Rev B* 53, 3080-3087 (1996).

F. Damay, C. Marin, A. Maignan, B. Raveau., Caution disorder and size effects upon magnetic transitions in $La_{0.5}A_{0.5}MnO_3$ Manganites, *J. Appl. Phys* (1977).

G.H. Jonker, J.H. Van Saten, *Ferromagnetic Compund of Manganese with Perovskite Structure*, *Physica*, 16:337, (1950).

Gross, R. Alff, L. Buchner, B. Freitag, B.H. Hofener, C. Klein, J. Lu, Y. Mader, W. Phillip, J.B. Rao, M.S.R. Reutler, P. Ritter, S. Thienhaus, S. Uhlenbruck, S. Wiedenhorst, *Physics of Grain Boundaries in the Colossal Magnetoresistance Manganites*, **211**, 150 – 159 (2000).

Grundy, A.N; Hallstedt, B; Gauckler, L.J, *Assesment of the La-Sr-Mn-O System*, Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermometric **28**, 191 – 201 (2004).

Hikam, M., *Catatan kuliah Kristalografi dan Teknik Difraksi*, Program studi Ilmu Material, Departemen Fisika FMIPA, Universitas Indonesia (2007)

Jazuli, A., *Pengaruh Waktu Milling terhadap Rasio Magnetoresistansi pada Paduan $La_{0,67}Ca_{0,33}Mn_{0,93}Ti_{0,07}O_3$* , Tesis Pascasarjana Fisika FMIPA Universitas Indonesia, Depok (2007).

Jolly, V.L.J., Joy, P.A., Date, S.K., *Comment on 'La_{0,95}Mg_{0,05}MnO₃ : an ideal ferromagnetic system ?'*, J. Phys.:Condens. Matter **13**, 6433-6438 (2001).

Kutty, T.R.N., Phillips, J., *Current switching in semiconducting $LaMn_{1-x}Mg_xO_{3+\delta}$* , Materials Chemistry and Physics **73**, 220-226 (2002).

Kutty, T.R.N., Phillips, J., *Electrical transport properties and magnetoresistance of $LaMn_{1-x}M_xO_{3+\delta}$ substituted with diamagnetic ions ($M = Li, Mg, Ti$)*, J. Phys.:Condens. Matter **12**, 7747-7758 (2000).

Laiho, R; Lisunov, K.G; Lahderanta, E; *Influence of the Phase Separation Effect on Low Magnetic Properties of $La_{1-x}Ba_xMnO_3$* , Journal of Magnetism and Magnetic Material **239**, 892 – 902 (2005).

M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Eitten, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas, Phys. Rev. Lett. **61**, 2472 (1988).

Van Vlack, H.L., *Elemen-elemen Ilmu dan Rekayasa Material*, Terjemahan Sriati Djaprie, Penerbit Erlangga, Jakarta (2001).

Verhoeven, J.D. *Fundamentals of Physical Metallurgy*, Wiley, New York, 1975, p. 326

Wikipedia, the free encyclopedia. (2008). *Scanning Electron Microscope*. September 28, 2008. [http://en.wikipedia.org/wiki/Scanning Electron Microscope](http://en.wikipedia.org/wiki/Scanning_Electron_Microscope).

Zhao, Y.D; Park, J; Jung, P.J; Noh, H.J; Oh, S.J; *Structure Magnetic and Transport Properties of $La_{1-x}Bi_xMnO_3$* , Journal of Magnetism and Magnetic Material **280**, 404 – 411 (2004).

Zhao, Z.H, Kunkel, H.P., Zhou, X.Z., Williams, G, *Magnetic and Transport behavior of electron-doped $La_{1-x}Mg_xMnO_3$ ($0,45 \leq x \leq 0,6$)*, J. Phys Review B, **66**, 184428 (2002).

