



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI SINTESIS PADUAN MnBi DENGAN METODE
MECHANICAL ALLOYING DAN KARAKTERISASINYA**

TESIS

WAHYU BAMBANG WIDAYATNO

0706171522

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI MAGISTER ILMU BAHAN**

JAKARTA

JULI 2009



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI SINTESIS PADUAN MnBi DENGAN METODE MECHANICAL
ALLOYING DAN KARAKTERISASINYA**

TESIS

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains

WAHYU BAMBANG WIDAYATNO

0706171522

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

PROGRAM STUDI MAGISTER ILMU BAHAN

JAKARTA

JULI 2009

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Wahyu Bambang Widayatno

NPM : 0706171522

Tanda Tangan :

Tanggal : 4 Juli 2009

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :

Nama : Wahyu Bambang Widayatno
NPM : 0706171522
Program Studi : Magister Ilmu Bahan
Judul Tesis : Studi Sintesis Paduan MnBi Dengan Metode
Mechanical Alloying Dan Karakterisasinya

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Master pada Program Studi Magister Ilmu Bahan, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Azwar Manaf, M.Met ()
Pembimbing : Dr. Nurul Taufiqu Rochman, M.Eng()
Penguji : Dr. Budhy Kurniawan ()
Penguji : Dr. Soehardjo Poertadji ()

Ditetapkan di : Jakarta

Tanggal : Juli 2009

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah, Rabb sekalian alam yang selalu mencurahkan nikmat yang tiada putus-putusnya. Syukur Alhamdulillah akhirnya tesis yang berjudul "Studi Sintesis Paduan MnBi Dengan Metode Mechanical Alloying Dan Karakterisasinya" ini dapat diselesaikan sebagai salah satu syarat meraih gelar magister Ilmu Bahan, fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, UI.

Terima kasih yang sebesar-besarnya penulis haturkan kepada orang-orang berikut yang telah memberikan banyak dukungan kepada penulis:

1. Bapak Dr. Azwar Manaf, M.Met sebagai pembimbing yang telah dengan sabar membimbing dan mengarahkan penulis serta memberikan banyak masukan selama proses pengerjaan tesis ini.
2. Bapak Dr. Nurul Taufiqu Rochman, M.Eng sebagai pembimbing atas saran, masukan, dan pinjaman bahan-bahan yang penulis gunakan selama proses pengerjaan tesis.
3. Bapak Dr. Budhy Kurniawan sebagai dosen penguji atas masukan kepada penulis dalam mempertajam analisis hasil eksperimen.
4. Bapak Dr. Soehardjo Poertadji dosen penguji atas masukan kepada penulis dalam mempertajam analisis hasil eksperimen.
5. Bapak dan terutama Ibu di rumah yang telah dengan sabar memberikan dorongan untuk segera menyelesaikan tesis ini.
6. Istri dan anakku ayyasy yang terus memberikan dukungan dan sabar menunggu hingga selesainya tesis ini.
7. Teman-teman kuliah satu perjuangan yang terus semangat dalam menyelesaikan tesis.

Penulis menyadari bahwa penulisan tesis ini masih jauh dari kata sempurna. Namun penulis yakin hasil yang telah dicapai dapat digunakan sebagai acuan bagi pengembangan penelitian berikutnya.

Bogor, Juli 2009

Wahyu Bambang Widayatno

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA
ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Wahyu Bambang Widayatno
NPM : 0706171522
Program Studi : Magister Ilmu Bahan
Departemen : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Tesis

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

Studi Sintesis Paduan MnBi Dengan Metode Mechanical Alloying Dan Karakterisasinya

Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

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

(Wahyu Bambang Widayatno)

ABSTRAK

Nama : Wahyu Bambang Widayatno
Program Studi : Ilmu Bahan
Judul : Studi Sintesis Paduan MnBi dengan Metode *Mechanical Alloying* dan Karakterisasinya

Dalam tesis ini dilaporkan hasil studi sintesis paduan MnBi melalui rute *mechanical alloying* (MA) dan karakterisasinya untuk mengetahui kehandalan proses *mechanical alloying* (MA) sebagai salah satu metode alternatif untuk menghasilkan paduan MnBi. Pada tahap pertama studi, dua buah sampel dengan komposisi utama masing-masing $\text{Bi}_{80}\text{Mn}_{20}$ (at.%) dan BiMn (at.%) dipilih sebagai material yang menjalani proses pembentukan fasa melalui rute *mechanical alloying*. Tiga jenis alat pembentukan paduan masing-masing menggunakan metode *Planetary Ball Mill* (PBM) beroperasi pada temperatur kamar, *Planetary Ball Mill* beroperasi pada temperatur rendah, dan *High Energy Milling* (HEM). Dari tahapan pertama studi ini ditunjukkan bahwa HEM sebagai metode yang paling efektif dibandingkan dua metode lainnya. Pada tahap kedua, material dengan komposisi BiMn (at.%) menjalani proses pepaduan dengan menggunakan HEM dan dilanjutkan dengan pemberian perlakuan panas untuk menghasilkan fasa stabilnya (MnBi). Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa fasa dominan adalah $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ sementara fasa MnBi masih sebagai fasa minor. Dapat disimpulkan bahwa fasa MnBi belum dapat terbentuk secara menyeluruh dan diperlukan kondisi yang bebas oksigen selama proses perlakuan panas.

Kata Kunci: Paduan MnBi, *Mechanical Alloying*.

ABSTRACT

Name : Wahyu Bambang Widayatno
Study Program : Ilmu Bahan
Title : Study on Synthesis of MnBi Alloys Using Mechanical Alloying and its Characterizations

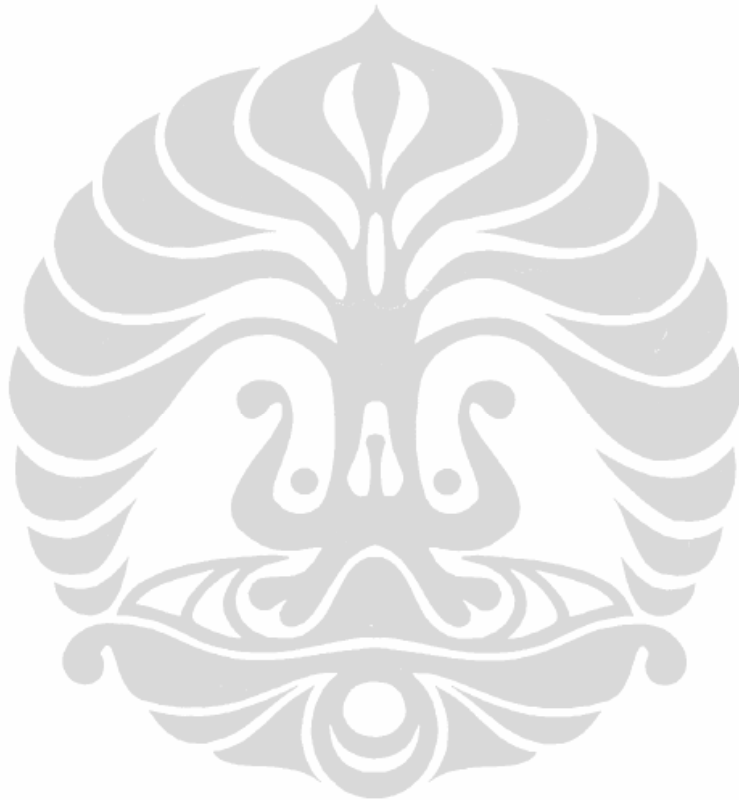
In this thesis, results on synthesis studies of MnBi alloys prepared through mechanical alloying routes and their characterization are reported. The study was conducted in order to find out the reliability of mechanical alloying process as an alternative method for producing MnBi alloys. In the first stage of study, two main samples with compositions respectively $\text{Bi}_{80}\text{Mn}_{20}$ (at.%) and BiMn (at.%) were selected as materials to be processed for phases formation by a mechanical alloying processing. Three types of mechanical alloying tools respectively, room temperature operated Planetary Ball Mill (PBM), low temperatures operated Planetary Ball Mill, and High Energy Milling (HEM) were employed for preparation of the alloys. From the first stage of study, it is shown that HEM is the most effective method compared with that of the others. In the second stage of study, material with a composition of BiMn (at.%) was synthesized through the application of HEM and successively followed by heat treatments to yield its stable phase (MnBi). However, identification studies to the alloy indicated that $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ being the major phase and MnBi existed as the minor phase. It can be concluded that MnBi phase as the major phase for the system was not achieved and an inert condition during successive heat treatment is required.

Keywords: MnBi alloy, Mechanical Alloying.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS.....	v
ABSTRAK	vi
ABSTRACT.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	2
1.3. Tujuan dan Sasaran Penelitian.....	3
1.4. Kegunaan Riset.....	3
BAB 2 KAJIAN LITERATUR.....	4
2.1. Bismuth dan Karakteristiknya	4
2.2. Mangan dan Sifatnya.....	5
2.3. MnBi dan Sifatnya	6
2.4. Studi Sintesis Paduan MnBi Sebelumnya.....	8
2.5. Studi Terkait Paduan MnBi dan Sistem Bi-Mn Lainnya.....	15
2.6. <i>Mechanical Alloying</i>	20
BAB 3 HIPOTESIS & METODOLOGI PENELITIAN	22
3.1. Hipotesis Penelitian.....	22
3.2. Metodologi Penelitian	23
3.2.1. Tahapan Penelitian dan Pengujian	23
3.2.2. Alat & Bahan	24
3.2.3. Diagram Alir Penelitian	32
BAB 4 HASIL & PEMBAHASAN	34
4.1. Komposisi Awal Bubuk Sebelum Proses.....	34
4.2. Eksperimen Tahap I	35
4.2.1. <i>Mechanical Alloying</i> Menggunakan PBM 4A Pada Temperatur Ruang	35
4.2.2. <i>Mechanical Alloying</i> Menggunakan PBM 4A Pada Suhu Rendah	39
4.2.3. <i>Mechanical Alloying</i> Menggunakan HEM E3D Pada Suhu Ruang	42
4.3. Eksperimen Tahap II.....	44
4.3.1. Analisis XRD dan SEM Sampel Hasil MA	45
4.3.2. Analisis DSC Sampel Bi-50at%Mn Tanpa Sinter	50
4.3.3. Analisis XRD dan SEM-EDX Sampel MA Sinter.....	52
4.3.4. Analisis DSC Sampel MA Sinter.....	61

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	64
5.1. Kesimpulan	64
5.2. Saran	64
DAFTAR REFERENSI	66
DAFTAR LAMPIRAN.....	69

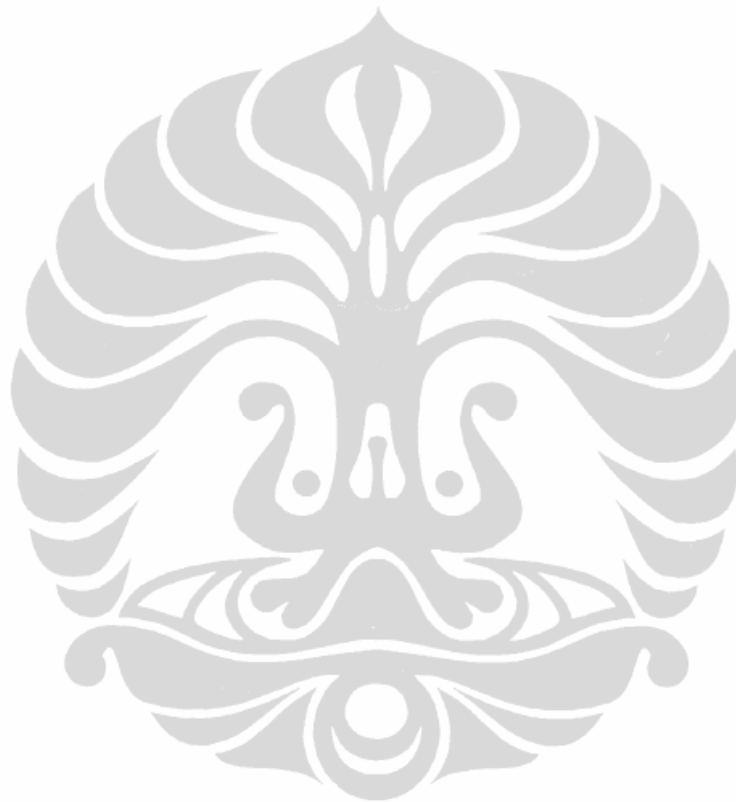


DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Diagram Fasa Sistem Mn-Bi	6
Gambar 2.2. Diagram Skematik Distribusi Ketebalan Tiap Tahapan Pembentukan Film MnBi	8
Gambar 2.3. Pengamatan Mikroskopik Efek Kerr Pada Substrat Gelas Setelah Magnetisasi Sampel Hingga Saturasi.....	9
Gambar 2.4. Pengaruh Temperatur Annealing Pada Pertumbuhan Film MnBi	9
Gambar 2.5. Pola Domain Pada Film MnBi Yang Tidak Sempurna	10
Gambar 2.6. Skema eksperimental untuk deposisi vakum secara simultan dan Berurutan.....	11
Gambar 2.7. Perbandingan Struktur Mikrofilm Mn-Bi Dengan Berbagai Perlakuan.....	12
Gambar 2.8. Bentuk Pertumbuhan Fasa Paduan Hypereutectic MnBi Pasca <i> Casting</i>	13
Gambar 2.9. XRD Spesimen Yang Terdiri Dari 4 Pasang Mn(10 Nm)/Bi(29 Nm) Pada Si (100) Yang Diiradiasi Dengan Xe+ 400 Kev Pada 450 K.....	14
Gambar 2.10. Kurva Hysterisis Mn _{1.0} Bi	15
Gambar 2.11. Penampang Struktur Quasi-Reguler MnBi/Bi Eutectic Yg Disolidifikasi & Diberi Arus Listrik	16
Gambar 2.12. Penampang Struktur Ireguler MnBi/Bi <i>Eutectic</i> yang diberi variasi Laju solidifikasi & Pulsa Arus Listrik Positif	17
Gambar 2.13. Evolusi struktur mikro lamelar dengan laju pendinginan yang a. menurun b. Meningkat.....	18
Gambar 2.14. Evolusi bentuk antar muka saat laju pendinginan berubah.....	18
Gambar 3.1. Perangkat mesin Diskmill, a&b. Mesin penggetar diskmill, c. chamber diskmill	24
Gambar 3.2. High Energy Milling Dengan Gerak Elips 3 Dimensi	25
Gambar 3.3. Alat Kompaksi Yang Digunakan Dalam Penelitian.....	26
Gambar 3.4. <i>Holder</i> Tempat Menaruh Sampel Yang Akan Dibakar.....	27
Gambar 3.5. Tungku Pemanas	27
Gambar 3.6. <i>Micro Cutter</i>	28
Gambar 3.7. <i>Hand Polisher</i>	28
Gambar 3.8. XRD di Program Material Sains UI	30
Gambar 3.9. HR-SEM (JEOL JSM-6510LA) dan EDX.....	30
Gambar 3.10. DSC yang dipergunakan untuk melakukan analisis termal.....	31
Gambar 3.11. Diagram alir penelitian tahap I.....	32
Gambar 3.12. Diagram alir penelitian tahap II	33
Gambar 4.1. Kurva XRD Bubuk Bi Dan Mn murni	35
Gambar 4.2. Perbandingan Pola XRD Sampel Bi-50at% Mn MA Dengan PBM 4A	36

Gambar 4.3.	Tren perubahan struktur mikro Bi-50at%Mn, MA dengan PBM 4A.....	37
Gambar 4.4.	Perbandingan pola XRD sampel Bi-20at%Mn, MA dengan PBM 4A.....	38
Gambar 4.5.	Tren perubahan struktur mikro Bi-20at%Mn, MA dengan PBM 4A	39
Gambar 4.6.	Struktur mikro sampel (a) Bi-20at%Mn (b) Bi-50at%Mn yang di MA pada suhu 0°C selama 8.5 jam	40
Gambar 4.7.	Struktur mikro sampel (a) Bi-20at%Mn (b) Bi-50at%Mn yang di MA pada suhu 0°C selama 8.5 jam.....	40
Gambar 4.8.	Perbandingan Kurva XRD Untuk Tiga Kondisi Temperatur MA Yang Berbeda.....	41
Gambar 4.9.	Perbandingan Performa Proses Untuk Tiga Temperatur MA Yang Berbeda.	42
Gambar 4.10.	Struktur Mikro Sampel Bi-50at%Mn Hasil MA Dengan HEM	42
Gambar 4.11.	Analisis EDX Sampel Bi-50at%Mn Hasil MA 5 Jam Menggunakan HEM	43
Gambar 4.12.	Analisis EDX Sampel Bi-50at%Mn Hasil MA 8 Jam Menggunakan HEM	44
Gambar 4.13.	Perbandingan Kurva XRD Sampel Bi-50at%Mn Hasil MA Menggunakan HEM Dalam Waktu Yang Berbeda	44
Gambar 4.14.	Perbandingan Kurva XRD Sampel Bi-50at%Mn Hasil MA Menggunakan HEM.....	45
Gambar 4.15.	Evolusi Struktur Mikro Bi-50%at Mn Hasil MA Menggunakan HEM E3D	47
Gambar 4.16.	Ilustrasi Proses Yang Terjadi Pada Setiap Waktu MA	49
Gambar 4.17.	Foto Struktur Mikro Hasil MA Bi-50%At Mn Dengan Perbesaran 50000X Untuk Waktu MA A. 4 Jam B. 16 Jam C. 32 Jam D. 64 Jam.....	50
Gambar 4.18.	Kurva DSC Sampel Bi-50at%Mn Yang Di MA Selama 64 Jam... 51	
Gambar 4.19.	Kurva Analisis DSC Dengan Penahanan Temperatur Setelah 271.63°C Selama 30 Menit	51
Gambar 4.20.	Kurva Scanning DSC 2 Kali Pengulangan Pada Sampel MA 64 Jam	52
Gambar 4.21.	Perbandingan Kurva XRD Sampel MA 32 Jam Sinter.....	54
Gambar 4.22.	Foto Struktur Mikro Sampel Hasil MA 32 Jam, Sinter Temperatur 215°C Selama 2 Jam	55
Gambar 4.23.	Area Dan Titik-Titik Yang Digunakan Untuk Analisis EDX Sampel 32 Jam.....	56
Gambar 4.24.	Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 1 Sampel 32 Jam	56
Gambar 4.25.	Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 2 Sampel 32 Jam	56
Gambar 4.26.	Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 3 Sampel 32 Jam	57
Gambar 4.27.	Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 4 Sampel 32 Jam.....	57
Gambar 4.28.	Foto Struktur Mikro Sampel Hasil MA 64 Jam, Sinter Temperatur 215°C Selama 2 Jam	58
Gambar 4.29.	Area Dan Titik-Titik Yang Digunakan Untuk Analisis EDX Sampel 64 Jam.....	59
Gambar 4.30.	Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 1 Sampel 64 Jam.....	59

Gambar 4.31 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 2 Sampel 64 Jam.....	60
Gambar 4.32 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 3 Sampel 64 Jam.....	60
Gambar 4.33 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 4 Sampel 64 Jam.....	61
Gambar 4.34 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 5 Sampel 64 Jam.....	61
Gambar 4.35 Kurva DSC Sampel MA 32 Jam Yang Disinter 215°C Selama 2 Jam	62
Gambar 4.36.. Kurva Pengulangan DSC Sampel MA 32 Jam, Sinter 215°C Selama 2 Jam	63



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Beberapa Sifat Fisis Bismuth [23]	5
Tabel 2.2. Beberapa Sifat Fisis Mangan [25].....	6
Tabel 2.3. Komposisi Paduan Bismuth-Mangan Dalam Percobaan Savas Dan Smith [51].....	.. 12
Tabel 3.1. Parameter XRD Di Kagoshima University (Digital Rigaku Geigerflex- XRD	29
Tabel 3.2. Parameter XRD Di Program Pascasarjana Material Sains UI	29
Tabel 4.1. Komposisi Bubuk Bi Sebelum Proses	34
Tabel 4.2. Komposisi Bubuk Mn Sebelum Proses.....	34



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Hasil Analisis XRF Bismuth Murni.....	69
Lampiran 2 Hasil Analisis XRF Mangan Murni.....	70
Lampiran 3 Analisis EDX sampel MA 32 jam sinter 215°C 2jam spot 1	71
Lampiran 4 Analisis EDX sampel MA 32 jam sinter 215°C 2jam spot 2	72
Lampiran 5 Analisis EDX sampel MA 32 jam sinter 215°C 2jam spot 3	73
Lampiran 6 Analisis EDX sampel MA 32 jam sinter 215°C 2jam spot 4	74
Lampiran 7 Analisis EDX sampel MA 64 jam sinter 215°C 2jam spot 1	75
Lampiran 8 Analisis EDX sampel MA 64 jam sinter 215°C 2jam spot 2	76
Lampiran 9 Analisis EDX sampel MA 64 jam sinter 215°C 2jam spot 3	77
Lampiran 10 Analisis EDX sampel MA 64 jam sinter 215°C 2jam spot 4	78
Lampiran 11 Analisis EDX sampel MA 64 jam sinter 215°C 2jam spot 5	79
Lampiran 12 Kartu PDF Bismuth 05-0519	80
Lampiran 13 Kartu PDF Mangan 32-0637	81
Lampiran 14 Kartu PDF Mn ₂ O ₃ 73-1826	82
Lampiran 15 Kartu PDF Bi ₃ Mn ₂ 15-0318.....	83
Lampiran 16 Kartu PDF Bi ₂ Mn 04-0725.....	84
Lampiran 17 Kartu PDF Bi ₂₄ Mn ₂ O ₄₀ 82-1315.....	85
Lampiran 18 Kartu PDF MnBi 01-072-5603	86

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kajian terkait proses sintesis material serta evaluasi struktur mikro dan fasa-fasa suatu material merupakan aspek mendasar yang penting untuk dipahami dalam memproduksi suatu material ataupun komposisi material tertentu yang memiliki sifat-sifat yang diinginkan. Produk akhir serta mekanisme perubahan struktur mikro yang terjadi pada suatu material atau komposisi material sangat dipengaruhi oleh proses produksi yang dialaminya. Dengan demikian, variasi proses produksi yang dilakukan pada suatu material atau komposisi material tertentu kemungkinan besar akan menghasilkan jalur produksi yang berbeda untuk menghasilkan suatu produk atau bahkan produk akhir yang berbeda sama sekali. Dengan menimbang aspek ilmiah dan ekonomi itulah perlu adanya kajian sintesis suatu material dengan metode yang berbeda dan perbandingan struktur mikro serta fasa-fasa yang terbentuk dari masing-masing metode tersebut.

Kajian proses sintesis paduan MnBi merupakan kajian yang menarik untuk dipelajari. Hal ini dikarenakan karakteristik paduan MnBi itu sendiri yang dikenal memiliki anisotropi uniaxial yang tinggi pada sumbu tertentu[1]. Paduan ini juga memiliki kemungkinan untuk diaplikasikan sebagai magnet permanen pada suhu rendah dan piranti magneto optik[2,3] serta media perekam data pada suhu tinggi. Aplikasi yang juga memungkinkan adalah pada piranti spintronik, seperti MRAM, VRAM, dsb, yang dicapai dengan memanfaatkan karakteristik half metallic ferromagnetism dari MnBi pada fasa zinblende[4].

Studi terkait sistem Bi-Mn dan paduan MnBi yang telah dilakukan selama ini lebih banyak dilakukan dengan mengevaluasi struktur mikro dan fasa-fasa yang terbentuk dalam proses sintesis dengan jalur solidifikasi[5-6]. Variasi lain yang telah dilakukan dalam mengevaluasi struktur mikro dan fasa-fasa yang terjadi adalah dengan menggunakan pengaruh medan listrik dan medan magnet terhadap

struktur dan penumbuhannya dalam proses solidifikasi[7-12]. Namun demikian, sintesis paduan MnBi dan studi evaluasi struktur mikro dengan jalur proses produksi yang lain belum banyak dilakukan. Studi sintesis paduan MnBi dengan jalur proses produksi lain selain solidifikasi juga penting dilakukan karena sintesis dengan proses solidifikasi dilaporkan belum dapat menghasilkan paduan MnBi fasa tunggal yang terpisah dari partikel Bi yang tidak bereaksi[13-14]. Hal ini dikarenakan proses solidifikasi yang dilakukan selama ini selalu menghasilkan komposit MnBi/Bi akibat adanya presipitasi partikel Bi ke dalam batas-batas butir MnBi.

Salah satu proses sintesis material yang unik adalah *Mechanical alloying*. *Mechanical alloying* (MA) merupakan proses produksi dengan teknik larutan padat yang ditujukan untuk mensintesis fasa tidak setimbang seperti amorf, senyawa metastabil dan larutan padat super jenuh[15]. Metode ini diketahui dapat meningkatkan solubilitas sistem Fe-C dengan melakukan penghalusan secara mekanik[16-20]. Penggunaan metode ini juga dilaporkan telah berhasil menghasilkan nanowire dengan diameter 10-50 nm dan panjang sekitar 500 nm pada pemrosesan Bi-20%atMn[21]. Proses pepaduan mekanik yang terjadi selama *Mechanical Alloying* kemungkinan merupakan satu solusi untuk mendapatkan fasa tunggal paduan MnBi. Bila pepaduan mekanik telah terjadi pada proses *Mechanical Alloying*, maka presipitasi Bi ke dalam paduan MnBi kemungkinan dapat dihindari karena jari-jari Bi yang lebih besar dibandingkan Mn. Selain itu, berbagai fenomena menarik dari penggunaan metode ini yang dilaporkan oleh banyak peneliti dimungkinkan dapat juga terjadi dalam proses sintesis paduan MnBi karena proses sintesis dengan solidifikasi dan *Mechanical Alloying* memiliki kesamaan dalam hal pemberian energi pada sampel material untuk mengawali terjadinya proses recovery dan rekristalisasi[22].

1.2 Rumusan Masalah

Penelitian yang akan dilakukan adalah studi dasar sintesis paduan MnBi dengan metode *Mechanical Alloying* serta evaluasi struktur mikro dan fasa-fasa yang terbentuk selama proses tersebut. Hal yang akan diteliti adalah:

- Bagaimana mengoptimasi pembentukan paduan MnBi dengan metode *Mechanical Alloying*.
- Apa pengaruh parameter waktu dalam proses *Mechanical Alloying* terhadap struktur mikro paduan yang dibentuk dari sistem Bi-Mn.
- Fasa apa saja yang terbentuk pada proses *Mechanical Alloying* dan setelah sintering dihubungkan dengan struktur mikro yang ditunjukkan.
- Bagaimana mekanisme perubahan struktur mikro yang terjadi selama proses *Mechanical Alloying* dan setelah proses sintering.

1.3 Tujuan dan Sasaran Penelitian

- Mendapatkan paduan MnBi.
- Mempelajari proses sintesis paduan MnBi dengan metode *Mechanical Alloying*.
- Mengetahui pengaruh *Mechanical Alloying* pada pembentukan paduan MnBi, struktur mikro sistem Bi-Mn, dan fasa yang terbentuk dari proses sintesis tersebut.
- Mempelajari mekanisme perubahan struktur mikro dan pembentukan fasa yang terjadi pada proses *Mechanical Alloying*.

1.4 Kegunaan Riset

- Mengetahui dan memahami proses sintesis paduan MnBi dengan *Mechanical Alloying*.
- Mengetahui kemungkinan penggunaan proses sintesis *Mechanical Alloying* untuk menghasilkan paduan MnBi.
- Mengetahui fasa-fasa dan struktur mikro yang terbentuk serta mekanisme perubahan struktur mikro yang terjadi pada proses *Mechanical Alloying*.

BAB 2

KAJIAN LITERATUR

2.1 Bismuth Dan Karakteristiknya

Bismuth adalah elemen kimia yang memiliki nomor atom 83. Elemen ini berat, rapuh (brittle), dan memiliki warna kristal putih. Elemen ini juga berwarna sedikit merah muda dan secara kimia menyerupai arsen dan antimony. Dibandingkan dengan semua logam, bismuth merupakan elemen yang secara alami paling diamagnetik dan hanya merkuri yang konduktivitas termalnya lebih rendah dari bismuth. Unsur ini memiliki resistansi listrik yang tinggi dan memiliki pengaruh efek Hall yang paling tinggi dibandingkan logam lainnya. Dengan kata lain, unsur ini memberikan peningkatan resistansi listrik yang paling tinggi bila diletakkan dalam medan magnet

Secara umum elemen ini dianggap sebagai elemen non radioaktif stabil terakhir yang muncul pada tabel periodik, meskipun pada kenyataannya elemen ini sebenarnya bersifat sedikit radioaktif dengan masa peluruhan yang panjang.

Bismanol yang dibuat dari MnBi merupakan salah satu jenis paduan Bismuth yang diaplikasikan sebagai magnet permanent dengan gaya koersivitas magnetik yang tinggi oleh U.S. Naval Surface Weapons Center. Paduan bismuth juga digunakan dalam kosmetik, obat-obatan, dan prosedur medis lainnya. Dengan diketahuinya sifat beracun dari timbal akhir-akhir ini, penggunaan paduan alloy menggunakan logam bismuth sebagai pengganti timbal menjadikan bismuth memiliki potensi komersial yang meningkat.

Bismuth mengembang sekitar 3.32% pada saat solidifikasi. Sifat ini membuat paduan bismuth secara umum cocok dalam pembuatan produk cor yang harus rusak saat diberikan temperatur tinggi. Bila digunakan bersama dengan logam lain seperti timah, cadmium, dan sebagainya, bismuth akan membentuk paduan dengan titik leleh rendah yang secara luas digunakan untuk perangkat keselamatan seperti pendeteksi kebakaran dan sistem pemadam kebakaran.

Secara umum karakteristik fisik dari Bismuth dijabarkan pada tabel berikut:

Tabel 2.1 Beberapa Sifat Fisis Bismuth [23]

Sifat fisis	
Fasa	Padat
Densitas (temp.ruang)	9.78 g·cm ⁻³
Densitas cair at m.p.	10.05 g·cm ⁻³
Titik leleh	544.7 K (271.5 °C, 520.7 °F)
Titik didih	1837 K (1564 °C, 2847 °F)
Kalor pembentukan	11.30 kJ·mol ⁻¹
Kalor penguapan	151 kJ·mol ⁻¹
Kapasitas panas spesifik (pada 25 °C)	25.52 J·mol ⁻¹ ·K ⁻¹

2.2 Mangan Dan Sifatnya

Mangan adalah logam berwarna putih keabu-abuan yang mirip dengan besi namun lebih keras dan sangat getas. Secara kimia, logam ini sangat reaktif. Meskipun sangat sedikit didalami, namun unsur ini menempati urutan keempat di antara logam-logam lainnya dalam hal penggunaan, setelah besi, aluminium, dan tembaga [24].

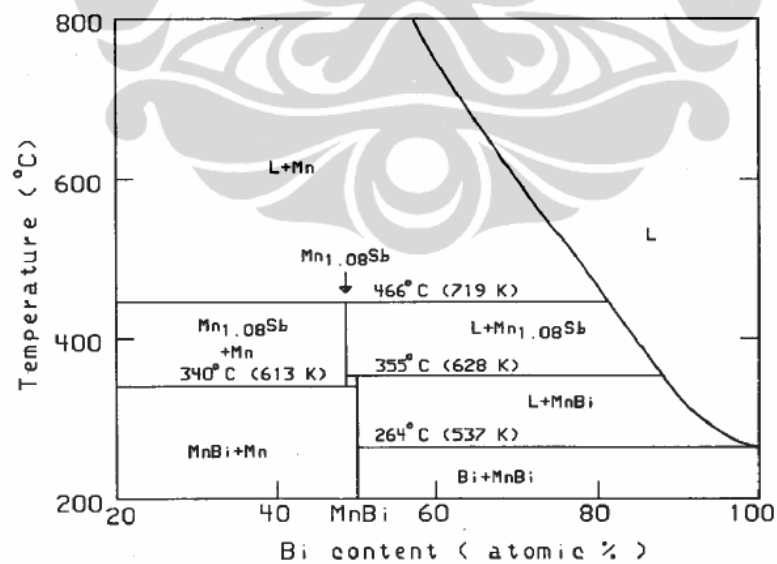
Mangan memegang peranan penting dalam berbagai pengembangan proses pembuatan baja, yang secara langsung terlihat dari fakta bahwa 90% konsumsi mangan per tahunnya digunakan dalam pembuatan baja sebagai unsur padu tambahan. Karena harganya yang relatif murah dan kegunaannya yang sangat penting, hingga saat ini belum ada unsur yang secara memuaskan dapat menggantikan posisi mangan dalam industri pembuatan baja, dan seperti halnya ini tidak akan berubah. Selain industri baja, pasar mangan yang paling penting berikutnya adalah dalam bentuk mangan dioksida yang bisa digunakan untuk pembuatan elemen baterai kering portabel [24].

