

BAB II STUDI LITERATUR

2.1 Sifat-sifat magnetik bahan

Ferromagnetik merupakan suatu gejala magnetisasi spontan. Dimana dalam magnetisasi bahan ferromagnetik terdapat ketidakhadiran medan magnetik terapan. Dalam hal ini Contoh bahan magnetik yang paling baik adalah logam transisi, yaitu: Besi, Kobalt dan Nikel, dan ada juga elemen lainnya, yaitu campuran transisi atau elemen-elemen rare earth yang juga menunjukkan bahan ferromagnetism.

Ferromagnetik muncul dibawah suatu temperatur pasti, yang dikenal sebagai temperatur transisi ferromagnetik atau secara simpel disebut temperatur Curie. Temperatur ini bergantung pada jenis zatnya, untuk bahan seperti Fe, Co, Gd, Dy dan bahan yang lain lebih kecil. Sebagai contoh bahan EuO yang memiliki temperatur Curienya adalah 70 K dan untuk EuS kurang dari 70 K.

Pada temperaturnya diatas temperatur Curie, momen secara acak terorientasi, hasil dari net magnetisasinya adalah nol. Didalam daerah ini zatnya bersifat paramagnetik, dan suseptibilitasnya diberikan oleh persamaan :

$$\chi = \frac{C}{T - T_C} \dots\dots\dots 1$$

Dimana χ adalah Suseptibilitas, C adalah konstanta Curie dan T_C adalah temperatur Curie.

Hukum Curie-Weiss bisa diturunkan dengan menggunakan argumen yang diusulkan Weiss. Didalam bahan momen ferromagnetik termagnetkan secara spontan, yang menunjukkan kehadiran suatu medan internal untuk menghasilkan magnetisasi ini. Weiss mengasumsikan bahwa medan sebanding dengan magnetisasi

$$B = \lambda M \dots\dots\dots 2$$

Dimana λ adalah konstanta Weiss. Weiss menyebut medan ini adalah medan molekular dan yang dipikirkannya bahwa medan ini adalah hasil dari molekul-molekul didalam sampel. Berdasarkan kenyataan, bahwa titik asal medan ini adalah pertukaran interaksi(exchange interact). Pertukaran interaksi(exchange interact) adalah konsekwensi dari prinsip larangan Pauli dan interaksi Coulomb antara elektron-elektron. Anggaplah suatu contoh sistem dua elektron. Ada dua susunan yang mungkin untuk spin-spin elektron; paralel atau antiparalel lain. Jika mereka paralel, bahwa prinsip larangan mensyaratkan elektron-elektron bagian jauh tersisa. Dua susunan ini mempunyai energi berbeda karena, saat elektron mendekat bersama, energi timbul sebagai suatu hasil penolakan coulomb, hal ini adalah penjelasan nyata dari aturan Hund pertama dimana sistem elektron-elektron mempunyai kecenderungan untuk memiliki spin tinggi, dimana tidak ada larangan oleh prinsip Pauli. Sebagaimana kita lihat dari contoh ini energi elektrostatis suatu sistem elektron bergantung pada orientasi relatif spin-spin; perbedaan didalam energi mendefinisikan exchange energi(pertukaran energi). Interaksi exchange adalah range singkat. Dengan demikian, hanya atom-atom terdekat yang dapat merespon dalam menghasilkan medan molekular. Besar medan molekular (exchange) sangat besar dengan orde berkisar 10^7 atau 10^3 T. Hal ini tidak mungkin menghasilkan masing-masing medan di laboratorium.

Untuk mempertimbangkan fase paramagnetik: suatu medan applied magnetik B_o dapat mengakibatkan suatu magnetisasi terbatas, dan didalam gilirannya ini mengakibatkan suatu medan terbatas B_e , jika χ_p = adalah suseptibilitas paramagnetik, magnetisasi terinduksi diberikan oleh:

$$M = \chi_p (B_o + B_e) = \chi_p (B_o + \lambda M) \dots\dots\dots 3$$

Dengan catatan bahwa magnetisasi adalah sebanding dengan konstanta suseptibilitas dikali medan dimana penyearahan fraksinya kecil. Dan dengan memasukkan asumsi bahwa spesimen didalam fase paramagnetik. Persamaan (3) harus ditentukan sebagai suatu persamaan konsisten tersendiri untuk magnetisasi. Hal ini dapat dipecahkan secara eksplisit untuk nilai magnetisasi, yaitu:

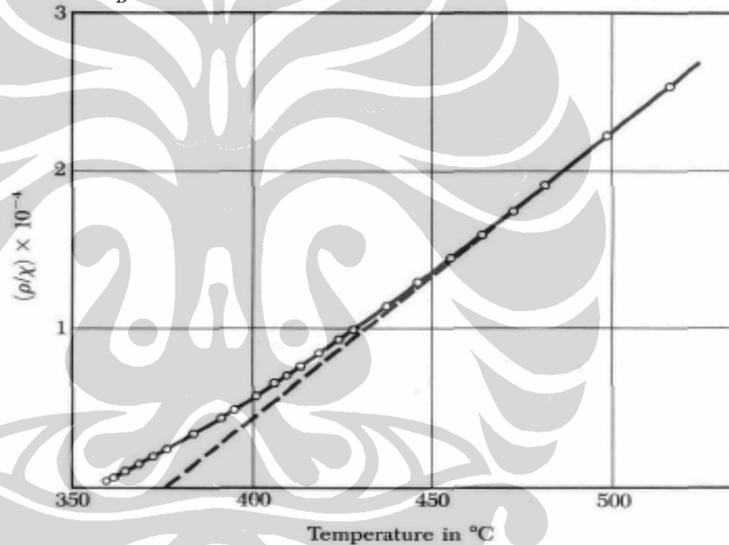
$$M = \frac{\chi_p B_o}{1 - \chi_p \lambda} \dots\dots\dots 4$$

Diketahui bahwa suseptibilitas paramagnetik diberikan oleh hukum Curie $\chi = C/T$, dimana C adalah konstanta Curie. Dengan demikian kita temukan untuk suseptibilitas bahan paramagnetik adalah :

$$M = \frac{M}{B} = \frac{C}{T - C\lambda} = \frac{C}{T - T_c} \dots\dots\dots 5$$

Suseptibilitas (5) mempunyai suatu singularitas pada $T_c = C\lambda$. Pada temperatur ini (dan dibawah) ada suatu magnetisasi spontan, sebab jika χ tak berhingga supaya kita bisa mendapatkan suatu M terbatas untuk B_0 nol. Penggunaan ekspresi kita jelaskan lebih awal untuk C. Dimana $C = \frac{Np^2\mu_B^2}{3k_B}$ temperatur Curie diberikan

oleh: $T_c = \frac{N\lambda p^2 \mu_B^2}{3k_B} \dots\dots\dots 6$



Gambar2. 1 Resiprokal dari suseptibilitas per gram Nikel didalam lingkungan temperatur Curie(358°C). Garis putus-putus suatu ekstrapolasi linear dari temperatur tinggi.

Hukum Curie-Weiss menggambarkan dengan agak baik variasi suseptibilitas teruji didalam daerah paramagnetik diatas titik Curie(gambar 1). Hanya disekitar temperatur Curie suatu deviasi dapat dicatat yang diamati. Kenyataan bahwa fluktuasi kuat momen magnetik mendekati temperatur fase transisi bisa digambarkan oleh rata-rata teori medan yang digunakan untuk menurunkan hukum Curie-Weiss. Perhitungan akurat menduga bahwa:

$$\chi^\infty \frac{C}{(T - T_c)^{1.33}} \dots\dots\dots 7$$

Pada temperatur sangat dekat untuk T_C ,

Kita bisa menggunakan rata-rata perkiraan medan dibawah temperatur Curie untuk menemukan magnetisasi sebagai suatu fungsi temperatur. Kita bisa memproses sebagaimana sebelumnya tapi sebagai pengganti hukum Curie adalah valid untuk medan magnetik terlalu tinggi dan temperatur tidak terlalu rendah kita bisa gunakan fungsi Brillouin. Jika kita abaikan medan magnetik terapan dan tempatkan kembali B oleh medan exchange $B_E = \lambda M$ kita dapatkan:

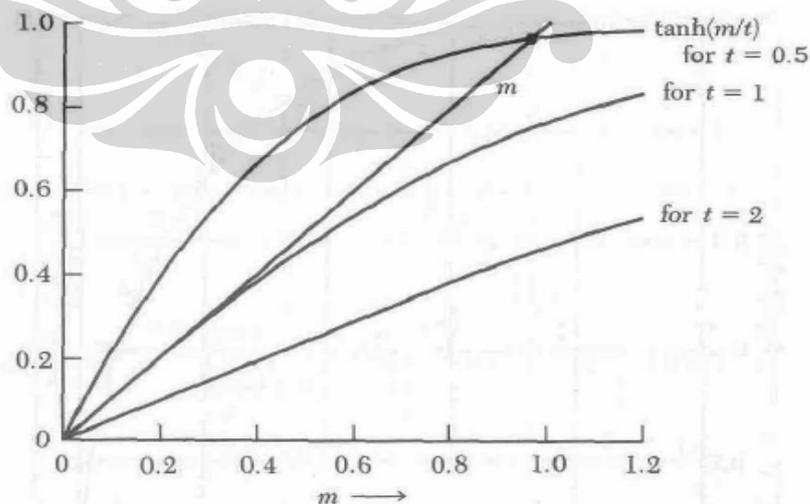
$$M = N g J \mu_B B_j \left(\frac{g J \mu_B \lambda M}{k T} \right) \dots\dots\dots 8$$

Dimana $B_j(x)$ adalah fungsi Brillouin. Persamaan non-linear ini didalam M , dimana dapat dipecahkan secara numerik.

