



UNIVERSITAS INDONESIA

**KINETIKA PERTUMBUHAN KRISTAL DAN
KARAKTERISTIK SERAPAN GELOMBANG MIKRO
MATERIAL LSMO DI SUBSTITUSI Fe-Ti MELALUI
PROSES PEMADUAN MEKANIK**

SKRIPSI

**NASTITI ELWINDARI
0806399155**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FISIKA
PEMINATAN FISIKA MATERIAL
DEPOK
2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**KINETIKA PERTUMBUHAN KRISTAL DAN
KARAKTERISTIK SERAPAN GELOMBANG MIKRO
MATERIAL LSMO DI SUBSTITUSI Fe-Ti MELALUI
PROSES PEMADUAN MEKANIK**

SKRIPSI

Diajukan sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains

**NASTITI ELWINDARI
0806399155**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FISIKA
PEMINATAN FISIKA MATERIAL
DEPOK
2012**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Nastiti Elwindari

NPM : 0806399155

Tanda Tangan : 

Tanggal : 5 Juni 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Nama Mahasiswa : Nastiti Elwindari
NPM : 0806399155
Departemen : Fisika
Peminatan : Fisika Material
Tanggal Sidang : 5 Juni 2012
Judul Skripsi : Kinetika Pertumbuhan Kristal dan Karakteristik Serapan Gelombang Mikro Material LSMO disubstitusi Fe-Ti Melalui Proses Paduan Mekanik.

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi S1 Fisika, Fakultas Material dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Azwar Manaf, M.Met (.....)

Penguji I : Dr. Suhardjo Poertadji (.....)

Penguji II : Dr. Muhammad Hikam (.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 5 Juni 2012

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT, yang selalu memberikan anugrah kepada penulis, memberikan kesehatan, dan telah menuntun penulis dalam menyelesaikan skripsi ini dengan baik.

Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Jurusan Fisika pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

Penulis menyadari bahwa, selesainya skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, bimbingan, dorongan dan doa yang tulus dari banyak pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini. Tanpa itu semua sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Untuk itu penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang setulus - tulusnya kepada

1. Dr. Azwar Manaf M.Met selaku pembimbing dan ketua peminatan Fisika Material yang telah bersedia meluangkan waktu untuk memberikan pengarahan, diskusi dan bimbingan serta pengalaman dan ilmu berharga yang ternyata banyak belum penulis ketahui.
2. Dr. Suhardjo Poertadji dan Dr. Muhammad Hikam selaku penguji yang telah berkenaan memberikan waktu dan kesempatan untuk berdiskusi mengenai hasil penelitian.
3. Seluruh dosen dan civitas akademika Fisika Universitas Indonesia atas segala ilmu dan bantuan teknis selama perkuliahan. Terutama kepada bapak Dr. Santoso Soekirno selaku Ketua Departemen Fisika dan Mba Ratna yang selalu sabar mengurus segala administrasi.
4. Terkhusus untuk kedua orang tua penulis, ayahku Drs. Aas Kasimin BS dan mamaku tercinta Kunti Ambarwati yang telah mendidiku dengan sangat istimewa. Terima kasih atas kepercayaan dan doa tiada henti yang kalian berikan. Dorongan semangat dari masku Hinggar Eko Chalfidin S.E, dan dedeku Satriyo Widodo yang selalu mendukung dan memotivasi penulis.
5. Kepada sahabat terbaik Nurul Meirama atas energi positifnya dan kegokilannya menularkan ide-ide cemerlang. Penghuni Lab. Preparasi

Material: Adam, Hinu, Seto, Maryam, Doni, Niken dan teman seperjuangan lainnya yang selalu meramaikan *basecamp* kita. Juga, teman-teman material 2007, 2008, dan 2009 yang banyak membantu penulis dalam menyelesaikan tugas akhir ini.

6. Teruntuk para tetinggi Pak Maykel, Pak Rahmat, Pak Novizal, Pak Veki dan Bu Qodri yang banyak membantu penulis dalam tahap preparasi material, karakterisasi material, dan dalam diskusi pembelajaran software material. Tak lupa dengan Pak Parno yang telah banyak membantu penulis mengerjakan preparasi sampel material, terima kasih atas segala waktunya.
7. Sahabat @density_ui, terkhusus kepada para manager Density Puji Rahayu Bio'08 dan Mia Azamia kim'08 yang telah berbagi cerita suka maupun duka yang menjadi pelajaran segala macam bentuk permasalahan yang gado-gado, terima kasih atas tawa canda dan semangat positifnya.
8. Genk Kalap! : Sarashanti, Rizka Yeyey, Mak Yuyun, Aida, Tika Galak, dan Meri Sipit yang selalu kasih support dan kejeniusannya dikala galau datang menyerang.
9. Terima kasih kepada sahabat PPI Kota Depok yang selalu memberikan keceriaan, aura kebahagiaan, dan aura kelatahan yang sukses membuat perut dan rahang ini sakit .
10. Terima kasih untuk semua pribadi yang secara sadar ataupun tidak, telah menjadi guru dalam kehidupan penulis. Semoga Allah membalas amal baik kalian.

Semoga skripsi ini dapat berguna bagi siapa saja yang mengkajinya, serta dapat dikembangkan dan disempurnakan agar lebih bermanfaat untuk kepentingan orang banyak.

Depok, Juni 2012

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

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

Nama : Nastiti Elwindari
NPM : 0806399155
Program Studi : Fisika Material S1
Departemen : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

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

**Kinetika Pertumbuhan Kristal dan Karakteristik Serapan Gelombang Mikro
Material LSMO di substitusi Fe-Ti Melalui Proses Pemaduan Mekanik**

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 memublikasikan 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 : Depok

Pada tanggal : Juni 2012

Yang menyatakan



(Nastiti Elwindari)

Nama : Nastiti Elwindari
Program Studi : S1 Fisika
Judul : Kinetika Pertumbuhan Kristal dan Karakteristik Serapan Gelombang Mikro Material LSMO di substitusi Fe-Ti Melalui Proses Pemaduan Mekanik

ABSTRAK

Penelitian ini membahas kinetika pertumbuhan kristal dan karakterisasi material penyerap gelombang mikro berbahan dasar LSMO di substitusi Fe-Ti dengan formula $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$. Preparasi material menggunakan metode paduan mekanik selama 10 jam, kemudian diberikan variasi waktu 0, 1, 5 dan 24 jam pada temperatur 1000°C, 1100°C dan 1300°C. Pengujian XRD sebelum proses sintering dan sesudah sintering yang menunjukkan hasil bahwa sintesa bahan atau paduan $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ memiliki fasa tunggal (*single phase*) dengan struktur kristal orthorombik dengan parameter kisi $a=7.7 \text{ \AA}$; $b=5.5 \text{ \AA}$; $c=5.4 \text{ \AA}$. Berdasarkan hasil pengukuran ukuran kristal rata-rata melalui metode Debye-Scherrer, kinetika pertumbuhan kristal rata-rata mengikuti persamaan Avrami dengan nilai energi aktivasi sebesar $Q=21.29 \text{ kJ/mol.K}$. Karakteristik nilai serapan gelombang mikro pada frekuensi 8–15 GHz dianalisa menggunakan *Vector Network Analyzer* (VNA). Karakterisasi kurva reflektansi loss sampel material T1300-24jam memberikan nilai intensitas yang paling optimal yaitu sebesar -3.58 dB atau 34% frekuensi serapan pada frekuensi optimal 12.5 GHz, dan lebar pita penyerapan sebesar 3 GHz.

Kata kunci : *mechanical alloying; LSMO; EM; Debye scherrer; crystallite size; reflection loss*

xiii+68 halaman : 44 gambar, 14 tabel

Daftar Pustaka : 30 (1940-2010)

Name : Nastiti Elwindari
Study Program : Bachelor Degree of Physics
Title : Crystallite Growth Kinetic and Microwave Absorbption
Characteristic of Fe-Ti Ions Substituted LSMO Based
Materials by Mechanical Alloying

ABSTRACT

The kinetics of crystallite growth and microwave characteristics for Fe-Ti substituted LSMO with $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ composition was investigated. Material preparation was carried out by means of mechanical alloying process for 10 hours milling times. The powders which prepared from mechanically milled material were sintered at temperatures 1000°C, 1100°C dan 1300°C respectively for 0, 1, 5 and 24 hours time sintering time. The XRD traces for sintered materials confirmed that the $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ is a single phase material with a orthomobic crystal structure $a=7.7 \text{ \AA}$; $b=5.5 \text{ \AA}$; $c=5.4 \text{ \AA}$. Referring to mean crystallite size evaluation which employing Debye Scherrer method. It was found that the kinetics of mean crystallite growth followed the Avrami equation with an activation energy for crystallite growth $Q=21.29 \text{ kJ/mol.K}$. In addition to crystallite growth kinetics the absorbption characteristics of material was evaluated by a Vector Network Analyzer (VNA) in the electromagnetic frequency range 8-15GHz. The best absorbption characteristics was found in the sample code T1300-24h. This follows that the reflection loss of -3.58 dB or 34% was absorb occurred at frequency 12.5 GHz was the bandwidth 3GHz.

Keywords : mechanical alloying; LSMO; EM; Debye scherrer; crystallite size; reflection loss

xiii+68 pages : 44 pictures, 14 tables

Bibliography : 30 (1940-2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
<i>ABSTRACT</i>	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
1. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Batasan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Metodologi Penelitian	4
1.5. Sistematika Penelitian	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Material LSMO	6
2.1.1. Sejarah Perkembangan Penelitian Kinetika Pertumbuhan Kristal dan Material LSMO.....	8
2.1.2. Substitusi Atom pada Material LSMFTO	10
2.2. Kristal	11
2.2.1. Metode XRD untuk Penentuan Ukuran Kristal Rata-rata.....	11
2.2.2. Proses Pertumbuhan Kristal	14
2.2.3. Efek Perlakuan Panas (<i>Heat Treatment</i>) Terhadap Pertumbuhan Kristal	17
2.2.4. Kinetika Kristalisasi	19
2.3. Absorpsi	23
3. METODE PENELITIAN	26
3.1. Diagram Alir Penelitian	26

3.2. Material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$	27
3.2.1. Perhitungan Stoikiometri	27
3.2.2. Penggerusan atau <i>Milling</i>	29
3.2.3. Pencetakan atau <i>Compacting</i>	30
3.3. Proses Perlakuan Panas	31
3.4. Karakterisasi	32
3.4.1. XRD (<i>X-Ray Diffractometer</i>)	33
3.4.2. SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>)	34
3.4.3. VNA (<i>Vector Network Analyzer</i>)	36
3.5. Bentuk Sampel	37
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	38
4.1. Analisis Struktur Kristal	38
4.2. Analisis Parameter Kisi	44
4.3. Analisis Ukuran Kristal dan Regangan Kisi	46
4.4. Pengaruh Temperatur Terhadap Pertumbuhan Kristal	50
4.5. Penentuan Persamaan Kinetika Pertumbuhan Ukuran Kristal Rata-rata	51
4.6. Hasil Foto Mikro	59
4.7. Karakterisasi Sifat Absorpsi Material	61
5. KESIMPULAN	67
5.1. Kesimpulan	67
5.2. Saran	67
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sejarah perkembangan penelitian kinetika pertumbuhan kristal dan material LSMO	8
Tabel 2.2 Kisi Bravais dalam 3 dimensi	12
Tabel 2.3 Nilai Reflektansi Loss	24
Tabel 3.1 Nama bahan, rumus kimia, massa material, merek dagang, dan kemurnian bahan penyusun material LSMO	28
Tabel 4.1 Tabel identifikasi puncak difraksi material.....	40
Tabel 4.2 Hasil run listview dan parameter kisi EXPGUI GSAS profil difraksi sinar-x material sampel LSMFTO.....	44
Tabel 4.3 Identifikasi parameter kisi EXPGUI GSAS profil difraksi sinar x material sampel LSMFTO	45
Tabel 4.4 Ukuran Kristal dan regangan kisi kristal dari hasil plot persamaan $\sin\theta$ vs $\beta\cos\theta$	47
Tabel 4.5 Data bidang refleksi (hkl) material LSMFTO	49
Tabel 4.6 Nilai Ukuran Kristal dari 3 bidang (hkl).....	49
Tabel 4.7 Nilai parameter relaksasi Y	56
Tabel 4.8 Nilai laju konstan k dan orde n	57
Tabel 4.9 Data penyerapan gelombang mikro material LSMO pada berbagai macam variasi temperatur dan waktu sintering	64
Tabel 4.10 Sampel material uji terhadap nilai RL	65

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur material perovskite Manganite LaMnO_3	7
Gambar 2.2 Diagram fasa magnetik LaMnO_3 dengan substitusi atom Sr	10
Gambar 2.3 Perubahan nilai resistivitas dan transisi temperatur ferromagnetik material LaMnO_3 yang disubstitusi atom Sr sebesar x%	11
Gambar 2.4 Efek ukuran kristal pada kurva difraksi	12
Gambar 2.5 Grafik hubungan antara ukuran kristal dan mikro strain	14
Gambar 2.6 Pertumbuhan grain	15
Gambar 2.7 Perubahan mikrostruktur CsI <i>hot pressed</i> pada tekanan 103 MPa ...	16
Gambar 2.8 Pergerakan pertumbuhan grain kristal	17
Gambar 2.9 Grafik Pertumbuhan Ukuran Kristal pada Temperatur 350°C.....	20
Gambar 2.10 Plot grafik $\ln \ln 1/(1-Y)$ vs $\ln t$	22
Gambar 2.11 Kurva frekuensi vs reflektansi loss dengan komposisi yang berbeda	24
Gambar 2.12 Analogi gelombang cahaya untuk karakteristik perangkat frekuensi tinggi	25
Gambar 3.1 Diagram alur penelitian.....	26
Gambar 3.2 Timbangan yang digunakan ANDGR-202	28
Gambar 3.3 Ilustrasi proses milling preparasi sampel material.....	29
Gambar 3.4 Planetary ball milling Intel System.....	30
Gambar 3.5 Kompaksi material	30
Gambar 3.6 Alat kompaksi hidrolis.....	31
Gambar 3.7 Kurva proses pemanasan furnace.....	32
Gambar 3.8 Alat sinter furnace Thermolyne	32
Gambar 3.9 Alat uji XRD Philips PW2256~20.....	34
Gambar 3.10 Diagram alur proses etsa material	35
Gambar 3.11 Sonikator dan <i>Fine Coater</i>	35
Gambar 3.12 Alat uji SEM JEOL JSM-5310LV	36
Gambar 3.13 <i>Waveguide</i> dan VNA.....	37
Gambar 3.14 Bentuk sampel material LSMFTO	37
Gambar 4.1 Grafik Hasil XRD material penyusun LSMFTO	38

Gambar 4.2 Grafik XRD material LSMFTO milling 10 jam	39
Gambar 4.3 Grafik match XRD fasa material sampel LSMFTO pada temperatur 1300°C selama 1 jam dengan fasa LaMnO ₃	40
Gambar 4.4 Grafik 2θ vs Intensitas sampel material pada berbagai variasi waktu Temperatur 1000°C	42
Gambar 4.5 Grafik 2θ vs Intensitas sampel material pada berbagai variasi Temperatur 1100°C	42
Gambar 4.6 Grafik 2θ vs Intensitas sampel material pada berbagai variasi Temperatur 1300°C	43
Gambar 4.7 Grafik 2θ vs Intensitas sampel material pada sudut 68°-71°	43
Gambar 4.8 Grafik 3 puncak pengukuran FWHM	46
Gambar 4.9 Plot grafik sinθ vs βcosθ pada 3 puncak (hkl) sampel material temperatur 1100°C waktu 0 jam sintering	47
Gambar 4.10 Grafik pengaruh temperatur terhadap pertumbuhan ukuran kristal	49
Gambar 4.11 Grafik pengaruh waktu pemanasan terhadap pertumbuhan ukuran kristal.....	51
Gambar 4.12 Grafik ln∂D/∂t terhadap ln D	53
Gambar 4.13 Plot nilai teoritis dan nilai eksperimen.....	54
Gambar 4.14 Grafik ln t vs ln [1/(1-Y)].....	56
Gambar 4.15 Grafik 1/T vs ln k	57
Gambar 4.16 Kurva S yang dibentuk material LSMFTO	59
Gambar 4.17 Foto SEM permukaan sampel LSMFTO pada variasi waktu sintering.....	59
Gambar 4.18 Kurva penyerapan gelombang elektromagnetik material sampel LSMFTO.....	61



After a certain high level of technical skill is achieved, science and art tend to coalesce in esthetics, plasticity, and form. The greatest scientists are artists as well.

(Albert Einstein)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pada beberapa tahun belakangan ini permasalahan gangguan elektromagnetik sering kali terjadi seiring dengan perkembangan bisnis alat telekomunikasi, diantaranya telepon genggam dan sistem radar yang memanfaatkan material penyerap gelombang elektromagnetik yang memiliki jangkauan frekuensi yang luas, daya absorpsi yang kuat serta berat jenis yang ringan (Cheng *dkk.*,2010). Penyerapan gelombang mikro dapat dimanfaatkan sebagai lapisan luar permukaan pesawat tempur militer dan kendaraan penting lainnya dalam hal mengembangkan lapisan penyerap gelombang super tipis dengan hasil serapan yang sempurna. Maka, dibutuhkan material penyerap gelombang elektromagnetik yang berfungsi sebagai filter dari banyak radiasi gelombang. Pada aplikasi militer, material penyerap gelombang dapat diaplikasikan untuk menghindari serangan militer dari deteksi gelombang radar. Sebagai aplikasi dari material penyerap gelombang pada skala besar, dibutuhkan bahan penyerap gelombang super tipis yang memiliki kemampuan penyerapan yang luar biasa.

Kemampuan penyerapan gelombang elektromagnetik bisa didapatkan apabila suatu bahan memiliki *reflection loss* yang cukup besar. *Reflection loss* timbul karena bahan memiliki pengaruh *electric loss* dan *magnetic loss* dari permeabilitas dan permitivitas imajiner yang besar. Kelebihan material magnetik yaitu memiliki nilai saturasi magnet yang besar untuk memperlebar pita frekuensi penyerapan (Sjoberg & Ramprecht, 2007). Sehingga gelombang elektromagnetik yang diserap memiliki rentang frekuensi yang lebih lebar.

Contoh lain aplikasi dari penyerapan gelombang elektromagnetik yaitu sebagai media penyimpanan data seperti *high capacity magnetic storage*. *Magnetic storage* ialah suatu media penyimpanan data dalam medium yang

termagnetisasi. Pada tahun 2007, *magnetic storage* (terutama *harddisk* sebagai media penyimpanan data dalam komputer) banyak digunakan untuk menyimpan data dalam komputer seperti sinyal audio dan video. Tidak hanya itu, LaMnO_3 juga mempunyai aplikasi yang lain di bidang sel bahan bakar oksida padat (solid oxide *fuel cells* atau SOFC) sebagai material katoda (Lai *dkk.*, 2003).. Teknologi fuel cell atau sel bahan bakar ini berkembang pesat dalam beberapa tahun belakangan ini. Selain karena memiliki efisiensi yang tinggi, teknologi ini juga berfungsi sebagai sumber energi di masa depan. Material manganit ini sangat menjanjikan, terutama pada material manganit yang didoping dengan Sr atau Ca, contohnya: LaCaMnO_3 dan LaSrMnO_3 .

Senyawa $(\text{LaSr})\text{MnO}_3$ atau LSMO merupakan material ferroelektrik yang termasuk kedalam jenis manganese perovskite. LSMO adalah struktur kristal memiliki bentuk umum ABO_3 dengan A merupakan atom lantanum dan B merupakan atom mangan yang menunjukkan bahwa struktur tersebut disusun oleh atom lantanum manganite dan atom oksigen. Bahan perovskite ini memiliki sifat colossal magnetoresistance (CMR) yaitu perubahan resistivitas ketika diberikan medan magnet eksternal (Motome *dkk.*, 2004). Optimalisasi variasi terhadap sampel dibutuhkan untuk mendapatkan sifat CMR yang unggul dengan nilai resistivitas, impedansi, permeabilitas, permitivitas, dan reflektansi loss yang besar. Sifat material ini kemudian dikembangkan dengan ditemukannya sifat-sifat lain yang menarik dari bahan LSMO yaitu sifat thermal, listrik, magnetik dan optis.

Pemilihan material $(\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5})\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ dipilih dengan asumsi bahwa material LSMO yang di substitusi dengan Fe-Ti masing-masing 0.1 at% pada Mn dapat meningkatkan sifat kemagnetan dan nilai resistivitas bahan, disamping itu, nilai impedansi karakteristik merupakan suatu konsekuensi dari permeabilitas relatif (μ_r) dan permeativitas relatif (ε_r) yang mempunyai nilai kompleks pada suatu bahan. Maka kita memerlukan bahan yang memiliki μ_r dan ε_r yang cocok dengan μ dan ε udara atau vakum agar terjadi resonansi impedansi sehingga dihasilkan reflektansi loss yang cukup besar.

Fokus penelitian ini adalah mempelajari kinetika pertumbuhan kristal untuk melihat pengaruh mikrostruktur terhadap nilai absorbsi gelombang mikro. Variasi temperatur dan lama waktu *sintering* pada bahan $(\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5})\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ kemudian dianalisis untuk menentukan persamaan kinetika pertumbuhan kristal material tersebut.

1.2 Batasan Masalah

Dalam penelitian ini penulis menggunakan material LaMnO_3 yang disubstitusi Fe-Ti dengan komposisi bahan yaitu $(\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5})\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ di milling selama 10 jam dengan kecepatan 200 rpm dalam rentang waktu 30 menit dengan jeda waktu 5 menit antara 30 menit pertama dan 30 menit selanjutnya.

Penulis mempelajari struktur mikro bahan melalui *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM). XRD digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal yang terbentuk, parameter kisi dan ukuran kristal (*crystallite size*) material, sedangkan untuk ukuran grain dikonfirmasi melalui pengukuran SEM. Pengukuran dengan menggunakan *Vector Network Analyzer* (VNA) berguna untuk mengukur sifat absorpsi material dan serapan gelombang elektromagnetik. Variasi ukuran grain didapatkan melalui variasi temperatur dan lama waktu sintering.

Penentuan persamaan kinetika pertumbuhan Kristal dibatasi dengan metode *mechanical alloying* dengan analisis menggunakan *software* APD, Pcpdfwin, Match dan EXPGUI-GSAS untuk dua model kinetik yang berbeda.

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini yaitu:

1. Mempelajari pengaruh substitusi Sr, Fe, dan Ti pada material LaMnO_3
2. Mempelajari pengaruh perubahan temperatur sintering terhadap ukuran partikel dan ukuran kristal.
3. Menentukan persamaan kinetika pertumbuhan kristal.

4. Mempelajari sifat magnetik dan absorpsi serta mengetahui nilai reflektansi loss material.

1.4 Metodologi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan studi eksperimental dan literatur mengenai nilai parameter apa saja yang mempengaruhi karakteristik ukuran kristal dan partikel serta sifat material LSMO yang di substitusi Fe-Ti.

Untuk mendapatkan hasil yang diinginkan sesuai dengan tujuan penelitian, adapun langkah-langkah yang digunakan sebagai berikut:

1. Mengidentifikasi dan menentukan permasalahan yang akan dibahas serta menentukan tujuan penelitian.
2. Melakukan studi literatur dengan mengumpulkan referensi atau daftar pustaka seperti buku-buku, artikel, dan jurnal yang terkait dengan permasalahan yang telah ditentukan.
3. Preparasi material dengan menggunakan metode mekanika milling selama 10 jam kemudian temperatur dan lama waktu pemberian panas divariasikan.
4. Karakterisasi menggunakan XRD, SEM, VNA dan Permagraf pada material untuk menentukan fasa, struktur, dan ukuran grain material.
5. Menentukan persamaan kinetika pertumbuhan kristal.
6. Analisis ukuran kristal dan ukuran partikel serta mengidentifikasi sifat magnetnya.

1.5 Sistematika Penelitian

Sistematika penulisan tugas akhir ini terdiri dari lima bab. Masing-masing terdiri dari beberapa sub-bab untuk mempermudah penjelasan. Penulisan bab dilakukan sebagai berikut:

BAB 1 PENDAHULUAN

Merupakan bagian yang menjelaskan secara umum yang menjadi latar belakang penelitian, tujuan penelitian, batasan masalah, metode penelitian, dan sistematika penulisan.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Merupakan bagian yang menjelaskan teori yang mendasari dan mendukung proses penelitian. Teori ini yang akan dibahas yaitu mengenai sifat material LSMO dan aplikasinya, efek terhadap variasi waktu dan temperatur, serta prinsip dasar persamaan kinetika pertumbuhan.

BAB 3 METODE PENELITIAN

Merupakan bagian yang berisi tentang tata laksana dalam mencapai tujuan penelitian, mulai dari penentuan diagram alur penelitian, metode preparasi material, variasi parameter, dan karakterisasi yang di perlukan.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Merupakan bagian yang membahas mengenai data hasil karakterisasi material yang telah di variasikan, pembahasan tentang pengaruh variasi temperatur, lama waktu pemberlakuan panas, serta pembahasan tentang parameter persamaan kinetika pertumbuhan kristal dan sifat magnetik material yang akan dibahas dengan sistematis.

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

Merupakan bagian yang berisi tentang kesimpulan penelitian yang telah dilakukan dan saran untuk penelitian selanjutnya.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

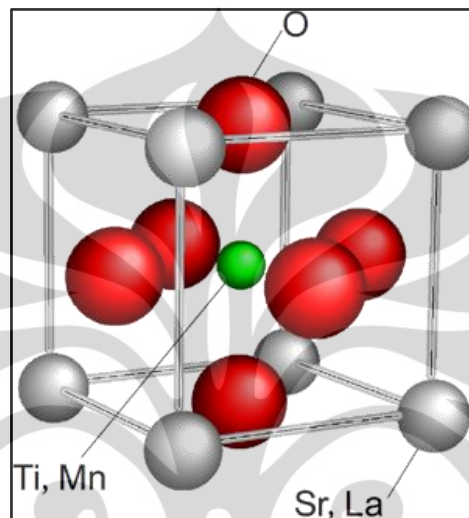
2.1 Material LSMO

Oksida perovskite merupakan jenis oksida yang beberapa dekade ini telah menarik banyak minat global karena menunjukkan sifat magnetik dan listrik yang beragam, terutama pada sifat magnetoresistansinya. *Colossal Magnetoresistance* merupakan fenomena berkurangnya hambatan listrik suatu bahan karena pengaruh medan magnet luar. Hambatan listrik bahan tersebut berkurang dalam orde 10^4 - 10^6 dengan memberikan medan magnet. Fenomena ini banyak digunakan dalam media penyimpanan data, seperti harddisk, dan media lainnya. Material atau bahan yang dapat menimbulkan fenomena colossal magnetoresistance ialah material perovskite okside, salah satunya ialah manganit (Motome *dkk.*, 2004; Ramirez, 1997). Material ini ialah material campuran beberapa bahan dasar, yang terdiri dari rare earth ion (ion tanah jarang) dan juga logam alkali tanah serta logam mangan (Mn) dan atom oksigen (O) sebagai unsur utama penyusun material manganat.

Salah satu jenis oksida perovskite dari formula umum LaMO_3 (M=logam transisi) adalah LaMnO_3 . Oksida perovskite manganit pertama kali dipelajari secara sistematis sekitar tahun 1950. Disebut perovskite karena struktur kristal LaMnO_3 termasuk dalam keluarga ABO_3 . LaMO_3 yang disebut juga dengan nama lanthanum manganite atau juga memiliki nama lanthanum manganese oxide, merupakan induk (parental compound) dari keluarga material magnetik, yaitu manganit. Karena sifat magnetoresistansinya, LaMnO_3 menjadi material pilihan untuk alat-alat penyimpanan magnetik (magnetic storage devices) dan sensor magnetik.

Material dengan formula umum ABO_3 pada umumnya adalah material dengan struktur kristal orthomobic maupun simpel kubik. A melambangkan ion yang berasal dari rare earth (ion tanah jarang) dan merupakan trivalent ion. Contohnya yaitu La (Lanthanum), Nd (Neodimium) dan SM (Samarium). Selain

itu **A** juga dapat melambangkan ion yang berasal dari logam earth alkaline (logam alkali tanah) yang merupakan divalent ion. Logam alkali tanah merupakan logam yang termasuk dalam golongan IIA yang mempunyai 2 elektron valensi. Contohnya ialah logam Be (Berilium), Mg (Magnesium), Ca (Kalsium), Sr (Strontium), Ba (Barium), dan Ra (Radium). Sedangkan **B** melambangkan ion Mn (Mangan) dan **O** melambangkan atom O (Oksigen).



Gambar 2.1 : Struktur Material Perovskite Manganites LaMnO_3
(Sumber : Spring-8, 2010)

Perovskit merupakan oksida logam dengan rumus umum ABO_3 . Ion A adalah ion-ion logam blok s-, d-, atau f- yang berukuran lebih besar sedangkan ion B merupakan ion-ion logam transisi (Tien-Thao *dkk.*, 2007). Jumlah muatan kation A dan B adalah +6, yang dapat tersusun dari kation yang bermuatan (1+5), (2+4) atau (3+3), hal tersebut agar terjadi keseimbangan muatan dengan muatan negatif 6 yang dibawa oleh tiga ion oksigen (Wold & Dwight, 1993).

Pada penelitian ini, substitusi sebagian atom La trivalent ion dengan atom Sr divalent ion yang diketahui jari-jari atom La yaitu 195 pm sedangkan jari-jari atom Sr yaitu 215 pm (Chemicool, 2011). Atom Sr memiliki jari-jari atom sedikit lebih besar daripada atom La kemudian akan menggantikan posisi atom La. Akan muncul fasa-fasa perovskit yang terdistorsi yang diakibatkan oleh kestabilan struktur perovskit yang relatif tinggi sehingga substitusi isomorfis dengan menggunakan kation-kation sejenis atau yang berukuran sama sangat mungkin

terjadi. Struktur perovskit dikatakan stabil apabila memiliki faktor toleransi terhadap jari-jari sekitar $t = 0.75-1$. Struktur material perovskit akan stabil dalam bentuk oktahedral sampai dodekahedral (Pecchi, 2007).

Substitusi La dengan Sr akan mempengaruhi sifat magnetik material, begitu juga dengan atom Mn juga akan di substitusi dengan atom Fe dan Ti yang nantinya akan didapatkan material dengan komposisi $(LaSr)Mn_{1-(x+y)}Fe_xTi_yO_3$ dengan perbandingan La:Sr sebesar 50:50 sedangkan $x=0.1$ dan $y=0.1$ sehingga komposisi yang digunakan yaitu $(La_{0.5}Sr_{0.5})Mn_{0.8}Fe_{0.1}Ti_{0.1}O_3$.

2.1.1 Sejarah Perkembangan Penelitian Kinetika Pertumbuhan Kristal dan Material LSMO

Penelitian mengenai kinetika pertumbuhan kristal mulai banyak diteliti dan dikembangkan tentang pengaruh ukuran kristal terhadap sifat magnetik material. Berikut merupakan beberapa penelitian mengenai kinetika pertumbuhan kristal dan beberapa penelitian mengenai bahan LSMO:

Table 2.1 : Sejarah Perkembangan Penelitian Kinetika Pertumbuhan Kristal dan Material LSMO

Tahun	Penulis	Judul	Publikasi
2000	J.H Zhang, X.J. Fan, C.S. Xiong, X.G. Li	Fe doping effects on the magnetic and transport properties in $La_{0.67}Sr_{0.33}Mn_{1-x}Fe_xO_3$	Solid State Communications 115 (2000) 531-534
2001	Peng Cao, Li Lu, M.O.Lai	Grain growth and Kinetics for nanocrystalline magnesium alloy produced by mechanical alloying	Material Research Bulletin 36 (2001) 981-988
2001	F. Zhou, J.Lee, E.J. Lavernia	Grain growth kinetics of a mechanically milled nanocrystalline Al	Scripta Matter.44 (2001) 2013-2017
2003	J.K.L Lai, C.H. Shek, G.M. Lin	Grain growth kinetics nanocrystalline SnO_2 for long-term isothermal annealing	Scripta Materialia 49 (2003) 441-446

2006	Y.S. Du, B. Wang, T. Li, D.B. Yu, H. Yan	Effects of annealing procedures on the structural and magnetic properties of epitaxial $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ films	Journal of Magnetism and Magnetic Materials 297 (2006) 88-92
2010	Y.L. Cheng, J.M. Dai, D.J. Wu, Y.P. Sun	Electromagnetic and microwave absorption properties of carbonyl iron/ $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{MnO}_3$ composites	Journal of Magnetism and Magnetic Materials 322 (2010) 97-101

Penelitian Chao,dkk (2001) memiliki fokus kepada pengaruh proses *mechanical alloying* terhadap pertumbuhan ukuran kristal secara bertahap ketika diberikan perlakuan panas (*heat treatment*). Ukuran kristal mencapai nilai konstan pada temperatur dan waktu *annealing* tertentu, sehingga energi aktivasi material Mg dapat ditentukan sesuai dengan persamaan eksponensial kinetiknya.

Selanjutnya, penelitian mengenai topik yang sama berlanjut pada penelitian Zhou,dkk (2001) mengenai kinetika pertumbuhan kristal material Aluminium menggunakan metode *mechanical alloying*. Pada penelitiannya Zhou menemukan bahwa terdapat beberapa material impuritas seperti 0.85 O, 0.25 N, 0.26C, 0.15 Fe, 0.013 Cr, dan 0.003 Mn (wt.%) berada didalam sampel material Al akibat proses milling pada kurun waktu yang lama. Impuritas pada batas grain semakin meningkat seiring dengan pertumbuhan grain, sehingga pada suatu ukuran kristal yang konstan mampu menekan laju pertumbuhan impuritas yang terbentuk akibat proses pemilinan.