Tabel 2.2 Beberapa Sifat Fisis Mangan [25]

Physical properties	
Phase	Solid
Density (near r.t.)	7.21 g·cm ⁻³
Liquid density at m.p.	5.95 g·cm ⁻³
Melting point	1519 K (1246 °C, 2275 °F)
Boiling point	2334 K (2061 °C, 3742 °F)
Heat of fusion	12.91 kJ·mol ⁻¹
Heat of vaporization	221 kJ·mol ⁻¹
Specific heat capacity(25 °C)	26.32 J·mol ⁻¹ ·K ⁻¹

2.3 MnBi Dan Sifatnya

Paduan biner MnBi dapat mengkristal menjadi 2 fasa, fasa temperatur rendah (LTP) dan fasa temperatur tinggi (HTP). Sifat magnetik paduan MnBi telah banyak dipelajari dengan mendalam karena fasa temperatur rendah (LTP) paduan ini memiliki anisotropi magnetik uniaxial yang tinggi (2.2×10^7 erg/cm³ pada suhu 500 K) [26-27], sementara fasa temperatur tingginya memiliki sifat thermomagneto-optik [28] yang dapat digunakan sebagai magnet permanent dan perangkat perekam magneto-optik.



Gambar 2.1 Diagram Fasa Sistem Mn-Bi [14]

Berbeda dengan umumnya material feromagnetik, koersivitas dari fasa temperatur rendahnya meningkat dengan bertambahnya temperatur, dan nilainya jauh lebih

besar dibandingkan Nd-Fe-B pada temperatur yang lebih tinggi [29]. Oleh karenanya, MnBi memiliki potensi yang patut dipertimbangkan sebagai magnet permanent pada temperatur tinggi [30]. Namun demikian, fasa tunggal MnBi sangat sulit didapatkan dengan metode konvensional seperti sintering. Mangan yang ada dalam campuran cenderung memisah dengan cairan MnBi karena adanya reaksi peritectic, dan lambatnya difusi Mn hingga menjadi MnBi [1, 32-33]. Telah banyak usaha yang dilakukan untuk menghasilkan fasa tunggal MnBi [31-41]. Namun demikian, usaha untuk membuat fasa tunggal MnBi dengan melakukan sintering pada bubuk Mn dan Bi masih belum menemukan hasil yang memuaskan [31-37].

Fasa temperatur rendah MnBi bisa didapat dengan melakukan *rapid quenching* dengan laju pendinginan 50 m s^{-1} dan perlakuan panas yang sesuai [40]. Meskipun belum bisa mendapatkan fasa tunggal MnBi, Yoshida dkk melaporkan bahwa mereka telah berhasil mendapatkan fasa tunggal MnBi sekitar 90wt% dengan menggunakan metode zone-arc-melting dalam atmosfer helium. Terlepas dari sudut pandang teknologinya, banyak fenomena menarik seperti sifat magnetik dan magneto-optik yang menarik untuk dipelajari. Oleh karenanya telah banyak usaha teoritis untuk menjelaskan sifat magnetik dan magneto-optik dari paduan MnBi [3, 42-45]. Diantaranya adalah usaha yang dilakukan oleh Coehorn dkk untuk menghitung *self-consistent spin-polarized band structure* [42] dan pengaruh interaksi spin-orbital pada struktur elektronik paduan MnBi yang dilakukan oleh Jaswal dkk [44]. Namun demikian, hasil perhitungan teoritis untuk mengelaborasi fenomena anisotropi magnetik yang tidak biasa tersebut masih belum cocok dengan hasil percobaan laboratorium.

Dari pengukuran sifat kemagnetan yang dilakukan Heiks dan Roberts, didapatkan bahwa fasa temperatur rendah MnBi memiliki momen magnetik sebesar 4.0 dan $3.95 \mu_B/\text{Mn}$ [1,33]. Selain itu, terukur pula anisotropi magnetokristalin sebesar 9.0 T dan koersivitas sebesar 1.8 T pada suhu 550K, sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan dalam aplikasi temperatur tinggi [30]. Dalam penelitian lain, telah dihasilkan pula magnet MnBi oleh Adams, Hubbard, dan Syeles yang memiliki

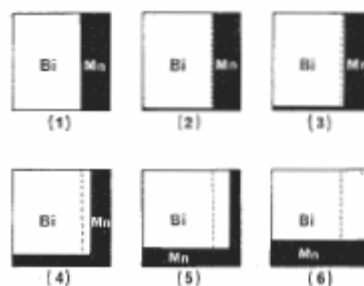
perkalian energi maksimum sebesar 4.3 MGOe yang ternyata nilainya jauh lebih kecil dibandingkan nilai teoritisnya yang mencapai 16 MGOe [34].

2.4 Studi Sintesis Paduan MnBi Sebelumnya

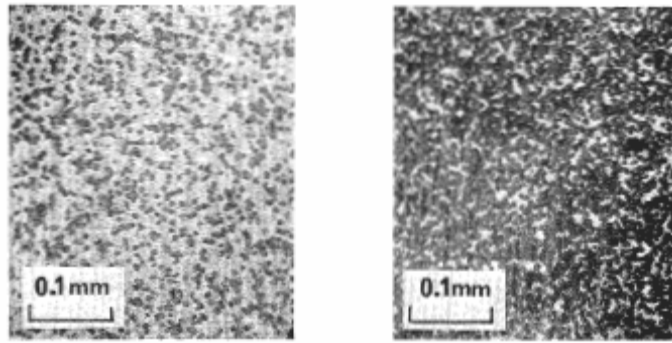
Dari berbagai literatur mengenai paduan MnBi maupun sistem Bi-Mn, beberapa metode yang sudah dikenal biasa digunakan untuk mensintesis paduan MnBi baik dalam bentuk thin film, single crystal, fasa amorf, ataupun kristal pada umumnya.

Iwama dkk mengadopsi metode yang dilakukan oleh Chen [46] dengan menguapkan Bi dan Mn berurutan pada substrat gelas yang telah dibersihkan dan dipanaskan pada suhu 300°C. Sistem vakum sebelum terjadinya penguapan memiliki tekanan $1-2 \times 10^{-6}$ Torr. Laju penguapan adalah 10-30 Å/s. Ketebalan lapisan Bi dan Mn adalah 850 dan 350 Å. Dengan tetap mengikutsertakan film komposit dalam sistem vakum, film ini dipanaskan hingga 300°C dengan laju penambahan temperatur 12 °C/min pada kondisi vakum kurang dari 5×10^{-6} Torr. Metode Chen ini juga diadopsi oleh Ono dkk yang membuat film MnBi dengan menganil lapisan ganda hasil penguapan Bi dan Mn pada substrat gelas. Film yang dihasilkan memiliki ketebalan 1000 Å [47]. Diagram skematik distribusi ketebalan tiap tahapan pembentukan film MnBi ditunjukkan pada Gambar 2.2. Tiap daerah pada Gambar 2.2 menyatakan jumlah tiap atom penyusun. Garis putus-putus yang menjadi pembatas adalah lokasi asli dari antarmuka Bi dan Mn.

Pengamatan efek Kerr secara mikroskopik setelah sampel dimagnetisasi hingga nilai saturasinya ditunjukkan pada Gambar 2.3. Titik-titik hitam pada sampel menunjukkan kristal MnBi, sementara matriks putih adalah Bi yang tidak bereaksi.

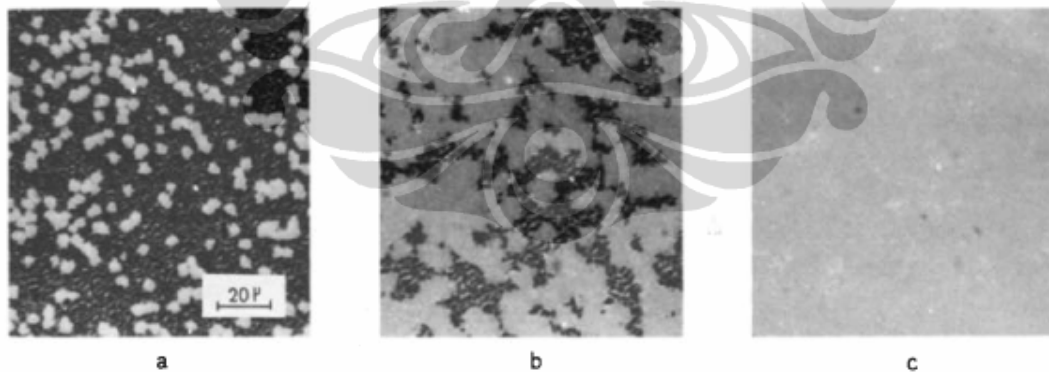


Gambar 2.2 Diagram Skematik Distribusi Ketebalan Tiap Tahapan Pembentukan Film MnBi [48].



Gambar 2.3 Pengamatan Mikroskopik Efek Kerr Pada Substrat Gelas Setelah Magnetisasi Sample Hingga Saturasi [48].

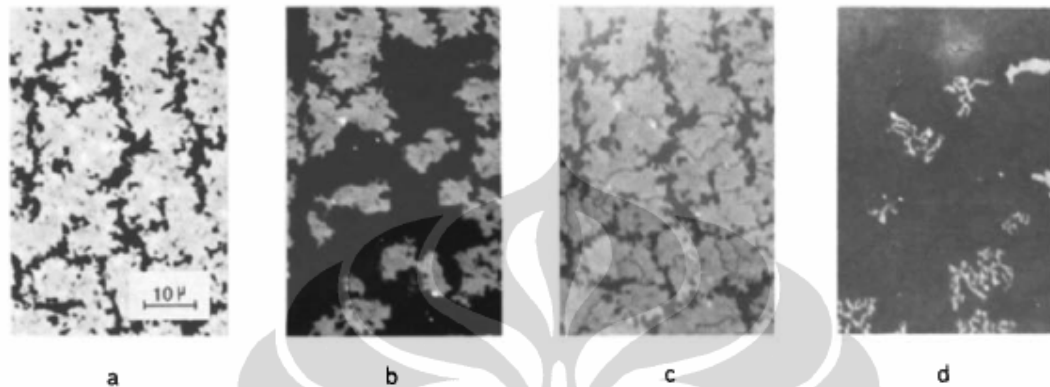
Berkaitan dengan pembentukan lapisan tipis (thin film) MnBi, Dekker mencoba untuk menemukan hubungan antara perbandingan atomik komposisi MnBi, waktu *annealing*, dan temperatur *annealing*. Dengan menggunakan metode Chen, dia mendapatkan bahwa untuk mengurangi jumlah Bi yang tidak bereaksi, jumlah Mn, temperatur *annealing*, dan waktu *annealing* harus ditingkatkan [49]. Efek temperatur *annealing* terhadap pertumbuhan film MnBi ditunjukkan pada Gambar 2.4. Gambar 2.4a, 2.4b, dan 2.4c secara berturut-turut menunjukkan daerah yang dianil pada suhu 180°C, 210°C, dan 240°C.



Gambar 2.4 Pengaruh Temperatur *Annealing* Pada Pertumbuhan Film MnBi [49].

Dia juga menemukan bahwa jika rasio atomik Mn terhadap Bi kurang dari 1.6 pada gelas, akan tetap terdapat atom Bi bebas yang tidak bereaksi, tidak terpengaruh oleh waktu dan temperatur *annealing* [49]. Dia menunjukkan struktur mikro dari film yang tidak sempurna dengan pola domain seperti ditunjukkan pada Gambar 2.5.

Gambar 2.5a dan b menunjukkan struktur film dan kondisi film yang belum tumbuh sempurna, sementara Gambar 2.5c dan d menunjukkan dinding domain dalam pulau MnBi dan pola domain yang terjadi setelah magnetisasi mendekati saturasi [49].

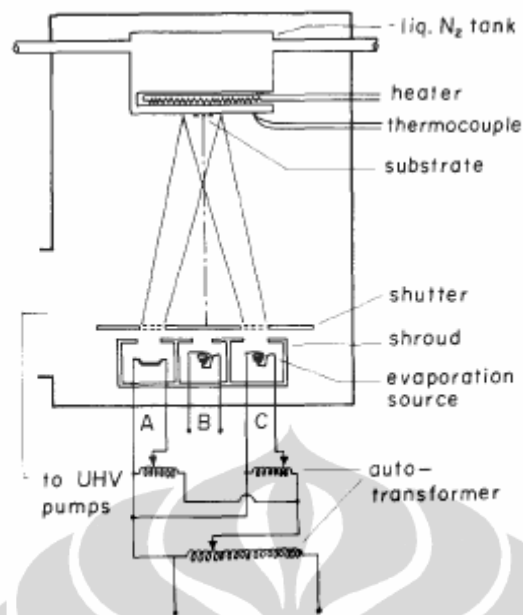


Gambar 2.5 Pola Domain Pada Film MnBi Yang Tidak Sempurna [49].

Hal ini kontras dengan data yang diberikan Gordon dkk dimana mereka menunjukkan terbentuknya film MnBi pada gelas dengan ketebalan 700\AA pada perbandingan atomik Mn terhadap Bi sebesar 1.2.

Berbeda dengan penyelidikan sebelumnya yang berusaha menumbuhkan kristal MnBi pada substrat gelas, Yoshida dkk berusaha menumbuhkan film Mn-Bi amorf pada substrat gelas. Mereka memberikan catatan bahwa fasa feromagnetik MnBi tidak bisa didapatkan dengan perlakuan sederhana seperti pelelehan dan pendinginan campuran Bi dan Mn, yang telah dilakukan dengan melakukan sintering pellet bubuk Bi dan Mn. Pembentukan fasa ini hanya dimungkinkan dengan menggunakan reaksi kondisi padat (*solid state reaction*) [50].

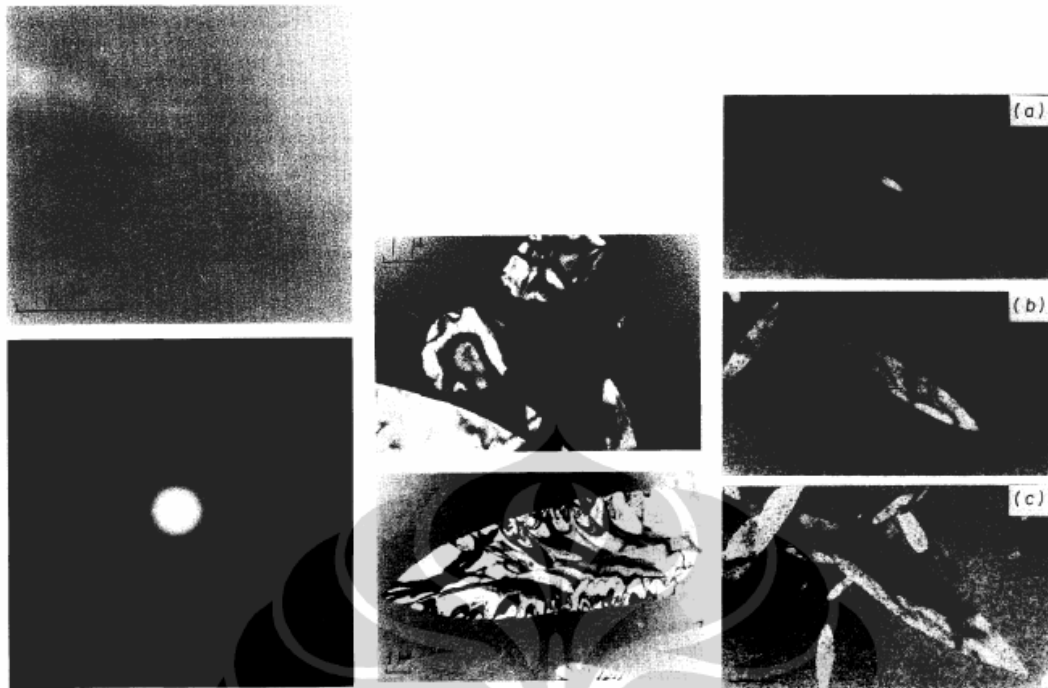
Dalam pembuatan film Mn-Bi amorf, Yoshida dkk menggunakan teknik deposisi vakum secara simultan dengan vakum mencapai 10^{-8} Torr. Skema ruang deposisi ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Skema Eksperimental Untuk Deposisi Vakum Secara Simultan Dan Berurutan

Ruangan tersebut dapat dipompa hingga tekanan 10^{-10} Torr dengan sistem pompa UHV (ULVAC, EBD-40D, Japan Vacuum Eng. Co. Ltd). Dalam ruangan memiliki tiga sumber evaporasi. Sistem juga dilengkapi dengan shutter yang memiliki dua bukaan sehingga memungkinkan untuk melakukan deposisi secara simultan dengan mengatur posisi relatif sumber evaporasi terhadap dua bukaan tersebut, ataupun deposisi secara berurutan dari setiap sumber A, B, dan C. Sumber A digunakan untuk menguapkan Bismuth, sumber C untuk mangan, sementara sumber B untuk Silicon Monoksida. Penggunaan Silicon monoksida ditujukan sebagai lapisan pelindung film yang telah terbentuk karena film paduan Mn-Bi secara kimia reaktif terhadap uap air [50].

Substrat untuk deposisi diletakkan pada permukaan bawah tanki nitrogen cair yang dapat didinginkan hingga 150 K. Substrat tersebut juga dapat dipanaskan dengan menyisipkan pemanas nikrom di antara substrat dan bagian bawah tanki. Foto struktur mikro film Mn-Bi yang terbentuk ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Perbandingan Struktur Mikrofilm Mn-Bi Dengan Berbagai Perlakuan

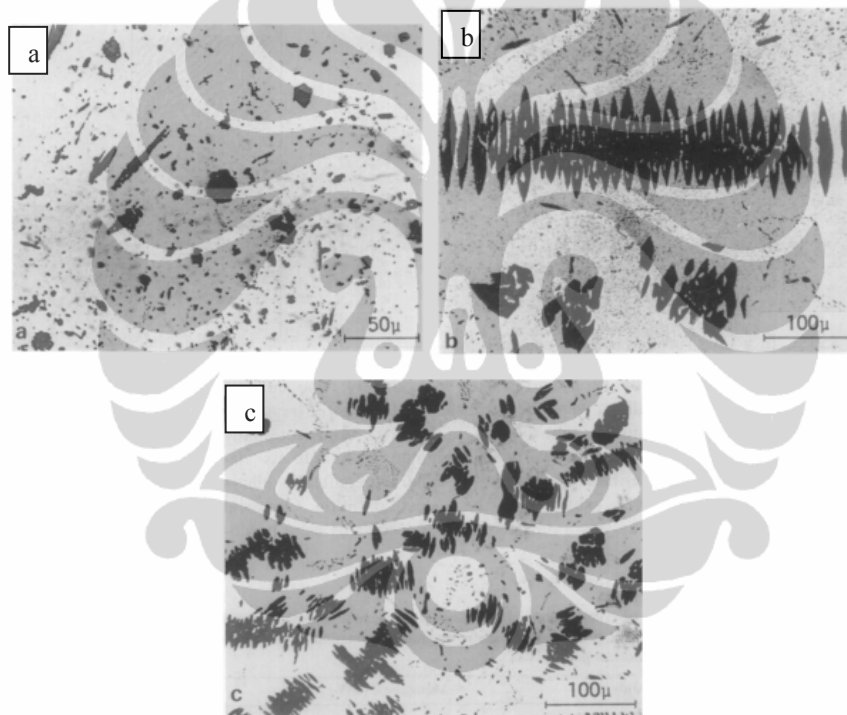
Gambar 2.7 bagian kiri menunjukkan hasil foto mikroskop elektron dan pola difraksi film Bi-70at%Mn pada temperatur ruang. Gambar 2.7 bagian tengah menunjukkan kristalisasi dalam film Bi-76.5at%Mn. sementara bagian kanan menunjukkan pertumbuhan kristal dari film tersebut setelah diiradiasi berkas elektron selama 0, 90, dan 180 detik [50].

Metode lain dalam mensintesis MnBi dilakukan oleh Savas dan Smith. Mereka menggunakan bahan awal dengan kemurnian 99.99% dan mencampurnya dengan komposisi paduan eutectic dan hypereutectic (kaya mangan). Komposisi mangan yang digunakan dalam eksperimen tersebut disajikan pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Komposisi Paduan Bismuth-Mangan Dalam Percobaan Savas Dan Smith [51]

Paduan	Komposisi Mangan (wt%)
Eutectic	0.6
Hypereutectic	1.5
Hypereutectic	3.0

Bahan yang sudah ditimbang kemudian dimasukkan dalam tabung Vycor berdiameter 4 mm untuk kemudian ditutup rapat dengan seal dalam suasana gas argon. Bahan yang telah dimasukkan dalam tabung Vycor tersebut kemudian dilelehkan pada suhu 850°C dalam tungku tabung. Untuk memastikan homogenitasnya, lelehan tersebut dibiarkan dalam tungku selama 12 jam dan dikocok secara periodik. Paduan eutectic tersebut kemudian dimasukkan ke dalam tabung pyrex dengan diameter yang lebih besar dan ditumbuhkan dalam satu arah dengan teknik Bridgmann vertikal. Tipe pertumbuhan fasa MnBi untuk paduan hypereutectic setelah *casting* ditunjukkan pada Gambar 2.8.

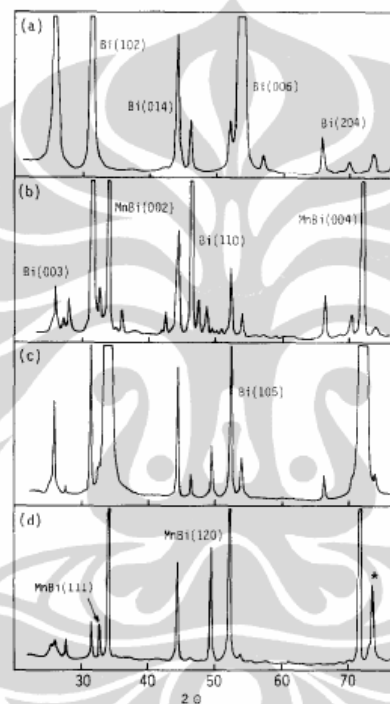


Gambar 2.8 Bentuk Pertumbuhan Fasa Paduan Hypereutectic MnBi Pasca *Casting*

Pada Gambar 2.8, fasa MnBi terlihat sebagai fasa gelap. Gambar 2.8a, b, dan c berturut-turut adalah struktur mikro paduan Bi-1.5wt%Mn, Bi-3wt%Mn, dan Bi-3wt%Mn yang dimodifikasi dengan penambahan 0.05wt% Na.

Berbeda dengan metode sebelumnya, Kido dan Suzuki menggunakan *Ion Beam Mixing* untuk menghasilkan lapisan feromagnetik MnBi secara langsung. Lapisan ganda dan lapisan berselang Mn/Bi dibuat dengan *electron beam deposition* ke

atas Substrat Si, Al, dan gelas. Rasio Mn terhadap Bi yang digunakan adalah 1, 2/3, dan 1/2 dengan ketebalan total dalam kisaran 130 hingga 160 nm. Untuk menghindari oksidasi, lapisan tipis Al dengan ketebalan 5-7 nm dideposisikan di atas permukaan sampel. Spesimen diiradiasi dengan berkas Xe^+ 400 keV dalam vakum $6-8 \times 10^{-7}$ Torr [52]. Kurva XRD dari spesimen lapisan MnBi yang dibuat dengan *Ion Beam Mixing* ditunjukkan pada Gambar 2.9. Gambar 2.9 a-d secara berturut-turut menunjukkan kurva XRD setelah dideposisikan, setelah diberi tambahan iradiasi $2 \times 10^{15} \text{Xe}^+/\text{cm}^2$, $5 \times 10^{15} \text{Xe}^+/\text{cm}^2$, dan $1 \times 10^{16} \text{Xe}^+/\text{cm}^2$ [52].



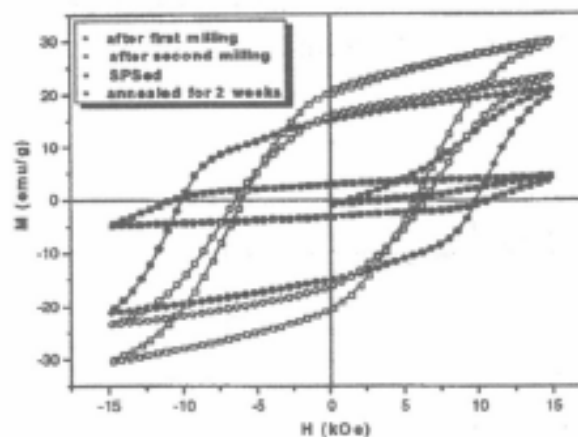
Gambar 2.9 XRD Spesimen Yang Terdiri Dari 4 Pasang Mn(10 Nm)/Bi(29 Nm) Pada Si (100) Yang Diiradiasi Dengan Xe^+ 400 Kev Pada 450 K [52]

Selain pembuatan film tipis MnBi, usaha lain dilakukan pula oleh Stutius dan Chen untuk menumbuhkan *single crystal* MnBi baik fasa temperatur rendah maupun fasa temperatur tinggi. *single crystal* tersebut ditumbuhkan dengan menarik material benih dari larutan lelehan Mn dan Bi yang kaya Bi dalam atmosfer hidrogen. Tungku tempat menumbuhkan terdiri dari penarik Lapel yang dimodifikasi dan generator RF. Jumlah kelebihan Bi yang dibutuhkan pada larutan lelehan tersebut bergantung temperatur penumbuhan setiap kristal. Kristal LTP ditumbuhkan dari larutan yang mengandung 8-10 at% Mn pada temperatur sedikit di atas atau di bawah temperatur transisi 628 K. Setelah terminasi

pertumbuhan, kristal didinginkan perlahan dalam tungku selama beberapa hari untuk memastikan transformasi kristal secara menyeluruh menjadi LTP. Untuk QHTP, kristal ditumbuhkan dari larutan yang mengandung 20 at% Mn sekitar 700K dan di *quench* hingga temperatur ruang segera setelah terminasi pertumbuhan untuk mempertahankan komposisi HTP [53].

Selain metode yang disebutkan di atas, Yoon dkk mencoba menggunakan metode lain yaitu *Mechanical Alloying* untuk menghasilkan paduan intermetalik MnBi. Metode yang digunakan cukup sederhana, yaitu dengan mencampurkan bubuk elemental dengan komposisi $Mn_{1+x}Bi$ ($x = 0, 0.8, 0.14, 0.2, 0.3, 0.4,$ dan 0.5) dan digiling menggunakan Planetary Ball Mill (jenis AGO-2) dalam suasana argon untuk mendorong terjadinya proses *Mechanical Alloying*. Untuk mengefektifkan proses penggilingan, dilakukan penggilingan awal pada bubuk Mn sehingga menghasilkan bubuk halus berukuran $< 1\mu m$. Setelah itu, bubuk Bi dimasukkan dan digiling bersamaan menggunakan bola baja berdiameter 3 mm.

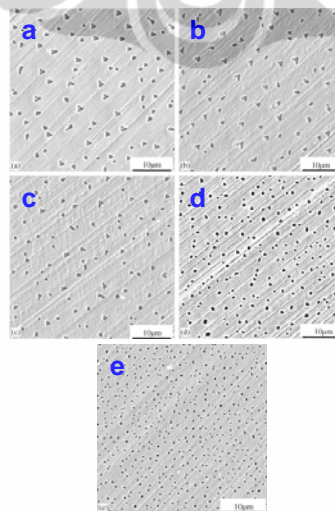
Proses penggilingan dilakukan dalam dua tahap. Tahap pertama dilakukan dengan kecepatan 64 G selama 120 menit, yang diikuti dengan perlakuan panas pada suhu $250^{\circ}C$ selama 2 jam. Penggilingan kedua dilakukan selama 10 menit dengan kecepatan 2 G. Bubuk yang dihasilkan kemudian disinter menggunakan *spark plasma sintering* agar menjadi magnet. Kurva hysteresis magnet $Mn_{1.0}Bi$ yang didapat dari setiap tahapan ditunjukkan pada Gambar 2.10.



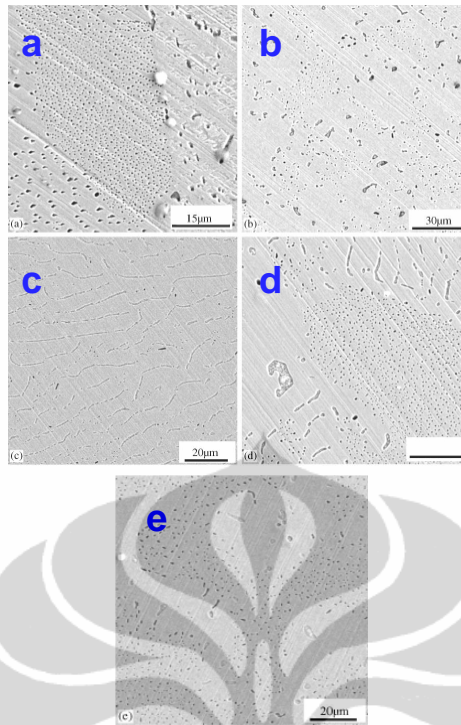
Gambar 2.10 Kurva Hysteresis $Mn_{1.0}Bi$ [54]

2.5 Studi Terkait Paduan MnBi Dan Sistem Bi-Mn Lainnya

Evaluasi struktur mikro yang telah dilakukan oleh beberapa penelitian memfokuskan pada variasi pengaruh eksternal pada proses solidifikasi. Li, et.al pada tahun 2000 telah meneliti dan memaparkan pengaruh pulsa arus listrik pada struktur mikro komposisi eutectic MnBi/Bi. Mereka telah mengobservasi beberapa jenis struktur mikro yang bergantung kepada laju pendinginan dan kondisi pemulsaan listrik seperti terlihat pada Gambar 2.11. Pulsa yang diberikan berturut-turut pada Gambar 2.11a-e adalah 0, 40 A/cm² kontinu, 8 A/cm², 40 A/cm², dan 72A/cm². Perbedaan pemulsaan listrik ternyata menghasilkan ukuran partikel yang berbeda, meskipun strukturnya secara umum sama yaitu berbentuk batang MnBi quasi reguler. Struktur mikro yang dihasilkan didominasi oleh struktur penampang lintang berbentuk segitiga dan *chevron*. Namun keteraturan yang tampak pada Gambar 2.11, tidak tampak ketika variasi pemberian pulsa listrik dipadukan dengan variasi laju pendinginan, seperti terlihat pada Gambar 2.12. Di beberapa tempat terobservasi MnBi dengan struktur yang kasar dan tidak teratur, namun di tempat lain terlihat sebagian kecil berbentuk batangan besar, lamellae yang pecah dan terputus, kumpulan batangan, dan ada pula yang tidak menampakkan MnBi sama sekali. Mereka juga menyimpulkan bahwa arus listrik kontinu hanya memberikan efek yang kecil terhadap struktur mikro, sementara pemberian pulsa positif memberikan efek lebih besar dibandingkan pemberian pulsa negatif [7].



Gambar 2.11. Penampang Struktur Quasi-Reguler MnBi/Bi Eutectic Yg Disolidifikasi & Diberi Arus Listrik [7].

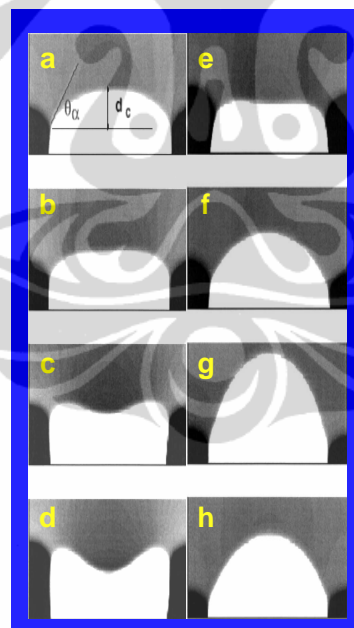


Gambar 2.12. Penampang Struktur Ireguler Mnbi/Bi Eutectic Yg Diberi Variasi Laju Solidifikasi & Pulsa Arus Listrik Positif [7]

Pada tahun 2001, Liya Regel, et.al juga mengamati pengaruh dari perubahan laju pendinginan dan konveksi pada struktur mikro MnBi/Bi eutectic. Mereka mensimulasikan evolusi struktur mikro lamelar yang disebabkan penurunan dan kenaikan laju pendinginan. Mereka mendapatkan, seperti terlihat pada Gambar 2.13, ukuran lamellae yang menebal bila laju pendinginan menurun dan sebaliknya bila laju pendinginan meningkat. Mereka juga menggambarkan evolusi bentuk antar muka untuk laju pendinginan yang berbeda, seperti terlihat pada Gambar 2.14. Gambar sebelah kiri menunjukkan bentuk antar muka untuk laju pendinginan yang meningkat, dengan Gambar 2.14d adalah bentuk antar muka untuk laju pendinginan maksimum. Sementara Gambar sebelah kanan menunjukkan bentuk antar muka untuk laju pendinginan yang menurun, dengan gambar 2.14g adalah bentuk antar muka untuk laju pendinginan minimum[6].