Sekarang kita dapat lihat bahwa solusi persamaan ini dengan nonzero M berada didalam range temperatur antara 0 dan T_c . Untuk memecahkan (8) kita tulis dengan syarat magnetisasi tereduksi $m = N g J \mu_B M$ dan temperatur tereduksi

$$t = \frac{k T}{N g^2 \mu_B^2 J^2 \lambda} \text{ dimana}$$

$$m = B_j \left(\frac{m}{t} \right) \dots\dots\dots 9$$



Gambar2. 2 solusi grafik persamaan (9) untuk magnetisasi tereduksi m sebagai suatu fungsi temperatur. Sisi kiri persamaan (9) diplot sebagai suatu garis lurus m dengan unit slope. Sisi tangan kanan persamaan (9) diplot terhadap m untuk tiga nilai berbeda

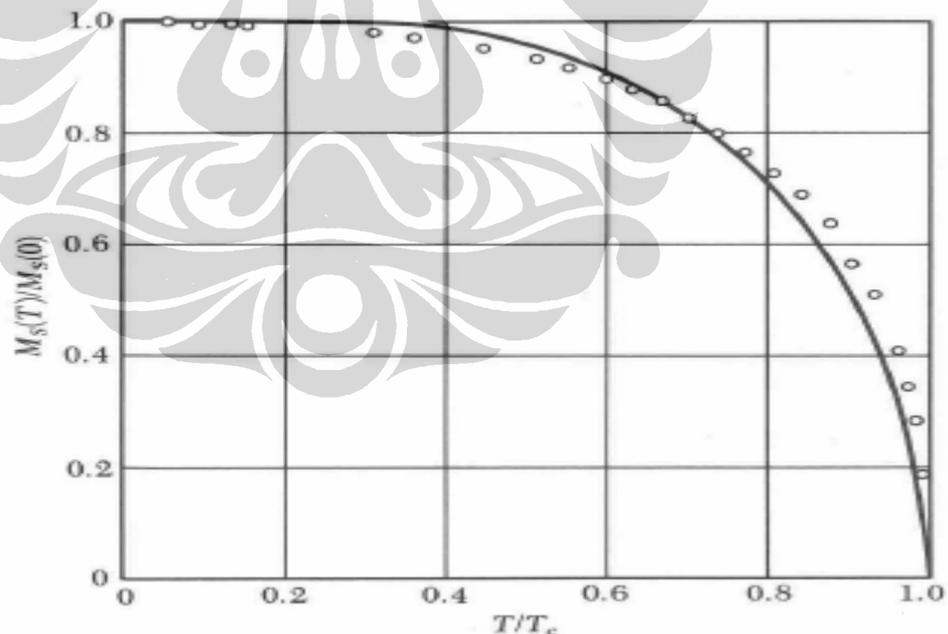
temperatur tereduksi $t = \frac{k_B T}{N \mu_o^2 J^2 \lambda} = \frac{k_B T}{N \mu_o^2 J^2 \lambda} = T/T_c$. Tiga kurva berkoresponding untuk

temperatur $2T_c$, T_c dan $0.5T_c$. Kurva untuk $t=0.5$ didalam daerah ferromagnetik dan berpotongan garis lurus m pada kira-kira $m=0.94N\mu_B$. Sebagaimana t menuju 0 berpotongan merapat menuju $m=1$, agar supaya seluruh momen magnetik segaris pada nol absolut.

Kita kemudian memplot sisi kiri dan kanan persamaan ini secara terpisah sebagai fungsi m , sebagaimana didalam gambar 2 yang diplot untuk $J=S=1/2$. Perpotongan dua kurva memberikan nilai m pada temperatur menarik. Temperatur

kritis adalah $t=1$, atau $T_c = \frac{N \mu_B^2 \lambda}{k_B}$.

Kurva M terhadap T dijelaskan didalam cara ini menghasilkan kembali keragaman hasil eksperimental, sebagaimana ditunjukkan didalam gambar 3 untuk nikel. Sebagaimana T bertambah dan magnetisasi berkurang secara perlahan menuju nol pada $T=T_c$.



Gambar2.3 magnetisasi saturasi nikel sebagai suatu fungsi temperatur, bersama dengan kurva teoritikal untuk $S=1/2$ pada rata-rata teori medan.

Rata-rata teori medan tidak memberikan suatu gambaran baik variasi M pada temperatur rendah. Rata-rata teori medan memprediksi konvergensi eksponensial

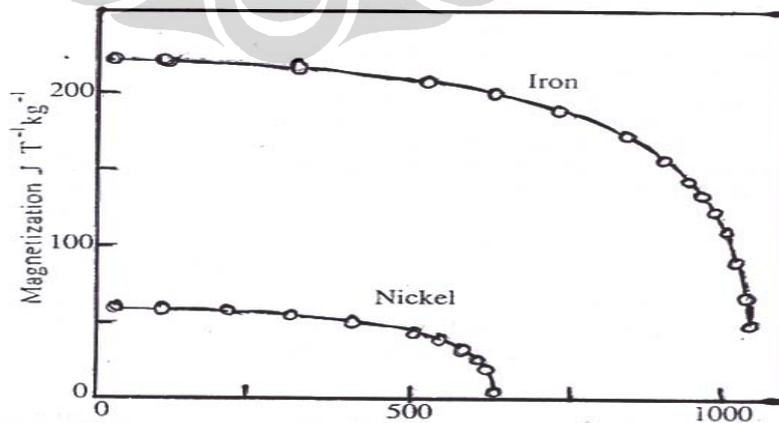
magnetisasi nilai pada temperatur nol. Hasil eksperimen menunjukkan lebih cepat tergantung pada ΔM diatas temperatur pada temperatur-temperatur rendah, yaitu:

$$\frac{\Delta M}{M} = AT^{3/2} \dots\dots\dots 10$$

Dimana A adalah beberapa konstanta berbeda untuk logam-logam berbeda. Hasil(10) menemukan suatu penjelasan alami dengan syarat teori gelombang spin.

2.2 Temperature Curie

Temperatur Curie adalah suatu temperatur dimana suatu bahan ferromagnetik akan mengalami perubahan menjadi bahan paramagnetik. Apabila suhunya berada diatas suhu curienya, maka bahan tersebut bersifat paramagnetik. Didalam suatu bahan ferromagnetik juga terdapat apa yang disebut magnetisasi spontan. Magnetisasi spontan sangat bergantung pada temperatur(Gambar 2.1), dimana bahan ferromagnetik memiliki magnetisasi spontan dan nilai magnetisasi spontan terbesarnya(maksimum) pada temperatur nol absolut(0 K). Sebaliknya nilai magnetisasi spontan juga akan mengalami penurunan dengan adanya kenaikan temperatur, nilai magnetisasi spontan akan menjadi nol pada saat temperaturnya sama dengan temperatur Curiannya(T_c).



