

UNIVERSITAS INDONESIA

STUDI PENGARUH DOPAN Ti TERHADAP SIFAT IMPEDANSI PADUAN  
 $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  ( $x = 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12$ )

TESIS

FETI ANITA TRISTIANA

NPM 0806420631

PROGRAM PASCASARJANA

PROGRAM STUDI ILMU MATERIAL

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS INDONESIA

JAKARTA

4 JANUARI 2011

**Universitas Indonesia**

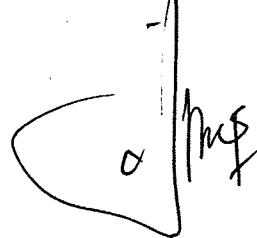
## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

}

FETI ANITA TRISTIANA

0806420631

  
A handwritten signature consisting of a large, open loop on the left, a vertical line with a small horizontal tick, and a stylized 'f' or 'm' on the right.

4 Januari 2011

## HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :

Nama : Feti Anita Tristiana

NPM : 0806420631

Program Studi : Ilmu Material

Judul Tesis : Studi Pengaruh dopan Ti terhadap sifat impedansi paduan La<sub>0,67</sub>Ca<sub>0,33</sub>Mn<sub>1-x</sub>Ti<sub>x</sub>O<sub>3</sub> ( $x = 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12$ )

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Pascasarjana Ilmu Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

### DEWAN PENGUJI

Ketua Jurusan : Dr. Bambang Soegijono

(  )

Pembimbing : Dr. Budhy Kurniawan

(  )

Penguji I : Dr. Bambang Soegijono

(  )

Penguji II : Dr. Azwar Manaf, M.Met

(  )

Penguji III : Dr. Dede Juhana

(  )

Ditetapkan di :

Jakarta Tanggal : 4 Januari 2011

## KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah dipanjatkan kehadirat Allah subhanahu wa ta'ala, karena atas Ridhlo-NYA tesis ini dapat terselesaikan. Tak lupa Shalawat serta salam kami panjatkan kepada junjungan kita Nabi besar Muhammad shalallahu 'alaihi wa sallam. Penulisan tesis ini dimaksudkan sebagai bagian dari persyaratan tugas akhir dalam masa kuliah program magister Ilmu Material di MIPA UI. Selain itu penelitian juga memberikan pemahaman baru bagi penulis tentang kebesaran Sang Maha Pencipta. Semoga dengan penulisan tesis ini memberikan kesadaran juga bagi pembaca untuk lebih mendalami ilmu pengetahuan, dan memberikan motivasi bagi penulis untuk terus mempelajari segala fenomena yang ada di jagad raya. Penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada seluruh pihak yang membantu penulis dalam menyelesaikan tesis ini. Untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada :

- 1) Dr. Bambang Soegijono selaku Ketua Program Studi Ilmu Material dan sebagai penguji I.
- 2) Dr. Budhy Kurniawan selaku dosen pembimbing tesis ini.
- 3) Dr. Azwar Manaf, M.Met selaku penguji II.
- 4) Dr. Dede Juhana selaku penguji III.
- 5) Seluruh staf pengajar di lingkungan program studi Ilmu Material UI.
- 6) Seluruh kawan-kawan yang telah banyak membantu dan berbagi informasi.
- 7) Orang-orang tercinta yang telah memberikan dukungan moril dan materiil.

Akhir kata penulis berharap Allah SWT berkenan membalaq segala kebaikan semua pihak yang telah memberiakn dukungan. Semoga tesis ini berguna bagi perkembangan teknologi dan ilmu pengetahuan diIndonesia.

Jakarta, 4 Januari 2011

Penulis

**Universitas Indonesia**

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

---

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

Nama : Feti Anita Tristiana  
NPM : 0806420631  
Program Studi : Ilmu Material  
Departemen : Fisika  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Karya : Tesis

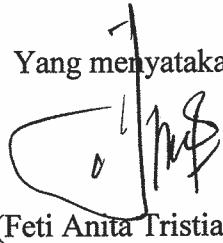
demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (Non-exclusive Royalty-Free Right)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

“Studi Pengaruh dopan Ti terhadap sifat impedansi bahan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  ( $x = 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12$ )”

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

Dibuat di : Depok

Pada Tanggal : 4 Januari 2011

Yang menyatakan  
  
(Feti Anita Tristiana)

## ABSTRAK

Nama : Feti Anita Tristiana  
 NPM : 0806420631  
 Program Studi : Ilmu Material  
 Judul Tesis : Studi Pengaruh dopan Ti terhadap sifat impedansi  
                   bahan  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  ( $x = 0,04; 0,06; 0,08;$   
                    $0,10; 0,12$ )

Penelitian dilakukan dengan mensubstitusikan Ti kedalam bahan Mn pada paduan  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  ( $x = 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12$ ). Proses perlakuan terhadap sampel meliputi penggerusan atau *milling* selama 25 jam, pemanasan atau *kalsinasi* pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 5 jam, pembuatan pelet atau *kompaksi*, pemanasan sampel melebihi titik leleh atau *sintering* pada suhu  $1200^\circ\text{C}$  selama 12 jam. Setiap *milling* dan *kalsinasi* dilakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD. dan karakterisasi. Dan setelah *sintering* seluruh karakterisasi dilakukan. Karakterisasi yang dilakukan meliputi karakterisasi struktur atom dengan XRD, karakterisasi morfologi struktur mikro bahan dengan SEM, karakterisasi komposisi bahan dengan menggunakan EDAX , dan karakterisasi sifat kelistrikan dengan menggunakan LCR meter. Setelah seluruh rangkian proses dilakukan, hasilnya menunjukkan bahwa terjadi fasa baru setelah dilakukan sintering, morfologi mikro permukaan menunjukkan ukuran partikel terkecil pada  $x = 0,10$  dengan pembesaran 2500x, komposisi sampel terkait penambahan Ti menunjukkan kenaikan pada parameter kisi ( $a,b,c$ ), dan volumenya. Karakterisasi sifat listrik menujukkan konduktivitas bahan tertinggi pada  $x = 0,10$ .

Kata kunci : *perovskite, impedanzi, konduktivitas*

## ABSTRACT

Name : Feti Anita Tristiana  
 NPM : 0806420631  
 Study Program : Material Science  
 Title : Study of Ti doping on the impedance of  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  ( $x = 0.04; 0.06; 0.08; 0.10; 0.12$ )

The study was conducted by substituting Ti into Mn material on  $\text{La}_0$  material ,  $67\text{Ca}0$  ,  $33\text{Mn}1 - x\text{Ti}_x\text{O}_3$  (  $x = 0.04 ; 0.06 ; 0.08 ; 0.10, 0.12$  ) . Treatment of samples includes milling for 25 hours , calcination at  $400^\circ\text{C}$  for 5 hours , pelletizing , sintering at a temperature of  $1200^\circ\text{C}$  for 12 hours . After milling and calcination , then performed using XRD characterization . and after sintering characterization SEM , EDS , EDAX , LCR , VNA . Characterization was conducted on the characterization of the atomic structure using XRD , morphological characterization of the microstructure of materials using SEM , characterization of material composition using EDAX , and electrical characterization using LCR meter. After the whole process is done , the results showed that there was a new phase after sintering , micro surface morphology showed the smallest particle size in the  $x = 0.10$  with  $2500\times$  magnification . Ti substitution showed an increase in the lattice parameters (  $a, b, c$  ) , and volume. Characterization of the electrical properties of the material showed the highest conductivity at  $x = 0.10$ .

Key Words : perovskite, impedance, Conductivity

## DAFTAR ISI

HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS.....	i
LEMBAR PENGESAHAN .....	ii
KATA PENGANTAR/UCAPAN TERIMA KASIH .....	iii
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH .....	iv
ABSTRAK .....	v
ABSTRACT .....	vi
DAFTAR ISI .....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xii
BAB 1 PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan .....	3
1.3 Tujuan .....	3
1.4 Sistematika Penulisan .....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 Material Perovskite.. ....	5
2.2 Paduan $R_{1-X}A_XMnO_3$ .....	8
2.3 Material Absorber .....	12
BAB. 3 METODE PENELITIAN .....	25
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	25
3.2 Diagram alur penelitian .....	25
3.2.1. Diagram Alur bahan dasar.....	26
3.2.2. Diagram alur Paduan.....	26
3.3. Preparasi Bahan-bahan Dasar dan Komposisi.....	26
3.3.1. Bahan Dasar dan peralatan.....	26
3.3.2. Penghitungan masa sampel.....	27
3.3.3 Penyiapan sampel.....	30
3.3.4. Pembuatan Pelet.....	31
3.4 Perlakuan pada Sampel.....	32

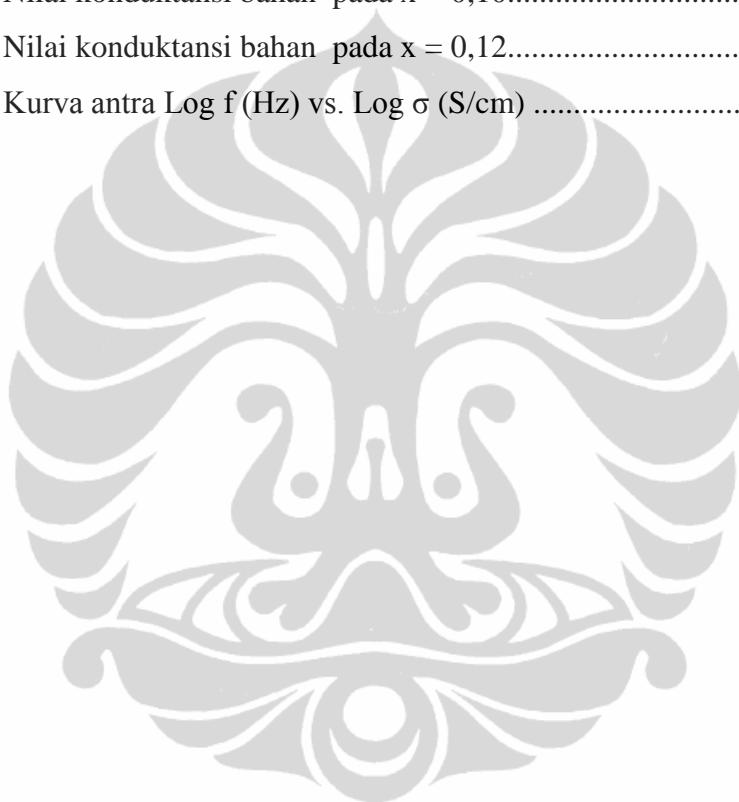
3.4.1. Proses Milling.....	32
3.4.2. Proses Kalsinasi.....	33
3.4.3. Proses Kompaksi.....	34
3.4.3. Proses <i>Sintering</i> .....	35
3.4 Perlakuan pada Sampel.....	37
3.5 Karakterisasi Bahan.....	37
3.5.1. Karakterisasi dengan menggunakan XRD.....	37
3.5.2. Karakterisasi SEM.....	39
3.5.3. Karakterisasi sifat impedansi bahan.....	40
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	42
4.1. Hasil dan analisa karakterisasi XRD .....	42
4.1.1 Hasil dan analisa bahan dasar.....	42
4.1.2 Hasil dan analisa paduan $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ .....	49
4.2. Hasil dan analisa karakterisasi SEM.....	57
4.3 Hasil dan analisa karakterisasi EDS.....	60
4.4. Hasil dan analisa karakterisasi LCR.....	67
BAB.5 KESIMPULAN DAN SARAN .....	79
DAFTAR PUSTAKA .....	81
LAMPIRAN.....	84

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1. Spektrum gelombang elektromagnetik .....	1
Gambar 2.1. Skema perovskite tipe $\text{ABO}_3$ .....	6
Gambar 2.2. Unit sel kubik perovskite .....	6
Gambar 2.3. Unit sel kubik perovskite .....	7
Gambar 2.4 Struktur kristal $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ .....	8
Gambar 2.5 Struktur kristal $\text{La}_2\text{O}_3$ .....	9
Gambar 2.6 Struktur kristal $\text{CaCO}_3$ .....	9
Gambar 2.7 Struktur kristal $\text{MnO}_3$ .....	10
Gambar 2.8 Struktur kristal $\text{TiO}_3$ .....	10
Gambar 2.9. Diagram fase $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ .....	11
Gambar 2.10. Hasil XRD sampel semua pada fasa tunggal .....	14
Gambar 2.11. Magnetisasi saturasi .....	15
Gambar 2.12. Variasi impedansi riil pada penelitian Zalita .....	16
Gambar 2.13. Impedansi komplek $x = 0,2$ .....	16
Gambar 2.14. Impedansi kompleks masing-masing $x$ .....	17
Gambar 2.16 $Z^2$ vs frekuensi pada temperatur yang berbeda untuk MWS, penelitian Syed mah Boob dkk .....	20
Gambar 2.17. Grain dan grain Boundary resistance vs temperatur .....	21
Gambar 3.1. Perangkat alat <i>milling</i> .....	32
Gambar 3.2. Perangkat alat Kalsinasi .....	33
Gambar 3.3. Perangkat alat Kalsinasi .....	34
Gambar 3.4. Dimensi pelet yang dibuat .....	35
Gambar 3.5. Alat Kompaksi .....	36
Gambar 3.6. Alat Furnace .....	36
Gambar 3.7. Sampel untuk <i>sintering</i> .....	37
Gambar 3.8. Alat XRD .....	37
Gambar 3.9. Alat SEM .....	40
Gambar 3.9. Alat LCR meter .....	41
Gambar 4.1. Pola difraksi sinar X bahan dasar $\text{La}_2\text{O}_3$ .....	42
Gambar 4.2. Profil difraksi sinar x dari $\text{La}_2\text{O}_3$ berdasarkan data base .....	43

Gambar 4.3. Pola Difraksi bahan dasar CaCO <sub>3</sub> .....	44
Gambar 4.4. Profil difraksi sinar x dari CaCO <sub>3</sub> berdasarkan data base .....	45
Gambar 4.5. Pola difraksi sinar x dari MnO <sub>2</sub> .....	46
Gambar 4.6. Pola difraksi sinar x dari MnO <sub>2</sub> berdasarkan data base .....	47
Gambar 4.7. Pola difraksi sinar X dari TiO <sub>3</sub> .....	48
Gambar 4.8. Pola difraksi sinar x dari MnO <sub>2</sub> berdasarkan data base .....	48
Gambar 4.9. Pola umum XRD setiap proses pada x = 0,02 .....	50
Gambar 4.10. Pola umum XRD setiap proses pada x = 0,04 .....	51
Gambar 4.11. Hasil refinement pada sampel x = 0,04 .....	51
Gambar 4.12. Pola XRD setiap proses pada x = 0,06 .....	52
Gambar 4.13. Hasil refinement pada sampel x = 0,06 .....	52
Gambar 4.14. Pola XRD setiap proses pada x = 0,08 .....	53
Gambar 4.15. Hasil refinement pada sampel x = 0,08 .....	53
Gambar 4.16. Pola XRD setiap proses pada x = 0,10 .....	54
Gambar 4.17. Hasil refinement pada sampel x = 0,10 .....	54
Gambar 4.18. Pola XRD setiap proses pada x = 0,12 .....	55
Gambar 4.19. Hasil refinement pada sampel x = 0,12 .....	55
Gambar 4.18. Pola difraksi gabungan .....	56
Gambar 4.21. Foto struktur mikro sampel untuk x = 0,04 .....	57
Gambar 4.21. Foto struktur mikro sampel untuk x = 0,06 .....	57
Gambar 4.21. Foto struktur mikro sampel untuk x = 0,08 .....	58
Gambar 4.21. Foto struktur mikro sampel untuk x = 0,10 .....	58
Gambar 4.21. Foto struktur mikro sampel untuk x = 0,12 .....	58
Gambar 4.26. Hasil karakterisasi EDS untuk x = 0,04 .....	61
Gambar 4.26. Hasil karakterisasi EDS untuk x = 0,06 .....	62
Gambar 4.26. Hasil karakterisasi EDS untuk x = 0,08 .....	63
Gambar 4.26. Hasil karakterisasi EDS untuk x = 0,10 .....	64
Gambar 4.26. Hasil karakterisasi EDS untuk x = 0,12 .....	66
Gambar 4.31. Hubungan konduktivitas terhadap penambahan TiO <sub>3</sub> .....	68
Gambar 4.32. Nilai resistivitas La <sub>0,67</sub> Ca <sub>0,33</sub> Mn <sub>1-x</sub> Ti <sub>x</sub> O <sub>3</sub> medan magnet H=0 .....	69
Gambar 4.33. Konduktivitas bahan vs frekuensi pada x = 0,04.....	70

Gambar 4.34. Konduktivitas bahan vs frekuensi pada $x = 0,06$ .....	70
Gambar 4.35. Konduktivitas bahan vs frekuensi pada $x = 0,08$ .....	71
Gambar 4.36. Konduktivitas bahan vs frekuensi pada $x = 0,10$ .....	71
Gambar 4.37. Konduktivitas bahan vs frekuensi pada $x = 0,12$ .....	72
Gambar 4.38. Nilai konduktansi bahan pada $x = 0,04$ .....	73
Gambar 4.39. Nilai konduktansi bahan pada $x = 0,06$ .....	74
Gambar 4.40. Nilai konduktansi bahan pada $x = 0,08$ .....	74
Gambar 4.41. Nilai konduktansi bahan pada $x = 0,10$ .....	75
Gambar 4.42. Nilai konduktansi bahan pada $x = 0,12$ .....	75
Gambar 4.43. Kurva antara $\log f$ (Hz) vs. $\log \sigma$ (S/cm) .....	76

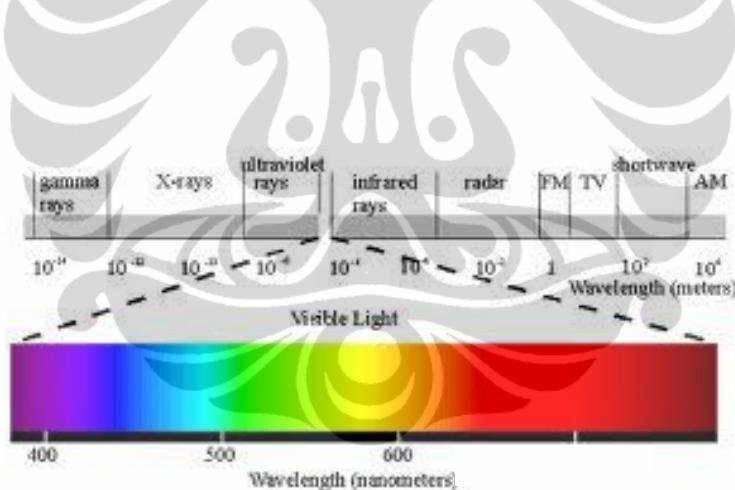


## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1. Latar Belakang

Interferensi gelombang elektromagnetik dapat mengganggu fungsi dan aplikasi peralatan elektronik. Penurunan kemampuan kerja piranti, peralatan atau sistem karena gangguan elektromagnetik'(IEC,1989) disebut interferensi elektromagnetik.[1] Atau disebut juga *electromagnetic Material Interference* (EMI). Dengan perkembangan teknologi, *Radio Detection and Ranging* (RADAR) tidak mampu mendeteksi perangkat elektronik yang menggunakan material berlapiskan bahan yang mampu meredam pantulan gelombang elektromagnetik. Bahan tersebut disebut dengan *Radar Absorbing Material* (RAM). Piranti elektronik dengan bahan yang tidak mampu menyerap pantulan gelombang elektromagnetik akan mudah mengalami kerusakan pada sistem.



Gambar 1.1. Spektrum gelombang elektromagnetik

Didalam spektrum gelombang elektromagnetik, gelombang mikro mempunyai sifat yang sama dengan gelombang infra red atau gelombang cahaya. Tidak bisa dipungkiri bahwa perkembangan Ilmu Telekomunikasi akan pesat pada masa-masa mendatang. Karena itu penting untuk mendapatkan suatu kondisi dimana

didapatkan material yang mampu menahan gangguan-gangguan dari gelombang elektromagnetik tersebut.

Sifat elektrik dan magnetik bahan menjadi salah satu indikator kemampuan penyerapan bahan terhadap gelombang elektromagnetik. Dan sifat-sifat tersebut dipengaruhi oleh struktur kristal dari bahan. Telah dilakukan banyak penelitian terhadap material-material untuk mendapatkan sifat ketahanan terhadap gangguan gelombang elektromagnetik, sehingga bahan tersebut diharapkan bersifat menyerap gelombang elektromagnetik. Salah satu penelitian yang telah dilakukan adalah terhadap material Lantanum Stronsium oleh Zalita dkk tapad tahun 2003.

Zalita dan kawan-kawan telah melakukan pengukuran impedansi paduan  $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$  dengan mensubstitusikan Ti pada paduan tersebut. Komposisi molaritas Ti pada penelitian ini adalah :  $x = 0,0$  ;  $x = 0,2$  ;  $x = 0,4$  ;  $x = 0,6$ . Hasil akhir penelitian bahwa impedansi lebih tinggi pada frekuensi rendah dan menurun secara bertahap ketika frekuensi meningkat karena pertukaran elektron antara ion  $\text{Mn}^{3+}$  dan  $\text{Mn}^{4+}$  karena tidak bisa mengikuti frekuensi balik dari bidang yang digunakan diluar frekuensi kritis tertentu (Jha et al 2004).

Penelitian ini menindaklanjuti penelitian sebelumnya oleh Dhewa Edikhresna (2010) yang menganalisa pengaruh dopan Ti terhadap magnetoresistansi pada paduan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.93}\text{Ti}_{0.07}\text{O}_3$ . Dhewa Edikhresna menyatakan bahwa resistivitas  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.93}\text{Ti}_{0.07}\text{O}_3$  semakin meningkat dengan bertambahnya Ti. Setelah dilakukan milling selama 25 jam, maka diperoleh rasio magnetoresistansi mencapai 14.6% dengan arus 1mA. Dengan langkah eksperimen yang hampir sama, tesis ini akan meneliti pengaruh dopan Ti terhadap resistivitas, konduktivitas dan *reflection loss* bahan.

Pada penelitian ini diharapkan dapat dicapai nilai dopan Ti yang optimal untuk mendapatkan nilai refleksi, transmisi dan absorpsi bahan, sehingga dapat dilakukan analisa terhadap kemampuan bahan untuk menyerap gelombang elektromagnetik.

## 1.2. Perumusan Masalah

Dilakukan pemanasan melebihi titik leleh terhadap sampel  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  dengan nilai rasio molaritas  $x$  yang berbeda-beda yaitu  $x = 0,04; 0,06; 0,08; 0,10$  dan  $0,12$ , dilakukan penelitian terhadap struktur atom, morfologi bahan, komposisi unsur, serta pengukuran besaran konduktivitas, resistivitas, dan impedansi. Perlakuan pemanasan, pengukuran besaran konduktivitas, resistivitas, dan impedansi, serta karakterisasi untuk mendapatkan material baru yang mempunyai kemampuan menyerap gelombang elektromagnetik. Sehingga dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

- a. Bagaimana struktur atom dan morfologi bahan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  setelah dilakukan *milling, kompaksi, kalsinasi, dan sintering*.
- b. Bagaimana pengaruh dopan Ti bahan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  terhadap resistivitas, konduktivitas, konduktansi dan keterkaitanya dengan impedansi serta kemampuan bahan sebagai absorber

## 1.3. Tujuan

Berdasarkan uraian permasalahan diatas maka tujuan penelitian ini adalah:

- a. Mempelajari proses pembuatan sampel  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  dari bahan dasar  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$ , dan  $\text{TiO}_2$ .
- b. Mempelajari struktur kristal dari bahan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  dengan menggunakan difraksi sinar x, SEM untuk mengetahui struktur mikro, serta mengetahui komposisi unsur bahan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  dengan menggunakan EDS, mempelajari sifat konduktivitas bahan dengan menggunakan LCR meter

## 1.4. Sistematika Penulisan

Tesis ini terdiri atas:

Bab I Pendahuluan

Bab ini menjelaskan tentang latar belakang, pembatasan masalah, tujuan, metodologi

Bab II Tinjauan Pustaka

Bab ini menjelaskan tentang struktur kristal secara umum bahan manganat *perovskite*, impedansi bahan, penyerapan gelombang elektromagnetik

### Bab III Metode Penelitian

Bab ini menjelaskan tentang metode yang digunakan dalam penelitian untuk membuat bahan perovskite manganat  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  serta langkah-langkah karakterisasi bahan paduan dengan XRD, karakterisasi LCR meter

### Bab IV Hasil dan Pembahasan

Bab ini menjelaskan hasil pengujian dengan XRD terhadap setiap proses pada eksperimen yaitu karakterisasi bahan dasar, *milling*, *kalsinasi*, *sintering* sampai didapat fasa tunggal, beserta analisis dari setiap data. Analisa hasil karakterisasi SEM dan EDS, LCR meter

### Bab V Kesimpulan dan Saran

Bab ini merupakan kesimpulan dari seluruh kegiatan penelitian yang berdasarkan pada tujuan yang akan dicapai.

## DAFTAR TABEL

Tabel.2.1 Posisi atom pada kubik <i>perovskite</i> .....	7
Tabel 2.2 Nilai dari grain resisten, kapasitansi grain boundary, frekuensi relaksasi grain boundary, kapasitansi elektroda, frekuensi elektroda relaksasi, resistensi elektroda pada suhu kamar.....	18
Tabel 3.1. Tabel prosentase kemurnian bahan dasar.....	27
Tabel 3.2. Tabel hasil penghitungan masa sampel dengan $x = 0,02$ , $x=0,04$ , $x=0,06$ , $x=0,08$ , $x=0,10$ , $x=0,12$ .....	28
Tabel 3.3. Tabel kode sampel.....	30
Tabel 3.4. Tabel perlakuan pada sampel .....	31
Tabel 4.1 Data Karakteristik Bahan dari $\text{La}_2\text{O}_3$ .....	43
Tabel 4.2 Data Karakteristik Bahan dari $\text{CaCO}_3$ .....	45
Tabel 4.3 Data Karakteristik Bahan dari $\text{MnO}_2$ .....	47
Tabel 4.4 Data Karakteristik Bahan dari $\text{TiO}_3$ .....	49
Tabel 4.5 Data input untuk refinement GSAS .....	50
Tabel 4.6 Parameter kisi setiap $x$ .....	56
Tabel 4.7 Morfologi sampel.....	59
Tabel 4.8 persentase kandungan $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.04}\text{O}_3$ .....	60
Tabel 4.9 Normalisasi $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.04}\text{O}_3$ tanpa pengotor .....	61
Tabel 4.10 persentase kandungan $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.06}\text{O}_3$ .....	62
Tabel 4.11 Normalisasi $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.06}\text{O}_3$ .....	63
Tabel 4.12 Prosentase kandungan $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.08}\text{O}_3$ .....	63
Tabel 4.13 Normalisasi $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.08}\text{O}_3$ tanpa pengotor .....	64
Tabel 4.14 Prosentase kandungan $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.10}\text{O}_3$ .....	65
Tabel 4.15 Normalisasi $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.10}\text{O}_3$ tanpa pengotor.....	65
Tabel 4.16 Prosentase kandungan $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.12}\text{O}_3$ .....	66
Tabel 4.17 Normalisasi $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.12}\text{O}_3$ .....	67
Tabel 4.18. data masa $\text{TiO}_3$ dengan konduktivitas.....	68

## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

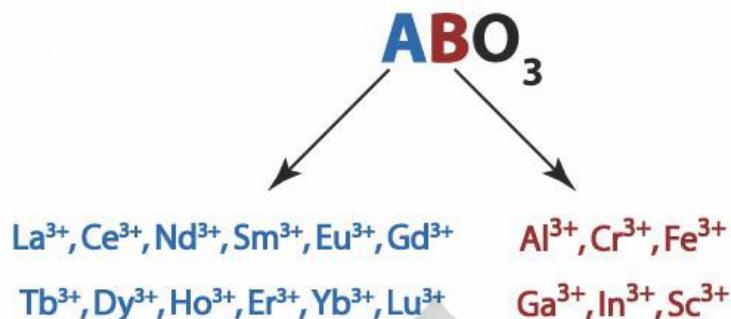
#### 2.1. Material *Perovskite*

*Perovskit* merupakan oksida logam yang memiliki struktur umum  $ABO_3$ , dimana A adalah ion-ion logam blok s, d, atau f yang berukuran lebih besar sedangkan B merupakan ion-ion logam transisi (Tien-Thao et al.,2008)[1]. Struktur perovskite secara umum dinyatakan dengan  $ABX_3$ , dimana A dan B merupakan kation dan X adalah anion. A dan B kation dapat berupa jenis dari isi dan didalam mineral *perovskite* secara umum ( $CaTiO_3$ ) A kation adalah divalent dan B kation adalah tetravalent.[2]. Meskipun, dari berbagai studi, kasus antara A dan B kation mengadopsi sebuah trivalent dengan perimbangan dan A kation dibatasi sebagai *rare earths*.

Unsur-unsur *Perovskite* termasuk dalam golongan lantanida termasuk tiga unsur tambahan yaitu Yttrium, Thorium dan Scandium. Logam tanah jarang tidak ditemukan dalam bentuk unsur bebas pada lapisan kerak bumi melainkan membentuk senyawa komplek. Mineral *rare earths* yang mendominasi keberadaannya dibumi adalah Lanthanum, Cerium, Neodymium. Dengan jumlah yang cukup banyak dibumi mineral ini, menjadi ekonomis untuk dilakukan proses ekstraksi. Sehingga pemanfaatan ketiga mineral ini, sangat tinggi dibanding mineral logam tanah jarang lainnya.

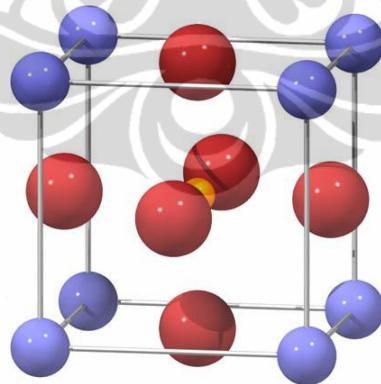
Paduan berbasis manganat dengan komposisi  $La_{1-x}A_xMnO_3$  dengan A adalah Ba, Sr, Ca dan Pb merupakan struktur kristal yang menyerupai *perovskite*, yang dikenal sebagai *perovskite* sederhana.[2]. Unsur-unsur lanthanide mempunyai keelektropositifan yang tinggi, yaitu dengan potensial  $M^{3+}/M$  mulai -2,25 V (Lu) sampai dengan -2,52 V (La).