Gambar 2.13. Evolusi Struktur Mikro Lamelar Dengan Laju Pendinginan Yang a. Menurun b. Meningkat [6]



Gambar 2.14. Evolusi Bentuk Antar Muka Saat Laju Pendinginan Berubah [6]

Dengan menggunakan metode komputasi, pada tahun 2003 Ma, et.al kembali mencoba melihat pengaruh pemberian listrik, yang kali ini berupa medan listrik bolak-balik (AC), terhadap pembentukan struktur mikro selama penumbuhan fasa eutectic BiMn/Bi. Mereka mendapatkan bahwa pembentukan struktur mikro dapat diatur dengan memberikan medan listrik luar selama penumbuhan terjadi. Namun

demikian, pemberian medan listrik bolak balik (AC) memberikan perubahan struktur mikro yang lebih halus dibandingkan dengan struktur mikro yang didapatkan dengan pemberian medan listrik arus searah (DC). Lebih jauh lagi, mereka mengetahui bahwa morfologi struktur mikro yang berbeda-beda didapatkan dengan memvariasikan kuat arus, frekuensi osilasi, serta orientasi/arah pemberian medan listrik tersebut. Hal ini mereka lakukan untuk mendapatkan nilai amplitude dan frekuensi arus AC yang sesuai sehingga perubahan laju pendinginan yang acak akibat pengaruh konveksi dapat dihilangkan dan digantikan dengan perubahan laju pendinginan yang diatur dengan pemberian medan listrik. Sebagai contoh, mereka mengungkapkan bahwa frekuensi arus AC dapat diatur cukup cepat untuk menghindari pembentukan matriks baru atau menghilangkan matriks BiMn/Bi yang lama[8].

Berbeda dengan penelitian sebelumnya, pada tahun 2006 Li et.al mencoba mengamati efek medan magnet tinggi pada transformasi fasa MnBi/Mn_{1,08}Bi dalam paduan sistem Mn-Bi. Mereka lebih memfokuskan penelitian pada pengaruh medan magnet luar terhadap suhu saat terjadinya transformasi fasa **MnBi** → **Mn_{1,08}Bi + L** dan sebaliknya. Mereka mendapatkan bahwa pada saat terjadinya transformasi fasa, gaya magnetik yang terukur berubah drastis dalam medan magnet yang berubah. Karena itu mereka menduga bahwa suhu saat terjadinya transformasi fasa dapat diketahui dengan mengukur suhu saat gaya magnetik terukur berubah secara drastis. Saat dikonfirmasi dengan foto micrograph optic dan micro area XRD, mereka mengetahui bahwa struktur mikro fasa primer memang mengalami perubahan saat gaya magnetik terukur berubah secara drastis. Dengan demikian mereka menyimpulkan bahwa metode ini dapat digunakan untuk penentuan suhu saat terjadinya transformasi fasa, dengan melihat perubahan gaya magnet selama pemanasan dan pendinginan[11].

Lebih jauh lagi, hal tersebut dibahas oleh Ren et. Al pada tahun 2006. Mereka mengatakan bahwa pemberian medan magnet tinggi pada transformasi peritektik membuat sifat kemagnetan BiMn berubah menjadi *soft magnet*. Selain itu, mereka juga mendapatkan bahwa pemberian medan magnet tinggi selama transformasi

fasa yang melibatkan fasa feromagnetik akan menyebabkan stress pada butiran akibat gaya magnetik. Hal ini menyebabkan butiran BiMn yang berbentuk serpihan akan mengalami pembelahan dan pemisahan menjadi blok kecil butiran fasa BiMn. Selain itu, mereka juga mempertegas pernyataan yang telah disampaikan Li et. Al sebelumnya bahwa suhu transformasi fasa kemungkinan dapat diukur dengan mengetahui gaya magnet pada medan magnet yang berubah[10].

Studi pengaruh medan magnet tinggi pada struktur mikro suatu material kembali dilakukan oleh Li et.al pada tahun 2007. Dengan menggunakan beberapa komposisi material, mereka mencoba melihat pengaruh medan magnet tinggi pada penumbuhan lengan dendrit utama serta lengan dendrit dengan orde yang lebih tinggi. Selain itu, mereka juga mengamati adanya transisi butiran Columnar to Equiaxed Transition (CET) pada pemberian medan magnet tinggi. Mereka kemudian mendapatkan bahwa kemampuan mengarahkan penumbuhan lengan dendrit utama terfokus pada bagaimana kita dapat mengarahkan dendrit, yang disebabkan oleh medan magnet, sehingga menimbulkan anisotropi kristalin. Dalam hal ini, apabila medan magnet mengenai material yang sumbu utama magnetiknya berbeda dengan orientasi penumbuhannya, pembentukan CET akan berjalan lebih lambat. Bila intensitas medan magnet dinaikkan, CET akan dapat muncul, meski kecepatan penumbuhannya menurun. Hal tersebut terjadi karena adanya peningkatan pembentukan butiran equiaxed pada antar muka dalam pengaruh medan magnet. Akhirnya, untuk kasus MnBi, mereka menyimpulkan bahwa medan magnet tinggi akan meningkatkan penumbuhan lengan dendrit utama sepanjang arah solidifikasi[12].

2.6 Mechanical Alloying

Salah satu proses sintesis yang tidak melibatkan suhu tinggi adalah proses *Mechanical Alloying*. Proses *Mechanical Alloying* adalah proses sintesis bubuk dalam keadaan padat dimana partikel bubuk mengalami energi tumbukan yang sangat tinggi dari bola-bola dalam sebuah wadah proses[55-59] sehingga terjadi penghalusan ukuran kristal. Penghalusan ukuran kristal dengan metode ini terjadi

karena penghancuran yang terjadi berulang-ulang dan cold welding dari partikel bubuk[60-61]. Terminologi *Mechanical Alloying* merupakan terminologi yang umumnya mengacu pada pemrosesan material dalam sistem Ball Mill berenergi tinggi (*High Energy Ball Mill*). Namun demikian, bila kita mengacu pada keadaan campuran bubuk mula-mula dan langkah-langkah pemrosesan yang terlibat, suatu proses dikatakan *Mechanical Alloying* bila dua atau lebih bubuk murni dimilling bersama-sama untuk menghasilkan larutan padat, intermetalik, ataupun fasa amorf dan proses tersebut melibatkan transfer material untuk mendapatkan paduan yang homogen [62].



BAB 3

HIPOTESIS & METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Hipotesis Penelitian

Perubahan struktur mikro yang terjadi selama proses solidifikasi, seperti telah disebutkan di atas, terjadi karena adanya gaya luar (berupa gaya listrik dan gaya magnetik) yang mempengaruhi ukuran butiran, bentuk butiran, sifat secara umum, serta orientasi penumbuhan. Perubahan tersebut terjadi karena gaya luar yang diberikan menyebabkan tersimpannya energi dalam yang merupakan penyebab terjadinya transformasi. Mekanisme perubahan struktur mikro pada fasa padat yang melibatkan gaya mekanik kemungkinan juga memiliki karakteristik perubahan yang sama dengan proses solidifikasi. Pada proses solid state, adanya deformasi plastic akibat pemberian beban mekanik akan menyebabkan terjadinya peningkatan kerapatan defek dan meningkatnya energi yang tersimpan. Namun demikian, hanya sekitar 5 % dari energi yang disebabkan deformasi yang tersimpan dalam material, sisanya dilepaskan dalam bentuk panas[30]. Energi dalam inilah yang akan menjadi titik awal transformasi fasa. Hal ini dikarenakan energi dalam tersebut akan memberikan tekanan yang mendorong batas butir untuk bergerak sehingga butiran yang tidak memiliki dislokasi akan tumbuh. Proses ini dinamakan dengan rekristalisasi.

Pada proses *mechanical alloying*, mekanisme deformasi plastic juga akan terjadi. Proses deformasi plastic yang terjadi menyebabkan penghalusan ukuran butiran dan amorfisasi struktur yang menghasilkan fasa-fasa metastabil untuk kemudian akan diikuti oleh proses rekristalisasi dan pembentukan fasa-fasa yang lebih stabil. Dari penghalusan ukuran butiran tersebut, akan didapat ukuran kristal yang lebih kecil sehingga bila diorientasikan akan menghasilkan sifat kemagnetan yang lebih baik. Selain itu, proses *mechanical alloying* juga memicu terjadinya proses *cold welding* dan *fracturing* yang terjadi bergantian selama proses MA sebagai akibat adanya tumbukan bola. Kedua proses tersebut akan mengakibatkan terjadinya *mechanical bonding* yang memulai terjadinya reaksi kimia di antara unsur-unsur yang terlibat dalam proses MA.

3.2 Metodologi Penelitian

3.2.1 Tahapan Penelitian Dan Pengujian

Penelitian diawali dengan studi literatur dan penyiapan alat serta bahan. Studi literatur dilakukan untuk mengkaji perkembangan penelitian yang berkaitan dengan paduan MnBi serta paduan sistem Bi-Mn yang lain dan evaluasi struktur mikro yang dilakukan. Studi literatur juga difokuskan untuk mempelajari mekanisme penumbuhan dan pembentukan struktur kristal dalam proses produksi yang lain. Sementara penyiapan alat dan bahan dilakukan dengan mempersiapkan alat-alat proses, alat karakterisasi, alat pendukung, serta bahan-bahan eksperimen yang dibutuhkan.

Tahapan penelitian dilanjutkan dengan menghancurkan/menghaluskan bismuth *drop* hingga berbentuk bubuk dengan menggunakan Disk Mill. Penghancuran/penghalusan bismuth *drop* tidak ditujukan untuk mencapai suatu ukuran partikel tertentu, melainkan hanya agar diperoleh bubuk bismuth sehingga dapat diproses bersama bubuk mangan dengan menggunakan ball mill. Bubuk bismuth dan mangan tersebut dicampur dengan komposisi Bi-50%atMn dengan mengacu pada diagram fasa sistem Bi-Mn dengan harapan dapat diperoleh fasa stabil akhir MnBi pada proses milling dan Bi-20%atMn. Proses MA dilakukan dengan dua tahap. Pada tahap pertama digunakan High Energy Mill (HEM) E3D, PBM 4A suhu normal, dan PBM 4A suhu rendah. Proses MA tahap pertama dilakukan untuk melihat efektivitas dari setiap variasi proses.

Sampel hasil milling kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk pada waktu-waktu milling tertentu sehingga dapat diketahui proses perubahan fasa yang terjadi untuk setiap waktu milling. Sampel juga dikarakterisasi dengan SEM untuk mengetahui struktur mikro yang terbentuk pada waktu milling tertentu sehingga dapat dikaitkan dengan fasa-fasa yang terbentuk. Analisis SEM tersebut dilengkapi dengan analisis EDX untuk mengetahui komposisi butiran fasa yang ditunjuk pada foto SEM. Selain itu, digunakan pula analisis DSC untuk mengetahui apakah ada perubahan fasa yang terjadi pada sampel.

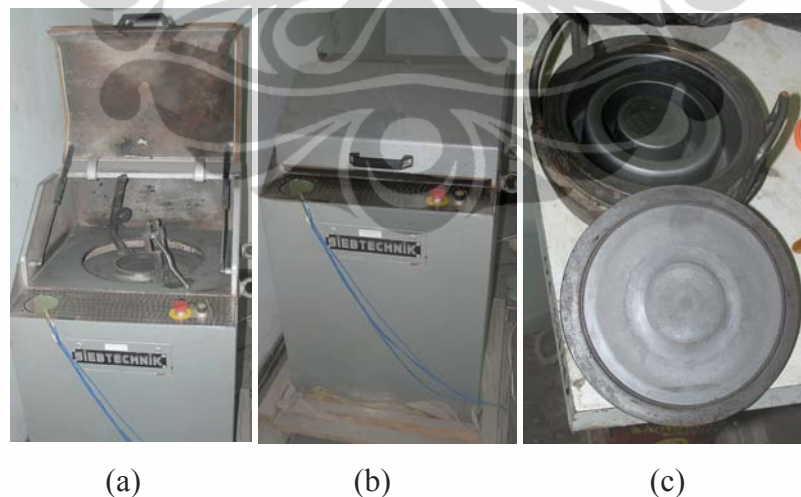
Selain dikarakterisasi, sampel hasil milling juga dibentuk menjadi sampel kompak untuk kemudian disinter agar terjadi reaksi sehingga muncul fasa atau senyawa baru. Untuk mengetahui fasa yang terbentuk setelah sintering, maka dilakukan lagi analisis XRD pada sampel yang telah disinter untuk kemudian dibandingkan dengan data XRD sampel sebelum disinter. Selain itu, dilakukan pula karakterisasi sifat magnet dari sampel yang telah disinter karena berkaitan dengan sifat yang banyak disebutkan dalam literatur. Hasil karakterisasi magnetik ini akan dibandingkan dengan data yang disebutkan dalam literatur.

3.2.2 Alat & Bahan

A. Alat-proses yang digunakan adalah:

1. Disk Mill/Blast Mill (posisi di P2 Fisika LIPI Serpong)

Dalam penelitian ini digunakan disk mill/blast mill keluaran dari Siebtechnik GmbH Platanenallee 46 45478 Mülheim an der Ruhr buatan Jerman. Disk mill ini digunakan untuk menghaluskan partikel Bi berbentuk jarum dengan ukuran dalam orde milimeter menjadi bubuk halus dalam orde μm yang siap untuk diproses dengan mesin penggiling *ball mill*.



Gambar 3.1. Perangkat Mesin Diskmill, A&B. Mesin Penggetar Diskmill, C. Chamber Diskmill

2. High Energy Mill E3D (posisi P2 Fisika LIPI)

High Energy Mill E3D merupakan perangkat ball mill dengan pola gerakan yang menggabungkan gerakan kocok elips dan gerakan rotasi. Dalam sistem ini terdapat poros utama dengan tipe as *eccentric* yang terhubung dengan motor penggerak melalui *conveyor belt* besar dan pada bagian tengahnya terhubung dengan rangka penggerak vial. Tipe as *eccentric* pada poros utama ini akan menghasilkan gerakan elips secara horisontal. Pada salah satu ujung rangka penggerak vial terdapat gear yang terhubung oleh *conveyor belt* kecil dengan gear pada poros utama. Dengan demikian setiap putaran as *eccentric*, akan diteruskan menjadi gerakan memutar vial dengan arah putaran berlawanan arah putaran as *eccentric*.



Gambar 3.2 High Energy Milling Dengan Gerak Elips 3 Dimensi

Konfigurasi proses yang digunakan pada penelitian ini untuk High Energy Milling E3D adalah:

- Putaran
Kecepatan putaran motor = kecepatan gerak kocok = 300 rpm,
kecepatan putaran gear vial = 2 x kecepatan gerak kocok = 600 rpm.
Tipe putaran *discontinue*/hidup-mati, hidup : 5 menit, mati : 1 menit.
- Vial
Volume max : 100 ml / jar. Jenis material vial: baja SC 90.
- Bola-bola milling
Material bola milling : Baja karbon. Diameter bola besar 10 mm dan bola kecil 5 mm. Perbandingan massa bola dan bahan (BPR) = 10 : 1.

3. Alat Kompaksi

Alat kompaksi ini digunakan untuk membuat pellet pra sinter dari campuran bubuk Bi dan Mn yang telah di MA. Pembuatan pellet pra sinter dilakukan dengan menggunakan cetakan/dies dari stainless steel dengan diameter batang pendorong 10 mm dan diameter lubang masukan 10.5 mm. Campuran bubuk Bi dan Mn yang telah di MA ditekan dengan penahanan selama 5 menit pada tekanan 40 Kg/cm².



(a)

(b)

Gambar 3.3 Alat Kompaksi Yang Digunakan Dalam Penelitian

4. Tungku Pemanas

Tungku pemanas yang digunakan pada penelitian ini berada di P2 Fisika Serpong. Tungku pemanas digunakan untuk melakukan proses sintering pada pellet hasil MA. Tungku pemanas ini dapat diprogram untuk melakukan pemanasan hingga suhu 800°C dengan pilihan fungsi penahanan pemanasan untuk mempertahankan pemanasan pada suhu tertentu dengan waktu yang diinginkan. Pada penelitian ini digunakan variasi suhu pemanasan 215°C dan 265°C dengan waktu penahanan masing-masing selama 2 dan 10 jam. Sampel yang akan dipanaskan diletakkan pada *holder* yang terbuat dari bata tahan api seperti ditunjukkan pada Gambar 3.4. *Holder* dan sampel kemudian dibungkus menggunakan aluminium foil dan dimasukkan dalam tabung stainless steel berdiameter 5 cm. Salah satu ujung tabung ditutup secara permanen dan ujung yang lainnya ditutup dengan karet silikon yang telah dihubungkan dengan

selang silikon ke pompa vakum rotari. Pemanasan dilakukan dengan menggunakan suasana vakum yang dibantu oleh pompa rotari tersebut.



Gambar 3.4 *Holder* Tempat Menaruh Sampel Yang Akan Dibakar



Gambar 3.5 Tungku Pemanas

5. *Micro Cutter*

Micro cutter digunakan untuk memotong sampel dengan ukuran yang diinginkan tanpa merusak morfologi dan struktur mikronya. Hal ini dilakukan dengan mengatur putaran *blade* pemotong *micro cutter* pada kecepatan rendah dan menggunakan cairan pendingin (*coolant*) untuk mengurangi panas yang berlebihan akibat gesekan antara permukaan dan mata *blade* pemotong dengan sampel. Mesin *micro cutter* ini bermerk Buehler dan terdapat di Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong.



Gambar 3.6 *Micro Cutter*

6. *Hand Polisher*

Hand Polisher digunakan untuk menghaluskan permukaan sampel sehingga dapat dilakukan analisis morfologi dan struktur mikro (SEM) pada sampel. Mesin *Hand Polisher* ini bermerk Doctor-Lab dan berada di P2 Fisika LIPI Serpong.



Gambar 3.7 *Hand Polisher*

B. Alat karakterisasi yang digunakan adalah:

1. *X-Ray Fluorescence (XRF)*

X-Ray Fluorescence (XRF) digunakan untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat dalam sampel eksperimen. Dalam penelitian ini, XRF digunakan untuk memastikan kemurnian bubuk Bi dan Mn sebelum dilakukan proses MA. XRF yang digunakan terdapat di Program Pascasarjana Material Sains UI dengan tipe JSX-3211 dan kapasitas tegangan tube 30 kV.

2. X Ray Diffraction (XRD)

Alat XRD yang digunakan pada penelitian ini adalah alat XRD yang terdapat di Kagoshima University, Jepang dan Program Pascasarjana Material Sains, FMIPA UI. Spesifikasi dan pengaturan parameter alat XRD yang digunakan yaitu :

Tabel 3.1 Parameter XRD Di Kagoshima University (Digital Rigaku Geigerflex-XRD)

<i>X-ray</i>	Target : Cu- K α Wave length : 1.5406 Å Tube voltage : 30 kV Tube current : 15 mA
<i>Slit</i>	Divergence : 1° Scattering : 0.3° Receiving : 1° Filter : Ni
<i>Scanning</i>	Mode : continue scan Rate : 3 deg / min Step : 0.02 deg

Tabel 3.2 Parameter XRD Di Program Pascasarjana Material Sains UI

<i>X-ray</i>	Target : Co- K α Wave length : 1.78896 Å Tube voltage : 40 kV Tube current : 30 mA
<i>Slit</i>	Divergence : ¼° Receiving : 0.2° Filter : Ni Monochromator : No
<i>Scanning</i>	Mode : continuous Start angle : 20.010 End angle : 89.970 Step size : 0.020 Time per step : 0.500



Gambar 3.8 XRD Di Program Material Sains UI

3. *Scanning Electron Microscope (SEM) – Energy Dispersive X-ray (EDX)*

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi partikel hasil MA, permukaan dan struktur mikro sampel hasil sinter. Dalam penelitian ini digunakan ESEM (XL30CP-Phillips), FE-SEM (S-4100H Hitachi) dan EDX (XL30CP-Phillips) yang terdapat di Kagoshima University Jepang serta HR-SEM (JEOL JSM-6510LA) dan EDX yang terdapat di PTBIN BATAN Serpong.



Gambar 3.9 HR-SEM (JEOL JSM-6510LA) Dan EDX

4. *Differential Scanning Calorimeter (DSC)*

Analisis DSC dilakukan untuk mengetahui temperatur transisi dari sampel yang telah di MA. Selain itu, analisis DSC juga dilakukan untuk mengetahui keberadaan fasa baru yang terbentuk dengan mengidentifikasi munculnya temperatur transisi baru. Dalam penelitian ini digunakan DSC

yang terdapat di Program pascasarjana Material Sains UI dengan parameter proses sebagai berikut:

- *Molecular weight* : 263
- *Cell* : Aluminium seal
- *Atmosfer* : Argon
- *Flow Rate* : 25 mL/min



Gambar 3.10 DSC Yang Dipergunakan Untuk Melakukan Analisis Termal

C. Alat pendukung yang digunakan adalah:

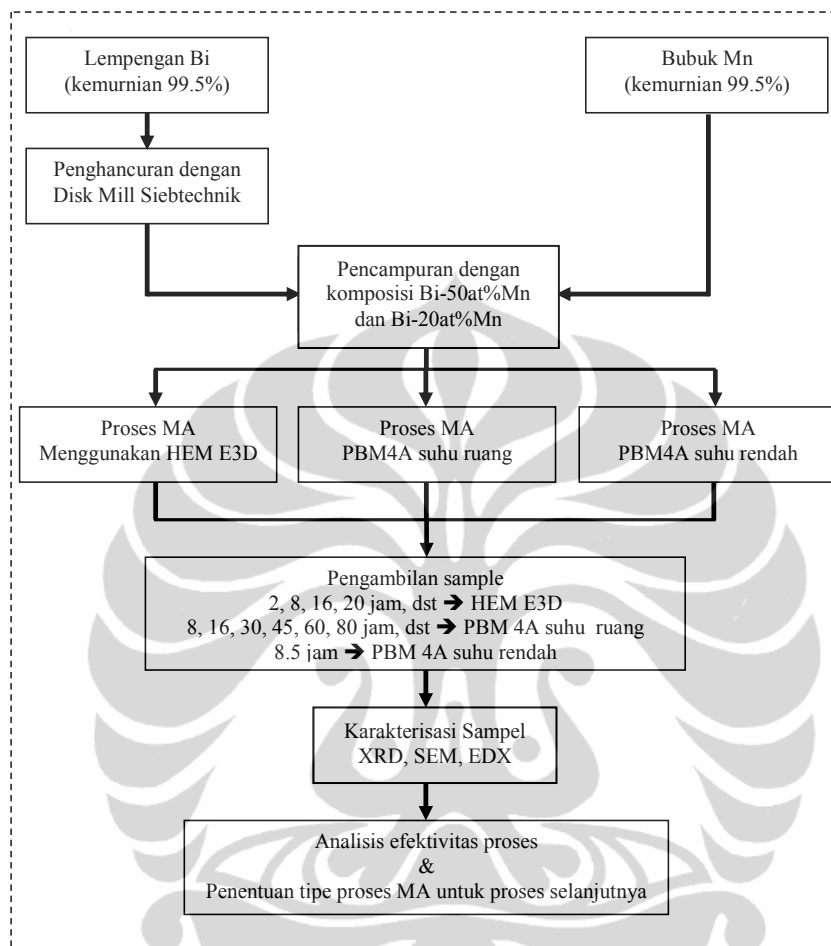
1. Spatula
2. Kertas sampel
3. Masker
4. Alat penimbang
5. Vial baja volume ± 100 ml
6. Bola baja karbon ukuran 10 mm dan 5 mm
7. Botol/plastik sampel

D. Bahan yang digunakan adalah:

1. Bismuth *drop* dengan kemurnian 90% produksi Merck co.
2. Bubuk Mangan dengan kemurnian 90% produksi Merck co.

3.2.3 Diagram Alir Penelitian

Tahap I

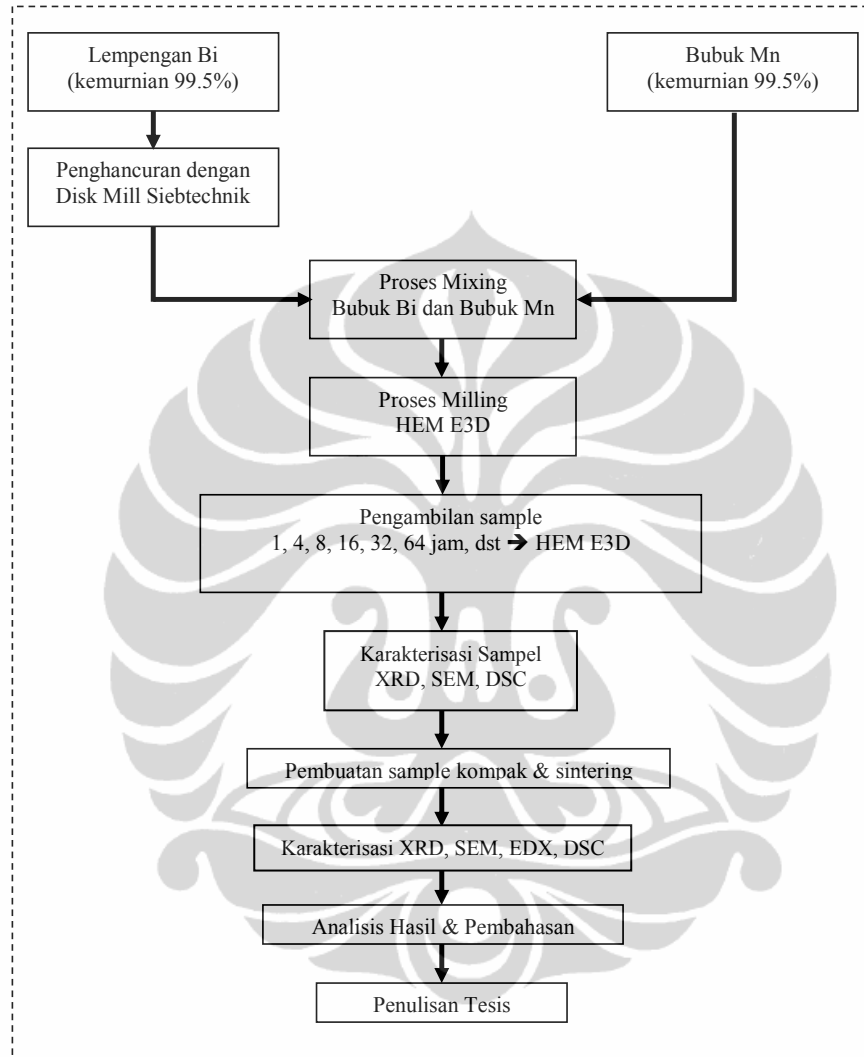


Gambar 3.11. Diagram Alir Penelitian Tahap I

Pada tahap I, penelitian difokuskan untuk melihat efektivitas proses penghalusan dari setiap tipe MA yang dilakukan. Efektivitas dilihat secara kualitatif dengan melihat perubahan kurva XRD dan struktur mikro (SEM) untuk setiap waktu proses MA yang berbeda pada setiap tipe proses MA. Pemilihan proses MA yang akan dikerjakan pada tahap II dilakukan dengan membandingkan secara kualitatif laju penurunan puncak Bi dan Mn untuk setiap proses pada waktu proses MA yang sama. Penurunan puncak Bi dan Mn diasumsikan sebagai berkurangnya partikel Bi dan Mn murni yang bereaksi membentuk embrio fasa baru. Dengan demikian, laju penurunan puncak Bi dan Mn yang tinggi diharapkan berkorelasi dengan laju penambahan embrio fasa baru yang akan berubah menjadi kristal fasa

baru setelah proses sintering. Selain itu, pemilihan proses MA juga didasarkan pada kemudahan proses dan hasil bubuk MA yang didapatkan.

Tahap II



Gambar 3.12 Diagram Alir Penelitian Tahap II

Tahap II penelitian merupakan tahap utama yang bertujuan menghasilkan fasa MnBi dari proses MA yang diikuti oleh proses sintering.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Komposisi Awal Bubuk Sebelum Proses

Untuk memastikan kemurnian bubuk yang digunakan dalam proses, terlebih dahulu dilakukan analisis XRF untuk mengetahui kandungan dari serpihan Bi yang telah dihaluskan menjadi bubuk dan bubuk Mn. Tabel 4.1 dan 4.2 menunjukkan komposisi dari bubuk Bi dan bubuk Mn yang digunakan dalam proses MA.

Tabel 4.1 Komposisi Bubuk Bi Sebelum Proses

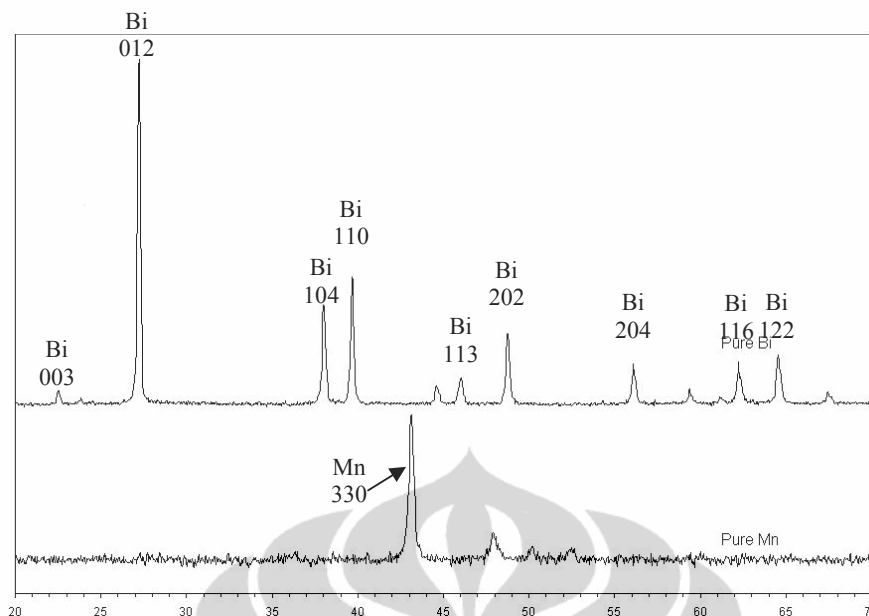
No.Atom	Unsur	Wt (%)	At/mole (%)
25	Mn	0.2607	0.9843
78	Pt	0.3384	0.3598
83	Bi	99.4009	98.6559

Tabel 4.2 Komposisi Bubuk Mn Sebelum Proses

No.Atom	Unsur	Wt (%)	At/mole (%)
16	S	0.0441	0.0756
22	Ti	0.0671	0.0770
25	Mn	99.8887	99.8475

Dari dua tabel tersebut diketahui bahwa bubuk Bi dan Mn yang digunakan memiliki kemurnian yang baik (>98%).