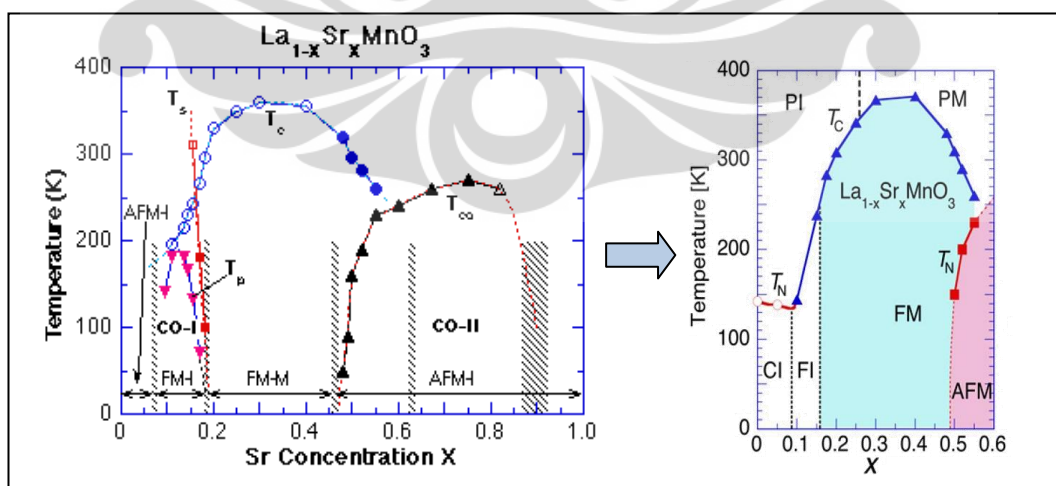
Kinetika pertumbuhan kristal kemudian terus dikembangkan oleh Lai,dkk (2003) mengenai pengaruh proses perlakuan panas terhadap ukuran kristal dan struktur material yang terbentuk. Proses isothermal yang cukup panjang mampu mempengaruhi nilai ukuran kristal dan struktur kristal yang terbentuk.

Selain penelitian mengenai kinetika pertumbuhan kristal, penelitian lain mengenai material LSMO juga terus dikembangkan karena sifat kemagnetan material yang unik yaitu sifat magnetoresistansi negatif.

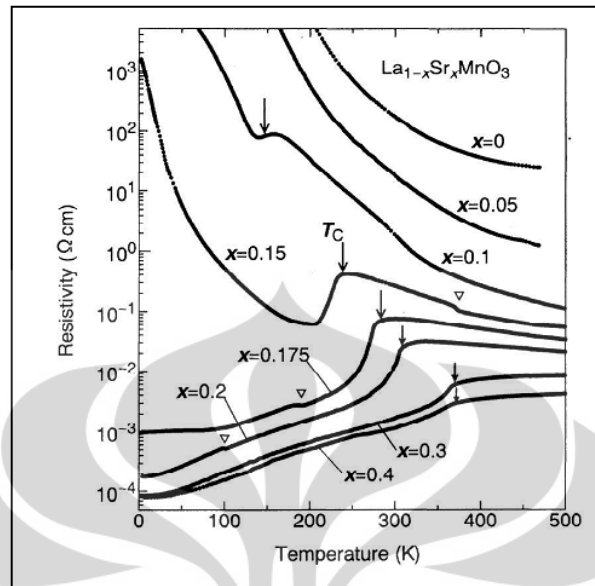
2.1.2 Substitusi Atom pada Material LSMFTO

Bahan $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ merupakan material magnetik satu fasa dengan komposisi murni dari bahan Oksida Manganat Tanah Jarang (*Rare-Earth Manganese Oxide*) dengan rumus kimia LaMnO_3 . Pada suhu ruang LaMnO_3 memiliki sifat paramagnetik insulator yang memiliki struktur kristal perovskite-orthomobik terdistorsi dengan *space group* Pbnm (Cox, 2000).

Substitusi atom Sr pada atom La diharapkan dapat meningkatkan sifat kemagnetan bahan. Namun pada kenyataannya, pada satu unit sel atom x % La bervalensi 3+ disubstitusikan oleh atom Sr bervalensi 2+. Kemudian, substitusi tersebut berakibat x % atom Mn bervalensi 3+ berubah valensi menjadi 4+. Sehingga rumus kimianya menjadi: $(\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x)(\text{Mn}^{3+}_{1-x}\text{Mn}^{4+}_x)\text{O}_3$, fenomena inilah yang dinamakan *double exchange*. Oleh karena itu pengaruh doping material memiliki kecenderungan untuk merubah sifat kemagnetan suatu material. Pemberian doping ringan dengan nilai $x = 0.10 \sim 0.15$ pada atom Sr menghasilkan sifat magnetiknya berubah dari antiferromagnetik menjadi ferromagnetik, sedangkan untuk sifat elektriknya bertransisi dari insulator menjadi konduktor (S.Pathak, hlm:5-7). Perubahan sifat magnet dan elektriknya dapat dilihat pada Gambar 2.2 dan Gambar 2.3.



Gambar 2.2 : Diagram Fasa Magnetik LaMnO_3 dengan substitusi atom Sr
(Sumber : Fujishiro *dkk.*, 1998 dan Pathak)



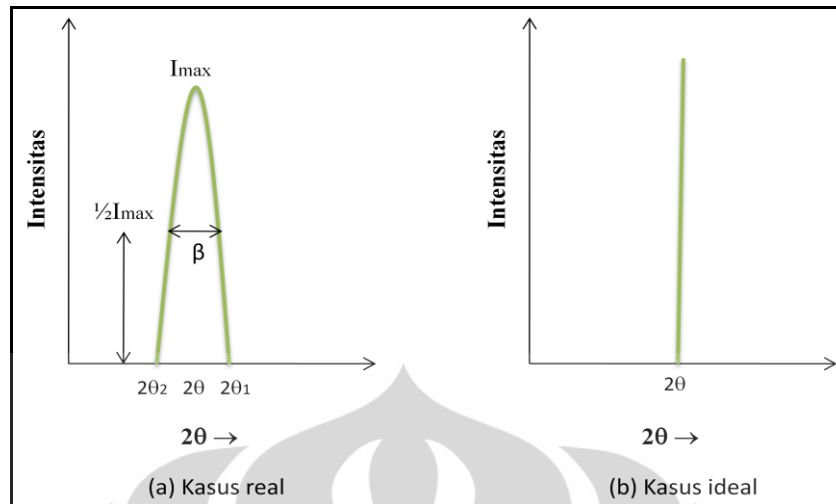
Gambar 2.3 : Perubahan nilai resistivitas dan transisi temperatur ferromagnetik material LaMnO_3 yang disubstitusi atom Sr sebesar $x\%$
(Sumber : S.Pathak)

2.2 Kristal

2.2.1 Metode XRD untuk Penentuan Ukuran Kristal Rata-rata

FWHM (*Full Width at Half Maximum*) merupakan parameter untuk menghitung lebar puncak dari sebuah kurva antar dua titik yang memiliki nilai setengah dari nilai maksimal kurva. Pengukuran dilakukan dengan mencari nilai selisih antara dua sudut ekstrim yang intensitasnya nol, yang nilainya diasumsikan berada dalam garis difraksi yang berbentuk triangular.

$$\beta = \frac{1}{2}(2\theta_1 - 2\theta_2) = \theta_1 - \theta_2 \quad (2.1)$$



Gambar 2.4 : Efek ukuran kristal pada kurva difraksi

Prinsip dasar penentuan ukuran kristal dengan metode difraksi sinar-X adalah adanya pelebaran puncak difraksi. Berkas yang terdifraksi menjadi terburur (*diffuse*) jika ukuran grainnya di sepanjang sinar-x. Hal ini membuktikan bahwa jika ukuran grain berkurang, maka berkas difraksinya akan semakin memburur dan menyatu dengan *background*. Ini membuktikan bahwa faktor instrumen merupakan salah satu faktor pelebaran puncak pada pola difraksi sinar-X. Menurut Cullity (2001) lihat (Nurmala 2004) divergensi sinar-x ini, yang dipakai sebagai dasar pengukuran ukuran grain oleh Scherrer. Diperoleh sebagai berikut:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2.2)$$

dengan,

D = ukuran butir rata-rata kristalit

K = konstanta yang bernilai 0.70 hingga 1.70

β = lebar setengah puncak difraksi maksimum (FWHM) pada suatu bidang hkl

λ = panjang gelombang sumber difraksi sinar-x

θ = sudut difraksi

Persamaan 2.1 diperoleh karena Scherrer mengasumsikan bahwa kristal tersebut bebas dari strain dan cacat, sehingga pelebaran puncak terjadi hanya akibat ukuran grain yang kecil (Sproull, 1946).

Menurut Warren (1990) *lihat* (Hikam, 2007) selain dari ukuran kristal, ada faktor lain dari instrumen yang mempengaruhi lebar puncak yang dihitung dalam data difraksi. Hasil pelebaran dapat ditunjukkan dengan K_α ganda, diduga terdapat kaitan lain antara lebar puncak dengan ukuran kristal, tetapi terdapat sumber lain yang juga harus dipertimbangkan didalam menganalisa data difraksi, diantaranya efek pelebaran instrument seperti : lebar celah, ukuran sampel, penembusan intensitas kedalam sampel, focus yang tidak sempurna, dan mikrostrain (Warren, 1990). Warren mengemukakan sebuah hubungan:

$$B^2 = \beta^2 + b^2 \quad (2.3)$$

$$\beta^2 = B^2 - b^2 \quad (2.4)$$

dimana,

β^2 = FWHM standar (ukuran kristal)

B^2 = FWHM yang terukur (ukuran kristal + faktor instrument)

b^2 = FWHM yang terkoreksi (faktor instrument)

biasanya, pelebaran puncak konsisten terhadap pelebaran ukuran kristal (β_v), dan mikro stain (β_s) :

$$\beta = \beta_v + \beta_s \quad (2.5)$$

pelebaran ukuran kristal, dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\beta_v = \frac{K\lambda}{D \cos\theta} \quad (2.6)$$

ketika puncak mikro strain melebar, ε adalah mikro strain

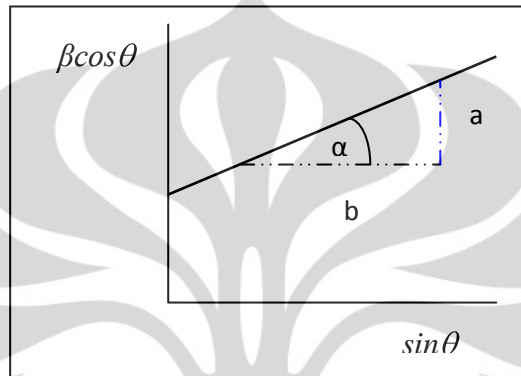
$$\beta_s = \varepsilon \tan\theta \quad (2.7)$$

oleh karena itu, total dari pelebaran puncak dapat diasumsikan sebagai:

$$\beta \cos\theta = \frac{0.9\lambda}{D} + \varepsilon \sin\theta \quad (2.8)$$

dengan $K=0.9$ (Tamura et al., 1971; Hikam et al., 2003) lihat (Hikam, 2007).

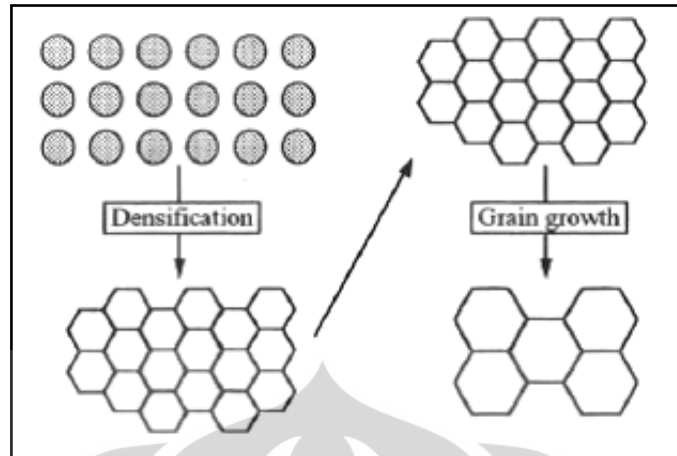
Apabila dibuat grafik antara $\beta \cos\theta$ vs $\sin\theta$ maka akan diperoleh koefisien arah (*slope*) dan titik potong yang dapat dikaitkan dengan D dan ε (Gambar 2.5). Dengan demikian kedua besaran ini dapat dihitung.



Gambar 2.5 : Grafik hubungan antara ukuran kristal dan mikro strain

2.2.2 Proses Pertumbuhan Kristal

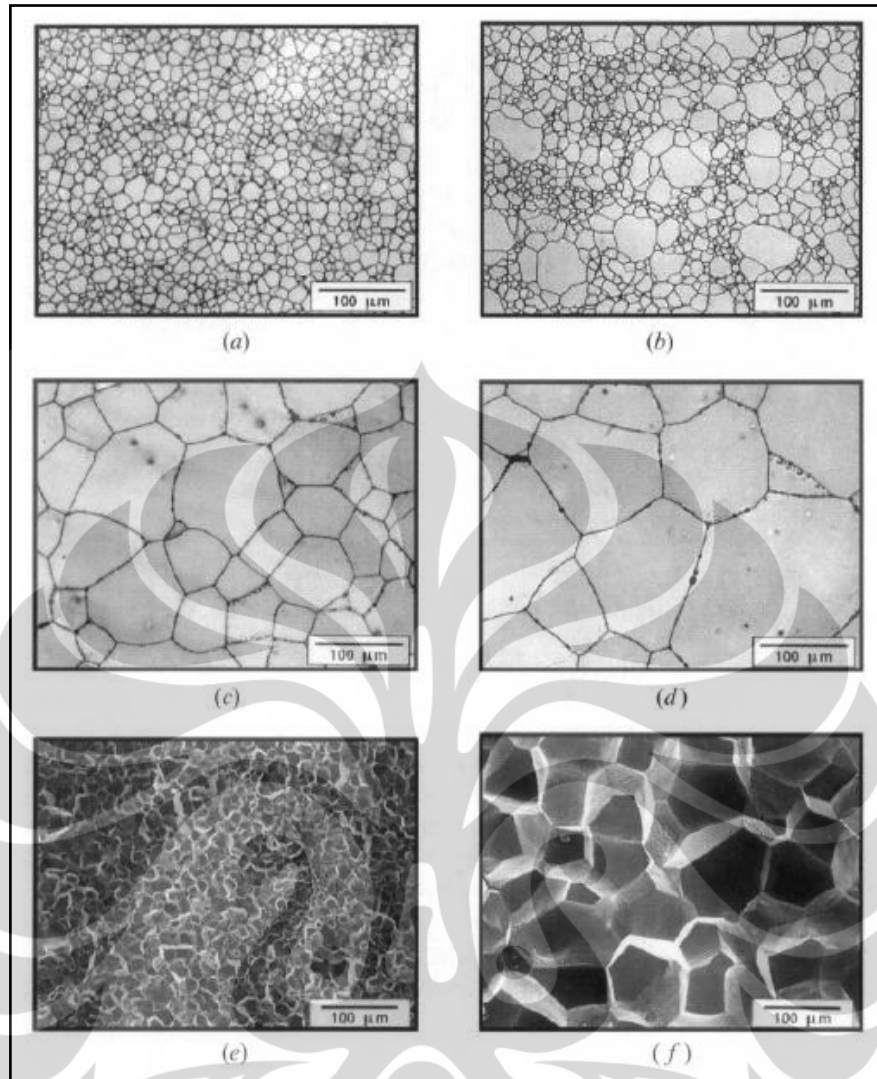
Pertumbuhan grain merupakan suatu efek dari proses perlakuan panas yang telah diberikan pada sampel. Atom-atom dalam sampel bervibrasi karena ada energi yang cukup untuk menempati posisi yang lebih stabil. Pergerakan atom tersebut membuat batas grain menjadi lurus, grain yang kecil menyatu dengan yang lebih besar kemudian tumbuh. Pada sudut dihedral equilibrium 120° , batas grain (*grain boundary*) akan berdensifikasi merekatkan grain yang terpisah antar *pores* sehingga selama proses ini *pores* akan menghilang seiring dengan pertumbuhan grain yang sudut dihedral equilibriumnya mencapai 180° .



Gambar 2.6 : Pertumbuhan Grain

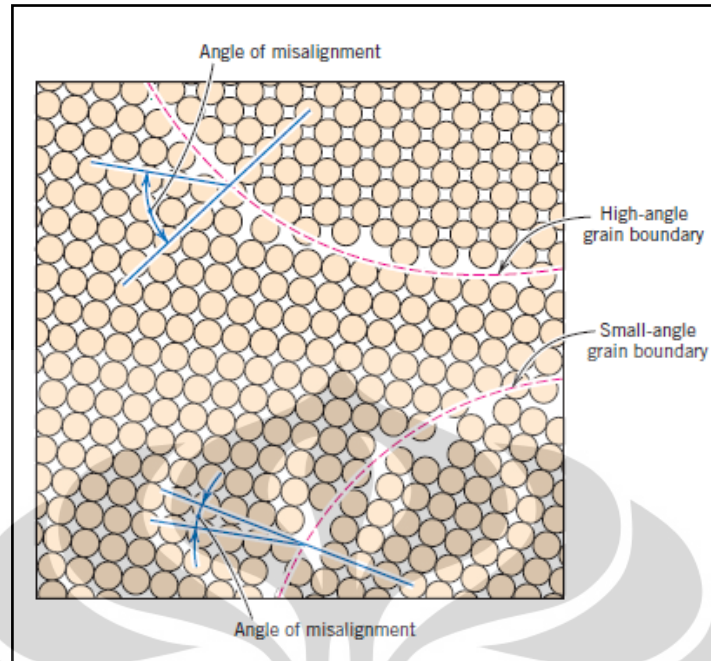
(Sumber: Barsoum, 1997)

Pertumbuhan grain adalah salah satu faktor terpenting yang mengendalikan proses pada tegangan batas grain (*grain boundary*). Gaya pendorong untuk pertumbuhan kristal sama dengan energi yang dilepaskan atom ketika bergerak melintasi batas grain (Barsoum, 1997). Ukuran grain juga merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi sifat elektrik, magnetik, optik, dan mekanik.



Gambar 2.7 : Perubahan Mikrostruktur CsI *hot-pressed* pada tekanan 103 MPa pada 100°C (a) 5 min (b) 20 min, (c) 1 h, dan (d) 120 min.
 (e) Permukaan dari a, (f) Permukaan dari d
 (Sumber : Barsoum, 1997)

Laju pertumbuhan grain sangat tergantung pada suhu. Kenaikan suhu mengakibatkan adanya energi getaran termal yang mempengaruhi kecepatan difusi atom untuk melintasi batas grain dan menyatunya grain kecil dengan grain yang ukurannya lebih besar, namun pada penurunan suhu pergerakan grain akan terhambat dan cenderung untuk tetap mempertahankan posisinya (Nasution, 2008).



Gambar 2.8 : Pergerakan Pertumbuhan Grain Kristal
(Sumber : Callister, 1940)

2.2.3 Efek Perlakuan Panas (*Heat Treatment*) Terhadap Pertumbuhan Kristal

Proses perlakuan panas atau *heat treatment* adalah suatu proses yang dapat merubah sifat material dengan cara mengubah struktur mikro melalui proses pemanasan yang diikuti pendinginan dengan atau tanpa merubah komposisi material. Proses perlakuan panas akan menghasilkan sifat-sifat material yang diinginkan pada fasa tertentu. Perubahan sifat material akibat proses perlakuan panas dapat mencakup seluruh ataupun sebagian sifat material saja. Perlakuan panas yang diberikan pada material dapat meningkatkan kekerasan dan kekuatan material. Untuk meningkatkan kekerasan material terutama material logam, pada umumnya dilakukan proses pengerasan (*hardening*) (Nasution, 2008).

Perlakuan panas logam ditentukan pada temperatur tertentu dan waktu penahanan (*holding time*) tertentu yang kemudian dilanjutkan dengan proses pendinginan yang sesuai, sehingga diperoleh sifat fisis yang diinginkan pada material.

Pada proses perlakuan panas, terjadi beberapa perubahan sifat pada material:

1. Kekerasan atau kekuatan logam bertambah
2. Dapat memunculkan sifat magnetik dan elektrik pada logam
3. Terjadinya proses kristalisasi saat proses pemanasan.

Proses pemanasan akan mempengaruhi pertumbuhan ukuran kristal seiring dengan meningkatnya temperatur dan waktu pemberian panas pada material, nilai ukuran kristal akan semakin bertambah.

Proses perlakuan panas ada beberapa cara yaitu: proses annilisasi (*annealing*) dan proses pemanasan kembali (*re-heat treatment*). Proses annilisasi merupakan proses perlakuan panas yang bertujuan untuk mendapatkan grain yang teratur, mempertahankan fasa, mempertahankan struktur kristal yang terbentuk dan menghilangkan tegangan dalam. Berdasarkan diagram fasa, terdapat fasa yang berbeda pada temperatur tertentu dan dalam kurun waktu perlakuan panas, maka selanjutnya didinginkan dengan cara dicelupkan kedalam air (*water quenching*) sampai temperatur kamar. Sedangkan proses pemanasan kembali (*re-heat treatment*) adalah proses pemanasan material pada temperatur yang lebih rendah dari temperatur awal annilisasi. Proses ini bertujuan untuk mendapatkan fasa baru yang bisa mempengaruhi struktur material.

Selain dari proses pemberian panas, proses pendinginan juga mampu mempengaruhi nilai mikrostruktur material. Proses pendinginan dilakukan setelah proses perlakuan panas. Pendinginan dibagi menjadi dua macam, pendinginan cepat dan pendinginan lambat. Pada umumnya pendinginan cepat bertujuan agar terbentuknya mikro struktur material yang keras dan mudah retak, sedangkan pendinginan lambat bertujuan untuk mendapatkan material dengan mikro struktur yang lebih stabil dikarenakan perubahan ukuran grainannya terjadi secara perlahan, sehingga, menghasilkan logam yang lebih lunak dan elastis.

Medium pendingin yang sering digunakan yaitu diantaranya:

1. Pencelupan (*quenching*) dengan media: air, es, *dry ice*
2. Pendinginan diruangan (*air cooling*)

3. Pendinginan dalam tungku pemanas (*furnance cooling*)

Hasil penelitian Beumer (1980) (*lihat* Nasution, 2008) kecepatan atau laju pendinginan sangat mempengaruhi struktur mikro (*grain size*) dari material.

2.2.4 Kinetika Kristalisasi

Persamaan umum kinetika pertumbuhan kristal merupakan suatu laju pertumbuhan kristal sesuai dengan pertumbuhan radius kurvatur *grain boundary* yang parabolik pada suatu keadaan isothermal sintering (Lai dkk., 2003).

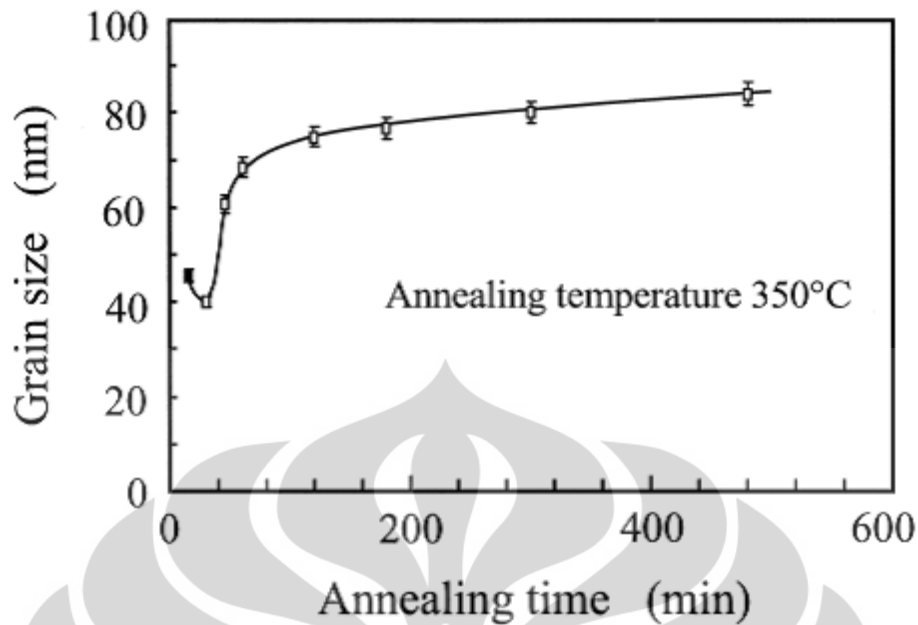
$$D^n - D_0^n = Kt \quad (2.9)$$

Dimana t adalah waktu sintering, D adalah ukuran kristalin rata-rata setelah disinter pada temperatur (T) dan lama waktu (t), D_0 ukuran kristalin sebelum disinter, dan K merupakan konstanta yang bergantung pada waktu. Persamaan kinetika pertumbuhan ini berlaku untuk pertumbuhan 2-D dan 3-D.

$$D \gg D_0 \quad (2.10)$$

$$D^n = Kt \quad (2.11)$$

Persamaan umum kinetika pertumbuhan kristal diatas, dapat dijelaskan dan dibuktikan apabila ukuran kristal pada temperatur yang ditentukan bernilai 0 (nol) atau $D_0 = 0$, dimana ukuran kristal baru akan tumbuh ketika ditahan pada waktu dan temperatur tertentu. Nilai $D_0 = 0$ merupakan ukuran kristal yang dapat ditentukan apabila diketahui nilai temperatur dan waktu laju pertumbuhannya. Hal tersebut dikarenakan, nilai D_0 merupakan suatu besaran yang bergantung pada temperatur dan waktu. Menurut Peng Cao, et.al (2001) ukuran kristal akan dipercepat pertumbuhannya seiring dengan naiknya temperatur T . Kristal mengalami pertumbuhan mulai dari energi yang paling minimum pada temperatur yang berbeda, sehingga nilai ukuran kristal dapat diturunkan dan akan memenuhi persamaan kinetika pertumbuhan kristal dari nilai D sebagai fungsi dari temperatur dan waktu sintering (*lihat* Gambar 2.9).



Gambar 2.9 : Grafik Pertumbuhan Ukuran Kristal pada Temperatur 350°C
(Sumber: Peng Cao, *dkk.* 2001)

Gambar diatas adalah grafik pertumbuhan ukuran kristalit terhadap waktu sintering pada temperature 350°C yang memiliki suatu hubungan eksponensial hasil dari plot nilai ukuran kristal sebagai fungsi dari waktu (t) pada temperatur yang konstan, dimana nilai $D_0=0$ pada $t=0$.

Namun, apabila nilai $D_0 \neq 0$ maka nilai k dan n didapatkan melalui diferensiasi nilai D sebagai fungsi waktu pada temperatur konstan pada persamaan (2.9) sebagai berikut:

$$\frac{\partial}{\partial t} D^n(t, T) = \frac{\partial}{\partial t} [D_0^n + K(T)t] \quad (2.12)$$

$$nD^{n-1}(t, T) \cdot \frac{\partial}{\partial t} D(t, T) = K(T) \quad (2.13)$$

$$\frac{\partial}{\partial t} D(t, T) = \frac{K(T)}{nD^{n-1}(t, T)} \quad (2.14)$$

$$\ln \frac{\partial}{\partial t} D(t, T) = \ln K(T) - \ln n - (n-1) \ln D(t, T) \quad (2.15)$$

$$\ln \frac{\partial}{\partial t} D(t, T) = \ln \frac{K(T)}{n} - (n-1) \ln D(t, T) \quad (2.16)$$

Apabila nilai $\ln D(t, T)$ dan $\ln \frac{\partial}{\partial t} D(t, T)$ pada persamaan (2.16) di plot pada nilai $y=mx+b$ akan didapatkan hubungan yang linear antara nilai n dan k pada setiap temperature. Plot grafik nilai n pada persamaan empiris kinetik pertumbuhan kristal akan bernilai linear dan memiliki nilai gradien garis 1, sehingga memenuhi nilai dari $D^n - D_0^n = Kt$

Selain dari persamaan (2.16), nilai parameter persamaan kinetika pertumbuhan dan relaksasi kristal n dan k dapat dilihat dari persamaan Avrami sebagai fungsi temperatur dan waktu pertumbuhan kristal (Lai dkk., 2003):

$$Y = 1 - \exp\left(-\frac{t^n}{\tau}\right) = 1 - \exp(-K_\tau t^n) \quad (2.17)$$

dimana Y adalah parameter relaksasi yang didefinisikan sebagai

$$Y = (D - D_0)/(D_m - D_0) \quad (2.18)$$

τ adalah waktu relaksasi, $K\tau$ adalah laju konstan, n adalah orde relaksasi, dan D_m adalah ukuran kristal maksimum.

Pada persamaan Avrami, dibutuhkan beberapa parameter kinetika yaitu diantaranya yaitu: orde suatu konstanta (n), konstanta yang tidak tergantung pada temperatur (k_0), dan energi aktivasi transformasi fasa (Q). Parameter tersebut didapatkan dari persamaan avrami sebagai berikut:

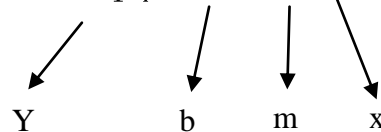
$$Y = 1 - \exp(-Kt^n) \quad (2.19)$$

$$1 - Y = \exp(-Kt^n) \quad (2.20)$$

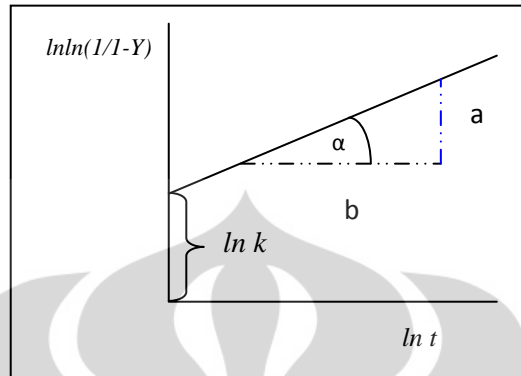
$$\frac{1}{1-Y} = \exp(Kt^n) \quad (2.21)$$

$$\ln \frac{1}{1-Y} = Kt^n \quad (2.22)$$

$$\ln \ln \frac{1}{1-Y} = \ln k + n \ln t \quad (2.23)$$



plot nilai $\ln \ln \frac{1}{1-Y}$ vs $\ln t$ akan diperoleh grafik hubungan linear antara nilai $\ln \ln \frac{1}{1-Y}$ vs $\ln t$ seperti yang terlihat pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 : Plot grafik $\ln \ln \frac{1}{1-Y}$ vs $\ln t$

Dari plot grafik pada Gambar 2.10 akan didapatkan nilai n dan nilai K sebagai orde dan laju pertumbuhan kristal sebagai fungsi temperatur yang dapat ditunjukkan dengan persamaan Arrhenius,

$$K(T) = K_0 e^{\frac{-Q}{RT}} \text{ dalam } k(T) = Kt^n \quad (2.24)$$

dimana $k(T)$,

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.25)$$

$$\ln k = \ln k_0 - \frac{Q}{R} \left(\frac{1}{T}\right) \quad (2.26)$$

Keterangan :

k_0 = konstanta yang tidak tergantung pada temperatur

Jadi dari persamaan (2.26) terlihat bahwa nilai $\ln k(T)$ memiliki hubungan yang linear dengan nilai $1/T$. Berdasarkan persamaan tersebut maka dengan demikian plot nilai $\ln k$ vs $1/T$ dapat menurunkan nilai energi aktivasi pertumbuhan kristal Q , sehingga persamaan kinetika pertumbuhan kristal dapat diperoleh (persamaan 2.19).

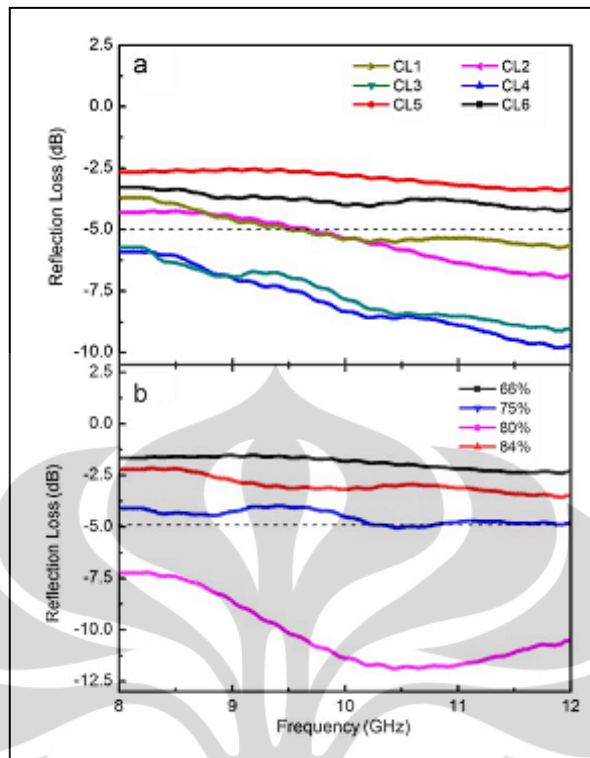
2.3 Absorpsi

Karakteristik suatu material absorber yang baik yaitu memiliki sifat magnetik dan listrik yang baik pula. Material tersebut harus memiliki nilai impedansi tertentu yang nilai permeabilitas relatif (μ_r) dan permitivitas relatif nya (ϵ_r) sesuai dengan nilai μ dan ϵ udara atau vakum agar terjadi resonansi impedansi, sehingga nilai dari reflektansi loss yang dihasilkan bahan cukup besar. Selain permeabilitas, permitivitas dan magnetisasi spontan, material absorber harus memiliki nilai resistivitas listrik yang tinggi atau isolator yang baik. Kombinasi sifat intrinsik material antara sifat magnetik dan sifat listrik dapat menempatkan material magnet sebagai penyanggah gelombang mikro pada frekuensi tertentu.

Perhitungan nilai reflektansi loss RL yaitu dengan menggunakan persamaan :

$$RL = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right|$$

dimana, Z merupakan impedansi material dan Z_0 merupakan impedansi udara. Hasil penelitian Cheng *dkk.* (2010) menjelaskan bahwa nilai RL absorpsi material LSMO memiliki nilai serapan material mencapai -12.4 dB pada frekuensi optimum 10.5 GHz dengan ketebalan 0.8 mm. Pada nilai reflektansi tersebut kemampuan material untuk menyerap frekuensi atau pancaran gelombang EM yang datang yaitu sebesar 76% sedangkan frekuensi yang direfleksikan yaitu sebesar 24% (lihat Gambar 2.11). Hal tersebut dapat terjadi ketika nilai impedansi material dengan pancaran frekuensi yang datang *match* atau nilainya sama, sehingga akan terjadi resonansi gelombang dimana akan terjadi interaksi antar atom dalam struktur material dengan frekuensi yang datang.