Gambar 2.4 Magnetisasi spontan diplot terhadap temperatur untuk besi dan nikel.[17]

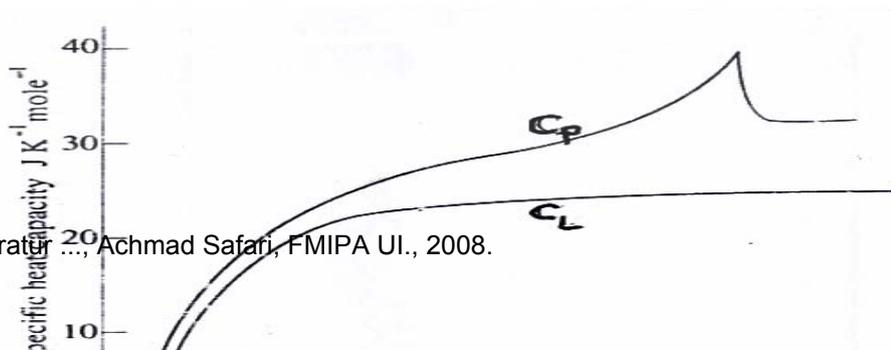
Kapasitas kalor spesifik (*specific heat capacity*) bahan ferromagnetik berisi suatu komponen magnetik yang signifikan, yaitu C_m , dimana C_m adalah sesuatu yang terdapat pada bagian kapasitas kalor spesifik, dan total kapasitas kalor (kebanyakan berasal dari kisi dan dari konduksi elektron gas) yang juga terdapat pada material non magnetik. Pembagian dua garis yang berbeda pada garis kurva terlihat jelas didalam grafik kapasitas panas terhadap temperatur (gambar 2.3), pada temperatur curie yang merupakan tipikal dari perubahan fase second order thermodynamic (*second order thermodynamic phase*). Jika dikaitkan dengan adanya kehilangan **long range magnetik order pada T_c** , maka kapasitas panas magnetik kecil yang timbul hanya terdapat diatas T_c dengan keberadaan residual short-range magnetic order, jika hal ini dihubungkan dengan keberadaan entropi ΔS_m , maka keadaan magnetik yang dijelaskan dari hasil pengukuran kapasitas kalor dapat dijelaskan oleh persamaan:

$$\Delta S_m = \int C_m / T dT \dots\dots\dots 11$$

Dengan memperhitungkan seluruh range temperatur keadaan *ferromagnetic*, keadaan entropi magnetic dihubungkan dengan jumlah kuantum spin S (dengan demikian momen magnetik) atom-atom, maka diperoleh persamaan:

$$\Delta S_m = cR \ln(2s + 1) \dots\dots\dots 12$$

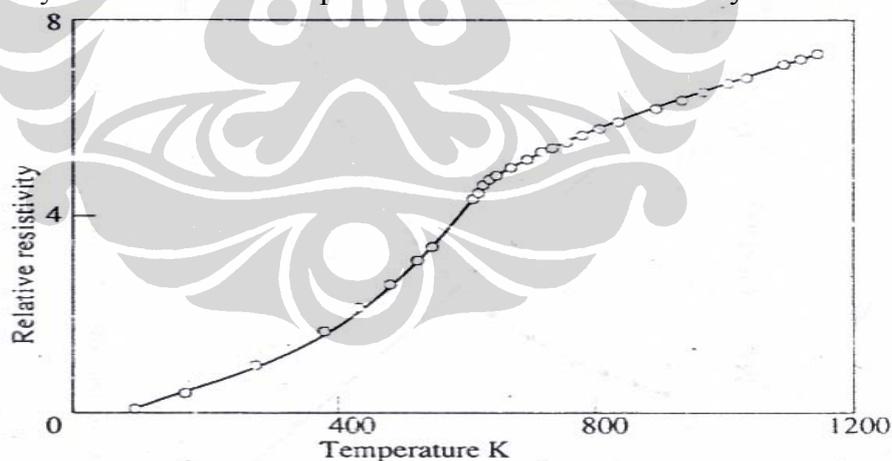
Dimana c adalah fraksi keberadaan atom-atom pembawa momen magnet dan R adalah konstanta gas.



Studi temperatur ... Achmad Safari, FMIPA UI., 2008.

Gambar 2.5 Kapasitas kalor spesifik nikel, sebagai fungsi temperature. Sumbangan total (C_p) dari kisi (C_L) elektron (C_E) dan bagian magnetik(C_m).[17]

Dalam hal ini juga terdapat hubungan antara keadaan magnetik suatu ferromagnetik dan hambatan listriknya. Keterikatan hambatan listrik diilustrasikan didalam gambar 2.5. Sementara disorder dari beragam macam menyumbangkan resistivitasnya, dimana dapat kita duga bahwa permulaan magnetik orde saat sebuah bahan ferromagnetik didinginkan melalui temperatur Curienna disertai oleh suatu penurunan didalam resistivitasnya.



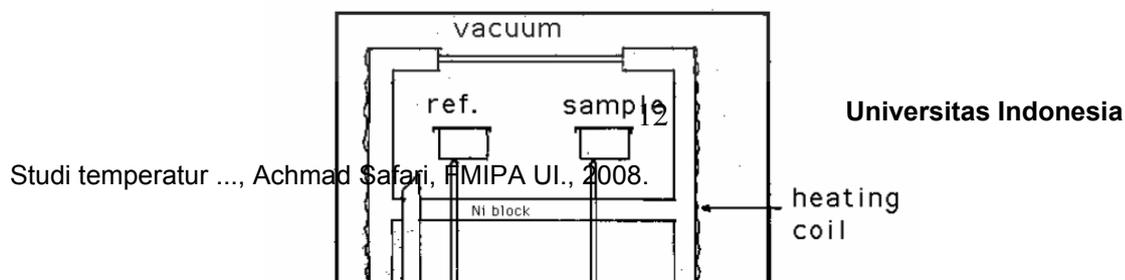
Gambar 2.6 resistivitas nikel relatif untuk nilainya pada 273K) sebagaimana suatu fungsi temperatur. Temperatur Curie adalah 631 K.[17]

2. 3 Differential Thermal Analysis(DTA)

DTA kepanjangan dari differential thermal analyzer, dimana fungsi alat tersebut adalah untuk membedakan suhu antara sampel dan referen. Berdasarkan pada prinsipnya DTA meliputi proses pemanasan(temperatur naik) dan proses pendinginan(temperatur turun) untuk sampel uji dan referen secara inersia kondisi identik, dimana pada saat temperatur terekam maka terdapat beberapa perbedaan temperatur antara sampel dan referen. Temperatur differential ini kemudian diplot terhadap waktu, atau terhadap suhu. Perubahan absorpsi panas yang terjadi didalam sampel sangat berperan penting dan evolusi dari panas yang terdeteksi relatif terhadap referensi inersia.

Differential temperatur bisa juga timbul antara dua sampel inersia ketika respon keduanya diterapkan pada perlakuan panas yang tidak identik. Peristiwa ini digunakan untuk mempelajari sifat termal dari perubahan fase material, dimana hal yang tidak berperan adalah perubahan entalpinya. Baseline dari perubahan kurva DTA semestinya tidak kontinu pada temperatur transisi dan slope kurva pada beberapa titik. Dan hal ini bergantung pada mikrostruktural temperatur tersebut. Kurva DTA bisa digunakan juga sebagai fingerprint untuk tujuan identifikasi, contohnya, yaitu dalam studi tanah liat, dimana pada studi tanah liat terjadi kesamaan pada strukturnya sehingga perbedaan yang terjadi sangat sulit dalam menginterpretasikan eksperimen difraksi.

DTA didefinisikan secara resmi sebagai suatu teknik dalam membedakan perekaman temperatur antara zat dan referensi terhadap waktu atau temperatur, dimana dua specimen diuji dalam lingkungan panas atau dingin yang terkontrol secara rata-rata.



Gambar 2.7 Ilustrasi skema dari sebuah DTA[12]

Kunci utama suatu differential thermal analysis kit, pada gambar 2.6, yaitu :

1. sample holder terdiri dari thermocouple, sample containers dan sebuah keramik atau blok logam.
2. Furnace
3. Temperature programmer
4. recording system

Tiga item terakhir tidak didiskusikan secara detail, dan yang menjadi persyaratan penting adalah furnace yang harus menyediakan suatu zona panas secara cukup dan stabil, dan dapat merespon dengan cepat dari perintah temperatur programmer dalam mengarahkan temperatur programmer. Temperatur programmer sangat penting dalam menjelaskan pemanasan rata-rata secara konstan. Dalam sistem recording semesti mempunyai inersia yang rendah dalam menghasilkan kembali secara tepat susunan eksperimen.

Pemasangan sample holder terdiri dari dua termocouple, yang masing-masing untuk sample dan reference, dan dikelilingi oleh sebuah blok yang berfungsi memastikan distribusi panas. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam suatu crucible kecil yang didesain dengan suatu lekukan (indentation) pada dasarnya untuk memastikan kenyamanannya diatas thermocouple bead. Crucible dapat dibuat dari material seperti: Pyrex, silica, nickel, atau platinum. Crucible ini bergantung

pada temperature dan uji tes alami. Thermocouple tidak harus ditempatkan dengan kontak langsung dengan sampel untuk menghindari kontaminasi dan degradasi, meskipun sensitivitas bisa dikompromikan.