Analisis selanjutnya yang dilakukan adalah analisis XRD bubuk Bi dan Mn sebelum diproses. Kurva XRD bubuk Bi dan Mn yang belum diproses ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kurva XRD Bubuk Bi Dan Mn Murni

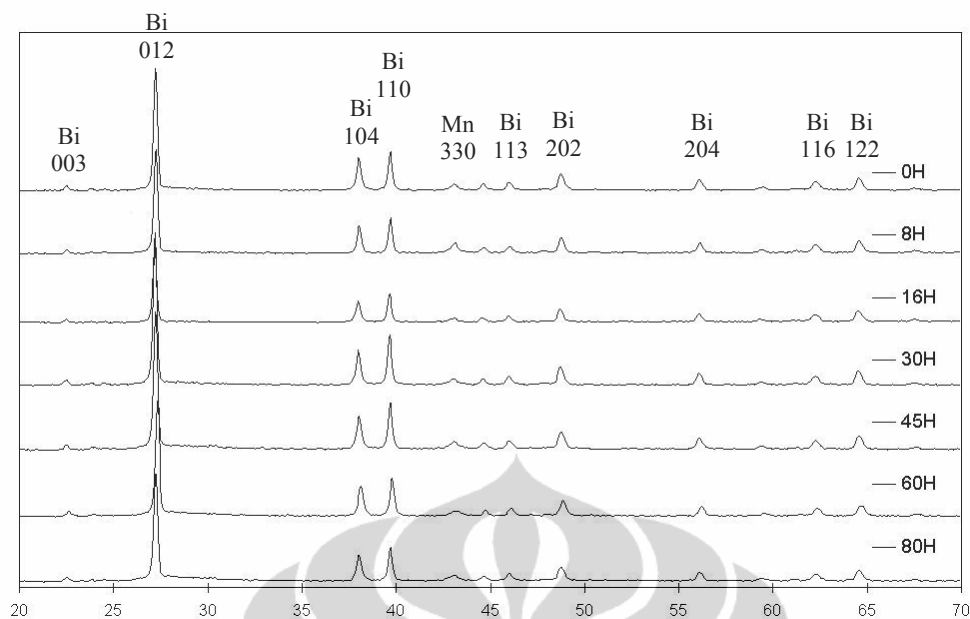
4.2 Eksperimen Tahap I

Eksperimen tahap I dimaksudkan untuk melihat efektivitas 3 jenis proses MA yang berbeda dan memilih proses MA mana yang akan dilakukan pada eksperimen tahap II untuk menghasilkan fasa paduan MnBi

4.2.1 *Mechanical Alloying* Menggunakan PBM 4A Pada Temperatur Ruang

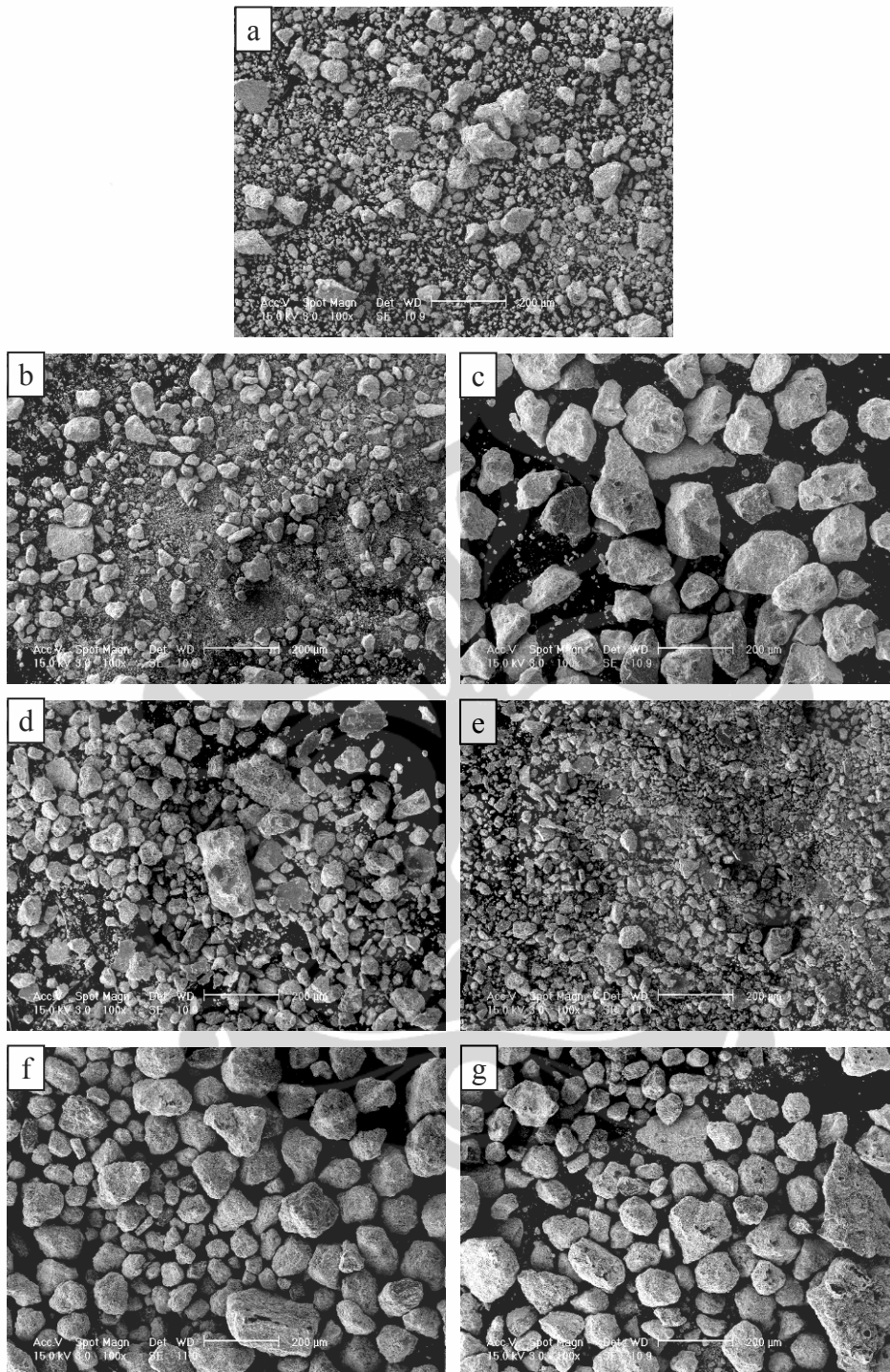
Pada proses *Mechanical Alloying* menggunakan PBM 4A, tidak terlihat adanya penurunan puncak Bi dan Mn yang signifikan. Perbandingan pola XRD untuk setiap sampel Bi-50at%Mn yang diMA pada waktu yang berbeda-beda ditunjukkan pada Gambar 4.2.

Dari Gambar 4.2 di atas, terlihat bahwa tidak terdapat adanya penurunan puncak yang cukup signifikan, meski setelah proses MA selama 80 jam. Selain itu tidak terlihat pula adanya pemunculan fasa baru. Namun demikian, hal ini bukan berarti tidak ada penurunan intensitas puncak di sana. Secara sekilas terlihat bahwa ada tren penurunan puncak mulai waktu 0 jam sampai waktu 16 jam. Tren penurunan kembali berulang mulai waktu proses 30 jam sampai 80 jam.



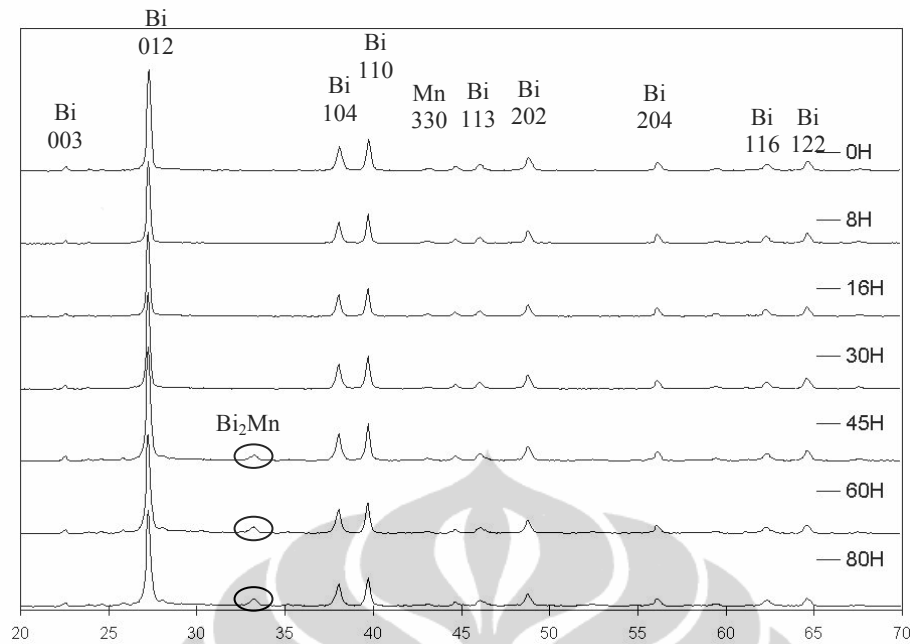
Gambar 4.2 Perbandingan Pola XRD Sampel Bi-50at%Mn MA Dengan PBM 4A

Tren perubahan struktur mikro untuk setiap sampel Bi-50at%Mn yang diMA pada waktu yang berbeda-beda ditunjukkan pada Gambar 4.3 a-g, berturut-turut untuk waktu MA 0, 8, 16, 30, 45, 60, dan 80 jam. Dari perbandingan struktur mikro tersebut terlihat bahwa memang proses *cold welding* dan *fracturing* berlangsung secara bergantian sepanjang proses MA. Proses *cold welding* terlihat mendominasi pada waktu MA 16 dan 60 jam, sementara proses *fracturing* terlihat menonjol pada waktu MA 45 jam. Struktur mikro akhir yang teramati pada waktu MA 80 jam menunjukkan morfologi partikel dengan bentuk membulat yang tampak tidak jauh berbeda dengan morfologi partikel pada waktu MA 60 jam. Hal ini menunjukkan bahwa energi yang diberikan oleh sistem PBM 4A tidak lagi cukup untuk memecah partikel dan proses MA telah mencapai kesetimbangan. Namun demikian, hasil ini masih harus diklarifikasi dengan melakukan MA dengan waktu yang lebih lama.



Gambar 4.3 Tren Perubahan Struktur Mikro Bi-50at%Mn, MA Dengan PBM 4A

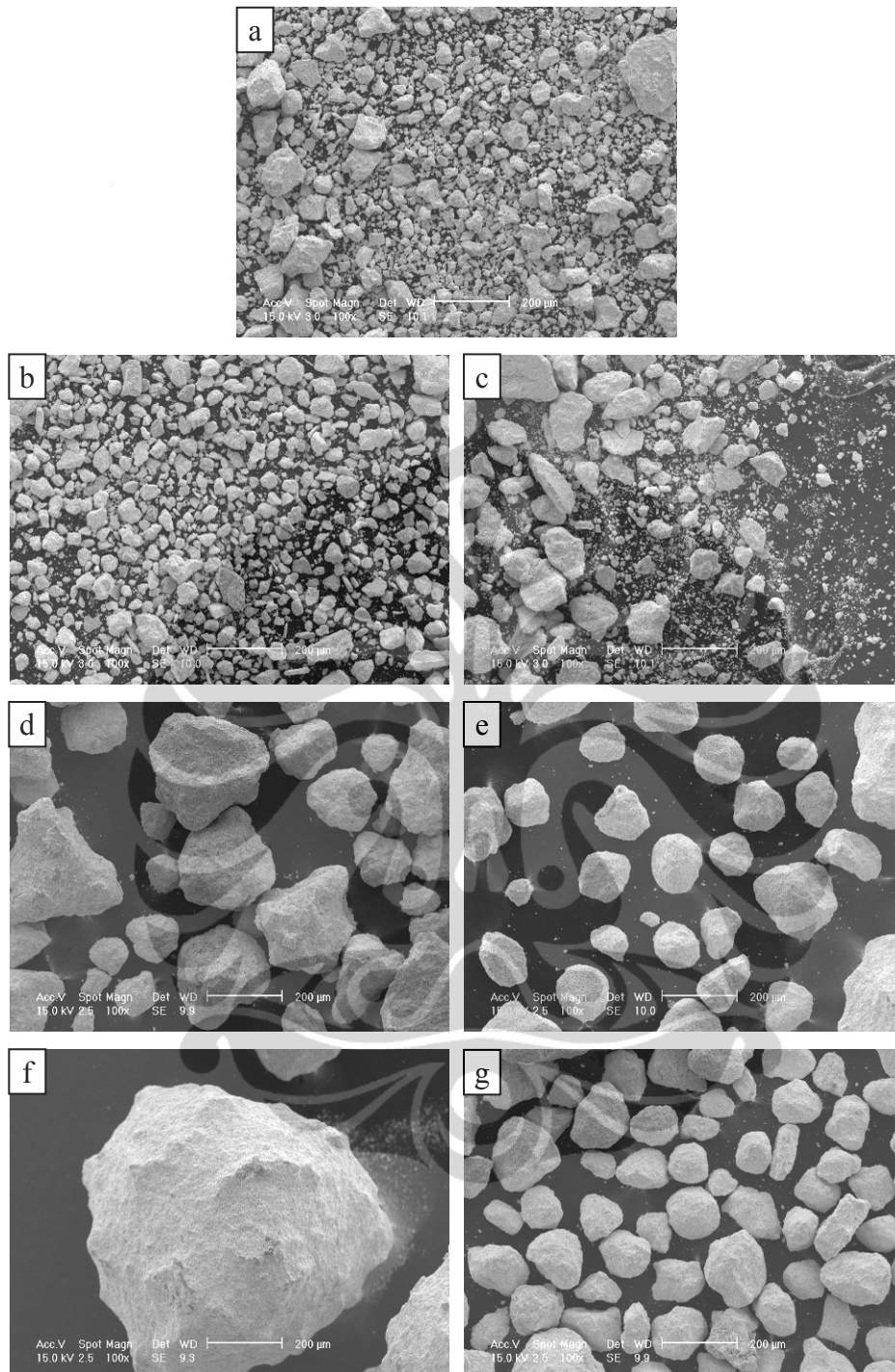
Perbandingan pola XRD sampel Bi-20at%Mn untuk waktu MA yang berbeda-beda ditunjukkan pada Gambar 4.4. Tidak jauh berbeda dengan pola XRD sampel Bi-50at%Mn, pada sampel ini juga tidak terlihat adanya perubahan pola XRD yang signifikan.



Gambar 4.4 Perbandingan Pola XRD Sampel Bi-20at%Mn, MA Dengan PBM 4A

Meskipun tidak terlihat adanya perubahan yang signifikan pada pola XRD sampel Bi-20at%Mn untuk waktu MA yang berbeda, namun terlihat adanya kemunculan satu puncak, meskipun dengan sinyal yang kecil, pada sudut sekitar 33.23°.

Tren perubahan struktur mikro sampel Bi-20at%Mn untuk setiap waktu MA ditunjukkan pada Gambar 4.5 a-g, berturut-turut untuk waktu MA 0, 8, 16, 30, 45, 60, dan 80 jam. Sedikit berbeda dengan sampel Bi-50at%Mn, proses MA pada sampel Bi-20at%Mn belum mencapai kesetimbangan dengan terjadinya kembali proses *cold welding* pada waktu MA 60 jam. Semula terlihat bahwa proses *cold welding* akan mencapai puncaknya pada waktu MA 30 jam dan proses telah mencapai kesetimbangan. Namun ternyata setelah 60 jam terjadi kembali proses *cold welding* dengan intensitas yang jauh lebih besar. Proses *cold welding* ini menghasilkan ukuran partikel yang cukup besar, sekitar 600 μm . Setelah waktu MA 80 jam, proses *fracturing* terjadi dengan partikel akhir sebagian besarnya berbentuk bulatan. Meskipun masih harus diklarifikasi dengan waktu MA yang lebih lama, namun hampir dipastikan proses MA hampir mencapai kesetimbangan karena pecahan partikel dari proses *fracturing* tidak lagi memiliki bentuk yang tidak beraturan.

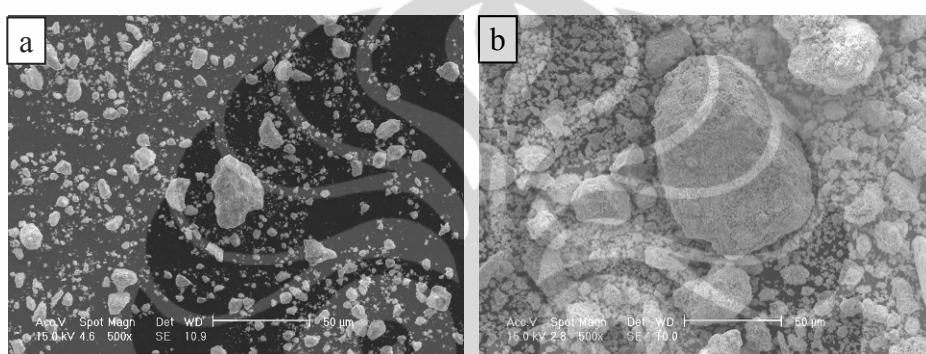


Gambar 4.5 Tren Perubahan Struktur Mikro Bi-20at%Mn, MA Dengan PBM 4A

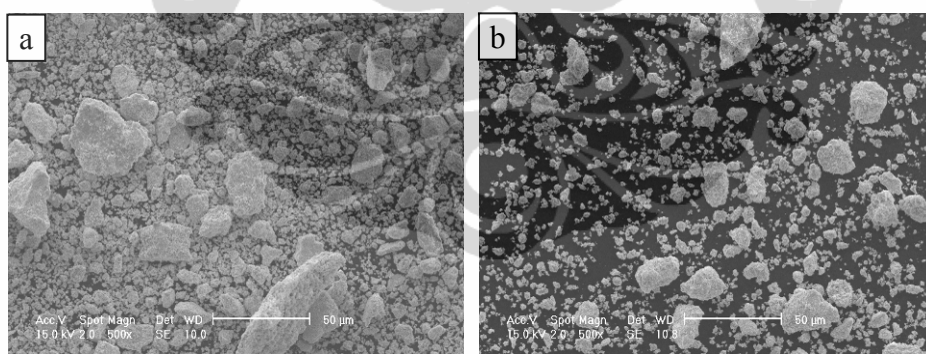
4.2.2 *Mechanical Alloying* Menggunakan PBM 4A Pada Suhu Rendah

Struktur mikro sampel Bi-20at%Mn dan Bi-50at%Mn yang telah di MA pada suhu 0°C selama 8.5 jam ditunjukkan pada Gambar 4.6 dan 4.7. Pada suhu ruang, waktu MA 8 jam menghasilkan struktur mikro berbentuk gumpalan partikel yang mengalami tahap awal *cold welding*. Sementara pada suhu rendah, waktu MA 8.5

jam menghasilkan struktur mikro berupa hancuran partikel. Hal ini terlihat jelas bahwa untuk proses MA pada suhu ruang, partikel yang terbentuk memiliki bentuk geometri yang cukup jelas dan tidak terlihat adanya serpihan hasil penghancuran partikel. Kondisi ini berbeda dengan MA pada suhu rendah yang menghasilkan struktur mikro berbentuk serpihan/hancuran partikel serta gumpalan partikel yang terlihat memiliki geometri yang tidak kokoh. Hal ini disebabkan menurunnya duktilitas partikel Bi dan Mn akibat rendahnya suhu ruang saat proses MA.



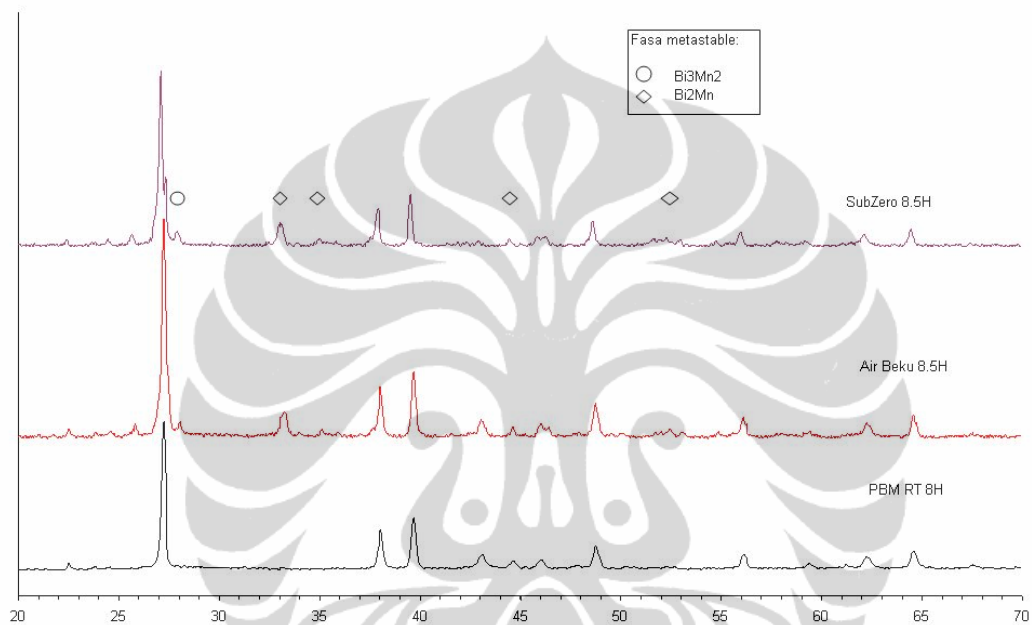
Gambar 4.6 Struktur Mikro Sampel (A) Bi-20at%Mn (B) Bi-50at%Mn Hasil MA Pada Suhu 0°C Selama 8.5 Jam



Gambar 4.7 Struktur Mikro Sampel (A) Bi-20at%Mn (B) Bi-50at%Mn Hasil MA Pada Suhu - 30°C Selama 8.5 Jam

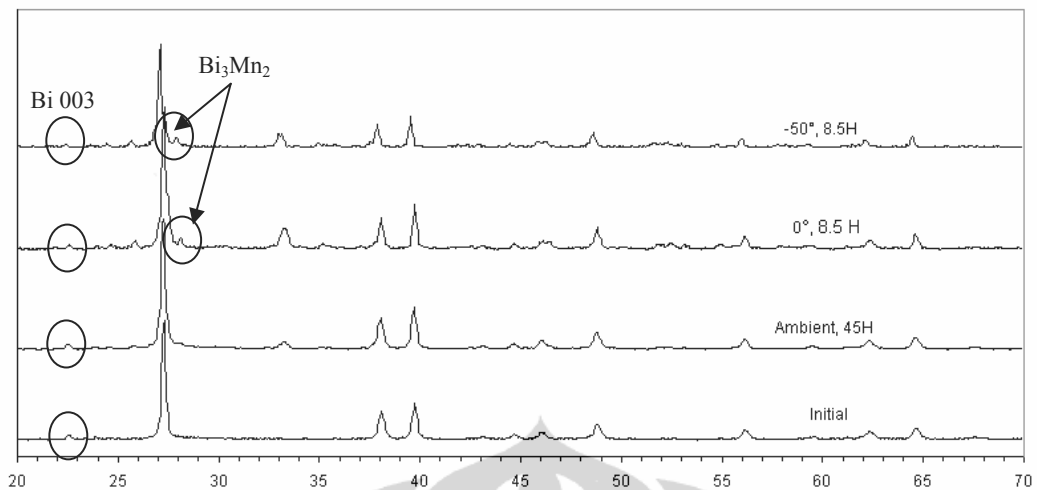
Perbandingan kurva XRD untuk ketiga kondisi MA ditunjukkan pada Gambar 4.8. Dari perbandingan ketiga kurva XRD tersebut diketahui bahwa waktu MA 8 jam tidak terlihat memberikan efek pada kurva XRD sampel yang di MA pada temperatur ruang. Penggunaan temperatur yang rendah terlihat memunculkan 2 fasa baru Bi_3Mn_2 dan Bi_2Mn yang metastabil dan memiliki puncak cukup signifikan dibandingkan dengan puncak-puncak asli Bi dan Mn. Dapat

disimpulkan bahwa penggunaan temperatur rendah telah memicu munculnya fasa baru. Penggunaan temperatur rendah pada proses MA dilaporkan akan mempercepat pengecilan ukuran kristal sementara penggunaan temperatur tinggi akan mempercepat terjadinya proses difusi, transfer material dan terjadinya paduan[60]. Namun munculnya fasa baru yang terlihat dari kurva XRD MA pada temperatur rendah justru terlihat menunjukkan fenomena yang sebaliknya.



Gambar 4.8 Perbandingan Kurva XRD Untuk Tiga Kondisi Temperatur MA Yang Berbeda.

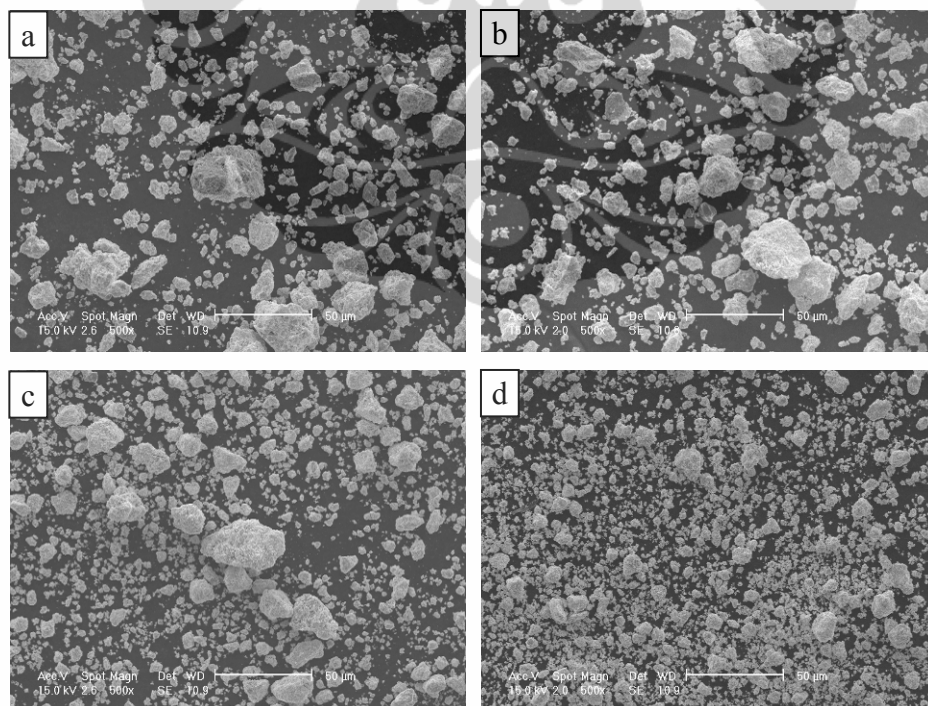
Perbandingan performa proses untuk tiga temperatur MA yang berbeda ditunjukkan pada Gambar 4.9. Terlihat bahwa untuk mendapatkan kurva XRD yang hampir sama dengan adanya pemunculan fasa baru, dibutuhkan waktu MA yang lebih lama (45 jam) untuk proses MA dengan temperatur ruang.



Gambar 4.9 Perbandingan Performa Proses Untuk Tiga Temperatur MA Yang Berbeda.

4.2.3 Mechanical Alloying Menggunakan HEM E3D Pada Suhu Ruang

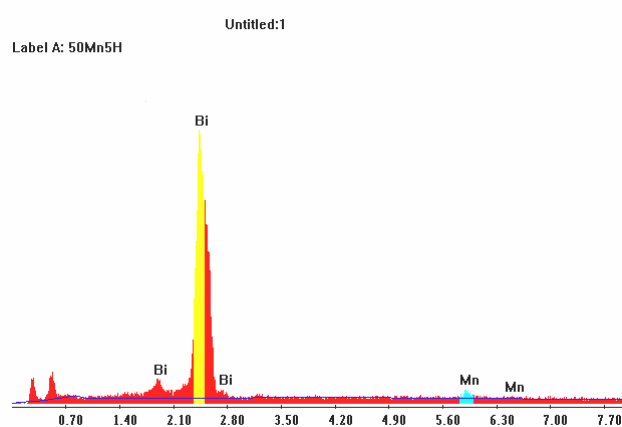
Perbandingan struktur mikro sampel Bi-50at%Mn yang di MA menggunakan HEM ditunjukkan Gambar 4.10. Secara berturut-turut Gambar 4.10 a-d menunjukkan variasi MA selama 2, 5, 8, dan 16 jam.



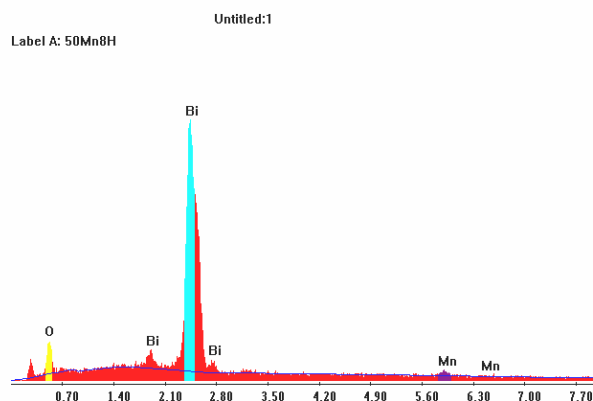
Gambar 4.10 Struktur Mikro Sampel Bi-50at%Mn Hasil MA Dengan HEM

Hasil EDX sampel Bi-50%atMn yang diMA selama 5 jam dan 8 jam ditunjukkan pada Gambar 4.11 dan 4.12. Hasil EDX 5 jam menunjukkan adanya elemen Bi dan Mn dalam sampel serta tidak adanya unsur lain yang masuk ke dalam sampel sebagai pengotor. Namun setelah MA selama 8 jam, terlihat adanya puncak unsur O yang menunjukkan telah terkontaminasinya sampel dengan masuknya oksigen dari luar sistem. Munculnya oksigen ini bukan berasal dari impuritas gas argon yang digunakan sebagai atmosfer proses karena intensitas puncaknya yang cukup signifikan, namun karena kurang sempurnanya penyekatan pada tutup vial.

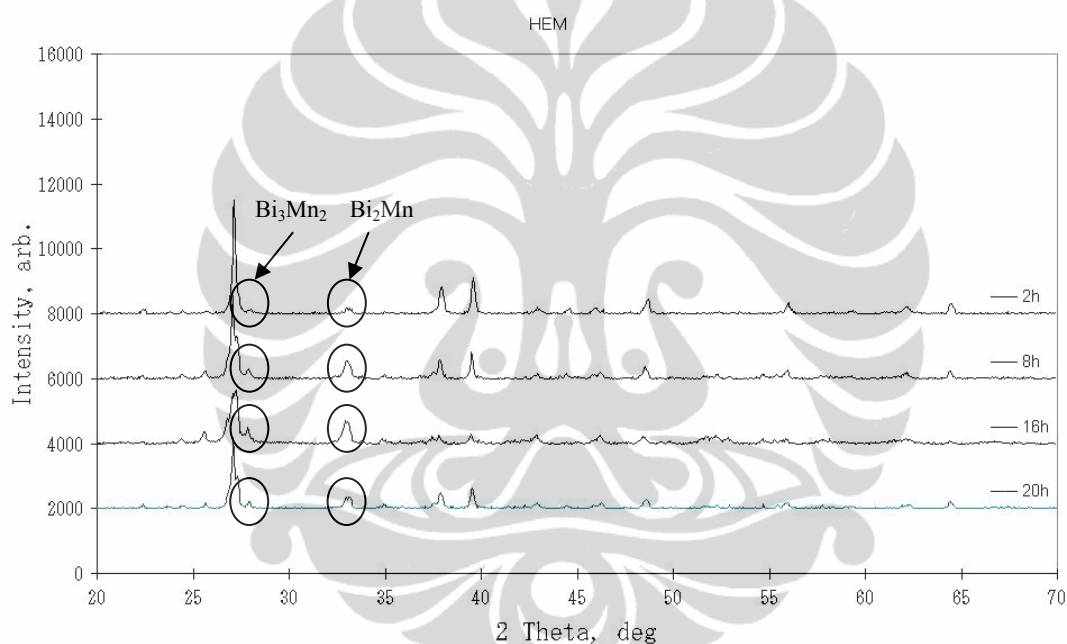
Perbandingan kurva XRD sampel Bi-50at%Mn yang di MA menggunakan HEM dalam waktu yang berbeda ditunjukkan pada Gambar 4.13. Bila dibandingkan dengan kurva XRD sampel yang di MA pada temperatur rendah, terlihat bahwa pola XRD yang dibentuk menunjukkan kemiripan. Yang menarik disini, terlihat bahwa hanya dalam waktu MA 2 jam telah terlihat adanya pembentukan fasa baru dengan jumlah fasa yang sama dengan fasa yang muncul pada MA menggunakan temperatur rendah. Meskipun intensitasnya masih cukup rendah, namun hal ini menunjukkan efektivitas proses MA dengan menggunakan HEM yang patut dibandingkan dengan MA menggunakan temperatur rendah. Selain itu, terlihat pula untuk waktu MA yang relatif sama (8 dan 8.5 jam), proses MA menggunakan HEM pada temperatur ruang menghasilkan efek yang relatif sama dengan efek MA pada temperatur rendah.