Gambar 2.11 : Kurva frekuensi vs reflektansi loss dengan komposisi yang berbeda
(Sumber: Cheng *dkk.*, 2010)

Berdasarkan perhitungan persamaan $RL = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right|$ memberikan arti pada nilai RL -20 dB, bahwa 100% frekuensi yang di terima material, 10% akan refleksikan dan 90% akan diserap dan ditransmisikan oleh material.

$$I_{in} = 100\%$$

Tabel 2.3 : Nilai Reflektansi Loss

Reflektansi Loss	I_{out} (reflektansi)	$I_{serapan}$ (Trans + Absorp)
$RL = 20 \log \frac{10}{100} = -20 \text{ dB}$	10%	90%
$RL = 20 \log \frac{1}{100} = -40 \text{ dB}$	1%	99%
$RL = 20 \log \frac{0.1}{100} = -60 \text{ dB}$	0.1%	99.9%

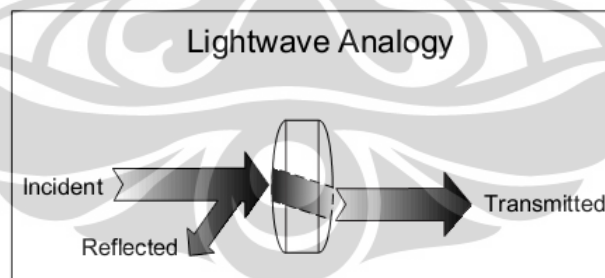
Parameter yang dapat digunakan untuk pengukuran sifat dielektrik material pada proses konversi Nicholson-Ross-Weir (Application Note, 2006) yaitu:

$$S_{11}^* = S_{11}' + S_{11}''$$

$$S_{21}^* = S_{21}' + S_{21}''$$

dimana S_{11}^* dan S_{21}^* merupakan bilangan kompleks dari parameter hamburan (*scattering parameter*) yaitu parameter reflektansi dan parameter transmisi. Nilai S_{11}' dan S_{21}' merupakan bilangan real, sedangkan nilai S_{11}'' dan S_{21}'' merupakan bilangan imajiner.

Pengukuran sifat absorpsi material dikarakterisasi menggunakan alat *Vector Network Analyzer* (VNA) dibutuhkan kemampuan koreksi vektor kesalahan akurasi pengukuran. Pada dasarnya analisis jaringan pemancar frekuensi yang dipancarkan pada material akan di refleksikan dan di transmisi sepanjang jalur transmisi. Ketika, panjang gelombang RF dan sinyal gelombang mikro berbeda, maka dengan prinsip yang sama jaringan akan membaca secara akurat frekuensi yang datang kemudian di refleksikan, dan di transmisi. Energi atau sinyal yang ditransmisikan akan dipantulkan kembali ke bawah jalur transmisi menuju sumber (impedansi yang tidak cocok) dan ditransmisikan ke perangkat akhir.



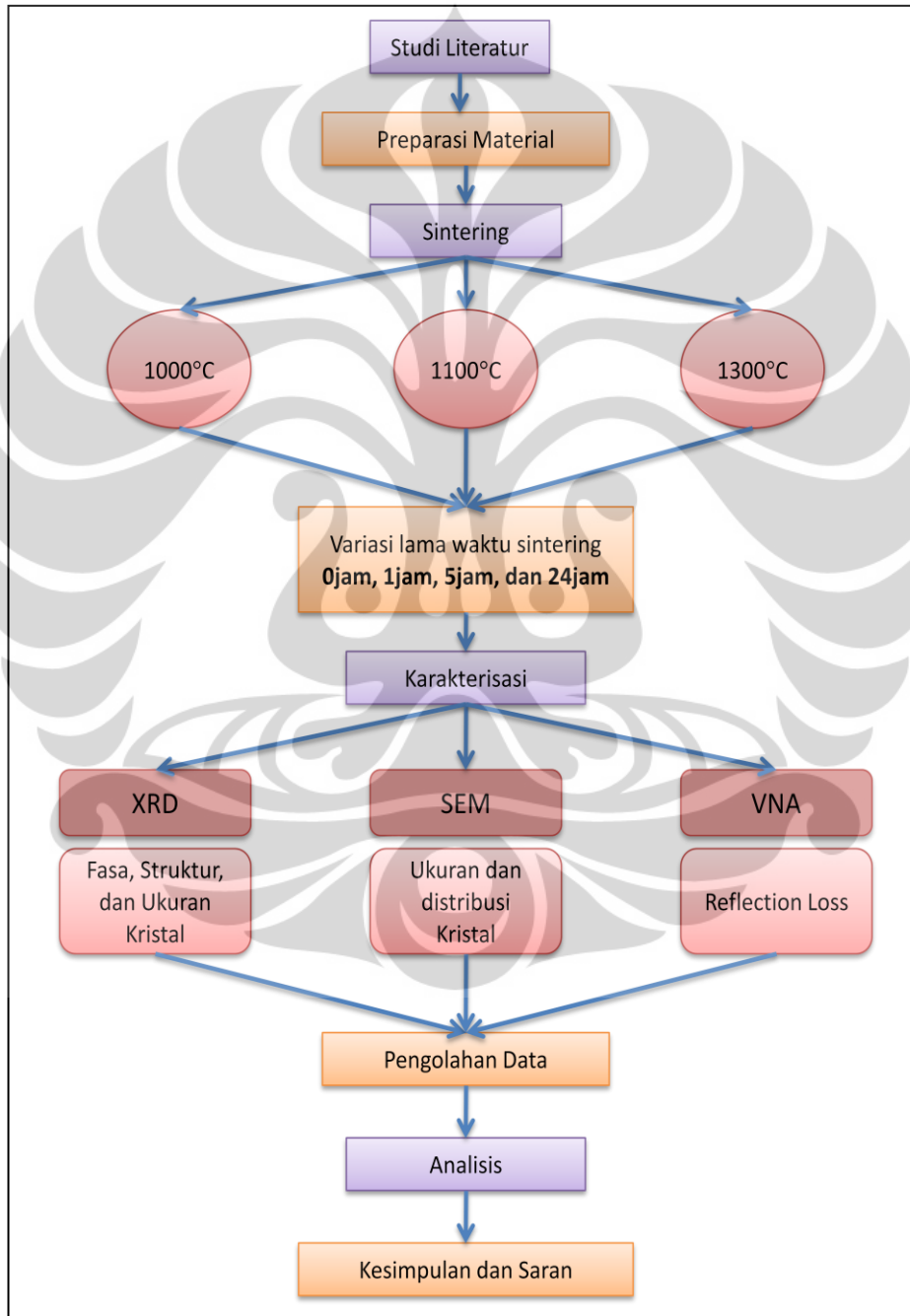
Gambar 2.12 : Analogi gelombang cahaya untuk karakteristik perangkat frekuensi tinggi

(Sumber: Application Note Agilent AN 1287-1)

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Pada metode penelitian material LSMFTO dibutuhkan diagram alir yang menjadi kerangka acuan tujuan penelitian (lihat Gambar 3.1)



Gambar 3.1 : Diagram Alir Penelitian

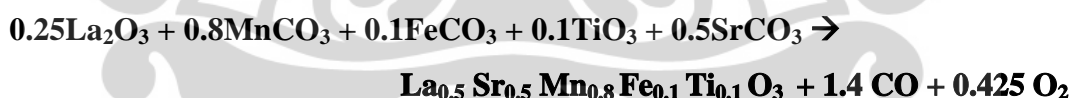
3.2 Material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$

Preparasi material LSMFTO dilakukan di Laboratorium Departemen Fisika FMIPAUI kampus Depok dan Laboratorium Pusat Penelitian Ilmu Material (*Research Center Material Science*) UI Salemba Jakarta. Pada penelitian ini, proses pembuatan sampel material menggunakan proses *mechanical alloying*. Proses ini dilakukan untuk menghasilkan satu bentuk fasa yang baru yaitu fasa $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$. Proses preparasi material mencakup: perhitungan stoikiometri, *milling*, dan *compacting*.

3.2.1 Perhitungan Stoikiometri

Langkah awal pembuatan sampel material yaitu proses perhitungan persen berat masing-masing unsur dari komposisi bahan yang akan digunakan. Menentukan persen berat dari bahan-bahan yang tersedia seperti La_2O_3 , SrCO_3 , MnCO_3 , Fe_2O_3 , dan TiO_3 merupakan tahapan awal proses perhitungan stoikiometri, kemudian dari persen atomik (at%) sebesar $(\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5})\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ maka akan diperoleh persen berat (wt%) sebesar $(\text{La}_{0.322}\text{Sr}_{0.203})\text{Mn}_{0.204}\text{Fe}_{0.026}\text{Ti}_{0.022}\text{O}_{0.223}$.

Reaksi kimia yang terjadi yaitu sebagai berikut:



,sedangkan rumusan perhitungan stoikiometri material sebagai berikut (*lihat Lampiran A*):

wt % bahan yang dibutuhkan:

$$X = \frac{\text{Ar } X \times \text{at\% } X}{\text{Mr } \text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3} \times 25 \text{ gram} \times 100\%$$

wt% bahan yang tersedia yaitu:

$$X \text{ dalam } X_2Y_3 = \frac{n X \times \text{Ar } X}{\text{Mr } X_2Y_3}$$

Jadi gram bahan yang dibutuhkan dari bahan yang tersedia yaitu:

$$X_2Y_3 = \frac{\text{wt\% } X \text{ bahan yang dibutuhkan}}{\text{wt\% } X \text{ dari bahan yang tersedia}}$$

Dari rumusan stoikiometri tersebut maka didapatkan material sampel sebanyak **25 gram** dengan persen berat masing-masing:

Tabel 3.1: Nama bahan, rumus kimia, massa material, merek dagang dan kemurnian bahan penyusun material LSMO

Nama Bahan	Rumus Kimia	Massa Material	Merek	Kemurnian
Lanthanum Oksida	La ₂ O ₃	9.446 gram	Merck	≥ 99.5 %
Strontium Carbonat	SrCO ₃	8.560 gram	Aldrich	≥ 98%
Manganese Carbonat	MnCO ₃	10.664 gram	Aldrich	≥ 99.9 %
Besi Oksida	Fe ₂ O ₃	0.926 gram	Aldrich	≥ 99 %
Titanium Oksida	TiO ₂	0.927 gram	Merck	≥ 99 %

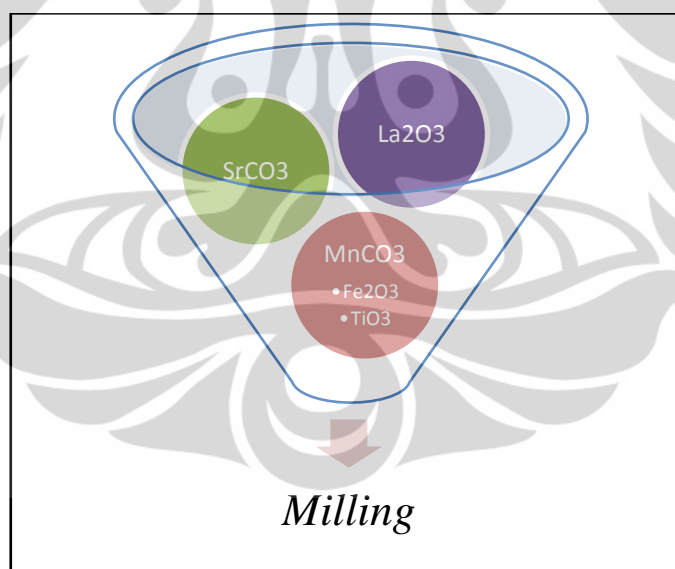
Gambar 3.2 merupakan foto alat digital micro balance yang digunakan untuk penimbangan jumlah massa material yang dibutuhkan. Alat ini memiliki ketelitian 0.0001 mg.



Gambar 3.2 : Timbangan yang digunakan ANDGR-202

3.2.2 Penggerusan atau *Milling*

Penelitian ini menggunakan material LSMO disubstitusi Fe-Ti dengan komposisi bahan yaitu $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ yang kemudian di preparasi dengan menggunakan metode *Mechanical Alloying*. Pada penggerusan atau *pe-milling-an* bahan akan mengalami reaksi penggabungan partikel pada rentan waktu tertentu, yang kemudian diikuti dengan proses destruktif ukuran partikel sampai pada deformasi struktur kristal material menjadi quasi kristal. Penggerusan atau proses *milling* dilakukan sampai bahan dari berbagai komposisi tersebut tercampur sempurna dan tidak ada kristal yang berdiri sendiri atau dominan dan sampai pada material tersebut dinyatakan amorph. Dengan menggunakan alat *planetary ball milling*, bahan/ material yang telah ditimbang dimasukkan kedalam vial baja, kemudian di milling bersama ball mill dengan perbandingan bola sebesar 1:10 selama 10 jam dengan kecepatan 200 rpm dalam rentang waktu 30 menit dengan jeda waktu 5 menit antara 30 menit pertama dan 30 menit selanjutnya.



Gambar 3.3: Ilustrasi Proses *Milling* Preparasi Sampel Material

Gambar diatas merupakan ilustrasi proses *milling* material sampel selama 10 jam. Semua material bahan dicampur menjadi satu agar didapatkan suatu fasa material yang baru $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$.

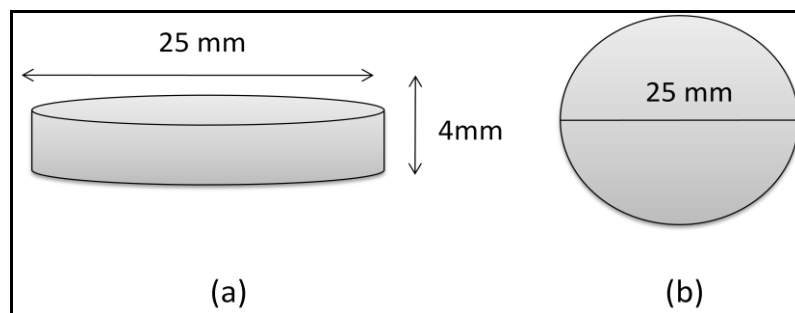


Gambar 3.4 : Planetary Ball Milling Intel System

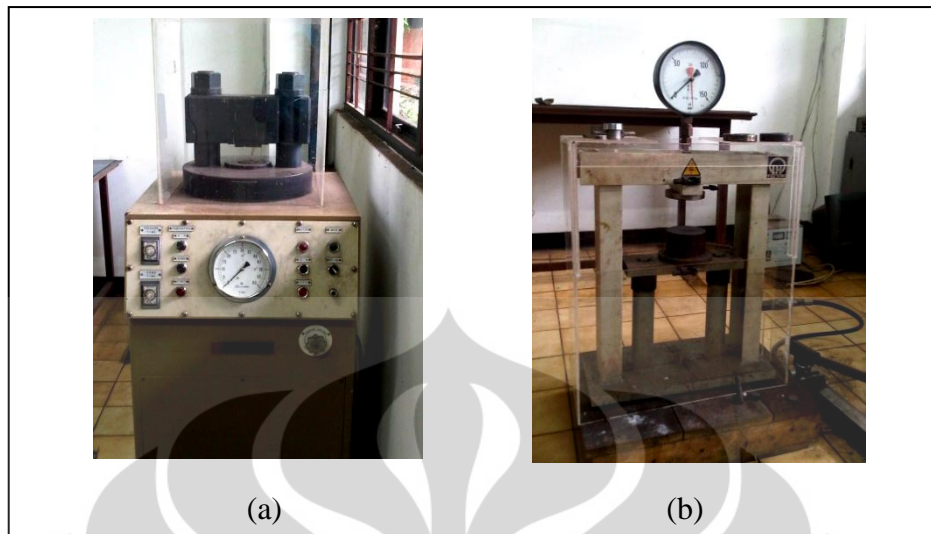
Gambar 3.4 adalah foto alat *Planetary Ball Milling* yang digunakan untuk memadukan material dengan metode penghalusan mekanik (*mechanical alloying*)

3.2.3 Pencetakan atau *Compacting*

Setelah sampel di *milling* selama 10 jam tersebut, sampel dipisahkan dari tempat *milling*, kemudian sampel akan masuk ketahapan preparasi sampel berikutnya yaitu pencetakan dalam bentuk koin, pencetakan ini biasa disebut kompaksi (*compacting*). Pada tahapan kompaksi ini sampel di tekan dalam tekanan sebesar 10 ton dengan pompa hidrolis otomatis.



Gambar 3.5 : Kompaksi material (a) tampak samping (b) tampak atas

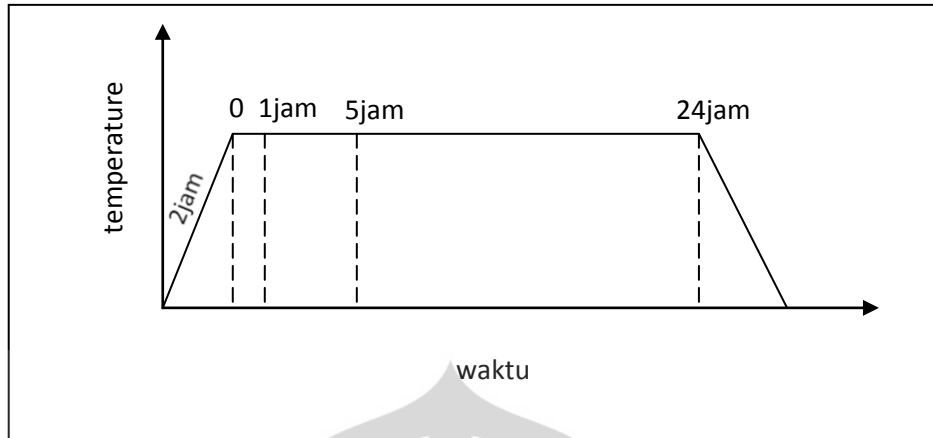


Gambar 3.6 : Alat yang digunakan (a) Mesin Tekan Hidrolik Otomatis Shimadzu
(b) Alat Tekan Hidrolik Manual Leybold

Material yang telah dipadukan ditekan dengan alat yang berada pada Gambar 3.6. Alat tersebut adalah alat press material yang digunakan untuk preparasi material.

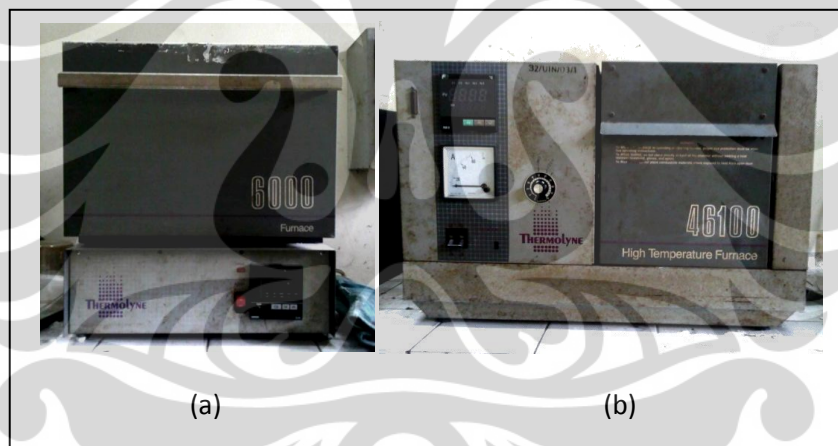
3.3 Proses Perlakuan Panas

Proses sintering, sampel yang telah dipreparasi akan diberikan perlakuan panas untuk memadatkan susunan material, menumbuhkan kristal-kristal, dan mengubah sifat material yang telah di *compacting*. Pada saat sintering, material sampel ini akan mengalami pengurangan massa akibat lepasnya sebagian oksigen yang digunakan dalam proses pemanasan. Sehingga nantinya akan didapatkan material dengan kristal grain yang sesuai dengan fasanya. Proses sintering dimulai dengan memasukan bahan kedalam tungku pemanas furnace (oven furnace) yang di berikan suhu 1000°C , 1100°C , dan 1300°C kemudian di naikan dengan perlahan selama 2 jam hingga mencapai suhu tertentu, lalu kemudian suhu tersebut dipertahankan selama 0 jam, 1 jam, 5 jam dan 24 jam. Setelah selesai, suhu di turunkan perlahan hingga mencapai temperatur awal (temperatur kamar) furnace sekitar 60°C - 70°C .



Gambar 3.7 : kurva proses pemanasan furnace

Gambar diatas merupakan gambar skematik proses sintering variasi temperatur dan waktu pemberian panas, sedangkan untuk alat furnace / tungku pemanas yang digunakan pada proses sintering material diperlihatkan pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8 : Alat Sinter Furnace (a) Thermolyne-46100

(b) Thermolyne-6000

3.4 Karakterisasi

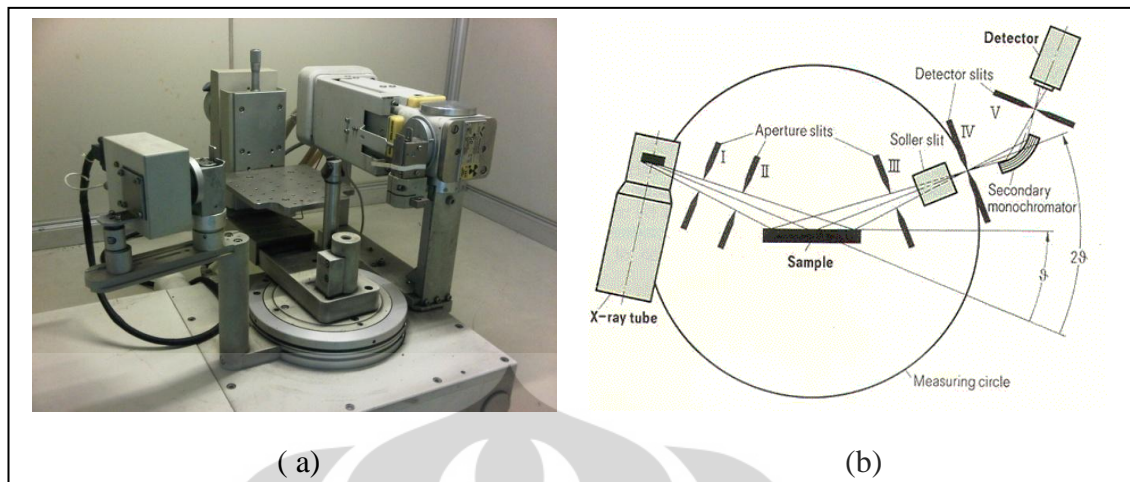
Karakterisasi atau pengujian material sampel dilakukan di Laboratorium Pusat Penelitian Ilmu Material (*Research Center Material Science*) UI Salemba Jakarta untuk pengujian XRD dan SEM, sedangkan untuk karakterisasi sifat material absorber di lakukan di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Bandung.

Data karakterisasi material diperlukan untuk mengidentifikasi fasa material, sifat material dan struktur material, sehingga untuk mendapatkan data tersebut maka yang diperlukan 3 jenis pengujian sampel pada material $(\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5})\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ di antara lain yaitu menggunakan XRD, SEM, dan VNA. Namun, sebelum kita melanjutkan ketahap karakterisasi, sampel diuji terlebih dahulu menggunakan alat XRD kemudian pastikan bahwa fasa material yang terbentuk dapat dinyatakan satu fasa (*single phase*), hal ini dapat di buktikan dengan melihat *peak* atau puncak-puncak yang terbentuk antara material uji dengan material penyusunnya. Berikut merupakan teknik karakterisasi bahan yang digunakan:

3.4.1 XRD (X-Ray Diffractometer)

Pada uji XRD ini, kita ingin melihat fasa dan struktur kristal yang dibentuk oleh material sampel. Analisa difraksinya menggunakan sinar Co yang mempunyai lamda $1,788965 \text{ \AA}$ dengan sudut difraksi awal 20° sampai 100° dengan pergeseran sudut difraksi $0,002^\circ$.

Struktur kristal pada sampel akan terlihat dari puncak-puncak (*peak*) yang dihasilkan pada alat ukur XRD, dimana alat akan mengeluarkan sinar X-Ray Co yang akan memantulkan intensitas cahaya di setiap difraksi kisi sampel pada sudut yang berbeda, lalu kemudian pantulan intensitas tersebut ditangkap oleh detektor cahaya yang kemudian puncak dari material yang dominan tersebut akan menunjukkan apakah suatu material ini sudah tercampur dengan baik atau tidak. Puncak pada grafik yang dihasilkan pada XRD menunjukkan nilai antara intensitas dan 2θ . Pada proses pengambilan data XRD dilakukan pula pengukuran *point counting data* pada 3 puncak disudut yang berbeda, dengan menggunakan *tipe of scan STEP*, *scan mode NORMAL* $\theta/2\theta$, *step size* ($^\circ 2\theta$) = 0.005, *time/step* =1. Data di ambil pada 3 sudut antara 30-40.5, 66-70.5, dan 80-83.5 ,kemudian data tersebut diolah dengan menggunakan software APD dan EXPGUI GSAS untuk mentukan nilai parameter kisi, ukuran kristal, dan regangan kisi (*microstrain*).



Gambar 3.9 : Alat Uji XRD (a) Difraktometer Philips PANalytical PW2256~20
(b) Skematik X-Ray Difraktometer

3.4.2 SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Sebelum material dikarakterisasi menggunakan SEM, sebaiknya material di preparasi kembali melalui proses etsa material, preparasi material menggunakan larutan etsa berguna untuk menghasilkan tampilan pada gambar SEM lebih jelas dan fokus. Larutan etsa merupakan suatu larutan yang fungsinya sebagai katalisator pembuka struktur mikro material dengan memutus ikatan antar atom. Pada tahapan preparasi sampel material untuk uji foto mikro dibutuhkan suatu sampel material dengan ukuran kecil / kepingan. Kemudian material ini direndam dalam larutan asam HF atau H_2SO_4 selama beberapa menit atau jam, tujuannya agar permukaan *crystal grain* dapat terbuka dan meregang sehingga pada saat uji akan terlihat dengan jelas bentuk atau permukaan sampel material. Perlakuan material dengan sonikasi, akan memberikan pengaruh agar tidak terjadi aglomerasi pada material. Selanjutnya material dikeringkan dan diletakan di suatu lempengan uji plat logam tempat sampel material yang akan dimasukkan dalam alat SEM. Sebelum dimasukkan dalam tabung vakum SEM, material sampel akan dicoating atau dilapisi dengan lapisan emas (lihat Gambar 3.11) dengan tujuan material yang di sinari energi tinggi atau elektron dapat dengan tepat mengenai permukaan sampel, topografi, komposisi dan properti lainnya karena sifat

konduktivitas listriknya. Skema diagram alur proses etsa material ditunjukkan oleh Gambar 3.10.



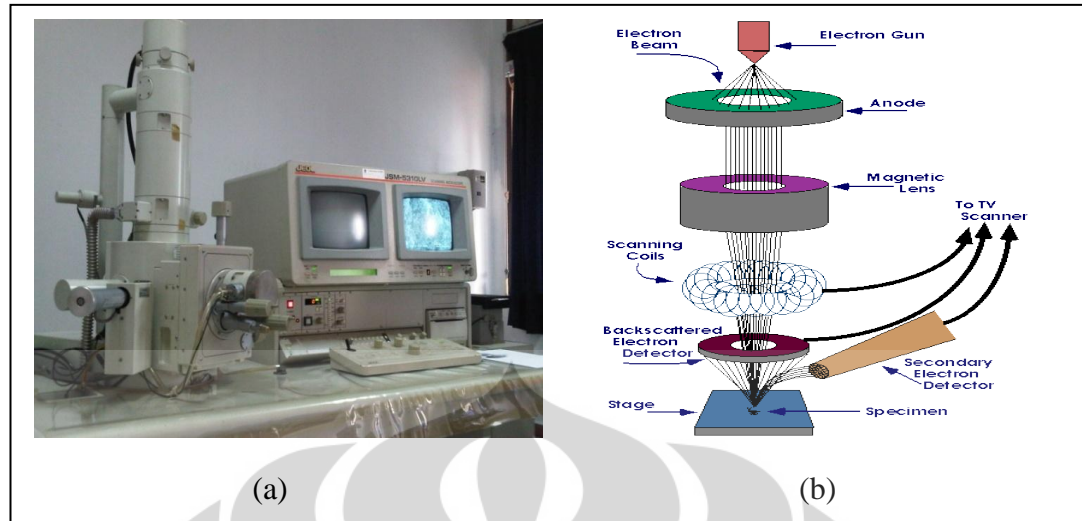
Gambar 3.10 : Diagram alur proses etsa material



Gambar 3.11 : (a) Sonikator Branson-1210

(b) *Fine Coater* JEOL JFC-1200

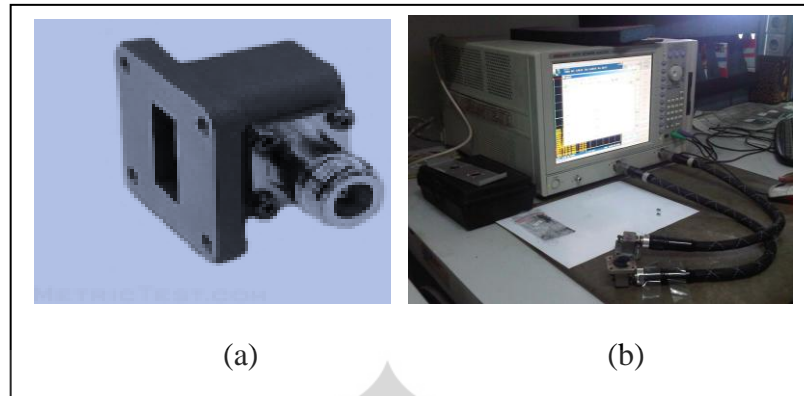
Gambar 3.11 merupakan gambar alat preparasi material uji SEM, sonikator dan *fine coater* sedangkan Gambar 3.12 adalah alat uji SEM JEOL JSM-5310LV yang terdiri dari pistol elektron, lensa elektron dan system vakum.



Gambar 3.12 : Alat Uji SEM (a) JEOL JSM-5310LV
(b) Skematik diagram Scanning Electron Microscope

3.4.3 VNA (*Vector Network Analyzer*)

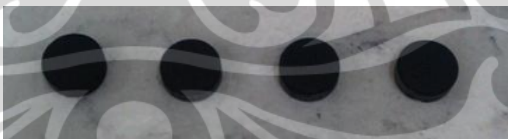
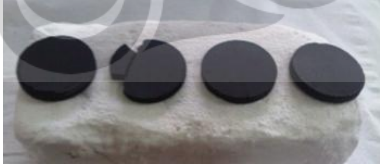

VNA merupakan suatu pengujian sifat magnetik suatu material dengan mengaplikasikan sifat suatu material. Tujuannya yaitu untuk mengukur nilai absorpsi material dan juga nilai reflektasi loss (*reflection loss*). Cara kerja alat ini yaitu dengan melihat nilai refleksi, transmisi, dan absorpsi yang di terima oleh probe adapter. Pada alat ini dipancarkan sejumlah gelombang dengan frekuensi 300KHz hingga 20GHz yang kemudian di alirkan pada probe S11 dan pancarannya diterima oleh probe S21. Material uji di letakan diantara probe S11 dan S21 sehingga pada layar monitor kita dapat mengetahui nilai frekuensi yang direfleksikan, di transmisikan, dan diabsorb oleh material uji. Kemampuan setiap adapter membaca frekuensi yang di absorb berbeda-beda sesuai dengan spesifikasi adaptornya, namun untuk adapter WR75 kemampuan membaca frekuensinya yaitu sebesar 5GHz - 15GHz.



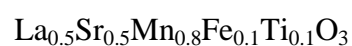
Gambar 3.13 : (a) WR75 Waveguide to Coaxial Adapter
(b) Advantest-R3770 Vector Network Analyzer 300KHz – 20 GHz

3.5 Bentuk Sampel

Pada penelitian ini sampel yang dipreparasi yaitu sebanyak 12 sampel diantaranya yaitu, 4 sampel saat temperatur 1000°C pada berbagai variasi waktu sinter, 4 sampel saat temperatur 1100°C pada berbagai variasi waktu sinter, dan 4 sampel saat temperatur 1300°C pada berbagai variasi waktu sinter. Variasi waktu sinter yang dimaksud yaitu pada kurun waktu 0 jam penahanan, 1 jam, 5 jam dan 24 jam waktu penahanan sintering pada temperatur tertentu.