Ion yang menempati tempat kisi-kisi A dan B secara detail sebagaimana gambar berikut :



Gambar 2.1. Skema perovskite tipe  $\text{ABO}_3$

Istilah perovskite mempunyai dua pengertian yaitu perovskite sebagai mineral particular dengan rumus kimia  $\text{CaTiO}_3$  (*Calcium Titanium Oxide*). Mineral ini ditemukan di pegunungan Urel Rusia oleh Gustav Rose pada tahun 1839 dan kemudian dinamakan oleh mineralogist Rusia L. Aperovskite yang hidup pada tahun 1792 – 1856. Pengertian berikutnya perovskite didefinisikan sebagai mineral-mineral dengan struktur Kristal yang sama dengan  $\text{CaTiO}_3$  dan keadaan ini disebut sebagai struktur perovskite (Tejua, 1993).[6]



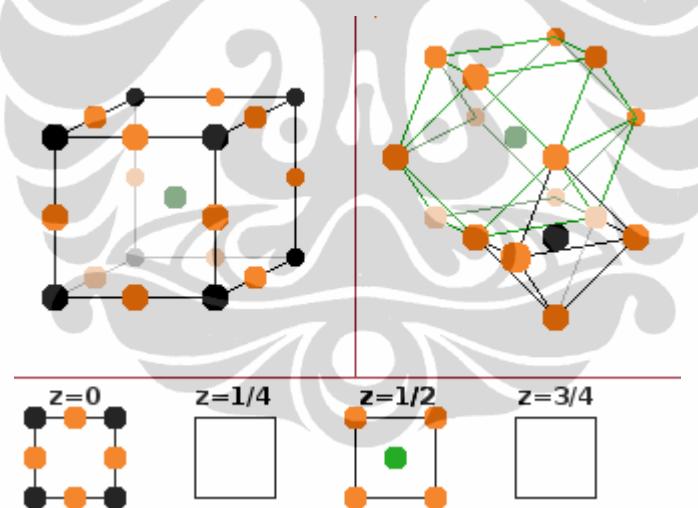
Gambar 2.2. Unit sel kubik perovskite.

Struktur atom oksida *peroskite* memiliki rumus umum sebagaimana dijelaskan diatas yaitu  $\text{ABO}_3$ . A adalah ion-ion logam yang berukuran besar yaitu berupa ion logam tanah jarang atau *rare earth* yang berada pada deret lanthanida

dan aktinda. Sedangkan B adalah ion-ion dari logam transisi. Total ion dari kedua logam berjumlah 6, agar terjadi keseimbangan muatan dengan muatan negatif yang dibawa oleh oksigen.

Tabel.2.1 Posisi atom pada kubik *perovskite*

Site	Lokasi	Koordinat
A Kation	(2a)	(0,0,0)
B Kation	(2a)	(1/2, 1/2, 1/2 )
O Anion	(6b)	(1/2, 1/2, 0) (1/2, 0, 1/2) (0, 1/2, 1/2)



Gambar 2.3. Unit sel kubik perovskite

Atom A (hijau) di pusat sel satuan memiliki dua belas tetangga terdekat (semua oksigen), diatur dalam *cuboctahedron* a. Atom B berada pada sudut-sudut dan pusat permukaan dari sel satuan, sehingga terkoordinasi dengan oktaedral dan oksigen. Bersama-sama, dua spesies kation membentuk kisi bcc, dan atom oksigen ditempatkan di pusat semua tepi dari sel satuan.

## 2.2. Karakteristik $R_{1-x}A_xMnO_3$

Doped material lanthanum manganites  $R_{1-x}A_xMnO_3$  dibentuk dengan menggantikan beberapa dari ion rare earths trivalent R dengan sebuah ion divalent A (Dagotto et al. 2001)[12]. Tipe dari material ini adalah sangat atraktif. Range x untuk 0.2 – 1.2 pada paduan ferromagnetic dan konduktivitas logam terinteraksi antara pasangan  $Mn^{3+}$  -  $Mn^{4+}$ . Ion  $Mn^{4+}$  terbuat dengan substitusi parsial dari sebuah *earth alkalin divalent* untuk *trivalent lanthanum*.

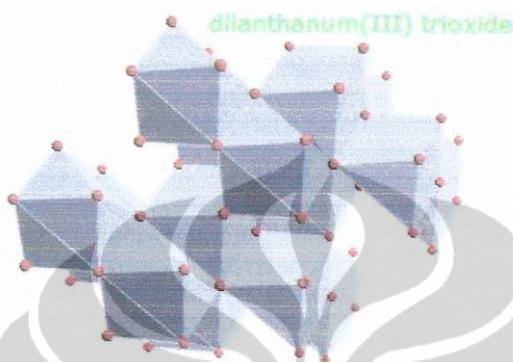
$La_{1-x}Ca_xMnO_3$  adalah material magnetik komplek. Struktur kristal dari  $La_{1-x}Ca_xMnO_3$  adalah kubik perovskite dengan kisi konstan yaitu 0.386 nm.  $La_{1-x}Ca_xMnO_3$ , tersusun dari bahan dasar  $La_2O_3$ ,  $CaCO_3$ ,  $MnO_3$ . Struktur ini sesuai dengan paduan  $R_{1-x}A_xMnO_3$ , dimana R adalah *triple ionized atom*, A merupakan *double ionized atom*. *Triple ionized atom* biasanya diisi oleh atom La, Nd dan Pr. Sedangkan *double ionized atom* terdiri dari atom Ca atau Sr. Pada  $LaMnO_3$  menggunakan Mn sebagai atom ion magnetik, karena adanya Mn akan menimbulkan terjadinya *double exchange interaction* atau perubahan valensi ion antara  $Mn^{3+}$  dan  $Mn^{4+}$  sehingga mempengaruhi struktur atom Mn pada  $LaMnO_3$ . [8]



Gambar 2.4 Struktur kristal  $La_{1-x}Ca_xMnO_3$

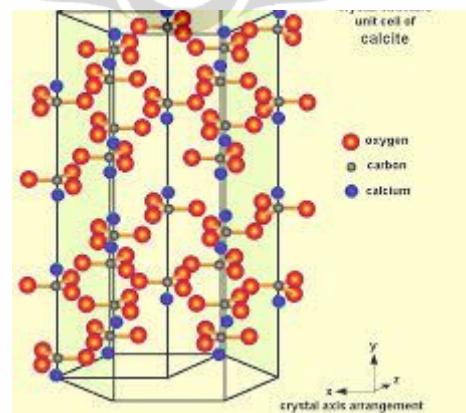
$\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ , tersusun dari bahan dasar  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{MnO}_3$ , dengan karakter masing-masing bahan dasar sebagai berikut :

1.  $\text{La}_2\text{O}_3$  mempunyai *bulk density* yang tinggi, bersifat paramagnetik dan merupakan oksida logam.



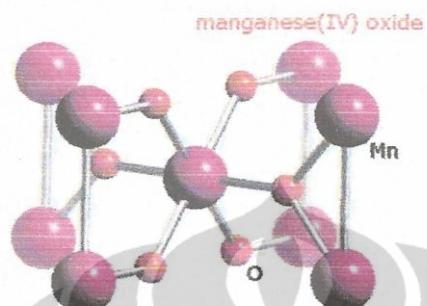
Gambar 2.5 Struktur kristal  $\text{La}_2\text{O}_3$

2.  $\text{CaCO}_3$  atau kalsium karbonat merupakan oksida stabil dengan *bulk density* yang tinggi dan bersifat paramagnetik. Titik leleh kalsium karbonat adalah 1339 K, sedangkan untuk titik didihnya sangat tergantung dengan komposisi.



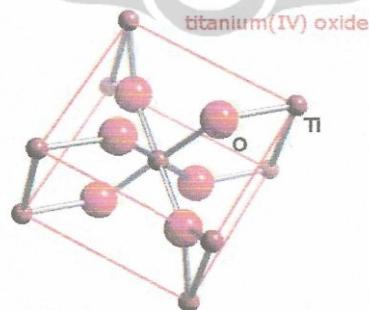
Gambar 2.6 Struktur kristal  $\text{CaCO}_3$

3.  $\text{MnO}_3$  atau *manganese oxide* merupakan bahan antiferomagnetik, dengan oksida stabil dan mempunyai *bulk density* yang tinggi, dengan titik leleh 808 K



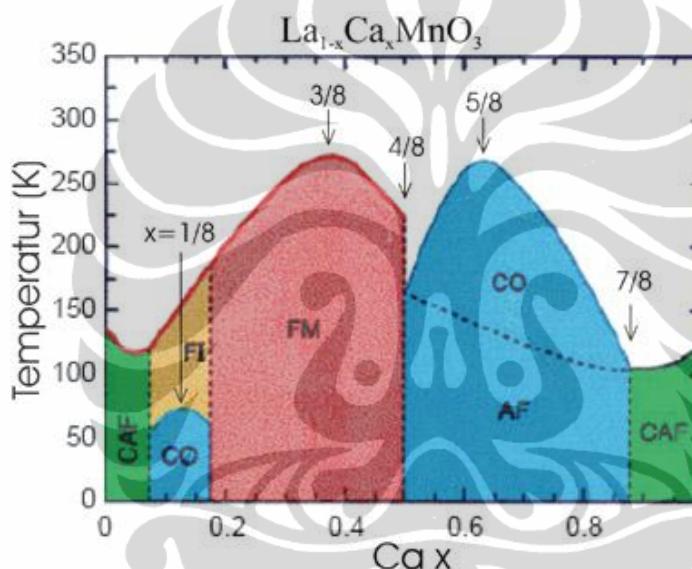
Gambar 2.7 Struktur kristal  $\text{MnO}_3$

4.  $\text{TiO}_3$  merupakan elemen logam yang mempunyai rasio kekuatan yang besar dibandingkan dengan beratnya. Bersifat kuat, ringan, *bulk density* rendah, dalam kondisi murni bersifat ulet. Melting point tinggi yaitu antara 1649 K – 3000 K. Titanium, yang dilambangkan dengan simbol Ti, merupakan logam transisi dan mempunyai nomor atom 22 dan berat atom 47,90. Titanium adalah logam yang paling melimpah keempat, yaitu sekitar 0,62% dari kerak bumi.



Gambar 2.8 Struktur kristal  $\text{TiO}_3$

Khusus pengaruh dari  $\text{La}^{3+}$  yang disubstitusi dengan  $\text{Ti}^{3+}$  pada  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ , efek dari substitusi tersebut adalah modifikasi dari Mn-O-Mn yang berikatan sudut ganda untuk pengecilan jari-jari dari  $\text{Ti}^{3+}$ . Material ini akan mengalami perubahan properties magnetik dengan perubahan temperatur. Dan hal itu dapat dikontrol dengan perubahan konsentrasi Ca. Penggunaan doping dalam sintesa bahan *perovskite* juga dilakukan oleh Annane et al tahun 1997.[10] Substitusi Mg kedalam paduan  $\text{LaMnO}_3$  berpengaruh terhadap sifat listrik dan sifat magnetoresistan.



Gambar 2.9. Diagram fase  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$

Sumbu horizontal menunjukkan nilai  $x$  dalam formula. Tahapan termasuk biaya-memerintahkan (CO), antiferromagnet (AF), miring antiferromagnet (CAF), logam feromagnetik (FM), insulator feromagnetik (FI). Wilayah berlabel dari diagram fasa memiliki urutan tidak magnetik maupun biaya.

Sifat magnetik bahan manganat ini dipengaruhi oleh adanya valensi tercampur atom Mn. Sehingga keberadaan *coupling*  $\text{Mn}^{3+}/\text{Mn}^{2+}$  ini sangat berkontribusi terhadap sifat magnetik bahan ini.

Modifikasi bahan sistem  $\text{LaMnO}_3$  dengan mensubstitusi atom Lanthanum dengan atom Stronsium menurut senyawa empiris  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ . Kehadiran

stronium ini dapat mendorong meningkatnya jumlah coupling Mn<sup>3+</sup>/Mn<sup>2+</sup>. Modifikasi bahan sistem (La,Sr)MnO<sub>3</sub> yang didopan Fe<sup>3+</sup>, dengan senyawa empiris La<sub>0,8</sub>Sr<sub>0,2</sub>Mn<sub>1-y</sub>FeyO<sub>3</sub> ( $0 < y < 0,2$ ) menunjukkan bahwa kehadiran Sr dan Fe ini dapat mempengaruhi jumlah keberadaan coupling Mn<sup>3+</sup>/Mn<sup>2+</sup> yang sangat berkontribusi terhadap sifat magnetik pada bahan ini, dan penambahan Fe ini dapat meningkatkan nilai *reflection loss* bahan tersebut hingga 34 dB pada  $y=0,14$ . Pada percobaan ini akan dilakukan modifikasi bahan Lantanum manganite sistem perovskite (LaMnO<sub>3</sub>), dengan mensubstitusi atom Lantanum dengan atom Barium. Sehingga diharapkan kehadiran Barium ini dapat mempengaruhi jumlah keberadaan coupling Mn<sup>3+</sup>/Mn<sup>2+</sup> berkontribusi terhadap sifat magnetik pada bahan ini.

#### 2.4. Material Absorber

Teknologi rekayasa material dewasa ini mulai pesat dikembangkan. Terutama untuk menjawab tantangan yang dihadapi dalam aplikasi elektronik yang banyak gangguan akibat interferensi gelombang elektromagnetik. Interferensi gelombang elektromagnetik mengakibatkan gangguan fungsi perangkat elektronik hingga kerusakan yang mengakibatkan tidak berfungsinya perangkat elektro. Rekayasa material banyak dilakukan tetapi lebih fokus pada rekayasa geometri. Upaya menghilangkan interferensi gelombang elektromagnetik diperlukan bahan atau material perangkat elektronik dari bahan magnet yang mampu menyerap radiasi gelombang elektromagnetik yang tidak diperlukan. Permeabilitas dan permivitas bahan yang tinggi merupakan hal penting yang disyaratkan untuk menjadi bahan absorber. Alternatif bahan yang mempunyai permeabilitas dan permivitas yang tinggi didapat dari bahan magnet berbasis manganate sistem *perovskite* ABO<sub>3</sub>.

Penyerap magnetik (*magnetic absorber*) tergantung pada efek histeresis magnetik, yang dapat diperoleh jika matrik polimer diisi dengan partikel seperti ferrit. Sampai saat ini material komposit yang terdiri dari besi masih menjadi pilihan material yang sangat baik digunakan sebagai material penyerap magnetik pada gelombang mikro. Oleh sebab itu, pada penelitian ini, dilakukan

pemanfaatan mineral berupa batuan besi sebagai material filler pada material komposit penyerap gelombang mikro.

Bahan yang mampu menyerap gelombang mikro memiliki aplikasi penting dalam militer. Peneliti mulai tertarik dengan  $\text{La}_{1-x}\text{T}_x\text{MnO}_3$  ( T = Sr, Ca, Ba ) selama bertahun-tahun karena karakteristik khusus elektromagnetis, efek magnetoresistan terutama kolosal. Selain itu, magnetoresistan kolosal  $\text{LaMnO}_3$  didoping oleh Te , Ce , Zr atau Sn di sisi A dan elemen lain di sisi B. Oksida *rare earth* doped dapat menunjukkan karakteristik elektromagnetik yang baik seperti transformasi magnetik dan perubahan konduktivitas, yang menyediakan landasan bagi gelombang elektromagnetik menyerap materi pada teori dan eksperimen.

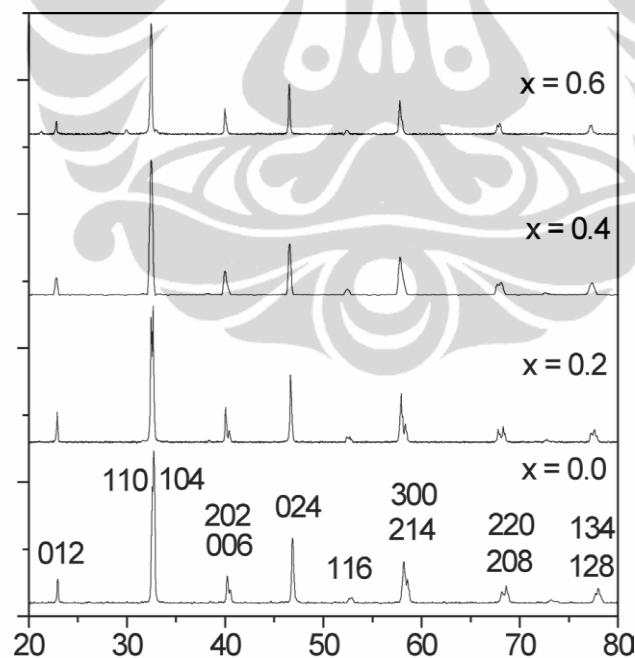
Pada penelitian Zhou Ke-sheng, Deng Jian-jie, Yin Li-song, Ma Shi-hong, Gao Song-hua tahun2007 dari School of Physics Science and Technology, Central South University, Changsha 410083, China, tahun 2007, menyebutkan bahwa sifat  $\text{Ba}_{1-x}\text{La}_x\text{Zn}_x - \text{Fe}_{12 - x - y} (\text{Me}_{0.5}\text{Mn}_{0.5})\text{YO}_{19}$  ( Me = Zr, Sn ) menyerap gelombang mikro dalam rentang frekuensi 1-20 GHz dipelajari . Dan penyerapan itu setinggi 40 dB ketika ketebalan sampel kurang dari 1 mm, namun, kelemahannya adalah bahwa *bandwidth* yang efektif sangat sempit ( lebih kecil dari 1 GHz ).

Referensi yang menjadi acuan Zhou dan kawan-kawan, melaporkan bahwa  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$  menggunakan metode reaksi padatan dan memiliki properti yang sangat baik. Gelombang mikro diserap pada *bandwidth* diatas 8 dB adalah 3 GHz dan puncaknya adalah 25 dB ketika  $x = 0,5$  dalam rentang frekuensi 8-12 GHz , namun karakteristik spektrum frekuensi permitivitas kompleks dan permeabilitas tidak dipelajari dengan seksama.

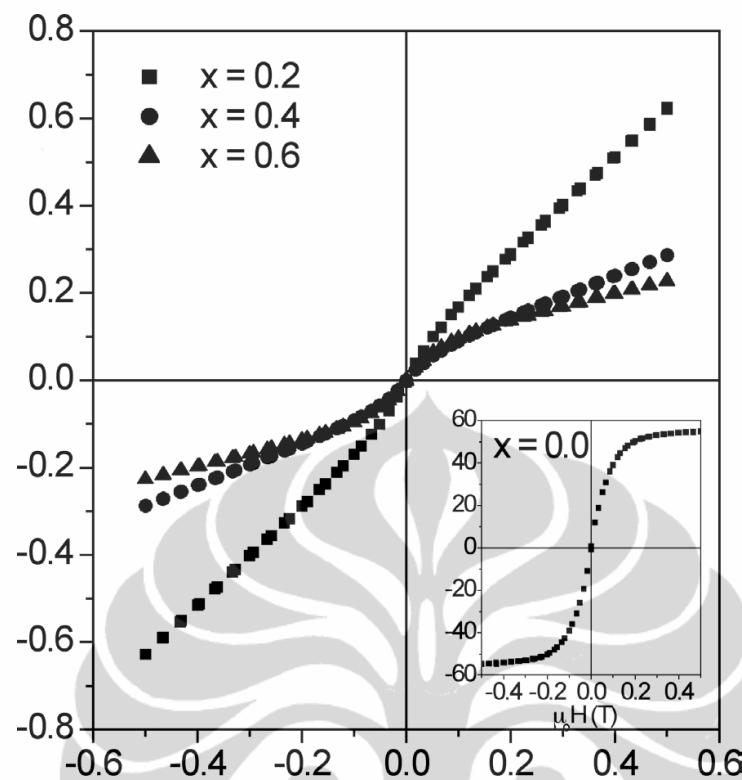
Beberapa hal yang menjadi karakteristik material absorber gelombang mikro adalah material mempunyai sifat kemagnetan, sifat listrik, nilai impedansi tertentu, permeabilitas relatif dan permivitas relatif yang sama dengan permeabilitas dan permivitas udara vakum sehingga bisa beresonansi, nilai reflection loss yang besar, resistivitas listrik yang tinggi, dan merupakan isolator yang baik. Permitivitas adalah seberapa besar suatu medium bisa menerima (permit) pengaruh medan listrik luar (elektrisasi). Lalu apa perbedaan permitivitas relatif dan permitivitas mutlak/absolut. Permitivitas relatif adalah permitivitas

suatu medium jika dibandingkan dengan permitivitas ruang hampa. Permitivitas absolut adalah permitivitas yg dimiliki oleh sesuatu medium, tanpa dibandingkan dengan permitivitas ruang hampa.[14]

Penelitian terkait studi impedansi bahan *perovskite* telah dilakukan oleh Zalita dkk pada tahun 1997. Pada penelitian Zalita dkk, Ti disubstitusikan pada paduan  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$  dengan  $x = 0,0 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,6$ . Padaan samel disintesis dengan metode *solid state reaction*, denagn menggunakan bahan dasar berbentuk *powder* yang terdiri dari bahan dasar  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{MnO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$  yang mempunyai kemurnian 99,9%. *Milling* dilakukan dengan menggunakan *ball milled* selama 6 jam dengan medium aseton. Tahap berikutnya sampel dikalsinasi pada suhu 900°C selama 12 jam. Tahap berikutnya sampel dalam bentuk *powder* dibuat pelet. Tahap berikunya pemanasan sampel berupa proses sintering dengan suhu 1300°C selama 24 jam. Hasil *X-Ray Difraktometer* setelah disintesis menunjukan sampel tetap pada *single fasa*.



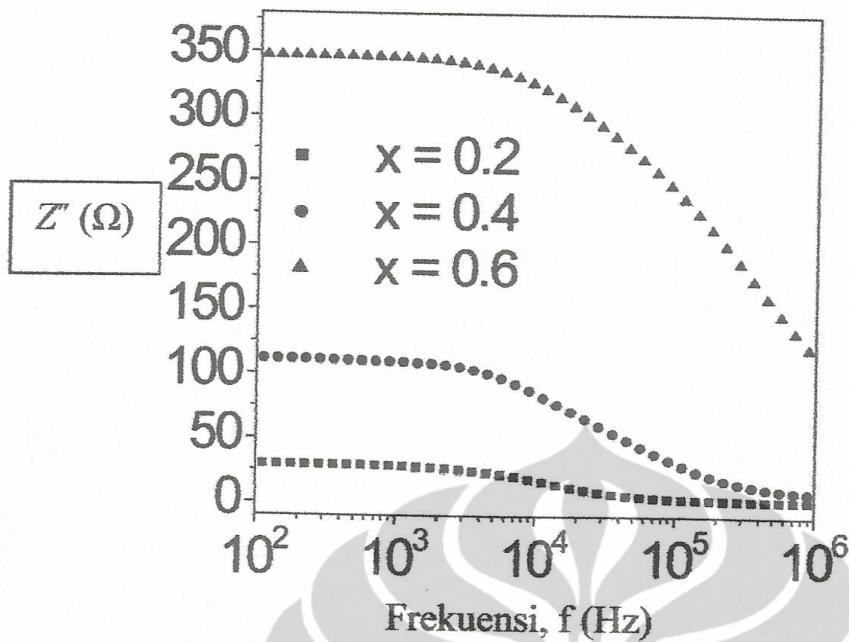
Gambar 2.10. Hasil XRD sampel semua pada fasa tunggal



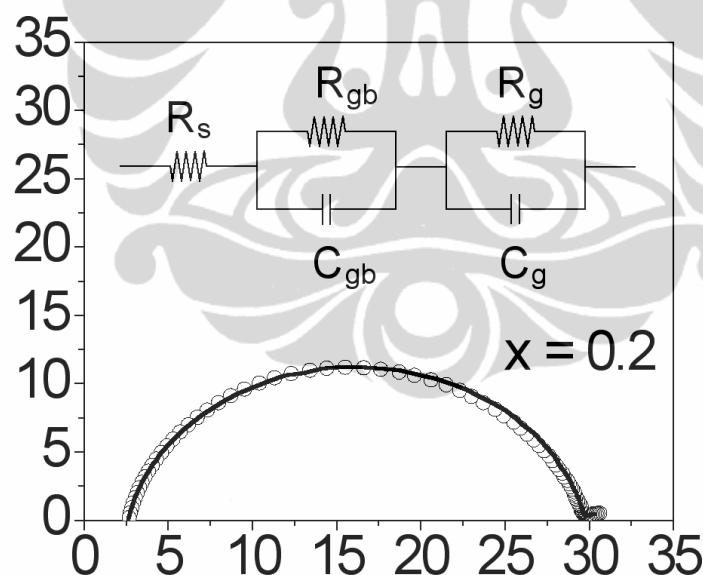
Gambar 2.11. Magnetisasi saturasi

Dari penelitian Zalita dkk didapat sampel 0.0 merupakan *soft ferromagnetic* tanpa *hysteresis loop*. Sampel 0.2, 0.4, 0.6. Magnetisasi saturasi tidak tercapai, sehingga terlihat sebagai *ferromagnetic* yang lemah. Pengaruh doping Ti dan sintesis bahan terhadap impedansi pada penelitian Zalita dkk ditunjukan pada gambar berikut.

Gambar 2.12 menunjukkan variasi bagian nyata dari impedansi,  $Z$  sebagai fungsi dari frekuensi pada suhu kamar untuk  $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  sampel. Hal ini dapat dilihat bahwa  $Z$  adalah lebih tinggi pada frekuensi rendah dan berkurang secara bertahap ketika frekuensi meningkat karena tingkat pertukaran elektron antara  $\text{Mn}^{3+}$  dan  $\text{Mn}^{4+}$  ion tidak dapat mengikuti frekuensi bidang yang diterapkan di luar frekuensi kritis tertentu

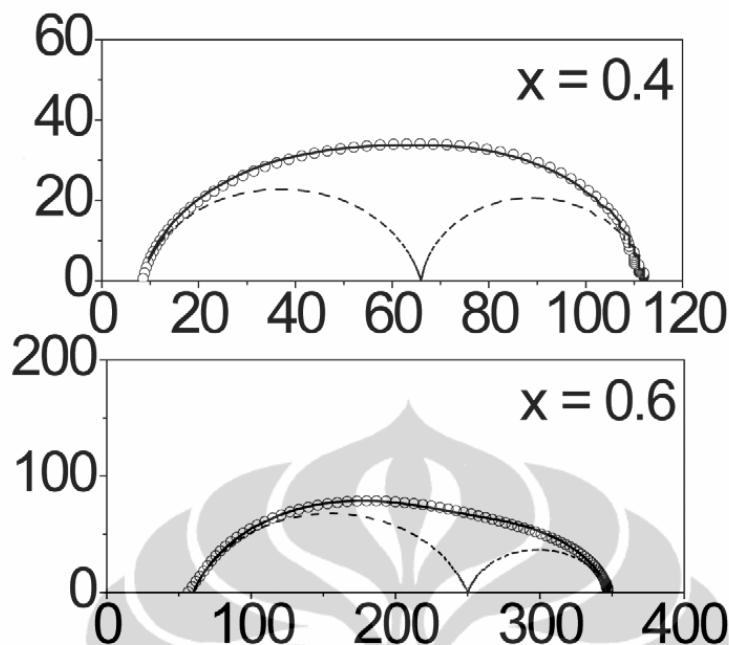


Gambar 2.12. Variasi impedansi riil pada penelitian Zalita



Gambar 2.13. Impedansi komplek  $x = 0,2$

Hambatan sampel dipengaruhi oleh grain boundary karena material polikristalin batas number grain boundaries yang meningkatkan penyebaran electron



Gambar 2.14. Impedansi kompleks masing-masing  $x$

Dari penelitian Zalita dkk dengan substitusi Ti pada  $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  dengan sampel  $x = 0.2; 0.4 ; 0.6$  menunjukkan hasil XRD yang bersifat *single phasa* tanpa ada pengotor, dan berupa ferromagnetik lemah. Pada tabel 2.2 tampak bahwa variasi nyata dari impedansi  $Z'$  sebagai fungsi dari frekuensi pada suhu kamar untuk  $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  sampel. Hal ini dapat dilihat bahwa  $Z'$  lebih tinggi pada frekuensi rendah dan menurun secara bertahap. Komposisi Titanium sangat mempengaruhi besarnya perlawanan dimana  $Z'$  akan meningkat dengan konsentrasi Ti karena pengurangan mekanisme *double exchange*.  $Z'$  menyatu pada frekuensi tinggi untuk  $X = 0.4$  dan  $0.6$  mungkin disebabkan polarisasi muatan ruang dalam material (Barera et al 2007).[17]

Tabel 2.2 Nilai dari grain resisten, kapasitansi grain boundary, frekuensi relaksasi grain boundary, kapasitansi elektroda, frekuensi elektroda relaksasi, resistensi elektroda pada suhu kamar.

x	Rg ( $\Omega$ )	Cgb (Nf)	$\omega_{gb}$ (kHz)	Rgb ( $\Omega$ )	Ce (Nf)	$\Omega_e$ (kHz)	Re ( $\Omega$ )
0,2	2,6	536	69	27	3,9 x 107	0,02	1,6
0,4	8	46	377	58	346	63	46
0,6	60	1,7	3142	190	46	220	98

Pada menunjukkan variasi bagian nyata dari impedansi,  $Z'$  sebagai fungsi dari frekuensi pada suhu kamar untuk  $\text{La}_{0,67}\text{Sr}_{0,33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  sampel. Hal ini dapat dilihat bahwa  $Z'$  lebih tinggi pada frekuensi rendah dan menurun secara bertahap ketika meningkat frekuensi karena tingkat lompatan dari pertukaran elektron antara  $\text{Mn}^{3+}$  dan  $\text{Mn}^{4+}$  ion tidak bisa mengikuti frekuensi balik dari bidang yang diterapkan di luar frekuensi kritis tertentu (Jha et al 0,2004). Komposisi titanium sangat mempengaruhi besarnya perlawanan di mana  $Z'$  akan meningkat dengan konsentrasi Ti karena pengurangan mekanisme Double exchange.  $Z'$  menyatu pada frekuensi tinggi untuk  $x = 0,4$  dan  $0,6$  mungkin disebabkan polarisasi muatan ruang dalam material (Behera et al 2007.)