Gambar 4.11 Analisis EDX Sampel Bi-50at%Mn Hasil MA 5 Jam Menggunakan HEM



Gambar 4.12 Analisis EDX Sampel Bi-50at%Mn Hasil MA 8 Jam Menggunakan HEM



Gambar 4.13 Perbandingan Kurva XRD Sampel Bi-50at%Mn Hasil MA Menggunakan HEM Dalam Waktu Yang Berbeda

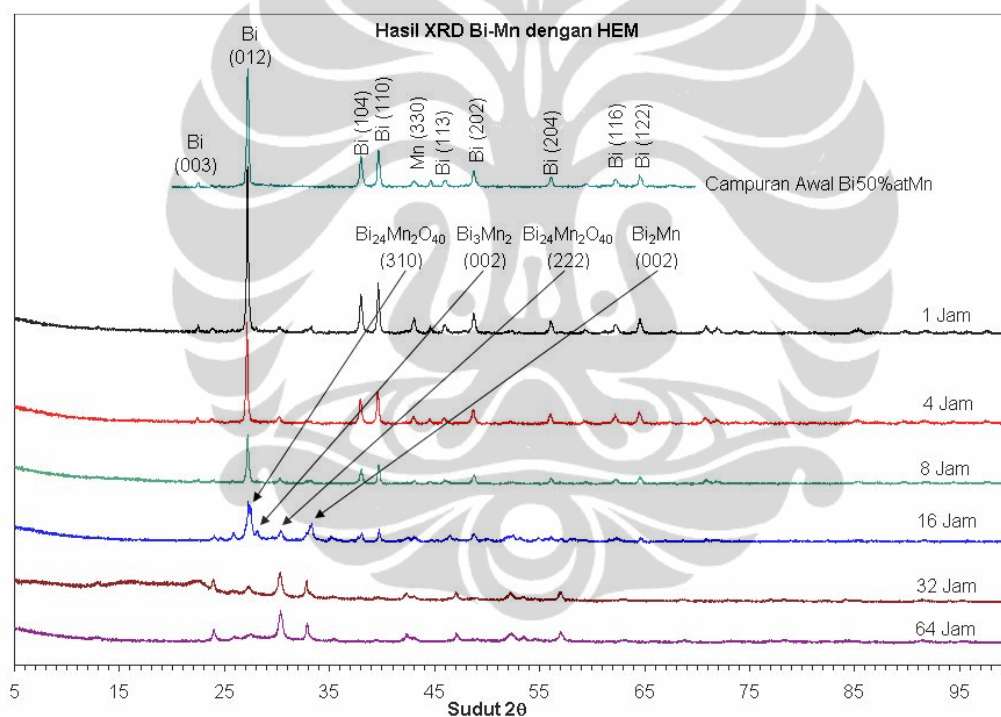
4.3 Eksperimen Tahap II

Dari perbandingan hasil-hasil yang didapat pada eksperimen I, dapat disimpulkan secara umum bahwa proses MA dengan menggunakan HEM memberikan hasil yang lebih baik dan lebih efektif dalam rentang waktu MA yang lebih singkat. Hal ini diduga terkait dengan pola gerakan sistem mekaniknya yang lebih kompleks sehingga menghasilkan lebih banyak gaya-gaya mekanik yang bekerja pada bubuk dan menghasilkan energi pengadukan, penghancuran, dan pembentukan paduan

yang lebih besar. Oleh karena itu, pada eksperimen tahap II hanya digunakan HEM untuk melakukan proses MA dan menghasilkan embrio fasa paduan MnBi.

4.3.1 Analisis XRD dan SEM Sampel Hasil MA

Perbandingan kurva XRD sampel Bi-50at%Mn yang di MA menggunakan HEM ditunjukkan pada Gambar 4.14. Pada Gambar tersebut terlihat adanya penurunan intensitas puncak yang menandakan berkurangnya bidang kristal pada arah tertentu akibat proses amorfisasi dan teracaknya penyusunan posisi atom. Penurunan intensitas puncak ini berlanjut hingga waktu MA 32 jam dengan hanya menyisakan puncak Bi pada bidang (003) dan (012).



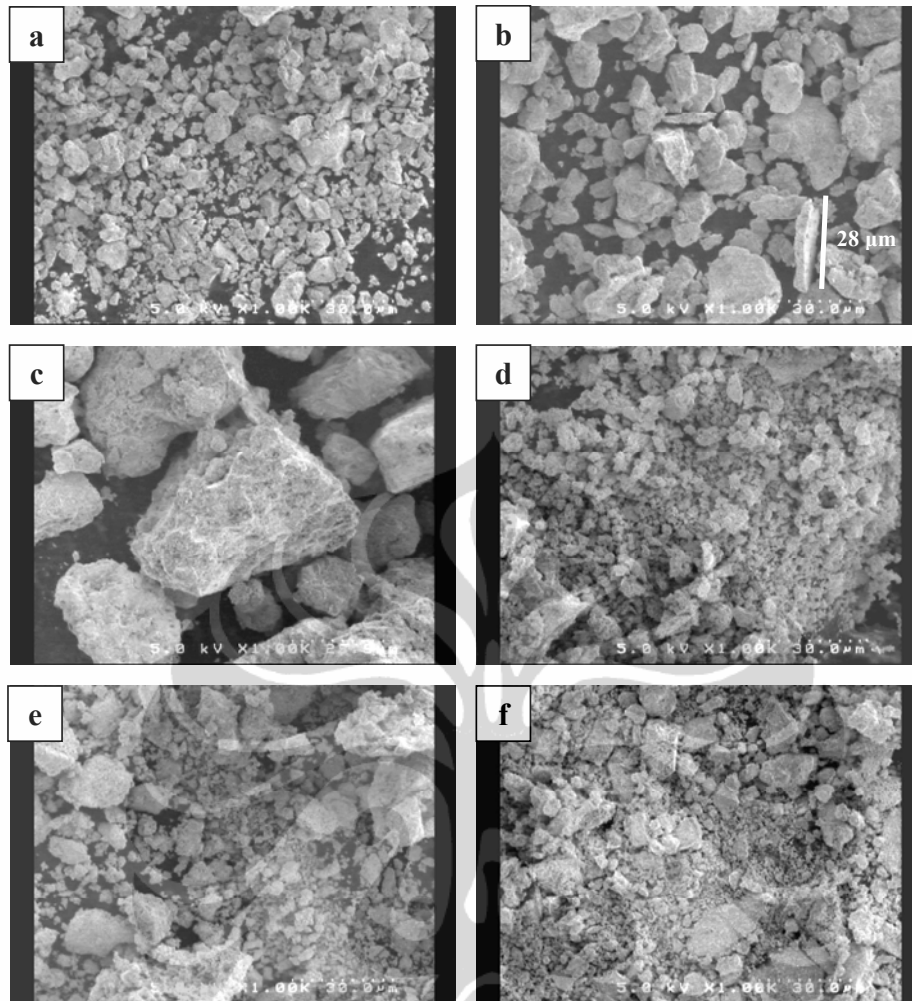
Gambar 4.14 Perbandingan Kurva XRD Sampel Bi-50at%Mn Hasil MA Menggunakan HEM

Penurunan intensitas puncak ini juga disertai dengan munculnya fasa baru setelah MA selama 16 jam yang terlihat dengan munculnya fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ (310) yang berdekatan dengan puncak Bi (012) dan Bi_3Mn_2 (002), serta menguatnya fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ (222), dan Bi_2Mn (002). Seiring dengan pemunculan fasa baru tersebut, hampir seluruh puncak Bi dan Mn terlihat makin menurun yang diikuti

pula dengan pelebaran puncak. Hal tersebut diduga terjadi karena reaksi lanjutan antara partikel-partikel bubuk termasuk dengan partikel oksigen mulai terjadi.

Setelah MA selama 32 jam, fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ (310) dan Bi_3Mn_2 (002) menghilang yang diikuti dengan penurunan dan pelebaran intensitas puncak utama Bi (012) secara signifikan serta menguatnya fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ (222) dan Bi_2Mn (002). Kondisi tersebut diduga terjadi karena kemunculan fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ (310) dan Bi_3Mn_2 (002) bukan merupakan reaksi untuk pembentukan fasa tersebut lebih lanjut, namun hanya memicu terjadinya penurunan intensitas puncak Bi (012). Di sisi lain, puncak Bi (104) dan Bi (110) juga hilang meskipun tidak diawali dengan pembentukan fasa antara seperti halnya yang terjadi pada Bi (012). Pada waktu MA 64 jam, tidak terlihat adanya perubahan berarti bila dibandingkan dengan waktu MA 32 jam, kecuali makin melebarnya puncak Bi (012). Lebih jauh, terlihat pula adanya sedikit kenaikan intensitas puncak $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ (222). Dengan melihat hasil tersebut, sementara ini diduga bahwa reaksi pembentukan fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ (222) mulai berhenti dan pembentukan fasa Bi_2Mn (002) telah berhenti.

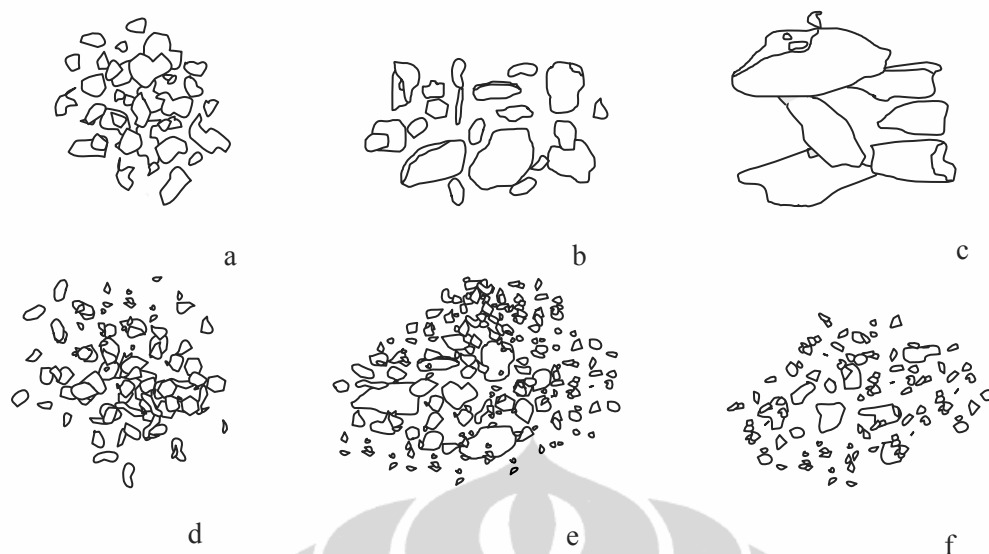
Evolusi struktur mikro Bi-50%atMn yang telah diMA ditunjukkan pada Gambar 4.15. Gambar 4.15 a-f secara berurutan menyatakan variasi waktu MA untuk 1, 4, 8, 16, 32, dan 64 jam. Pada waktu MA 1 jam, butiran-butiran bubuk terlihat mulai bercampur meskipun belum terlalu homogen dan masih didominasi partikel yang berdiri sendiri. Namun setelah waktu MA 4 jam, terlihat adanya perbedaan morfologi partikel hasil MA yang sebagian besar berubah bentuk menjadi lempengan-lempengan pipih dengan panjang maksimal $\sim 28 \mu\text{m}$ dan hanya sebagian kecil yang belum berubah bentuk. Hal ini terjadi karena adanya deformasi plastis yang terjadi karena tumbukan bola-bola MA dan mengawali proses yang terjadi pada MA tersebut. Dari perbedaan ukuran morfologi yang ditampilkan bila dibandingkan dengan hasil MA 1 jam, terbukti bahwa hampir seluruh butiran partikel tidak lagi berdiri sendiri, sehingga proses yang terjadi pada waktu 4 jam adalah deformasi plastis akibat tumbukan bola dan mulai terjadinya penggabungan partikel butiran.



Gambar 4.15 Evolusi Struktur Mikro Bi-50%at Mn Hasil MA Menggunakan HEM E3D

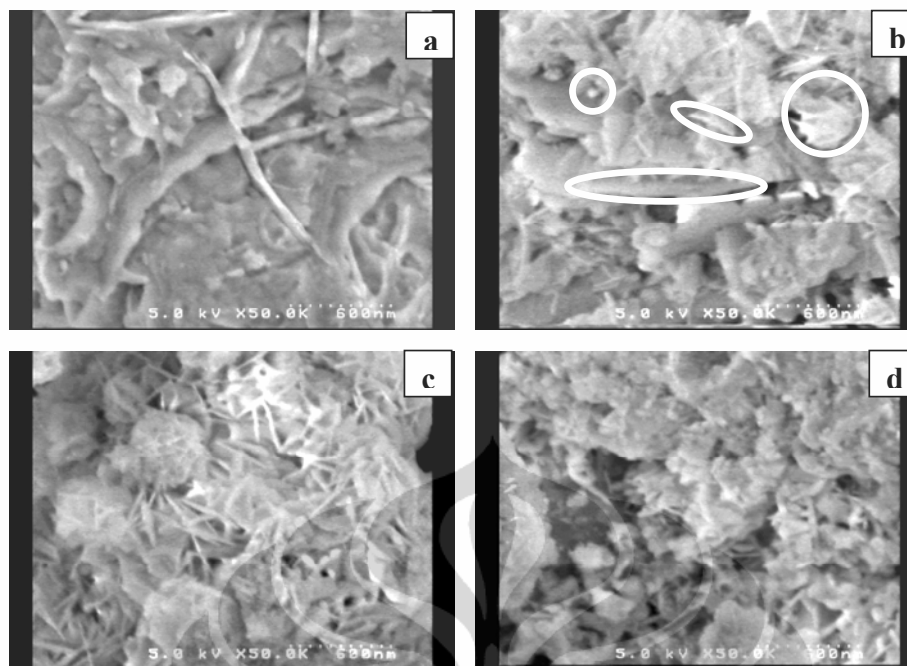
Setelah waktu MA 8 jam, foto struktur mikro menunjukkan bongkahan yang membentuk kelompok-kelompok besar. Lempengan-lempengan berbentuk pipih seperti yang terlihat pada hasil MA 4 jam tidak terlihat lagi yang digantikan dengan proses penggabungan lempengan-lempengan tersebut menjadi bongkahan besar. Penggabungan menjadi bongkahan besar ini tidak disertai dengan adanya reaksi kimia, namun hanya melibatkan proses deformasi morfologi dan struktur partikel. Hal ini terbukti bila kita bandingkan dengan pola difraksi sampel pada waktu MA 4 jam dan 8 jam, dimana tidak terlihat adanya perubahan pola difraksi yang signifikan antara kedua waktu MA tersebut. Penurunan intensitas puncak Bi (012) disebabkan adanya deformasi pada sebagian struktur partikel Bi (012).

Setelah waktu MA 16 jam, partikel-partikel tersebut telah terpecah menjadi kelompok-kelompok kecil yang bila kita bandingkan dengan pola difraksinya, kita dapat menyimpulkan bahwa telah terjadi penghalusan partikel secara intensif dan mulainya pembentukan fasa baru. Hal ini terjadi karena pembentukan bongkahan pada waktu MA 8 jam merupakan titik jenuh sehingga penggabungan lebih jauh tidak dapat terjadi. Oleh karena itu, proses yang terjadi setelah penggabungan partikel tersebut adalah pemecahan partikel berukuran besar menjadi partikel berukuran lebih kecil yang merupakan tahapan awal sebelum terjadinya reaksi pembentukan fasa baru. Hal ini dapat dipahami karena ukuran partikel yang kecil akan meningkatkan rasio permukaan terhadap volume (*Surface to Volume Ratio*) sehingga secara termodinamika menjadi tidak stabil dan memudahkan terjadinya reaksi [63]. Setelah waktu MA 32 jam, terlihat bahwa ada sebagian butiran yang kembali mengelompok dengan warna yang lebih terang dibandingkan butiran yang lebih kecil dan penampakan morfologi yang berbeda dengan pengelompokan butiran pada waktu MA 8 jam. Bila dibandingkan dengan pola difraksi pada waktu 32 jam, pengelompokan butiran tersebut diprediksi adalah fasa baru $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ (222) dan Bi_2Mn (002). Penjelasan ini sejalan dengan pola difraksi sampel di mana pada waktu MA 32 jam puncak utama Bi (012) menurun secara signifikan sementara puncak fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ (222) dan Bi_2Mn (002) menguat. Dengan demikian, pada waktu 32 jam sebagian besar partikel Bi (012) dan seluruh Bi (202) telah mengalami penghalusan partikel sehingga mampu bereaksi dan berubah menjadi fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ (222) dan atau Bi_2Mn (002). Sementara pada waktu MA 64 jam terlihat bahwa fasa-fasa berwarna terang bertambah banyak dengan ukuran yang lebih homogen, sementara partikel-partikel yang berwarna lebih gelap tidak lagi dominan. Sedangkan pola difraksi pada waktu MA 64 jam menunjukkan hilangnya seluruh puncak Bi dan Mn sementara puncak-puncak fasa baru tidak menunjukkan perubahan intensitas secara signifikan. Dari hasil tersebut, dan dengan membandingkan dengan pola difraksi pada waktu 64 jam, dapat disimpulkan bahwa perubahan fasa tidak lagi terjadi dan proses yang berlangsung adalah homogenisasi ukuran partikel. Ilustrasi proses yang terjadi untuk setiap waktu MA digambarkan secara global pada Gambar 4.16, berurutan a-f yang menunjukkan variasi waktu MA untuk 1, 4, 8, 16, 32, dan 64 jam.



Gambar 4.16 Ilustrasi Proses Yang Terjadi Pada Setiap Waktu MA

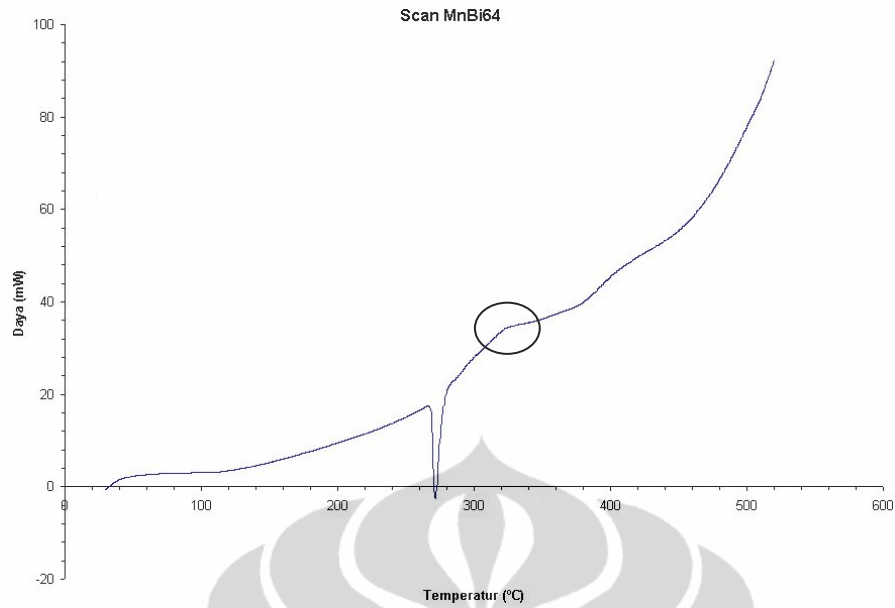
Gambar 4.17 menunjukkan foto struktur mikro MA Bi-50%atMn dengan perbesaran 50000X. Pada waktu MA 4 jam, pola struktur mikro permukaan didominasi oleh geometri serat yang tampak menempel karena mendapatkan gaya tumbukan dari bola sehingga mengalami deformasi morfologi. Pada waktu tersebut belum terjadi adanya pencampuran dan penghalusan ukuran partikel yang terbukti dengan masih beragamnya morfologi dan ukuran partikel. Pencampuran dan penghalusan ukuran partikel yang diikuti dengan mulai terbentuknya fasa baru terjadi setelah waktu MA 16 jam yang ditunjukkan dengan munculnya beberapa morfologi seperti serat, serpihan, batangan, dan bulatan. Proses penghalusan ukuran partikel dan pembentukan fasa baru tersebut terus berlanjut pada waktu MA 32 jam yang ditandai dengan terlihatnya dua morfologi utama berupa bulatan dan serat yang berukuran jauh lebih kecil dibandingkan geometri serat yang terlihat pada waktu MA 4 jam. Pola geometri bulatan tersebut diprediksi merupakan fasa baru yang telah terbentuk, sementara pola geometri serat diprediksi merupakan partikel Bi atau Mn yang telah mengalami penghalusan ukuran partikel. Pada waktu MA 64 jam, pola-pola geometri yang muncul terlihat lebih homogen dan tidak menampakkan perbedaan morfologi dan ukuran yang signifikan. Proses homogenisasi ukuran dan morfologi partikel terlihat dengan jelas, sebagaimana telah terlihat pada hasil foto struktur mikro dengan perbesaran 1000 X.



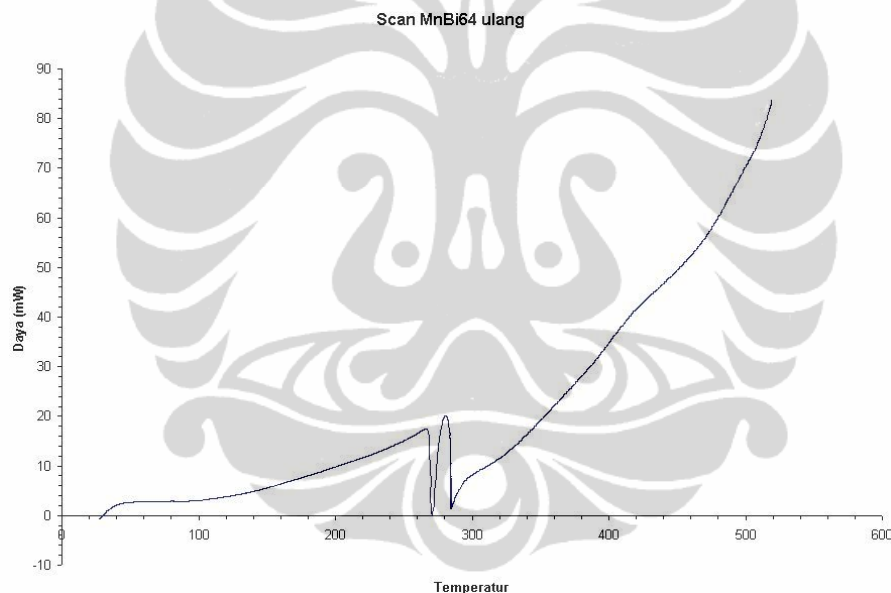
Gambar 4.17 Foto Struktur Mikro Hasil MA Bi-50%At Mn Dengan Perbesaran 50000X Untuk Waktu MA A. 4 Jam B. 16 Jam C. 32 Jam D. 64 Jam

4.3.2 Analisis DSC Sampel Bi-50at%Mn Tanpa Sinter

Untuk mengidentifikasi ada tidaknya serta nilai temperatur transisi sampel yang telah diMA, digunakan analisis DSC. Kurva DSC sampel Bi-50at%Mn yang di MA selama 64 jam ditunjukkan pada Gambar 4.18. Pada Gambar tersebut terlihat bahwa hanya ada satu puncak temperatur transisi endotermik yang bersesuaian dengan temperatur 271.63°C dan tidak ditemukan puncak lain yang signifikan. Berdasarkan literatur tentang Bismuth dan sifat-sifat fisisnya [23], temperatur ini adalah temperatur leleh Bismuth. Adapun satu sinyal yang mirip dengan sinyal eksotermik namun tidak signifikan merupakan pelepasan energi yang berasal dari *residual stress* akibat proses mekanik yang terjadi saat *Mechanical Alloying*. Untuk lebih meyakinkan hal ini, maka dilakukan kembali analisis DSC dengan menggunakan sampel yang sama untuk melihat apakah sinyal tersebut muncul kembali sekaligus melihat kemungkinan munculnya sinyal lain setelah sampel dipanaskan. Kurva analisis ulangan DSC sampel Bi-50at%Mn yang diMa selama 64 jam ditunjukkan pada Gambar 4.19 dan 4.20.



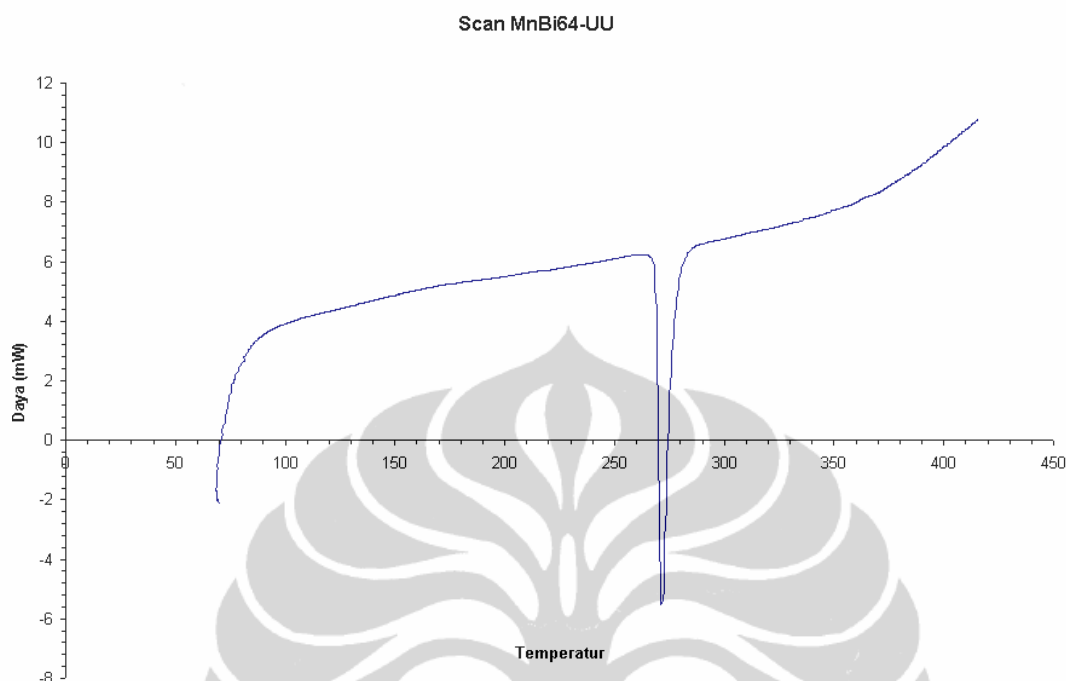
Gambar 4.18 Kurva DSC Sampel Bi-50at%Mn Yang Di MA Selama 64 Jam



Gambar 4.19 Kurva Analisis DSC Dengan Penahanan Temperatur Setelah 271.63°C Selama 30 Menit

Dari hasil *scanning* DSC ulang sampel, terlihat bahwa setelah dilakukan pemanasan pada *scanning* awal dan penahanan temperatur pada *scanning* kedua tidak lagi terlihat adanya sinyal temperatur transisi baik eksotermik maupun endotermik. Hal ini disebabkan telah hilangnya *residual stress* yang tersisa dari proses *Mechanical Alloying*. Untuk lebih meyakinkan hasil tersebut dan mengidentifikasi kalau-kalau teridentifikasi temperatur transisi setelah pemanasan, maka sekali lagi dilakukan *scanning* DSC untuk melihat kurva temperatur transisi

dari sampel hasil MA. Kurva hasil 2 kali *scanning* ulang DSC ditunjukkan pada Gambar 4.20.



Gambar 4.20 Kurva *Scanning* DSC 2 Kali Pengulangan Pada Sampel MA 64 Jam

Dari hasil *scanning* tersebut, lagi-lagi terlihat bahwa hanya ada satu puncak endotermik yang juga menunjukkan temperatur transisi bismuth ketika meleleh dan berubah fasa menjadi fasa bismuth cair. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa dalam sampel tersebut hanya terdapat fasa bismuth yang memiliki temperatur transisi fasa (temperatur leleh) di sekitar 271.63°C dan fasa Mangan dengan temperatur transisi yang jauh lebih tinggi (1246 °C). Munculnya sinyal kecil eksotermik berasal dari pelepasan *residual stress* pada sampel hasil MA. Namun bila melihat kembali analisis XRD sampel hasil MA yang menunjukkan munculnya beberapa fasa baru yang bersifat metastabil, kemunculan sinyal eksotermik tersebut juga bisa berasal dari pelepasan energi fasa metastabil tersebut untuk berubah menjadi fasa bismuth dan mangan yang lebih stabil.

4.3.3 Analisis XRD Dan SEM-EDX Sampel MA Sinter

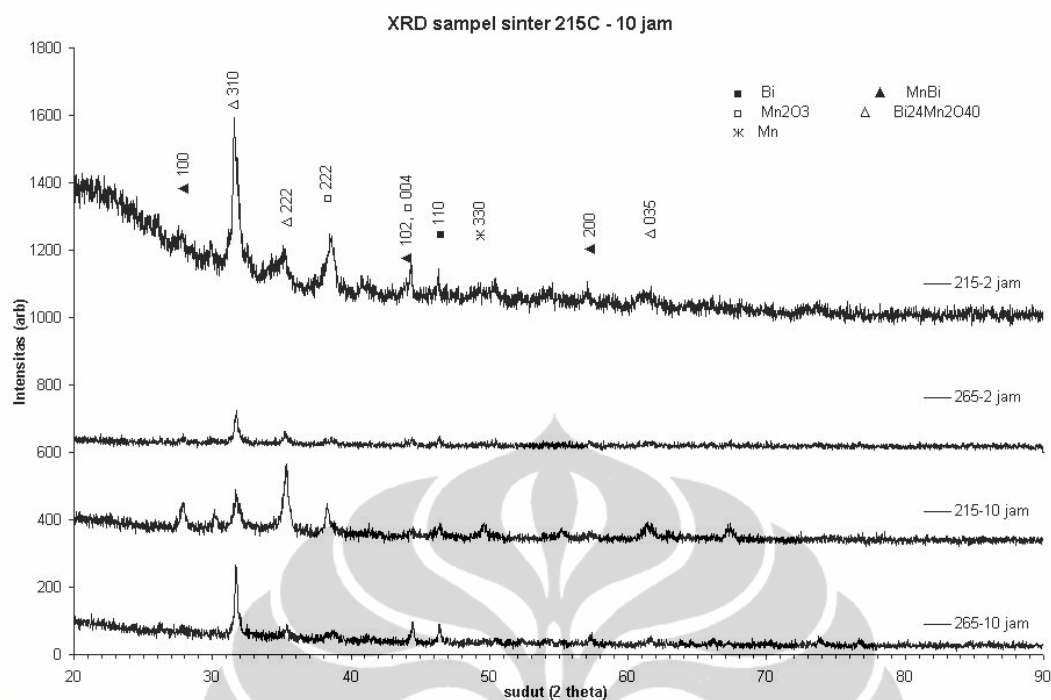
Perbandingan kurva XRD sampel MA 32 jam yang telah disinter ditunjukkan pada Gambar 4.21. Dari Gambar tersebut terlihat bahwa terdapat 3 puncak MnBi dengan intensitas yang tidak terlalu tinggi, yang terbentuk di sekitar sudut 28.03 °,

44.63 °, dan 57.55°. Namun demikian, secara umum fasa yang muncul didominasi oleh fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$. Pembentukan fasa MnBi terlihat paling baik untuk sampel yang disinter pada suhu 215 °C selama 10 jam. Pada sinter 215 °C selama 2 jam, terlihat bahwa kurva XRD didominasi oleh fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ yang terbentuk pada bidang 310, 222 dan 035. Fasa ini mendominasi disebabkan telah adanya pembentukan fasa ini sebelum disinter sebagai akibat adanya reaksi saat proses MA. Pembakaran yang terjadi pada 215 °C selama 2 jam terlihat belum secara efektif memunculkan fasa MnBi karena temperatur pemanasan yang kurang tinggi mengakibatkan fasa-fasa yang tersisa dari proses MA lebih mudah bereaksi dengan oksigen membentuk oksida mangan yang masuk ke ruang proses karena tidak sempurnanya penyegelan tabung stainless dan proses penyedotan vakum saat pembakaran sampel.

Setelah dibakar pada suhu yang sama dengan waktu pembakaran yang lebih lama (10 jam), terlihat bahwa puncak fasa MnBi pada bidang 100 terlihat mulai naik cukup signifikan bila dibandingkan dengan puncak-puncak dominan lainnya. Fasa oksida mangan yang terlihat turun bereaksi lebih jauh dengan fasa Bi yang tersisa dan membentuk $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$.