Blok-blok logam cenderung lebih kecil saat melintasi baseline dibandingkan dengan keramik yang mengandung porositas. Sebaliknya konduktivitas termal mempunyai peran sangat penting pada puncak-puncak DTA yang lebih kecil. Sampel assembly diisolasi terhadap interferensi listrik dari pemasangan furnace dengan metode sheath, dimana sering dibuat dari bahan keramik dengan dilapisi platinum. Sarung(sheath) bisa juga digunakan untuk mengisi sample region dibawah kontrol suatu atmosphere atau vakum. Selama eksperimen temperatur didalam range 200-500° C, dan masalah yang dihadapi (encoutered) didalam pentransferan panas secara seragam dari specimen. Hal ini dapat diredakan oleh pemakaian termocouple untuk menjamin reproduksibilitas, kemudian hal ini juga penting untuk menjamin bahan termocouple dan kontainer secara konsisten satu sama lain

Faktor eksperimen

Ketelitian adalah penting dalam menyeleksi parameter eksperimental. Contohnya, yaitu efek pada lingkungan spesimen, komposisi, ukuran dan perbandingan permukaan volume dari pengaruh seluruh reaksi dekomposisi powder, dimana variabel partikular tidak dapat mempengaruhi perubahan fase zat padat. Secara eksperimen menampilkan powder, maka hasil data tidak dapat mewakili sampel bulk, dimana transformasi dapat diawasi oleh penambahan kekuatan dari strain energi. Keadaan kumpulan beberapa sampel powder menjadi sangat penting dalam reaksi dekomposisi dan dapat menuju variasi-variasi besar diantara sampel yang secara indentik berbeda.

Dalam beberapa keadaan, rata-rata evaluasi panas dapat cukup tinggi untuk mensaturasi kapabilitas respons sistem pengukuran, hal ini lebih baik nantinya untuk melarutkan sampel uji dengan material inert. Untuk fase pengukuran suhu,

sebaiknya bisa dipastikan bahwa temperatur puncak tidak berbeda dengan ukuran sampel.

Bentuk suatu ukuran puncak DTA bergantung pada berat sampel dan rata-rata pemanasan yang digunakan. Penurunan rata-rata pemanasan secara kasar ekuivalen untuk mengurangi berat sampel. Keduanya menunjukkan peningkatan puncak dan resolusi yang lebih tajam, meskipun ini hanya berguna jika perbandingan sinyal noise tidak dapat dikompromikan (diabaikan). Pengaruh rata-rata bentuk puncak dan disposisi, dan ini secara menguntungkan bisa digunakan didalam studi reaksi diskomposisi, tapi penting dalam analisis kinetik dalam meminimalkan gradient termal oleh pengurangan ukuran spesimen atau rata-rata pemanasan.

Interpretasi dan Presentasi Data

Suatu kurva DTA sederhana dapat terdiri dari bagian linear dipindahkan dari absis karena kapasitas panas dan konduktivitas panas sampel uji dan referens tidak indentik, dan puncak berhubungan dengan evolusi atau absorpsi panas mengikuti perubahan fisik dan kimia didalam sampel uji. Dimana terdapat kesulitan kesulitan dengan pengukuran transisi suhu menggunakan kurva DTA. Permulaan puncak DTA secara prinsip memberikan temperature awal, tapi ada mungkin ada kelambatan temperatur bergantung pada lokasi termokopel yang berkenaan dengan sampel referens dan uji atau blok DTA. Hal tersebut adalah cara untuk mengkalibrasi peralatan dengan material-material diketahui titik lebur secara tepat. Luas puncak (A), yang dihubungkan dengan perubahan entalpi didalam sampel uji, yaitu tertutup antara puncak dan *interpolated baseline*. Ketika termokopel differensial didalam termal, tapi tidak secara kontak fisik dengan bahan-bahan uji dan referens, hal ini ditunjukkan bahwa A adalah :

$$A = \frac{mq}{gK} \dots\dots\dots 13$$

Dimana m adalah massa sampel, q adalah perubahan entalpi per unit massa, $g =$ adalah suatu *shape factor* terukur. Dan K adalah konduktivitas termal sampel. Dengan sampel porous, dipadatkan atau ditumpuk, Pengisian gas pori-pori bisa merubah konduktivitas termal atmosfer sekeliling pengisi DTA dan menunjukkan kesalahan besar peak area. Situasi dibuat salah saat gas-gas dikembangkan dari sampel, pembuatan konduktivitas termal lingkungan sel DTA berbeda dari yang digunakan didalam eksperimen kalibrasi.

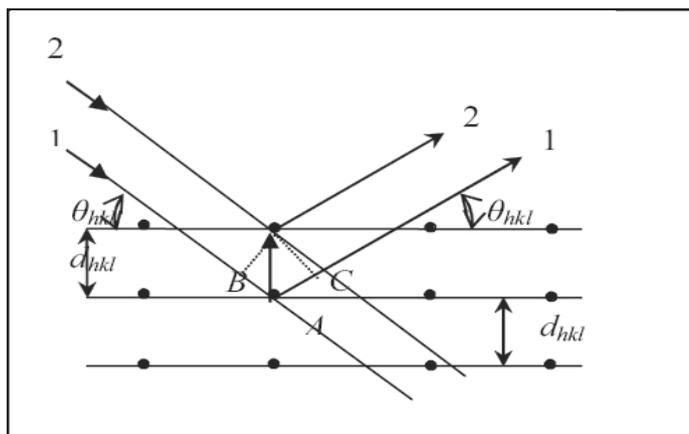
Peralatan DTA dikalibrasi untuk entalpi dengan pengukuran peak areas pada sampel-sampel standar melewati range specified temperatur. Kalibrasi harus didasarkan pada paling sedikit dua sampel berbeda, keduanya yaitu eksperimen pemanasan dan pendinginan. Hal ini mungkin untuk mengukur kapasitas panas C_p pada tekanan konstan menggunakan DTA:

$$C_p = K' \frac{T_2 - T_1}{mH} \dots\dots\dots 14$$

Dimana T_1 dan T_2 adalah temperatur differensial dibangkitkan saat peralatan pertama kali berjalan tanpa beberapa sampel sama sekali dan kemudian sampel uji didalam posisinya. H adalah rata-rata pemanasan dan K' ditentukan oleh kalibrasi terhadap *standard substances*.

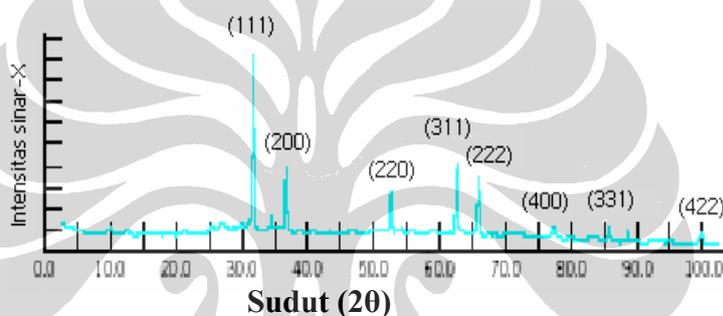
2.4 Studi X Ray Diffraction(XRD)

XRD digunakan untuk menentukan struktur kristal sample FeSi, merupakan intensitas yang didifraksikan oleh bidang-bidang kristal.



Gambar (2.8) Difraksi Bragg[11]

Hasil yang ditampilkan berupa peak seperti contoh berikut :



Gambar (2.9) Puncak pada XRD[11]

Hamburan sinar pada bidang kisi yang berbeda harus hamburan koheren untuk mendapatkan intensitas maksimum. Intensitas maksimum terjadi pada bidang khusus (h k l) dengan jarak d antara bidang tetangga pada sudut Bragg antara sinar datang dengan sinar hambur sebesar 2θ . Hubungan ini disebut sebagai hukum Bragg dengan persamaan :

$$d = \frac{n \cdot \lambda}{2 \cdot \sin \theta} \dots\dots\dots 15$$

Puncak-puncak intensitas kedua grafik juga mempunyai perbedaan yang signifikan. Perbedaan ini disebabkan oleh beberapa faktor sebagai berikut :

Faktor utama yang menentukan intensitas difraksi sinar x adalah faktor struktur $|F_{hkl}|^2$. Disamping itu terdapat lain yang menentukan tinggi rendahnya intensitas yaitu faktor multiplisitas, faktor Lorentz-polarisasi, absorpsi, temperatur dan hamburan tak koheren.

4.2.3 Faktor Multiplisitas

Faktor Multiplisitas(p) didefinisikan sebagai faktor yang mengakibatkan kemungkinan duplikasi dari bidang atom yang indeks millernya memiliki jarak antar atom (d-spacing) yang sama. Faktor multiplisitas(p) bergantung pada sistem Kristal.

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = a \dots\dots\dots 16$$

$$d_{100} = \frac{a}{\sqrt{1^2 + 0^2 + 0^2}} = a \dots\dots\dots 17$$

Sedangkan bidang 010 atau 001, akan mempunyai d spacing yang sama. Kalau ditambah dengan bidang-bidang $\bar{1}00$, $0\bar{1}0$, dan $00\bar{1}$ maka seluruh bidang yang menghasilkan d yang sama (puncak difraksi yang sama) ada 6. Hal ini berarti bahwa intensitas difraksi pada bidang 100 adalah 6 kali intensitas teorinya. Faktor multiplisitas besarnya berbanding lurus dengan besar intensitas pada bidang atom.