Sehingga pada penelitian Zalita dan kawan-kawan substitusi Ti pada  $\text{La}_{0,67}\text{Sr}_{0,33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  dengan sampel  $x = 0,0, 0,2, 0,4$  dan  $0,6$  menunjukkan hasil XRD yang bersifat single phasa tanpa ada pengotor. Dari kurva magnetic menunjukkan bahwa material berupa ferromagnet lemah. Nilai MR cukup tinggi yaitu 32.5% dari sampel  $x = 0,2$  pada temperatur 200 K. Efek LFMR dapat dilihat pada sampel  $x = 0,0$  dan itu merupakan metal – like resistivity dengan kekuatan  $\rho = \rho_0 + \rho_2 T^2$ . Semikonduktor seperti perilaku transportasi untuk sampel Ti digantikan dapat dijelaskan dengan menggunakan VRH ( $T < \theta_D / 2$ ) dan SPH ( $T > \theta_D / 2$ ) mekanisme. Energi aktivasi meningkat dengan substitusi Ti. Plot impedansi memiliki rangkaian ekivalen dengan rangkaian dua sirkuit RC paralel ( $\text{RGB} / \text{Cgb}$  dan  $\text{Re} / \text{Ce}$ ) dan  $\text{Rg}$ . The  $\text{Rg}$ ,  $\text{RGB}$ , dan nilai-nilai peningkatan  $\text{Re}$  dengan komposisi Ti.

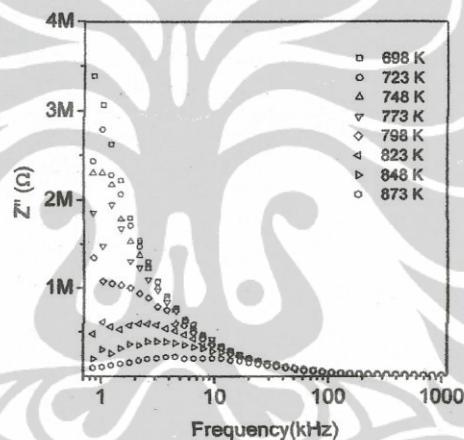
Transport listrik pada paduan  $\text{LaMn}_{1-x}\text{M}_x\text{O}_{3+\delta}$  telah diteliti oleh Kutty et al dan menghasilkan substitusi ion diamagnetic Li, Mg, Ti pada Mn mengurangi nilai resistivitasnya dari  $368 \Omega\text{cm}$  menjadi sekitar  $10 \Omega\text{cm}$ .

Syed Mahboob et al., pada tahun 2006 melakukan penelitian terhadap impedansi dan konduktivitas AC pada paduan  $\text{Ba}(\text{Nd0} \times 2\text{Ti0} \times 6\text{Nb0} \times 2)$  dengan cara preparasi konvensional dan microwave sintering dalam penelitian ini dua jenis proses konduksi yang nyata dari plot frekuensi tergantung konduktivitas, yaitu frekuensi rendah konduksi karena jarak pendek melompat dan frekuensi tinggi konduksi disebabkan oleh relaksasi lokal (reorientational) mekanisme hopping. Kontribusi grain dan grain boundary dengan konduktivitas dalam sampel diperoleh dari impedansi / pengukuran masuk melalui model rangkaian ekivalen.  $\text{BaTiO}_3$  adalah bahan feroelektrik dengan struktur perovskit. Banyak digunakan sebagai bahan kapasitor karena permitivitas tinggi ( $\sim 103$ ). Ada banyak literatur tentang, ion homovalent heterovalent doped di  $\text{BaTiO}_3$  dan natrium bismut titanat baik di A atau B-situs atau di kedua lokasi, dan solusi  $\text{BaTiO}_3$  padat dengan bahan perovskite lainnya, yang menunjukkan perilaku relaxor dielektrik dan beberapa dari bahan tersebut menunjukkan electrostrictive strain yang baik (Park et al 1999; Chen et al 2000; Yu et al 2000; Senda dan Mercurio 2001; Suchanicz et al 2001; Lembar et al 2001; Wang et al 2003)

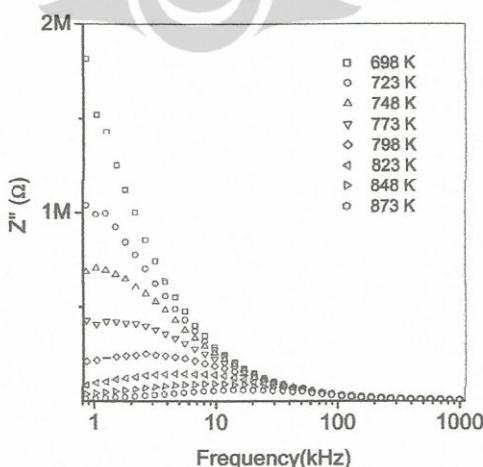
Penelitian syed mahboob dan kawan-kawan dengan memberikan perlakuan paduan  $\text{Ba}(\text{Nd0} \times 2\text{Ti0} \times 6\text{Nb0} \times 2)\text{O}_3$  dengan konvensional solid state reaksi. Bahan dasar yang digunakan adalah karbonat ( $\text{BaCO}_3$ , 99  $\times$  9%, Merck) dan oksida ( $\text{Nd}_2\text{O}_3$ , 99  $\times$  9%, Langka Bumi India Ltd,  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , 99 +%, Kompleks Bahan Bakar Nuklir, India, dan  $\text{TiO}_2$ , 99  $\times$  99%, Aldrich Sigma). Preparasi sample dan penggerusan sampel, kemudian serbuk dikalsinasi pada temperatur  $1150^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Sampel dikalsinasi lagi selama 2 jam. Dari bentuk serbuk dibuat pellet silinder 1 mm tebal, dengan memberikan tekanan 2-3 tons/cm<sup>2</sup> dalam diameter 10 mm stainless steel menggunakan tekan hidrolik. Sebelum menekan, polivinil alkohol ditambahkan kedalam bubuk untuk mengikat partikel dan untuk mengurangi gesekan antara mati-dinding dan sampel permukaan. Pelet yang konvensional disintering pada  $1400^\circ\text{C}$  selama 2

dan microwave disinter (MWS) mempunyai kerapatan sampel  $5 \times 554$  g / cc, yaitu 94 dan 90% dari teoritis X-ray.

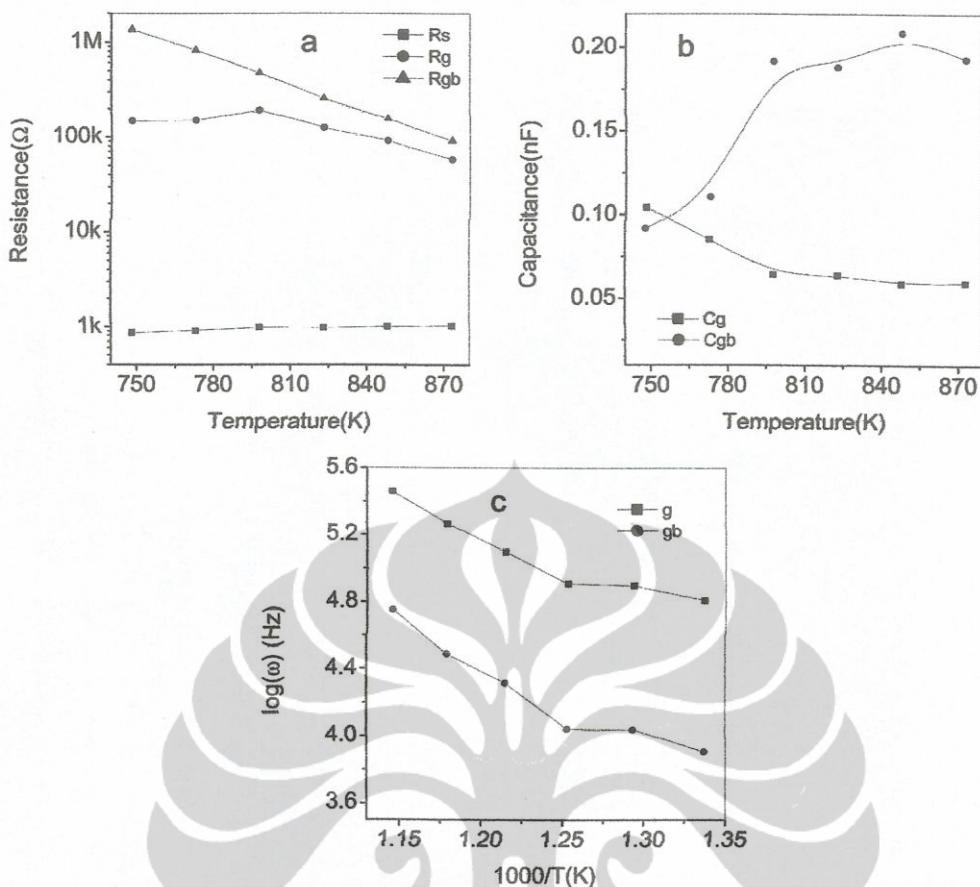
Nilai impedansi menurun dengan meningkatnya frekuensi pada temperatur yang lebih rendah dalam kisaran 300-698 K. Pada akhir frekuensi rendah, sedikit peningkatan nilai  $Z^2$  2-4 MU untuk CS sampel dan  $1 \times 5-3 \times 25$  MW untuk sampel yang diamati MWS dengan peningkatan suhu 300-673 K. Namun, karena suhu meningkat di atas 673 K (angka 3 dan 4), nilai  $Z^2$  menurun drastis dan, puncak  $Z^2$  terlihat menyebar pada frekuensi untuk suhu lebih besar 723 K. Hal ini juga mengamati bahwa puncak  $Z^2$  ditemukan pergeseran ke arah sisi frekuensi yang lebih tinggi dengan meningkatkan suhu.



Gambar 2.15.  $Z^2$  vs frekuensi pada temperatur yang berbeda untuk CS sampel,  
Penelitian syed mahboob dan kawan-kawan



Gambar 2.16.  $Z^2$  vs frekuensi pada temperatur yang berbeda untuk MWS sampel,  
Penelitian syed mahboob dan kawan-kawan



Gambar 2.17. Grain dan grain Boundary resistance vs temperatur

Titanat perovskit berbasis bahan oksida mengandung  $Ti^{3+}$  yang terbentuk karena penangkapan elektron dilepaskan selama proses pembentukan oksigen oleh  $Ti^{4+}$ . Konduksi polaronic dari 3d elektron pada  $Ti^{3+}$  dengan mobilitas rendah harus didominan pada suhu rendah dan bagian polaronic ini adalah thermally terdisosiasi dan pembawa residu, 3d elektron, yang sangat tersebar oleh fonon termal pada suhu tinggi, menghasilkan konduktivitas elektronik tinggi (Iguchia dan Mochizuki 2004). Dari hasil penelitian ini didapatkan bahwa DC konduktivitas sampel selalu lebih rendah dari a.c. konduktivitas dan di daerah suhu rendah (400-600 K), dc konduktivitas adalah beberapa perintah besarnya kurang dari a.c. konduktivitas dan variasi dengan suhu juga berbeda. besarnya kedua parameter mungkin tidak secara dekat terkait, dan ini jelas bahwa ketergantungan suhu mereka benar-benar berbeda.

Impedansi merupakan hambatan total pada rangkaian arus bolak-balik atau tingkat resistansi terhadap aliran arus listrik bolakbalik (Alternating Current). Suatu hambatan ( $R$ ) diambil untuk menghadirkan komponen dissipative (menghilangkan) respon dielektrik, sedangkan suatu kapasitansi ( $C$ ) menggambarkan komponen penyimpanan dielektrik bahan. Pengukuran properties elektrikal dari sebuah material dapat dilakukan dengan menggunakan rangkaian seri ataupun paralel. Pada kasus rangkaian seri impedansi kompleks didapat dari :

$$Z = R_s - iX_s$$

Persamaan 1

Dimana  $R_s$  adalah resistensi atau impedansi riil, dengan satuan ohm ( $\Omega$ )

$$X_s = 1/\omega C_s$$

Persamaan 2

$X_s$  adalah reaktansi,  $C_s$  adalah kapasitansi seri, dan  $I$  adalah bilangan imajiner dimana  $\omega$  digantikan dengan  $2\pi f$ . Resistivity kompleks dirumuskan dengan persamaan

$$\rho^* = Z (A/d)$$

persamaan 3

dimana  $A$  adalah luas permukaan, dan  $d$  adalah tebal sample. Dari persamaan didapat  $\text{Re } Z = Z' = R_s$ , dan  $\text{Im } Z = Z'' = X_s$ . Hukum konduksi listrik pada logam (Hukum Ohm) adalah :

$$V = I R$$

Persamaan 4

Dimana I adalah arus listrik (A), V adalah beda potensial (Volt), R adalah hambatan ( $\Omega$ ). Resistensi suatu material tergantung dari panjang serta luas permukaan sample. Sehingga resistivitas material ditentukan dengan persamaan :

$$R = \rho \frac{L}{A}$$

Persamaan 5

$\rho$  adalah resistivitas material yang tergantung dengan temperature, dengan satuan ohm.m

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

Persamaan 6

Kebalikan dari resistivitas adalah konduktivitas dengan persamaan sebagaimana persamaan 6.  $\Sigma$  adalah konduktivitas listrik dengan satuan,  $\Omega^{-1} m^{-1}$ . Resistivitas dan konduktivitas suatu material tergantung dari temperature.

Permeabilitas dan permivitas bahan yang tinggi merupakan hal penting yang disyaratkan untuk menjadi bahan absorber. Impedansi yang diharapkan untuk material absorber dipengaruhi oleh permeabilitas dan permivitas material yang sama dengan permeabilitas dan permivitas udara, sehingga terjadi resonansi dan *reflection loss* yang dihasilkan cukup besar.

*Reflection loss* dihitung dengan cara :

$$R = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - 1}{Z_{in} + 1} \right|$$

Persamaan 7

Hans coster, *et. Al.*, mengembangkan teknik baru spektrometri impedansi daya pisah atomik untuk penyelidikan membrane ultrafiltrasi sehingga dapat disingkap mekanisme adsorpsi, fuoling, rejeki dan sebagainya.

Teknik mengukur impedansi suatu sistem rentang frekuensi, dan oleh karena itu respon frekuensi dari sistem, termasuk penyimpanan energi dan properti disipasi, terungkap. Seringkali, data diperoleh dengan EIS diekspresikan secara grafis dalam Bode plot atau plot Nyquist. Impedansi adalah oposisi terhadap aliran arus bolak balik (AC) dalam sistem yang kompleks. Sebuah sistem listrik pasif yang kompleks terdiri baik dissipater energi (resistor) dan penyimpanan energi (kapasitor) elemen. Jika sistem ini adalah murni resistif, maka oposisi untuk AC atau arus searah (DC) hanya perlawanan. Secara umum, impedansi memiliki definisi perhitungan secara total dalam ohm dari seluruh rangkaian elektrikal untuk signal langsung, yang termasuk diantaranya resistansi, reaktansi, kapasitansi dan seluruh faktor mekanikal yang menimbulkan hambatan dari transfer energy dalam sebuah sistem.

Material alami maupun buatan yang terdapat di alam dapat diklasifikasikan menjadi tiga yaitu konduktor, isolator dan semikonduktor. Nilai dari konduktivitas listrik ketiga material tersebut berbeda seperti pada Gambar 2.13 yang menunjukkan spectrum konduktivitas listrik. Material semikonduktor sendiri mempunyai nilai konduktivitas pada selang antara  $(10^{-8} - 10^3)$ S/cm. Resistansi suatu material bergantung pada panjang, luas penampang lintang, tipe material dan temperatur. Kurva hubungan arus dan tegangan pada material Ohmik adalah linear sedangkan material nonohmik kurva hubungannya tidak linear. Resistansi suatu kawat penghantar sebanding dengan panjang kawat dan berbanding terbalik dengan luas penampang lintang seperti dilihat pada persamaan Dimana  $\rho$  disebut resistivitas material penghantar. Satuan resistivitas adalah ohm meter ( $\Omega\text{m}$ ). Kebalikan dari resistivitas disebut konduktivitas . Adapun nilai konduktivitas suatu material bergantung dari sifat material tersebut.. Konduktivitas listrik adalah kemampuan suatu bahan untuk menghantarkan arus listrik.



**Universitas Indonesia**

Studi pengaruh..., Feti Anita Tristiana, FMIPA UI, 2011.

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Fisika Salemba serta Depok (Universitas Indonesia) dan Laboratorium Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN) Serpong, Tangerang. Proses pengujian meliputi :

- Preparasi bahan (sintesis)
- Pencampuran bahan dengan High Energy Milling
- Pemanasan (Furnace)
- Karakterisasi dengan peralatan XRD, EDAX, SEM
- Pengukuran dengan menggunakan LCR meter
- Karakterisasi dengan *Vector Network Analyzer*

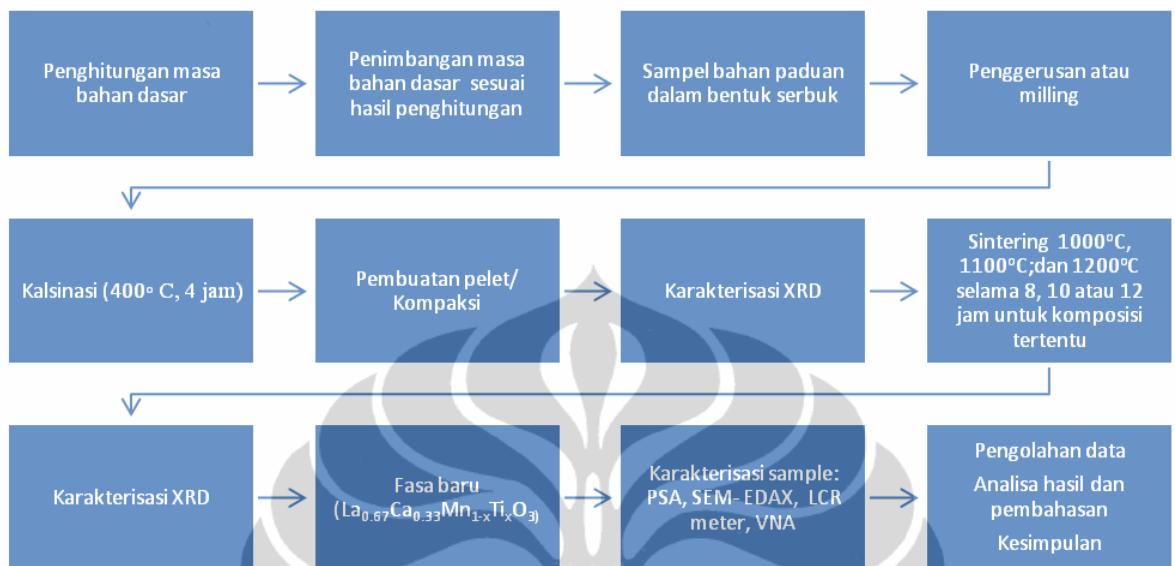
Waktu penelitian direncanakan akan dilaksanakan antara bulan November 2009 hingga Mei 2010.

#### 3.2. Diagram Alur Penelitian

##### 3.2.1. Diagram alur untuk bahan dasar



### 3.2.2 Diagram alur untuk bahan paduan



## 3.3. Preparasi Bahan-bahan Dasar dan Komposisi

### 3.3.1. Bahan Dasar dan peralatan

Berikut merupakan tabel bahan dasar yang digunakan sebagai oksida penyusun bahan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$

Bahan-bahan dasar yang digunakan adalah :

- 1) Calcium Carbonate
- 2) Manganese (IV) Oxide
- 3) Lantanum Oxide
- 4) Titanium Dioxide

Prosentase kemurnian bahan tercatat sebagaimana pada tabel berikut.

Tabel 3.1. Tabel prosentase kemurnian bahan dasar

BAHAN	RUMUS	KEMURNIAN
Calcium Carbonate	$\text{CaCO}_3$	99%
Manganese (IV) Oxide	$\text{MnO}_2$	90%
Lantanum Oxide	$\text{La}_2\text{O}_3$	99.50%
Titanium Dioxide	$\text{TiO}_3$	98%

Alat Utama yang digunakan :

1. Timbangan Digital
2. Vial (Wadah sampel untuk Milling)
3. Ball Mill
4. Alat Kompaksi
5. Alat untuk Kalsinasi
6. Alat Pemanas High Temperatur Furnace

### 3.3.2. Penghitungan masa sampel

Dilakukan penghitungan masa sampel-sampel yang akan digunakan. Sampel dibuat sebanyak 6 variasi x. Yaitu untuk  $x = 0,02$ ,  $x=0,04$ ,  $x=0,06$ ,  $x=0,08$ ,  $x=0,10$ ,  $x=0,12$ . Dilakukan penghitungan stoikiometri untuk mendapatkan berat sampel.

Dengan kebutuhan setiap masa sampel adalah 20 gr, maka penghitungan masa dari masing-masing abhan dasar adalah sebagai berikut persamaan sebagai berikut :

$$\text{Massa La}_2\text{O}_3 = \frac{1}{3} \times \frac{20 \text{ gram}}{\text{Mr La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.02}\text{O}_3} \times \text{Mr La}_2\text{O}_3 \times \frac{1}{\text{kemurnian}}$$

$$\text{Massa CaCO}_3 = \frac{1}{3} \times \frac{20 \text{ gram}}{\text{Mr La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.02}\text{O}_3} \times \text{Mr CaCO}_3 \times \frac{1}{\text{kemurnian}}$$

$$\text{Massa MnO}_2 = \frac{2.94}{3} \times \frac{20 \text{ gram}}{\text{Mr La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.02}\text{O}_3} \times \text{Mr MnO}_2 \times \frac{1}{\text{kemurnian}}$$

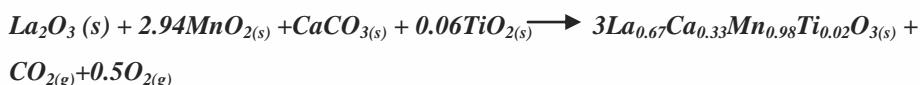
$$\text{Massa TiO}_2 = \frac{0.21}{3} \times \frac{20 \text{ gram}}{\text{Mr La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.02}\text{O}_3} \times \text{Mr TiO}_2 \times \frac{1}{\text{kemurnian}}$$

Masa atom relatif (AR) dari atom penyusun masing-masing bahan dasar adalah :

- 1) Lanthanum : 138,91 gr/mol
- 2) Kalsium : 40,080 gr/mol
- 3) Karbon : 12,011 gr/mol
- 4) Oksigen : 15,49 gr/mol
- 5) Mangan : 54,936 gr/mol
- 6) Titanium : 47,867 gr/mol

Reaksi kimia paduan bahan dasar adalah sebagai berikut :

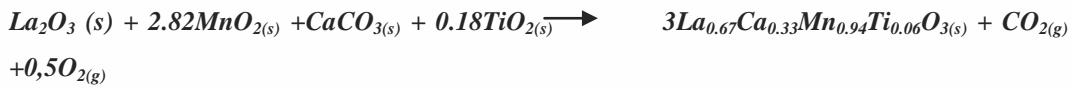
Untuk x=0,02, masa molekul relatif (Mr)  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.02}\text{O}_3 = 209.0886 \text{ g}$



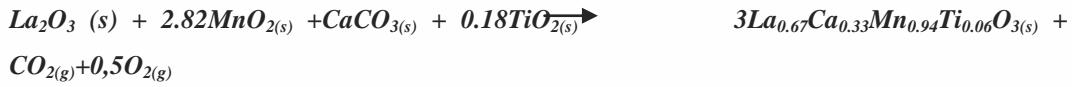
Untuk x=0,04, masa molekul relatif (Mr)  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.96}\text{Ti}_{0.04}\text{O}_3 = 208.9478 \text{ g}$



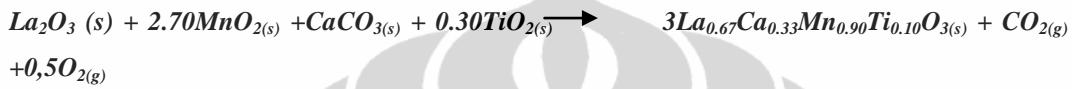
Untuk x=0,06, masa molekul relatif (Mr)  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.94}\text{Ti}_{0.06}\text{O}_3 = 208.807 \text{ g}$



Untuk x=0,08, masa molekul relatif (Mr)  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.92}\text{Ti}_{0.08}\text{O}_3 = 208.666 \text{ g}$



Untuk x=0,10, masa molekul relatif (Mr)  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.90}\text{Ti}_{0.10}\text{O}_3 = 208.5254 \text{ g}$



Untuk x=0,12, masa molekul relatif (Mr)  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.88}\text{Ti}_{0.12}\text{O}_3 = 208.3846 \text{ g}$



Masa bahan dasar yang digunakan setelah dilakukan penghitungan adalah sebagai berikut.

Tabel 3.2. Tabel hasil penghitungan masa sampel dengan x = 0,02, x=0,04, x=0,06, x=0,08, x=0,10, x=0,12

x	Masa bahan dasar			
	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ca <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	MnO <sub>3</sub>	TiO <sub>3</sub>
0,02	10.4942	3.2235	8.2321	0,1525
0,04	10.5012	3.2257	8.0695	0,3051
0,06	10.5083	3.2279	7.9067	0,4580
0,08	10.5154	3.2301	7.7437	0,6111
0,10	10.5225	3.2323	7.5805	0,7644
0,12	10.529	3.2344	7.4171	0,9179

### 3.3.3 Penyiapan sampel

Melakukan penyiapan sampel kelompok bahan dasar masing-masing 20 gram. Bahan ini dimaksudkan untuk dilakukan karakterisasi XRD.

Sehingga didapat 4 sampel bahan dasar yaitu :

- 1) Sampel 1 :  $\text{La}_2\text{O}_3$
- 2) Sampel 2 :  $\text{Ca}_2\text{CO}_3$
- 3) Sample 3 :  $\text{MnO}_3$
- 4) Sampel 4 :  $\text{TiO}_3$

Pemetaan kebutuhan sampel bahan paduan dengan pengkodean.

Tabel 3.3. Tabel kode sampel

x	Rumus Kimia	Jumlah paket	Paket	Kode
0,02	$\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,98}\text{Ti}_{0,02}\text{O}_3$	3	Milling 5 jam	0,02 A
			Milling 15 jam	0,02 B
			Milling 25 jam	0,02 C
0,04	$\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,96}\text{Ti}_{0,04}\text{O}_3$	3	Milling 5 jam	0,04 A
			Milling 15 jam	0,04 B
			Milling 25 jam	0,04 C
0,06	$\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,94}\text{Ti}_{0,06}\text{O}_3$	3	Milling 5 jam	0,06 A
			Milling 15 jam	0,06 B
			Milling 25 jam	0,06 C
0,08	$\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,92}\text{Ti}_{0,08}\text{O}_3$	3	Milling 5 jam	0,08 A
			Milling 15 jam	0,08 B
			Milling 25 jam	0,08 C
0,10	$\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,90}\text{Ti}_{0,10}\text{O}_3$	3	Milling 5 jam	0,10 A
			Milling 15 jam	0,10 B
			Milling 25 jam	0,10 C
0,12	$\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,88}\text{Ti}_{0,12}\text{O}_3$	3	Milling 5 jam	0,12 A
			Milling 15 jam	0,12 B
			Milling 25 jam	0,12 C

### 3.3.5. Pembuatan Pelet

Bahan sampel masih dalam bentuk *powder*, untuk membuat sampel dalam bentuk pelet dilakukan penggerusan. Penggerusan atau *milling* adalah upaya untuk mencampur dan menghaluskan bahan. *Milling* dilakukan selama 5, 15 dan 25 jam. Setelah selesai proses milling bahan sampel dipanaskan dengan suhu 400°C, selama 5 jam. Proses ini disebut dengan kalsinasi. Tahap berikutnya dilakukan pencetakan sampel menjadi pelet dengan diameter 25 mm, dan tebal 4 mm. Pencetakan pelet atau disebut juga *compating* atau kompaksi. Pada pembuatan pelet ini, sampel ditekan dengan menggunakan alat hidrolik dengan kekuatan 2000 kg.

### 3.4 Perlakuan pada Sampel

Setelah sampel menjadi pelet, maka dilakukan karakterisasi XRD, kalsinasi, sintering, karakterisasi XRD, SEM, EDAX, LCR meter dan VNA

Tabel 3.4. Tabel perlakuan pada sampel

X	Perlakuan									
	Waktu <i>milling</i> (jam)			Sintering (°C)			Waktu sintering (jam)			
0.02	5	15	25	1200	1200	1200	12	12	12	
0.04	25	25	25	1000	1100	1200	12	12	12	
0.06	25	25	25	1200	1200	1200	8	10	12	
0.08	5	15	25	1200	1200	1200	12	12	12	
0.1	25	25	25	1000	1100	1200	12	12	12	
0.12	25	25	25	1200	1200	1200	8	10	12	

### 3.4.1. Proses Milling

Milling atau penggerusan merupakan proses pencampuran dan penghalusan bahan. Perangkat alat yang digunakan disebut juga sebagai VBM atau *Vibrasi Ball Mill*. Wadah untuk mencampur sampel disebut dengan *vial*. *Vial* terbuat dari bahan stainless steel. Didalam *vial* terdapat bola-bola atau *ball spin*. Yang terbuat dari *low carbon staniless steel*. *Ball mill* bergerak dan berfungsi menghancurkan bahan. *Vial* berbentuk tabung dengan panjang 7,6 cm dan diameter 5,1 cm. Perbandingna berat *ball mill* dan *powder* adalah 10 : 1. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *High Energy Milling* tipe VBM, Kawasaki, Jepang. *Speed VBM* yang digunakan adalah 1000 rpm, vibrasi motor 0,75 Kw, kapasitas 100 cc, amplitudo 11,13 mm. Mesin *milling* dioperasikan 1 menit beroperasi, dan 3 menit istirahat.