Zhao, Z.H, Kunkel, H.P., Zhou, X.Z., Williams, G, *$La_{0,95}Mg_{0,05}MnO_3$: an ideal ferromagnetic system ?*, J. Phys.:Condens. Matter **12**, 6903-6918 (2000).

Zhou XZ, Kunkel HP, Zhao ZH, Stampe PA, Williams G, J. Phys: Evidence for an Enhanced magnetoresistance accompanying a continuous phase transition in semiconducting $La_{0,67}Mg_{0,33}MnO_3$ (2000).



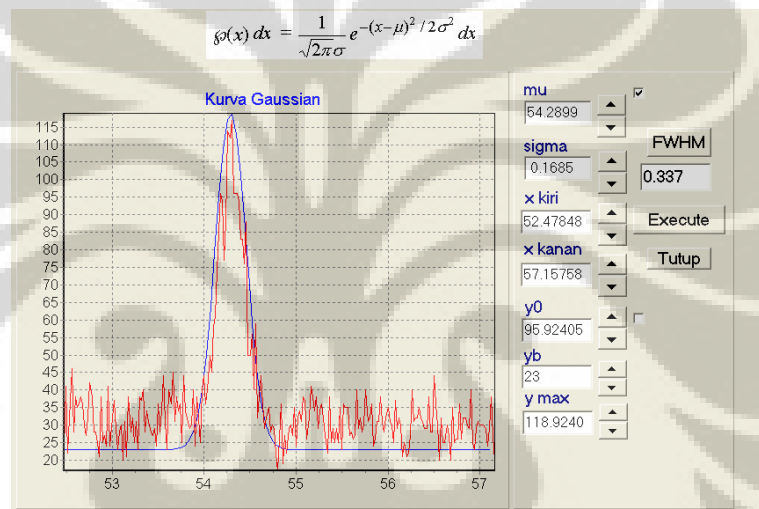
LAMPIRAN

Lampiran 1 : Kurva Gaussian untuk perhitungan ukuran butiran

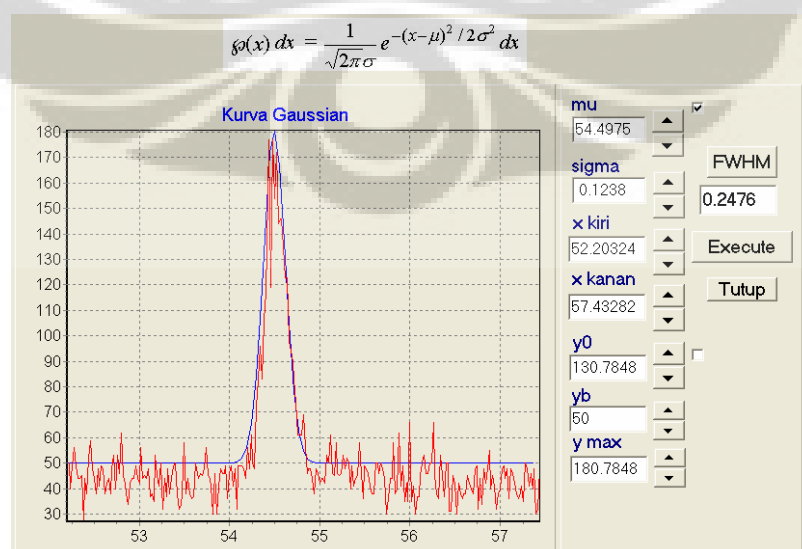
Pada penelitian ini setiap sampel dilakukan pengukuran ukuran butiran dengan menggunakan metode Scherer. Perhitungan dilakukan dengan bantuan program Bella V-2 untuk mencari bentuk dari kurva Gaussian dan nilai FWHM (lebar pola setengah maksimum). Persamaan yang digunakan adalah