Suhu	Bentuk Sampel
1000	
1100	
1300	

Gambar 3.14: Bentuk Material Sampel

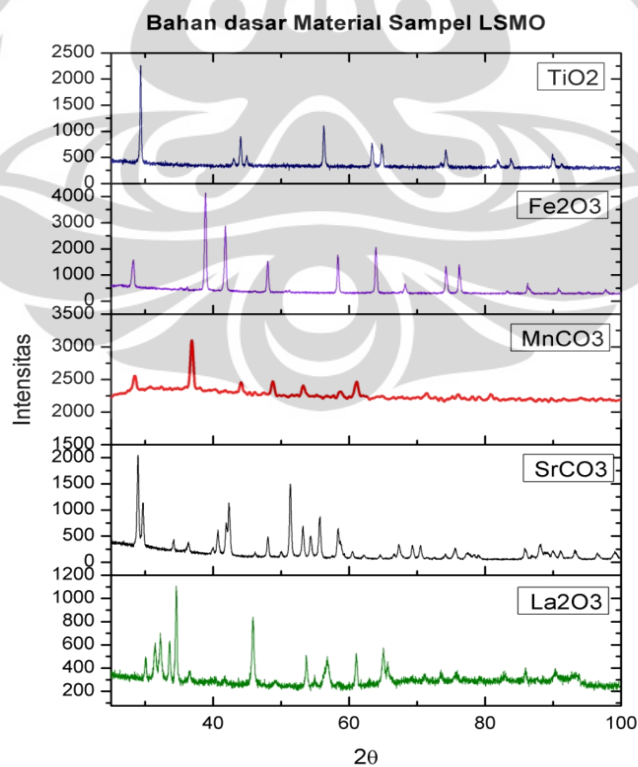


BAB 4

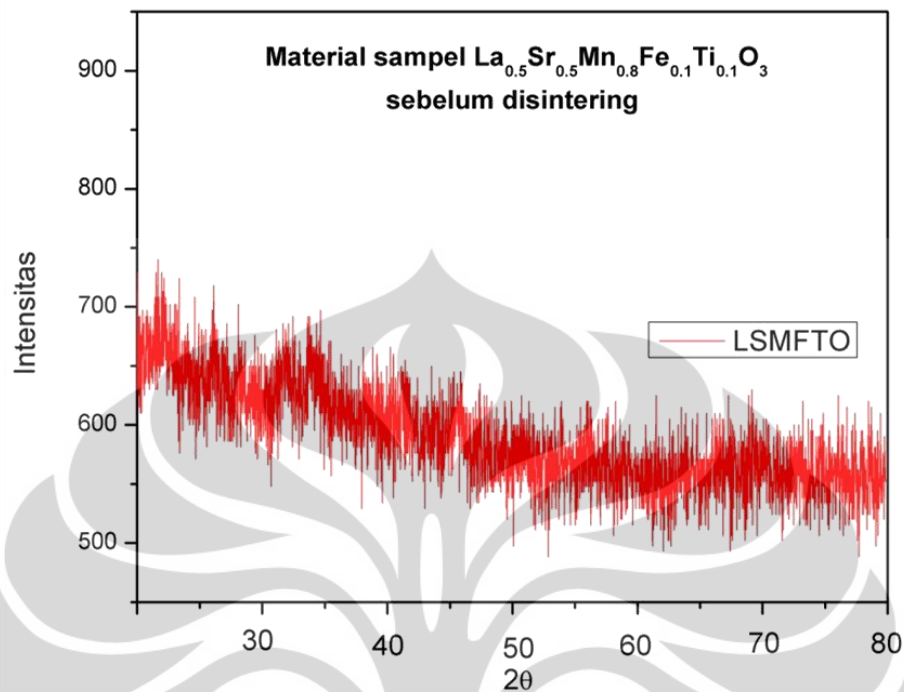
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Struktur Kristal

Hasil XRD fasa material penyusun $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ diperlihatkan pada Gambar 4.1 yang menunjukkan bidang-bidang kristal penyusun material sampel yang memperlihatkan pola difraksi terukur dimasing-masing komponen penyusun senyawa material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ yaitu masing-masing senyawa La_2O_3 , SrCO_3 , MnCO_3 , Fe_2O_3 , dan TiO_2 (lihat Lampiran B). Senyawa ini adalah senyawa kristalin yang memiliki pola difraksi yang unik. Pasca penghalusan mekanik, kelima komponen material tersebut memiliki pola difraksi seperti yang terlihat pada Gambar 4.2 mengidentifikasi bahwa material kristalin telah terdeformasi yang ditandai oleh tidak adanya puncak-puncak difraksi bidang kristal. Bila demikian maka kondisi material pasca penghalusan mekanik dapat dianalogikan pada kondisi material telah berada pada fasa cair.



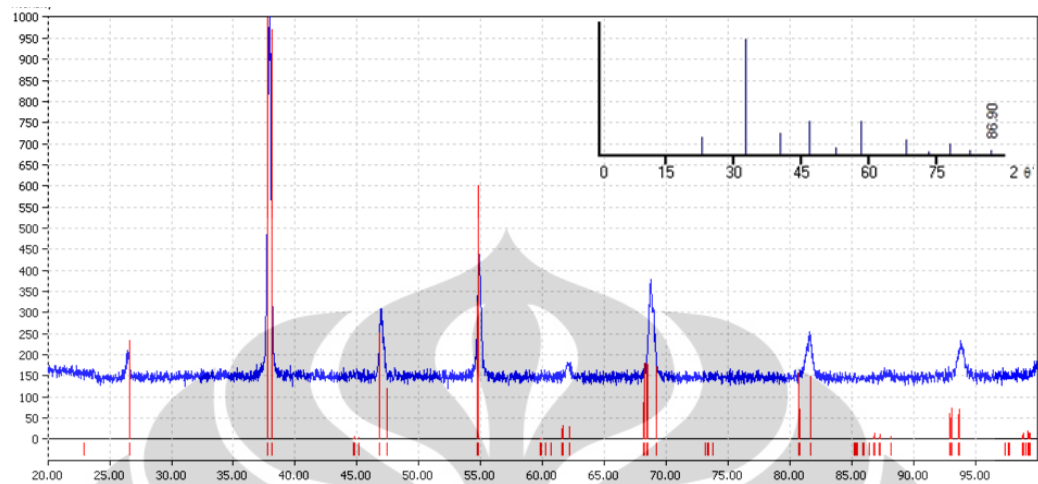
Gambar 4.1 : Grafik Hasil XRD material penyusun $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$



Gambar 4.2 : Grafik XRD material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ milling 10 jam

Grafik pada Gambar 4.2 merupakan grafik XRD hasil proses milling selama 10 jam, grafik diatas memberikan informasi mengenai nilai puncak fasa penyusun sampel material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ yang telah terdestruksi struktur kristalnya akibat proses milling selama 10 jam. Kristal dari masing-masing bahan penyusun sampel akan hancur dan nilai puncaknya akan rusak selama proses tumbukan bola-bola milling. Tujuannya adalah untuk memadukan unsur-unsur atau fasa penyusun material dan menghasilkan ukuran butir kristal yang lebih kecil. Ketika proses *pe milling*an, material akan mengalami peningkatan ukuran butir kristal. Semua partikel bahan bergabung dan bercampur menjadi satu menjadi suatu paduan material baru dengan ukuran partikel yang besar dan memiliki struktur amorf. Material dengan ukuran partikel besar ini akan terus menerus di tumbuk (*milling*) sampai material ini bersifat getas atau rapuh dan akan mengalami suatu proses *fracture* atau patahan, kemudian patahan material ini akan terus memecah dirinya menjadi ukuran butir kristal yang lebih kecil dari sebelumnya bahkan sampai skala nanometer. Hal tersebut dapat terlihat pada Gambar 4.2 nilai puncak kristal tidak tampak, sehingga dapat dipastikan

bahwa sampel material yang akan digunakan berawal dari material dengan paduan baru dan memiliki fasa tunggal yaitu $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$.



Gambar 4.3 : Grafik match XRD fasa material sampel $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ pada Temperatur 1300°C selama 1jam dengan fasa LaMnO_3

Grafik pada Gambar 4.3 diatas merupakan hasil identifikasi pola difraksi sinar-x yang nilai bidang hklnya sesuai dengan fasa LaMnO_3 pada *database* ICDD 96-100-1821 dan Pcpdfwin 75-0440. Pola difraksi material pasca pemanasan *sintering* pada temperature 1300°C diperlihatkan bahwa identifikasi pola difraksi berbeda dengan Table 4.1 memperlihatkan hasil identifikasi puncak-puncak difraksi yang diturunkan dari pola difraksi pada Gambar 4.3.

Tabel 4.1 : Tabel identifikasi puncak difraksi material

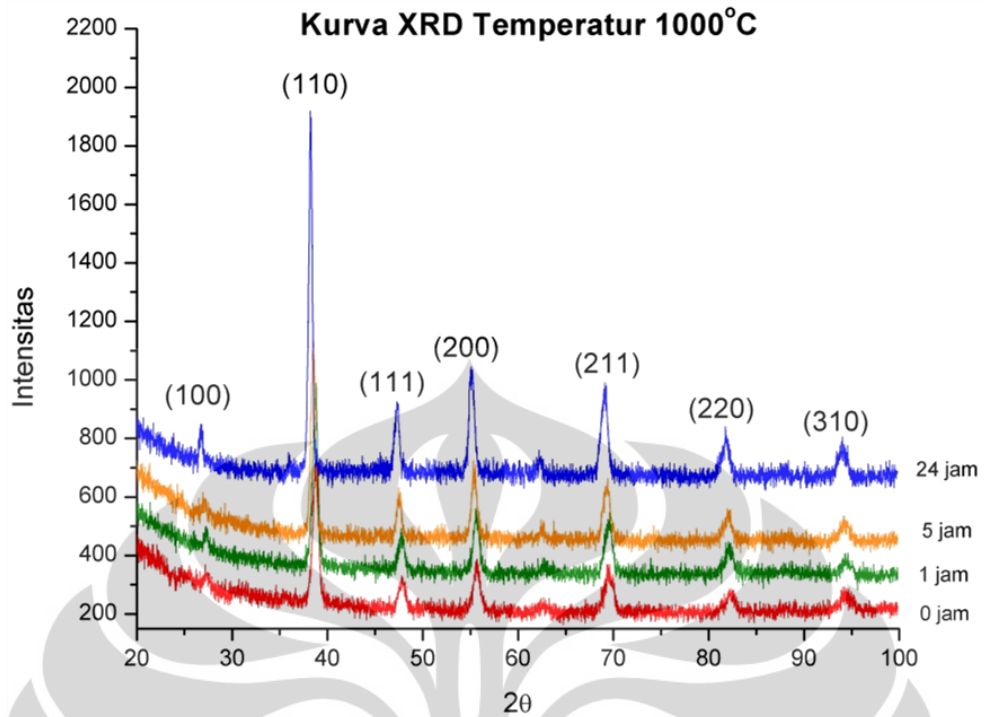
Puncak No	Database ICDD		Eksperimen		No.File	Fasa Material
	d	hkl	d	hkl		
1	26.657	100	26.70	100	96-100-1821	LaMnO_3
2	38.056	110	38.16	110	96-100-1821	LaMnO_3
3	47.069	111	47.22	111	96-100-1821	LaMnO_3
4	54.913	200	55.12	200	96-100-1821	LaMnO_3
5	62.061	210	69.02	211	96-100-1821	LaMnO_3
6	68.763	211	81.76	220	96-100-1821	LaMnO_3
7	81.394	220	94.02	310	96-100-1821	LaMnO_3
8	87.516	300	-	-		

9	93.610	310	-	-
10	99.744	311	-	-
11	105.99	222	-	-

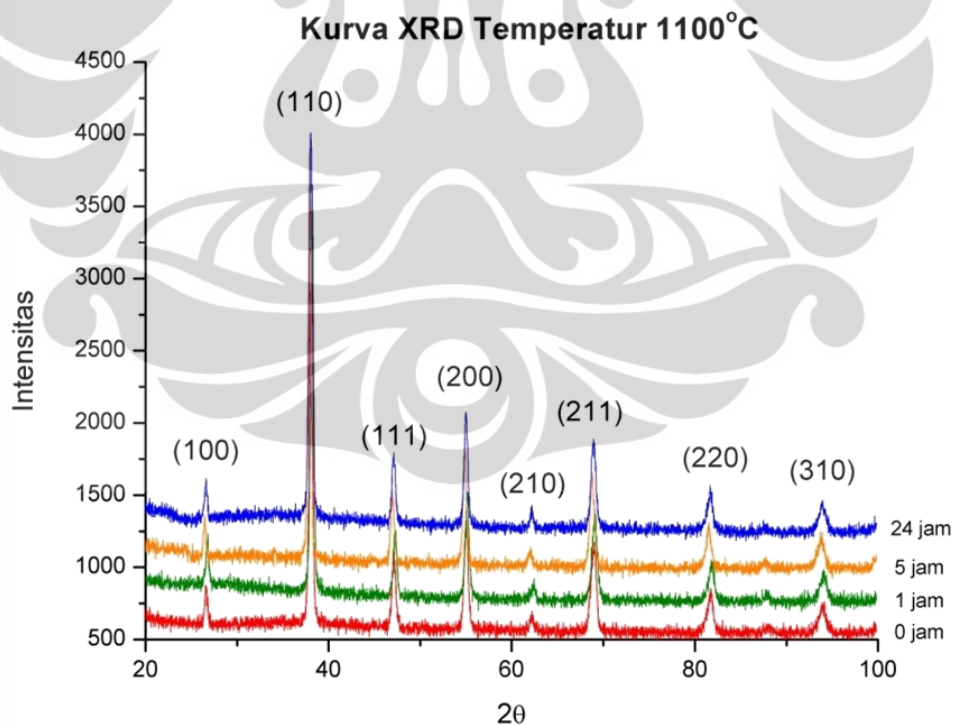
Pada Tabel 4.1 terlihat perbandingan puncak pola difraksi material bidang hkl pada *database* ICDD dan hasil eksperimen. Bidang hkl hasil pengukuran telah diidentifikasi pada 11 puncak *database* ICDD material LSMO, ternyata sebanyak 7 puncak bidang hkl memberikan informasi bahwa material sampel $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ bersesuaian dengan beberapa nilai bidang hkl *database* ICDD 96-100-1821. Beberapa puncak difraksi tersebut juga memperlihatkan adanya pergeseran nilai d_{hkl} namun tidak signifikan. Hal ini dikarenakan adanya efek substitusi ion Sr terhadap ion La dan substitusi ion Fe-Ti terhadap ion Mn pada struktur LSMO sehingga terjadi perubahan pada konstanta kisi kristal.

Pola difraksi sesuai dengan Gambar 4.3 dapat diperoleh kembali pasca pemanasan material berturut-turut pada temperature 1000°C, 1100°C, dan 1300°C sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 4.4 – Gambar 4.6 dapat dipastikan bahwa pada rentang temperatur tersebut material memiliki fasa tunggal yaitu fasa LaSrMnO_3 . Dengan demikian, kondisi ini tepat untuk mengetahui perilaku pertumbuhan ukuran kristal material. Penulis telah melakukan penelitian untuk mempelajari perilaku pertumbuhan ukuran kristal pada proses pemanasan temperatur tetap.

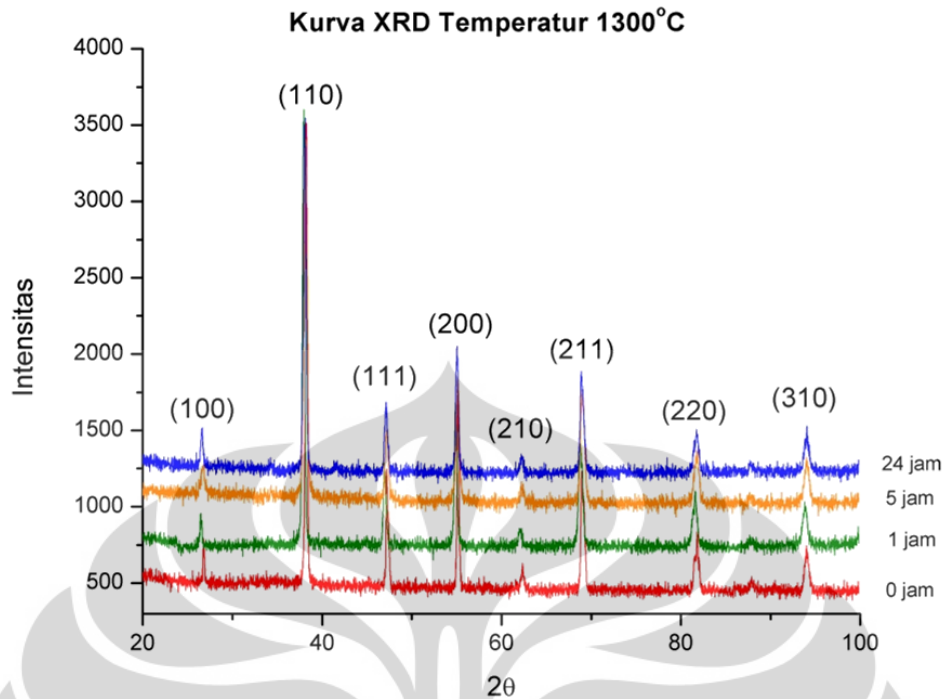
Bila diperhatikan pola-pola difraksi pada rentang temperatur 1000°C-1300°C secara kualitatif terlihat adanya perbedaan pada lebar puncak difraksi pasca sintering untuk rentang temperature 0-24jam. Parameter kisi untuk keseluruhan sampel yang ditunjukkan setelah penghalusan oleh software GSAS juga memperlihatkan nilai parameter kisi yang sama yaitu memiliki kemiripan untuk nilai 1 digit dibelakang koma. Keseluruhan sampel memiliki struktur kristal orthorombik dengan parameter kisi $a=7.7 \text{ \AA}$; $b=5.5 \text{ \AA}$; $c=5.4 \text{ \AA}$. Nilai parameter kisi diperlihatkan pada Tabel 4.3.



Gambar 4.4 : Grafik 2θ vs Intensitas sampel material pada berbagai variasi waktu Temperatur 1000°C

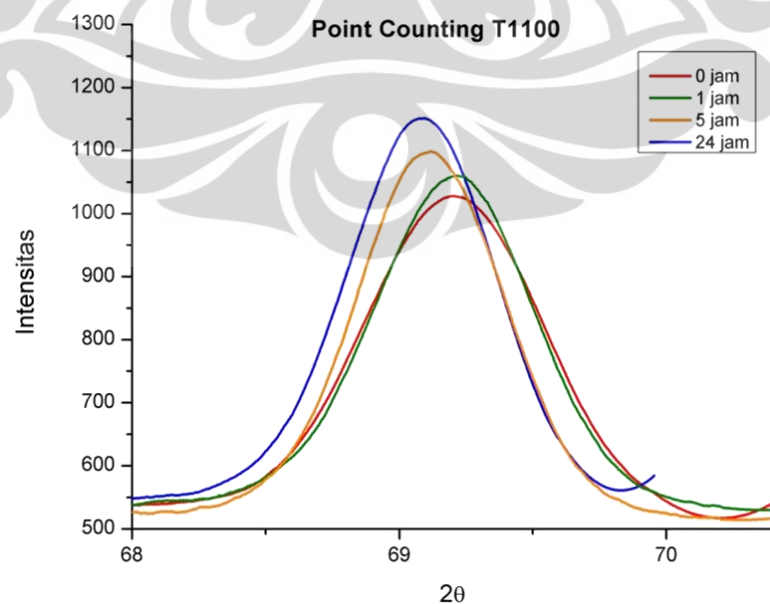


Gambar 4.5 : Grafik 2θ vs Intensitas sampel material pada berbagai variasi waktu Temperatur 1100°C



Gambar 4.6 : Grafik 2θ vs Intensitas sampel material pada berbagai variasi waktu Temperatur 1300°C

Kualitas dan kuantitas fasa-fasa yang terbentuk didalam kurva XRD kemudian diamati dengan teknik *point counting* perhitungan pada 3 puncak kurva difraksi dari setiap temperatur dengan *type of scan= STEP, mode= normal $\theta/2\theta$, step size=0.005°* dan *time per step= 1 detik*.



Gambar 4.7 : Grafik 2θ vs Intensitas sampel material pada sudut 68°-71°

Gambar 4.7 memperlihatkan plot puncak difraksi bidang hkl (211) yang diambil dengan teknik *step counting* terhadap sampel pasca pemanasan pada temperature 1100°C masing-masing material pada rentang waktu 0-24jam. Hasil pengukuran *point counting* pada sudut difraksi 68°-70° tersebut nilai intensitasnya akan cenderung meningkat ketika perlakuan variasi waktu sintering yang diberikan lebih lama. Semakin lama waktu sintering maka akan semakin tinggi intensitasnya atau derajat kristalin suatu bahan, sedangkan untuk lebar puncak akan mengalami penyempitan atau nilai dari FWHM pada sudut akan semakin kecil. FWHM dari puncak tersebut penting untuk evaluasi ukuran rata-rata kristal sebagaimana dijelaskan pada bab sebelumnya (*masuk ke 4.3*).

4.2 Analisis Parameter Kisi

Struktur kristal dari data XRD dianalisis menggunakan program *General Structure Analysis System (GSAS)* yang berbasis analisis *rietveld*. GSAS akan melakukan *refinement* untuk mencocokkan antara parameter standar dan parameter sampel yang dihitung dengan perhitungan teoritis kemudian dibandingkan dengan data eksperimen. Hasil *refinement* data XRD sampel material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ dapat dilihat pada tabel 4.2 dan 4.3 (*lihat Lampiran C*)

Tabel 4.2 : Hasil run listview dan parameter kisi EXPGUI GSAS profil difraksi sinar-x material sampel $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$

No	Sampel	wRp (%)	Rp (%)	χ^2 (chi square)
1	T1000-0jam	7.19	5.79	1.270
2	T1000-1jam	6.88	5.40	1.208
3	T1000-5jam	7.41	5.89	1.366
4	T1000-24jam	5.90	4.68	1.216
5	T1100-0jam	4.64	3.71	1.270
6	T1100-1jam	4.52	3.56	1.254
7	T1100-5jam	4.84	3.88	1.366
8	T1100-24jam	4.93	3.85	1.373

9	T1300-0jam	4.91	3.87	1.399
10	T1300-1jam	5.14	4.03	1.338
11	T1300-5jam	5.02	3.91	1.346
12	T1300-24jam	4.98	3.94	1.283

Pada tabel 4.2 yang ditunjukkan bahwa hasil *refining* (pencocokan) telah sesuai dengan data aslinya, hal ini dapat terlihat dari nilai chi square (χ^2) yang ditampilkan bernilai $\chi^2 < 2$ sedangkan nilai R_p dan wR_p memberikan nilai $< 10\%$.

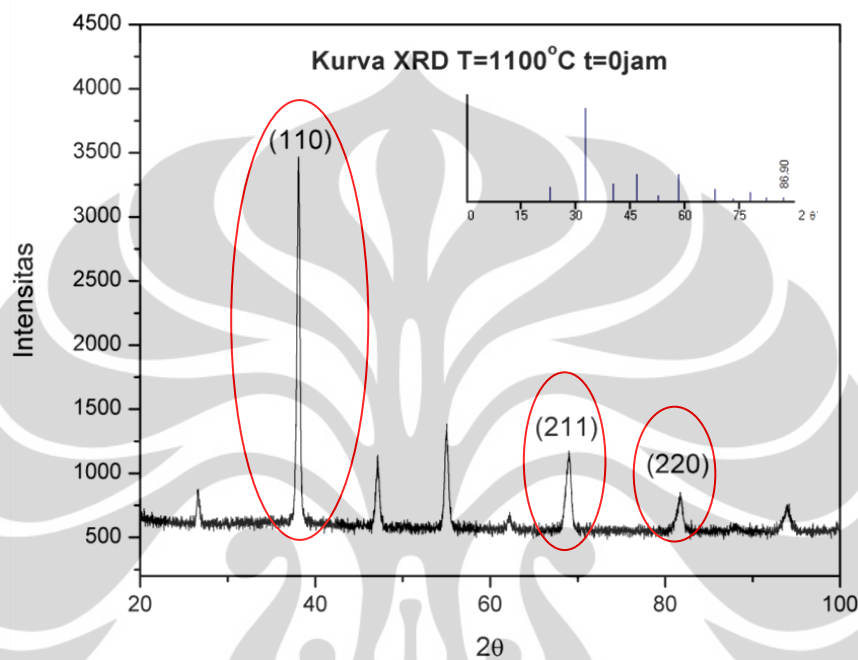
Tabel 4.3 : Identifikasi parameter kisi EXPGUI GSAS profil difraksi sinar-x material sampel $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$

No	Nama Sampel	Parameter Kisi (Å)		
		a	b	c
1	T1000-0jam	7.689467	5.510506	5.368936
2	T1000-1jam	7.746536	5.466635	5.449705
3	T1000-5jam	7.724013	5.461048	5.500068
4	T1000-24jam	7.718724	5.461588	5.517756
5	T1100-0jam	7.738448	5.515576	5.473635
6	T1100-1jam	7.729443	5.443206	5.49055
7	T1100-5jam	7.766941	5.461351	5.48958
8	T1100-24jam	7.718611	5.458659	5.49136
9	T1300-0jam	7.74269	5.483593	5.466748
10	T1300-1jam	7.756076	5.48896	5.450665
11	T1300-5jam	7.728883	5.467224	5.473552
12	T1300-24jam	7.782357	5.463453	5.500763

Hasil yang ditunjukkan tabel 4.3 memberikan suatu nilai bahwa pada perubahan temperatur sinter dan perubahan waktu sinter tidak memiliki pengaruh yang besar terhadap perubahan nilai parameter kisi yang signifikan. Sehingga faktor temperatur memberikan pengaruh yang amat kecil terhadap perubahan parameter kisi material.

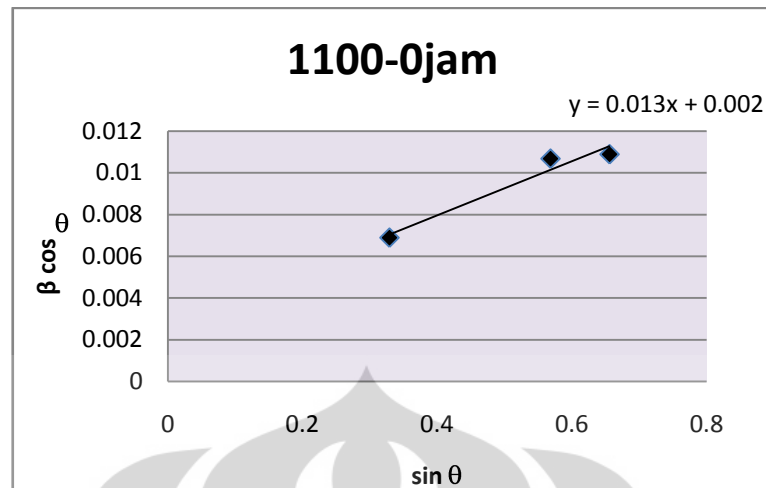
4.3 Analisis Ukuran Kristal dan Regangan Kisi

Ukuran kristal didapatkan dari hasil olah data *point counting* 3 nilai puncak kurva XRD (hkl), yaitu pada puncak bidang refleksi (110), (211) dan (220). Data diolah dengan menggunakan metode Debye- Scherrer sehingga didapatkan nilai ukuran kristal sebagai berikut:



Gambar 4.8 : Grafik 3 puncak pengukuran FWHM

Gambar 4.8 merupakan grafik 3 puncak pengukuran FWHM di tiap sudut yang berbeda. Penentuan 3 puncak ini, ditentukan dari nilai puncak yang tidak tumpang tindih berdasarkan *database* Pcpdfwin 75-0440 yang terbentuk pada material. Puncak-puncak yang tidak tumpang tindih tersebut dapat merepresentasikan nilai distribusi ukuran kristal pada sudut dan intensitas bidang kristal. Besarnya nilai FWHM pada bidang kristal disebabkan oleh beberapa faktor utama: yang pertama yaitu ukuran *fine crystal* atau ukuran kristal sesungguhnya, yang kedua yaitu faktor instrumental, dan yang ketiga yaitu adanya pengaruh regangan kisi (*microstrain*). Ukuran kristal dapat ditentukan dari nilai **b** persamaan $y=mx+b$ plot grafik $\sin\theta$ vs $\beta\cos\theta$ pada 3 puncak hkl pola difraksi material. Dapat dilihat bahwa pada material dengan temperatur 1100°C waktu penahanan 0 jam mengalami nilai regangan kisi sebesar 1,3% dan nilai ukuran kristal sebesar 80.50 nm (lihat Gambar 4.9).



Gambar 4.9 : Plot Grafik $\sin\theta$ vs $\beta\cos\theta$ pada 3 puncak (hkl) sampel material temperatur 1100°C waktu 0 jam sintering.

Gambar 4.9 merupakan plot grafik persamaan $\beta \cos\theta = \frac{0.9\lambda}{D} + \varepsilon \sin\theta$ yang menunjukkan bahwa nilai slope m merupakan faktor regangan kisi yang ditimbulkan akibat adanya pelebaran puncak pada pola difraksi sinar-x, sedangkan nilai b merupakan rasio konstanta dan panjang gelombang sinar-x terhadap ukuran kristal sesungguhnya. Hasil plot grafik $\sin\theta$ vs $\beta\cos\theta$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.9 berturut-turut ditunjukkan pada tabel 4.4 rentang temperatur 1000°C-1300°C dan rentang waktu 0-24jam.

Tabel 4.4 : Ukuran kristal dan regangan kisi kristal dari hasil plot persamaan $\sin\theta$ vs $\beta\cos\theta$

Temperatur (°C)	Waktu (jam)	$D_{\text{plot pers}}$ (nm)	Regangan Kisi (%)
1000	0	27	1.1
	1	23	0.6
	5	0	1.6
	24	0	1.5
1100	0	81	1.3
	1	54	0.9
	5	161	0.9

	24	0	1.0
1300	0	18	-0.4
	1	81	0.5
	5	20	0.8
	24	81	1.4

Tabel 4.4 memberikan informasi mengenai nilai ukuran kristal hasil plot grafik $\sin\theta$ dan $\beta\cos\theta$. Hasil menunjukkan bahwa pertumbuhan ukuran kristal pada waktu penahanan panas range 0-24jam ditemperatur yang tetap, nilainya tidak memiliki kecenderungan bahwa ukuran kristal yang didapatkan bertambah atau membesar seiring dengan tingginya variasi waktu dan temperatur yang diberikan. Hasil yang tertera pada tabel sangat tidak beraturan dan tidak bersesuaian antara nilai ukuran kristal satu dengan yang lainnya terhadap variasi waktu penahanan panas material. Nilai tersebut tidak sesuai dengan teori pertumbuhan kristal yang menyebutkan bahwa ukuran kristal akan cenderung meningkat sesuai dengan lamanya waktu penahanan panas.

Hasil tersebut tidak dapat dijadikan suatu nilai atau ukuran kristal yang sesungguhnya, sehingga hasil yang ditampilkan oleh setiap persamaan grafik $\sin\theta$ dan $\beta\cos\theta$ pada penelitian ini tidak dapat digunakan. Dengan demikian, pada penelitian ini digunakan metode Debye-Scherrer dengan mengasumsikan bahwa efek dari regangan kisi (*microstrain*) kristal diabaikan.

Faktor regangan kisi pada Tabel 4.4 material dapat diabaikan dengan asumsi bahwa pada tahapan preparasi material, material akan mengalami regangan tarik dan regangan tekan saat proses pemillingan dan saat proses sintering. Ketika proses sintering, atom-atom dalam kristal diduga akan mengalami suatu kondisi relaksasi atau penyusunan posisi atom-atom saat diberikan variasi penahanan temperatur sintering yang relatif tinggi. Sehingga nilai dari regangan kisi tidak muncul pada kristal atau dapat dikatakan bahwa nilai regangan kisi material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ tidak ada.

Tabel 4.5 : Data bidang refleksi (hkl) pada material LSMFTO temperatur 1100°C waktu 0jam penahanan.

hkl	2θ (°)	sinθ (rad)	cosθ (rad)	I (c/s)	β (rad)	βcosθ (rad)	D (nm)	D _{ave}
110	38.417	0.3290067	0.94432757	1507	0.007303	0.006897339	23.34	
211	69.21	0.5679155	0.82308681	350	0.012972	0.010677169	15.07	18 nm
220	81.914	0.6554929	0.75520173	152	0.014415	0.010886507	14.79	

Tabel 4.5 merupakan tabel perhitungan ukuran kristal rata-rata yang di hitung menggunakan metode Debye Scherrer dengan mengabaikan nilai regangan kisi material. Ukuran kristal setiap puncak bidang hkl dihitung dari persamaan $D = \frac{K\lambda}{\beta\cos\theta}$ sehingga didapatkan 3 nilai D untuk menentukan nilai ukuran kristal rata-rata dari identifikasi pola difraksi sampel.

Tabel 4.6 : Nilai Ukuran Kristal Rata-rata dari 3 bidang (hkl)

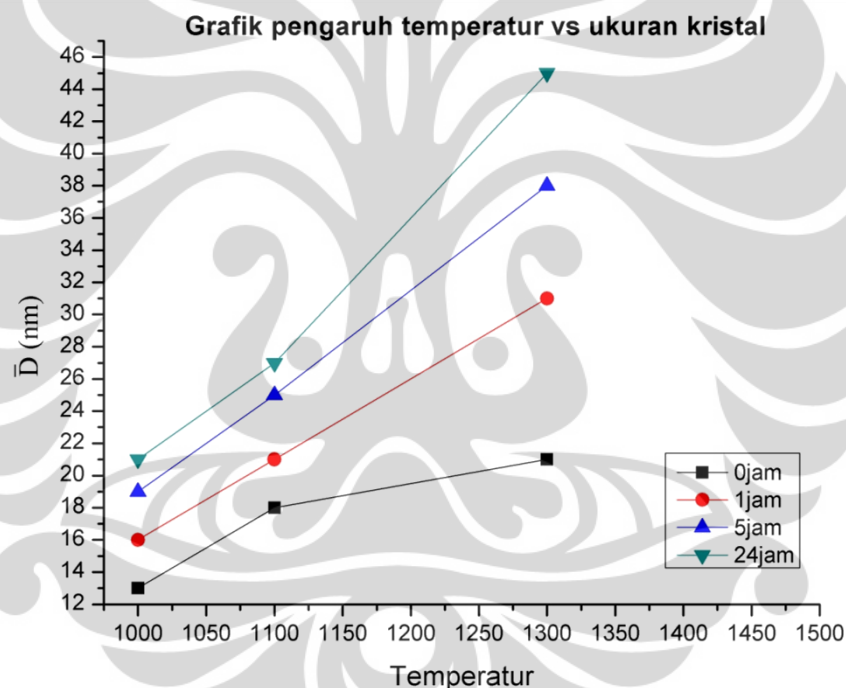
Temperatur (°C)	Waktu (jam)	D _{average} (nm)
1000	0	13
	1	16
	5	19
	24	21
1100	0	18
	1	21
	5	25
	24	27
1300	0	21
	1	31
	5	38
	24	45

Pada Tabel 4.6 ditunjukkan bahwa nilai ukuran kristal merupakan nilai rata-rata ukuran kristal dari pengukuran 3 puncak berbeda dengan menggunakan

metode Debye-Scherrer yang menjelaskan bahwa pengukuran ukuran fine kristal dapat ditentukan dengan mengabaikan faktor regangan kisi (*lihat Lampiran D*).

4.4 Pengaruh Temperatur Terhadap Pertumbuhan Kristal

Pengaruh temperatur terhadap pertumbuhan kristal rata-rata dapat dilihat pada Gambar 4.10. Pada gambar tersebut menunjukkan bahwa nilai ukuran kristal rata-rata akan meningkat seiring dengan naiknya temperatur yang diberikan. Nilai ukuran kristal pada berbagai variasi waktu pemanasan juga memiliki kecepatan pertumbuhan kristal yang berbeda-beda (Lai, et al. 2003).