Gambar 3.1. Perangkat alat *milling*

Pada penelitian ini dilakukan proses *milling* untuk semua sampel, yaitu sampel bahan dasar terdiri dari sampel 1, sampel 2, sampel 3 dan sampel 4. Waktu yang digunakan untuk *milling* semua sampel tersebut adalah 5 jam, 15 jam dan 25 jam. Perlakuan yang sama juga diberlakukan untuk sampel bahan paduan. Sampel paduan dengan kode 0,02A, 0,04A, 0,06A, 0,08A, 0,10A, 0,12A dilakukan *milling* selama 5 jam. Sampel paduan dengan kode 0,02B, 0,04B,

0,06B, 0,08B, 0,10B, 0,12B dilakukan *milling* selama 15 jam. Sampel paduan dengan kode 0,02C, 0,04C, 0,06C, 0,08C, 0,10C, 0,12C dilakukan *milling* selama 25 jam. Proses milling yang dilakukan hingga 25 jam, dimaksudkan untuk mendapatkan peningkatan internal *strain* agar terjadi kerusakan struktur kristal dan struktur magnetik bahan.

### 3.4.2. Proses Kalsinasi

Kalsinasi adalah proses untuk memanaskan sampel dengan tujuan untuk mematikan bakteri dan mematikan kerak kristal atau *impuritas* pada sampel. Pemanasan pada proses kalsinasi dalam penelitian ini dilakukan selama 5 jam dengan suhu 400°C. Perangkat peralatan yang digunakan adalah Kalsinasi Vulcan tipe 3-550. Tahapan proses kalsinasi dimulai dengan suhu 40°C per menit dan dinaikkan hingga suhu 400°C dan dipertahankan selama 5 jam. Setelah itu diturunkan bertahap 40°C per menit.



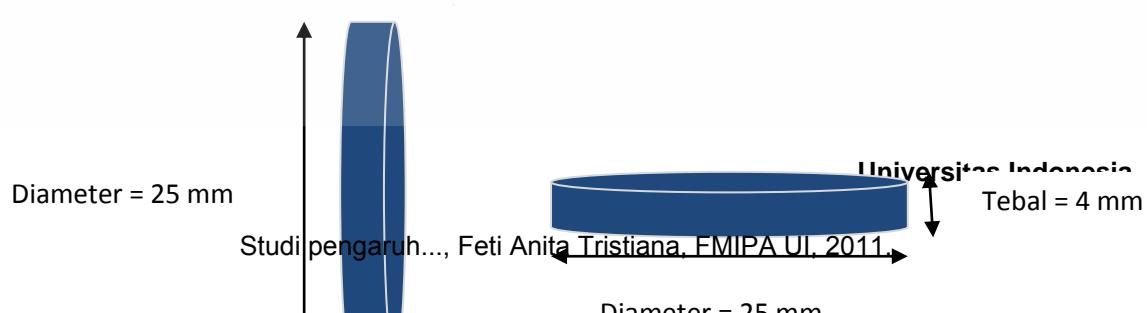
Gambar 3.2. Perangkat alat Kalsinasi



Gambar 3.3. Perangkat alat Kalsinasi

### 3.4.3. Proses Kompaksi

Kompaksi merupakan proses pemadatan untuk pembuatan pelet. Pada tahap ini dilakukan pencetakan sampel menjadi pelet dengan diameter 25 mm, dan tebal 4 mm. Pencetakan pelet atau disebut juga *compating* atau kompaksi. Pada pembuatan pelet ini, sampel ditekan dengan menggunakan alat hidrolik dengan kekuatan 2000 kg.



Gambar 3.4. Dimensi pelet yang dibuat



Gambar 3.5. Alat Kompaksi

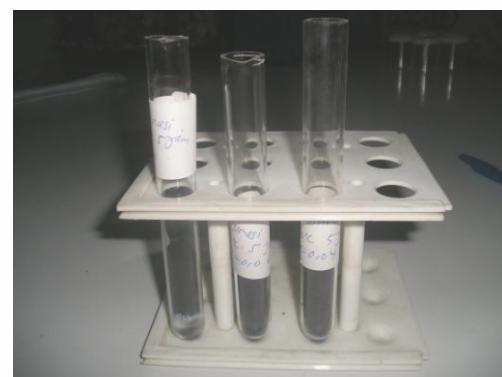
### 3.4.3. Proses Sintering

*Sintering* merupakan proses pemanasan terhadap sampel dengan suhu dibawah titik leleh dan dalam bentuk padat atau *solid state*. Hal ini ditujuak untuk membentuk fase tertentu dan membuat komposisi fase yang diinginkan menjadi seragam. Dengan dilakukanya *sintering* maka diharapkan didapat serbuk padatan yang kuat. Proses sintering akan menghilangkan ketidakmurnian bahan, mengurangi rongga-rongga diantara butir-butir dan menjaga *homogenitas* butir menuju fasa tunggal.



Gambar 3.6. Alat Furnace

Pada penelitian ini digunakan *Furnace tipe Carbolite* 1600 yang diproduksi oleh Amerika Serikat. Pengoperasian *Furnace tipe Carbolite* 1600 dengan menggunakan suhu 1200°C selama 2 jam. Suhu tersebut dipertahankan selama 6 jam dan diturunkan kembali. Proses tersebut diulang sehingga total waktu *sintering* yang digunakan adalah 12 jam.



Gambar 3.7. Sampel untuk *sintering*

### 3.5. Karakterisasi Bahan

#### 3.5.1. Karakterisasi dengan menggunakan XRD

XRD merupakan kependekan dari *X-Ray Difraktometer*. XRD menggunakan prinsip difraksi. Dimana terdapat 3 jenis sumber *Difraktometer*, yaitu *difraktometer neutron*, *difraktometer sinar-x* dan *difraktometer elektron*. Karakterisasi dengan menggunakan XRD bertujuan untuk analisis struktur kristal, polycrystalline dan amorphous sampel. Dalam penelitian ini XRD berfungsi untuk menganalisis struktur kristal bahan setelah beberapa perlakuan.



Gambar 3.8. Alat XRD

Prinsip kerja XRD adalah pembangkit sinar x menghasilkan radiasi elektromagnetik. Dan setelah dikendalikan oleh celah penyimpang S1 selanjutnya jatuh pada sample. Sinar x yang dihamburkan oleh sampel dipusatkan pada celah penerima S2 dan jatuh pada detektor yang sekaligus mengubahnya menjadi bentuk cahaya tampak (foton). Dalam penelitian ini pengukuran dilakukan secara langkah demi langkah dari  $20^\circ$  hingga  $120^\circ$  dengan perpindahan setiap langkah sudut hamburan sebesar  $0.02^\circ$ .

Sehingga proses karakterisasi dengan menggunakan XRD dapat dituliskan sebagai berikut :

- 1) pembangkit sinar-x menghasilkan radiasi elektromagnetik,yang setelah dikendalikan oleh celah penyimpang S1. Posisi puncak difraksi memberikan gambaran tentang parameter kisi (a), jarak antar bidang (dhkl), struktur kristal dan orientasi dari sel satuan (dhkl) struktur kristal dan orientasi dari sel satuan.
- 2) Intensitas relatif puncak difraksi memberikan gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan.
- 3) Bentuk puncak difraksi memberikan gambaran tentang ukuran kristalit dan ketidaksempurnaan kisi. dhkl) dikelompokkan dalam beberapa grup, dengan intensitas relative paling tinggi pertama disebut d1, kedua d2, ketiga d3 dan seterusnya.

Selama proses penelitian berikut tahap karakterisasi dengan menggunakan XRD :

- 1) Karakterisasi XRD untuk sampel bahan dasar, yaitu Calcium Carbonate, Manganese (IV) Oxide, Lantanium Oxide, Titanium Dioxide
- 2) Karakterisasi XRD untuk sampel bahan paduan untuk semua x. Hal ini dilakukan setelah proses milling untuk melihat efek milling terhadap puncak-puncak difraksi pada sampel
- 3) Karakterisasi XRD yang ketiga dilakukan setelah proses *sintering* di furnace untuk melihat apakah telah terbentuk fase  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  pada masing-masing sampel atau yang muncul masih bahan penyusun sampel.

Untuk sampel yang belum terbentuk fase yang diinginkan maka ada dua kemungkinan yang dilakukan:

- 1) Bila tidak terlihat perbedaan dengan hasil XRD sebelumnya, maka dipersiapkan sampel lain dengan komposisi sama lalu diulang dari milling atau proses pemanasannya
- 2) Bila terlihat perbedaan dengan hasil XRD yang sebelumnya, maka dilanjutkan ke proses SEM , PSA, dan EDAX.

Alat XRD yang digunakan adalah XRD di laboratorium ilmu material salemba UI philip (PW3710) dengan menggunakan Co K $\alpha$  dengan menggunakan skala sudut 2 $\theta$  (dalam derajat) dari 20° sampai 100°. Hasil XRD akan diolah dengan software GSAS yang kemudian dapat menginformasikan ukuran kisi, data intensitas hasil perhitungan dan pengamatan, data jumlah fraksi massa yang muncul dan data refleksi Bragg yang muncul.

### 3.5.2. Karakterisasi SEM

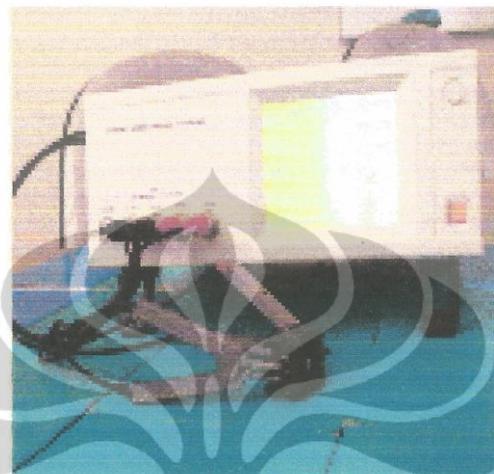
Karakterisasi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* atau SEM, dilakukan setelah pemanasan yang kedua untuk melihat terbentuknya fasa baru La<sub>0.67</sub>Ca<sub>0.33</sub>Mn<sub>1-x</sub>Ti<sub>x</sub>O<sub>3</sub> pada masing-masing sampel. Analisis dari SEM akan bersifat kualitatif dan juga kuantitatif menggunakan EDAX untuk mengonfirmasi mengenai komposisi dari masing-masing sampel. Dari karakterisasi SEM dapat dianalisis permukaan sampel sampai setebal 20 $\mu$ m. Gambar yang diperoleh merupakan gambar topografi serta memperlihatkan kemungkinan konglomerasi butiran dan juga prakiraan kasar ukuran butiran.



Gambar 3.9. Alat SEM

### 3.5.3. Karakterisasi sifat impedansi bahan

Pengujian Impedansi dari masing-masing sampel akan dilakukan dengan menggunakan HP4192 *impedance analyzer* yang merupakan perangkat dielektrik dengan perbedaan frekuensi antara 0.1 kHz sampai dengan 1 MHz pada suhu kamar. Peralatan ini juga disebut dengan LCR meter.



Gambar 3.9. Alat LCR meter

Uji LCR meter untuk mendapatkan bagaimana karakter bahan terkait dengan sifat listrik bahan. Data yang dikeluarkan alat LCR meter berupa induksi, kapasitansi dan resistensi dari bahan. Dari nilai resistensi, luas penampang dan ketebalan sampel maka dapat dihitung nilai konduktivitas listrik masing-masing sampel dengan persamaan yang dibahas pada bab 2.

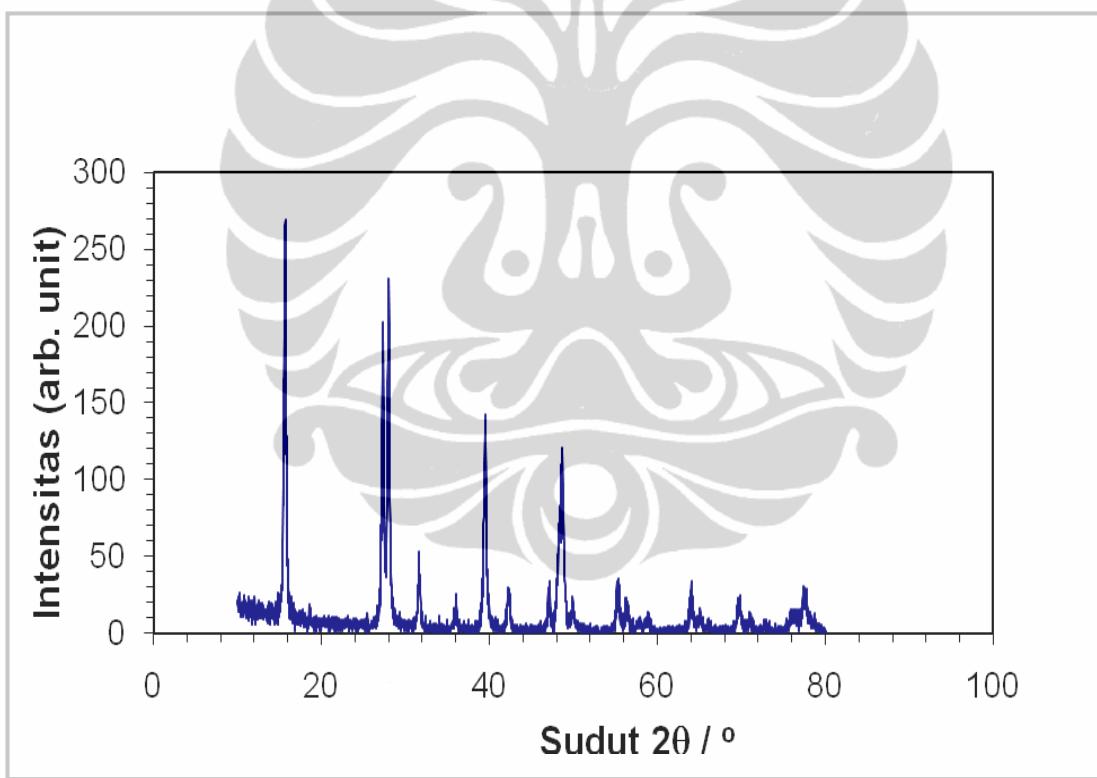
## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1. Hasil dan analisa karakterisasi XRD

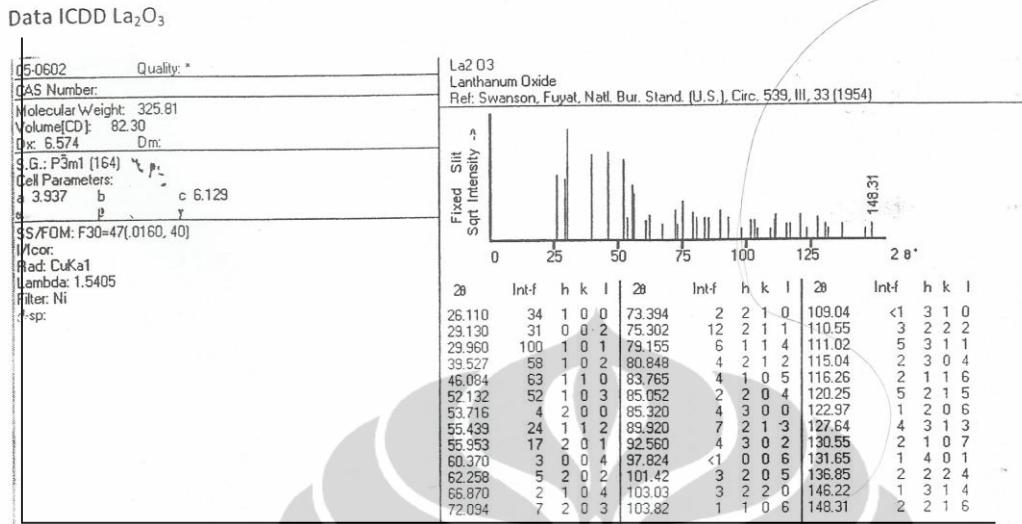
##### 4.1.1 Hasil dan analisa bahan dasar

Sampel  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  dibentuk dari percampuran beberapa oksida penyususnya yaitu  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{MnO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$ . Keempat bahan dasar ini memiliki karakteristik dasar sebagaimana dijelaskan dalam bab 2. Hasil karakterisasi bahan dasar ini bertujuan untuk bisa melihat perbedaan karakteristik bahan sebelum diberikan perlakuan dan setelah diberikan perlakuan berupa *sintering* berupa pemanasan hingga suhu  $1200^\circ\text{C}$  selama 12 jam.



Gambar 4.1. Pola difraksi sinar X bahan dasar  $\text{La}_2\text{O}_3$

Identifikasi fasa-fasa pada gambar 4.1 merujuk pada penelitian Swanson, et.al (1954), *International Center Diffraction Data* (ICDD) seperti pada gambar 4.2 .



Gambar 4.2. Profil difraksi sinar x dari  $\text{La}_2\text{O}_3$  berdasarkan data base

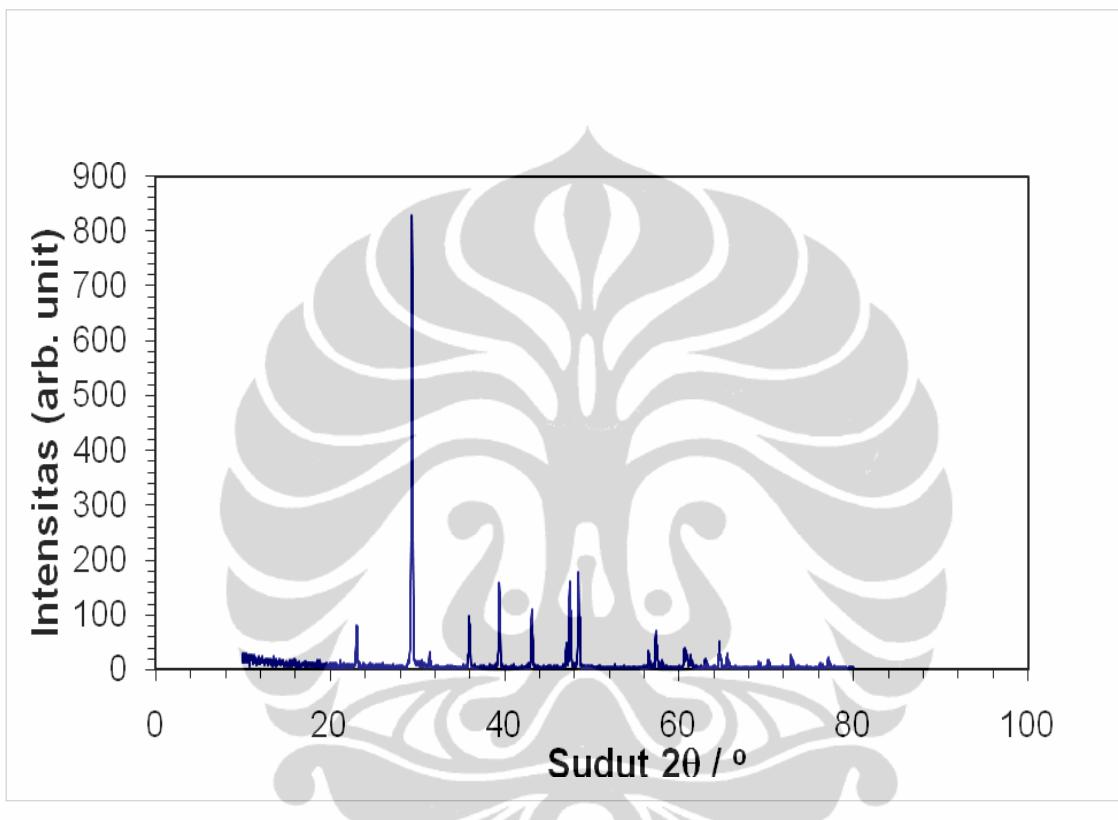
Sehingga karakteristik bahan dasar dari  $\text{La}_2\text{O}_3$  diperlihatkan pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data Karakteristik Bahan dari  $\text{La}_2\text{O}_3$

No	Karakteristik	Data
1	Titik Leleh	2315°C
2	Massa jenis	6.52 gmc <sup>-3</sup>
3	Struktur kristal	Tetragonal
4	Space group	P 3 m 1
5	Parameter kisi	A = b = 2.907 Å c = 6.328 Å

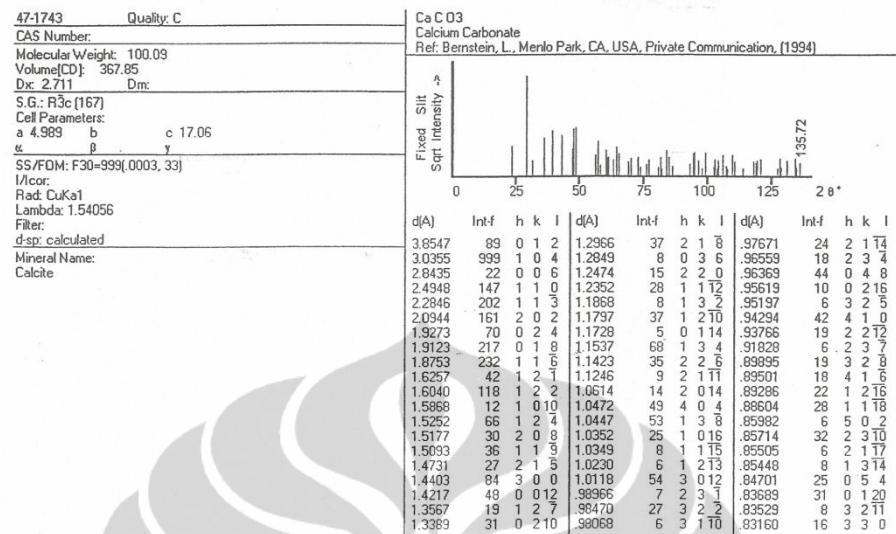
Dari tabel 4.1, menunjukan bahwa struktur Kristal bahan ini adalah tetragonal, space group P3m1, dan memiliki parameter kisi a = b = 3.907 Å, dan c = 6.329 Å.

Bahan dasar berikutnya yang digunakan pada penelitian ini adalah CaCO<sub>3</sub>. Bahan ini memiliki kerapan bulk tinggi, juga merupakan oksida stabil, dan bersifat paramagnetik. Hasil pengukuran struktur Kristal CaCO<sub>3</sub> dengan menggunakan difraksi sinar x ditunjukkan pada gambar 4.3.



Gambar 4.3. Pola Difraksi bahan dasar CaCO<sub>3</sub>

Identifikasi fasa-fasa pada gambar 4.3 merujuk pada penelitian Swanson, et.al (1954), *International Center Diffraction Data* (ICDD) seperti pada gambar 4.4

Data ICDD CaCO<sub>3</sub>Gambar 4.4. Profil difraksi sinar x dari CaCO<sub>3</sub> berdasarkan data base

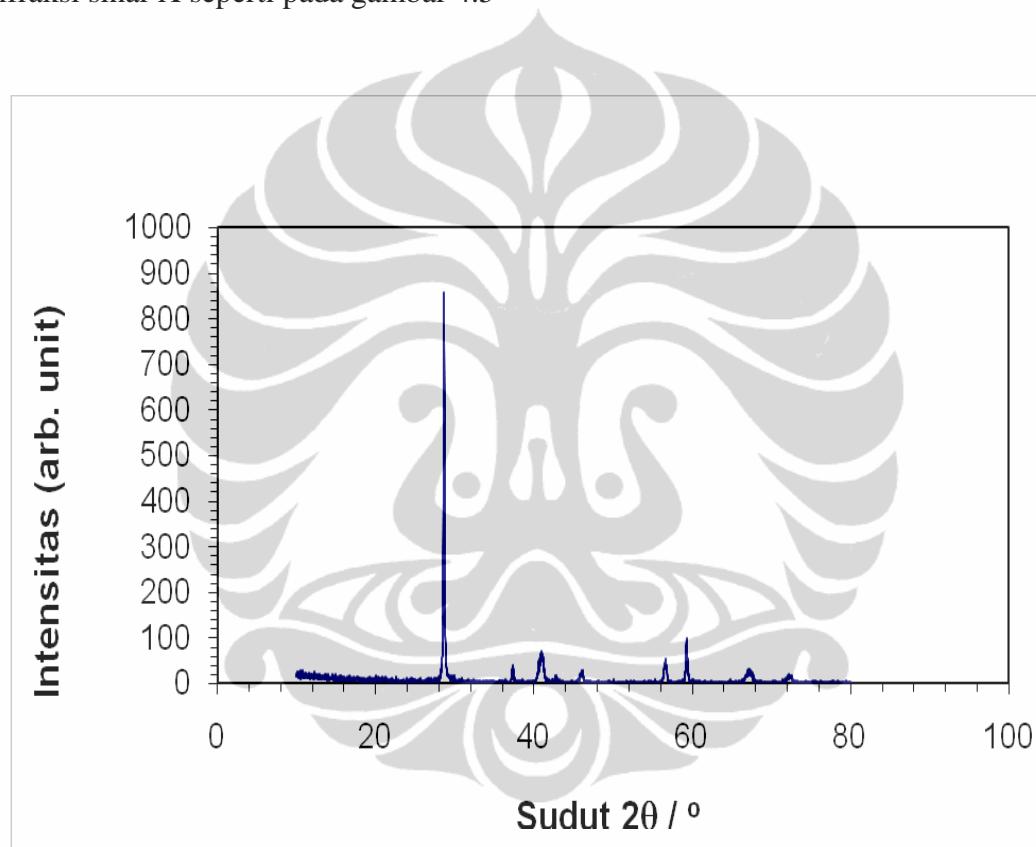
Sehingga karakteristik bahan dasar dari CaCO<sub>3</sub> diperlihatkan pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data Karakteristik Bahan dari CaCO<sub>3</sub>

No	Karakteristik	Data
1	Titik Leleh	825°C
2	Massa jenis	2.70500 gmc <sup>-3</sup>
3	Struktur kristal	Hexagonal
4	Space group	R – 3c (167)
5	Parameter kisi	A = 4,9920 Å c = 17,0690 Å

Dari tabel 4.2 menunjukkan bahwa struktur Kristal bahan ini adalah Tetragonal, space group R3c, dan mempunyai parameter kisi a = b = 4.989 Å, dan c = 17.0690 Å.

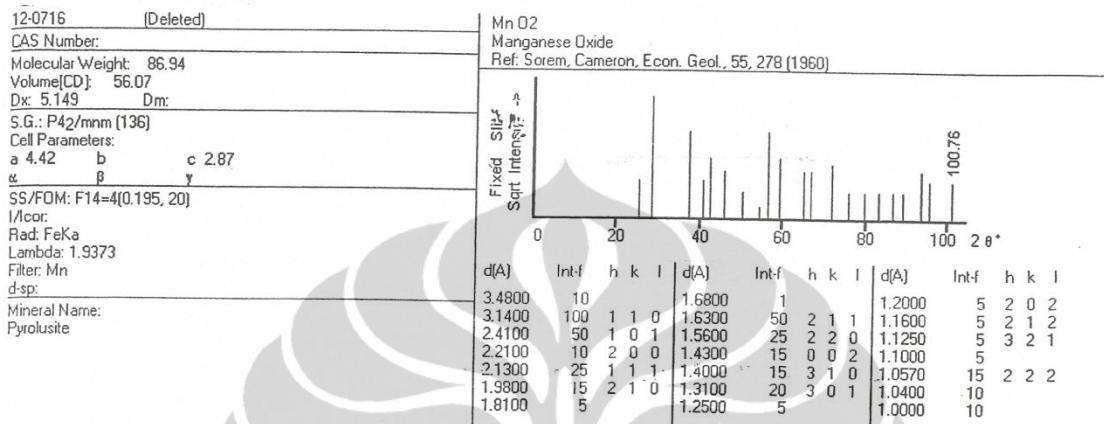
Bahan dasar yang berikutnya adalah mangan oksida  $\text{MnO}_2$ , bahan ini memiliki sifat kerapan bulk yang tinggi, oksida stabil, dan bersifat antiferromagnetik. Hasil pengukuran struktur Kristal  $\text{MnO}_2$  dengan menggunakan difraksi sinar X seperti pada gambar 4.5



Gambar 4.5. Pola difarksi sinar x dari  $\text{MnO}_2$

Identifikasi fasa-fasa pada gambar 4.5 merujuk pada penelitian Swanson, et.al (1954), *International Center Diffraction Data* (ICDD) seperti pada gambar 4.6. Pada tabel 4.3, menunjukan bahwa struktur Kristal bahan ini adalah Tetragonal, space group P422/nmm, dan mempunyai parameter kisi  $a = b = 4.399 \text{ \AA}$ , dan  $c = 2.874 \text{ \AA}$

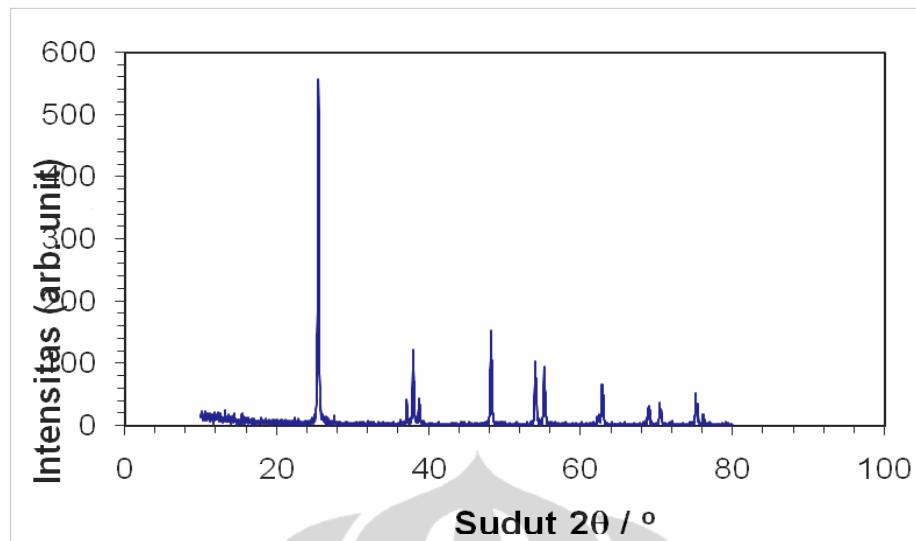
Data ICDD MnO<sub>2</sub>



Gambar 4.6. Pola difraksi sinar x dari MnO<sub>2</sub> berdasarkan data base

Tabel 4.2 Data Karakteristik Bahan dari MnO<sub>2</sub>

No	Karakteristik	Data
1	Titik Leleh	535°C
2	Massa jenis	5,20300 gmc <sup>-3</sup>
3	Struktur kristal	Tetragonal
4	Space group	P 42/m n m
5	Parameter kisi	A = 3,3960 Å c = 2,8710 Å



Gambar 4.7. Pola difraksi sinar X dari  $\text{TiO}_3$

Bahan dasar berikutnya adalah titanium dioksida  $\text{TiO}_2$ , bahan ini memiliki kerapatan bulk yang tinggi, oksida stabil, dan bersifat paramagnetik. Hasil pengukuran struktur krital  $\text{TiO}_3$  dengan menggunakan difraksi sinar x ditunjukkan seperti pada gambar 4.7. Identifikasi fasa-fasa pada gambar 4.7 merujuk pada penelitian Swanson, et.al (1954), *International Center Diffraction Data* (ICDD) seperti pada gambar 4.8.