$$D = \frac{0,9.\lambda}{FWHM.\cos\theta}$$

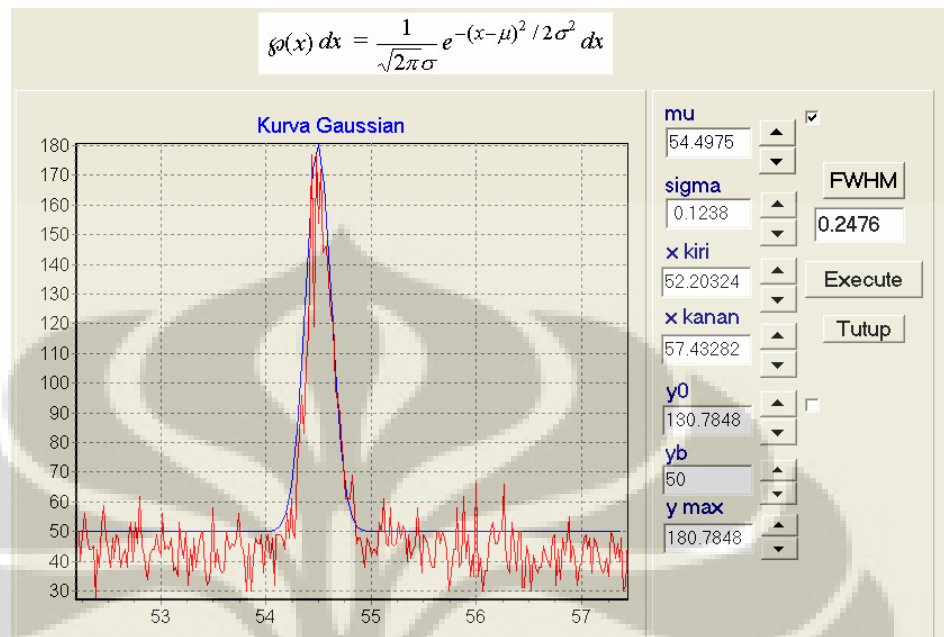
Sampel $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ milling 5 jam :



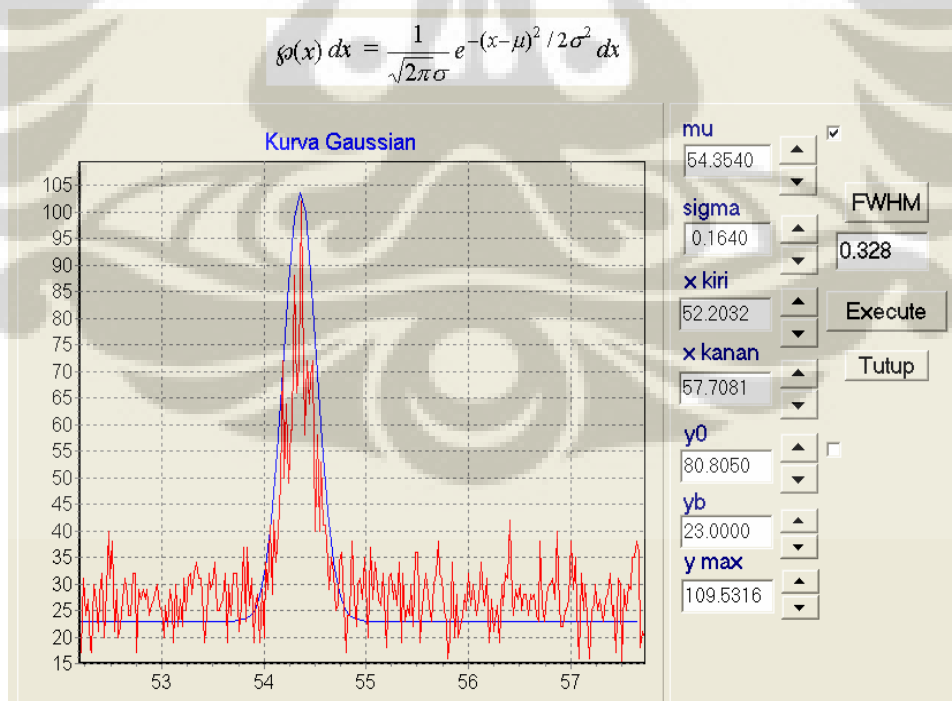
Sampel $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ milling 8 jam :