Gambar 4.10: Grafik pengaruh temperatur terhadap pertumbuhan ukuran kristal

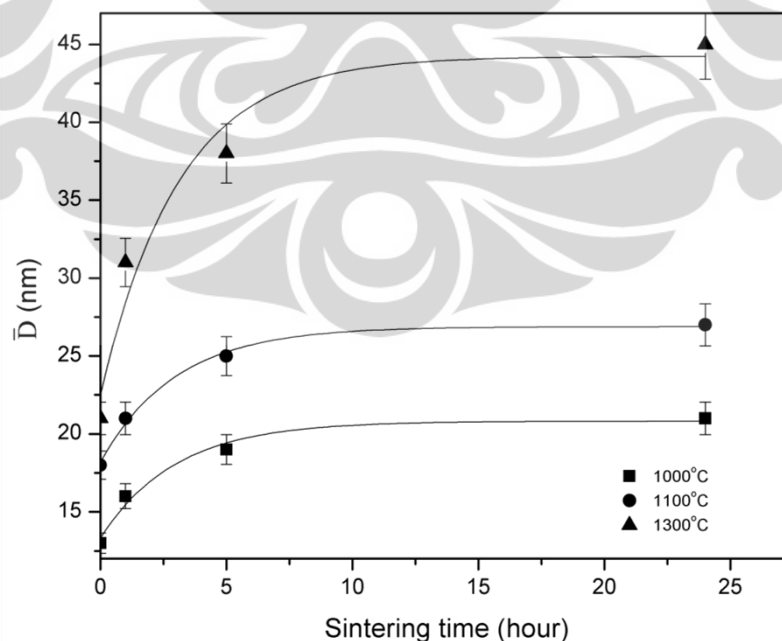
Gambar 4.10 adalah plot nilai ukuran kristal rata-rata sampel material pasca pemanasan pada berbagai temperatur dan rentang waktu. Terlihat adanya koreksi linear antara ukuran kristal rata-rata dan temperatur sintering pada pemanasan dengan interval waktu yang tetap. Pada temperatur sintering yang tetap, ukuran kristal rata-rata akan meningkat sesuai dengan lamanya waktu sintering. Hal ini membuktikan bahwa selama tahapan sintering telah terjadi pertumbuhan ukuran kristal, sehingga laju pertumbuhan ukuran kristal ditentukan

oleh temperatur sintering. Plot grafik dalam Gambar 4.10 memastikan bahwa ukuran rata-rata kristal juga ditentukan oleh waktu pertumbuhan dan temperatur pertumbuhan. Penulis bermaksud untuk menentukan nilai persamaan empiris laju pertumbuhan kristal dari hasil korelasi antara ukuran kristal rata-rata, waktu, dan temperatur pertumbuhan material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$.

4.5 Penentuan Persamaan Kinetika Pertumbuhan Ukuran Kristal Rata-rata

Dari hasil perhitungan ukuran rata-rata kristal yang telah dilakukan, maka dapat diketahui hubungan antara waktu sintering dengan ukuran kristal $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ yang terbentuk. Gambar 4.11 memperlihatkan plot nilai ukuran kristal rata-rata (\bar{D}) masing-masing pasca pemanasan temperatur tetap 1000°C , 1100°C , dan 1300°C sebagai fungsi lamanya waktu pemanasan.

Plot grafik tersebut memperlihatkan tiga temperatur sintering yang berbeda dengan variasi rentang waktu sintering terhadap kenaikan ukuran kristal rata-rata. Terlihat bahwa ukuran kristal rata-rata naik secara eksponensial dan masing-masing memiliki kenaikan ukuran kristal rata-rata pasca pemanasan untuk waktu yang relatif lama (dalam penelitian ini waktu terpanjang yang diterapkan adalah 24 jam).



Gambar 4.11: Grafik pengaruh waktu pemanasan terhadap pertumbuhan ukuran kristal pada berbagai variasi temperatur

Dari grafik pada Gambar 4.11 akan diperoleh suatu persamaan eksponensial fungsi $D(t,T)$, dimana apabila nilai $D_0 \neq 0$ dan nilai D_0 memiliki suatu nilai tertentu yang tidak konstan terhadap temperatur, maka dari turunan persamaan eksponensial tersebut akan diperoleh nilai $\left(\frac{\partial D(t,T)}{\partial t}\right)$ sebagai fungsi temperatur.

Hasil fitting data plot grafik $D(t,T)$ menghasilkan persamaan 4.1, 4.2, dan 4.3 yang menunjukkan nilai slope ukuran kristal rata-rata merupakan fungsi waktu dan temperatur $\left(\frac{\partial D(t,T)}{\partial t}\right)$.

*) saat temperatur 1000°C

$$D(t,T) = -7.5 \exp\left(\frac{-t}{2.9}\right) + 20.8 \quad (4.1)$$

$$\frac{\partial D(t,T)}{\partial t} = -\frac{1}{2.9} \left(-7.5 \exp\frac{-t}{2.9}\right)$$

$$\frac{\partial D(t,T)}{\partial t} = 2.5 \exp\frac{-t}{2.9}$$

*) saat temperatur 1100°C

$$D(t,T) = -8.7 \exp\left(\frac{-t}{2.9}\right) + 26.9 \quad (4.2)$$

$$\frac{\partial D(t,T)}{\partial t} = -\frac{1}{2.9} \left(-8.7 \exp\frac{-t}{2.9}\right)$$

$$\frac{\partial D(t,T)}{\partial t} = 2.9 \exp\frac{-t}{2.9}$$

*) saat temperatur 1300°C

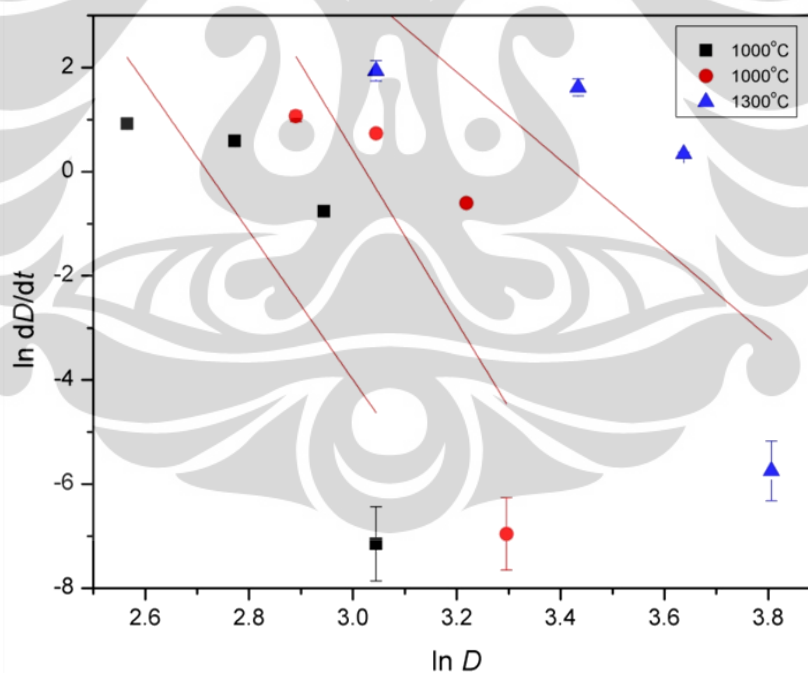
$$D(t,T) = -21.8 \exp\left(\frac{-t}{3.1}\right) + 44.2 \quad (4.3)$$

$$\frac{\partial D(t,T)}{\partial t} = -\frac{1}{3.1} \left(-21.8 \exp\frac{-t}{3.1}\right)$$

$$\frac{\partial D(t,T)}{\partial t} = 7.0 \exp\frac{-t}{3.1}$$

Persamaan 4.1- 4.3 menunjukkan laju pertumbuhan ukuran kristal rata-rata memiliki fungsi eksponensial yang sama kecuali konstanta pengukuran laju pertumbuhan ditentukan oleh temperatur. Akselerasi pertumbuhan ukuran kristal rata-rata meningkat dengan naiknya temperatur sintering.

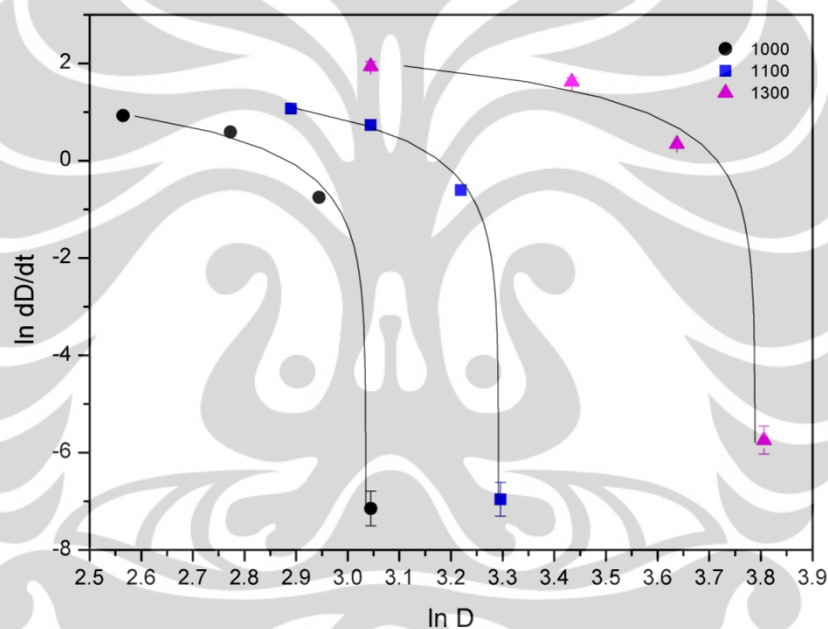
Pada Gambar 4.12 didapatkan nilai orde n kinetika pertumbuhan kristal yang bergantung pada temperatur dari persamaan 4.1- 4.3. Sebagaimana telah dijelaskan pada bab sebelumnya (*lihat halaman 20*) persamaan empiris pertumbuhan ukuran kristal rata-rata mengikuti persamaan 2.16 yang dipublikasikan oleh Peng Cao, et al (2001) bahwa hasil plot grafik antara nilai $\ln D$ dan $\ln dD/dt$ harus menunjukkan hubungan linear. Pada gambar 4.12 plot antara nilai $\ln D$ dan $\ln dD/dt$ tidak menunjukkan hubungan yang linear. Nilai regresi linear pada grafik sangat kecil yaitu $R^2=0.6$ (dari kisaran nilai 0.9-1.0) sehingga terlihat pada grafik nilai ukuran kristal rata-rata $\ln D$ tersebar (*scatter*) dan memiliki slope yang kecil



Gambar 4.12 : Grafik $\ln \partial D/\partial t$ terhadap $\ln D$

Disamping itu, nilai $n_{1000} = 13.23$, $n_{1100} = 15.46$, dan $n_{1300} = 7.428$ yang didapatkan dari hubungan pada Gambar 4.12 merupakan suatu konstanta yang tergantung pada temperatur. Konstanta ini merupakan salah satu komponen untuk

mengkonstruksi suatu persamaan kinetika pertumbuhan kristal. Nilai yang didapatkan diatas tidak dapat merepresentasikan suatu orde persamaan kinetika pertumbuhan kristal, dikarenakan nilainya berubah-ubah atau sangat signifikan pada masing-masing temperatur. Untuk membuat suatu persamaan umum kinetika pertumbuhan, dibutuhkan nilai n yang konstan pada masing-masing temperatur yang berbeda atau suatu nilai n yang nilainya tidak terlalu signifikan berbeda. Sehingga dari persamaan kinetika pertumbuhan kristal diatas serta plot grafik yang ditampilkan, nilai tersebut tidak dapat dijadikan suatu parameter untuk menentukan suatu persamaan kinetika pertumbuhan kristal $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$.



Gambar 4.13 : Plot nilai teoritis dan nilai eksperimen

Grafik yang ditunjukkan oleh Gambar 4.13 merupakan hasil plot grafik antara ukuran kristal hasil pengukuran dengan nilai teoritis berbagai rentang waktu yang berbeda. Gambar diatas menyebutkan bahwa ukuran kristal hasil pengukuran nilainya tidak berbeda jauh dengan nilai hasil perhitungan, sehingga dapat disimpulkan bahwa data empiris ukuran kristal rata-rata sebagai fungsi temperatur hasil penelitian tidak mengikuti persamaan empiris yang di publikasikan oleh Peng Cao, et.al (2001).

Hasil penelitian Peng Cao, et.al (2001) menunjukkan bahwa nilai parameter pertumbuhan kristal didapatkan melalui persamaan empiris kinetika pertumbuhan kristal $D^n - D_0^n = Kt$ dan hubungan linear nilai $\ln(D^n - D_0^n)$ vs $\ln(t)$ dengan koefisien regresi linear $R^2=1$. Persamaan empiris tersebut juga di gunakan dalam penelitian F.Zhou, et.al (2001) dan penelitian lainnya yang berbasis logam, semilogam dan yang ukuran kristalnya dalam skala mikrometer.

Sehingga pada penelitian berbasis material oksida LSMO ini, tidak dapat mengikuti persamaan empiris pertumbuhan kristal sesuai dengan penelitian Peng Cao, et.al (2001) sebelumnya. Telah dipelajari sebelumnya (*lihat halaman 21*) bahwa nilai parameter pertumbuhan kristal juga dapat ditentukan menggunakan persamaan Avrami. Persamaan Avrami pernah digunakan oleh Lai, et.al (2003) dalam penelitiannya untuk menentukan persamaan kinetika pertumbuhan ukuran kristal material oksida SnO₂ pada pemanasan temperatur konstan.

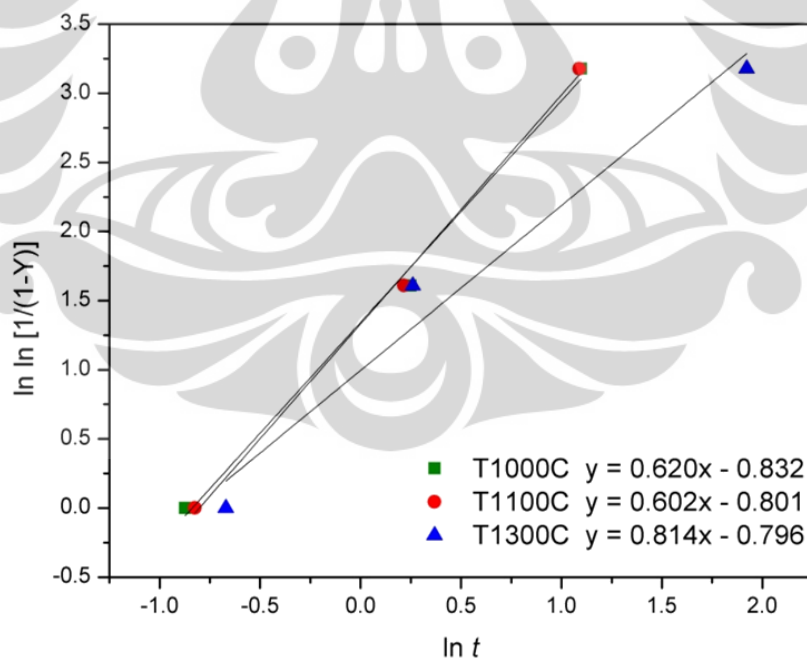
Lai, et.al (2003) menyebutkan bahwa pada penelitiannya berbasis material oksida TiO₂ energi aktivasinya sangat kecil yaitu sekitar 96kJ/mol.K dan untuk SnO₂ memiliki energi aktivasi 32-44 kJ/mol.K. Zhang (1993) mengemukakan bahwa adanya relaksasi struktural atau rasio antara ukuran kristal maksimum (D_m) dengan ukuran kristal minimum (D_0) sebagai mekanisme alternatif parameter pertumbuhan kristal material oksida.

Sesuai dengan pernyataan Zhang tersebut maka, persamaan Avrami dianggap lebih mampu untuk menjelaskan kinetika pertumbuhan kristal. Nilai Y dari persamaan avrami $Y = 1 - \exp(-Kt^n)$ dianggap sebagai nilai parameter relaksasi atau rasio kinetik pertumbuhan kristal yang didefinisikan sebagai $Y = (D - D_0)/(D_m - D_0)$, sehingga dibutuhkan nilai ukuran kristal mula-mula atau minimum (D_0) dan nilai ukuran kristal maksimum (D_m) pada tiap temperatur yang berbeda.

Pada Tabel 4.7 adalah data nilai parameter relaksasi atau rasio ukuran pertumbuhan kristal Y hasil penelitian pada berbagai rentang temperatur dan waktu pemanasan.

Tabel 4.7 : Nilai parameter relaksasi Y

Temperatur	waktu	D_{average} (nm)	D_0 (nm)	D_m (nm)	$Y = (D - D_0) / (D_m - D_0)$
1000	0	13	13	21	0
	1	16	13	21	0.341426919
	5	19	13	21	0.722334939
	24	21	13	21	0.95010458
1100	0	18	18	28	0
	1	21	18	28	0.355050751
	5	25	18	28	0.710603807
	24	27	18	28	0.948821487
1300	0	21	21	45	0
	1	31	21	45	0.400271177
	5	38	21	45	0.726629935
	24	45	21	45	0.998922384

Gambar 4.14 : Grafik $\ln t$ vs $\ln \ln [1/(1-Y)]$

Apabila persamaan kinetika $Y = 1 - \exp(-Kt^n)$ dievaluasi untuk menentukan nilai $D(t, T)$ maka plot nilai hasil kalkulasi pada berbagai temperatur

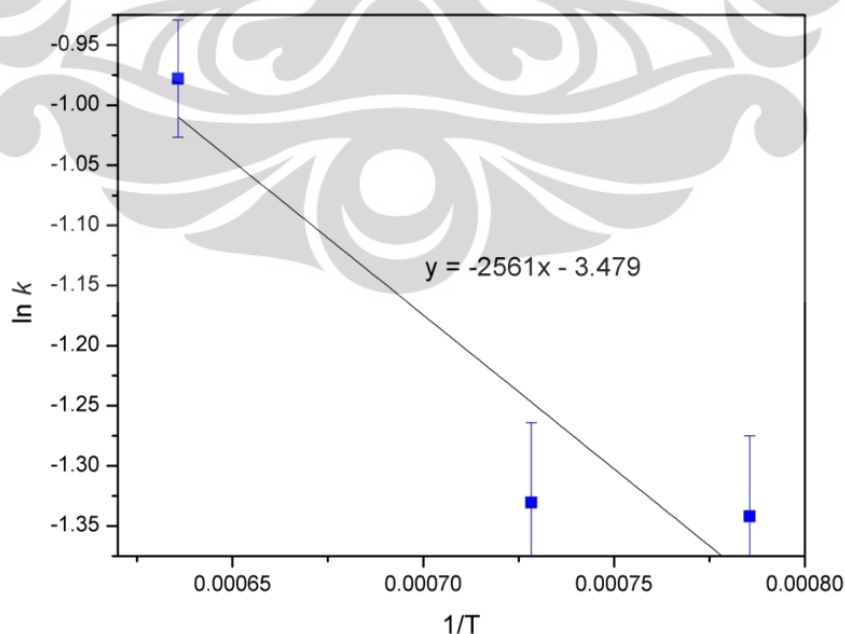
T ditampilkan pada Gambar 4.14. Pada Gambar 4.14 tersebut ditampilkan juga nilai $D(t,T)$ terukur sehingga terlihat bahwa data hasil pengukuran sesuai dengan nilai $D(t,T)$ pada berbagai temperatur mengikuti persamaan Avrami. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa kinetika pertumbuhan butir kristal pada temperatur tetap mengikuti persamaan Avrami.

Gambar 4.14 dan Gambar 4.15 masing-masing menampilkan plot nilai $\ln t$ vs $\ln \ln [1/(1-Y)]$ dan nilai $\ln k$ vs $1/T$. Kedua plot tersebut menghasilkan parameter kinetik seperti nilai orde n dan konstanta $k(T)$ sebagaimana dirangkum pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 : nilai laju konstan k dan orde n

m	b	n	K	$k=K^{1/n}$	$\ln k$	T (°C)	T(K)	1/T
0.62	-0.832	0.62	0.435178059	0.261339361	-1.341935484	1000	1273	0.000786
0.602	-0.801	0.602	0.44887986	0.264327931	-1.330564784	1100	1373	0.000728
0.814	-0.796	0.814	0.451129879	0.376104978	-0.977886978	1300	1573	0.000636

Nilai $\ln \ln [1/(1-Y)]$ dari data empirik ternyata memiliki hubungan linear dengan nilai $\ln t$. Nilai regresi linear plot grafik pada Gambar 4.14 yaitu sebesar 0.96-0.98. Dengan demikian nilai $\ln k(T)$ terhadap nilai $1/T$ akan memperlihatkan nilai yang linear juga.



Gambar 4.15 : Grafik $1/T$ vs $\ln k$

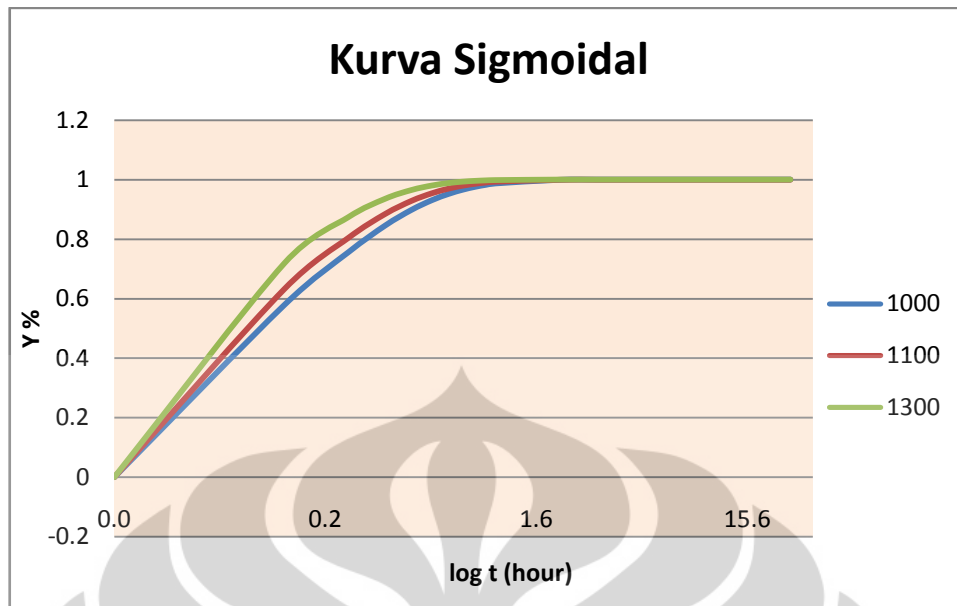
Pada Gambar 4.15 didapatkan nilai m dan b dari persamaan $y=mx+b$, dimana nilai $m=-Q/R$ dan nilai $b=\ln k_0$. Slope hubungan linear Gambar 4.15 tersebut menunjukkan nilai energi aktivasi pertumbuhan kristal Q sebesar 21.29 kJ/mol.K dan nilai konstanta k yang tidak tergantung temperatur $k_0= 32.43$ dengan demikian secara umum persamaan kinetik pertumbuhan ukuran kristal material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ pada penelitian ini mengikuti persamaan (4.4).

Parameter kinetika pertumbuhannya adalah sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 Q &= 21.29 \frac{\text{kJ}}{\text{mol.K}} \\
 k_0 &= 32.43 \\
 k &= 32.43 \exp \frac{-21.29}{RT} \\
 R &= 8.315 \frac{\text{J}}{\text{mol.K}} \\
 n &= 0.7 \\
 Y &= 1 - \exp(-kt^n) \\
 Y &= 1 - \exp \left[\left(-32.43 \exp \frac{-21.29}{(8.315)T} \right) t^{0.7} \right] \quad (4.4)
 \end{aligned}$$

Dari Gambar 4.15 dan persamaan 4.4 diketahui bahwa nilai energi aktivasi pertumbuhan kristal pada material yaitu sebesar 21.29 kJ/mol.K (batas/range nilai energi aktivasi material oksida yaitu 20 - 25 kJ/mol.K (Yin,Tang. 2004) . Nilai ini sangat kecil apabila dibandingkan dengan energi aktivasi pertumbuhan kristal material logam.

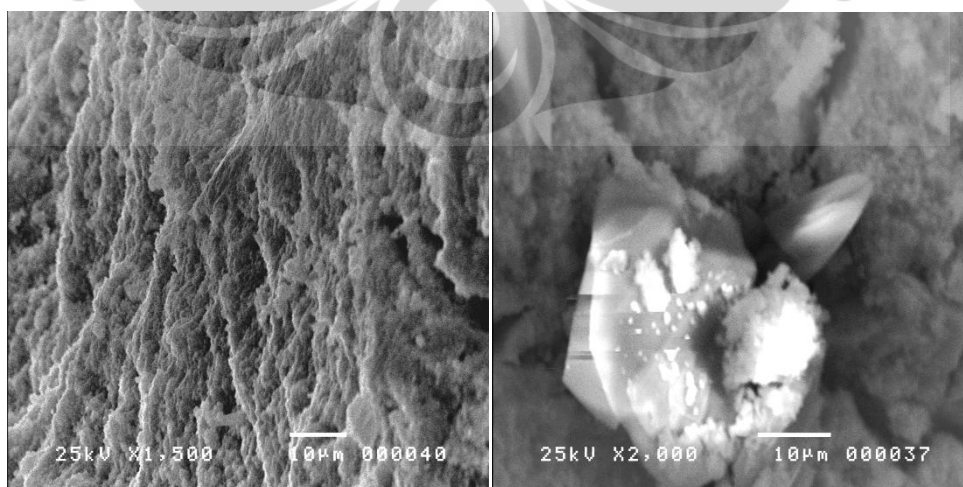
Parameter kinetika pertumbuhan kristal telah didapatkan dari berbagai plot grafik hasil pengukuran material pada temperatur konstan pasca pemanasan material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$. Sehingga dapat di buat suatu grafik rasio pertumbuhan kristal pada berbagai rentang waktu pemanasan temperatur yang konstan (lihat Gambar 4.16).



Gambar 4.16 : Kurva S yang dibentuk material
 $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$

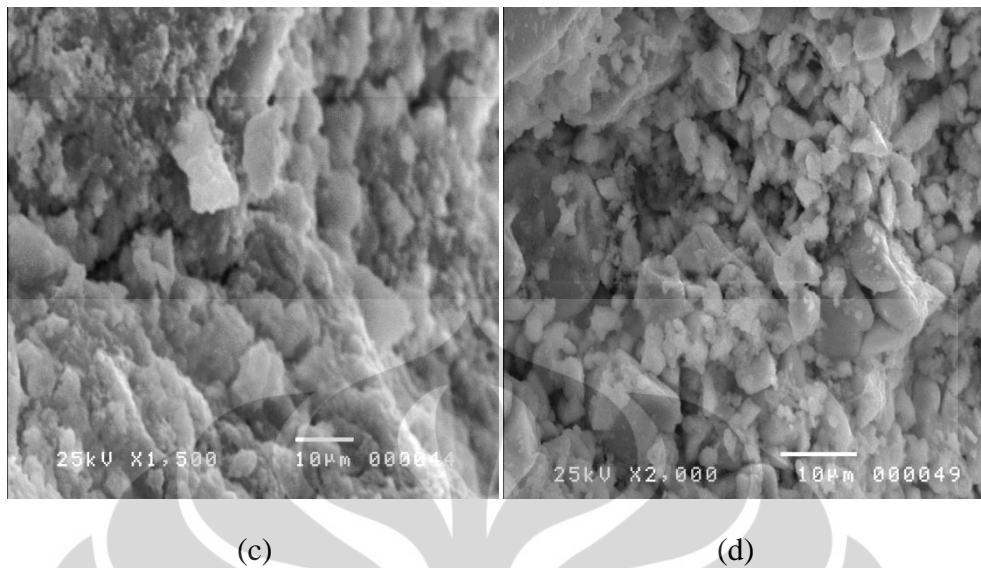
Gambar 4.16 menunjukkan nilai presentase rasio pertumbuhan ukuran kristal pada rentang waktu yang beragam di temperatur yang konstan. Grafik menunjukkan nilai pertumbuhan bergerak lambat dan tidak terlalu signifikan antara temperatur yang berbeda. Hal ini menunjukkan bahwa rendahnya energi aktivasi yang dimiliki material oksida $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ apabila dibandingkan dengan nilai energi aktivasi material logam.

4.6 Hasil Foto Mikro



(a)

(b)



Gambar 4.17 : Foto SEM permukaan sampel $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ pada variasi temperatur dan waktu sintering : (a) 1100°C - 1jam (b) 1100°C - 24jam (c) 1300°C - 1jam (d) 1300°C - 24jam

Hasil pengamatan morfologi permukaan sampel dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* diperlihatkan oleh Gambar 4.17. Gambar ini terdiri dari foto permukaan sampel yang telah dimilling selama 10 jam dengan variasi temperatur dan waktu sintering. Terlihat morfologi permukaan dan ukuran partikel sudah menyerupai tampilan permukaan material LSMO yang bentuknya pipih dan bulat kecil-kecil karena percampuran bahan dasar MnO_3 yang pipih serta SrCO_3 dan TiO_2 yang bulat-bulat. Perubahan bentuk ini dikarenakan adanya pengaruh proses *mechanical milling* sehingga bentuk dan ukuran masing-masing partikel dari tiap bahan berubah menjadi bentuk dan ukuran yang baru.

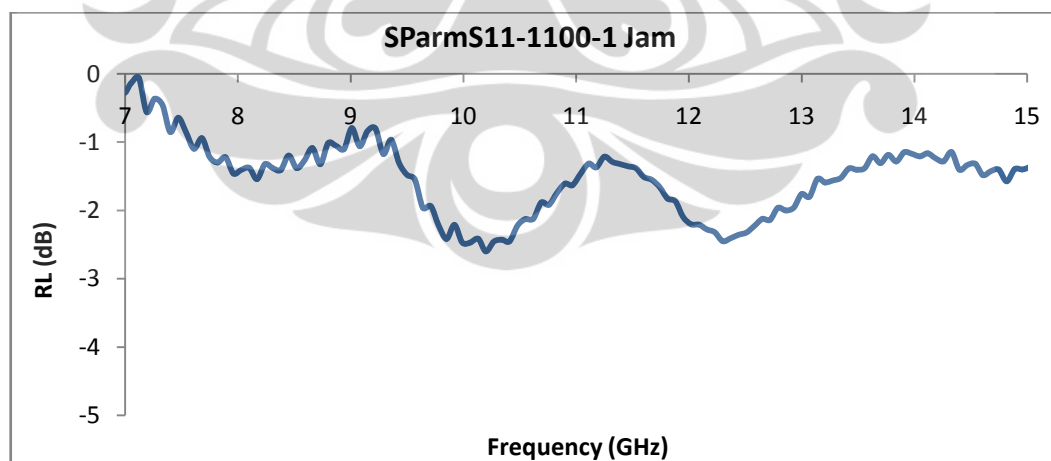
Ditinjau dari ukuran partikelnya, partikel yang terbentuk sudah mulai kecil, walaupun masih ada beberapa partikel besar yang terlihat, ukuran partikel juga terdistribusi secara merata di seluruh permukaan sampel. Namun, pada gambar diatas masih terdapat gumpalan-gumpalan besar atau aglomerasi dari partikel-partikel, hal ini diduga karena preparasi sampel *SEM* kurang baik. Lamanya waktu milling juga mempengaruhi ukuran partikel, semakin lama proses milling maka akan semakin kecil pula partikel yang dihasilkan.

4.7 Karakterisasi Sifat Absorpsi Material

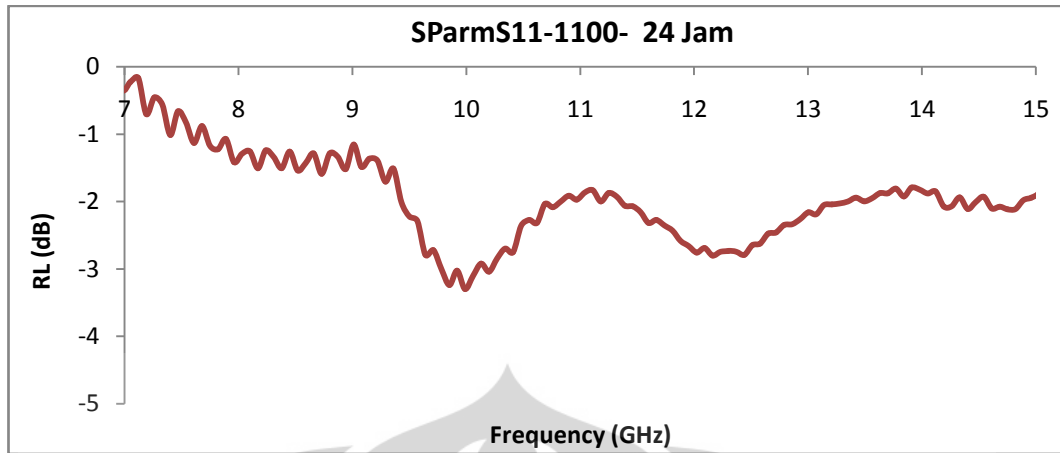
Sifat absorpsi material merupakan suatu sifat material dalam menyerap gelombang elektromagnetik yang dipancarkan oleh pemancar gelombang pada suatu rentang frekuensi tertentu. Karakterisasi sifat absorpsi ini dilakukan dengan menggunakan *Vector Network Analyzer (VNA)* yang tujuannya adalah untuk mengukur nilai absorpsi material dan juga nilai reflektansi loss (*reflection loss*). Prinsipnya yaitu dengan melihat nilai refleksi, transmisi, dan absorpsi yang diterima oleh material melalui probe adapter, sehingga didapatkan suatu kurva RL (*Reflectance Loss*) sebagai fungsi frekuensi.

Pada penelitian ini, gelombang frekuensi yang dipancarkan yaitu gelombang telekomunikasi elektromagnetik, sedangkan untuk variasi frekuensi yang digunakan yaitu antara 2 GHz – 20 GHz., dari rentang frekuensi tersebut dapat dilihat pada frekuensi berapakah sampel material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ akan menyerap frekuensi secara optimum atau maksimal. Sehingga dapat diketahui hubungan antara nilai RL terhadap ukuran butir kristal yang dibentuk.