Data ICDD  $\text{TiO}_2$

84-1286 Quality: C		TiO <sub>2</sub> Titanium Oxide																																																																																																																									
CAS Number:		Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)																																																																																																																									
Molecular Weight: 79.90		Ref: Burdett, J.K. et al., J. Am. Chem. Soc., 109, 3639 (1987)																																																																																																																									
Volume(CD): 135.93																																																																																																																											
Dx: 3.904 Dm:																																																																																																																											
S.G.: I41/amd (141)																																																																																																																											
Cell Parameters:																																																																																																																											
a 3.782    b                  c 9.502																																																																																																																											
g                β                  γ																																																																																																																											
I/I <sub>cor</sub> : 5.05																																																																																																																											
Rad: CuKa1																																																																																																																											
Lambda: 1.54060																																																																																																																											
Filter:																																																																																																																											
d-sp: calculated																																																																																																																											
ICSD #: 202243																																																																																																																											
Mineral Name:																																																																																																																											
Anatase - synthetic																																																																																																																											
<p>A graph showing Intensity (arbitrary unit) on the y-axis and 2θ (degrees) on the x-axis. The x-axis has major ticks at 0, 15, 30, 45, 60, 75, and 2θ*. The y-axis is labeled 'Fixed Slit Intensity'. The plot shows several sharp peaks, with the most intense one at approximately 25.3°.</p>																																																																																																																											
<table border="1"> <thead> <tr> <th>2θ</th> <th>Int-f</th> <th>h</th> <th>k</th> <th>l</th> <th>2θ</th> <th>Int-f</th> <th>h</th> <th>k</th> <th>l</th> <th>2θ</th> <th>Int-f</th> <th>h</th> <th>k</th> <th>l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>25.324</td> <td>999</td> <td>1</td> <td>0</td> <td>1</td> <td>62.163</td> <td>27</td> <td>2</td> <td>1</td> <td>3</td> <td>78.752</td> <td>1</td> <td>2</td> <td>0</td> <td>6</td> </tr> <tr> <td>36.988</td> <td>62</td> <td>1</td> <td>0</td> <td>3</td> <td>62.748</td> <td>118</td> <td>2</td> <td>0</td> <td>4</td> <td>80.857</td> <td>4</td> <td>0</td> <td>0</td> <td>8</td> </tr> <tr> <td>37.840</td> <td>190</td> <td>0</td> <td>0</td> <td>4</td> <td>68.840</td> <td>51</td> <td>1</td> <td>1</td> <td>6</td> <td>82.233</td> <td>6</td> <td>3</td> <td>0</td> <td>3</td> </tr> <tr> <td>38.600</td> <td>72</td> <td>1</td> <td>1</td> <td>2</td> <td>70.344</td> <td>55</td> <td>2</td> <td>2</td> <td>0</td> <td>82.756</td> <td>43</td> <td>2</td> <td>2</td> <td>4</td> </tr> <tr> <td>48.073</td> <td>249</td> <td>2</td> <td>0</td> <td>0</td> <td>74.153</td> <td>5</td> <td>1</td> <td>0</td> <td>7</td> <td>83.230</td> <td>18</td> <td>3</td> <td>1</td> <td>2</td> </tr> <tr> <td>53.950</td> <td>158</td> <td>1</td> <td>0</td> <td>5</td> <td>75.127</td> <td>85</td> <td>2</td> <td>1</td> <td>5</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>55.104</td> <td>155</td> <td>2</td> <td>1</td> <td>1</td> <td>76.098</td> <td>23</td> <td>3</td> <td>0</td> <td>1</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>				2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	25.324	999	1	0	1	62.163	27	2	1	3	78.752	1	2	0	6	36.988	62	1	0	3	62.748	118	2	0	4	80.857	4	0	0	8	37.840	190	0	0	4	68.840	51	1	1	6	82.233	6	3	0	3	38.600	72	1	1	2	70.344	55	2	2	0	82.756	43	2	2	4	48.073	249	2	0	0	74.153	5	1	0	7	83.230	18	3	1	2	53.950	158	1	0	5	75.127	85	2	1	5						55.104	155	2	1	1	76.098	23	3	0	1					
2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l																																																																																																													
25.324	999	1	0	1	62.163	27	2	1	3	78.752	1	2	0	6																																																																																																													
36.988	62	1	0	3	62.748	118	2	0	4	80.857	4	0	0	8																																																																																																													
37.840	190	0	0	4	68.840	51	1	1	6	82.233	6	3	0	3																																																																																																													
38.600	72	1	1	2	70.344	55	2	2	0	82.756	43	2	2	4																																																																																																													
48.073	249	2	0	0	74.153	5	1	0	7	83.230	18	3	1	2																																																																																																													
53.950	158	1	0	5	75.127	85	2	1	5																																																																																																																		
55.104	155	2	1	1	76.098	23	3	0	1																																																																																																																		

Gambar 4.8. Pola difraksi sinar x dari  $\text{MnO}_2$  berdasarkan data base

Tabel 4.4 Data Karakteristik Bahan dari  $\text{TiO}_3$ 

No	Karakteristik	Data
1	Titik Leleh	$1843^\circ\text{C}$
2	Massa jenis	$3,89100 \text{ g m}^{-3}$
3	Struktur kristal	Tetragonal
4	<i>Space group</i>	I 41/a m d
5	Parameter kisi	$a = 3,785 \text{ \AA}$ $c = 9,5140 \text{ \AA}$

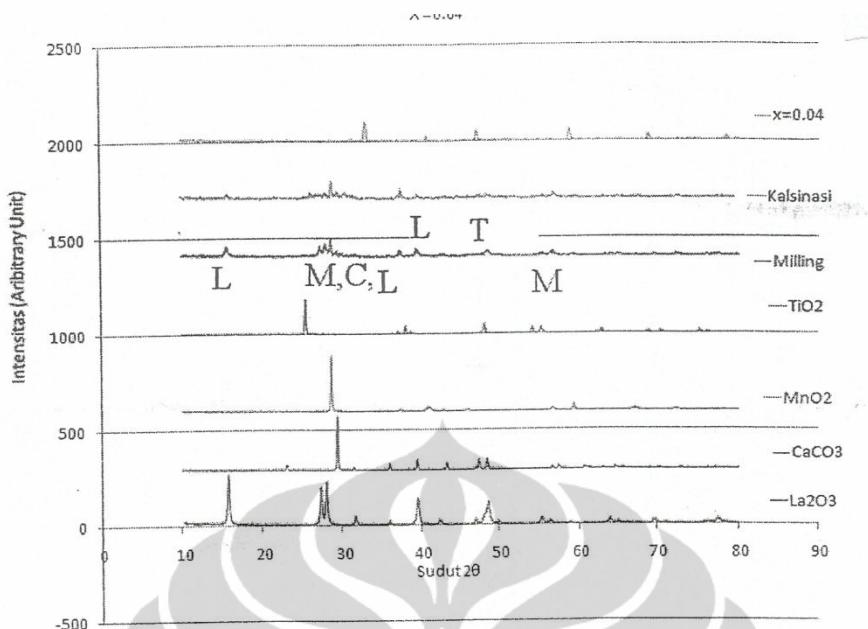
Pada gambar 4.8 menunjukkan bahwa struktur Kristal bahan ini adalah tetragonal, space group I41/amd, dan mempunyai parameter kisi  $a = b = 3.785 \text{ \AA}$ , dan  $c = 9.513 \text{ \AA}$ .

Dari hasil karakterisasi tersebut terdapat kesesuaian dengan ICDD, sehingga dapat disimpulkan bahwa 4 bahan dasar tersebut layak untuk digunakan sebagai oksida penyusun  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ .

#### 4.1.2 Hasil dan analisa paduan $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ .

Beberapa tahap perlakuan terhadap 4 bahan dasar  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{MnO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$  yaitu *milling* selama 25 jam, *kalsinasi* pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 5 jam, *kompaksi*, *sintering* pada suhu  $1200^\circ\text{C}$  selama 12 jam, kemudian dilakukan karakterisasi XRD. Hasil dari karakterisasi XRD bahan paduan tersebut adalah sebagai berikut.

Gambar 4.9 menunjukkan pola umum XRD untuk  $x = 0,02$ ,  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.02}\text{O}_3$ . dari hasil karakterisasi XRD didapat bahwa setelah dilakukan *milling* selama 25 jam, bahan paduan belum membentuk fasa yang diinginkan, tetapi campuran telah menjadi paduan yang homogen. Fasa baru terbentuk pada bahan  $\text{CaCO}_3$  setelah dilakukan *sintering*, hal ini terlihat dari munculnya puncak-puncak baru.

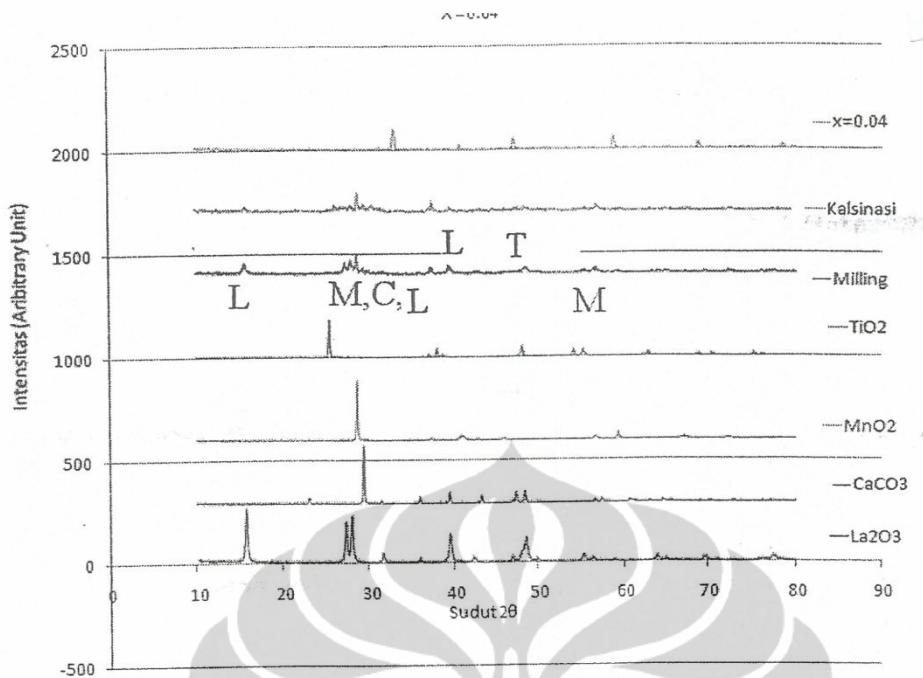


Gambar 4.9. Pola umum XRD setiap proses pada  $x = 0,02$

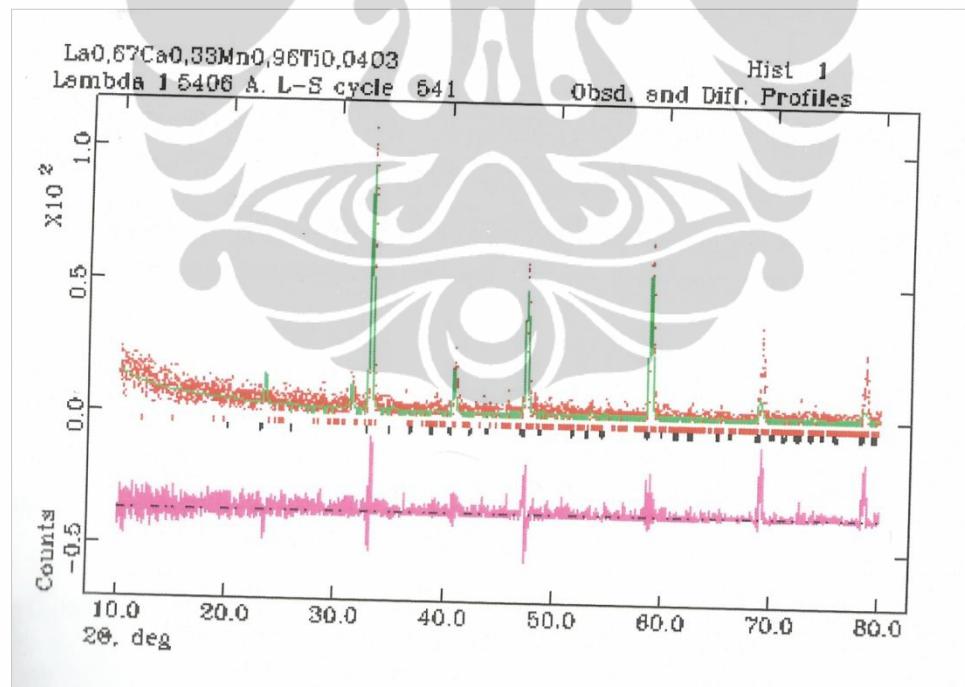
Identifikasi fasa pada  $x = 0,04$  paduan  $La_{0,67}Ca_{0,33}Mn_{0,98}Ti_{0,04}O_3$  merujuk pada Grier et al (1994). Data input untuk refiremen GSAS ditunjukkan pada tabel 4.5.

Tabel 4.5 Data input untuk refinement GSAS

Space Group	Parameter kisi ( $\text{\AA}$ )			Atom	Posisi Atom		
	a	b	c		x	y	z
Pnma	5.443	7.683	5.453	La	0,021200	0,250000	-0,004300
				Ca	0,021200	0,250000	-0,004300
				Mn	0,000000	0,000000	0,500000
				O (1)	0,478100	0,250000	-0,176200
				O (2)	0,714500	-0,023900	0,752900
				Ti	0,000000	0,000000	0,500000

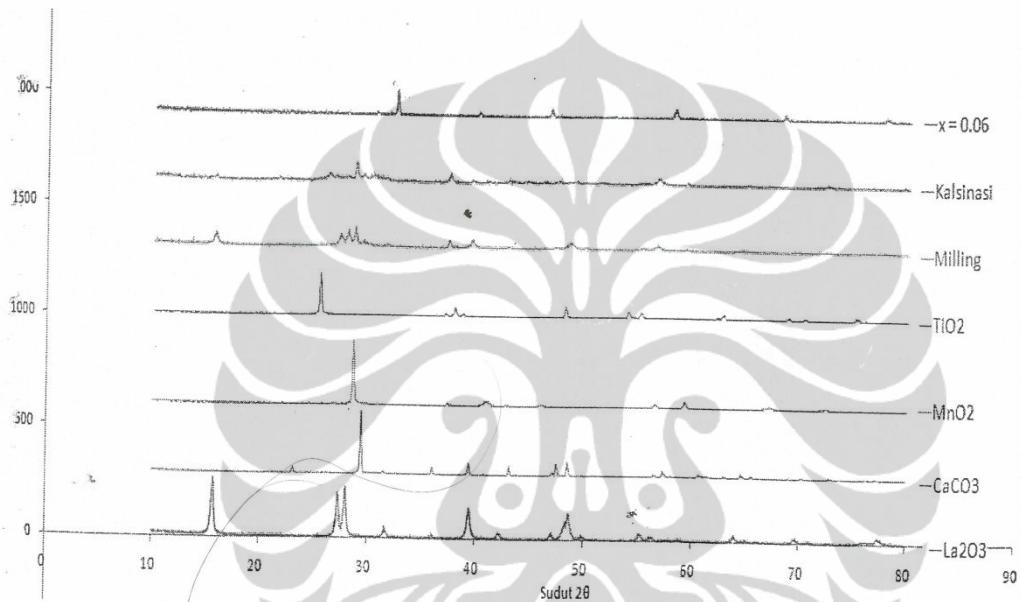


Gambar 4.10. Pola XRD setiap proses pada  $x = 0,04$

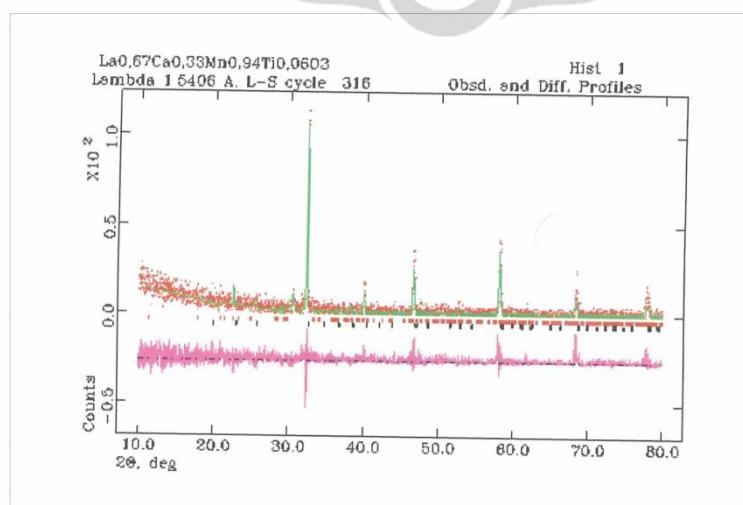


Gambar 4.11. Hasil refinement pada sampel  $x = 0,04$

Setelah dilakukan *cycle* sebanyak 544 kali, *chi-square* 0,9773, *wRp fitted* 0,4183, *wRp background* 0,6115, didapatkan hasil sampel terdiri dari 2 fasa, yaitu  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.04}\text{O}_3$  dan  $\text{La}_2\text{O}_3$ . Paduan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.04}\text{O}_3$  mempunyai fraksi massa 96,9% berat, dengan struktur kristal orthorombik, parameter kisi  $a = 5,462 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,724 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,466 \text{ \AA}$ , dan massa jenis  $6,017 \text{ gr/cm}^3$ . Sedangkan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi masa 3,1% berat.

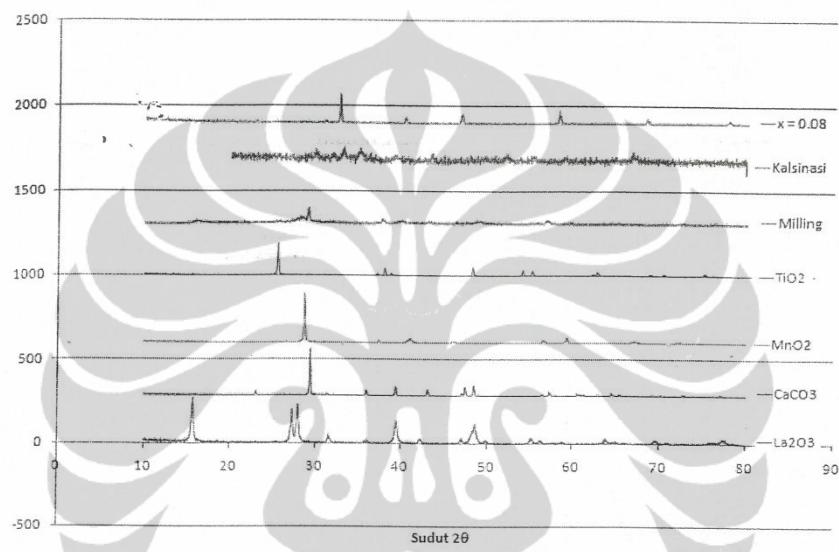


Gambar 4.12. Pola XRD setiap proses pada  $x = 0,06$

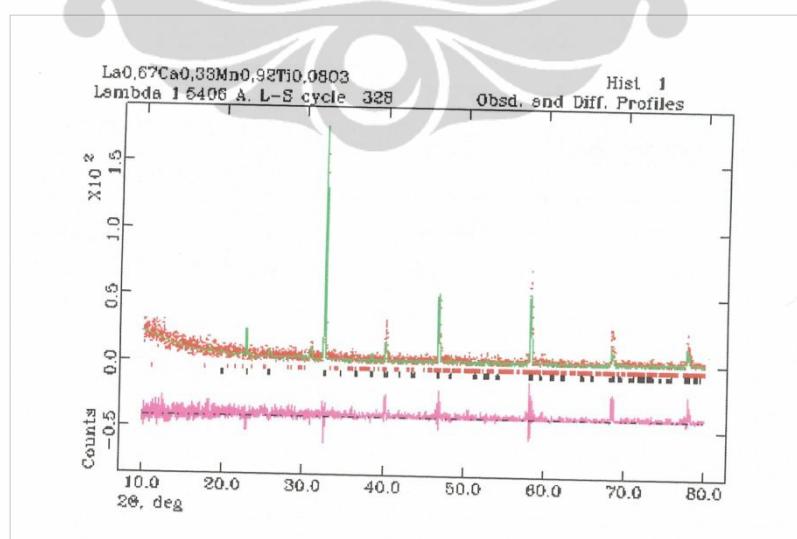


Gambar 4.13. Hasil refinement pada sampel  $x = 0,06$

Setelah dilakukan *cycle* sebanyak 316 kali, *chi-square* 0,8885, wRp *fitted* 0,4125, wRp *background* 0,6611, didapatkan hasil sampel terdiri dari 2 fasa, yaitu La<sub>0,67</sub>Ca<sub>0,33</sub>Mn<sub>0,98</sub>Ti<sub>0,06</sub>O<sub>3</sub> dan La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Paduan La<sub>0,67</sub>Ca<sub>0,33</sub>Mn<sub>0,98</sub>Ti<sub>0,06</sub>O<sub>3</sub> mempunyai fraksi massa 88,7% berat, dengan struktur kristal *orthorhombic*, parameter kisi  $a = 5,469 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,740 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,460 \text{ \AA}$ , dan massa jenis 6,002 gr/cm<sup>3</sup>. Sedangkan La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, mempunyai fraksi masa 11,3 % berat.

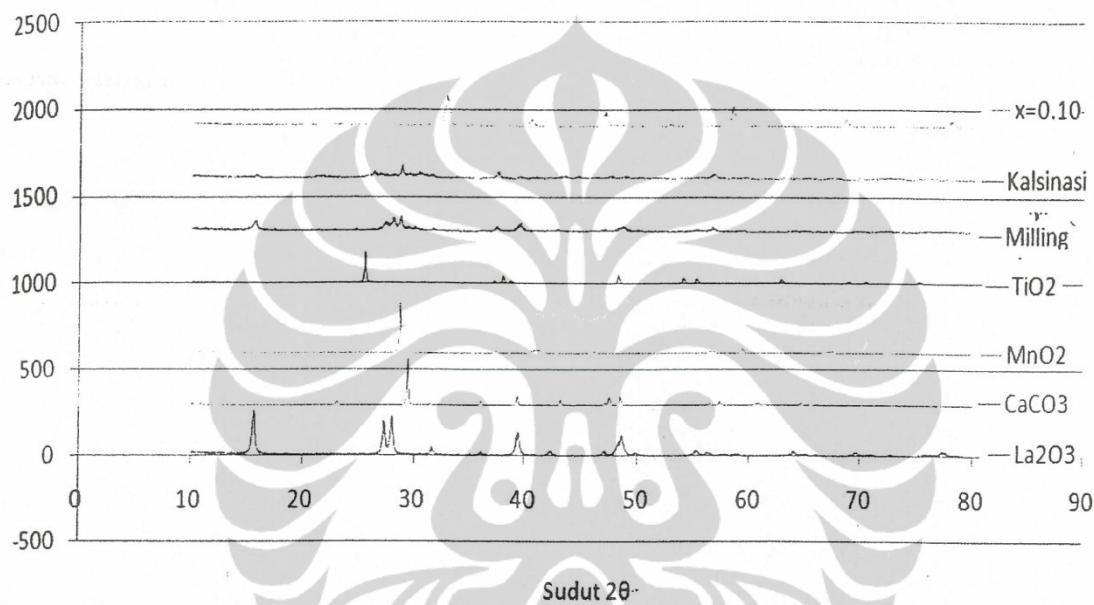


Gambar 4.14. Pola XRD setiap proses pada  $x = 0,08$

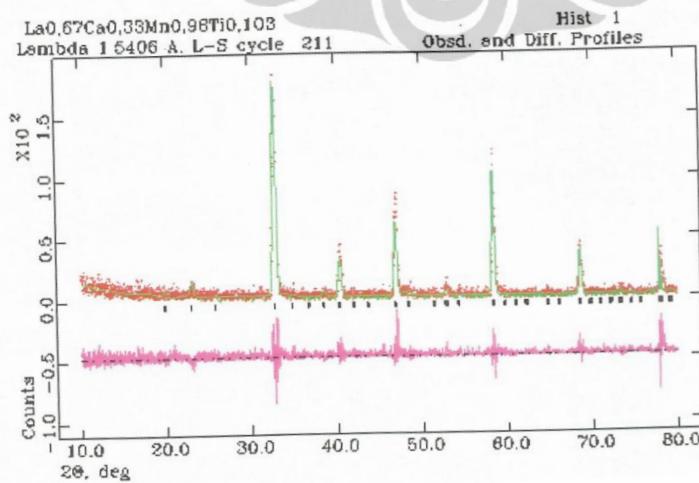


Gambar 4.15. Hasil refinement pada sampel  $x = 0,08$

Setelah dilakukan *cycle* sebanyak 316 kali, *chi-square* 1,010, *wRp fitted* 0,4128, *wRp background* 0,5821, didapatkan hasil sampel terdiri dari 2 fasa, yaitu  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.08}\text{O}_3$  dan  $\text{La}_2\text{O}_3$ . Paduan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.08}\text{O}_3$  mempunyai fraksi massa 92,3% berat, dengan struktur kristal *orthorhombic*, parameter kisi  $a = 5,469 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,763 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,472 \text{ \AA}$ , dan massa jenis  $5,932 \text{ gr/cm}^3$ . Sedangkan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi masa 7,7 % berat.

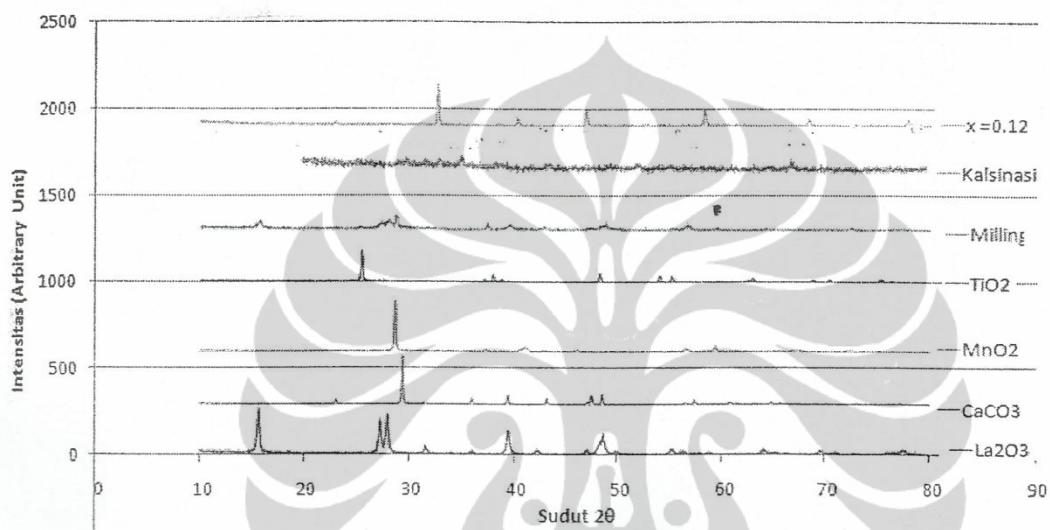


Gambar 4.16. Pola XRD setiap proses pada  $x = 0,10$

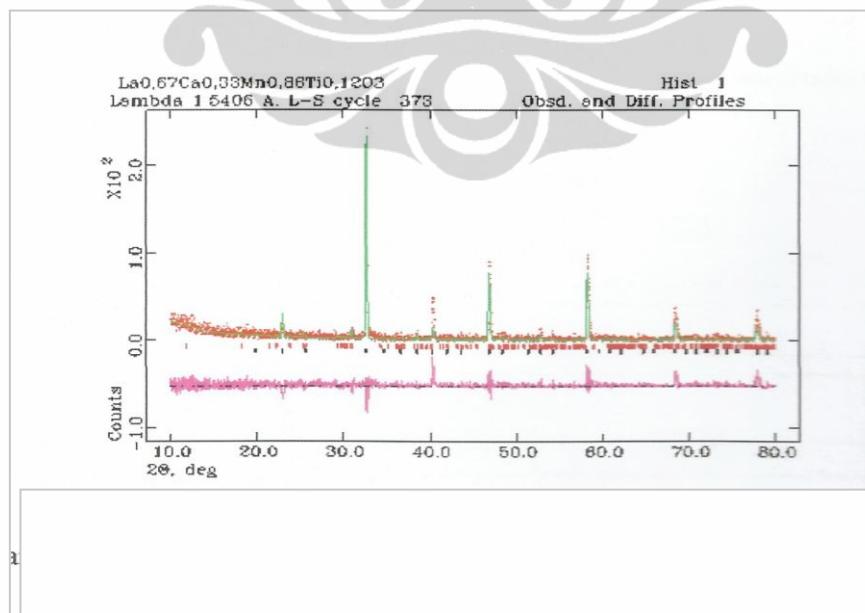


Gambar 4.17. Hasil refinement pada sampel  $x = 0,10$

Setelah dilakukan *cycle* sebanyak 211 kali, *chi-square* 1,183, *wRp fitted* 0,3919, *wRp background* 0,3058, didapatkan hasil sampel terdiri dari satu fasa, yaitu  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.10}\text{O}_3$ . Paduan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.10}\text{O}_3$  mempunyai struktur kristal *orthorhombic*, para meter kisi  $a = 5,472 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,759 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,475 \text{ \AA}$ , dan massa jenis  $5,475 \text{ gr/cm}^3$ .