Pada pembakaran di temperatur 265 °C selama 2 jam, fasa oksida mangan dan fasa-fasa lain yang sebelumnya muncul justru tidak terlalu terlihat. Hanya terlihat fasa $\text{Bi}_{24}\text{Mn}_2\text{O}_{40}$ yang dominan. Meskipun demikian, fasa MnBi tetap dapat terlihat meski dengan intensitas yang tidak terlalu tinggi.

Pada pembakaran di temperatur yang sama dengan waktu pembakaran yang lebih lama (10 jam) terlihat bahwa puncak naik dengan signifikan sementara puncak-puncak yang lain cenderung hilang. Namun yang menarik, fasa MnBi 102 juga terlihat muncul dengan intensitas yang bergerak naik.



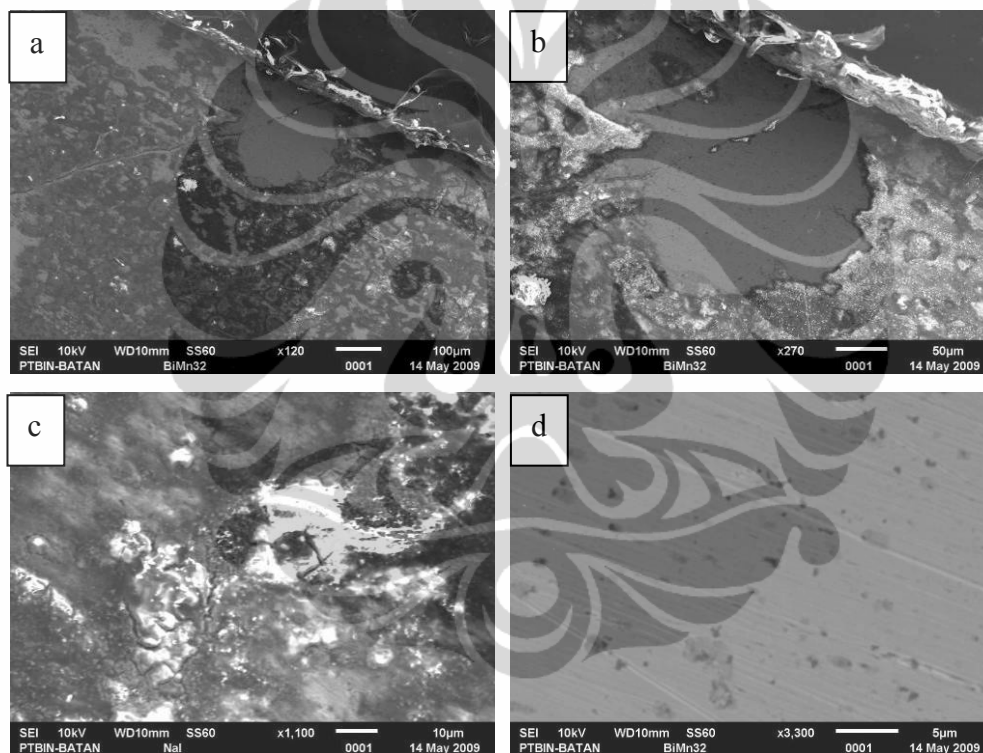
Gambar 4.21 Perbandingan Kurva XRD Sampel MA 32 Jam Sinter

Foto struktur mikro sampel Bi-50at%Mn hasil MA 32 jam yang di sinter pada temperatur 215°C selama 2 jam ditunjukkan pada Gambar 4.22, berurutan a-d dengan perbesaran 270, 400, 1100, dan 3000 kali. Dari foto struktur mikro tersebut terlihat paling tidak ada 4 area dengan morfologi dan warna yang berbeda. Area berwarna abu-abu, abu-abu terang, hitam dan putih menunjukkan area dengan komposisi elemen yang berbeda-beda.

Analisis EDX pada sampel 32 jam dilakukan pada titik-titik yang merepresentasikan area dengan fasa yang berbeda seperti ditunjukkan pada Gambar 4.23. Dari hasil analisis EDX tersebut terlihat untuk titik yang pertama dengan warna abu-abu terdapat elemen bismuth sebagai elemen dominan dengan 59.57% atom. Sementara pada titik kedua dengan warna abu-abu terang terdapat elemen bismuth sebanyak 38.57% atom dan mangan sebanyak 10.64% atom. Untuk titik yang ketiga dengan warna hitam, analisis EDX menunjukkan elemen bismuth sebanyak 1.88% atom, Mn sebanyak 14.94% atom, dan O sebanyak 30% atom. Dan untuk titik ke 4 dengan warna putih, analisis EDX menunjukkan

elemen Mn sebanyak 23.33% atom, Cl sebanyak 12.68% atom, dan O sebanyak 55.21% atom.

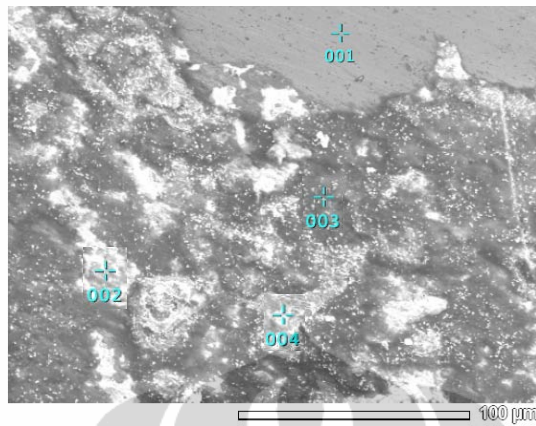
Hasil foto struktur mikro dan EDX yang didapatkan memiliki area fasa yang mirip dengan apa yang didapatkan Wijngaard [14]. Menurut Wijngaard dalam tesis doktoralnya, analisis TEM yang telah dilakukan menyimpulkan bahwa daerah berbentuk serpihan dengan warna abu-abu adalah paduan intermetalik MnBi, Area putih yang berbentuk pipih dengan tepian tajam adalah mangan, sementara matriks berwarna putih adalah bismuth [14].



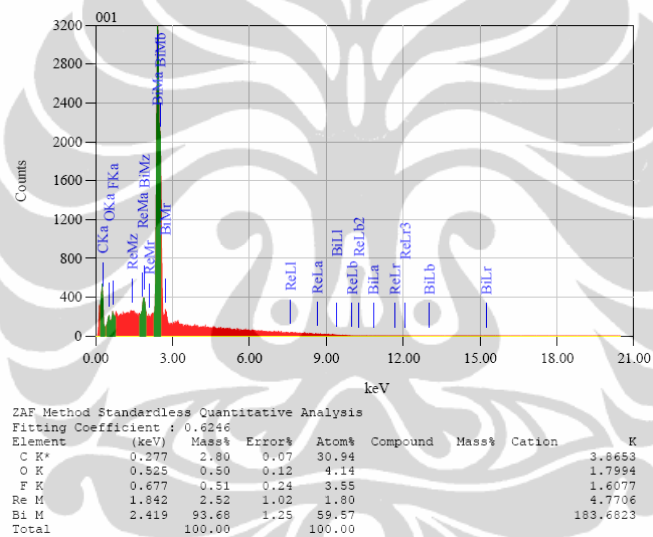
Gambar 4.22 Foto Struktur Mikro Sampel Hasil MA 32 Jam, Sinter Temperatur 215°C Selama 2 Jam

Adapun munculnya elemen lain seperti C, Na, Al, dan Si berasal dari proses *polishing* yang dilakukan. Seperti sudah disampaikan sebelumnya, sampel yang akan dianalisis SEM terlebih dahulu *dipolish* dengan menggunakan kertas amplas SiC dalam aliran air (air kran). Aliran air digunakan untuk menghindari adanya penempelan partikel SiC pada permukaan sampel akibat proses *polishing*. Namun demikian, pengaliran air yang dilakukan secara manual disertai dengan

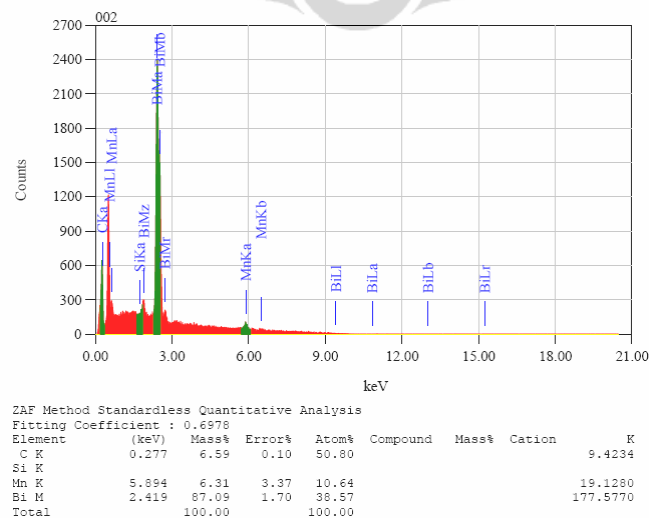
pengeringan yang masih belum sempurna pada akhirnya tetap meninggalkan partikel SiC dan elemen Na serta Al yang terlarut dalam air kran.



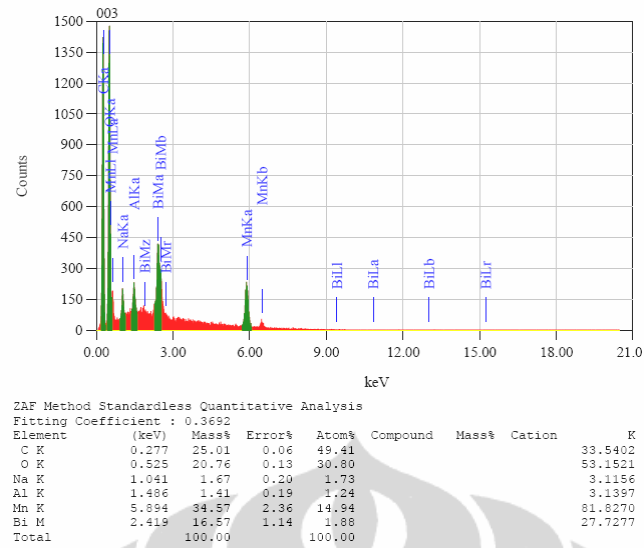
Gambar 4.23 Area Dan Titik-Titik Yang Digunakan Untuk Analisis EDX Sampel 32 Jam



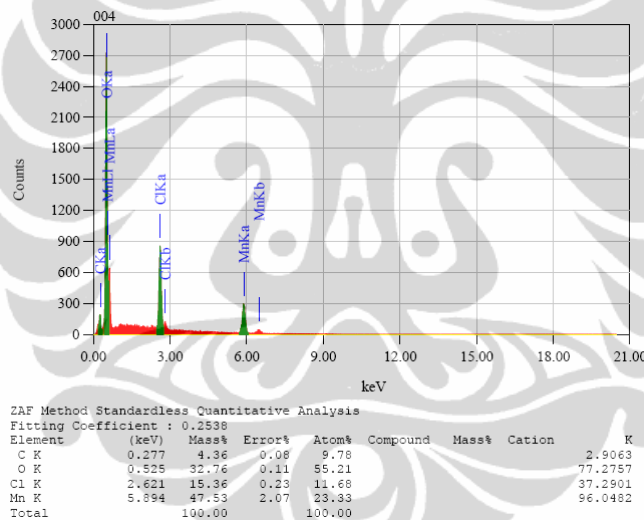
Gambar 4.24 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 1 Sampel 32 Jam



Gambar 4.25 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 2 Sampel 32 Jam

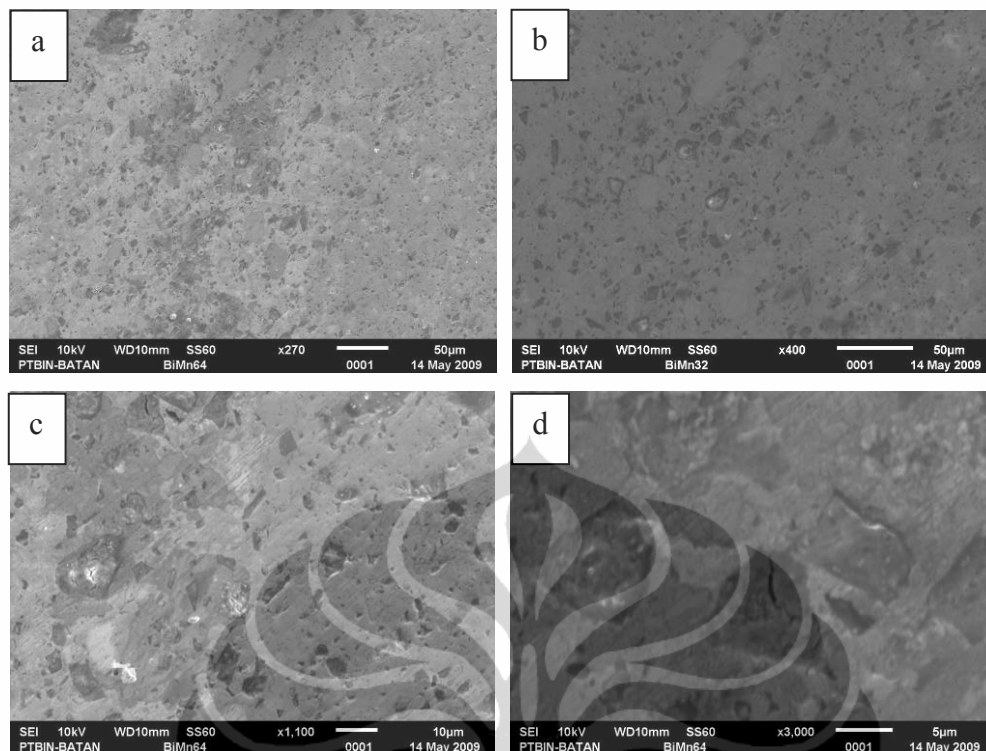


Gambar 4.26 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 3 Sampel 32 Jam



Gambar 4.27 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 4 Sampel 32 Jam

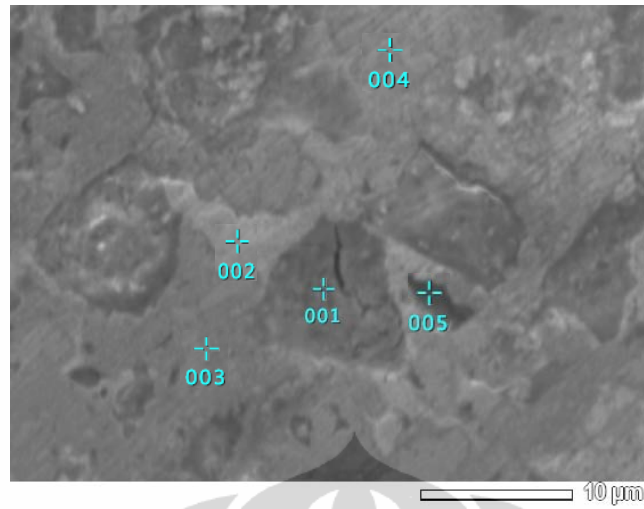
Foto struktur mikro sampel Bi-50at%Mn hasil MA 64 jam yang di sinter pada temperatur 215°C selama 2 jam ditunjukkan pada Gambar 4.28. Berbeda dengan struktur mikro sampel 32 jam, pada sampel 64 jam terlihat ada 5 area dengan warna yang berbeda, hanya saja strukturnya terlihat lebih halus dan memiliki batas butiran yang lebih jelas dibandingkan dengan sampel 32 jam. Area tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.29 a-d berurutan dengan perbesaran 270, 400, 1100, dan 3000 kali.



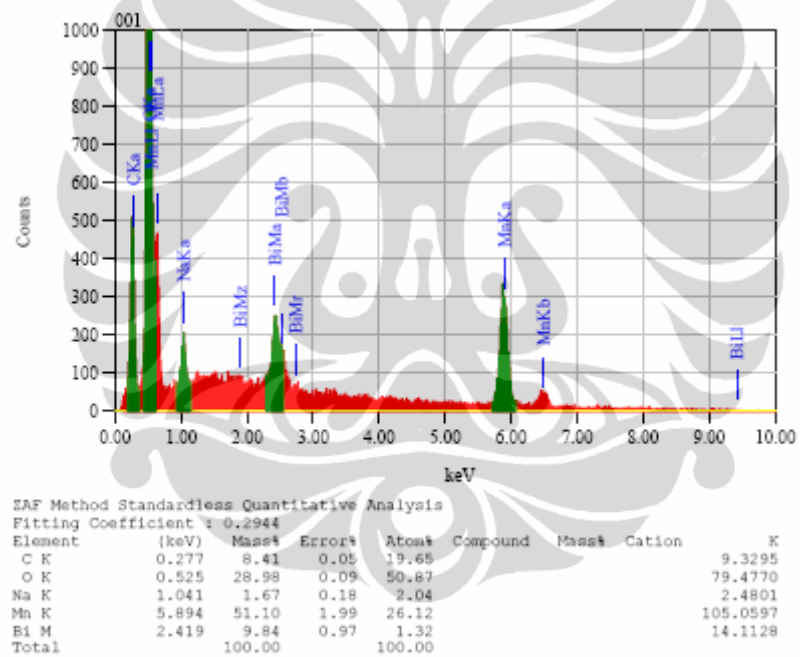
Gambar 4.28 Foto Struktur Mikro Sampel Hasil MA 64 Jam, Sinter Temperatur 215°C Selama 2 Jam

Dari hasil analisis EDX tersebut terlihat untuk titik yang pertama dengan warna gelap terdapat bismuth sebanyak 1.32% atom, Mn dengan persentase 26.12% atom dan O dengan 50.87% atom. Sementara pada titik kedua dengan warna abu-abu terang terdapat bismuth sebanyak 35.02% atom, O sebanyak 31.45% dan Mn sebanyak 5.46% atom. Untuk titik yang ketiga dengan warna abu-abu gelap, analisis EDX menunjukkan elemen bismuth sebanyak 33.41% atom, Mn sebanyak 4.76% atom, dan O sebanyak 29.6% atom. Untuk titik ke 4 dengan warna yang mirip dengan titik ke 2, analisis EDX menunjukkan elemen bismuth sebanyak 34.96% atom, Mn sebanyak 6.20% atom, dan O sebanyak 26.91% atom.

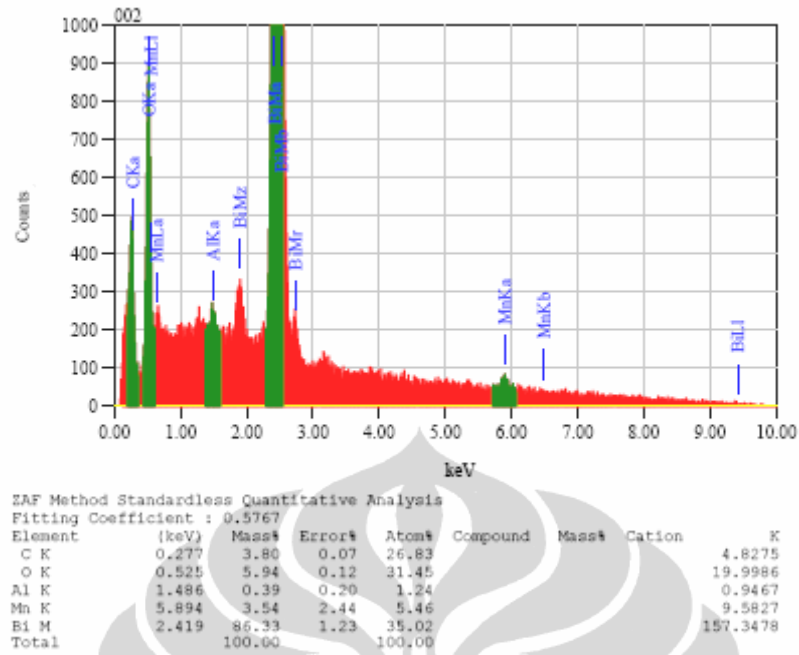
Munculnya elemen-elemen lain seperti disebutkan sebelumnya berasal dari proses *polishing* dalam aliran air, oleh karenanya tidak diperhitungkan.



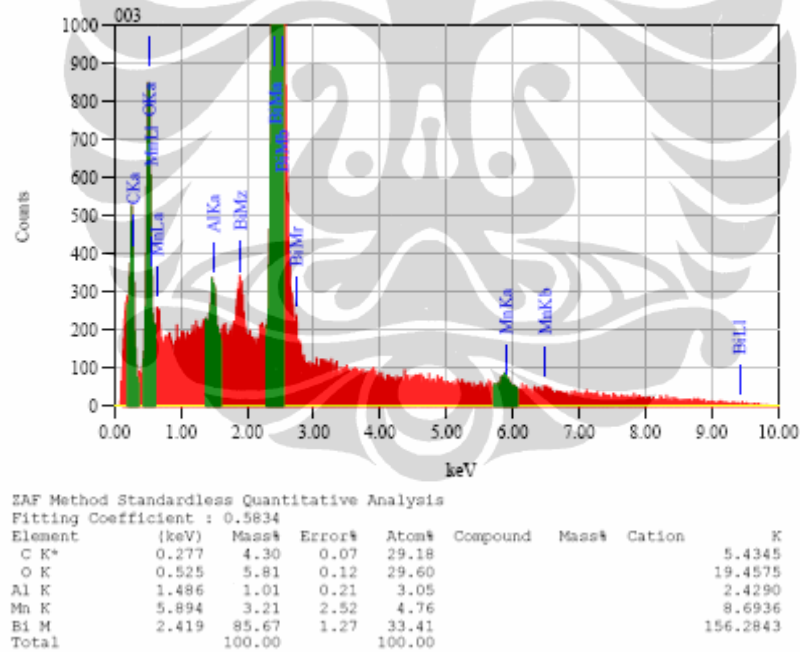
Gambar 4.29 Area Dan Titik-Titik Yang Digunakan Untuk Analisis EDX Sampel 64 Jam



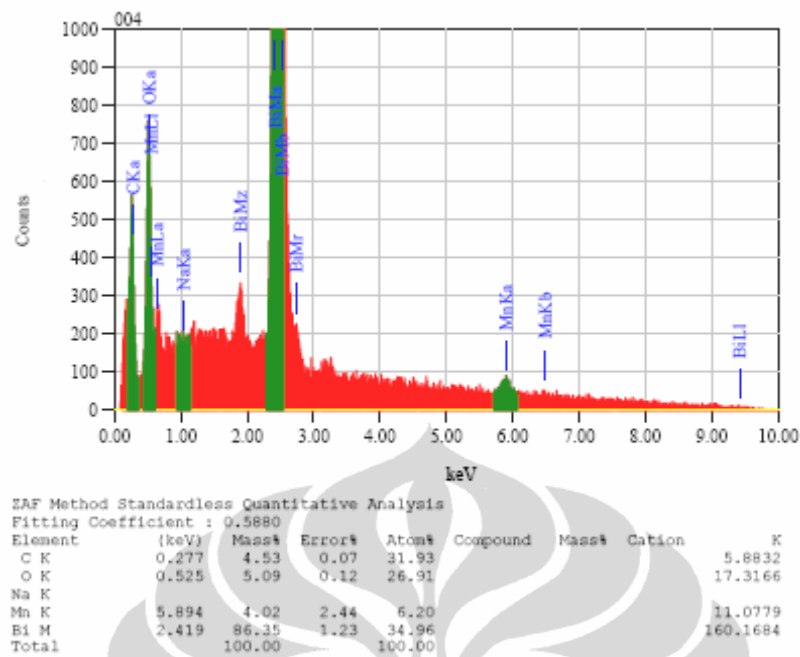
Gambar 4.30 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 1 Sampel 64 Jam



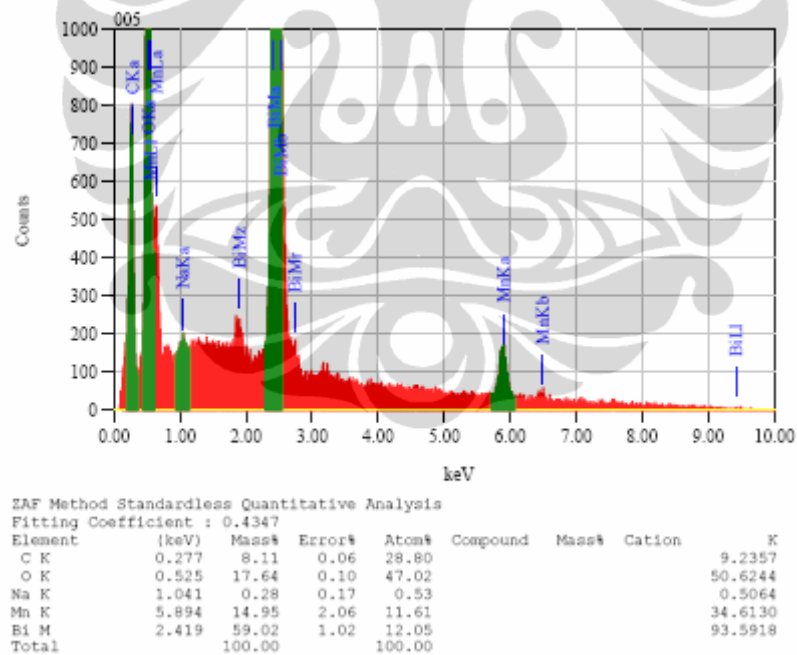
Gambar 4.31 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 2 Sampel 64 Jam



Gambar 4.32 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 3 Sampel 64 Jam



Gambar 4.33 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 4 Sampel 64 Jam

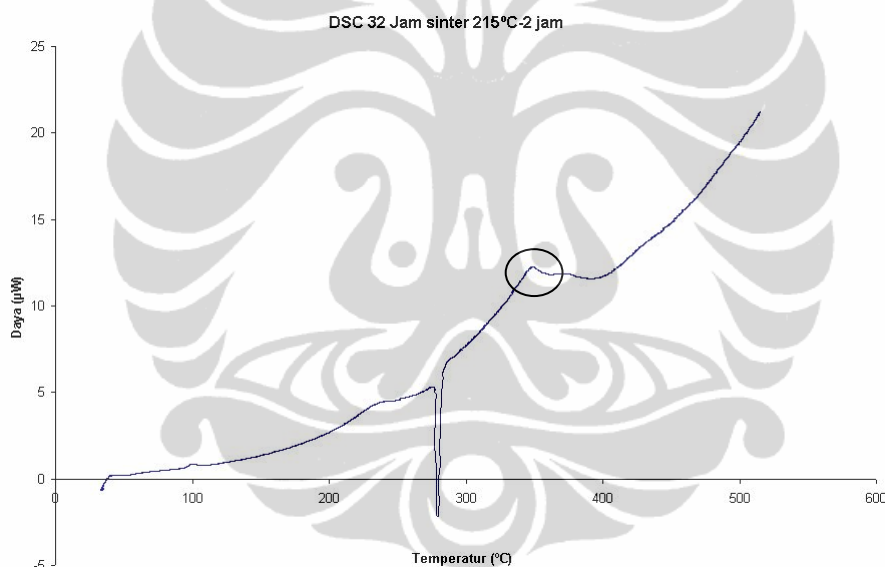


Gambar 4.34 Kurva EDX Area Penembakan Pada Titik 5 Sampel 64 Jam

4.3.4 Analisis DSC Sampel MA Sinter

Untuk meyakinkan bahwa fasa MnBi yang terbentuk belum menjadi fasa dominan, maka dilakukan analisis DSC sampel hasil pembakaran. Kurva DSC sampel MA jam yang disinter pada suhu 215°C selama 2 jam ditunjukkan pada Gambar 4.35.

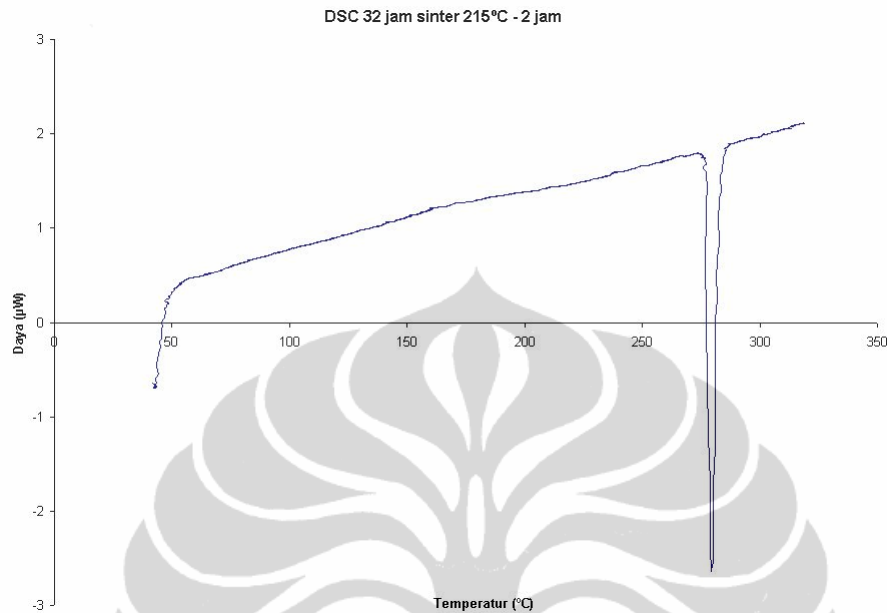
Dari Gambar tersebut terlihat bahwa kurva DSC sampel yang telah disinter menunjukkan hasil yang mirip dengan kurva DSC sebelum disinter (lihat Gambar 4.18). Pada Gambar 4.35 tersebut terlihat hanya ada satu puncak endotermik yang bersesuaian dengan temperatur 279.3 °C yang merupakan temperatur di sekitar titik leleh bismuth. Selain itu terlihat pula satu sinyal kecil eksotermik seperti yang juga muncul pada *scanning* DSC sampel non sinter di sekitar temperatur 349 °C. Namun karena sinyal eksotermik ini seharusnya sudah hilang pada saat dipanaskan ketika sintering, maka sinyal eksotermik ini berasal dari pelepasan energi sisa (*residual stresses*) akibat proses pembubukan dengan menggunakan mortar (sampel bubuk yang digunakan untuk DSC didapat dari pelet hasil sintering yang dihancurkan menggunakan mortar untuk mendapatkan bentuk bubuk).



Gambar 4.35 Kurva DSC Sampel MA 32 Jam Yang Disinter 215°C Selama 2 Jam

Untuk lebih meyakinkan bahwa tidak ada lagi temperatur transisi yang muncul selain temperatur transisi (temperatur leleh) bismuth, maka sekali lagi dilakukan *scanning* DSC. Kurva DSC sampel MA yang sudah disinter hasil *scan* ulang ditunjukkan pada Gambar 4.36. Dari Gambar tersebut terlihat bahwa memang benar tidak ada lagi temperatur transisi lain yang muncul selain temperatur transisi (temperatur leleh) bismuth. Puncak endotermik yang teramati pada kurva hasil *scan* ulang ini bersesuaian dengan temperatur 279.4 °C yang tidak jauh berbeda dengan temperatur pengamatan sebelumnya. Dapat disimpulkan bahwa tidak ada

fasa lain selain fasa bismuth yang terdapat dalam sampel, ditandai dengan tidak teramatinya temperatur transisi yang lain selain temperatur transisi (temperatur leleh) bismuth.



Gambar 4.36 Kurva Pengulangan DSC Sampel MA 32 Jam, Sinter 215°C Selama 2 Jam

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Dari penelitian yang dilakukan dan dengan mengacu semua hasil analisis yang dilakukan, didapatkan kesimpulan umum bahwa paduan MnBi belum terbentuk secara menyeluruh dengan menggunakan *Mechanical Alloying* yang dilanjutkan dengan *sintering*. Secara khusus dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. *High Energy Milling* (HEM) memiliki kinerja yang lebih baik dalam mendorong terjadinya *Mechanical Alloying*, dibandingkan dengan menggunakan Planetary Ball Mill dan sistem *Mechanical Alloying* temperatur rendah.
2. Parameter waktu sangat berpengaruh dalam proses *Mechanical Alloying*. Waktu *Mechanical Alloying* yang semakin lama akan memberikan pengaruh kepada struktur dan struktur mikro sampel dalam bentuk penurunan puncak XRD, pemunculan puncak fasa baru, dan perubahan morfologi partikel dan butiran.
3. Hasil analisis keseluruhan menunjukkan bahwa fasa MnBi belum terbentuk secara menyeluruh dan sempurna serta bukan merupakan fasa dominan sehingga meskipun terlihat adanya fasa MnBi dengan analisis XRD namun tidak terlihat adanya fasa MnBi dengan analisis DSC.