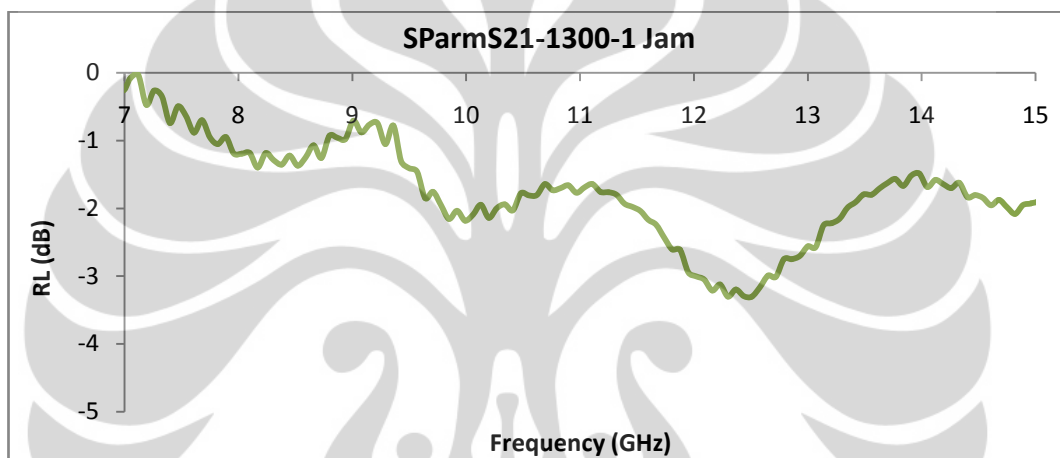
Pengukuran dilakukan pada material sampel T1100-1jam, T1100-24jam, T1300-1jam dan T1300-24jam. Nilai RL material sampel ditunjukkan oleh Gambar 4.18.



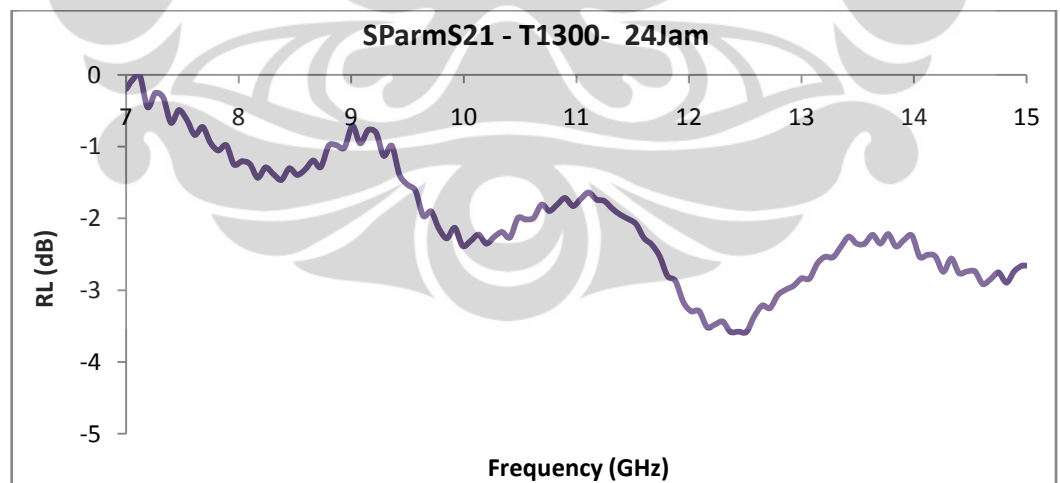
(a)



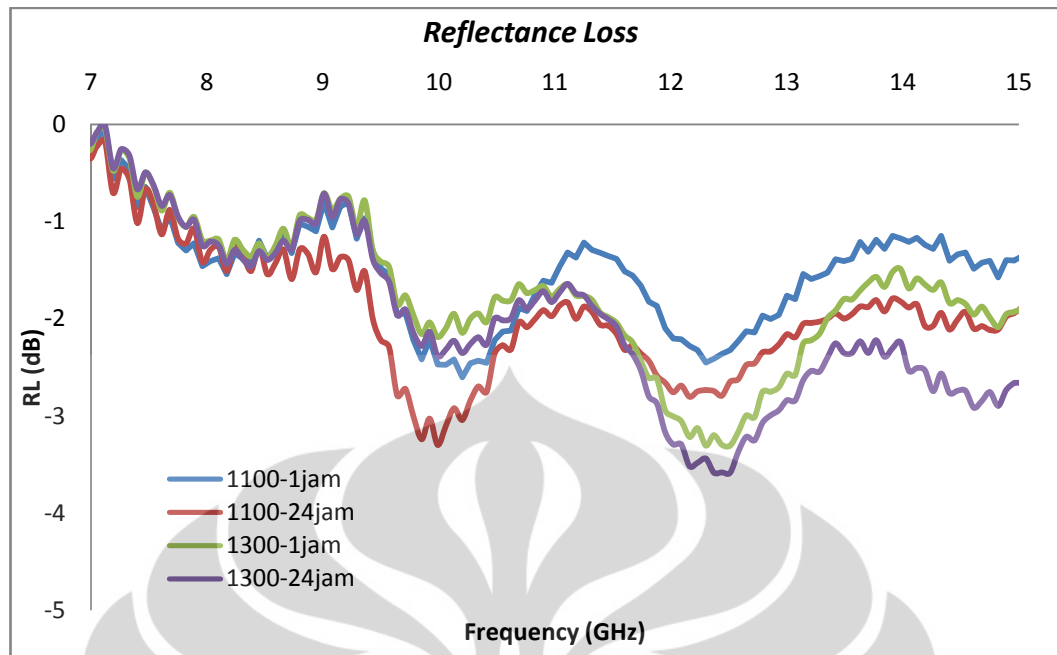
(b)



(c)



(d)



(e)

Gambar 4.18 : Kurva penyerapan gelombang elektromagnetik material sampel $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$: (a) 1100°C - 1jam (b) 1100°C - 24jam (c) 1300°C - 1jam (d) 1300°C - 24jam (e) penyerapan gelombang pada variasi temperatur dan waktu sinter.

Pada Gambar 4.18 menunjukkan kemampuan penyerapan gelombang elektromagnetik oleh material sampel pada frekuensi 10GHz - 20GHz. Hanya saja adapter penghubung atau pandu gelombang (*waveguide*) yang digunakan hanya dapat mengukur rentang frekuensi 5GHz – 15GHz. Sehingga yang terlihat pada grafik yaitu rentang frekuensi 10GHz – 15GHz. Sedangkan, nilai 15GHz – 20GHz merupakan nilai serapan yang material absorpsi berikut dengan nilai parameter kalibrasi alat pemancar gelombangnya. Penentuan range frekuensi antara 10GHz-20GHz dipilih untuk melihat sepanjang apakah daerah serapan atau lebar pita penyerapan (*band width*) yang mampu dihasilkan oleh material sampel.

Grafik menunjukkan nilai penyerapan gelombang elektromagnetik material hampir menyerupai atau hampir sama pada temperatur dan waktu sintering yang berbeda, pada grafik nilai menunjukkan bahwa material memiliki lebar pita penyerapan total sebesar 7 GHz dan memiliki nilai intensitas penyerapan yang

berbeda-beda. Terlihat bahwa nilai dari 4 sampel material yang diteliti, menunjukkan suatu nilai tidak terlalu signifikan perbedaannya dengan range intensitas penyerapan -1.22 dB hingga -3.58 dB. Hal ini dikarenakan komposisi material yang digunakan hanyalah satu komposisi saja yaitu komposisi $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$, dengan demikian pengaruh fasa material merupakan salah satu parameter penting untuk menentukan lebar pita penyerapan dan nilai intensitas penyerapan. Nilai frekuensi, reflektansi loss, dan lebar pita penyerapan (*bandwidth*) dapat dilihat pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9 : Data penyerapan gelombang mikro material LSMO pada berbagai macam variasi temperatur dan waktu sintering

Sampel Material	Frekuensi	Reflektansi Loss	Bandwidth
1100-1jam	8.1 GHz	-1.38 dB	1 GHz
	10.3 GHz	-2.43 dB	2 GHz
	12.4 GHz	-2.41 dB	3 GHz
	14.9 GHz	-1.39 dB	1 GHz
1100-24jam	8.8 GHz	-1.29 dB	1 GHz
	10.1 GHz	-3.10 dB	2 GHz
	12.4 GHz	-2.79 dB	2 GHz
	14.8 GHz	-2.11 dB	1 GHz
1300-1jam	8.45 GHz	-1.22 dB	1 GHz
	10.2 GHz	-2.14 dB	2 GHz
	12.5 GHz	-3.30 dB	3 GHz
	14.9 GHz	-1.95 dB	1 GHz
1300-24jam	8.52 GHz	-1.39 dB	1 GHz
	10.3 GHz	-2.26 dB	2 GHz
	12.5 GHz	-3.58 dB	3 GHz
	14.8 GHz	-2.75 dB	1 GHz

Nilai yang ditunjukkan pada Tabel 4.9 menjelaskan bahwa diantara range frekuensi 8 GHz – 15 GHz menghasilkan intensitas penyerapan yang berbeda-beda pula mulai dari -1.22 dB hingga -3.58 dB yang berarti bahwa dari 100% frekuensi yang diterima oleh material sampel pada intensitas penyerapan -1.22 dB dengan frekuensi optimal 8.45 GHz, menunjukkan bahwa sebesar 13% frekuensi diserap dan transmisikan oleh material dan 87% frekuensi direfleksikan. Sedangkan pada material yang memiliki intensitas penyerapan sebesar -3.58 dB pada frekuensi optimal 12.5 GHz menunjukkan bahwa dari 100% frekuensi yang diterima oleh material sampel, 34% frekuensi diserap dan ditransmisikan oleh material dan 66% frekuensi direfleksikan.

Selain pengaruh komposisi material, hal yang membedakan nilai reflektansi yang hilang (*reflectance loss*) satu dengan yang lainnya yaitu apabila ditinjau dari variasi ketebalan sampel yang diukur serta proses preparasi sampel material. Nilai tersebut dapat mempengaruhi lebar pita penyerapan gelombang dan nilai intensitas penyerapan gelombang. Gambar 4.16 menunjukkan bahwa, terdapat perbedaan lebar pita frekuensi pada range tertentu, seperti yang terlihat pada grafik bahwa sampel T1300-24jam memiliki lebar pita frekuensi yang lebih lebar dan nilai intensitas penyerapan yang lebih besar apabila dibandingkan dengan 3 sampel material lainnya. sedangkan ketebalan akan mempengaruhi besarnya nilai intensitas penyerapan gelombang.

Tabel 4.10 : Sampel material uji terhadap nilai RL

Sampel material	Ketebalan	RL _{max}	Frekuensi
T1100-1jam	2.39 mm	-2.43 dB	10.3 GHz
T1100-24jam	3.35 mm	-3.10 dB	10.1 GHz
T1300-1jam	3 mm	-3.30 dB	12.5 GHz
T1300-24jam	1.49 mm	-3.58 dB	12.5 GHz

Nilai yang tertera pada Tabel 4.10 merupakan nilai ketebalan sampel material yang diuji nilai penyerapannya. Apabila Grafik 4.16(e) dan Tabel 4.10 ditinjau kembali terlihat bahwa nilai intensitas penyerapan gelombang pada

T1300-24jam adalah yang memiliki nilai intensitas penyerapan material yang baik apabila dibandingkan dengan nilai sampel yang lainnya. Dengan ketebalan yang 1.49mm, material sampel T1300-24jam mampu menghasilkan intensitas penyerapan yang baik yaitu sebesar -3.58 dB bila dibandingkan dengan sampel dengan variasi waktu dan temperatur sintering yang lainnya.



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Teknik pemaduan mekanik / *mechanical alloying* telah diterapkan untuk substitusi senyawa $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$. Senyawa material tersebut memperlihatkan material memiliki fasa tunggal dengan struktur fasa orthorombik parameter kisi $a=7.7 \text{ \AA}$; $b=5.5 \text{ \AA}$; $c=5.4 \text{ \AA}$ pasca proses sintering pada temperatur 1000°C - 1300°C . Hasil evaluasi ukuran kristal rata-rata melalui metode Debye Scherrer memastikan bahwa kinetika pertumbuhan ukuran kristal rata-rata material mengikuti persamaan Avrami dengan energi aktivasi pertumbuhan kristal sebesar $Q = 21.29 \text{ KJ/mol.K}$ dan nilai $k_0 = 32.43$

Material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ juga memiliki kemampuan menyerap gelombang mikro pada frekuensi 8-15 GHz. Diketahui bahwa material dengan kode T1300-24jam memiliki sifat absorpsi yang paling baik untuk keterbatasan perangkat pengujian dengan nilai *reflection loss* sebesar -3.58 dB atau 34% frekuensi serapan yang dihasilkan material pada frekuensi optimal 12.5 GHz, dan lebar pita penyerapan sebesar 3 GHz.

5.2 Saran

1. Untuk memastikan ketidakpastian dalam nilai parameter kinetik pertumbuhan ukuran kristal material $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ diperlukan pengukuran ukuran kristal pada perlakuan temperatur yang lain.
2. Pada penelitian ini nilai D_0 terukur masih terdapat ketidakpastian. Oleh karena itu, diperlukan kerja sistematis pertumbuhan ukuran kristal selama laju pemanasan direntang temperatur yang berbeda yaitu pada pemanasan non-isothermal sintering.
3. Demikian juga pada evaluasi karakterisasi serapan material, dibutuhkan *waveguide* atau pandu gelombang untuk mengukur nilai RL yang range

frekuensinya lebih besar untuk melihat nilai intensitas penyerapan dan lebar pita penyerapan pada frekuensi optimumnya.



DAFTAR PUSTAKA

- A.P. Ramirez. 1997. *J.Phys :condens matter* **9**: 8171-8199
- Application Note. Understanding the Fundamental Principles of Vector Network Analysis. Agilent AN 1287-1
- Application Note: *Measurement of Dielectric Material Properties*. 2006.
ROHDE&SCHWARZ
- Barsoum, Michel W. 1997. *Fundamentals of Ceramics*. Amerika: McGraw-Hill
- Callister, William D. 1940. *Material Science and Engineering An Introduction 7th ed.* Amerika: John Willey & Sons
- Cao. Peng, et al. 2001. Grain growth and kinetics for nanocrystalline magnesium alloy produced by mechanical alloying. *Material Research Bulletin* **36**: 981-988
- Chemicool Periodic Table. Lanthanum Element Facts/ Chemistry.
<http://www.chemicool.com/elements/lanthanum.html>. 24 Maret 2012, pk 12.20
- Chemicool Periodic Table. Strontium Element Facts.
<http://www.chemicool.com/elements/strontium.html> . 24 Maret 2012, pk 12.28
- Cheng YL, et al. 2010. Electromagnetic and microwave absorption properties of carbonyl iron/ La_{0.6}Sr_{0.4}MnO₃ composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Material* **322**: 97-101
- Cox, D.E. 2000. Vertical boundary at $x \sim 0.11$ in the structural phase diagram of the La_{1-x}Sr_xMnO₃ system. *arXiv:cond-mat/0010339v1*.
- Hikam, M. 2007. Kristalografi dan Teknik Difraksi. Depok : Universitas Indonesia, hlm 116-117

- H. Fujishiro, et al. 1998. Charge Ordering and Sound Velocity Anomaly in $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ($x \sim 0.5$). *J. Phys. Soc. Jpn.* 67, pp.2582-2585. dari IPAP Online Journal. <http://jpsj.ipap.jp/link?JPSJ/67/2582/pdf> 28 Maret 2012, pk 13.35
- Kim, Y.S., et al. 2003. Effect of Composition and Cooling Rate on Microstructure and Tensile Properties of Sn-Zn-Bi Alloys. *J. Alloys and Comp.* **352**: 237-245
- Lai JKL, et al. 2003. Grain growth kinetics of nanocrystalline SnO_2 for long-term isothermal annealing, *Scrip. Mater* **49**: 441-446
- Masrukan. 2008. Analisis Kualitatif dengan Menggunakan Teknik Difraksi Sinar X pada Penambahan Unsur Zr Terhadap Pembentukan Fasa Paduan U-Zr. *Urania*. vol. **14** : 2, hlm 4
- Nasution Amin. 2008. "Pembentukan Kurva S dari proses Kinetika Transformasi Fasa Baja Mangan pada Temperatur 600°C ". Tesis. Universitas Sumatera Utara Medan, Medan: 108 hlm
- Nurmala, Lia. 2004. "Studi Analisis Ukuran Butir dan Strain Mikro $\text{PbZr}_{0.525}\text{Ti}_{0.475}\text{O}_3$ Dopping In_2O_3 (PIZT) dengan Metode Difraksi Sinar-X". Tesis. Universitas Indonesia, Depok: 69 hlm
- Pecchi, G. 2007. Structural Magnetic and Catalytic Properties of Perovskite Type Mixed Oxides $\text{LaMn}_{1-y}\text{Co}_y\text{O}_3$ ($y=0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1$). *Journal of Molecular Catalysis A Chemical* **282**: 158-166
- Pathak. Sandeep. Manganites: Phenomenology, present understanding and future prospects. *Material Research Center, Indian Institute of Science-Bangalore*. 36 hlm: 5-7.
- Sjoberg, D. & Ramprecht, J. 2007. Biased Magnetic Materials in RAM Application. *PIER* **75**: 85 – 117.
- Spring-8. 2010. World's First Success in Finding Faint Ti Magnetism at Artificial Oxide Superlattice Interface.

http://www.spring8.or.jp/en/news_publications/press_release/2010/100921
. 24 Maret, pk 15.19

Sproul W.T. 1946. *X-Rays in Practice*, New York : McGraw-Hill Book Company, Inc. 438-449

Tang ,Yin. 2004. Synthesis and Characterization of Tin Oxide for Thin Film Gas sensor Applications. Case Western Reserve University. Amerika Serikat Claveland :194 hlm.

Tien-Thao, N., et al. 2007. Effect of Alkali Additives Over Nanocrystalline Co-Cu Based Perovskites as Catalysts for Higher-Alcohol Synthesis. *Journal of Catalysis* **245**: 348-357

Warren, B.E. 1990. *X-Ray Diffraction*. Dover Publication Inc. New York. 1st ed. 251-312

Wold, A. and Dwight, K.. 1993. Solid State Chemistry, Sintesis, Structure, and Properties of Selected Oxides and Sulfides. *Chapman & Hall, Inc., New York*

Y.Motome, et al. 2004. *arxiv :cond-mat/0406463 V1*

Y.S. Du, et al. 2006. Effects of annealing procedures on the structural and magnetic properties of epitaxial $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **297** : 88-92

Zhou.F, et al. 2001. Grain growth kinetics of a mechanically milled nanocrystalline Al. *Scripta Matter* **44** : 2013-2017

Zhang. JH, et al. 2000. Fe doping effects on the magnetic and transport properties in $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$. *Solid State Communications* **115**: 531-534

LAMPIRAN A

Reaksi kimia yang terjadi yaitu sebagai berikut:



Sehingga Perhitungan Stoikiometrinya:

$$X = \frac{\text{Ar } X \times \text{at\% } X}{\text{Mr } \text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3} \times 25 \text{ gram} \times 100\%$$

$$\text{La} = \frac{138.91 \times 0.5}{215.584} \times 25 \text{ gram} \times 100\% = 8.0543 \text{ gram}$$

$$\text{Sr} = \frac{87.62 \times 0.5}{215.584} \times 25 \text{ gram} \times 100\% = 5.0804 \text{ gram}$$

$$\text{Mn} = \frac{54.938 \times 0.8}{215.584} \times 25 \text{ gram} \times 100\% = 5.0967 \text{ gram}$$

$$\text{Fe} = \frac{55.845 \times 0.1}{215.584} \times 25 \text{ gram} \times 100\% = 0.6476 \text{ gram}$$

$$\text{Ti} = \frac{47.87 \times 0.1}{215.584} \times 25 \text{ gram} \times 100\% = 0.55512 \text{ gram}$$

$$\text{O} = \frac{15.99 \times 3}{215.584} \times 25 \text{ gram} \times 100\% = 5.5659 \text{ gram}$$

wt% bahan yang tersedia yaitu:

$$X \text{ dalam } X_2Y_3 = \frac{n X \times \text{Ar } X}{\text{Mr } X_2Y_3}$$

$$\text{La dalam } \text{La}_2\text{O}_3 = \frac{2 \times 138.91}{325.817} = 0.85268 \text{ gram}$$

$$\text{Sr dalam } \text{SrCO}_3 = \frac{87.62}{147.628} = 0.59352 \text{ gram}$$

$$\text{Mn dalam } \text{MnCO}_3 = \frac{54.938}{114.946} = 0.47795 \text{ gram}$$

$$Fe \text{ dalam } Fe_2O_3 = \frac{2 \times 55.845}{159.687} = 0.69943 \text{ gram}$$

$$Ti \text{ dalam } TiO_2 = \frac{47.87}{79.868} = 0.59936 \text{ gram}$$

Jadi gram bahan yang dibutuhkan dari bahan yang tersedia yaitu:

$$X_2Y_3 = \frac{\text{wt\% } X \text{ bahan yang dibutuhkan}}{\text{wt\% } X \text{ dari bahan yang tersedia}}$$

$$La_2O_3 = \frac{8.0543}{0.8526} = 9.44577 \text{ gram}$$

$$SrCO_3 = \frac{5.0804}{0.5935} = 8.55977 \text{ gram}$$

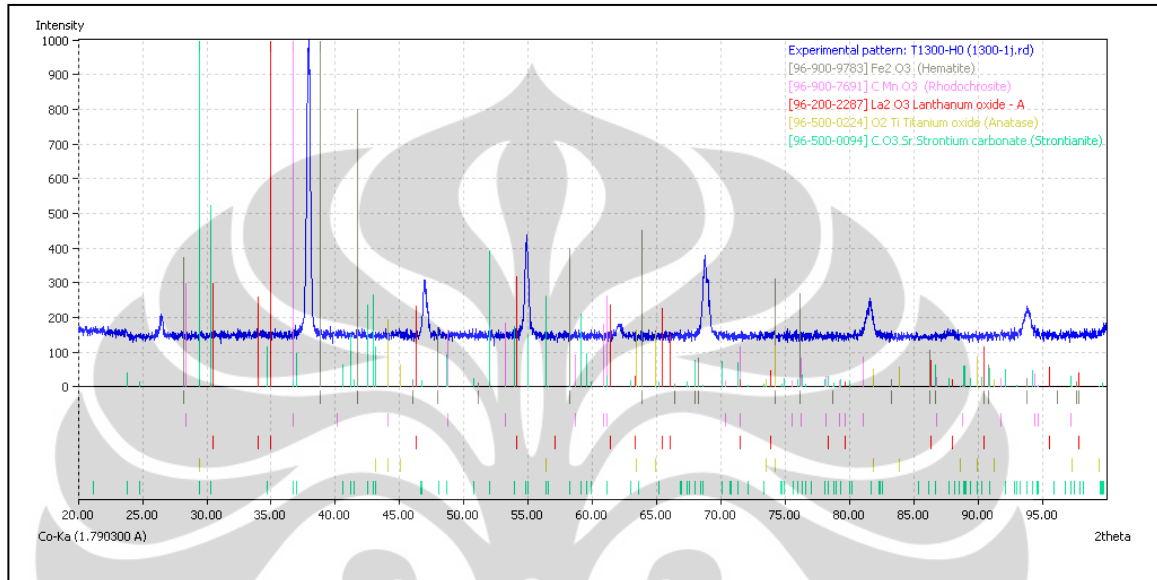
$$MnCO_3 = \frac{5.09667}{0.47794} = 10.6636 \text{ gram}$$

$$Fe_2O_3 = \frac{0.64760}{0.699431} = 0.925898 \text{ gram}$$

$$TiO_2 = \frac{0.55512}{0.599364} = 0.926182 \text{ gram}$$

LAMPIRAN B

Identifikasi profil difraksi sinar-x fasa material sampel $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$ dengan fasa pembentuknya

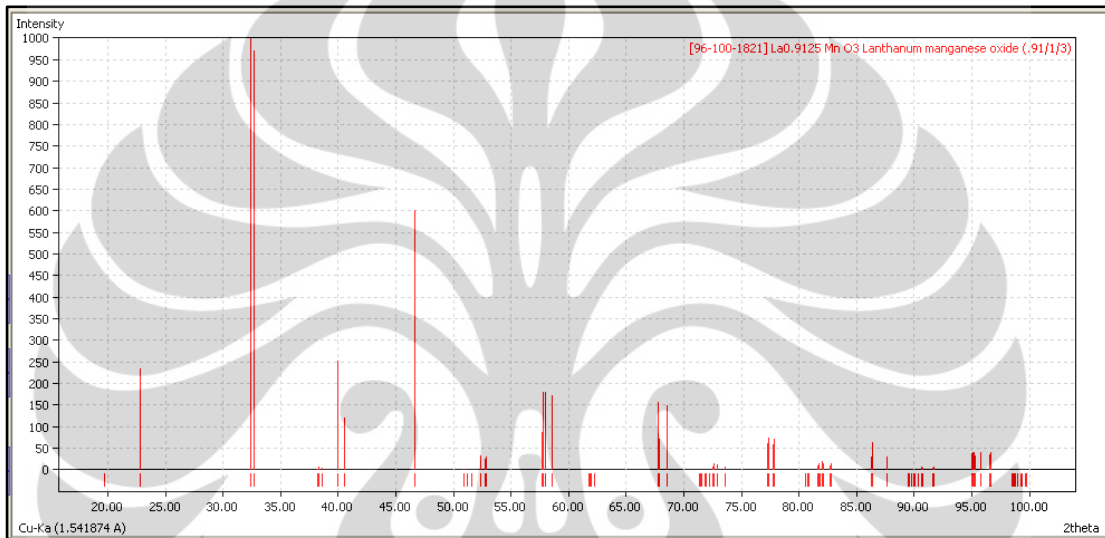


No	Nama Senyawa	Fasa	Acuan
1	Lanthanum Oksida	La_2O_3	96-200-2287
2	Strontium Carbonat	SrCO_3	96-500-0094
3	Manganese Carbonat	MnCO_3	96-900-7691
4	Besi Oksida	Fe_2O_3	96-900-9783
5	Titanium Oksida	TiO_2	96-500-0224

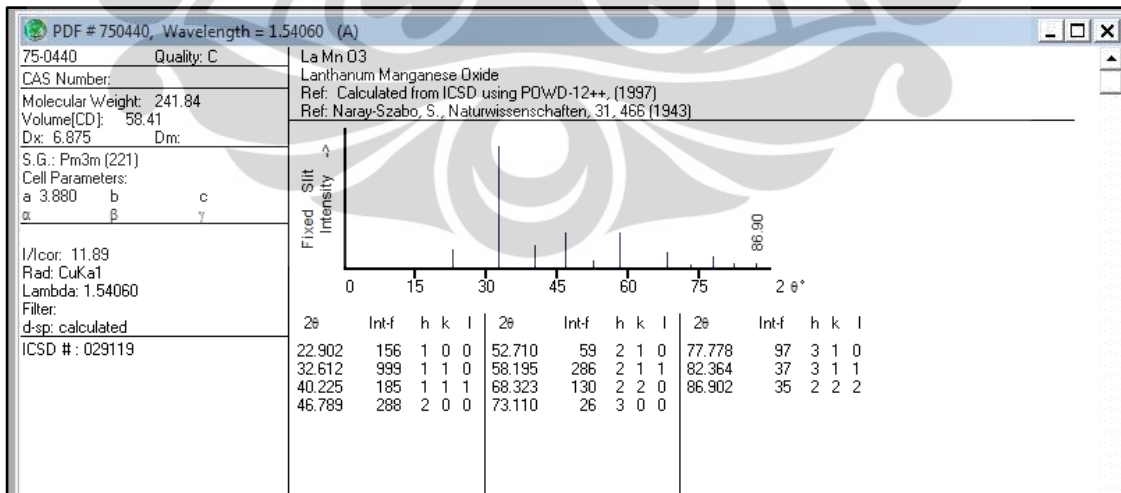
LAMPIRAN C

HASIL ANALISIS / UJI
MATERIAL $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Mn}_{0.8}\text{Fe}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_3$

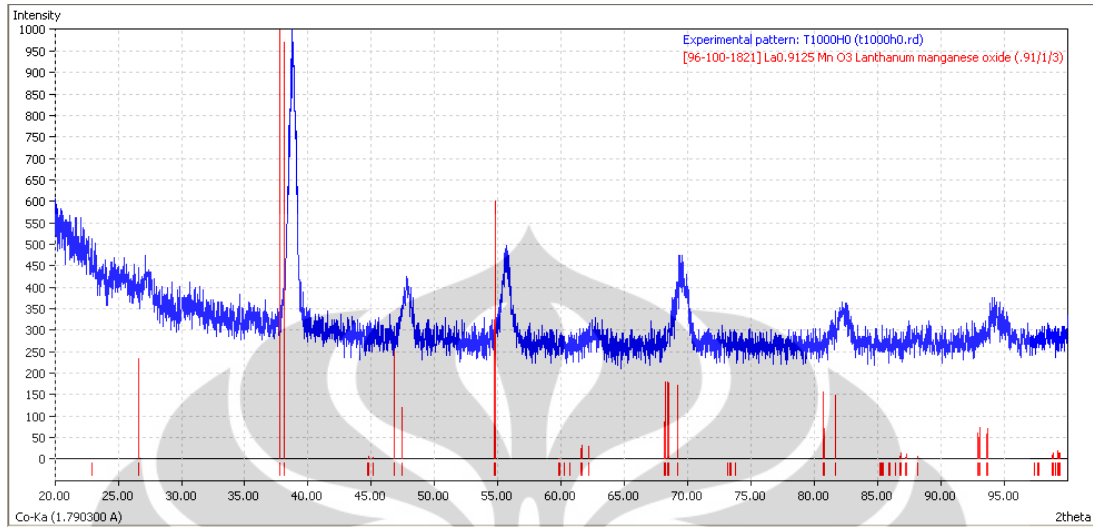
Profil Match yang digunakan untuk pencocokan material sampel yaitu *database* ICDD 96-100-1821



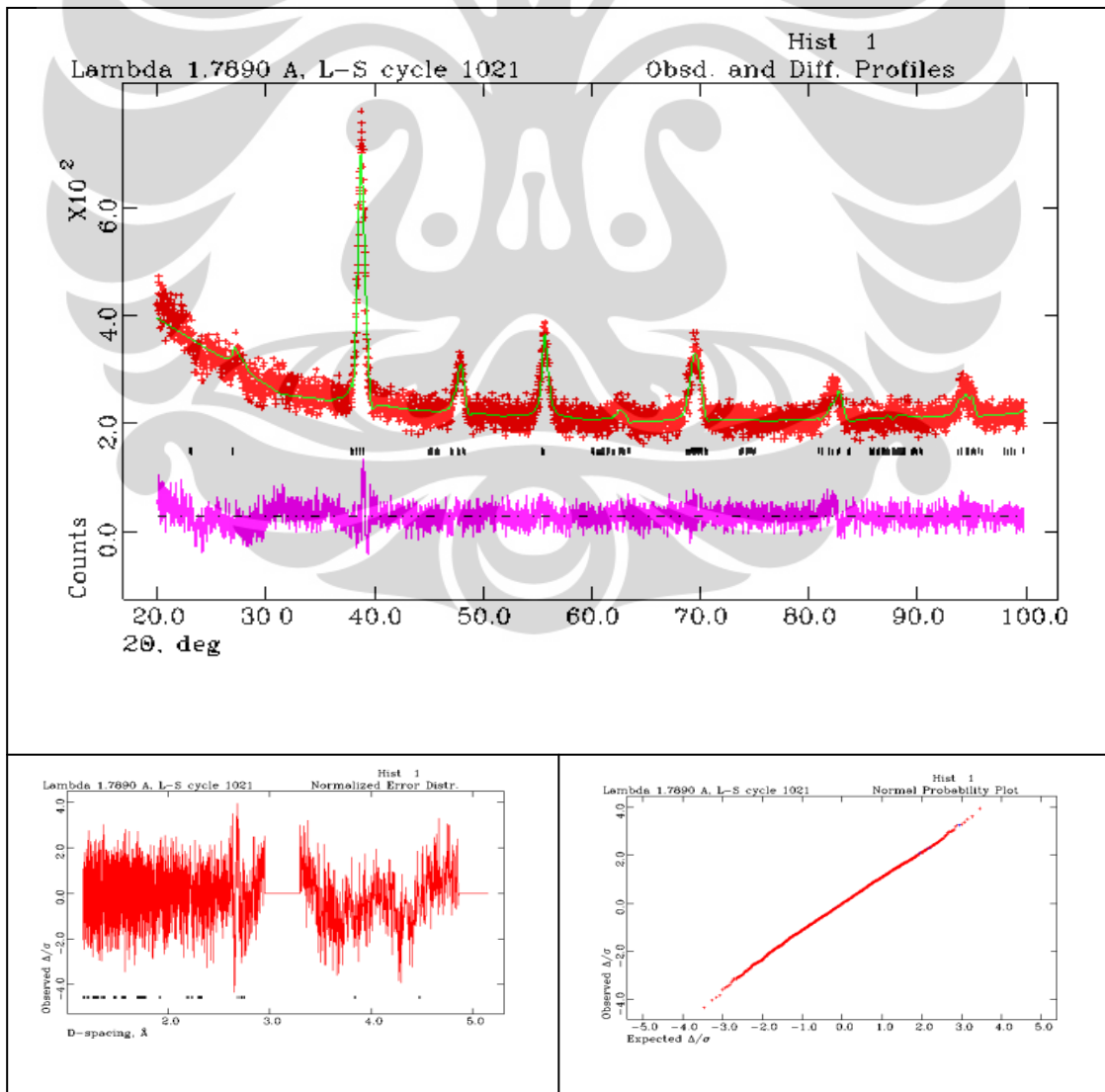
Profil Pcpdfwin yang digunakan yaitu Pcpdfwin 75-0440