2.4.2 Faktor Lorentz-Polarisasi

Faktor polarisasi berasal dari sinar-x sumber yang tak terpolarisasi. Polarisasi ini dapat dibagi ke dua komponen bidang polarisasi, dan intensitas hamburan total merupakan jumlah intensitas dua komponen yang tergantung pada sudut hamburan. faktor polarisasi sebesar:

$$\frac{1}{2}(1 + \cos^2 2\theta) \dots\dots\dots 18$$

Sementara factor lorentz berasal dari geometri yang berhubungan dengan orientasi bidang –bidang refleksi dalam kristal yang juga mempengaruhi intensitas sinar terdifraksi. Ada ketergantungan natar intensitas sinar terdifraksi. Ada ketergantungan antara intensitas dan

Faktor lorentz

$$\frac{1}{\sin^2 \theta \cos \theta} \dots\dots\dots 19$$

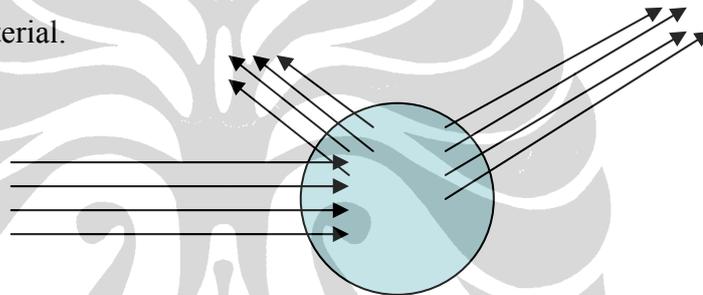
Sehingga factor Lorentz-polarisasi:

$$L_p = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \dots\dots\dots 20$$

Nilai dari faktor polarisasi Lorentz merupakan fungsi dari sudut. Efek dari faktor geometri ini adalah mengecilkan intensitas refleksi pada sudut menengah dibandingkan pada awal atau akhir sudut.

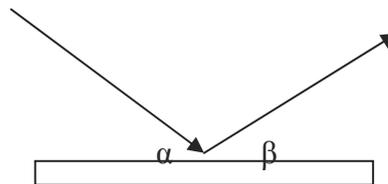
1. Faktor absorpsi $A(\theta)$

Absorpsi sinar-x pada sampel tergantung pada seberapa banyak jejak sinar-x dalam material.



Gambar 2.10. Absorpsi sinar X pada sampel[11]

Pada gambar diatas tampak sekali bahwa pada umumnya $A(\theta)$ terantung pada θ , faktor ini tidak dapat dihilangkan, namun dapat dibuat konstan sehingga memudahkan perhitungan. Pada alat diffraktometer, faktor absorpsi dapat dibuat bernilai sama untuk semua sudut dengan cara membuat konfigurasi berikut:



$$\alpha = \beta = 1/2 \text{ sudut difraksi } (2\theta)[11]$$

Gambar 2.11 perjalanan sinar konstan pada suatu permukaan sampel

Pada kondisi tersebut jejak sinar-x pada sampel dapat dikatakan sama untuk semua sudut. Itulah sebabnya mengapa bukan hanya detektor yang diputar tetapi sampel juga harus diputar untuk memenuhi kondisi tersebut.

4.2.3 PENENTUAN PARAMETER KISI

Didalam pengukuran parameter kisi, terdapat dua jenis kesalahan(error) yang terlibat, yakni sistematis dan acak (random)[16]. Error random adalah kesalahan percobaan yang terlibat didalam pengukuran posisi puncak difraksi, error ini berubah secara tidak teratur. Sedangkan error sistematis berubah dengan cara yang teratur, contohnya nilai parameter kisi (a) selalu berkurang ketika θ bertambahal ini disebabkan oleh kesalahan-kesalahan sistematis.

Metode analitik yang meminimalkan kesalahan random diusulkan oleh (M.U. Cohen). Metode ini digunakan untuk menghitung parameter kisi dengan teliti yang dapat diterapkan pada sistem kristal kubik dan non kubik.

Didalam diffraktometer, sumber kesalahan terpenting didalam menghitung ($\sin \theta$) adalah:

1. peralatan yang tidak sejajar
2. permukaan sampel yang tidak datar
3. penyerapan didalam sampel
4. pergesaran sampel dari sumbu diffraktometer
5. berkas sinar datang yang divergen

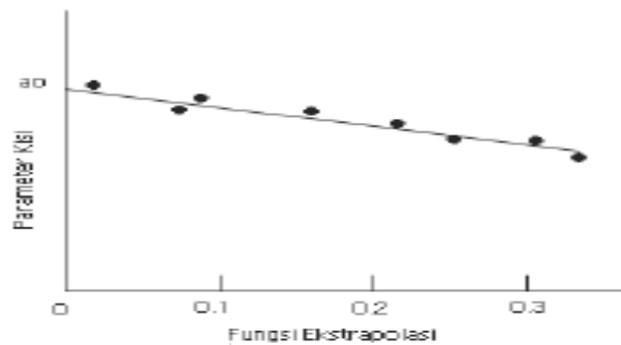
karena $\frac{\Delta d}{d}$ bervariasi secara berbeda-beda terhadap error yang berbeda, misalnya

$\frac{\Delta d}{d}$ bervariasi sebagai $\cos^2 \theta$ untuk error-2 dan 3 tetapi sebagai $\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta}$ untuk error

-4. oleh karena itu cara terbaik untuk menentukan dimana error-error ini yang lebih signifikan adalah dengan mengekstrapolasi parameter kisi terhadap $\cos^2 \theta$

dan juga terhadap $\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta}$, fungsi yang memberikan garis lurus yang lebih baik

merupakan error yang lebih signifikan. Hal ini seperti yang diperlihatkan pada gambar



Gambar 2.12 Menunjukkan parameter kisi yang diplot terhadap suatu fungsi ekstrapolasi[11]. Pemilihan fungsi ekstrapolasi yang tepat akan diperlihatkan oleh garis lurus yang melalui titik-titik parameter kisi karena menunjukkan nilai error yang paling minimum.

Persamaan bragg sebagai dirumuskan sebagai :

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d} \dots\dots\dots 21$$

Persamaan bidang untuk system kubik adalah :¹

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \dots\dots\dots 22$$

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4d^2} = \frac{\lambda^2}{4} \left(\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right) \dots\dots\dots 23$$

Akhirnya didapatkan persamaan Cohen, yaitu :

$$A \sum \alpha^2 + C \sum \alpha \delta = \sum \alpha \sin^2 \theta \dots\dots\dots 24$$

$$\sum A \alpha \delta + C \sum \delta^2 = \sum \delta \sin^2 \theta \dots\dots\dots 25$$

Dimana didapatkan :

$$\alpha = h^2 + k^2 + l^2 \dots\dots\dots 26$$

dan

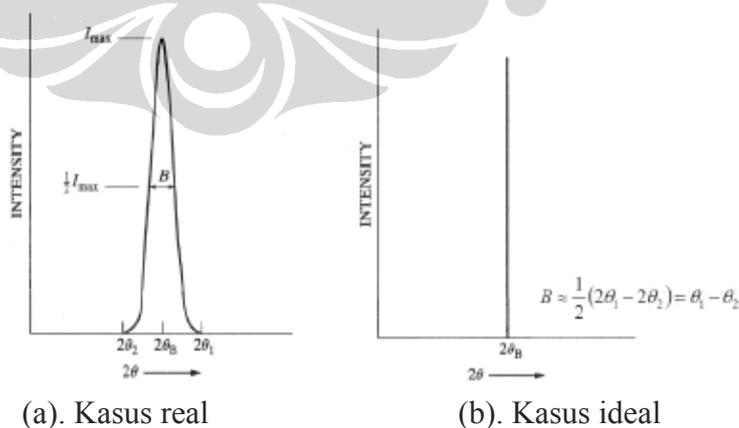
$$\delta = 10 \sin^2 2\theta \dots\dots\dots 27$$

Dengan mencari solusi diatas didapatkan nilai parameter kisinya.

2.5 PENENTUAN FWHM(Full Width Half Maximum)

Lebar puncak atau FWHM pada pola difraksi sinar-X diakibatkan oleh sistem peralatan XRD sendiri dan struktur mikro sampel seperti ukuran grain, distorsi kisi, strain mikro, stress residual dan lain-lainnya. Dengan demikian perubahan ukuran grain berkontribusi terhadap perubahan pelebaran puncak difraksi. Lebar kurva difraksi pada gambar () bertambah ketika ukuran kristal berkurang, karena $\text{range}(2\theta_1-2\theta_2)$ bertambah selama m berkurang. Lebar B biasanya diukur dalam radian pada $1/2$ intensitas maksimum dan pengukuran lebar ini dikatakan *Full Width at Half Maximum* (FWHM). Pengukuran B adalah $1/2$ dari selisish antara dua sudut ekstrim yang intensitasnya nol, yang nilainya berada dalam garis difraksi yang berbentuk triangular.