Gambar 4.18. Pola XRD setiap proses pada  $x = 0,12$

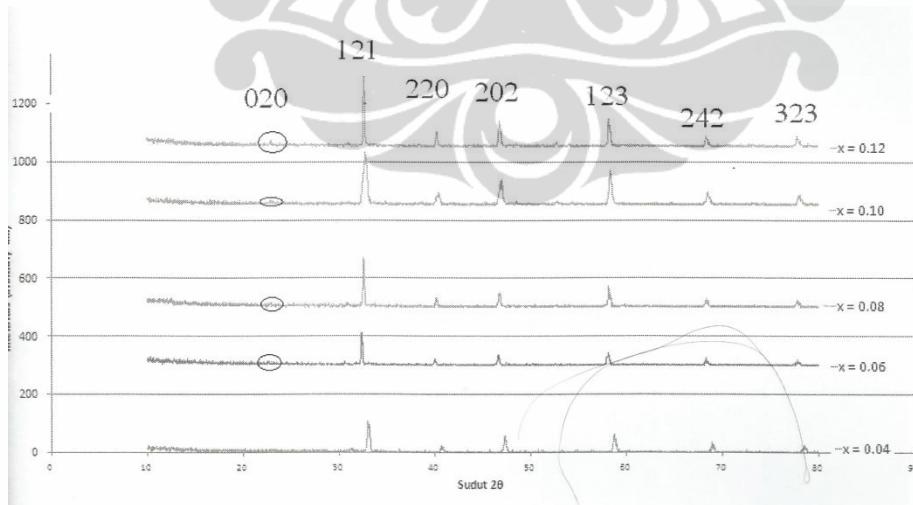


Gambar 4.19. Hasil refinement pada sampel  $x = 0,12$

Setelah dilakukan *cycle* sebanyak 373 kali, *chi-square* 1,142, *wRp fitted* 0,4135, *wRp background* 0,3666, didapat bahwa sampel terdiri dari 2 fasa, yaitu fasa  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.12}\text{O}_3$  dan  $\text{La}_2\text{O}_3$ . Paduan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.12}\text{O}_3$  mempunyai fraksi massa 93,4% berat, dengan struktur kristal *orthorhombic*, parameter kisi  $a = 5,485 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,755 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,487 \text{ \AA}$ , dan massa jenis  $5,929 \text{ gr/cm}^3$ . Sedangkan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi masa 6,6 % berat.

Tabel 4.6 Parameter kisi setiap x

x	Parameter kisi ( $\text{\AA}$ )			Volume ( $\text{\AA}^3$ )	Massa jenis g/ $\text{cm}^3$
	a	b	c		
0,04	5.4625	7.7248	5.4662	230.6589	6.0170
0,06	5.4691	7.7409	5.4606	231.1778	6.0020
0,08	5.4652	7.7630	5.4727	233.4646	6.9320
0,10	5.4628	7.7592	5.4755	232.5141	6.9570
0,12	5.4657	7.7554	5.4873	233.4500	6.9290

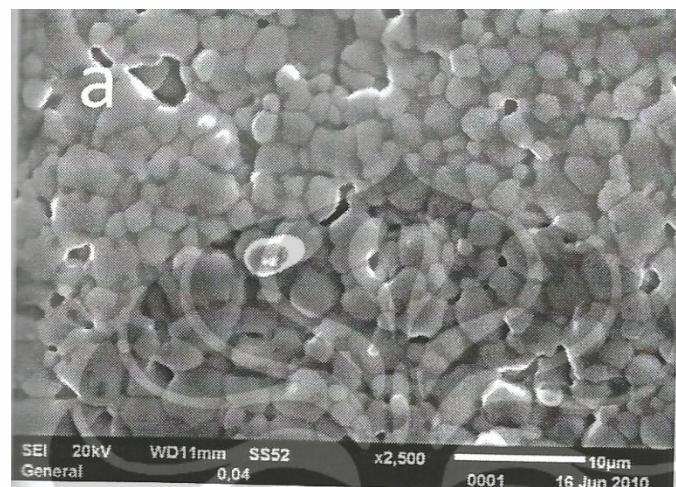


Gambar 4.20. Pola Difraksi gabungan

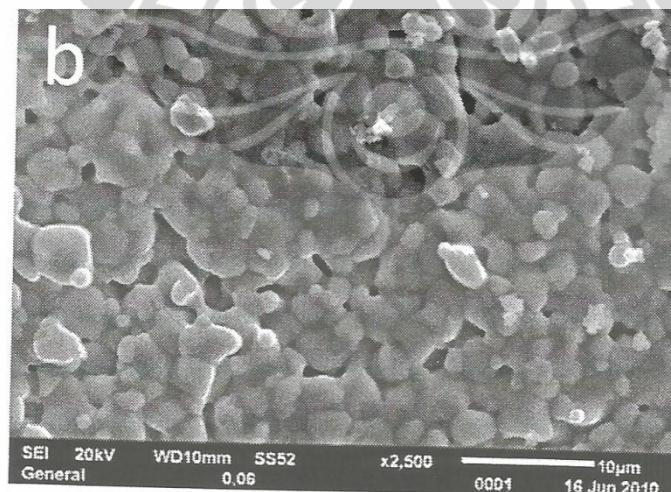
Untuk semua x mengalami penurunan intensitas.

#### 4.2. Hasil dan analisa karakterisasi SEM

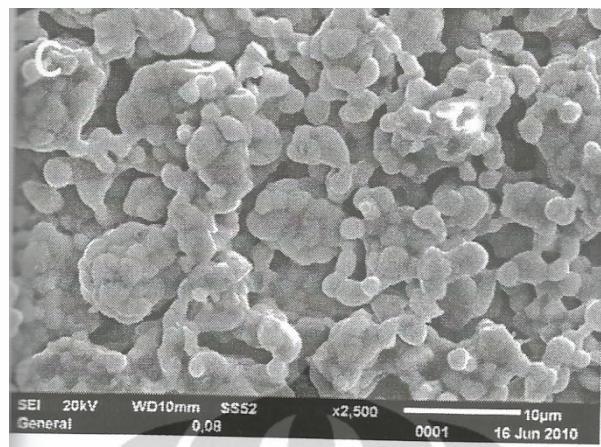
Karakterisasi dengan menggunakan uji SEM bertujuan untuk mengetahui struktur mikro bahan setelah diberikan perlakuan. Berikut merupakan hasil foto struktur mikro sampel dengan pembesaran 2500x.



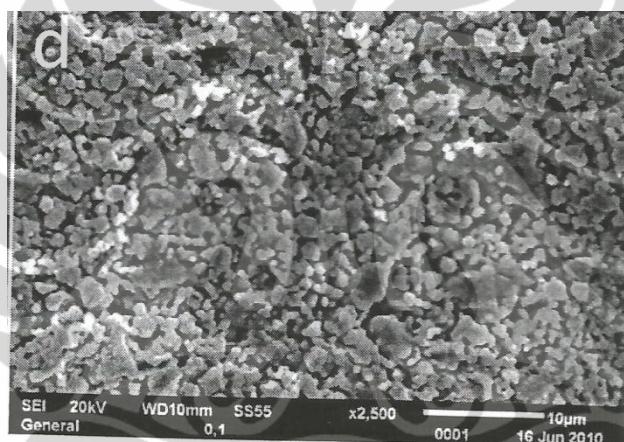
Gambar 4.21. Foto struktur mikro sampel untuk  $x = 0.04$



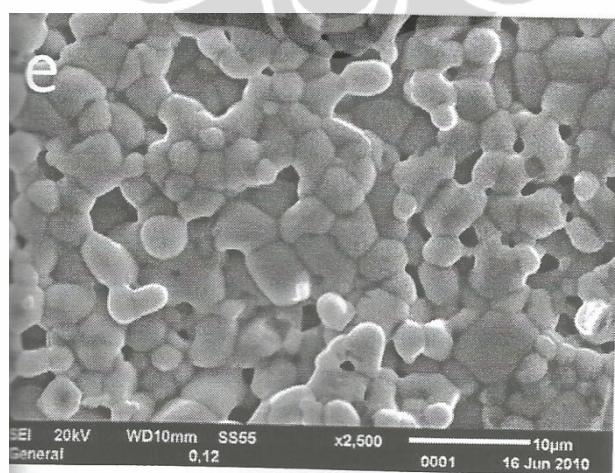
Gambar 4.22. Foto struktur mikro sampel untuk  $x = 0.06$



Gambar 4.23. Foto struktur mikro sampel untuk  $x = 0.08$



Gambar 4.24. Foto struktur mikro sampel untuk  $x = 0.10$



Gambar 4.25. Foto struktur mikro sampel untuk  $x = 0.12$

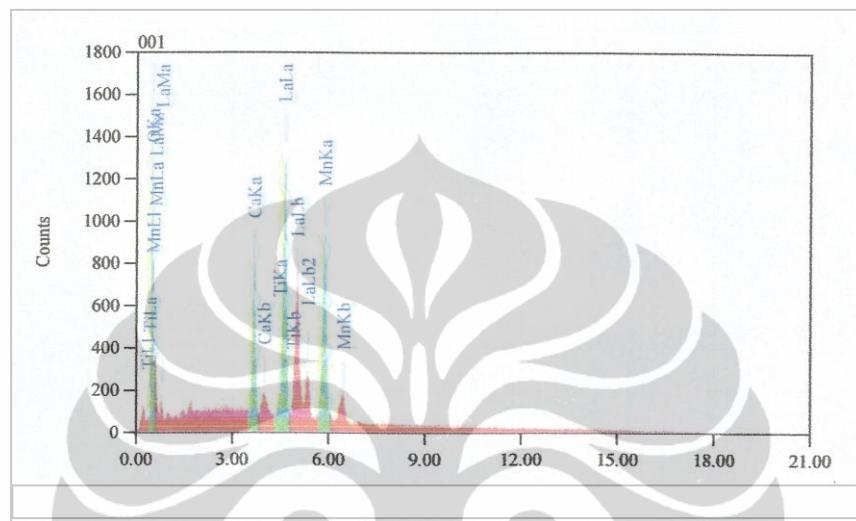
Dari hasil karakterisasi SEM diketahui bahwa sifat liquiditas permukaan partikel yang berdekatan. Hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi proses difusi partikel yang merupakan akibat dari *sintering*. Berikut analisis morfologi masing-masing sampel :

Tabel 4.7 Morfologi sampel

<b>x</b>	<b>Analisa</b>
0,04	Difusi antar atom
	Partikel bulat dan saling melekat
0,06	Difusi antar atom lebih banyak dibanding sampel $x = 0.04$
	Partikel bulat dan saling melekat
0,08	Difusi antar partikel sedikit dibanding sampel $x = 0.04, x = 0.06$
	Porositas lebih banyak dibanding sampel $x = 0.04, x = 0.06$
	Ukuran partikel lebih kecil dibanding sampel $x = 0.04, x = 0.06$
0,10	Difusi tidak jelas/jarang
	Ukuran partikel lebih kecil dibanding sampel $x = 0.04, x = 0.06, x = 0.08$
	Partikel bulat dan menyebar merata
0,12	Difusi antar atom
	Partikel berukuran besar

### 4.3. Hasil dan analisa karakterisasi EDS

Karakterisasi EDS untuk mengetahui komposisi dan jenis unsur dan prosentase unsur yang terkandung pada sampel. Hasil karakterisasi EDX dari tiap sampel dengan  $x = 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12$  sebagai berikut. Hasil karakterisasi EDS untuk  $x = 0,04$ , unsur  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,98}\text{Ti}_{0,04}\text{O}_3$ .



Gambar 4.26. Hasil karakterisasi EDS untuk  $x = 0,04$

Dari grafik tersebut didapatkan analisis data komposisi  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,98}\text{Ti}_{0,04}\text{O}_3$  sebagai berikut :

Tabel 4.8 persentase kandungan  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,98}\text{Ti}_{0,04}\text{O}_3$

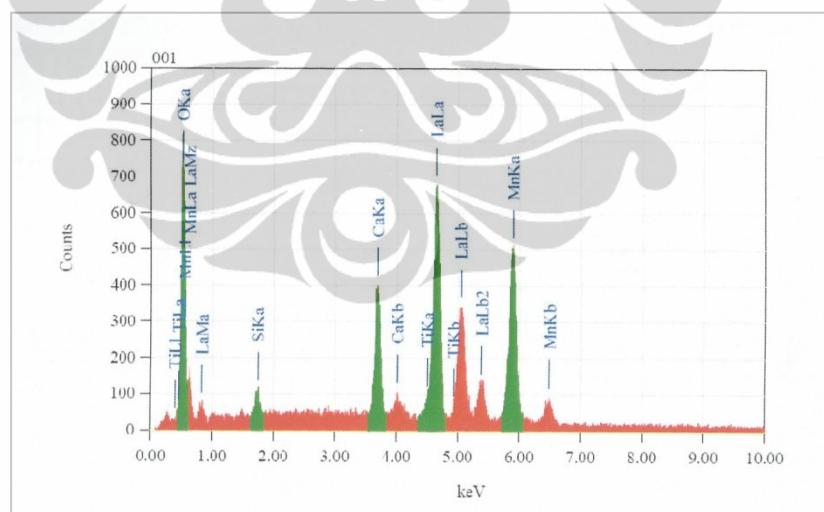
No	Unsur	% berat atom	% atom
1	Lanthanum	49.98	15.6
2	Mangan	21.44	16.93
3	Calcium	5.97	6.46
4	Titanium	0.14	0.13
5	Oksigen	22.47	60.89

Dari data tabel tersebut, ditemukan unsur silikon pada kandungan sampel  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.04}\text{O}_3$ . jika dilakukan normalisasi penyesuaian dengan prosentase unsur yang sebenarnya, maka didapatkan data sebagaimana berikut :

Tabel 4.9 Normalisasi  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.04}\text{O}_3$  tanpa pengotor

No	Unsur	Normalisasi % atom	% atom
1	Lanthanum	15.6	13.4
2	Mangan	16.93	19.2
3	Calcium	6.46	6.6
4	Titanium	0.13	0.8
5	Oksigen	60.89	60

Hasil karakterisasi EDS untuk  $x = 0.06$ , unsur  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.06}\text{O}_3$ .



Gambar 4.27. Hasil karakterisasi EDS untuk  $x = 0,06$

Dari grafik tersebut didapatkan analisis data komposisi  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.06}\text{O}_3$  sebagai berikut :

Tabel 4.10 persentase kandungan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.06}\text{O}_3$

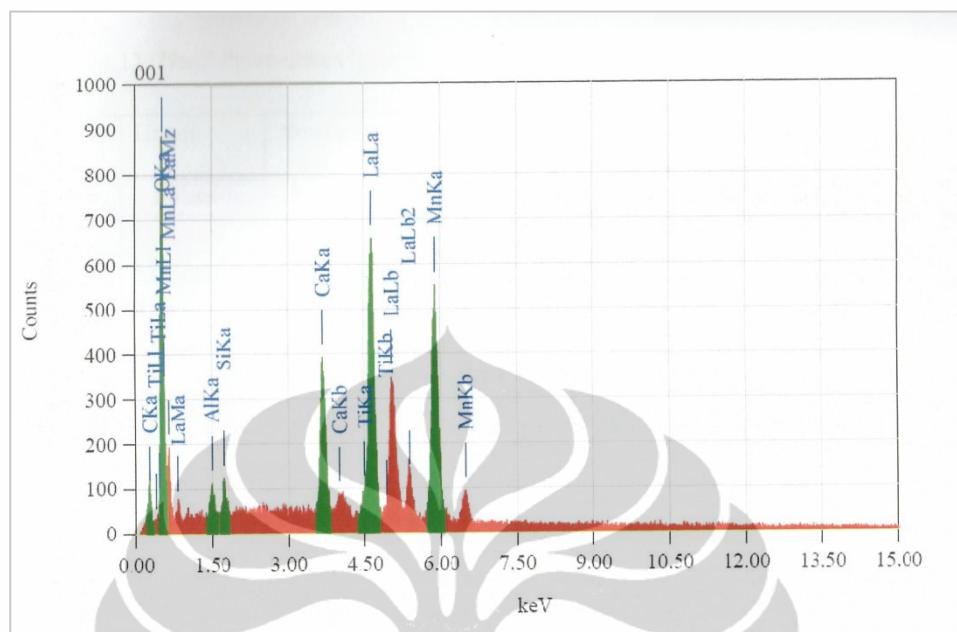
No	Unsur	% berat atom	% atom
1	Lanthanum	47.13	14.39
2	Mangan	22.48	17.25
3	Calcium	5.99	6.3
4	Titanium	0.56	0.5
5	Oksigen	22.82	60.13
6	Silikon	1.02	1.53

Dari data tabel tersebut, ditemukan unsur silikon pada kandungan sampel  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.06}\text{O}_3$ . jika dilakukan normalisasi penyesuaian dengan prosentase unsur yang sebenarnya, maka didapatkan data sebagaimana berikut :

Tabel 4.11 Normalisasi  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.06}\text{O}_3$

No	Unsur	Normalisasi % atom	% atom
1	Lanthanum	14.5	13.4
2	Mangan	17.5	18.8
3	Calcium	6.4	6.6
4	Titanium	0.51	1.2
5	Oksigen	61	60

Hasil karakterisasi EDS untuk  $x = 0.08$ , unsur  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.08}\text{O}_3$ .



Gambar 4.28. Hasil karakterisasi EDS untuk  $x = 0,08$

Dari grafik tersebut didapatkan analisis data komposisi  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.08}\text{O}_3$  sebagai berikut :

Tabel 4.12 persentase kandungan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.08}\text{O}_3$

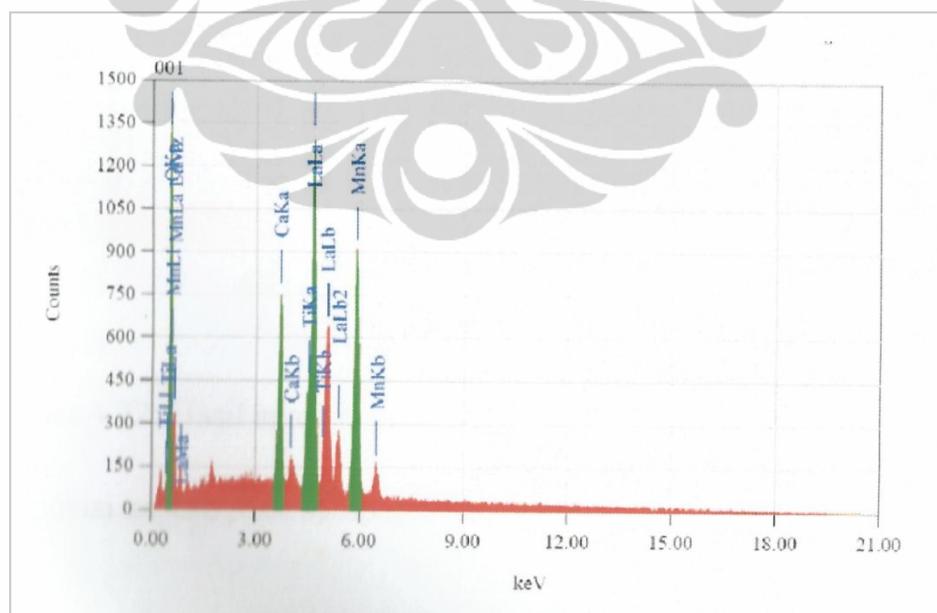
No	Unsur	% berat atom	% atom
1	Lanthanum	43.39	11.34
2	Mangan	20.05	13.25
3	Calcium	5.2	4.72
4	Titanium	0.67	0.51
5	Oksigen	25.04	56.82
6	Silikon	1.09	1.41
7	Alumunium	1.09	1.47
8	Carbon	5.2	4.72

Dari data tabel tersebut, ditemukan unsur silikon, alumunium dan karbon sebagai pengotor pada kandungan sampel  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.08}\text{O}_3$ . jika dilakukan penghilangan pengotor pada unsur ini, maka didapatkan data sebagaimana berikut :

Tabel 4.13 Normalisasi  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.08}\text{O}_3$  tanpa pengotor

No	Unsur	Normalisasi % atom	% atom
1	Lanthanum	13.1	13.4
2	Mangan	15.29	18.4
3	Calcium	5.45	6.6
4	Titanium	0.6	1.6
5	Oksigen	66	60

Hasil karakterisasi EDS untuk  $x = 0.10$ , unsur  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.10}\text{O}_3$ .



Gambar 4.29. Hasil karakterisasi EDS untuk  $x = 0,10$

Dari grafik tersebut didapatkan analisis data komposisi  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.10}\text{O}_3$  sebagai berikut :

Tabel 4.14 Prosentase kandungan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.10}\text{O}_3$

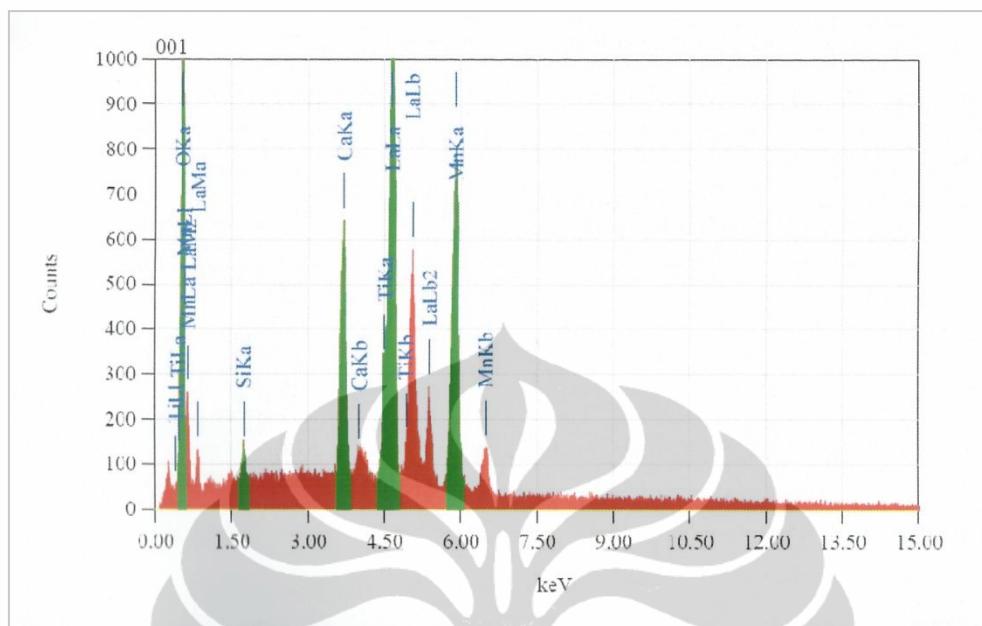
No	Unsur	% berat atom	% atom
1	Lanthanum	46.27	13.74
2	Mangan	20.04	15.04
3	Calcium	5.97	6.14
4	Titanium	3.73	3.22
5	Oksigen	23.99	61.86

Dari data tabel tersebut, tidak ditemukan unsur pengotor pada kandungan sampel  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.10}\text{O}_3$ . jika dilakukan normalisasi penyesuaian dengan dengan prosentase unsur yang sebenarnya, maka didapatkan data sebagaimana berikut :

Tabel 4.15 Normalisasi  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.10}\text{O}_3$  tanpa pengotor

No	Unsur	Normalisasi % atom	% atom
1	Lanthanum	13.74	13.4
2	Mangan	15.04	18
3	Calcium	6.14	6.6
4	Titanium	3.22	2
5	Oksigen	61.86	60

Hasil karakterisasi EDS untuk  $x = 0.12$ , unsur  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.12}\text{O}_3$ .



Gambar 4.30 Hasil karakterisasi EDS untuk  $x = 0.12$

Dari grafik tersebut didapatkan analisis data komposisi  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.12}\text{O}_3$  sebagai berikut :

Tabel 4.16 Prosentase kandungan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.12}\text{O}_3$

No	Unsur	% berat atom	% atom
1	Lanthanum	47.34	14.45
2	Mangan	20.27	15.65
3	Calcium	5.75	6.08
4	Titanium	3.37	2.98
5	Oksigen	22.55	59.76
6	Silikon	0.71	1.08

Dari data tabel tersebut, ditemukan unsur silikon pada kandungan sampel  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.12}\text{O}_3$ . jika dilakukan normalisasi penyesuaian dengan prosentase unsur yang sebenarnya, maka didapatkan data sebagaimana berikut :

Tabel 4.17 Normalisasi  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{0.98}\text{Ti}_{0.12}\text{O}_3$

No	Unsur	Normalisasi % atom	% atom
1	Lanthanum	14.61	13.4
2	Mangan	15.82	17.6
3	Calcium	6.15	6.6
4	Titanium	5	2.4
5	Oksigen	60.4	60

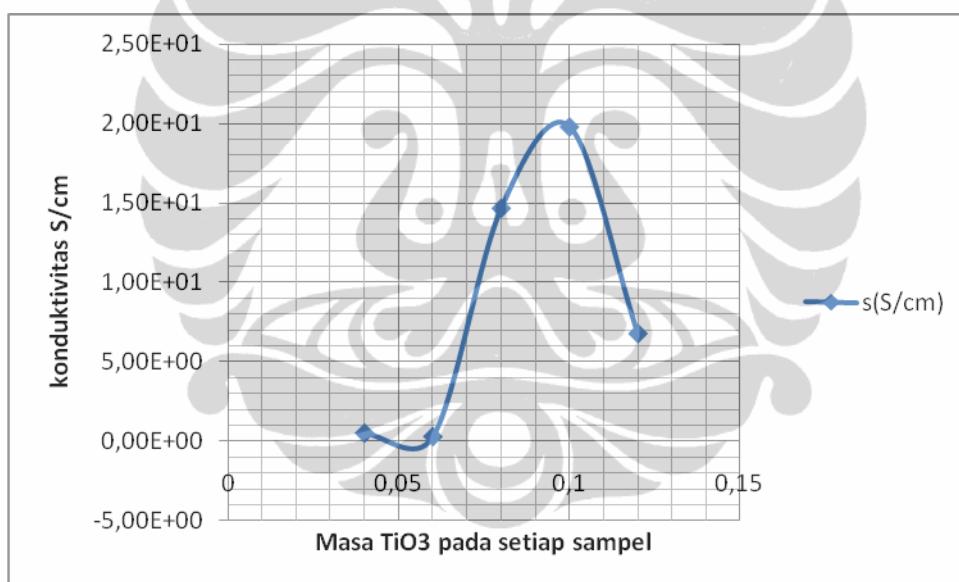
#### 4.4. Hasil dan analisa karakterisasi LCR

Karakterisasi sifat kelistrikan diuji dengan menggunakan LCR meter. Berdasarkan nilai resistensi, luas penampang dan ketebalan sampel, akan dapat dihitung nilai konduktivitas listrik masing-masing sampel. Karakterisasi dengan menggunakan LCR meter akan didapat nilai-nilai dari besaran terkait dengan impedansi. Nilai dari besaran tersebut didapat dari pengukuran hambatan seri ( $R_s$ ), impedansi imajiner dengan terlebih dahulu mendapatkan besaran reaktansi ( $X_s$ ) dan kapasitansi seri ( $C_s$ ). Pengukuran dilakukan dengan menggunakan frekuensi 10-100 Hz, pada suhu kamar 25°C. Berdasarkan korelasi nilai resistensi, luas penampang dan tebal sampel didapat nilai konduktivitas listrik.