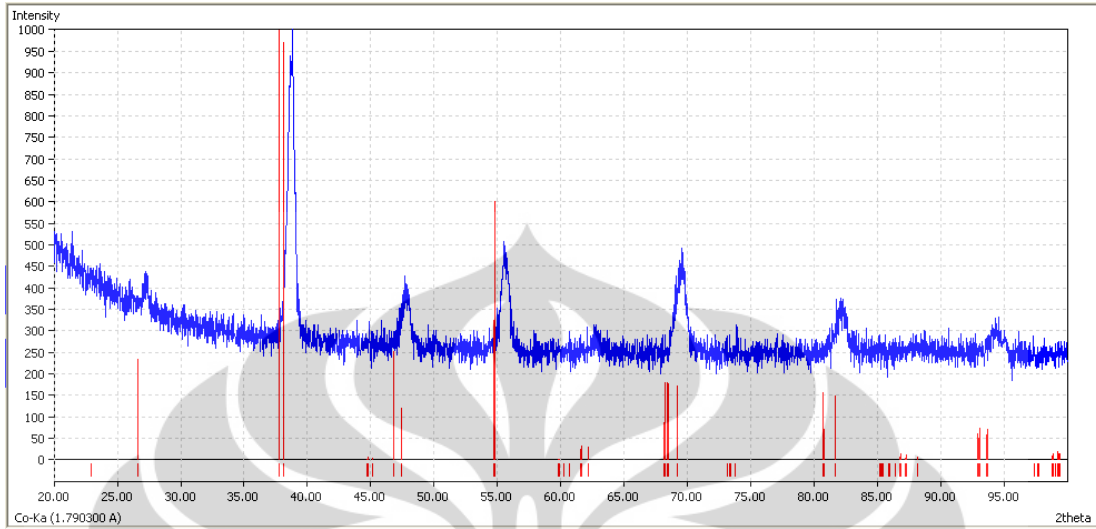
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1000°C pada t=0jam



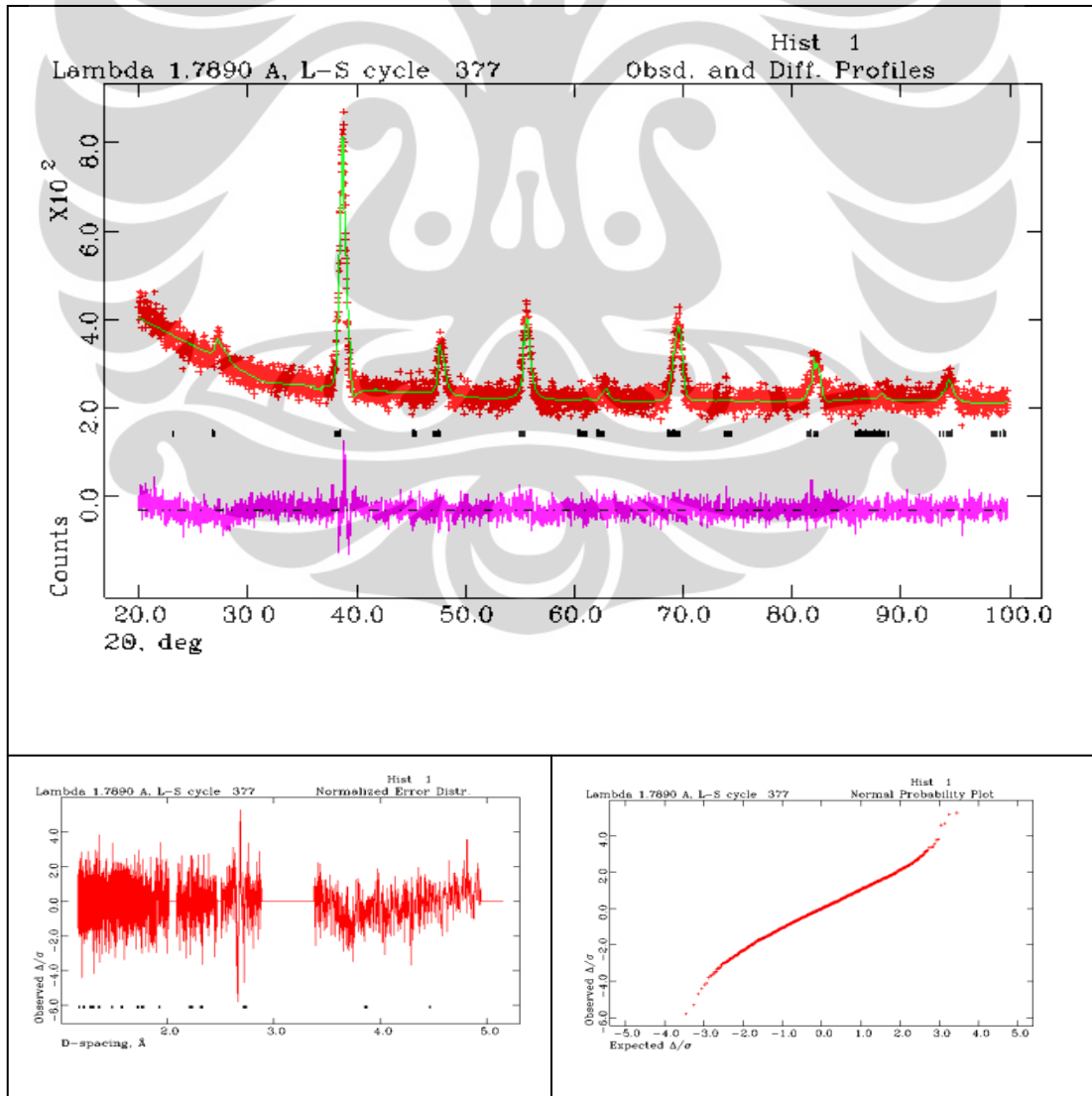
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1000°C pada t=0jam



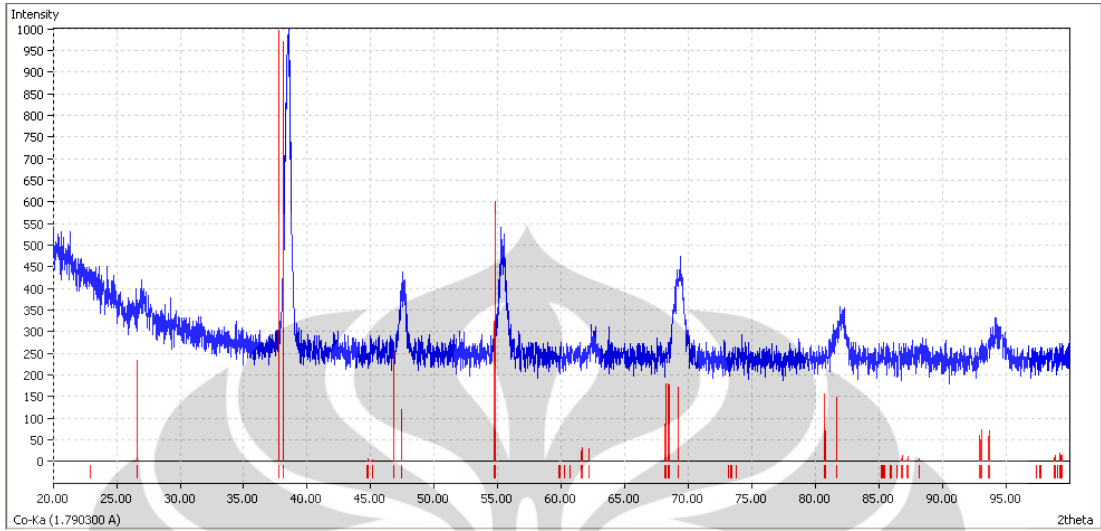
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1000°C pada t=1jam



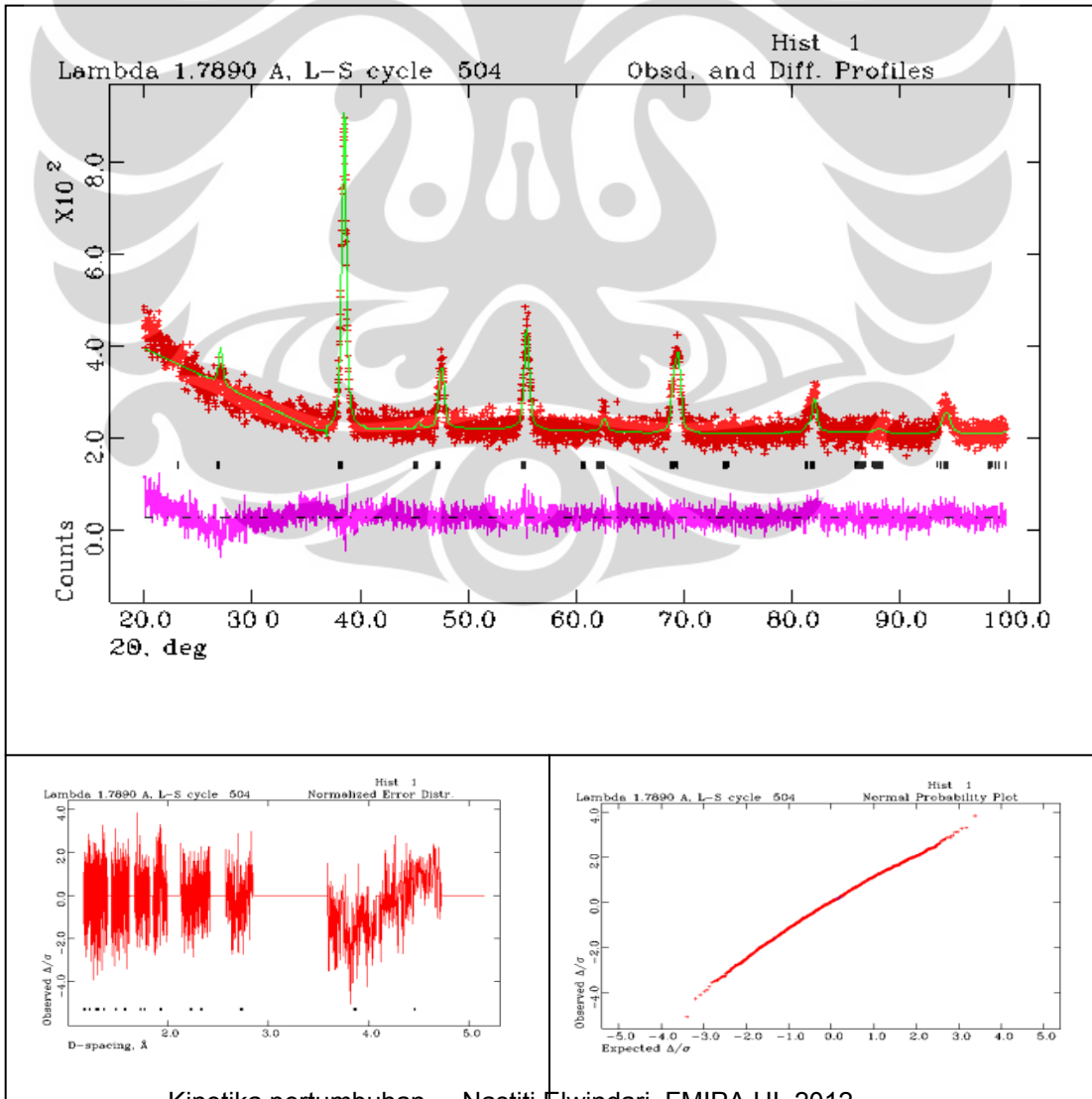
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1000°C pada t=1jam



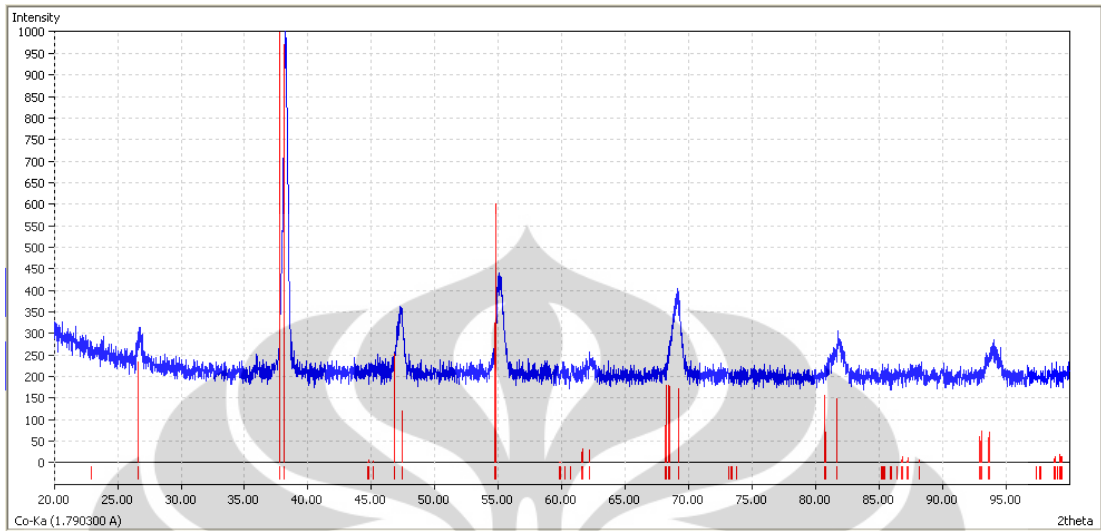
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1000°C pada t=5jam



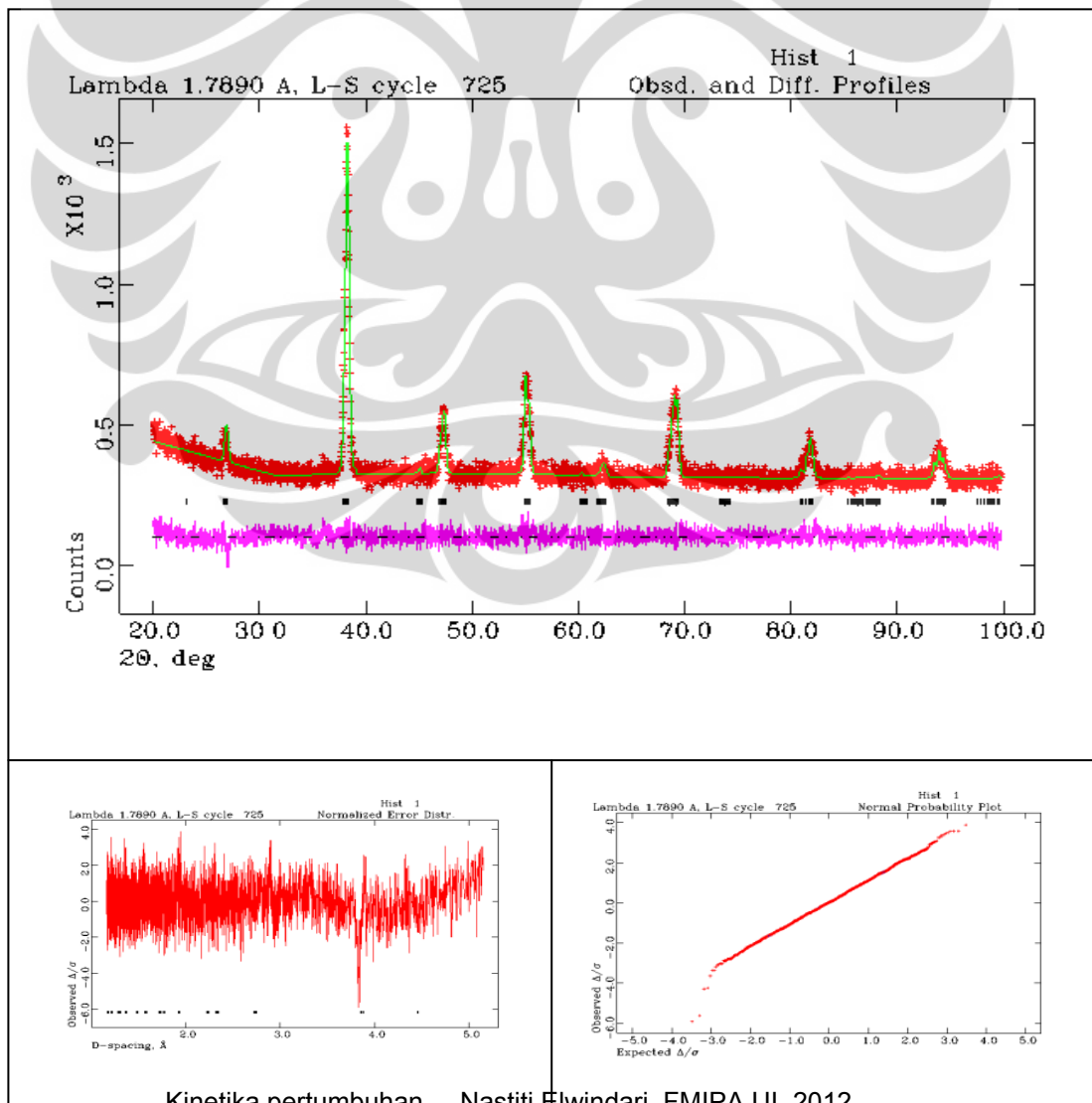
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1000°C pada t=5jam



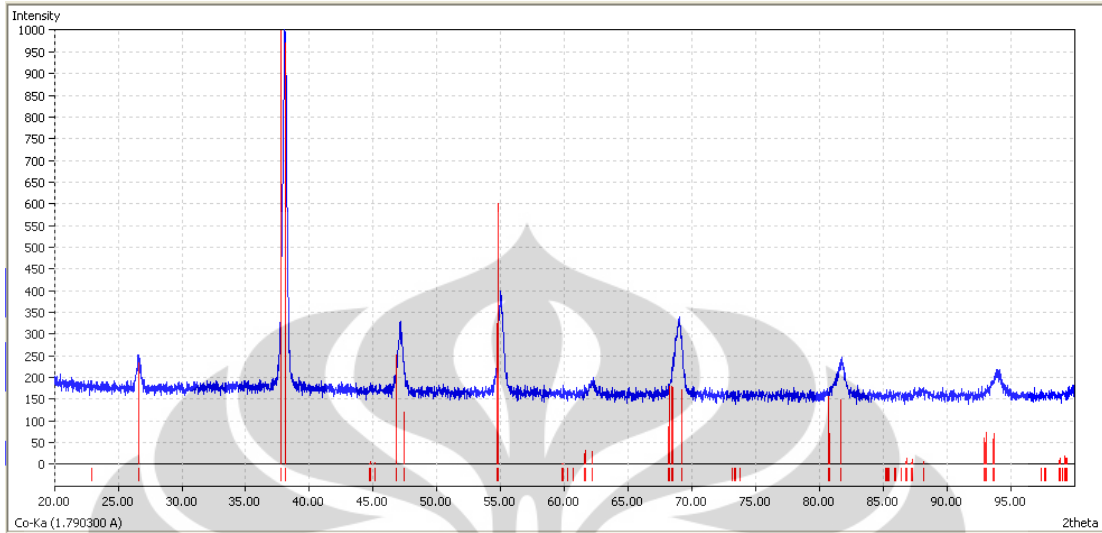
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1000°C pada t=24jam



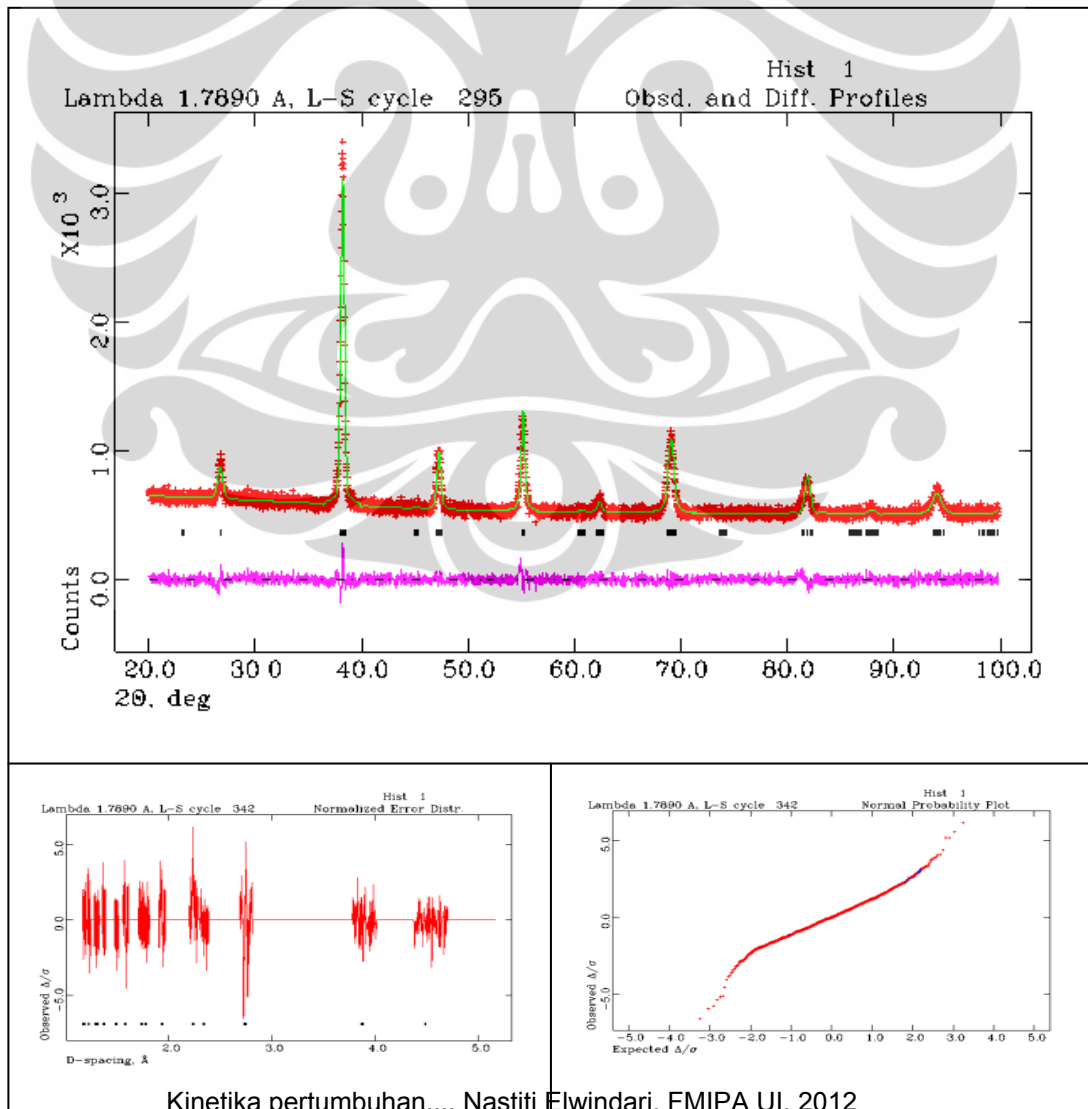
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1000°C pada t=24jam



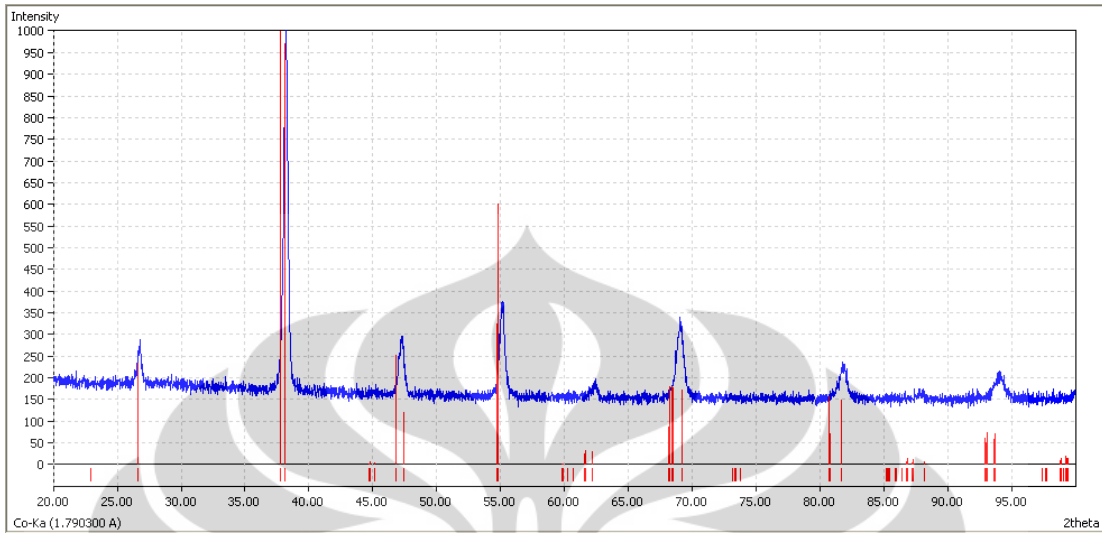
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1100°C pada t=0jam



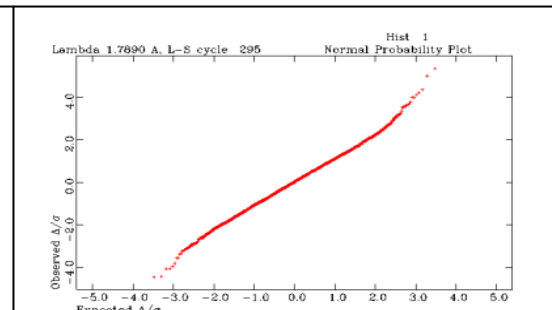
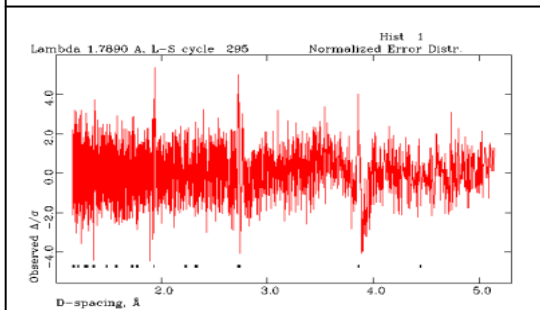
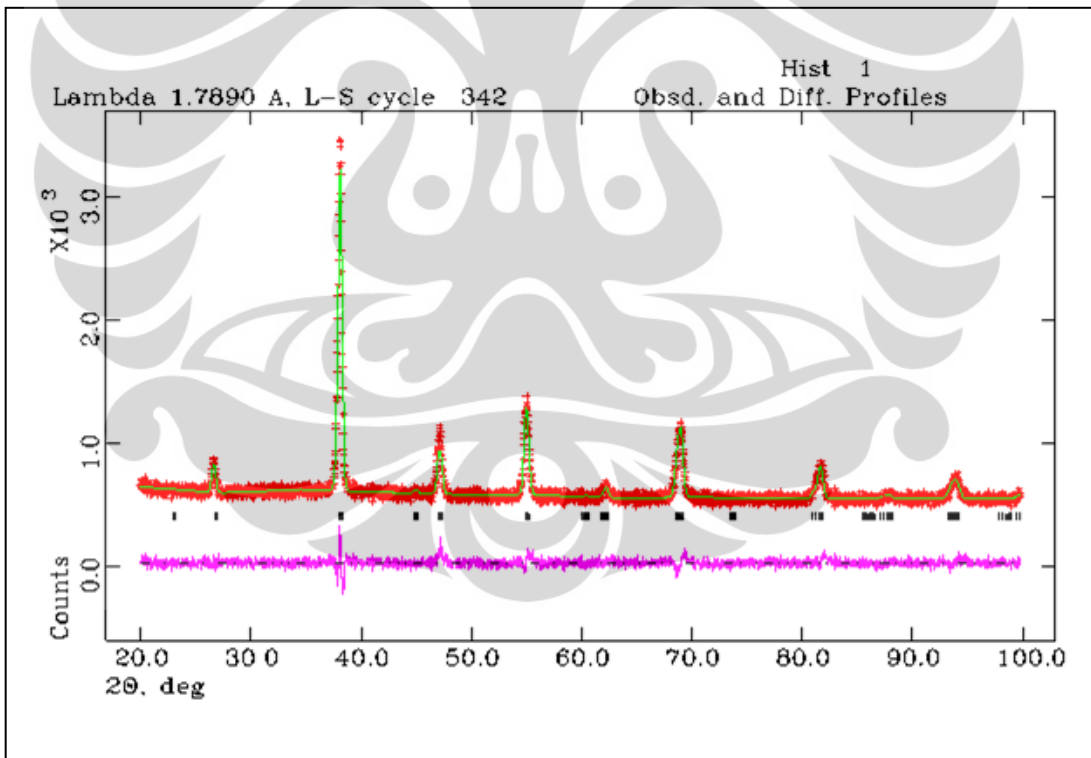
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1100°C pada t=0jam



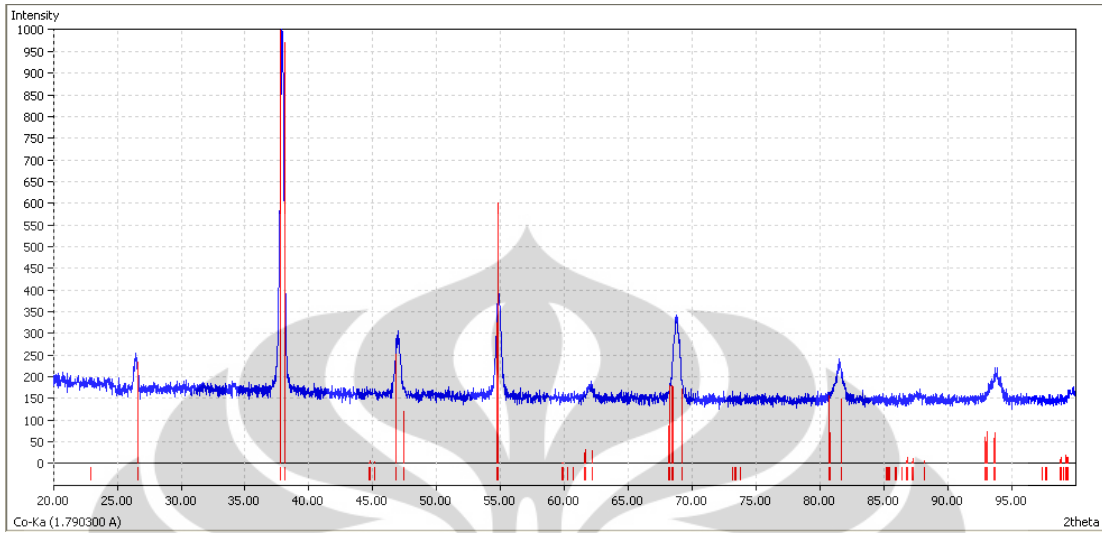
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1100°C pada t=1jam



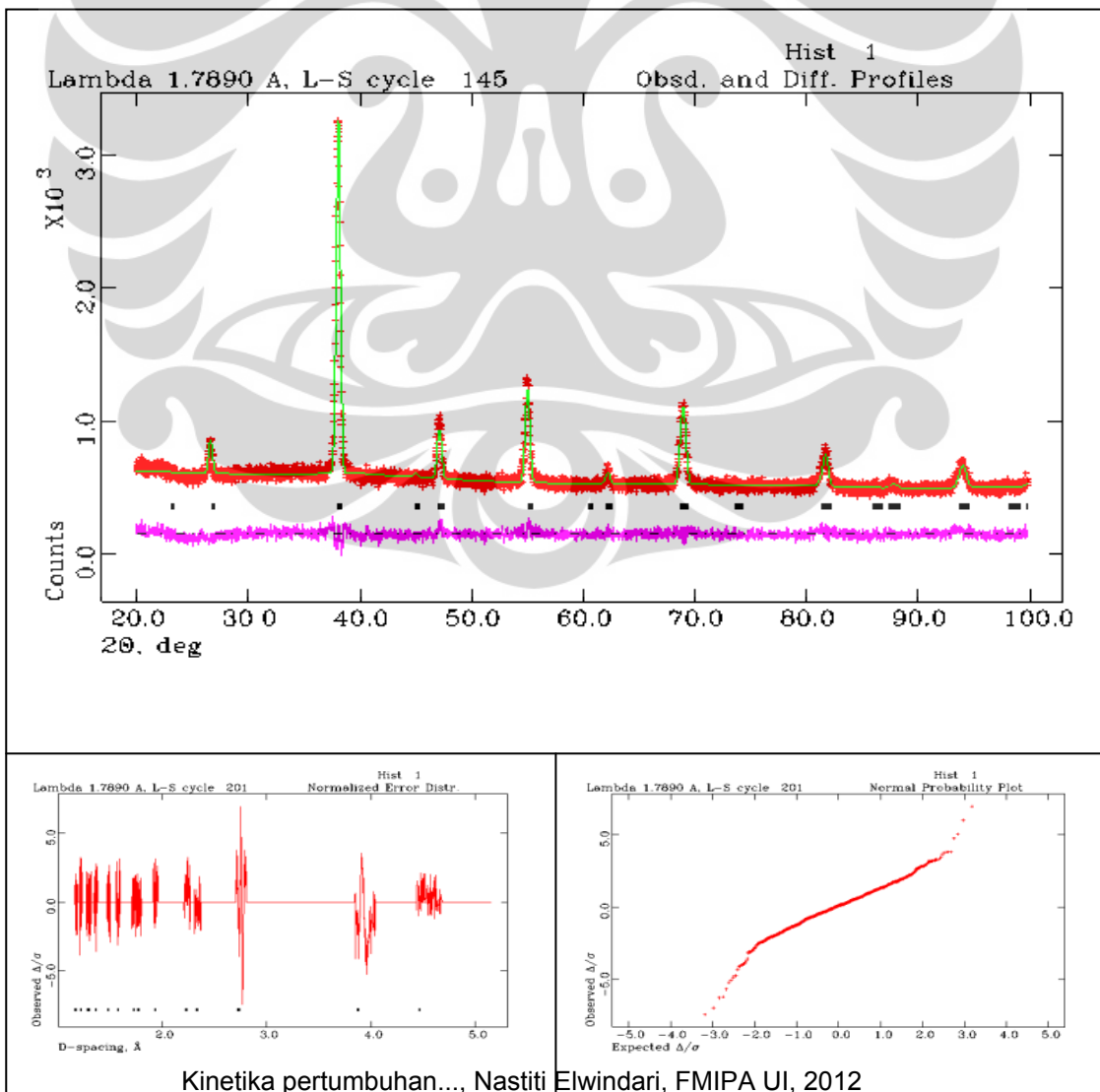
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1100°C pada t=1jam