Yaitu, $B = \frac{1}{2}(2\theta_1 - 2\theta_2) = \theta_1 - \theta_2 \dots\dots\dots 28$

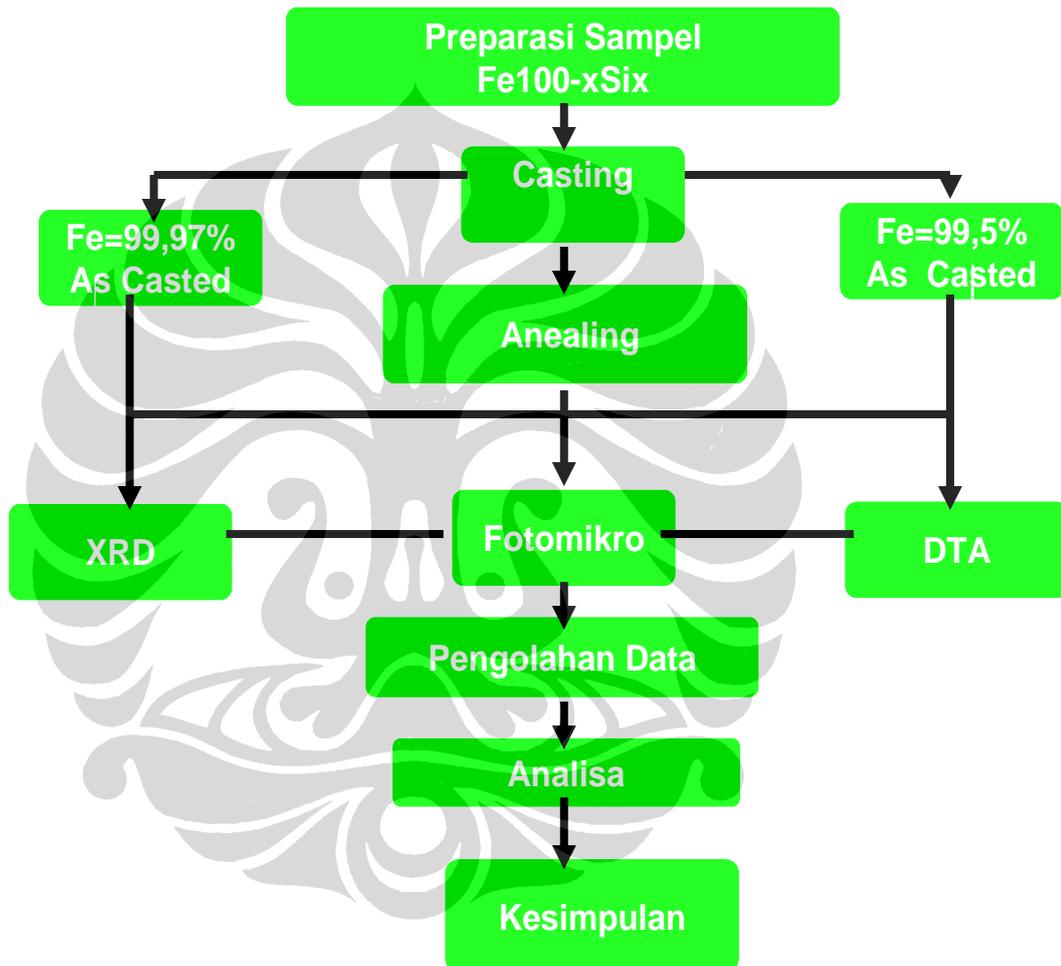


Gambar(2.13) Efek ukuran kristal yang kecil pada difraksi [15]

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alur Penelitian



3.2 PREPARASI Fe_{100-x}Si_x

Dalam preparasi sampel disini sampel dibedakan atas dua, yaitu sampel A dan sampel B. Sampel A adalah bahan dengan kemurnian Fe 99.98% dan sampel B yang mempunyai kemurnian Fe 99.5%. Untuk variasi sampel dibedakan atas

persentasi dari perubahan kenaikan persen Si, dimana dalam $Fe_{100-x} Si_x$ didapatkan untuk $x = 1, 2, 3$ dan 4 .

Untuk pencarian persen atomik dari FeSi adalah dengan menggunakan persamaan

$$\% \text{ Atomik Si} = \frac{(\text{Massa Si/Ar Si})}{(\text{Massa Si/Ar Si} + \text{Massa Fe/Ar Fe})}$$

Dimana untuk mendapatkan 8 gram $Fe_{99}Si_1$ maka :

$$Fe = 99 \times 55.845 = 5528.655 \text{ gram}$$

$$Si = 1 \times 28.080 = 28.086 \text{ gram}$$

Untuk Fe didapatkan :

$$Fe = \frac{5528.655}{5528.655 + 28.086} \times 8 \text{ gram} = 7.95956 \text{ gram}$$

Dengan demikian untuk mendapatkan massa Si adalah :

$$Si = 8 - 7.95956 = 0.040435 \text{ gram}$$

Untuk sampel B yang merupakan campuran Fe dalam bentuk serbuk dan Si dalam bentuk batangan kecil. Serbuk besi ini mendapatkan perlakuan tekanan sangat tinggi bersama dengan Si untuk membentuk suatu alloy FeSi yang belum mendapatkan perlakuan panas. Sementara untuk sampel A (Fe=99,97%), dimana Fe mempunyai bentuk bukan serbuk melainkan padatan. Proses selanjutnya adalah sampel dilebur didalam arc melting furnace.

3.3 CASTING FeSi

Bahan FeSi dari sampel A (Fe=99,97%) dan B (Fe=99,5%) dicasting (dicetak) didalam *arc melting furnace*. Didalam alat ini, sebelum sampel dimasukkan kedalam *furnace* terlebih dahulu *furnace* dibersihkan dengan menggunakan asam

nitrat kemudian alcohol 96 persen. Sampel diletakkan diatas Disk(tempat dimana sampel mengalami perlakuan), kemudian *furnace* divakum sampai tekanan didalam *furnace* nol. Setelah tekanannya nol, didalam *furnace* diflash dengan memasukkan argon sampai tekanan sama dengan udara luar. Perlakuan dengan cara memvakum dan flashing diulang sampai dengan 5 kali dan interval waktu antara vakum dengan flashing berkisar 5 menit, yakni waktu ketika ditahan dalam keadaan vakum adalah 5 menit dan ditahan dalam kondisi argon selama 5 menit.

3.4 ANNEALING

Dalam peristiwa *annealing* disini masing-masing sampel dibagi menjadi dua bagian, yaitu 4 sampel dari sampel A(Fe=99,97%) dan 4 sampel dari sampel B(Fe=99,5%). Sampel –sampel tersebut sebelum dianneal dibersihkan dengan menggunakan alcohol 96 persen untuk menghilangkan korosinya dan unsur lainnya yang menempel padanya. Sebelum dimasukan kedalam tabung kwartz, terlebih dahulu tabung kwartz tersebut dibersihkan dengan menggunakan alcohol. Sampel dimasukan dan tabung divakum dari udara luar sampai tekanan didalam tabung nol, kemudian dimasukkan gas argon kedalam tabung, dan proses ini diulang sampai beberapa kali. Sampel yang ada didalam tabung dan dalam kondisi argon dimasukkan kedalam *furnace*. Proses *annealing* dalam *furnace* dilakukan pada suhu 800° C dan ditahan selama 1 jam, sementara kenaikan suhu *furnace* diset secara perlahan kenaikannya. Setelah ditahan selama satu jam sampel dikeluarkan dan ditaruh dilingkungan udara luar sampai sampel menjadi dingin.