5.2. Saran

1. Penggunaan temperatur rendah dalam proses *Mechanical Alloying* dimungkinkan untuk menghasilkan paduan MnBi, namun kurang direkomendasikan berkaitan dengan efisiensi proses dan biaya.
2. Perlunya memastikan atmosfer proses *Mechanical Alloying* secara seksama dengan cara memastikan pengisian gas inert (argon,dll) dengan volume yang tidak terlalu sedikit dan memastikan penyegelan vial untuk mencegah adanya kebocoran gas.

3. Perlunya eksperimen lebih lanjut untuk mengetahui efek sintering sampel dalam suasana argon.



DAFTAR REFERENSI

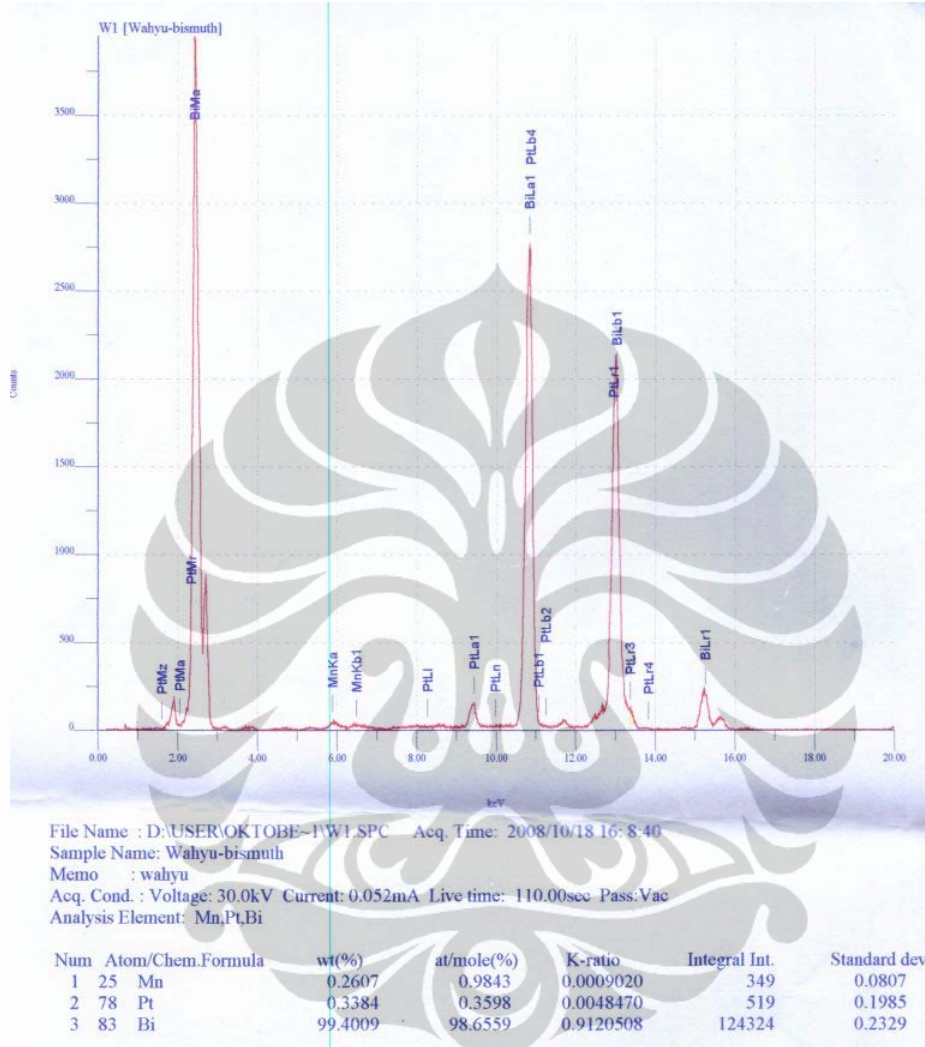
- [1] B.W. Roberts, *Phys. Rev*, 104(1956) 607-616.
- [2] D. Chen, J.F. Ready, E.. Bernal, *J. Appl. Phys*, 39 (1968) 3916.
- [3] P.M. Oppeneer, V.N. Antonov, T. Kraft, H. Eschrig, A.N. Yaresko, A.Y. Perlov, *J. Appl. Phys*, 80(1996) 1099.
- [4] Y. Q. Xu, B. G. Liu, D. G. Pettifor, *Physica B*, 329-333 (2003) 1117-1118.
- [5] L. L. Zheng, D. J. Larson Jr., H. Zhang, *J. Crystal Growth*, 209 (2000)110-121
- [6] L. L. Regel, W. R. Wilcox, D. Popov, F. Li, *Acta Astronautica* Vol. 48, No. 2-3, pp.101-108, 2001
- [7] F. Li, L. L. Regel, W. R. Wilcox, *J. Crystal Growth*, 223 (2001) 251-264.
- [8] Y. Ma, L. L. Zheng, D. J. Larson Jr., *J. Crystal Growth*, 262 (2004) 620-630.
- [9] Z. Ren, X. Li, H. Wang, K. Deng, Y. Zhuang, *Materials Letters*, 58 (2004) 3405-3409.
- [10] Z. Ren, X. Li, Y. Sun, Y. Gao, K. Deng, Y. Zhong, *Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, 30 (2006) 277-285.
- [11] X. Li, Z. M. Ren, Y. Fautrelle, *Materials Letters*, Volume 60, Issue 28, December 2006, Pages 3379-3384.
- [12] X. Li, Y. Fautrelle, Z. Ren, *Acta Materialia*, 55 (2007) 5333-5347.
- [13] P. Pant, J. H. Wijngaard, C. Haas, *J. Spacecraft and Rockets* 27, 369, 1990.
- [14] J. H. Wijngaard, "Magnetic and Magneto-optical Properties of Some Transition Metal Compounds ", *Doctoral Dissertation in Rijksuniversiteit Groningen*, 1990.
- [15] C. C. Koch, *Mat. Transactions, JIM*, 36 (1995) 2, 85-95.
- [16] N. T. Rochman, K. Kawamoto, H. Sueyoshi, Y. Nakamura and T. Nishida: *J. Japan Soc. Heat Treatment*, 39, p. 312 (1999).
- [17] N. T. Rochman, K. Kawamoto, H. Sueyoshi, Y. Nakamura and T. Nishida: *J. Mat. Proc. Tech.*, 89-90, p. 367 (1999).
- [18] Y. Kimura and S. Takaki: "Proc. 1998 Powder Metallurgy World Congress & Exhibition", Granada, Spain, 1 (1998), p. 573.
- [19] D.Maurice and T.H.Courtney: *Metallurgical and Materials Trans. A*, 25A, p. 147 (1994).
- [20] E.J.Fasiska and H. Wagenblast: *Trans. Metallurgical Society of AIME*, 239 p.1818 (1967).
- [21] Agus S. W., *ITSF Report*, 2006.

- [22] H. K. D. H. Bhadeshia, Lecture Note Course MP4 Thermodynamics and Phase Diagrams, Lecture 4: Mechanical Alloying-Case Study.
- [23] <http://en.wikipedia.org/wiki/bismuth>
- [24] <http://www.manganese.org/intro.php>
- [25] <http://en.wikipedia.org/wiki/manganese>
- [26] C. Guillaud, J. Phys. Radium 12, 143, 1951.
- [27] W. E. Stutius, T. Chen, and T. R. Sandin, AIP Conf. Proc. 18, 1222, 1974.
- [28] D. Chen and Y. Gondo, J. Appl. Phys. 35, 1024, 1964.
- [29] J.B. Yang, W.B. Yelon, W.J. James, Q. Cai, M. Kornecki, S. Roy, N. Ali, Ph. L'heritier, Condens. Matter, 14, 6509–6519, 2002.
- [30] Guo X, Chen X, Altounian Z and Str'om-Olsen J O, Phys. Rev. B 46, 14, 578, 1992.
- [31] Andresen A F, Halg W, Fisher P and Stoll E, Acta Chem. Scand., 21, 1543, 1967.
- [32] Noothoven van Goor J M and Zijlstra H J. Appl. Phys. 39, 5471, 1968.
- [33] Heikes R R, Phys. Rev., 99, 446, 1955
- [34] Adams E, Hubbard W M and Syeles A M., J. Appl. Phys., 23, 1207, 1952.
- [35] Pirich R G, Met. Trans. A, 11A, 193, 1983.
- [36] Pirich R G, IEEE Trans. Magn., 16, 1065, 1980.
- [37] Pirich R G and Larson D J Jr, J. Appl. Phys., 50, 2425, 1979.
- [38] Saha S, Huang M Q, Thong C J, Zande B J, Chandhok V K, Simizu S, Obermyer R T and Sankar S G, J. Appl. Phys., 87, 6040, 2000
- [39] Chen T and Stutius W, IEEE Trans. Magn., 10, 581, 1974
- [40] Guo X, Zaluska A, Altounian Z and Str'om-Olsen J O, J. Mater. Res., 5, 2646, 1990.
- [41] Yoshida H, Shima T, Takahashi T and Fujimori H, Mater. Trans. JIM 40, 455, 1999.
- [42] Coehoorn R and de Groot R A, J. Phys. F: Met. Phys., 15, 2135, 1985.
- [43] Coehoorn R, Haas C and de Groot R A, Phys. Rev. B, 31, 1985, 1980.
- [44] Jaswal S S, Shen J X, Kirby R D and Sellmyer D J, J. Appl. Phys. 75, 6346, 1994.
- [45] Ravindran P, Delin A, James P, Johansson B, Wills J M, Ahuja R and Eriksson O, J. Phys. Rev. B, 59, 15, 68, 1999
- [46] D. Chen, J. Appl. Phys., 42, 3625-3628, 1971.
- [47] Y. Ono, S. Esho, M. Nagao, IEEE Transaction On Magnetism, 492-494, 1972.
- [48] Y. Iwama, U. Mizutani, F.B. Humphrey, IEEE INTERMAG Conference, Kyoto, Japan, April 1972.
- [49] P. Dekker, Thin Solid Films, 17, S33-S35, 1973.
- [50] K. Yoshida, K. Dejima, M. Nishijima, T. Yamada, J. Crystal growth 45, 376-382, 1978

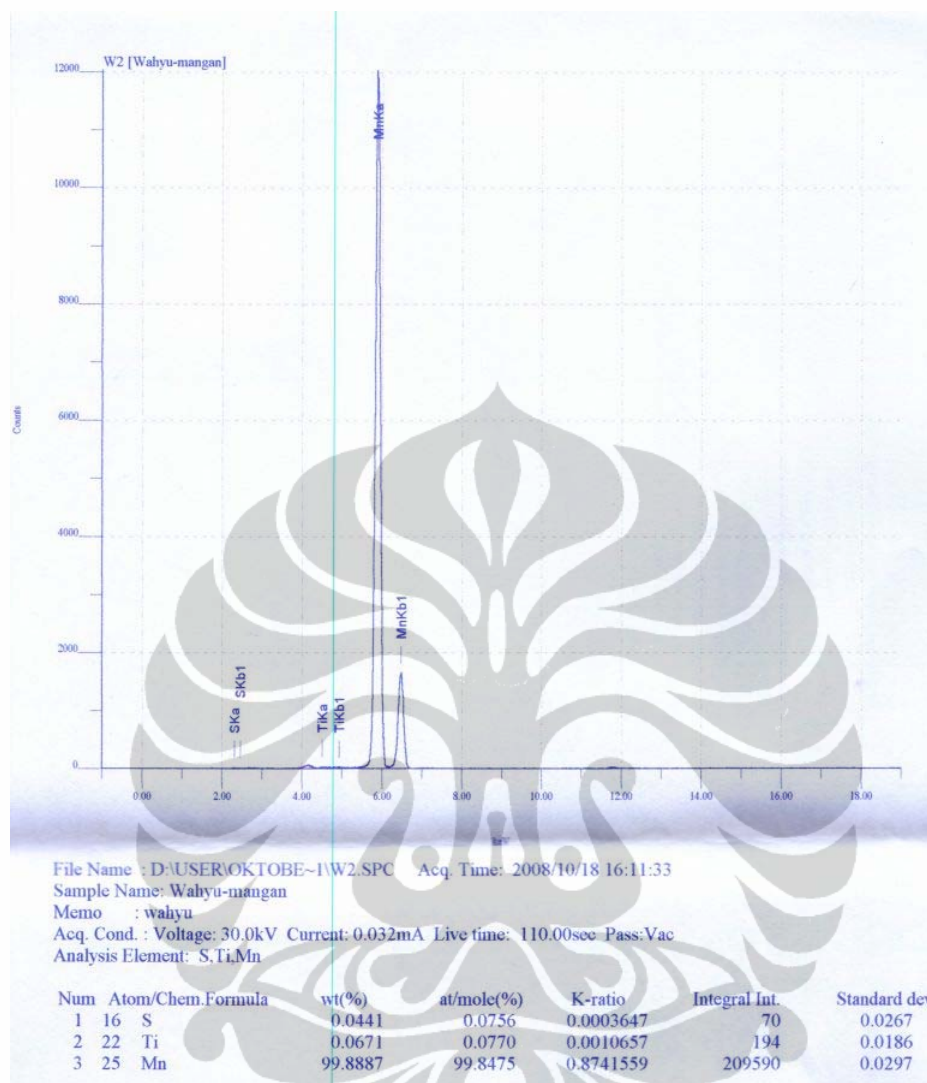
- [51] M.A Savas and R.W. Smith, *J. Crystal Growth* 76, 880-884, 1986.
- [52] Y. Kido and M. Suzuki, *Mat. Letters*, vol.7, 56, 1988.
- [53] T. Chen and W.E. Stutius, *IEEE Trans. Magnetism*, Vol. MAG-10, 581-586, 1974.
- [54] S.Yoon, S.J. Choi, and Y.S. Kwon, *KORUS 2004. Proceedings. The 8th Russian-Korean International Symposium on Science and Technology*, 2004.
- [55] F. H. Froes, *Structural Applications of Mechanical Alloying*, Ed: F. H. Froes and J. J. Barbadillo, *Proc. Of an ASM Int'l Confer.*, Myrtle Beach, South Carolina, 27-29 March 1990.
- [56] J. S. Benjamin, *Proc. Of the Novel Powder Metall. World Congr.*, San Fransisco, CA, USA, 21-26 Jan 1992, 155.
- [57] A. Calka, J. I. Nikolov, B. W. Ninham, *Proc. Of the 2nd Int'l Confer on Structural Appl. Of Mechanical Alloying*, Vancouver, British Columbia, Canada, 20-22 Sep 1993, 189.
- [58] H. H. Fecht, *nanophase materials, Synthesis-Properties-Applications*, Ed: G. C. Hadjipanayis and R. W. Siegel, Pbl: Kluwer Academic Publishers, 1994, 125.
- [59] P. S. Gilman, W. D. Nix, *Metall. Trans. A*, Vol.12A (1981), 813.
- [60] Suryanarayana, C. *Mechanical Alloying and Milling*. Marcel Dekker. 2004.
- [61] Deledda, S. Hauback, B. C. Fjellvag, *H. Journal of Alloys and Compounds*. Accepted on 29 November 2006.
- [62] H. K. D. H. Bhadeshia, *Lecture Note Course A Metals and Alloys, Lecture 6: Solid-State Transformations*.
- [63] G. Cao, *Nanostructures & Nanomaterials: Synthesis, Properties, & Applications*, Imperial College Press, Singapore, 2004, p. 15-16.

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1: Hasil Analisis XRF Bismuth Murni

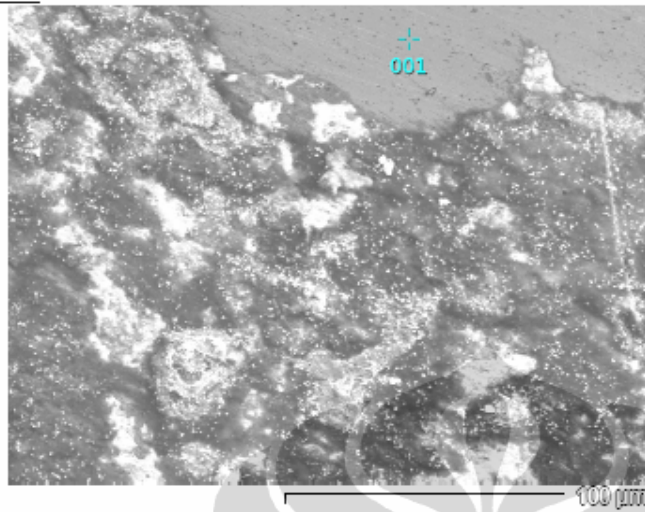


Lampiran 2: Hasil Analisis XRF Mangan Murni

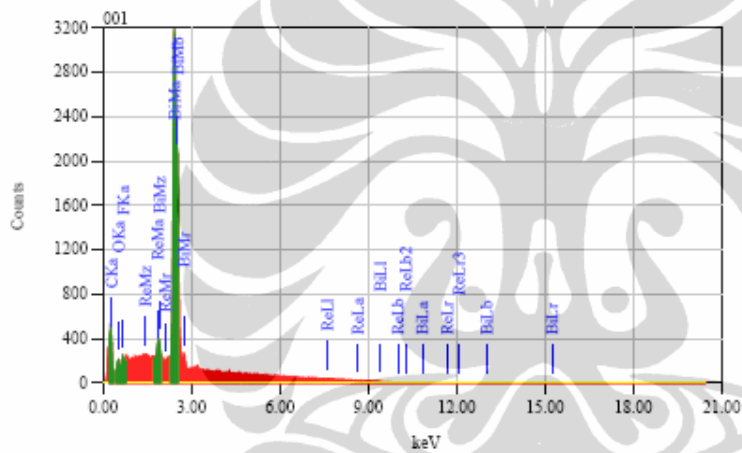


Lampiran 3: Analisis EDX sampel MA 32 jam sinter 215°C 2jam spot 1

BiMn32



1/1	
Title	: IMG1
Instrument	: 6510 (LA)
Volt	: 10.00 kV
Mag.	: x 550
Date	: 2009/05/14
Pixel	: 512 x 384



Acquisition Parameter	
Instrument	: 6510 (LA)
Acc. Voltage	: 10.0 kV
Probe Current	: 1.00000 nA
PHA mode	: T4
Real Time	: 49.39 sec
Live Time	: 30.00 sec
Dead Time	: 38 %
Counting Rate	: 4779 cps
Energy Range	: 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.6246

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	2.80	0.07	30.94				3.8653
O	0.525	0.50	0.12	4.14				1.7994
F	0.677	0.51	0.24	3.55				1.6077
Re	1.842	2.52	1.02	1.80				4.3706
Bi	2.419	93.68	1.25	59.57				183.6823
Total		100.00		100.00				

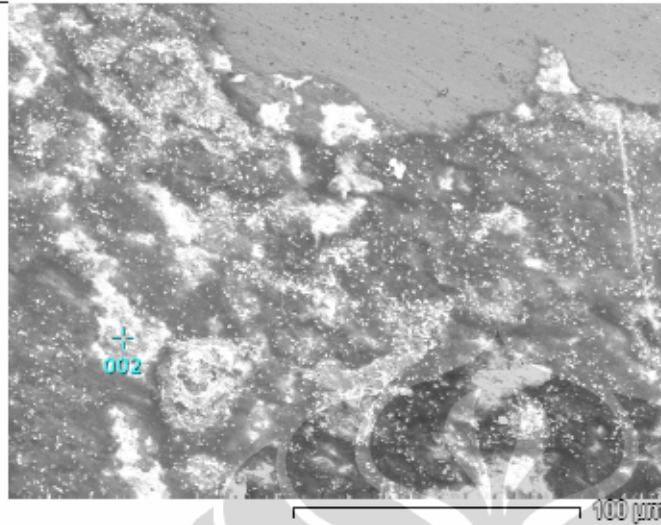
JED-2300 AnalysisStation

JEOL

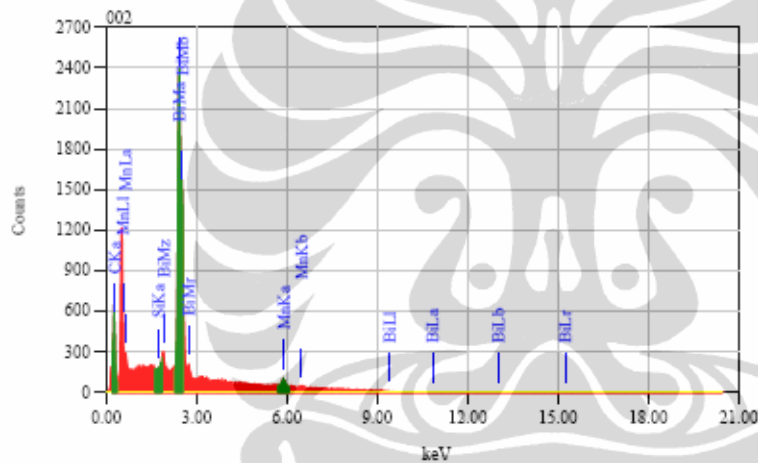
Lampiran 4: Analisis EDX sampel MA 32 jam sinter 215°C 2jam spot 2

BiMn32

1/1



Title	: IMG1
Instrument	: 6510 (LA)
Volt	: 10.00 kV
Mag.	: x 550
Date	: 2009/05/14
Pixel	: 512 x 384



Acquisition Parameter	
Instrument	: 6510 (LA)
Acc. Voltage	: 10.0 kV
Probe Current	: 1.00000 nA
PHA mode	: T4
Real Time	: 45.36 sec
Live Time	: 30.00 sec
Dead Time	: 33 %
Counting Rate	: 3986 cps
Energy Range	: 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.6978

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	6.59	0.10	50.80				9.4234
Si K								
Mn K	5.894	6.31	3.37	10.64				19.1280
Bi M	2.419	87.09	1.70	38.57				177.5770
Total		100.00		100.00				

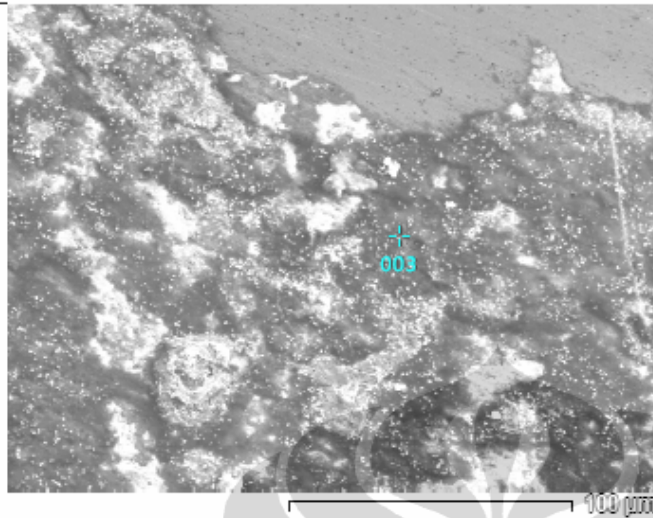
JED-2300 AnalysisStation

JEOL

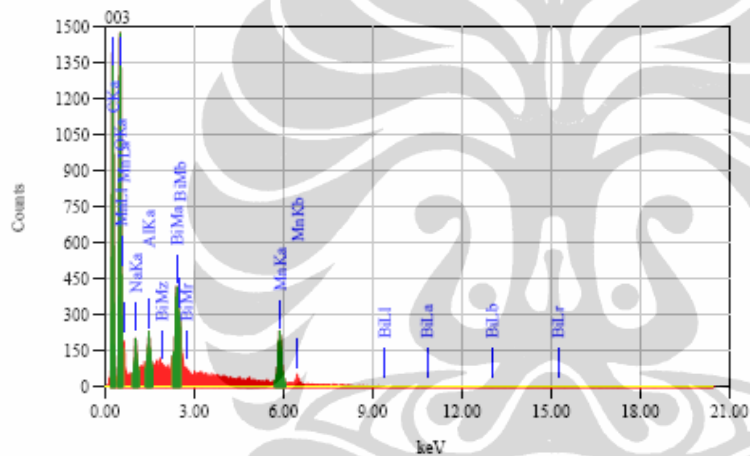
Lampiran 5: Analisis EDX sampel MA 32 jam sinter 215°C 2jam spot 3

BiMn32

1/1



Title	: IMG1
Instrument	: 6510 (LA)
Volt	: 10.00 kV
Mag.	: x 550
Date	: 2009/05/14
Pixel	: 512 x 384



Acquisition Parameter	
Instrument	: 6510 (LA)
Acc. Voltage	: 10.0 kV
Probe Current	: 1.00000 nA
PHA mode	: T4
Real Time	: 36.94 sec
Live Time	: 30.00 sec
Dead Time	: 19 %
Counting Rate	: 2093 cps
Energy Range	: 0 - 20 keV

SAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3692

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C	0.277	25.01	0.06	49.41				33.5402
O	0.525	20.76	0.13	30.80				53.1521
Na	1.041	1.67	0.20	1.73				3.1156
Al	1.486	1.41	0.19	1.24				3.1397
Mn	5.894	34.57	2.36	14.94				81.8270
Bi	2.419	16.57	1.14	1.88				27.7277
Total		100.00		100.00				

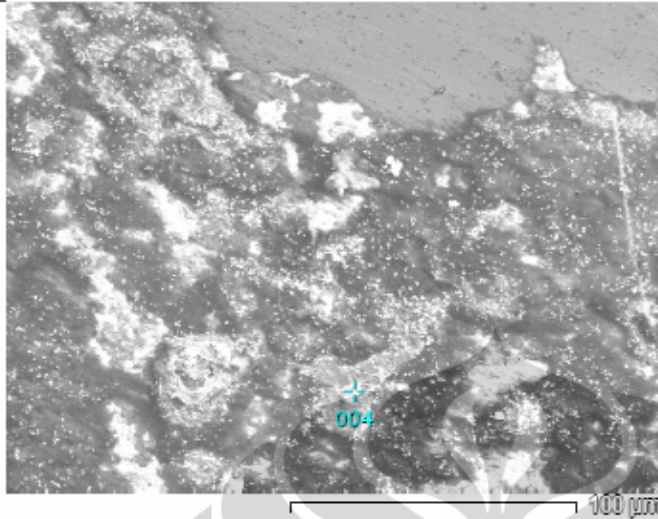
JED-2300 AnalysisStation

JEOL

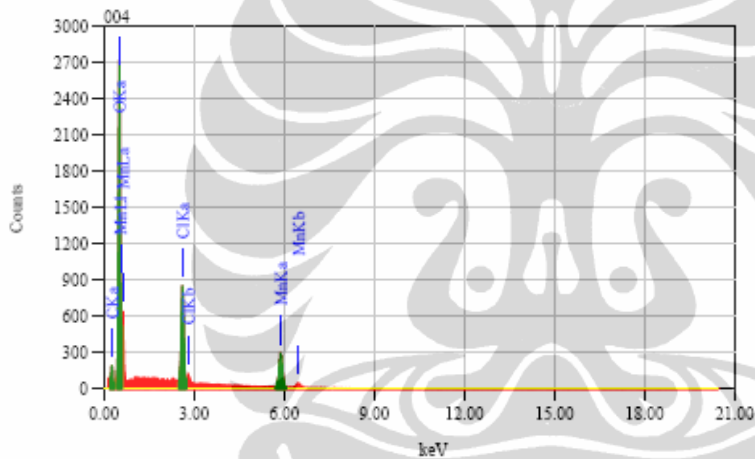
Lampiran 6: Analisis EDX sampel MA 32 jam sinter 215°C 2jam spot 4

BiMn32

1/1



Title : IMG1
 Instrument : 6510 (LA)
 Volt : 10.00 kV
 Mag. : x 550
 Date : 2009/05/14
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter
 Instrument : 6510 (LA)
 Acc. Voltage : 10.0 kV
 Probe Current : 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 37.61 sec
 Live Time : 30.00 sec
 Dead Time : 20 %
 Counting Rate : 2212 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.2538

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	4.36	0.08	9.78				2.9063
O K	0.525	32.76	0.11	55.21				77.2757
Cl K	2.621	15.36	0.23	11.68				37.2901
Mn K	5.894	47.53	2.07	23.33				96.0482
Total		100.00		100.00				

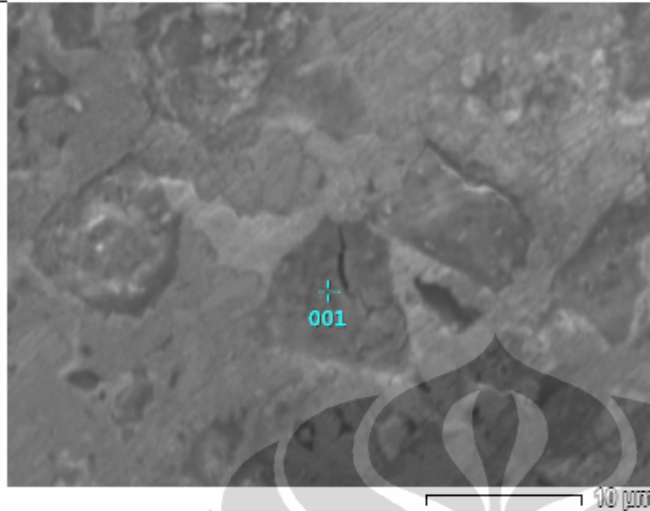
JED-2300 AnalysisStation

JEOL

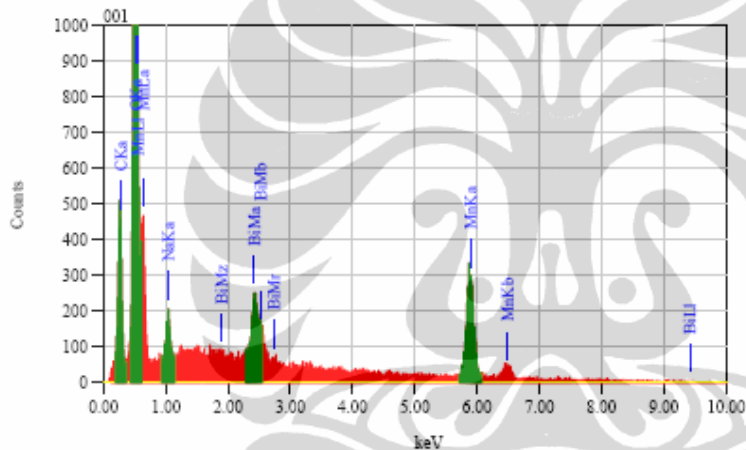
Lampiran 7: Analisis EDX sampel MA 64 jam sinter 215°C 2jam spot 1

BiMn64

1/1



Title	: IMG1
Instrument	: 6510 (LA)
Volt	: 10.00 kV
Mag.	: x 3,000
Date	: 2009/05/14
Pixel	: 512 x 384



Acquisition Parameter	
Instrument	: 6510 (LA)
Acc. Voltage	: 10.0 kV
Probe Current	: 1.00000 nA
PHA mode	: T4
Real Time	: 37.16 sec
Live Time	: 30.00 sec
Dead Time	: 19 %
Counting Rate	: 2164 cps
Energy Range	: 0 - 20 keV

SAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.2944

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	8.41	0.05	19.65				9.3295
O K	0.525	28.98	0.09	50.87				79.4770
Na K	1.041	1.67	0.18	2.04				2.4801
Mn K	5.894	51.10	1.99	26.12				108.0597
Bi M	2.419	9.84	0.97	1.32				14.1128
Total		100.00		100.00				

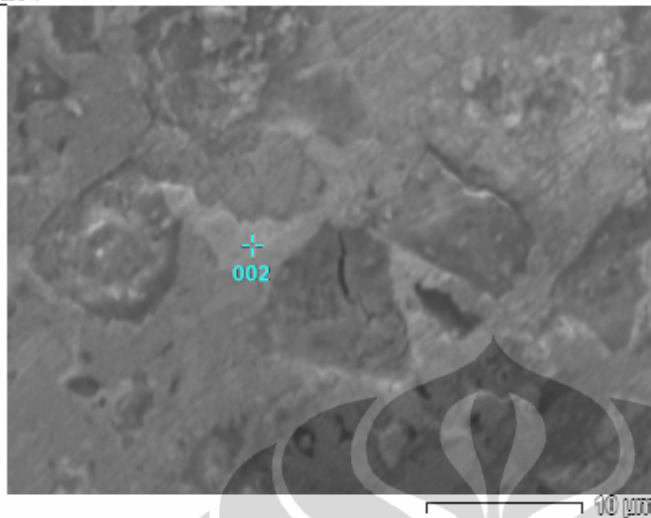
JED-2300 AnalysisStation

JEOL

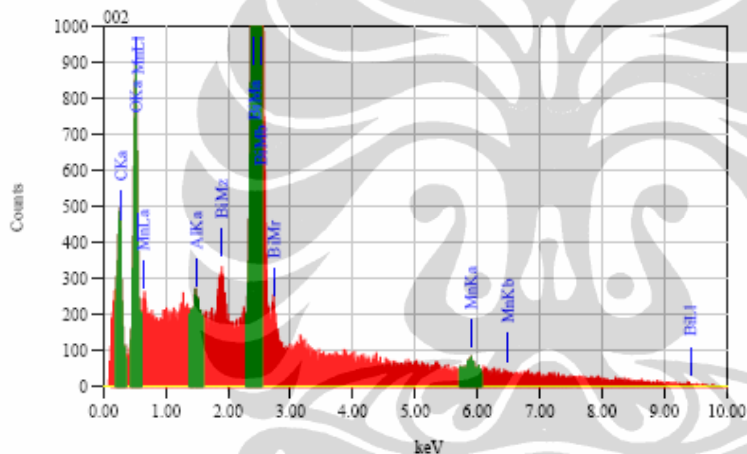
Lampiran 8: Analisis EDX sampel MA 64 jam sinter 215°C 2jam spot 2