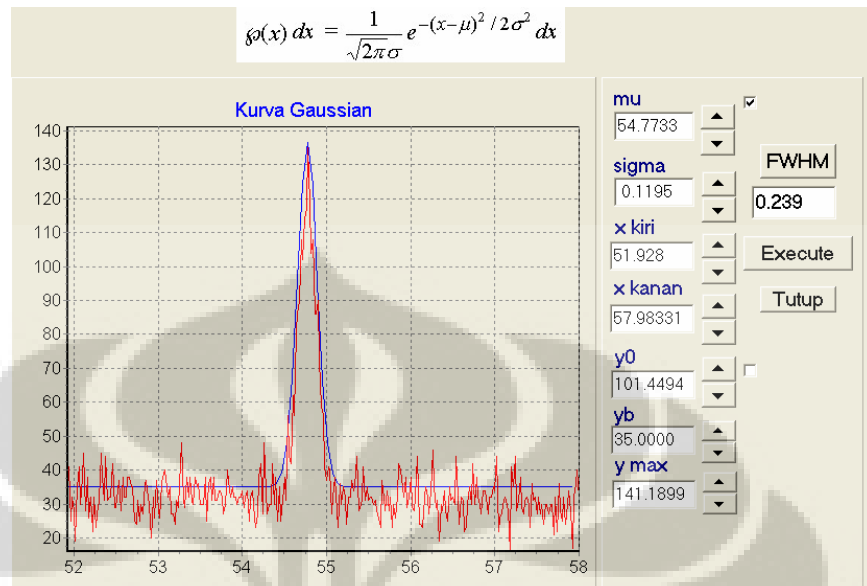
Sampel $\text{LaMg}_{0,15}\text{Mn}_{0,85}\text{O}_3$ milling 10 jam :



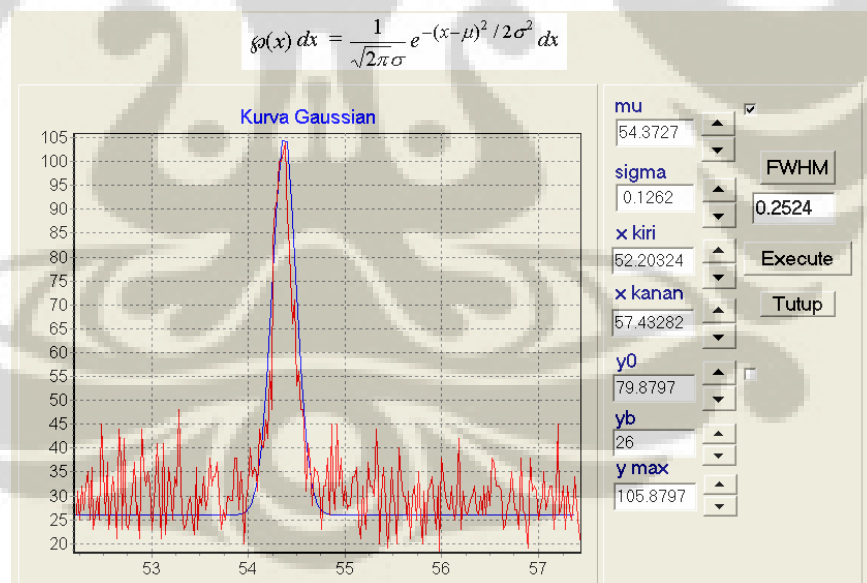
Sampel $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ milling 5 jam :



Sampel $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ milling 8 jam :



Sampel $\text{LaMg}_{0,25}\text{Mn}_{0,75}\text{O}_3$ milling 8 jam :



Lampiran 2 : Diagram Fasa LaMnO_3