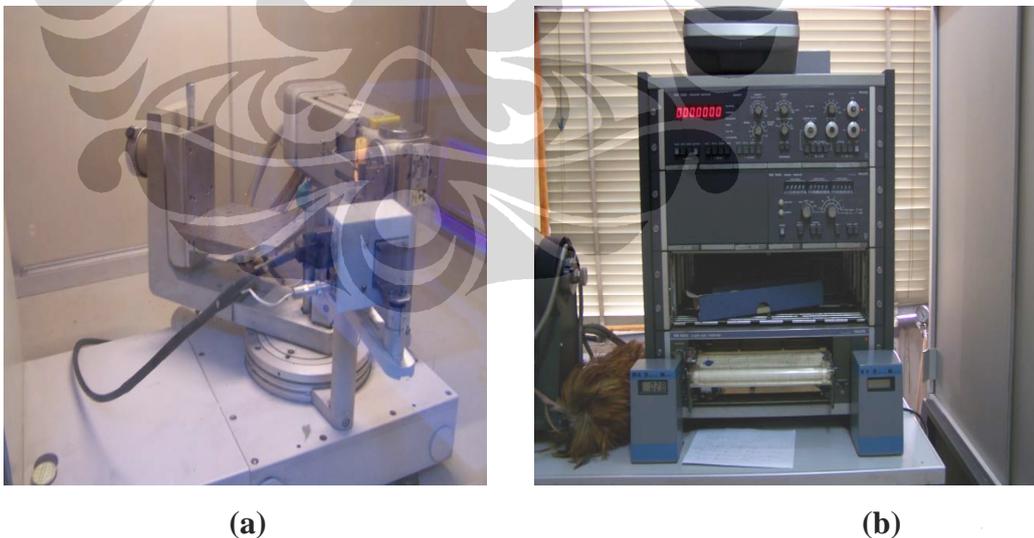
3.5 KARAKTERISASI FeSi

Pengkarakterisasian FeSi adalah dengan menggunakan peralatan XRD, DTA dan Fotomikro. Untuk melihat struktur digunakan XRD, sementara untuk melihat bentuk, ukuran dan distribusi partikel digunakan Fotomikro dan untuk melihat perubahan suhu curie(suhu dimana ferromagnetik berubah menjadi paramagnetik) digunakan DTA.

3.5.1 X-Ray Diffraction(XRD)

Diffraksi sinar x digunakan untuk menentukan struktur kristal FeSi, alat ini menghasilkan intensitas sinar yang didifraksikan oleh bidang-bidang kristal didalam sampel. Intensitas yang terukur ditampilkan sebuah grafik intensitas terhadap sudut hamburan(2θ). Pola-pola grafik intensitas yang dihasilkan XRD selanjutnya dicocokkan dengan data *ICDD(International for Diffraction Data)*, guna melihat adanya fasa lainnya yang muncul selain fasa FeSi. Berdasarkan hasil analisa grafik intensitas yang telah dicocokkan *ICDD* akan diperoleh struktur kristal dari sampel.

Analisa lebih lanjut, kita dapat juga memperkirakan grain dari sampel, dengan cara menerapkan formula scherrer didalam menentukan ukuran kristal. Namun formula ini hanya berlaku untuk grain yang mempunyai ukuran dibawah 100nm. Sedang untuk grain yang ukurannya diatas 100nm tidak berlaku. Akan tetapi berdasarkan hasil grafik XRD kita dapat menghitung nilai FWHM untuk masing-masing sampel. Adanya perubahan ukuran grain akan ditunjukkan perubahan nilai FWHM.



Gambar3.1 (a) dan (b) peralatan X-Ray Diffraction (XRD)

3.5.2. *Differential Thermal Analyzer(DTA)*

DTA digunakan untuk menganalisa perubahan suhu curie dari 16 sampel yang ada. Adapun alat DTA yang digunakan adalah DTA 50 Shimadzu. Dalam melakukan percobaan DTA massa masing-masing sampel ditimbang dengan menggunakan timbangan digital, kemudian sampel dibersihkan dan direndam dengan menggunakan *alcohol* untuk menghilangkan korosi dan zat-zat yang mempengaruhi distribusi panas pada sampel. Sampel dimasukkan kedalam *crucible* pertama dan reference yang berisi bubuk alumina ditaruh pada *crucible* yang kedua. Alat DTA diset sampai suhu maksimum 850 °C dan kenaikan suhu dalam alat DTA dibuat secara teratur kenaikannya dalam tiap detiknya.

3.5.3 *Fotomikro*

Pengujian *fotomikro* yang dilakukan di *center for materials processing and failure analysis* teknik metalurgi, Universitas Indonesia, dan didapatkan pada gambar 4.9 dan 4.10, sebelum diuji material mendapatkan perlakuan *polishing* dengan ampelas yang memiliki tingkat kehalusan 200, 500 dan 1000, kemudian dilakukan etsa(*etching*) dengan menggunakan larutan yang terdiri dari 1 gram picric acid dimasukkan kedalam 5 mililiter larutan HCl dan ethanol . Sampel ini menggunakan mesin uji Stereo Microscope dengan standar ASTM E 3 – 95, sampel dibuat perbesaran 100 dan 500 kali.



(a)



(b)

Gambar 3.2 (a) alat *mounting*

(b) alat *fotomikro*

3.6 Penentuan Ukuran butir dan Strain Mikro dengan Metode Difraksi Sinar-x

3.6.1 Metode Perhitungan Ukuran Butir

Prinsip dasar penentuan ukuran butir dengan metode difraksi sinar-x adalah adanya pelebaran puncak difraksi. Berkas yang terdifraksi menjadi baur (diffuse) jika ukuran butir berkurang sinar-x berkas difraksinya menjadi lebih baur dan akhirnya akan tenggelam dalam latar belakang(background). Divergence sinar-x ini yang dipakai sebagai dasar pengukuran ukuran butir oleh Scherer diperoleh ukuran butir sebagai berikut:

$$\sigma = \frac{k\lambda}{B_{ub}\cos\theta} \dots\dots\dots \text{pers 3.1}$$

Dengan

σ = ukuran butir rata-rata tegak lurus terhadap bidang difraksi, karena bentuk kristal umumnya tidak diketahui.

k = konstanta yang bergantung pada bentuk kristal. Indeks (hkl) dan definisi untuk

σ dan B_{ub} , nilainya menurut Bertram(1967) sekitar 0,70 dan 1,70.

B_{ub} = lebar puncak akibat ukuran butir pada lebar setengah puncak

Difraksi maksimum(FWHM)

λ = panjang gelombang sumber difraksi sinar-x

θ = sudut difraksi yang menghasilkan puncak.

Persamaan 3.1 diatas diperoleh karena Scherrer mengasumsikan kristal tersebut bebas dari strain dan cacat, sehingga pelebaran puncak terjadi hanya akibat ukuran butir yang kecil.

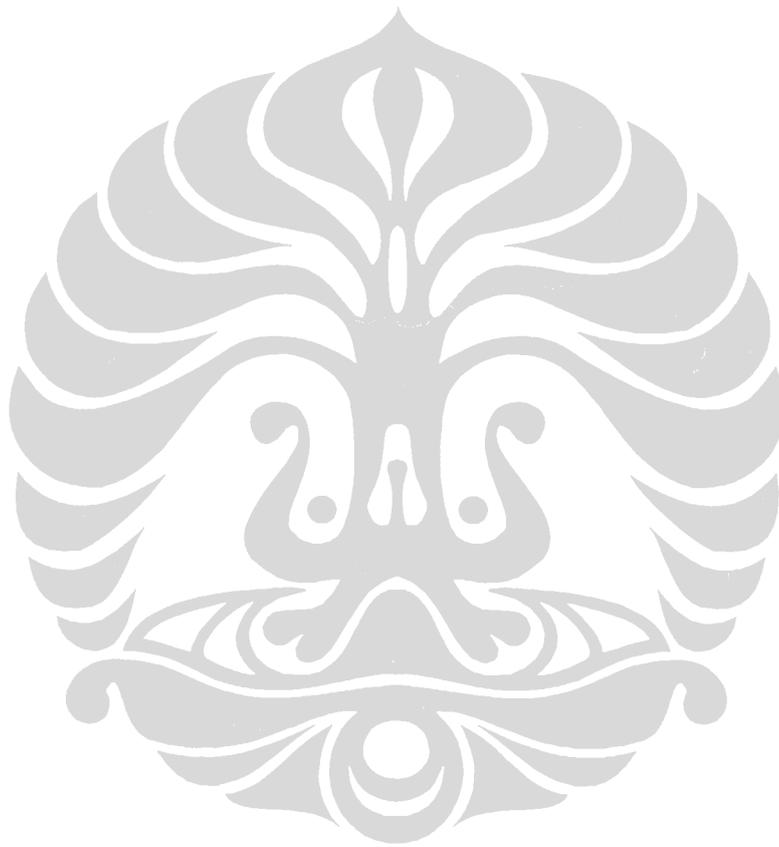
3.6.2 Pelebaran garis puncak Difraksi sinar-x

Fenomena pelebaran garis puncak difraksi(line-broadening) untuk logam yang terdeformasi plastis telah dikembangkan lebih dari 50 tahun yang lalu. Hal ini digunakan untuk mengidentifikasi ukuran butir dan strain mikro pada struktur kristal logam tersebut. Pengembangan dari studi ini dimulai ketika Scherrer(1918) menyatakan bahwa ukuran butir yang kecil akan menyebabkan pelebaran garis puncak difraksi. Kemudian Stokes dan Wilson(1944) menemukan bukti bahwa strain kisi juga merupakan penyebab lain dari pelebaran garis itu. Strain kisi ini dapat berbentuk karena beberapa hal seperti dislokasi, kekosongan(vacancy), atom intertisi dari atom substitusi.