BiMn64

1/1



Title	: IMG1
Instrument	: 6510(LA)
Volt	: 10.00 kV
Mag.	: x 3,000
Date	: 2009/05/14
Pixel	: 512 x 384



Acquisition Parameter	
Instrument	: 6510(LA)
Acc. Voltage	: 10.0 kV
Probe Current	: 1.00000 nA
PHA mode	: T4
Real Time	: 46.63 sec
Live Time	: 30.00 sec
Dead Time	: 35 %
Counting Rate	: 4275 cps
Energy Range	: 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.5767

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	Z
C K	0.277	3.80	0.07	26.83				4.8275
O K	0.525	5.94	0.12	31.45				19.9986
Al K	1.486	0.39	0.20	1.24				0.9467
Mn K	5.894	3.54	2.44	5.46				9.5827
Bi M	2.419	86.33	1.23	35.02				157.3478
Total		100.00		100.00				

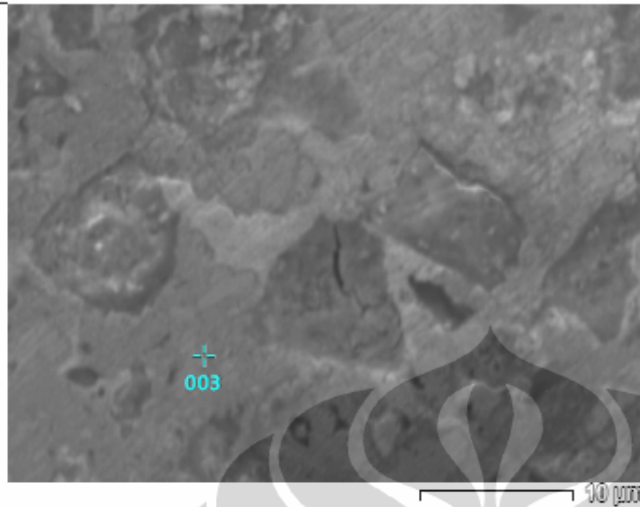
JED-2300 AnalysisStation

JEOL

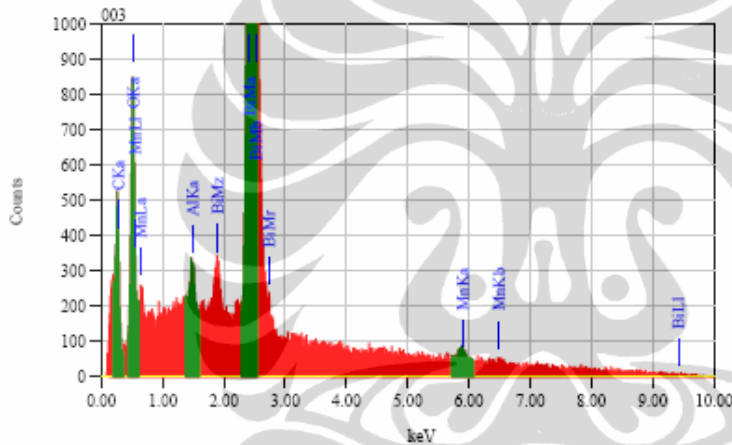
Lampiran 9: Analisis EDX sampel MA 64 jam sinter 215°C 2jam spot 3

BiMn64

1/1



Title	: IMG1
Instrument	: 6510 (IA)
Volt	: 10.00 kV
Mag.	: x 3,000
Date	: 2009/05/14
Pixel	: 512 x 384



Acquisition Parameter	
Instrument	: 6510 (IA)
Acc. Voltage	: 10.0 kV
Probe Current	: 1.00000 nA
PHA mode	: T4
Real Time	: 47.22 sec
Live Time	: 30.00 sec
Dead Time	: 36 %
Counting Rate	: 4360 cps
Energy Range	: 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.5834

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K*	0.277	4.30	0.07	29.18				5.4345
O K	0.525	5.81	0.12	29.60				19.4575
Al K	1.486	1.01	0.21	3.05				2.4290
Mn K	5.894	3.21	2.52	4.76				8.6936
Bi M	2.419	85.67	1.27	33.41				156.2843
Total		100.00		100.00				

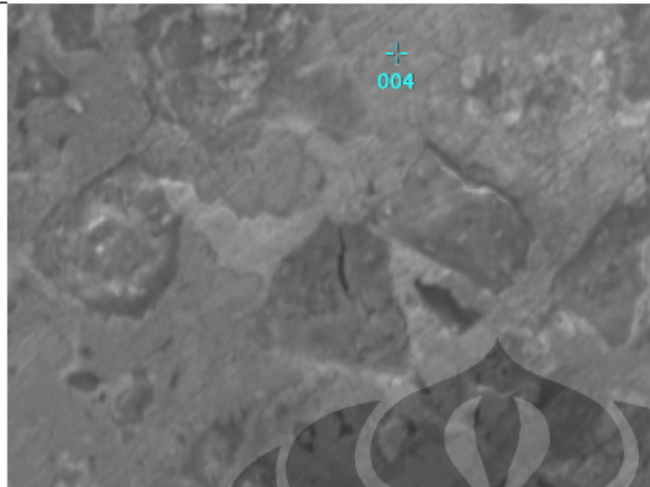
JED-2300 AnalysisStation

JEOL

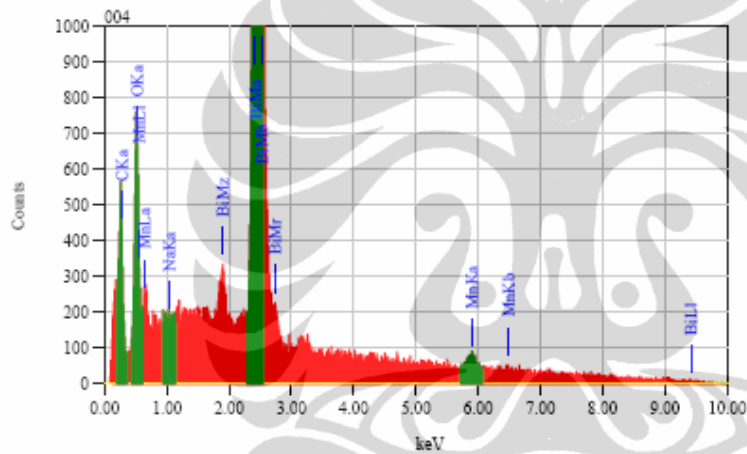
Lampiran 10: Analisis EDX sampel MA 64 jam sinter 215°C 2jam spot 4

BiMn64

1/1



Title : IMG1
 Instrument : 6510 (LA)
 Volt : 10.00 kV
 Mag. : x 3,000
 Date : 2009/05/14
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter
 Instrument : 6510 (LA)
 Acc. Voltage : 10.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 46.19 sec
 Live Time : 30.00 sec
 Dead Time : 34 %
 Counting Rate: 4167 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.5880

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	4.53	0.07	31.93				5.8832
O K	0.525	5.09	0.12	26.91				17.3166
Na K								
Mn K	5.894	4.02	2.44	6.20				11.0779
Bi M	2.419	86.35	1.23	34.96				160.1684
Total		100.00		100.00				

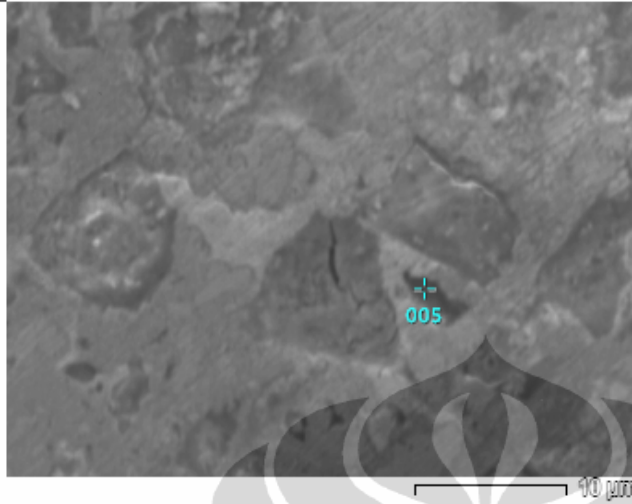
JED-2300 AnalysisStation

JEOL

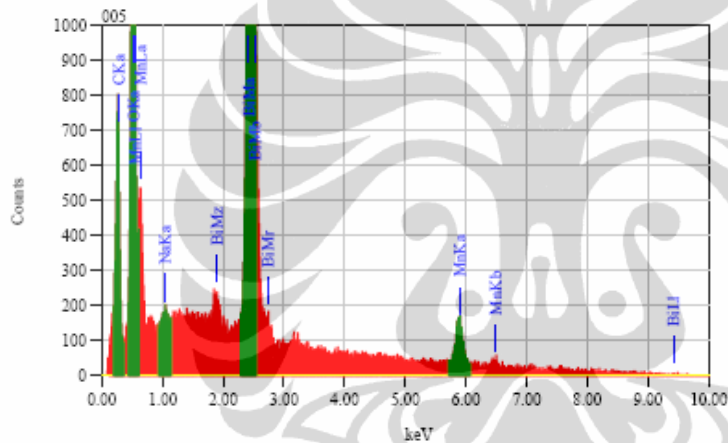
Lampiran 11: Analisis EDX sampel MA 64 jam sinter 215°C 2jam spot 5

BiMn64

1/1



Title : IMG1
 Instrument : 6510(LA)
 Volt : 10.00 kV
 Mag. : x 3,000
 Date : 2009/05/14
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter
 Instrument : 6510(LA)
 Acc. Voltage : 10.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 44.63 sec
 Live Time : 30.00 sec
 Dead Time : 32 %
 Counting Rate: 3894 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4347

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	8.11	0.06	28.80				9.2357
O K	0.525	17.64	0.10	47.02				50.6244
Na K	1.041	0.28	0.17	0.53				0.5064
Mn K	5.894	14.95	2.06	11.61				34.6130
Bi M	2.419	59.02	1.02	12.05				93.5918
Total		100.00		100.00				

JED-2300 AnalysisStation

JEOL

Lampiran 12:Kartu PDF Bismuth 05-0519

05-0519		Wavelength= 1.78897								
Bi	d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Bismuth	3.95	9	0	0	3	1.0247	3	1	3	4
	3.74	3	1	0	1	.99	1	3	1	5
	3.28	100	0	1	2	.9654	3	2	2	6
Bismuth, syn	2.37	40	1	0	4	.9709	2	0	4	2
Rad.: CuK α	λ : 1.5406	Filter: Ni	Beta	d-up:		2.273	41	1	1	0
						2.030	6	0	1	5
Cut off:	Int.: Diffract.	I/leor.:				1.976	3	0	0	6
Ref: Swanson, Fuyat, Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, III, 20 (1954)						1.970	10	1	1	3
						1.941	1	0	2	1
						1.888	23	2	0	2
						1.839	9	0	2	4
Sys.: Rhombohedral	S.G.: R $\bar{3}m$ (166)					1.556	6	1	0	7
a: 4.548	b:	c: 11.860	A:	C: 2.6089		1.515	2	2	0	5
α :	β :	γ :	Z: 6	mp:		1.491	13	1	1	6
Ref: Ibid.						1.443	16	1	2	2
						1.387	4	0	1	8
						1.330	11	2	1	4
						1.319	1	0	0	9
Dx: 9.809	Dm: 9.765	SS/POM: F $_{30}$ = 47(.0187 , 34)				1.312	6	3	0	0
						1.284	2	0	2	7
Color: Grayish white						1.281	2	1	2	5
Pattern taken at 25 C. Sample from Johnson Matthey Company, Ltd.						1.246	1	3	0	3
CAS #: 7440-89-9. Spectroscopic analysis: <0.001% Pb, Si, Cu, Fe, Al, Ca, Mg, Na. Opaque mineral optical data on specimen from unspecified locality, RIRX=86.7, Disp.=Std., VHN100=15-18, Ref.: IMA Commission on Ore Microscopy QDF. Measured density from Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., I 134. As type. Tetradymite group, arsenic subgroup. PSC: h52. To replace 1-688, 1-699, 2-491 and 2-518. Deleted by 44-1246, better intensities, 12/95. Mwt: 206.96. Volume[CD]: 212.28.						1.1843	2	2	0	8
						1.1399	4	1	1	9
						1.1366	4	2	2	0
						1.1179	2	2	1	7
						1.0932	4	3	0	6
						1.0738	5	3	1	2
						1.0501	2	1	2	8
						1.0399	2	0	1	11

ICDD . 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01

Lampiran 13:Kartu PDF Mangan 32-0637

32-0637		Wavelength= 1.78897 *								
α -Mn	d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Manganese	3.841	1	2	1	1	1.0223	1	6	6	2
	3.153	1	2	2	0	1.0091	1	7	5	2
	2.571	3	2	2	2					
	2.382	3	3	2	1					
	2.227	7	4	0	0					
Rad.: CuK α 1 λ : 1.540598 Filter: Mono d-sp:	2.101	100	3	3	0					
Cut off: Int.: Diffract. I/lor.:	1.899	25	3	3	2					
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 17, 50 (1980)	1.819	9	4	2	2					
	1.7475	14	5	1	0					
	1.6274	1	5	2	1					
	1.5286	1	5	3	0					
Sys.: Cubic S.G.: $\overline{Fm}3m$ (217)	1.4857	1	6	0	0					
a: 8.9121(4) b: c: A: C:	1.4460	1	6	1	1					
α : β : γ : Z: 58 mp:	1.4088	1	6	2	0					
Ref: Ibid.	1.3754	1	5	4	1					
	1.3435	2	6	2	2					
	1.3138	1	6	3	1					
	1.2864	4	4	4	4					
Dx: 7.475 Dm: SS/POM: $F_{30} = 66(.0118, 37)$	1.2605	7	5	5	0					
	1.2125	18	7	2	1					
Color: Gray metallic	1.1911	3	6	4	2					
Pattern at 25 C. The sample was obtained from Fisher Scientific Company, Fair Lawn, New Jersey, USA. CAS #: 7439-96-5. It was annealed in vacuum at 850 C for 4 hours. There are also α_1 and α_2 -Mn, the most probable transition temperatures being $\alpha_1 = \beta$ at 700 C; $\alpha_2 = \gamma$ at 1079 C; $\alpha_3 = \delta$ at 1143 C (Sully, 1965). α -Mn type. PSC: c156. To replace 1-1237 and 20-180. Mwt: 54.94. Volume[CD]: 707.85.	1.1701	2	7	3	0					
	1.1317	3	6	5	1					
	1.0969	2	7	4	1					
	1.0806	1	8	2	0					
	1.0652	1	6	5	3					
	1.0504	6	6	6	0					
	1.0361	1	7	5	0					


 1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
 PCPDFWIN v. 2.01

Lampiran 14:Kartu PDF Mn₂O₃ 73-1826

73-1826		Wavelength= 1.78897					C				
Mn ₂ O ₃		d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Manganese Oxide		5.4372	1	1	1	1	2.1066	7	2	0	4
		4.7116	11	0	0	2	2.1066	7	4	2	0
		4.7116	11	0	2	0	2.0552	1	1	4	2
		4.2096	1	0	2	1	2.0552	1	4	2	1
		4.2096	1	2	1	0	2.0076	91	3	2	3
		3.8447	173	1	2	1	2.0076	91	3	3	2
Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated		3.8447	173	2	1	1	1.9223	12	2	4	2
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/ICor.: 5.07		3.3296	1	2	0	2	1.9223	12	4	2	2
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)		3.3296	1	2	2	0	1.8827	2	3	0	4
Ref: Norrestam, R., Acta Chem. Scand., 21, 2871 (1967)		3.1385	4	2	1	2	1.8827	2	4	3	0
		3.1385	4	2	2	1	1.8466	106	3	4	1
Sys.: Orthorhombic S.G.: Pbcn (81)		2.7188	999*	2	2	2	1.8466	106	4	3	1
a: 9.4118(8) b: 9.4177(7) c: 9.4233(7) A: 0.9994 C: 1.0006		2.6130	1	0	2	3	1.8114	1	3	3	3
α: β: γ: Z: 16 mp:		2.6130	1	2	3	0	1.8114	1	5	1	1
Ref: Ibid.		2.5175	17	2	1	3	1.7483	1	3	4	2
		2.5175	17	3	2	1	1.7483	1	4	3	2
		2.3558	146	0	0	4	1.7195	21	1	5	2
		2.3558	146	4	0	0	1.7195	21	5	2	1
		2.2942	1	0	4	1	1.6848	293	4	0	4
		2.2942	1	4	1	0	1.6848	293	4	4	0
		2.2186	11	1	4	1	1.6399	2	4	1	4
		2.2186	11	4	1	1	1.6399	2	4	4	1
		2.1611	1	1	3	3	1.6151	16	3	4	3
		2.1611	1	3	3	1	1.6151	16	4	3	3

Peak height intensity, R-factor: 0.030. C.D. Cell: a=9.418, b=9.423, c=9.412, a/b=0.9994, c/b=0.9988, S.G.=Pbcn(81). PSC: oP80. Mwt: 157.87. Volume[CD]: 635.28.

d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
1.5921	1	1	5	3	1.1961	9	5	1	6
1.5921	1	5	3	1	1.1961	9	7	3	2
1.5996	4	0	6	0	1.1764	12	0	8	0
1.5996	4	6	0	0	1.1764	12	8	0	0
1.5482	1	0	6	1	1.1681	1	0	8	1
1.5482	1	6	1	0	1.1681	1	6	1	0
1.5277	28	1	6	1	1.1599	16	1	1	8
1.5277	28	6	1	1	1.1599	16	6	1	1
1.4891	9	0	6	2	1.1420	10	2	8	0
1.4891	9	6	2	0	1.1420	10	8	2	0
1.4707	2	2	6	1	1.1336	1	4	7	2
1.4707	2	6	1	2	1.1336	1	6	2	1
1.4526	54	4	5	1	1.1254	14	5	6	3
1.4526	54	5	4	1	1.1254	14	6	5	3
1.4358	1	3	5	3	1.1096	5	2	8	2
1.4358	1	5	3	3	1.1096	5	6	2	2
1.4203	132	2	2	6	1.1023	1	0	6	3
1.4203	132	6	2	2	1.1023	1	6	3	0
1.4040	1	4	2	5	1.0946	9	1	6	3
1.4040	1	4	5	2	1.0946	9	6	3	1
1.3879	35	6	1	3					
1.3879	35	6	3	1					
1.3593	28	4	4	4					
1.3454	1	2	6	3					
1.3454	1	6	3	2					
1.3317	6	4	5	3					
1.3317	6	5	4	3					
1.3194	1	1	1	7					
1.3194	1	5	1	5					
1.3179	1	5	5	1					
1.3179	1	7	1	1					
1.3082	10	4	0	6					
1.3082	10	6	4	0					
1.2929	1	2	7	0					
1.2929	1	7	0	2					
1.2815	17	2	7	1					
1.2815	17	7	1	2					
1.2563	8	4	6	2					
1.2563	8	6	2	4					
1.2472	1	5	4	4					
1.2472	1	7	2	2					
1.2262	1	3	5	5					
1.2262	1	5	5	3					
1.2053	1	6	4	3					
1.2053	1	6	5	0					

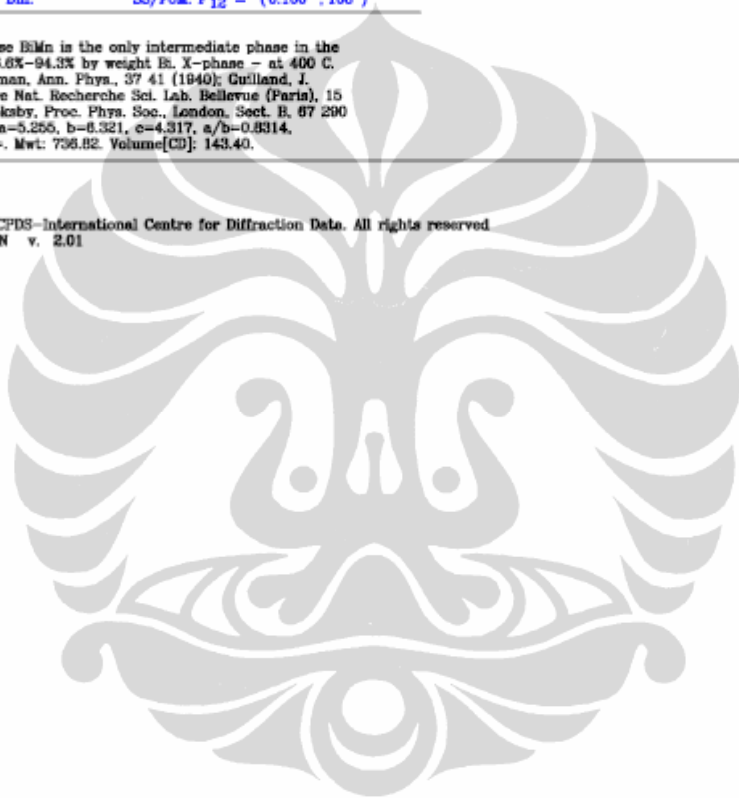
1998 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01

Lampiran 15:Kartu PDF Bi₃Mn₂ 15-0318

15-0318		Wavelength= 1.76897				0
Bi ₃ Mn ₂		d(A)	Int	h	k	l
Bismuth Manganese		3.18	100	0	0	2
		2.18	70	2	0	0
		1.78	70	1	1	3
		1.75	50	0	3	0
		1.51	20	2	0	3
		1.38	70	2	3	0
		1.275	50	2	0	4
		1.24	50	2	1	4
		1.21	30	0	4	2
		1.16	60	3	1	3
		1.14	30	0	2	5
		1.01	85	0	4	4
Sys: Orthorhombic	S.G.:					
a: 4.317	b: 5.255	c: 6.321	A: 0.8215	C: 1.2029		
α:	β:	γ:	Z:	mp:		
Ref: Ibid.						
Dx:	Dm:	SS/PCM: F ₁₂ = (0.100 , 108)				
<p>O assigned because BiMn is the only intermediate phase in the Bi-Mn system. 76.6%-94.3% by weight Bi. X-phase - at 400 C. References: Thielman, Ann. Phys., 37 41 (1940); Guiland, J. Recherches Centre Nat. Recherche Sci. Lab. Bellevue (Paris), 15 (1947); Willis, Rookaby, Proc. Phys. Soc., London, Sect. B, 67 290 (1954). C.D. Cell: a=5.255, b=6.321, c=4.317, a/b=0.8314, c/b=0.6830, S.G.=, Mwt: 756.82. Volume[CD]: 143.40.</p>						



© 1996 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.
PCPDFWIN v. 2.01



Lampiran 16:Kartu PDF Bi₂Mn 04-0725

04-0725		Wavelength= 1.78897				
Bi ₂ Mn		d(A)	Int	h	k	l
Bismuth Manganese		2.89	100	0	0	2
		2.55	50	2	0	1
		2.06	50	2	2	0
		1.75	70	3	1	1
		1.46	50	4	0	0
		1.13	100	4	0	3
		1.03	100			
Rad.: FeK α	λ : 1.9373	Filter:	d-sp:			
Cut off:	Int.: Estimation	I/lor.:				
Ref: Furst, Halla, Z. Phys. Chem., 40, 265 (1936)						
Sys.: Tetragonal		S.G.:				
a: 5.845	b:	c: 5.361	A:	C: 0.9172		
α :	β :	γ :	Z:	mp:		
Ref: Ibid.						
Dx:	Dm:	SS/POM: $F_6 = (0.174, 56)$				
Mwt: 472.90. Volume[CD]: 163.15.						



© 1996 ICDD—International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01

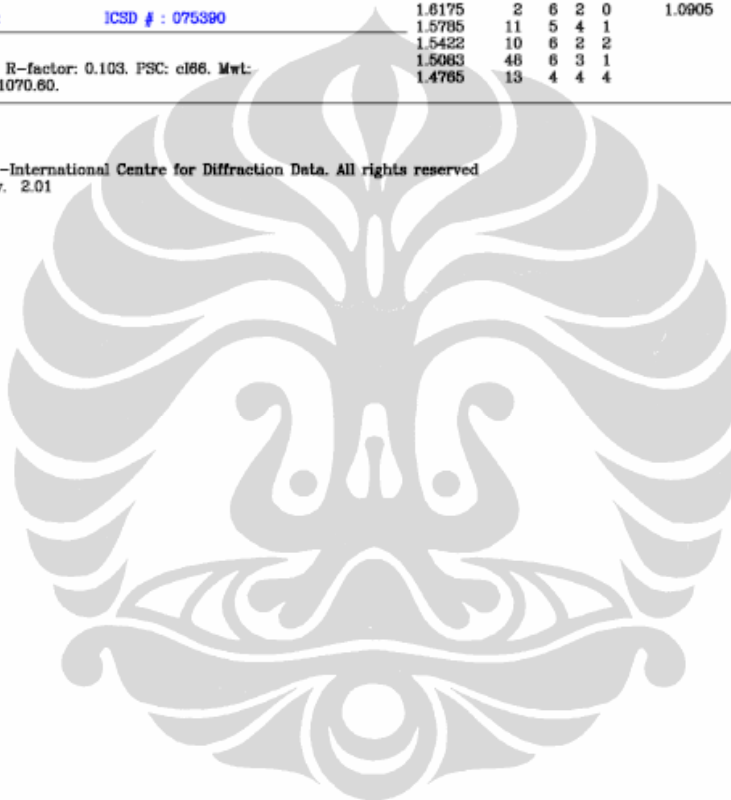


Lampiran 17:Kartu PDF Bi₂₄Mn₂O₄₀ 82-1315

82-1315		Wavelength= 1.78897						C			
Bi ₂₄ Mn ₂ O ₄₀		d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Bismuth Manganese Oxide											
		7.2397	15	1	1	0	1.4467	20	7	1	0
		5.115	35	2	0	0	1.4196	7	0	4	6
		4.1763	26	2	1	1	1.3921	13	7	2	1
		3.6168	246	2	2	0	1.3670	5	2	4	6
Rad.: CuKα ₁ λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated		3.2350	999*	3	1	0	1.3432	4	0	3	7
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/loor.: 9.36		2.9531	230	2	2	2	1.2992	6	7	3	2
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)		2.7340	316	3	2	1	1.2787	2	6	0	0
Ref: Rangavittal, N., Guru Row, T.N., Rao, C.N.R., Eur. J. Solid State Inorg. Chem., 31, 409 (1994)		2.5575	21	4	0	0	1.2592	7	1	4	7
		2.4112	65	4	1	1	1.2405	3	6	2	0
		2.2875	67	0	2	4	1.2227	20	3	5	6
Sys.: Cubic S.G.: I23 (197)		2.1810	58	3	3	2	1.2056	28	6	2	2
a: 10.23(7) b: c: A: C:		2.0881	34	4	2	2	1.1892	18	1	3	8
α: β: γ: Z: 1 mp:		2.0062	72	1	3	4	1.1734	1	6	6	2
Ref: Ibid.		1.8877	29	5	2	1	1.1583	5	7	5	2
		1.8084	2	4	4	0	1.1437	2	8	4	0
		1.7544	206	0	3	5	1.1297	6	9	1	0
		1.7050	95	6	0	0	1.1161	5	8	4	2
		1.6595	77	6	1	1	1.1031	7	9	2	1
Dx: 8.942 Dm: ICSD #: 075390		1.6175	2	6	2	0	1.0905	1	6	6	4
		1.5785	11	5	4	1					
		1.5422	10	6	2	2					
Peak height intensity. R-factor: 0.103. PSC: c166. Mwt: 5785.38. Volume[CD]: 1070.60.		1.5083	48	6	3	1					
		1.4765	13	4	4	4					



© 1996 ICDD - International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.01



Lampiran 18:Kartu PDF MnBi 01-072-5603

名前及び化学式

ファイルコード: 01-072-5603
 PDFファイル名: Bismuth Manganese
 登録別: BiMn
 化学式: BiMn

Triaxial

優先プロセス: Calculated from ICSD using POWD-12
 構造: Chen Yu, J. Appl. Phys., 45, 2358,

結晶構造パラメータ

結晶系: 六方晶系
 空間群: P63/mmc
 空間群No.: 194
 a (Å): 4.2850
 b (Å): 4.2850
 c (Å): 6.1130
 Alpha (°): 90.0000
 Beta (°): 90.0000
 Gamma (°): 120.0000
 単位胞の体積 (10⁶ Å³): 97.20
 Z: 2.00
 RIR: 14.41

No.	h	k	l	d (Å)	2Theta(deg)	I (%)
1	1	0	0	3.71090	23.961	100.0
2	1	0	1	3.17220	28.107	11.2
3	0	0	2	3.05850	29.194	13.3
4	1	0	2	2.35930	38.112	93.3
5	1	1	0	2.14250	42.143	42.6
6	2	0	0	1.85550	49.057	11.8
7	1	0	3	1.78610	51.097	1.5
8	2	0	1	1.77550	51.424	1.5
9	1	1	2	1.75440	52.089	13.7
10	2	0	2	1.58610	58.111	22.2
11	0	0	4	1.52820	60.538	3.9
12	1	0	4	1.41310	66.065	8.2
13	2	1	0	1.40260	66.624	8.0
14	2	0	3	1.37190	68.317	0.5
15	2	1	1	1.36710	68.590	1.0
16	2	1	2	1.27480	74.350	17.6
17	1	1	4	1.24420	76.503	9.7
18	3	0	0	1.23700	77.030	4.9
19	2	0	4	1.17960	81.539	3.9
20	1	0	5	1.16120	83.114	0.2
21	2	1	3	1.15540	83.625	0.4
22	3	0	2	1.14660	84.414	2.6
23	2	2	0	1.07120	91.960	2.6
24	2	1	4	1.03340	96.388	4.7
25	3	1	0	1.02920	96.912	2.5
26	2	0	5	1.02090	97.969	0.1
27	0	0	6	1.01880	98.241	0.3
28	3	1	1	1.01490	98.751	0.3
29	2	2	2	1.01100	99.267	1.6
30	1	0	6	0.98250	103.260	3.1
31	3	1	2	0.97540	104.320	6.1
32	3	0	4	0.96150	106.479	3.6
33	4	0	0	0.92770	112.266	0.8
34	2	1	5	0.92160	113.405	0.2
35	1	1	6	0.92010	113.689	1.3
36	3	1	3	0.91870	113.957	0.3
37	4	0	1	0.91720	114.246	0.7
38	2	0	6	0.89310	119.197	2.5
39	4	0	2	0.88770	120.396	2.5
40	2	2	4	0.87720	122.836	2.9
41	3	1	4	0.85370	128.926	2.9
42	3	2	0	0.85130	129.607	2.6
43	1	0	7	0.85010	129.951	0.2
44	4	0	3	0.84430	131.665	0.1
45	3	2	1	0.84320	131.999	0.1
46	2	1	6	0.82430	138.292	4.3

サブタイプ及び対称性の設定

設定: Alternate Pattern
 サブタイプ: Inorganic
 Alloy, metal or intermetallic
 ICSD Pattern
 ノット (S)

コメント

NO. Formula from original source: Bi Mn.
 Powder Diffraction.
 GS905.
 At least one temperature factor missing in the paper.
 The coordinates are those given in the paper but the
 atomic distances do not agree with those calculated
 during testing. The coordinates are probably correct.
 Minor Warning: No R factors reported/abstracted. Minor
 test comments from ICSD exist. Significant Warning: ICSD
 Warning on inter-atomic distances exist.

47	3	2	2	0.82010	139.861	4.3
48	4	1	0	0.80980	144.062	2.6

ラインパターン