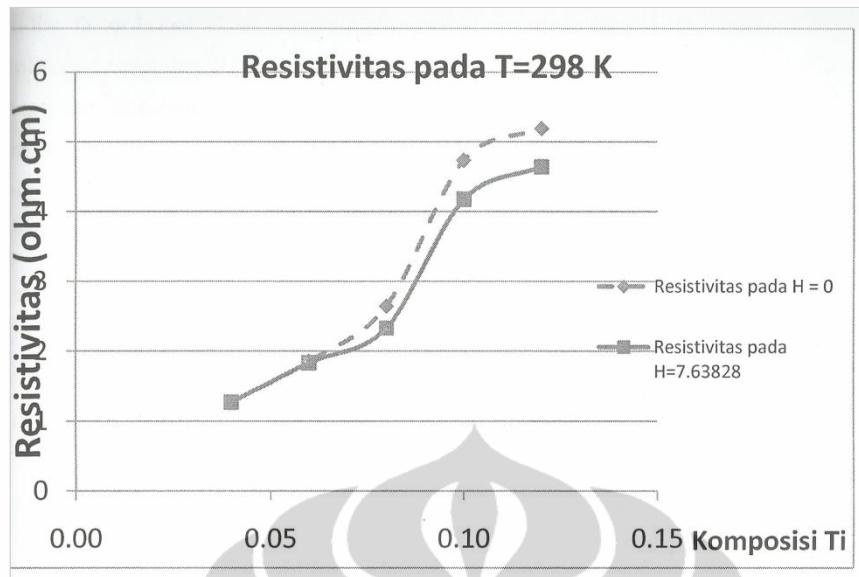
Tabel 4.18. data masa TiO<sub>3</sub> dengan konduktivitas

x	Masa TiO <sub>3</sub>	$\sigma$ (S/cm)
0,04	0,3051	4,90E-01
0,06	0,458	2,71E-01
0,08	0,6111	1,47E+01
0,10	0,7644	1,98E+01
0,12	0,9179	6,76E+00

Dari data hasil karakterisasi LCR didapatkan grafik sebagai berikut :

Gambar 4.31. Hubungan konduktivitas terhadap penambahan TiO<sub>3</sub>

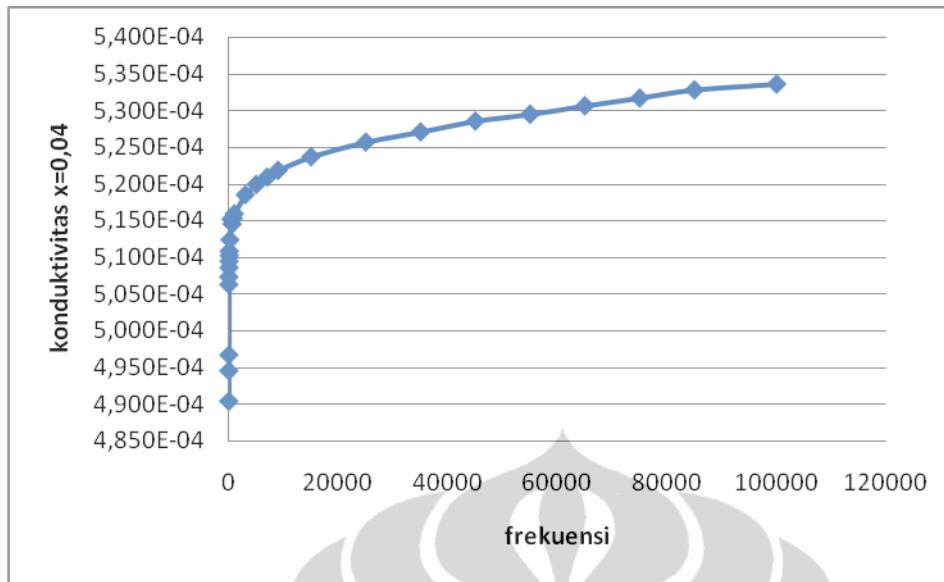
Dari gambar 4.30 didapatkan hasil bahwa doping Ti memberikan efek kenaikan nilai konduktivitas bahan pada  $x = 0,06$ ,  $x = 0,08$ , dan  $x = 0,10$ . Sedangkan pada  $x = 0,04$  mengalami penurunan konduktivitas. Dan pada  $x = 0,12$  mengalami penurunan. Kenaikan nilai konduktivitas seiring kenaikan frekuensi, semakin tinggi frekuensi yang diberikan nilai konduktivitas juga semakin naik.



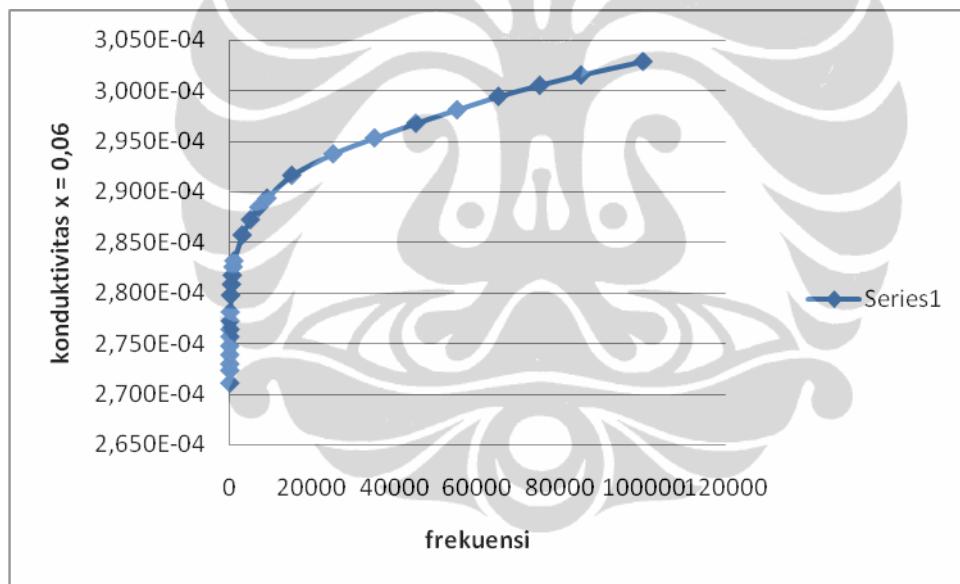
Gambar 4.32. Nilai resistivitas  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  pada medan magnet  $H=0$

Menurut hasil penelitian Dhewa Edikhresna, tahun 2010, tentang pengaruh dopan Ti terhadap rasio magnetik bahan  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ , menyatakan bahwa secara umum penambahan Ti terhadap sampel  $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  akan meningkatkan nilai *resistivitas* bahan. Hal ini disebabkan karena Ti merupakan bahan isolator. Dari hasil penelitiannya didapat dopan Ti meningkatkan nilai magnetoresistansi, dan hasil rasio magnetoresistansi terbesar diperoleh pada  $x = 10$  dengan MR 14.3% dengan arus 1 Ma. Pada saat

Bahan yang memiliki magnetoresistansi, konduktivitasnya akan dipengaruhi oleh momen dipol dan hamburan elektron bebas. Perubahan momen dipol akan mempengaruhi naik atau turunnya resistivitas bahan. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian Dhewa Edikhresna bahwa pada  $x = 0.10$  didapatkan didapat nilai resistivitas setelah  $x = 0.10$  terus meningkat, dan nilai rasio magnetoresistan terbesar pada  $x = 0.10$ , hal ini terjadi setelah dilakukan *sintering* ternyata didapatkan pola difraksi sinar x menunjukkan bahwa sampel terdiri dari satu fasa. Sementara untuk sampel  $x = 0.04$ ,  $x = 0.06$ ,  $x = 0.08$  dan  $x = 0.12$  pola difraksi sinar x menunjukan dua fasa.

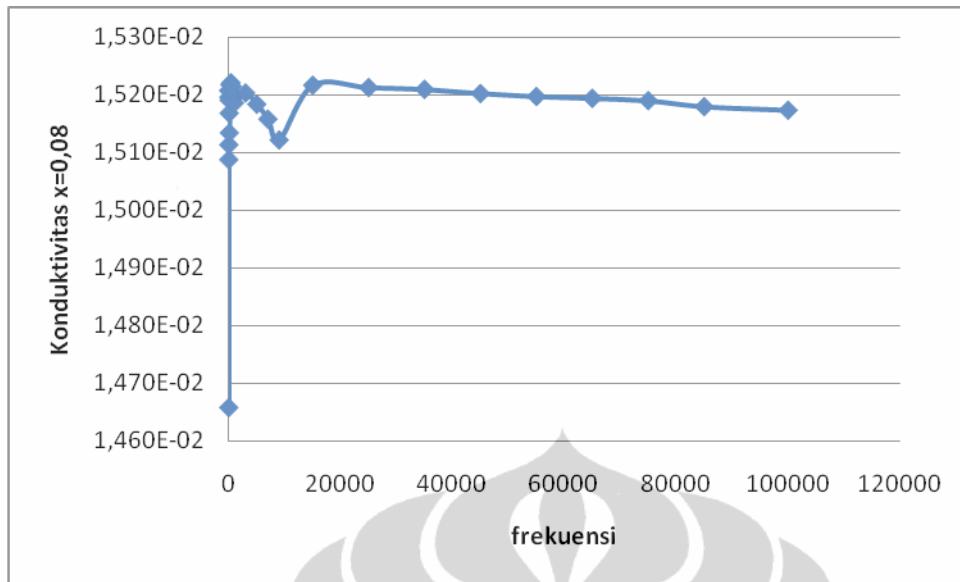


Gambar 4.33. Konduktivitas bahan vs frekuensi pada x = 0,04



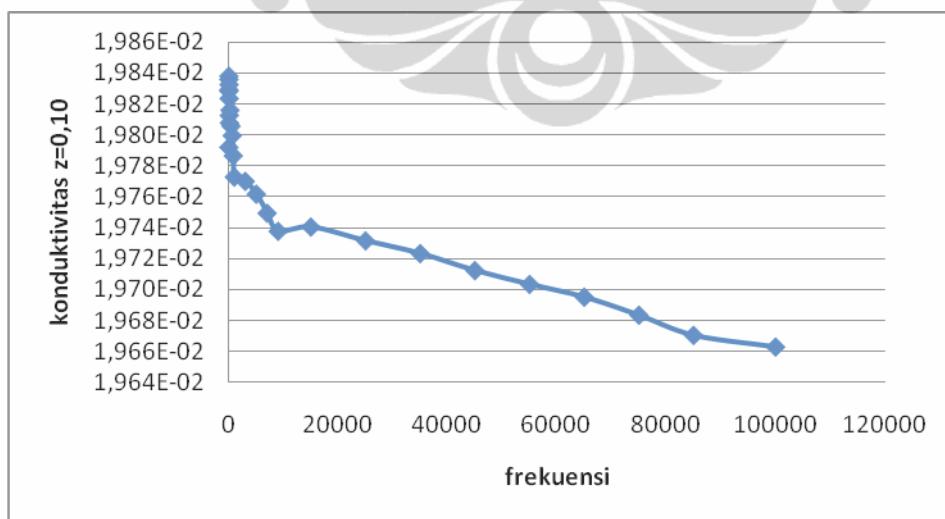
Gambar 4.34. Konduktivitas bahan vs frekuensi pada x=0,06

Dari grafik konduktivitas diatas dapat diamati bahwa nilai konduktivitas bahan terus meningkat seiring dengan penambahan frekuensi. Terutama pada x=0,04, x = 0,06 dan ada penurunan sedikit pada x = 0,08.

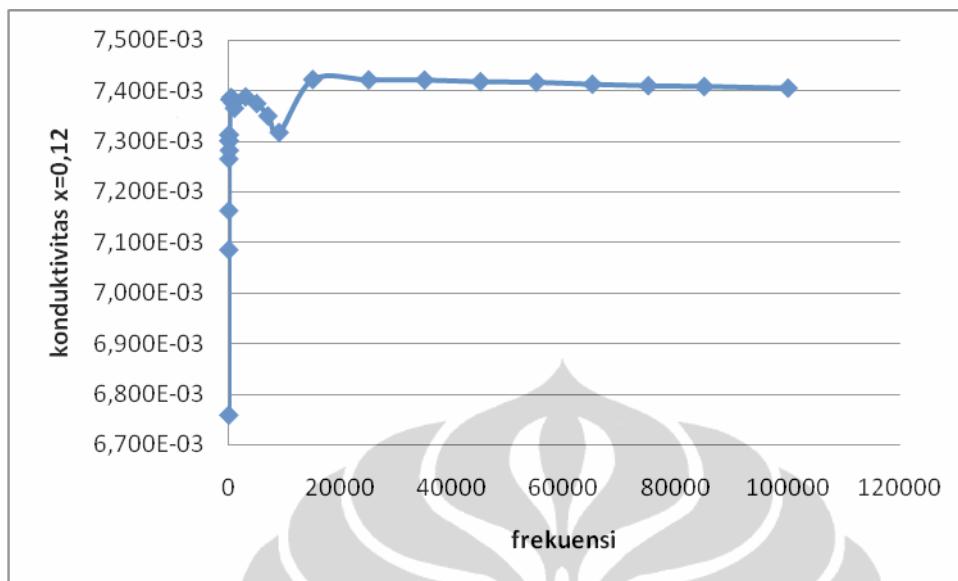


Gambar 4.35. Konduktivitas bahan vs frekuensi pada x=0,08

Hal berbeda terjadi pada konduktivitas bahan pada  $x=0,10$ , dimana konduktivitas bahan mengalami penurunan seiring dengan penambahan frekuensi. Berdasarkan besaran-besaran terkait maka bahan paduan pada penilitian ini dengan  $x = 0,10$  mempunyai impedansi permukaan yang besar, sehingga komposisi bahan ini mempunyai kemampuan untuk menyerap gelombang mikro yang baik.



Gambar 4.36. Konduktivitas bahan vs frekuensi pada x=0,10

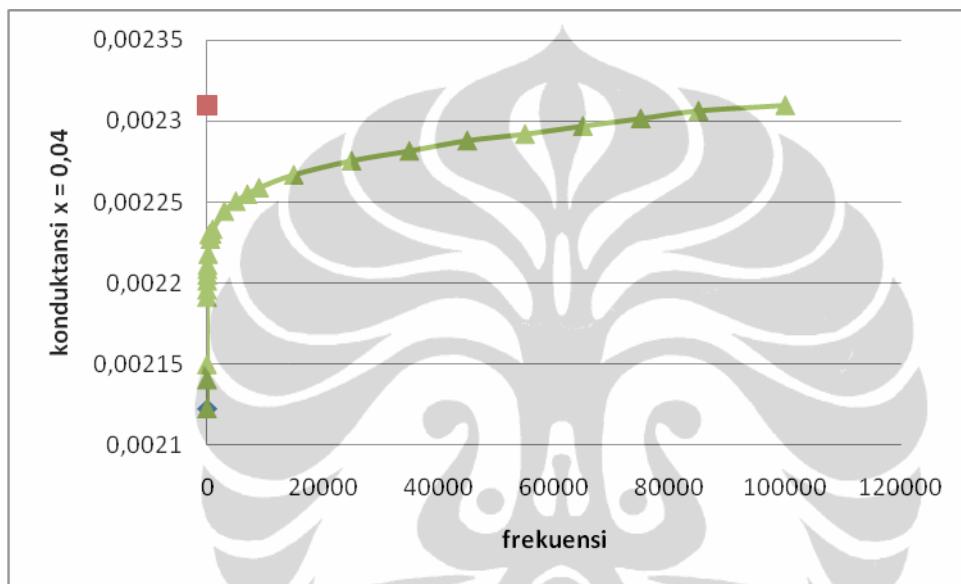


Gambar 4.37. Konduktivitas bahan vs frekuensi pada x=0,12

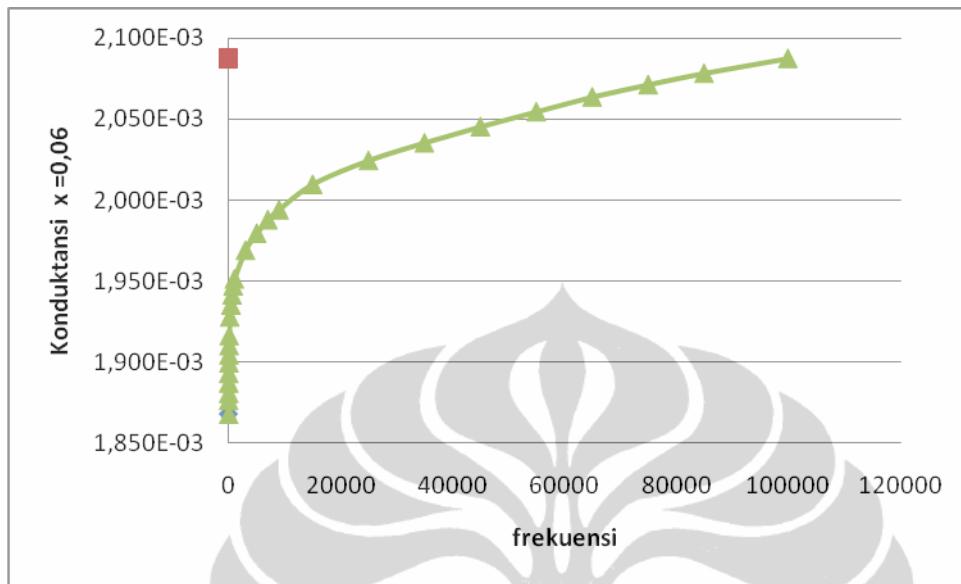
Konduktivitas pada bahan paduan dengan  $x=0,12$  mempunyai karakteristik yang hampir sama dengan konduktivitas pada bahan dengan  $x=0,08$ . Konduktivitas bahan pada penelitian ini dipengaruhi oleh ketidakmurnian fasa menyebabkan terjadinya hamburan elektron pada kisi. Porositas sampel yang meningkat dengan bertambahnya dopan Ti, hal ini terlihat dari hasil karakterisasi SEM. Sampel yang lebih dari dua fasa dan porositas juga memberikan pengaruh terhadap terjadinya cacat kristal, dan cacat kristal mempengaruhi konduktivitas bahan. Semakin besar medan magnet maka akan semakin besar penurunan resistivitas bahan, dan konduktivitas bahan akan semakin naik. Nilai  $x$  berupa Ti, akan mempengaruhi jumlah  $Mn^{4+}$  dan  $Mn^{3+}$  yang keluar dari sampel.  $M^{4+}$  bersifat paramagnetik dan  $Mn^{3+}$  bersifat antiferromagnetik. Sehingga bahan merupakan konduktor yang baik.

Konduktivitas adalah kebalikan dari resistivitas. Nilai konduktivitas yang baik dimiliki oleh logam. Resistivitas ( $\rho$ ) adalah kemampuan suatu bahan untuk menghantarkan arus listrik yang bergantung terhadap besarnya medan listrik dan kerapatan arus. Satuan resistivitas adalah  $\Omega \cdot m$ . Semakin besar

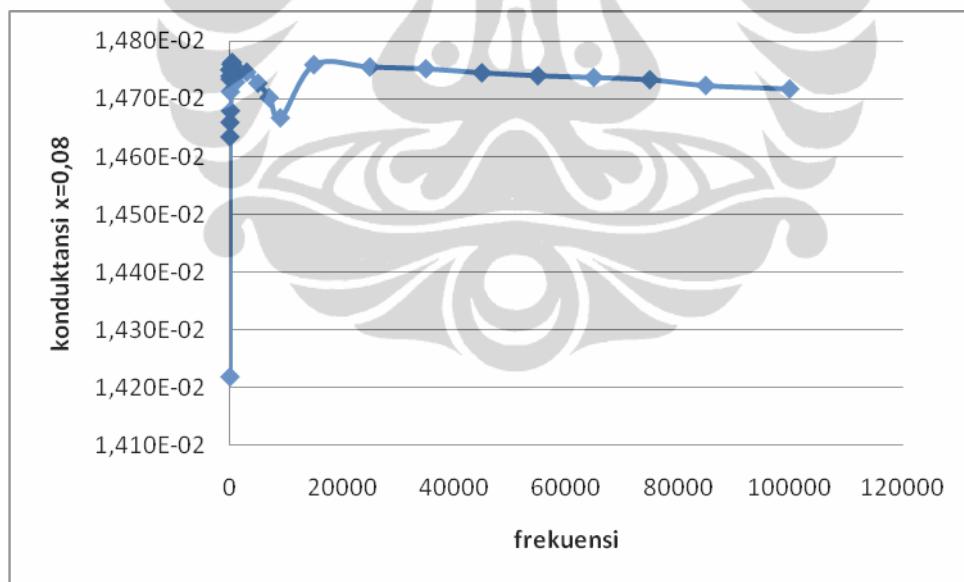
resistivitas suatu bahan maka semakin besar pula medan listrik yang dibutuhkan untuk menimbulkan sebuah kerapatan arus. Nilai konduktivitas merupakan perbandingan antara sifat kelistrikan dengan konduktivitas termal. Konduktansi ( $G$ ) dari bahan listrik adalah berbanding terbalik dengan resistansi ( $R$ ), sehingga konduktivitasnya ( $\sigma$ ) berbanding terbalik dengan resistivitasnya ( $\rho$ )



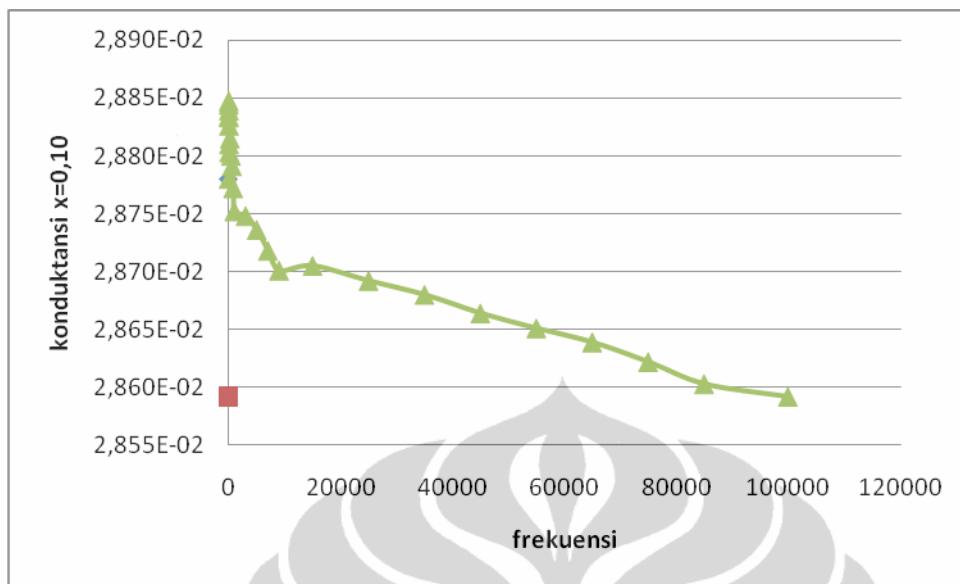
Gambar 4.38. Nilai konduktansi bahan pada  $x = 0,04$



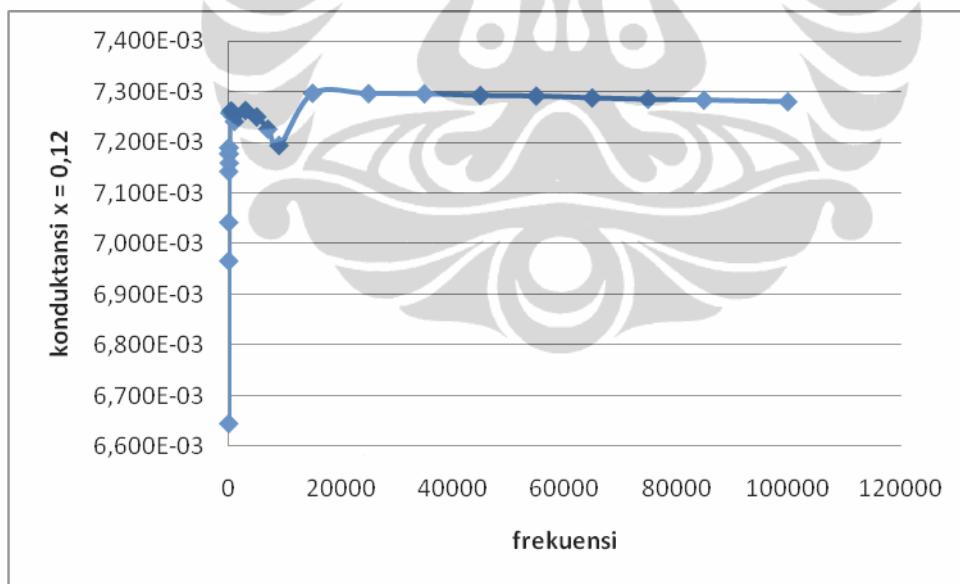
Gambar 4.39. Nilai konduktansi bahan pada  $x = 0,06$



Gambar 4.40. Nilai konduktansi bahan pada  $x = 0,08$



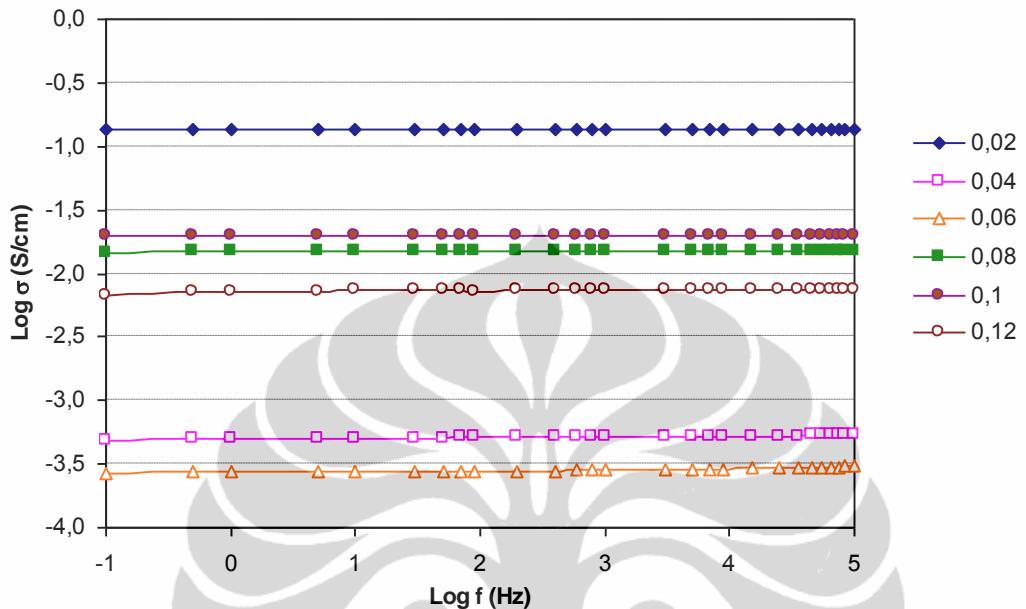
Gambar 4.41. Nilai konduktansi bahan pada  $x = 0,10$



Gambar 4.42. Nilai konduktansi bahan pada  $x = 0,12$

Dari gambar 4.33 tampak bahwa konduktansi bahan pada  $x = 0,04$  semakin naik dengan penambahan frekuensi. Daya serap bahan terhadap gelombang mikro dipengaruhi oleh konduktivitas dan resistivitas selain hal-hal yang telah dibahas pada bab 2. Selain permeabilitas, permitivitas dan magnetisasi spontan, material

penyerap harus memiliki nilai resistivitas listrik yang tinggi atau isolator yang baik.



Gambar 4.43. Kurva antara Log f (Hz) vs. Log  $\sigma$  (S/cm)

Ketika gelombang mikro mengenai material yang dilapisi dengan material penyerap gelombang mikro, maka akan terbentuk medan listrik pada permukaan penyerap. Setelah itu arus akan mengalir sebagai arus permukaan. Ketika arus permukaan mengalir pada penyerap, energi gelombang mikro akan diubah dalam bentuk energi panas (mustafa, 2007).[7] Nilai impedansi permukaan bahan yang didapat dari penghitungan konduktansi merupakan salah satu indikator bahwa material tersebut bisa digunakan senagai bahan absorber.

Namun demikian, penelitian terkait kemampuan bahan untuk menyerap gelombang mikro ataupun gelombang elektromagnetik perlu dilakukan dengan menggunakan peralatan VNA. VNA atau *Vector Network Analyzer* merupakan perangkat alat untuk mengukur nilai parameter hambur (*scattering parameter*) S11 dan S21. Impedansi menjadi besaran penting untuk mendapatkan nilai *reflection loss*. Kurva *reflection loss* akan memberikan ilustrasi apakah suatu bahan mempunyai kemampuan untuk menyerap gelombang elektromagnetik. Parameter *reflection loss* dipengaruhi oleh impedansi, karena itulah besaran

impedansi menjadi bagian penting dalam rekayasa material absorber. Sehingga dalam hal ini, pengukuran impedansi menjadi indikator berfungsinya bahan sebagai material absorber atau material yang mampu menyerap gelombang elektromagnetik. Parameter yang digunakan untuk mengukur sifat absorpsi bahan pada konversi Nicholas-Rose-Weir adalah:

$$S11^* = S11' + S11''$$

$$S12^* = S21' + S21''$$

- $S11^*$  : Bilangan komplek dari *scattering parameter*
- $S12^*$  : Bilangan komplek dari *scattering parameter*
- $S11'$  : Bilangan riil
- $S21'$  : Bilangan riil
- $S11''$  : Bilangan imajiner
- $S21''$  : Bilangan imajiner

*Output* VNA yang berupa data parameter hambur (*scattering parameter*) kemudian diolah dengan metode Nicholson-Ross-Weir [9]. Pengolahan data tersebut akan menghasilkan kurva *Reflection loss* (RL) sebagai fungsi frekuensi.

$$RL = 20 \log \left| \frac{Zin - Zo}{Zin + Zo} \right|$$

RL : *Reflection Loss*

Zin : Impedansi Input

Zo : Impedansi output

$$Zin = Zo \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon_r}} \tan h \left[ i \left[ \frac{2\pi L}{\lambda_0} \right] \sqrt{\mu r \epsilon_r} \right]$$

$\epsilon_r$  : *Remivitas relatif*

$\mu$  *Permeabilitas*

$\mu_r$       *Permeabilitas relatif*

$\lambda_0$  : Impedansi Input

$Z_0$  : Impedansi output

$L$  : Tebal sampel

Daya serap bahan terhadap gelombang mikro dipengaruhi oleh konduktivitas dan resistivitas selain hal-hal yang telah dibahas pada bab 2. Selain permeabilitas, permivitas dan magnetisasi spontan, material penyerap harus memiliki nilai resistivitas listrik yang tinggi atau isolator yang baik.



## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan hasil penelitian sampel  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  dengan perlakuan terhadap bahan mulai *dari milling, kalsinasi, kompaksi, dan sintering*, didapatkan kesimpulan terkait dengan hasil karakterisasi struktur atom, karakterisasi morfologi bahan, dan pengukuran terhadap resistivitas, konduktivitas dan konduktansi bahan, sebagai berikut :

1) Hasil karakterisasi XRD

1. Pada  $x=0,04$ , sampel terdiri dari 2 fasa, yaitu  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,98}\text{Ti}_{0,04}\text{O}_3$  dan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi massa 96,9% berat, dengan struktur kristal *orthorombik*, parameter kisi  $a = 5,462 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,724 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,466 \text{ \AA}$ , dan massa jenis  $6,017 \text{ gr/cm}^3$ . Sedangkan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi masa 3,1% berat.
2. Pada  $x = 0,06$ , hasil sampel terdiri dari 2 fasa, yaitu  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,98}\text{Ti}_{0,06}\text{O}_3$  dan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi massa 88,7% berat, dengan struktur kristal *orthorhombic*, parameter kisi  $a = 5,469 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,740 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,460 \text{ \AA}$ , dan massa jenis  $6,002 \text{ gr/cm}^3$ . Sedangkan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi masa 11,3 % berat.
3. Pada  $x = 0,08$ , sampel terdiri dari 2 fasa, yaitu  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,98}\text{Ti}_{0,08}\text{O}_3$  dan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi massa 92,3% berat, dengan struktur kristal *orthorhombic*, parameter kisi  $a = 5,469 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,763 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,472 \text{ \AA}$ , dan massa jenis  $5,932 \text{ gr/cm}^3$ . Sedangkan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi masa 7,7 % berat.
4. Pada  $x = 0,10$ , paduan  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,98}\text{Ti}_{0,10}\text{O}_3$  mempunyai struktur kristal *orthorhombic*, parameter kisi  $a = 5,472 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,759 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,475 \text{ \AA}$ , dan massa jenis  $5,475 \text{ gr/cm}^3$ .
5. Pada  $x = 0,12$ , sampel terdiri dari 2 fasa, yaitu fasa  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{0,98}\text{Ti}_{0,12}\text{O}_3$  dan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi massa 93,4% berat, dengan struktur kristal *orthorhombic*, parameter kisi  $a = 5,485 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,755 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,487 \text{ \AA}$ , dan massa jenis  $5,929 \text{ gr/cm}^3$ . Sedangkan  $\text{La}_2\text{O}_3$ , mempunyai fraksi masa 6,6 % berat.

2) Hasil karakterisasi SEM

Karakterisasi SEM diketahui bahwa sifat liquiditas permukaan partikel yang berdekatan, dan tersebar merata diseluruh permukaan sampel dengan rata-rata ukuran diameter partikel dari  $1,2\mu\text{m}$  sampai  $6,3\mu\text{m}$  untuk semua komposisi. Hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi proses difusi partikel yang merupakan akibat dari *sintering*

3) Hasil karakterisasi EDS

Hasil EDS menunjukkan bahwa komposisi bahan  $\text{La}_{0,67}\text{Ca}_{0,33}\text{Mn}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$  telah tercapai, namun demikian komposisi penambahan dopan Ti kedalam Mangan secara stokimetri belum tercapai, tetapi penambahan Ti kedalam Mangan telah berhasil

4) Hasil pengukuran sifat kelistrikan dan kemagnetan

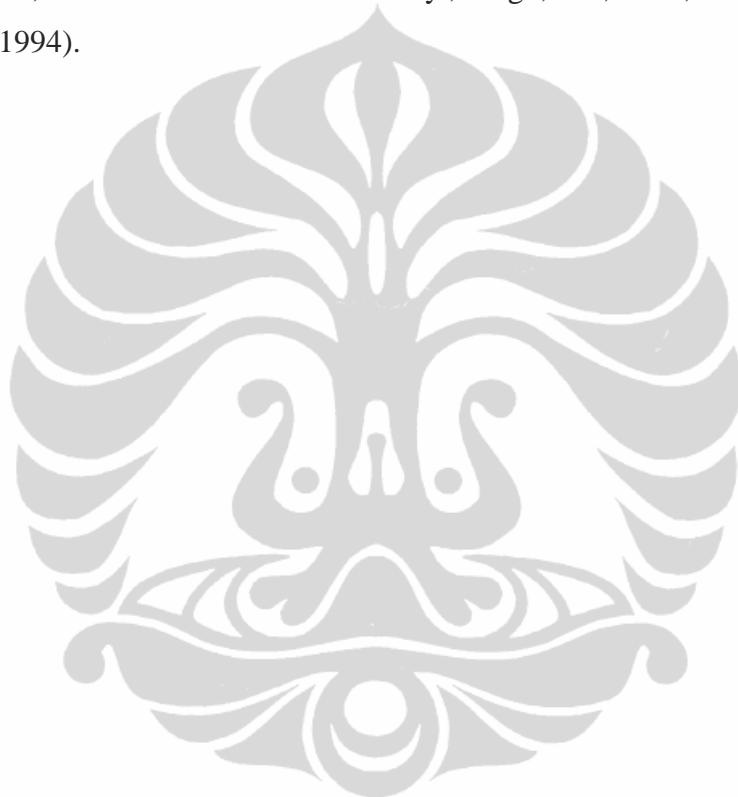
Didapat nilai resistivitas setelah  $x = 0,10$  terus meningkat, dan nilai rasio magnetoresistan terbesar pada  $x = 0,10$ , hal ini terjadi setelah dilakukan *sintering* ternyata didapatkan pola difraksi sinar x menunjukkan bahwa sampel terdiri dari satu fasa. Didapatkan hasil bahwa doping Ti memberikan efek kenaikan nilai konduktivitas bahan pada  $x = 0,06$ ,  $x = 0,08$ , dan  $x = 0,10$ . Dan pada  $x = 0,12$  mengalami penurunan. Konduktivitas bahan pada  $x=0,10$ , mengalami penurunan seiring dengan penambahan frekuensi. Berdasarkan besaran-besaran terkait maka bahan paduan pada penilitian ini dengan  $x = 0,10$  mempunyai impedansi permukaan yang besar, sehingga komposisi bahan ini mempunyai kemampuan untuk menyerap gelombang mikro yang baik.

## DAFTAR PUSTAKA

1. ZHOU Ke-sheng, DENG Jian-jie, YIN Li-song, MA Shi-hong, GAO Song-hua, Microwave absorbing properties of La<sub>0.8</sub>Ba<sub>0.2</sub>MnO<sub>3</sub> nano-particles , School of Physics Science and Technology, Central South University, Changsha 410083, China 2007
2. Kutty, T.R.N, Phillips, J. (2000). Electrical transport properties and magnetoresistance of LaMn<sub>1-x</sub>M<sub>x</sub>O<sub>3+y</sub> substituted with diamagnetic ions (M=Li, Mg, Ti). *J. Phys.: Condensed Matter* 12. 7747- 7758
3. Anonim, Lanthanum, tersedia : <http://en.wikipedia.org/wiki/Lanthanum>, 02 Juli 2010.
4. Anonim, Calcium, tersedia : <http://en.wikipedia.org/wiki/Calcium>, 02 Juli 2010.
5. Anonim, Manganese, tersedia : <http://en.wikipedia.org/wiki/Manganese>, 02 Juli 2010.
6. Anonim, Titanium, tersedia : <http://en.wikipedia.org/wiki/Titanium>, 02 Juli 2010
7. Yus Rama Denny, Pengaruh Dopan Mg dan waktu milling terhadap rasio magnetoresistensi pada bahan LaMg<sub>x</sub>Mn<sub>1-x</sub>O<sub>3</sub> (x = 0,15; x = 0, 25), Tesis Pascasarjana Ilmu Material MIPA, Universitas Indonesia, Depok (2009).
8. Struktur perovskite [http://en.wikipedia.org/wiki/Perovskite\\_\(structure\)](http://en.wikipedia.org/wiki/Perovskite_(structure)) , 12 Oktober 2009
9. Wisnu Ari Adi, Engkir Sukirman, Didin S. Winatapura, Grace Tj. Sulungbudi: Faktor Koreksi Dimensi Sampel Pada Sifat Listrik Superkonduktor YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> dengan menggunakan metode Four Point Probe. Pusat Penelitian dan Pengembangan Iptek Bahan, BATAN
10. Jazuli, A., Pengaruh waktu milling terhadap rasio Magnetoresistansi pada paduan La<sub>0,67</sub>Ca<sub>0,33</sub>Mn<sub>0,93</sub>Ti<sub>0,03</sub>, Tesis pascasarjana Fisika FMIPA Universitas Indonesia, Depok (2007)
11. S.Indra.P, Studi Pembuatan, Karakterisasi XRD dan ESR pada sampel Manganat LaMg<sub>x</sub>Mn<sub>1-x</sub>O<sub>3</sub> dengan variasi waktu penggerusan dan

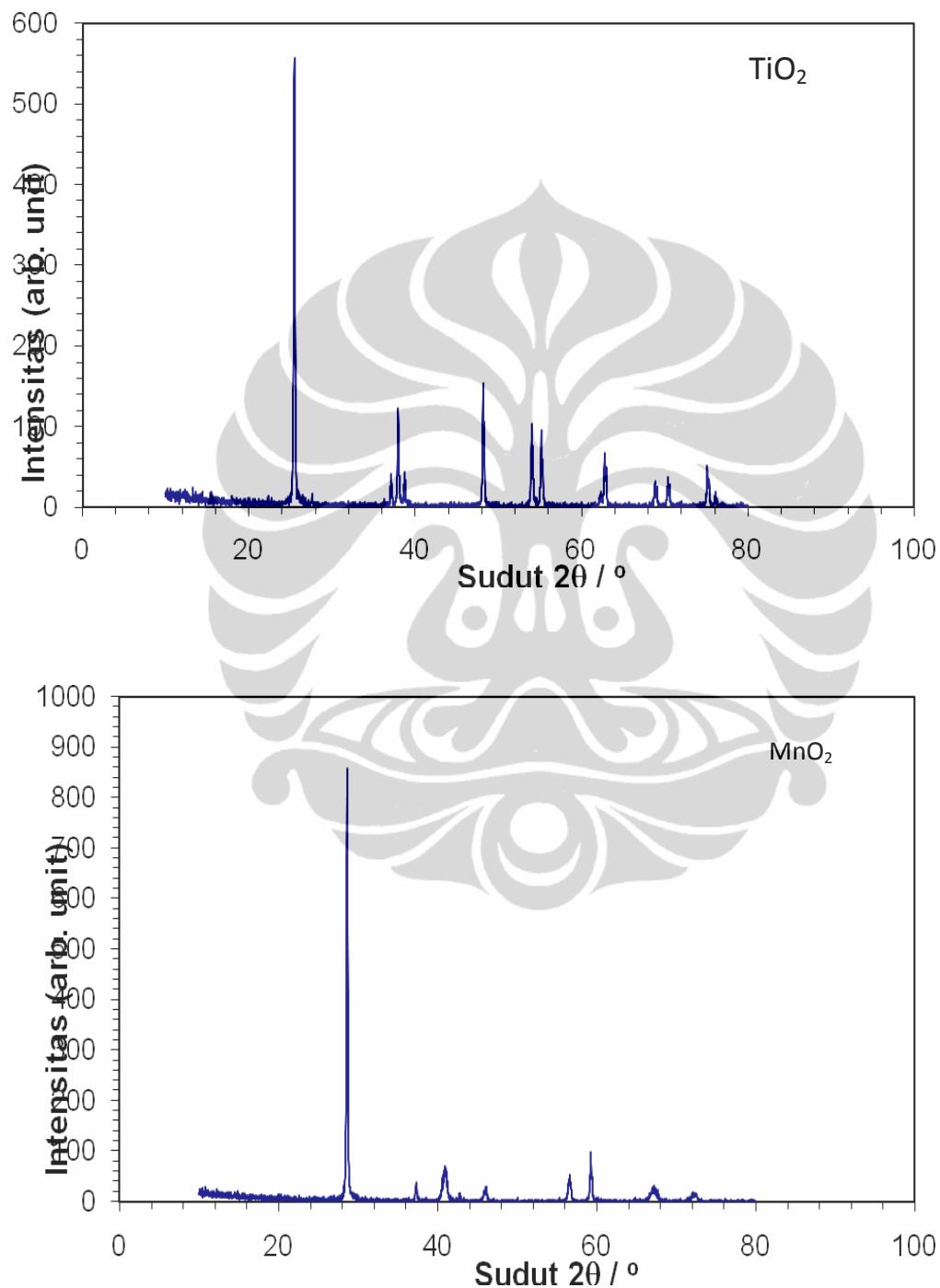
- konsentrasi pendopingan Mg ( $x = 0$ ;  $x = 0,35$ ;  $x = 0,5$ ), Tesis Pascasarjana Ilmu Material MIPA, Universitas Indonesia, Depok (2008).
12. Gillman E.S, Li M, dan Kahmen K-H; Crystallinity and Magnetoresistance in  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$  thin films. Journal of applied physics volume 84 number 11 (1998)
  13. Von Helmolt,R., Wecker, J.,Holzapfel, B., Shultz, L., Samwer, K., Phys. Rev Lett, 71, 2311 (1993)
  14. Chahara, K.I., K.I, Ohno,T.,Kasai, M., Kozono, Y.,Applied physics Letter., 63, 1990 (1993)
  15. G.H Jonker and J.H Van Santen, Ferromagnetic compound of manganese with perovskite structures, Physica, 16;337,1950.
  16. Grundy, A.N. Hallstedr, B. Gauckler, L.J (2004). Assesment of the La-Sr-Mn-O System. Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermometric 28. 191 – 201.
  17. Blasco, Gracia, J. Subias, G., Sanchez, M.C. (2004). Structure and Magnetic Properties of  $\text{LaMn}_{1-x}\text{MgxO}_3$  compounds. Phys Rev B 70.094426.
  18. Kutty, T.R.N, Phillips, J. (2002). Current switchingin semiconducting  $\text{LaMn}_{1-x}\text{MgxO}_3+\gamma$ . Materials Chemistry and Physics 73.220-226.
  19. Gillman E.S, Li M, dan Kahmen K-H; Crystallinity and Magnetoresistance in  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$  thin films. Journal of applied physics volume 84 number 11 (1998)
  20. K.H Ahn, X. W. Wu, K. Liu and C.L Chien; Effects of Fe Doping in the colossal magnetoresistive  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ . Journal of Applied Physics 81 (1997).
  21. Sahana, M., Satyalakshmi, K.M., Hedge, M.S., Prasad, V., Subramanyam,S.V, Materials Research Bulletin, Vol 32, No. 7,pp.831-837,1997.
  22. Gunanto Y.E, Budhy Kurniawan, Purwanto A. dan Wisnu Ari Adi, Analisis Struktur kristal pada paduan  $\text{La}_{0,1}\text{Ca}_{0,9}\text{Mn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_3$  ( $0 \leq x \leq 0,20$ ). Indonesian Journal of Materials Science (2007)
  23. Culyt.B.D, Elements of X-Ray Diffraction, second edition, Addison Wesley, 1978

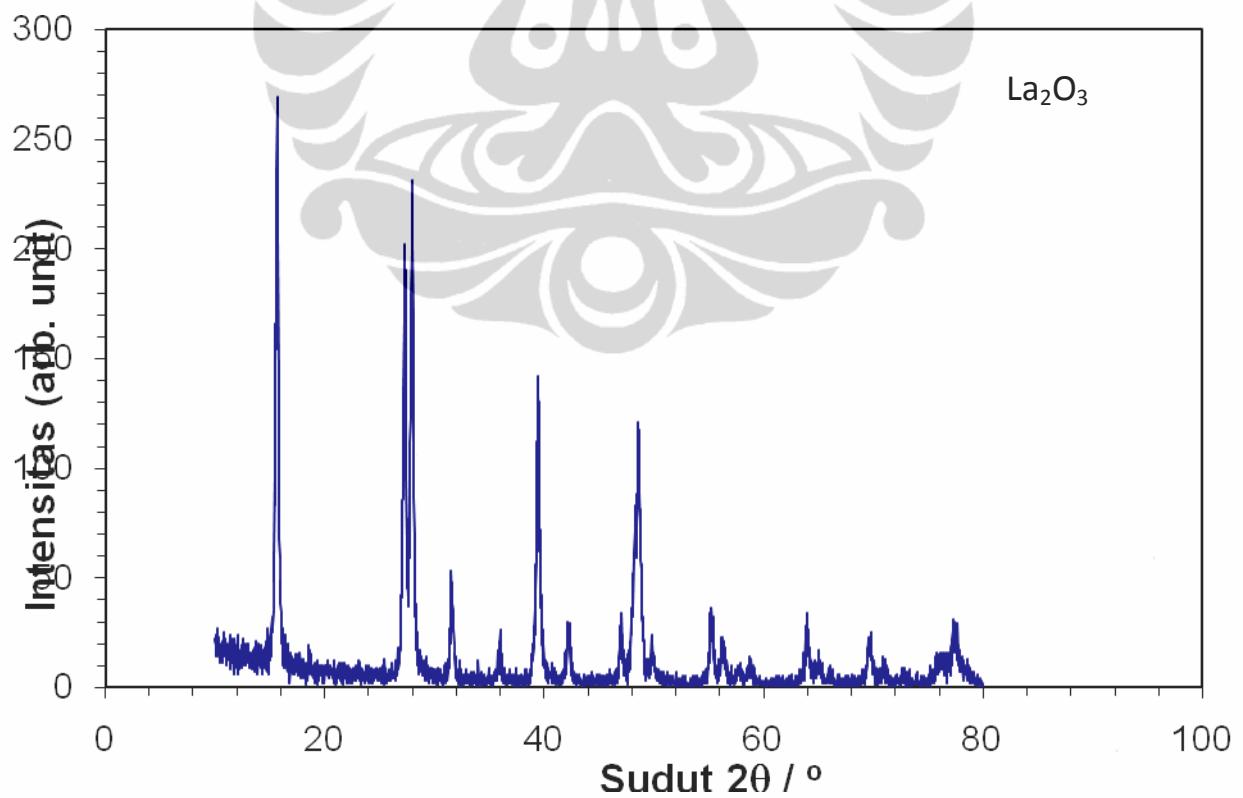
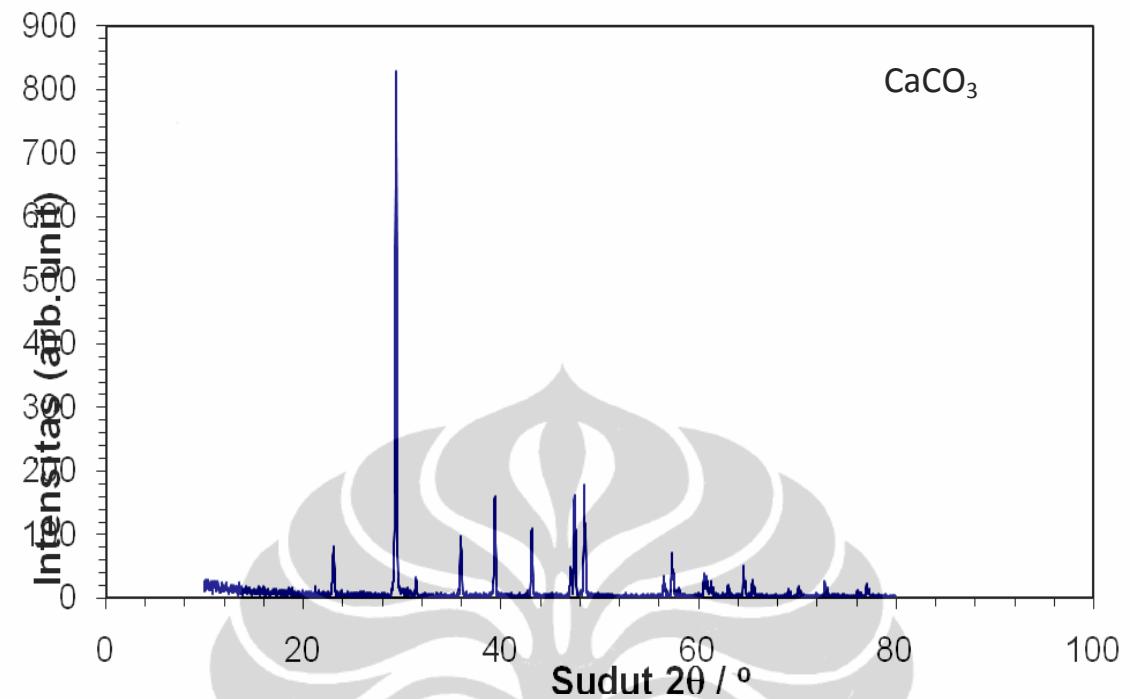
24. Swanson,, Fuyat, Natl. Bur. Stand (U.S), Circ. 539, III,33 (1954)
25. Bernstein, L.,Menlo Park, CA, USA, Private Communication. (1994)  
Sorem, Cameron, Econ. Geol., 55, 278 (1960)
26. Anonim, Titanium, Double Exchange Mechanism :  
[http://en.wikipedia.org/wiki/Double-exchange\\_mechanism.htm](http://en.wikipedia.org/wiki/Double-exchange_mechanism.htm), 06 Juli 2010
27. Burdett, J.K et al., J. Am. Chem Soc, 109, 3639 (1987) 40. Grier, D., Mc Carthy, G., North Dakota State University., Fargo, ND, USA, ICDD, Grant-in-aid, (1994).



## Lampiran 1

## Hasil Karakterisasi bahan dasar





## Lampiran 2

### Data hasil karakterisasi LRC

Konduktansi G(S)

<b>f (Hz)</b>	<b>G(S) 0,02</b>	<b>G(S) 0,04</b>	<b>G(S) 0,06</b>	<b>G(S) 0,08</b>	<b>G(S) 0,1</b>	<b>G(S) 0,12</b>
0,1	1,315E-01	2,123E-03	1,868E-03	1,422E-02	2,878E-02	6,646E-03
0,5	1,327E-01	2,141E-03	1,877E-03	1,463E-02	2,883E-02	6,967E-03
1	1,328E-01	2,150E-03	1,881E-03	1,466E-02	2,883E-02	7,043E-03
5	1,331E-01	2,191E-03	1,887E-03	1,474E-02	2,884E-02	7,144E-03
10	1,331E-01	2,196E-03	1,893E-03	1,475E-02	2,885E-02	7,179E-03
30	1,329E-01	2,201E-03	1,900E-03	1,475E-02	2,884E-02	7,190E-03
50	1,327E-01	2,205E-03	1,905E-03	1,473E-02	2,883E-02	7,191E-03
70	1,324E-01	2,209E-03	1,910E-03	1,471E-02	2,881E-02	7,179E-03
90	1,322E-01	2,211E-03	1,917E-03	1,468E-02	2,880E-02	7,160E-03
200	1,325E-01	2,218E-03	1,928E-03	1,476E-02	2,882E-02	7,259E-03
400	1,323E-01	2,230E-03	1,935E-03	1,476E-02	2,880E-02	7,263E-03
600	1,322E-01	2,227E-03	1,942E-03	1,476E-02	2,879E-02	7,261E-03
800	1,319E-01	2,230E-03	1,947E-03	1,474E-02	2,877E-02	7,252E-03
1000	1,319E-01	2,233E-03	1,952E-03	1,473E-02	2,875E-02	7,242E-03
3000	1,320E-01	2,244E-03	1,969E-03	1,475E-02	2,875E-02	7,264E-03
5000	1,320E-01	2,251E-03	1,980E-03	1,473E-02	2,874E-02	7,251E-03
7000	1,318E-01	2,255E-03	1,988E-03	1,470E-02	2,872E-02	7,227E-03
9000	1,315E-01	2,259E-03	1,994E-03	1,467E-02	2,870E-02	7,195E-03
15000	1,317E-01	2,267E-03	2,010E-03	1,476E-02	2,871E-02	7,298E-03
25000	1,317E-01	2,276E-03	2,025E-03	1,476E-02	2,869E-02	7,298E-03
35000	1,316E-01	2,282E-03	2,035E-03	1,475E-02	2,868E-02	7,297E-03
45000	1,316E-01	2,288E-03	2,045E-03	1,475E-02	2,866E-02	7,294E-03
55000	1,314E-01	2,292E-03	2,055E-03	1,474E-02	2,865E-02	7,293E-03
65000	1,314E-01	2,297E-03	2,064E-03	1,474E-02	2,864E-02	7,289E-03
75000	1,313E-01	2,302E-03	2,071E-03	1,473E-02	2,862E-02	7,286E-03
85000	1,311E-01	2,306E-03	2,078E-03	1,472E-02	2,860E-02	7,285E-03
100000	1,308E-01	2,310E-03	2,088E-03	1,472E-02	2,859E-02	7,281E-03

## Lampiran 3

Konduktivitas  $\sigma$  (S/cm)

$f$ (Hz)	$\sigma$ (S/cm) 0,02	$\sigma$ (S/cm) 0,04	$\sigma$ (S/cm) 0,06	$\sigma$ (S/cm) 0,08	$\sigma$ (S/cm) 0,1	$\sigma$ (S/cm) 0,12
0,1	1,364E-01	4,903E-04	2,710E-04	1,466E-02	1,979E-02	6,759E-03
0,5	1,377E-01	4,945E-04	2,723E-04	1,509E-02	1,983E-02	7,085E-03
1	1,377E-01	4,966E-04	2,729E-04	1,511E-02	1,983E-02	7,163E-03
5	1,380E-01	5,062E-04	2,738E-04	1,520E-02	1,984E-02	7,265E-03
10	1,380E-01	5,073E-04	2,747E-04	1,521E-02	1,984E-02	7,301E-03
30	1,378E-01	5,085E-04	2,756E-04	1,521E-02	1,983E-02	7,312E-03
50	1,376E-01	5,094E-04	2,764E-04	1,519E-02	1,982E-02	7,313E-03
70	1,373E-01	5,102E-04	2,772E-04	1,517E-02	1,981E-02	7,301E-03
90	1,370E-01	5,108E-04	2,781E-04	1,513E-02	1,981E-02	7,282E-03
200	1,374E-01	5,123E-04	2,798E-04	1,522E-02	1,982E-02	7,383E-03
400	1,372E-01	5,151E-04	2,808E-04	1,522E-02	1,981E-02	7,387E-03
600	1,370E-01	5,145E-04	2,817E-04	1,521E-02	1,980E-02	7,385E-03
800	1,368E-01	5,152E-04	2,826E-04	1,520E-02	1,979E-02	7,376E-03
1000	1,367E-01	5,159E-04	2,832E-04	1,519E-02	1,977E-02	7,365E-03
3000	1,369E-01	5,185E-04	2,857E-04	1,520E-02	1,977E-02	7,388E-03
5000	1,368E-01	5,199E-04	2,872E-04	1,518E-02	1,976E-02	7,375E-03
7000	1,366E-01	5,209E-04	2,885E-04	1,516E-02	1,975E-02	7,350E-03
9000	1,363E-01	5,218E-04	2,894E-04	1,512E-02	1,974E-02	7,318E-03
15000	1,366E-01	5,236E-04	2,916E-04	1,522E-02	1,974E-02	7,422E-03
25000	1,365E-01	5,256E-04	2,938E-04	1,521E-02	1,973E-02	7,422E-03
35000	1,365E-01	5,270E-04	2,953E-04	1,521E-02	1,972E-02	7,421E-03
45000	1,364E-01	5,285E-04	2,968E-04	1,520E-02	1,971E-02	7,418E-03
55000	1,363E-01	5,294E-04	2,981E-04	1,520E-02	1,970E-02	7,417E-03
65000	1,363E-01	5,306E-04	2,994E-04	1,519E-02	1,970E-02	7,413E-03
75000	1,362E-01	5,316E-04	3,005E-04	1,519E-02	1,968E-02	7,410E-03
85000	1,360E-01	5,328E-04	3,016E-04	1,518E-02	1,967E-02	7,408E-03
100000	1,356E-01	5,335E-04	3,029E-04	1,517E-02	1,966E-02	7,405E-03

## Lampiran 4

## Log Konduktivitas

<b>log f</b>	<b>log σ</b>						
	<b>0,02</b>	<b>0,04</b>	<b>0,06</b>	<b>0,08</b>	<b>0,1</b>	<b>0,12</b>	
-1,0000	-0,8652	-3,3095	-3,5670	-1,8339	-1,7035	-2,1701	
-0,3010	-0,8612	-3,3059	-3,5650	-1,8214	-1,7027	-2,1496	
0,0000	-0,8610	-3,3040	-3,5639	-1,8206	-1,7027	-2,1449	
0,6990	-0,8600	-3,2957	-3,5625	-1,8183	-1,7025	-2,1388	
1,0000	-0,8601	-3,2948	-3,5611	-1,8179	-1,7025	-2,1366	
1,4771	-0,8607	-3,2937	-3,5596	-1,8179	-1,7026	-2,1359	
1,6990	-0,8614	-3,2930	-3,5585	-1,8184	-1,7028	-2,1359	
1,8451	-0,8623	-3,2923	-3,5572	-1,8191	-1,7031	-2,1366	
1,9542	-0,8631	-3,2918	-3,5558	-1,8200	-1,7032	-2,1377	
2,3010	-0,8621	-3,2905	-3,5532	-1,8177	-1,7030	-2,1318	
2,6021	-0,8626	-3,2881	-3,5516	-1,8176	-1,7032	-2,1315	
2,7782	-0,8631	-3,2886	-3,5502	-1,8177	-1,7033	-2,1317	
2,9031	-0,8639	-3,2880	-3,5489	-1,8181	-1,7036	-2,1322	
3,0000	-0,8641	-3,2875	-3,5480	-1,8186	-1,7039	-2,1328	
3,4771	-0,8635	-3,2853	-3,5441	-1,8181	-1,7040	-2,1315	
3,6990	-0,8638	-3,2841	-3,5418	-1,8186	-1,7042	-2,1323	
3,8451	-0,8644	-3,2833	-3,5399	-1,8194	-1,7044	-2,1337	
3,9542	-0,8655	-3,2825	-3,5386	-1,8204	-1,7047	-2,1356	
4,1761	-0,8646	-3,2810	-3,5352	-1,8177	-1,7046	-2,1295	
4,3979	-0,8647	-3,2793	-3,5320	-1,8178	-1,7048	-2,1295	
4,5441	-0,8649	-3,2782	-3,5297	-1,8179	-1,7050	-2,1295	
4,6532	-0,8651	-3,2770	-3,5276	-1,8181	-1,7053	-2,1297	
4,7404	-0,8655	-3,2762	-3,5256	-1,8182	-1,7055	-2,1298	
4,8129	-0,8656	-3,2752	-3,5237	-1,8183	-1,7056	-2,1300	
4,8751	-0,8660	-3,2744	-3,5221	-1,8185	-1,7059	-2,1302	
4,9294	-0,8665	-3,2735	-3,5206	-1,8187	-1,7062	-2,1303	
5,0000	-0,8676	-3,2728	-3,5187	-1,8189	-1,7064	-2,1305	