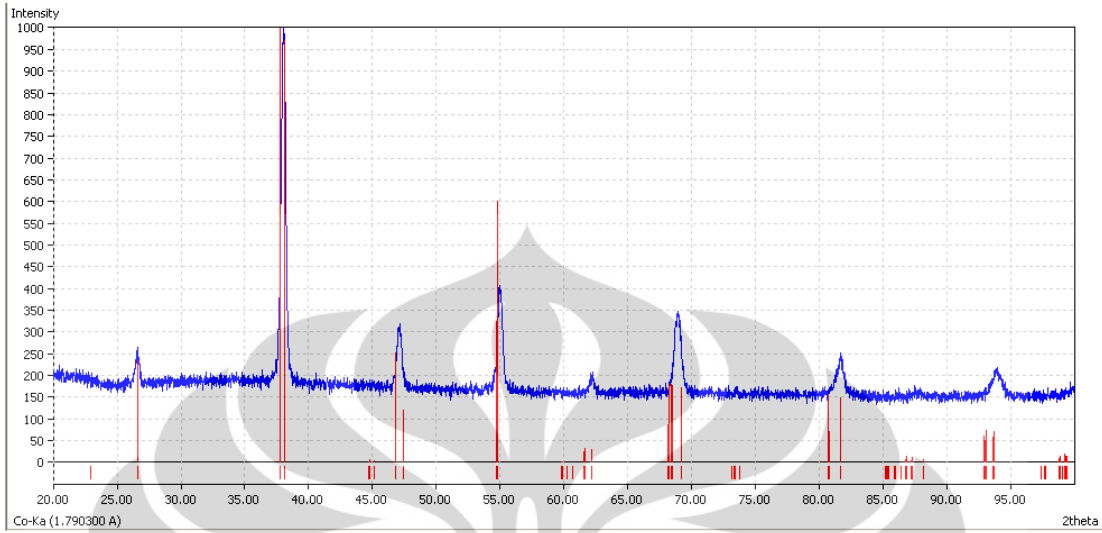
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1100°C pada t=5jam



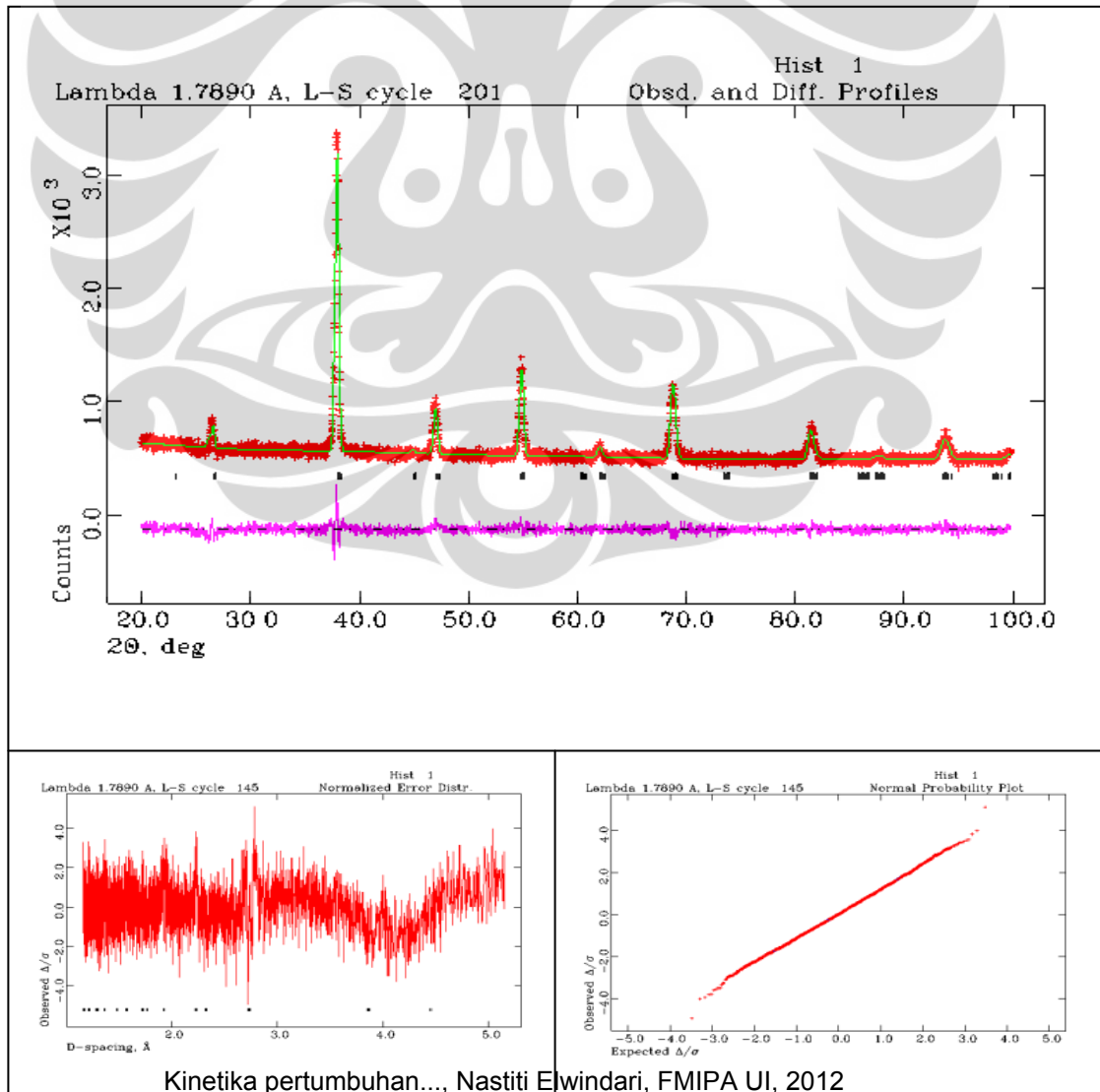
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1100°C pada t=5jam



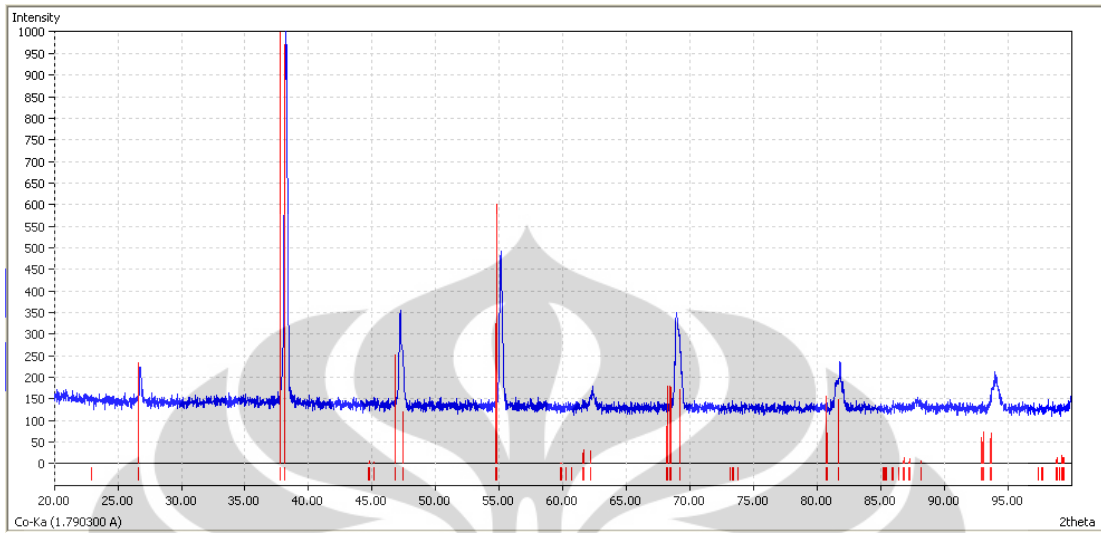
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1100°C pada t=24jam



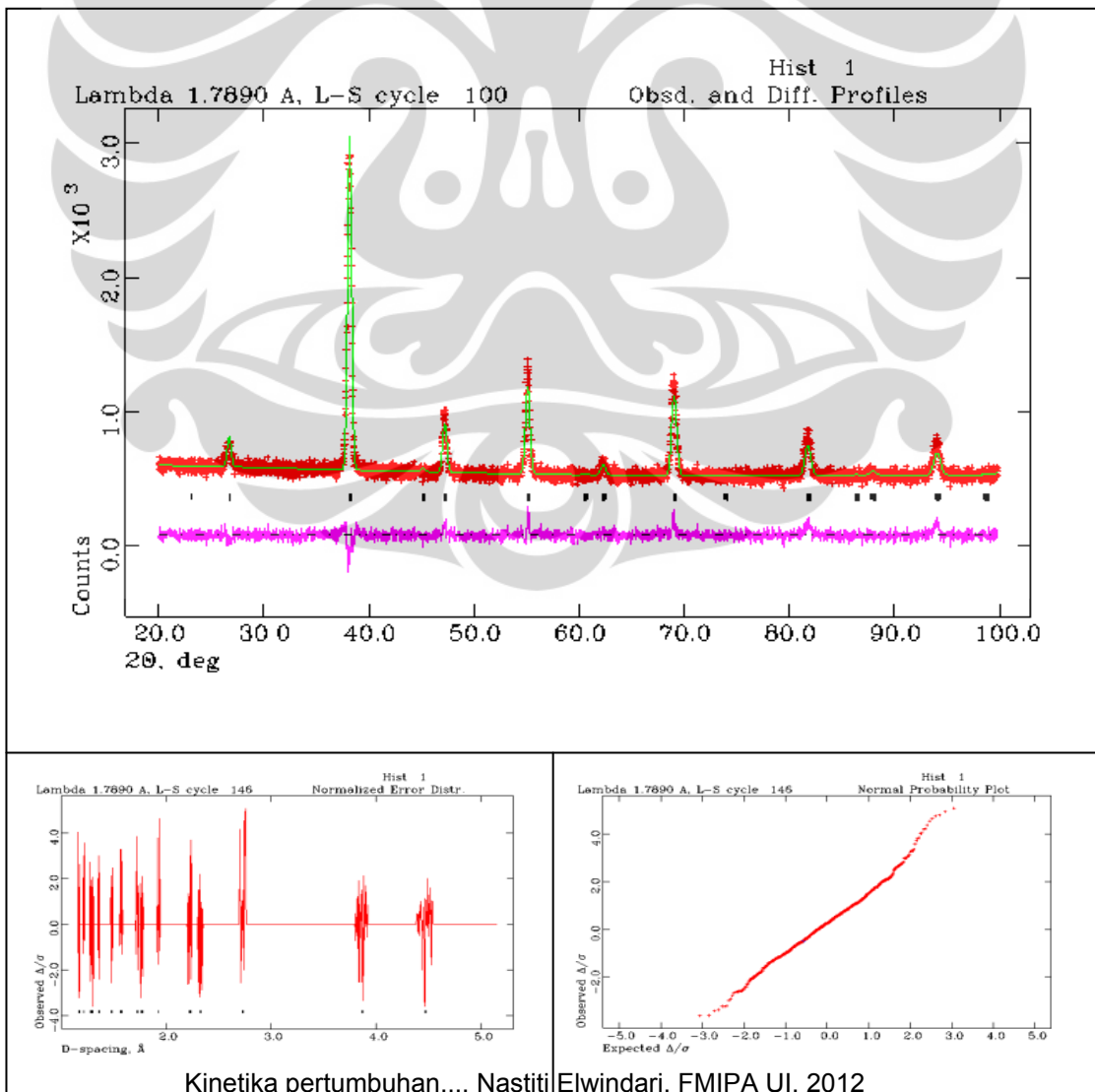
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1100°C pada t=24jam



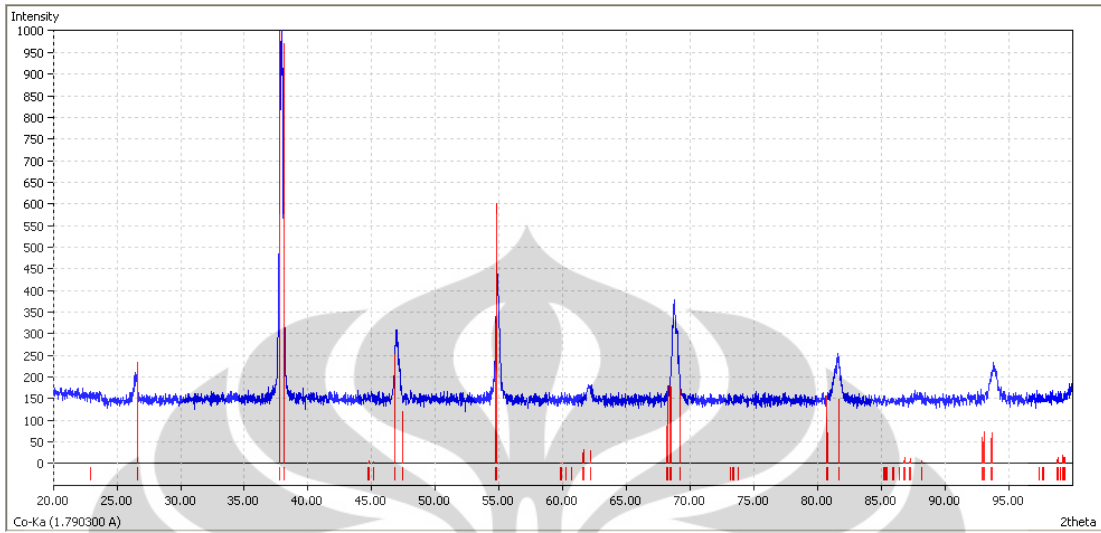
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1300°C pada t=0jam



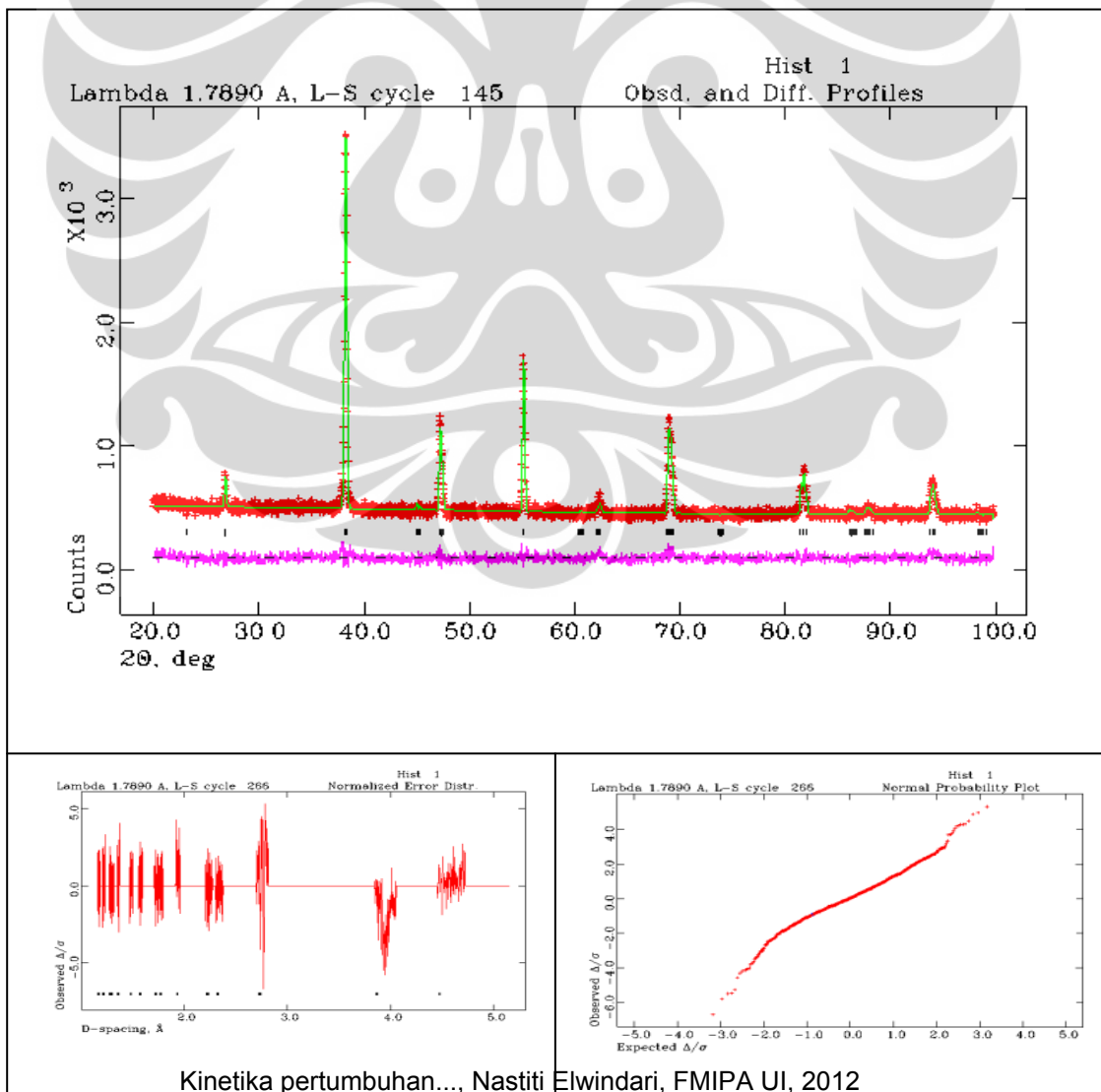
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1300°C pada t=0jam



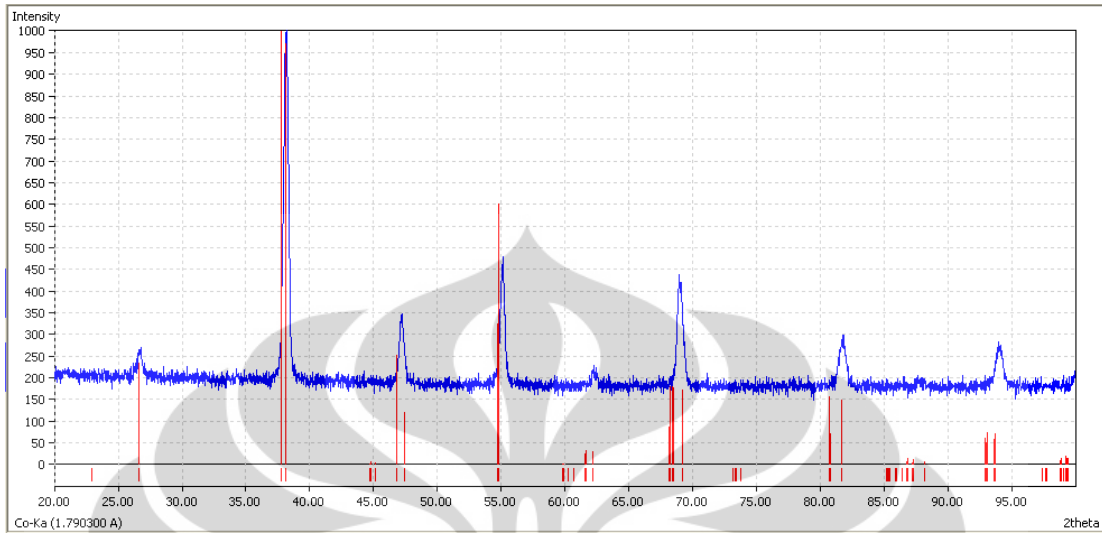
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1300°C pada t=1jam



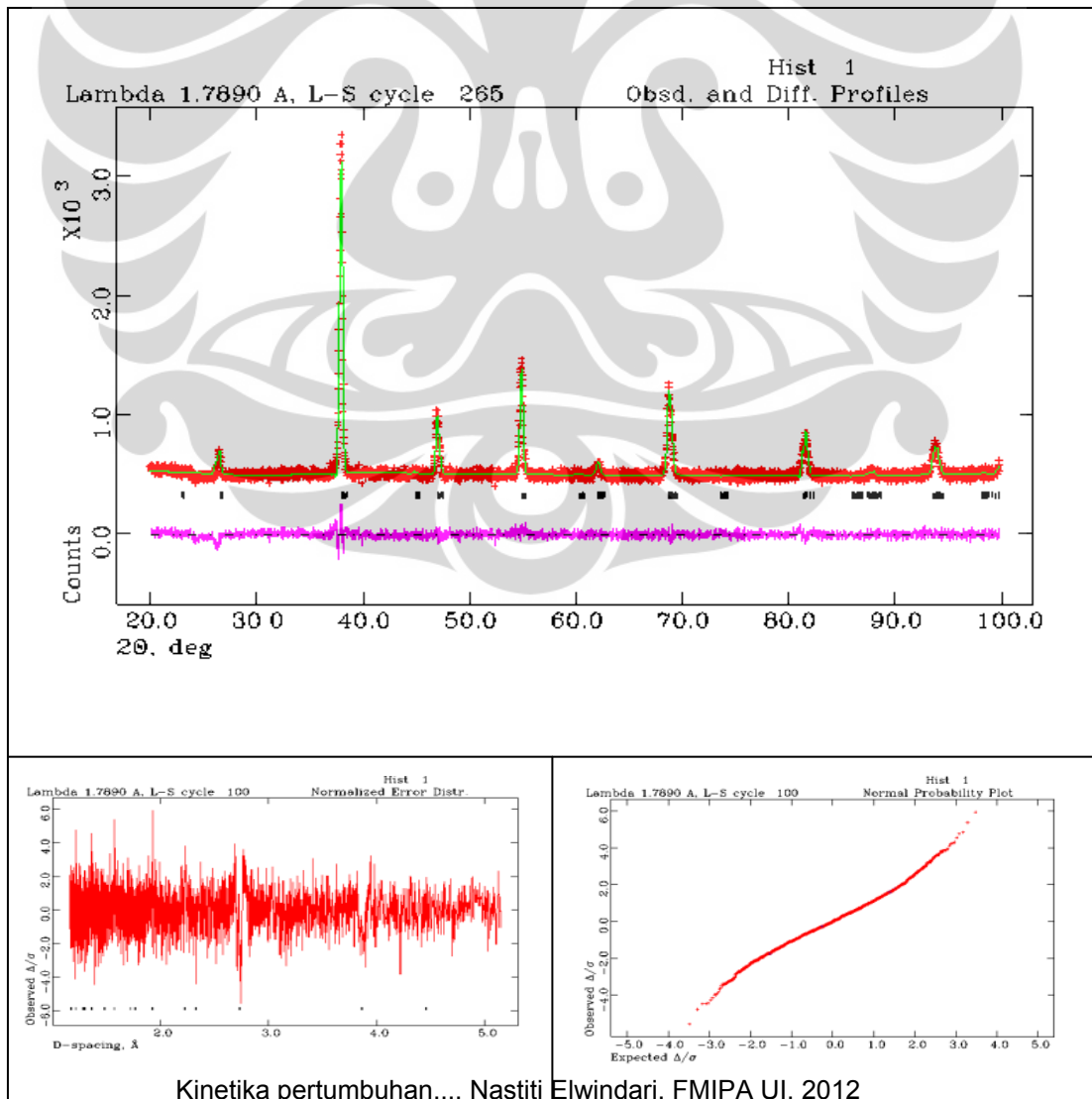
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1300°C pada t=1jam



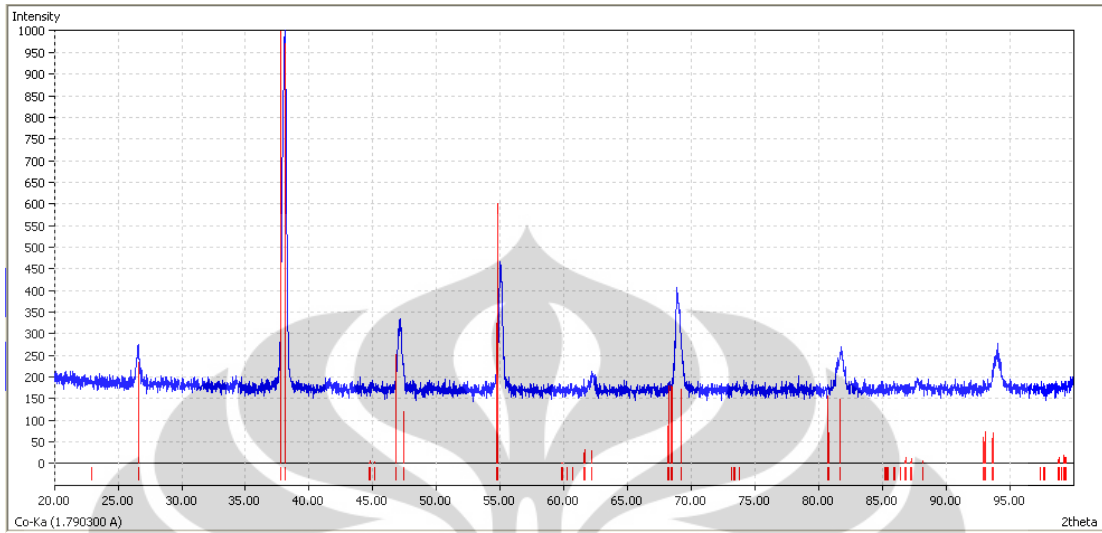
Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1300°C pada t=5jam



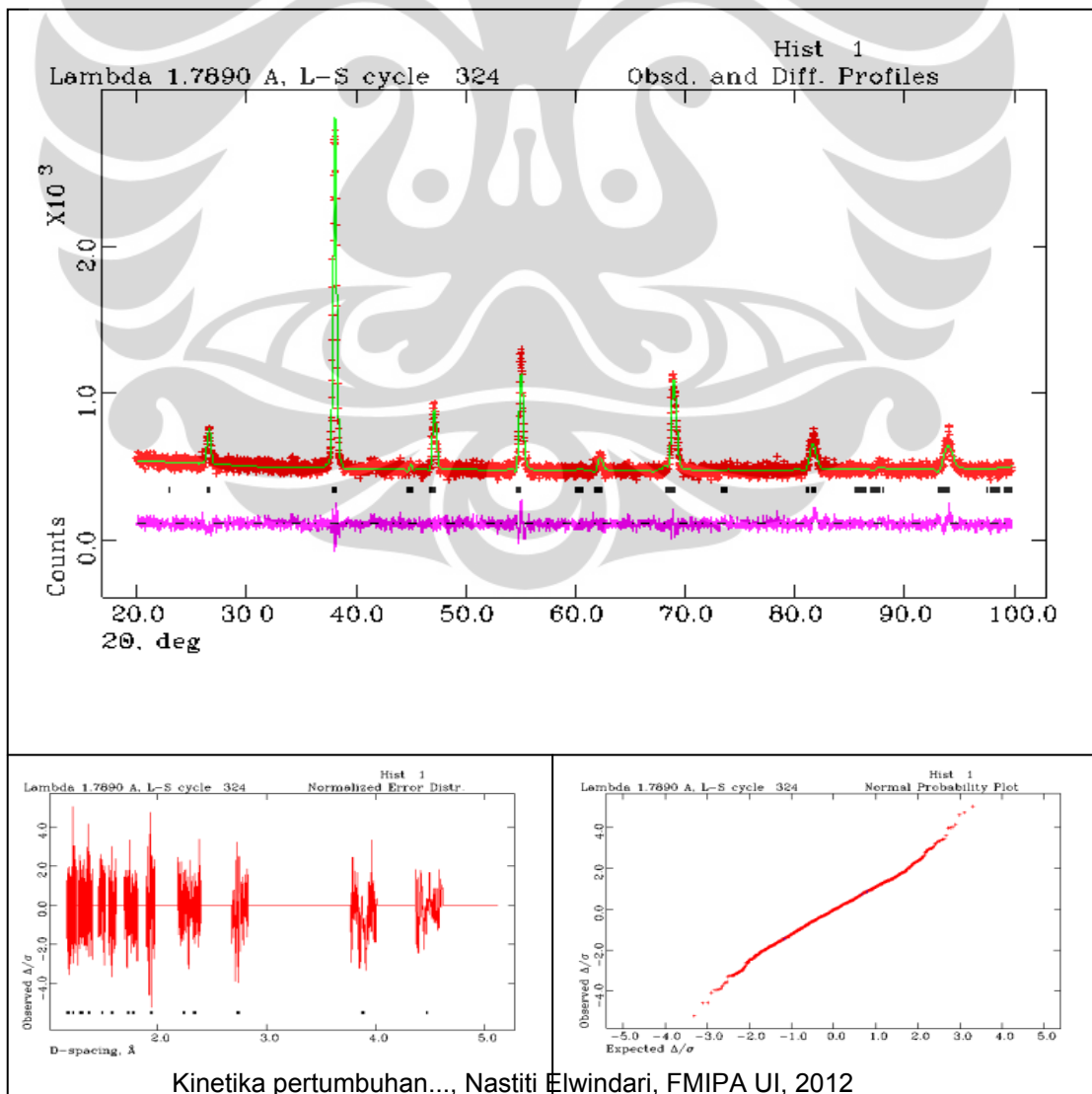
Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1300°C pada t=5jam



Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1300°C pada t=24jam



Refinement profil difraksi sinar-x sampel LSMFTO T=1300°C pada t=24jam



T (°C)	t (jam)	2θ (°deg)	width (°deg)	I (counts)	B _{exp} (rad)	sin θ (rad)	cos θ (rad)	Broad Alat B ₀ =0.205° B ₀ (rad)	FWHM β (rad)	β cos θ (rad)	Ukuran Kristal D (Å)	D (nm)	D _{ave} (nm)	D (nm)
1000	H0	38.756	0.621	366	0.01083849	0.331798936	0.943350129	0.003577925	0.010230905	0.009651326	166.8230933	16.68230933	13.48	13
		69.455	1.019	95	0.01778491	0.569674059	0.821870712	0.003577925	0.017421289	0.014318047	112.4499732	11.24499732		
		82.203	1	44	0.01745329	0.657394974	0.753546182	0.003577925	0.017082619	0.012872542	125.0773901	12.50773901		
	H1	38.7	0.571	435	0.00996583	0.331337888	0.943512164	0.003577925	0.00930141	0.008775993	183.4623132	18.34623132	16.05	16
		69.454	0.811	130	0.01415462	0.569666886	0.821875683	0.003577925	0.013694953	0.011255549	143.0462492	14.30462492		
		82.108	0.816	64	0.01424189	0.656770035	0.754090924	0.003577925	0.013785129	0.010395241	154.8847225	15.48847225		
	H5	38.478	0.416	486	0.00726057	0.329509387	0.944152299	0.003577925	0.006317778	0.005964945	269.9210093	26.99210093	18.91	19
		69.237	0.772	138	0.01347394	0.568109495	0.822952977	0.003577925	0.01299021	0.010690332	150.6093521	15.06093521		
		81.93	0.857	63	0.01495747	0.655597881	0.755110203	0.003577925	0.014523237	0.010966644	146.8146443	14.68146443		
	H24	38.208	0.384	894	0.00670206	0.327283868	0.944926066	0.003577925	0.005667109	0.005354999	300.6656262	30.06656262	20.62	21
		69	0.725	216	0.01265364	0.566406237	0.824126189	0.003577925	0.012137256	0.010002631	160.9640574	16.09640574		
		81.727	0.803	90	0.01401499	0.654259168	0.756270415	0.003577925	0.013550591	0.010247911	157.1114376	15.71114376		
1100	H0	38.417	0.466	1507	0.00813323	0.329006744	0.944327571	0.003577925	0.007303968	0.006897339	233.4326435	23.34326435	17.74	18
		69.21	0.771	350	0.01345649	0.567915575	0.823086812	0.003577925	0.012972106	0.010677169	150.7950218	15.07950218		
		81.914	0.851	152	0.01485275	0.655492441	0.755201734	0.003577925	0.014415363	0.010886507	147.895369	14.7895369		
	H1	38.355	0.416	1764	0.00726057	0.328495766	0.944505443	0.003577925	0.006317778	0.005967176	269.8200878	26.98200878	21.38	21
		69.15	0.625	420	0.01090831	0.56748453	0.823384059	0.003577925	0.010304835	0.008484837	189.7577954	18.97577954		
		81.856	0.702	186	0.01225221	0.655110115	0.75553412	0.003577925	0.011718154	0.008853457	181.8570991	18.18570991		
	H5	38.268	0.36	1947	0.00628319	0.327778585	0.944754571	0.003577925	0.005164966	0.004879625	329.9565069	32.99565069	25.03	25
		69.063	0.554	467	0.00966912	0.566859238	0.823814666	0.003577925	0.008982784	0.007400149	217.5718233	21.75718233		
		81.762	0.634	209	0.01106539	0.654490127	0.756070548	0.003577925	0.010470972	0.007916793	203.373248	20.3373248		
	H24	38.203	0.326	2331	0.00568977	0.327242638	0.944940345	0.003577925	0.004424022	0.004180437	385.1424903	38.51424903	27.47	27
		69.033	0.53	506	0.00925025	0.566643545	0.823963041	0.003577925	0.008530269	0.007028626	229.07236	22.907236		
		81.752	0.616	215	0.01075123	0.654424145	0.75612766	0.003577925	0.01013841	0.007665932	210.0284644	21.00284644		
1300	H0	37.614	0.556	1968	0.00970403	0.322381348	0.946609881	0.003577925	0.009020347	0.00853875	188.5596885	18.85596885	20.95	21
		68.487	0.553	924	0.00965167	0.562711115	0.826653592	0.003577925	0.008963995	0.007410118	217.2791182	21.72791182		
		81.194	0.583	435	0.01017527	0.650734461	0.759305381	0.003577925	0.009525469	0.00723274	222.607753	22.2607753		
	H1	38.131	0.341	2911	0.00595157	0.326648849	0.945145771	0.003577925	0.004756014	0.004495127	358.1798917	35.81798917	30.58	31
		69.931	0.422	931	0.00736529	0.573083089	0.819497268	0.003577925	0.006437852	0.005275802	305.1789851	30.51789851		
		81.629	0.522	398	0.00911062	0.653612158	0.756829668	0.003577925	0.008378653	0.006341213	253.9047274	25.39047274		
	H5	38.028	0.273	3874	0.00476475	0.325799179	0.945438996	0.003577925	0.003146631	0.002974947	541.2075616	54.12075616	38.42	38
		68.842	0.384	1079	0.00670206	0.565269385	0.824906372	0.003577925	0.005667109	0.004674834	344.4109502	34.44109502		
		81.556	0.5	441	0.00872665	0.653129891	0.757245895	0.003577925	0.007959448	0.006027259	267.1303773	26.71303773		
	H24	37.96	0.238	863	0.00415388	0.325238086	0.945632163	0.003577925	0.002110261	0.001995531	806.8349528	80.68349528	44.97	45
		68.739	0.42	430	0.00733038	0.564527695	0.825414128	0.003577925	0.006397888	0.005280907	304.8840013	30.48840013		
		81.45	0.552	228	0.00963422	0.65242914	0.757849732	0.003577925	0.0089452	0.006779117	237.5034886	23.75034886		

Tabel : Pengolahan data ukuran kristal material La_{0,5}Sr_{0,5}Mn_{0,8}Fe_{0,1}Ti_{0,1}O₃
Kinetika pertumbuhan..., Nastiti Elwindari, FMIPA UI, 2012