Pelebaran puncak difraksi yang dinyatakan dengan B yaitu lebar setegah puncak difraksi maksimum dan dinyatakan dalam satuan radian. Biasanya notasi yang digunakan adalah FWHM(Full Width at Half Maximum), gambar pelebaran garis

difraksi dapat dilihat pada gambar dibawah ini dan perbandingan pola difraksi ideal dapat dilihat pada gambar yang lain. adalah $\frac{1}{2}$ dari selisih antara dua sudut ekstrim yang intensitasnya nol, yang nilainya berada dalam garis difraksi yang berbentuk triangular.

Yaitu, $B = \frac{1}{2}(2\theta_1 - 2\theta_2) = \theta_1 - \theta_2 \dots \dots \dots 3.2$



BAB II STUDI LITERATUR

2.1 Sifat-sifat magnetik bahan

Ferromagnetik merupakan suatu gejala magnetisasi spontan. Dimana dalam magnetisasi bahan ferromagnetik terdapat ketidakhadiran medan magnetik terapan. Dalam hal ini Contoh bahan magnetik yang paling baik adalah logam transisi, yaitu: Besi, Kobalt dan Nikel, dan ada juga elemen lainnya, yaitu campuran transisi atau elemen-elemen rare earth yang juga menunjukkan bahan ferromagnetism.

Ferromagnetik muncul dibawah suatu temperatur pasti, yang dikenal sebagai temperatur transisi ferromagnetik atau secara simpel disebut temperatur Curie. Temperatur ini bergantung pada jenis zatnya, untuk bahan seperti Fe, Co, Gd, Dy dan bahan yang lain lebih kecil. Sebagai contoh bahan EuO yang memiliki temperatur Curienya adalah 70 K dan untuk EuS kurang dari 70 K.

Pada temperaturnya diatas temperatur Curie, momen secara acak terorientasi, hasil dari net magnetisasinya adalah nol. Didalam daerah ini zatnya bersifat paramagnetik, dan suseptibilitasnya diberikan oleh persamaan :

$$\chi = \frac{C}{T - T_C} \dots\dots\dots 1$$

Dimana χ adalah Suseptibilitas, C adalah konstanta Curie dan T_C adalah temperatur Curie.

Hukum Curie-Weiss bisa diturunkan dengan menggunakan argumen yang diusulkan Weiss. Didalam bahan momen ferromagnetik termagnetkan secara spontan, yang menunjukkan kehadiran suatu medan internal untuk menghasilkan magnetisasi ini. Weiss mengasumsikan bahwa medan sebanding dengan magnetisasi

$$B = \lambda M \dots\dots\dots 2$$

Dimana λ adalah konstanta Weiss. Weiss menyebut medan ini adalah medan molekular dan yang dipikirkannya bahwa medan ini adalah hasil dari molekul-molekul didalam sampel. Berdasarkan kenyataan, bahwa titik asal medan ini adalah pertukaran interaksi(exchange interact). Pertukaran interaksi(exchange interact) adalah konsekwensi dari prinsip larangan Pauli dan interaksi Coulomb antara elektron-elektron. Anggaplah suatu contoh sistem dua elektron. Ada dua susunan yang mungkin untuk spin-spin elektron; paralel atau antiparalel lain. Jika mereka paralel, bahwa prinsip larangan mensyaratkan elektron-elektron bagian jauh tersisa. Dua susunan ini mempunyai energi berbeda karena, saat elektron mendekat bersama, energi timbul sebagai suatu hasil penolakan coulomb, hal ini adalah penjelasan nyata dari aturan Hund pertama dimana sistem elektron-elektron mempunyai kecenderungan untuk memiliki spin tinggi, dimana tidak ada larangan oleh prinsip Pauli. Sebagaimana kita lihat dari contoh ini energi elektrostatis suatu sistem elektron bergantung pada orientasi relatif spin-spin; perbedaan didalam energi mendefinisikan exchange energi(pertukaran energi). Interaksi exchange adalah range singkat. Dengan demikian, hanya atom-atom terdekat yang dapat merespon dalam menghasilkan medan molekular. Besar medan molekular (exchange) sangat besar dengan orde berkisar 10^7 atau 10^3 T. Hal ini tidak mungkin menghasilkan masing-masing medan di laboratorium.

Untuk mempertimbangkan fase paramagnetik: suatu medan applied magnetik B_o dapat mengakibatkan suatu magnetisasi terbatas, dan didalam gilirannya ini mengakibatkan suatu medan terbatas B_e , jika χ_p = adalah suseptibilitas paramagnetik, magnetisasi terinduksi diberikan oleh:

$$M = \chi_p (B_o + B_e) = \chi_p (B_o + \lambda M) \dots\dots\dots 3$$

Dengan catatan bahwa magnetisasi adalah sebanding dengan konstanta suseptibilitas dikali medan dimana penyearahan fraksinya kecil. Dan dengan memasukkan asumsi bahwa spesimen didalam fase paramagnetik. Persamaan (3) harus ditentukan sebagai suatu persamaan konsisten tersendiri untuk magnetisasi. Hal ini dapat dipecahkan secara eksplisit untuk nilai magnetisasi, yaitu:

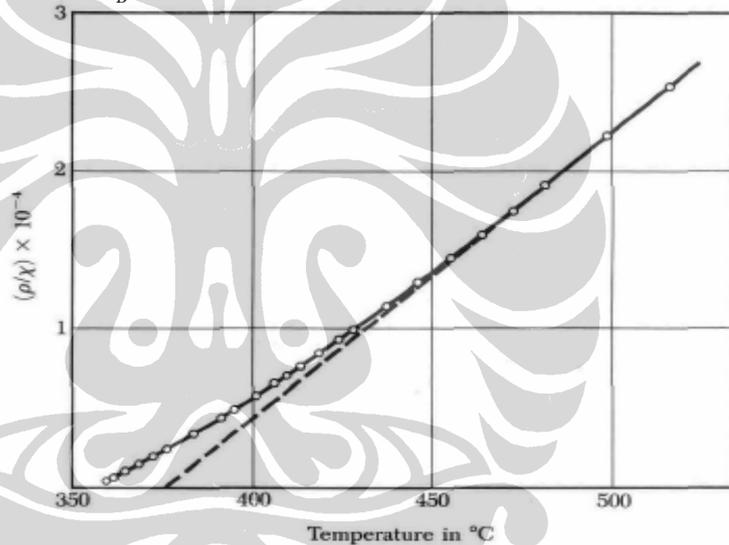
$$M = \frac{\chi_p B_o}{1 - \chi_p \lambda} \dots\dots\dots 4$$

Diketahui bahwa suseptibilitas paramagnetik diberikan oleh hukum Curie $\chi = C/T$, dimana C adalah konstanta Curie. Dengan demikian kita temukan untuk suseptibilitas bahan paramagnetik adalah :

$$M = \frac{M}{B} = \frac{C}{T - C\lambda} = \frac{C}{T - T_c} \dots\dots\dots 5$$

Suseptibilitas (5) mempunyai suatu singularitas pada $T_c = C\lambda$. Pada temperatur ini (dan dibawah) ada suatu magnetisasi spontan, sebab jika χ tak berhingga supaya kita bisa mendapatkan suatu M terbatas untuk B_0 nol. Penggunaan ekspresi kita jelaskan lebih awal untuk C. Dimana $C = \frac{Np^2\mu_B^2}{3k_B}$ temperatur Curie diberikan

oleh: $T_c = \frac{N\lambda p^2 \mu_B^2}{3k_B} \dots\dots\dots 6$



Gambar2. 1 Resiprokal dari suseptibilitas per gram Nikel didalam lingkungan temperatur Curie(358°C). Garis putus-putus suatu ekstrapolasi linear dari temperatur tinggi.

Hukum Curie-Weiss menggambarkan dengan agak baik variasi suseptibilitas teruji didalam daerah paramagnetik diatas titik Curie(gambar 1). Hanya disekitar temperatur Curie suatu deviasi dapat dicatat yang diamati. Kenyataan bahwa fluktuasi kuat momen magnetik mendekati temperatur fase transisi bisa digambarkan oleh rata-rata teori medan yang digunakan untuk menurunkan hukum Curie-Weiss. Perhitungan akurat menduga bahwa:

$$\chi^\infty \frac{C}{(T - T_c)^{1.33}} \dots\dots\dots 7$$

Pada temperatur sangat dekat untuk T_C ,

Kita bisa menggunakan rata-rata perkiraan medan dibawah temperatur Curie untuk menemukan magnetisasi sebagai suatu fungsi temperatur. Kita bisa memproses sebagaimana sebelumnya tapi sebagai pengganti hukum Curie adalah valid untuk medan magnetik terlalu tinggi dan temperatur tidak terlalu rendah kita bisa gunakan fungsi Brillouin. Jika kita abaikan medan magnetik terapan dan tempatkan kembali B oleh medan exchange $B_E = \lambda M$ kita dapatkan:

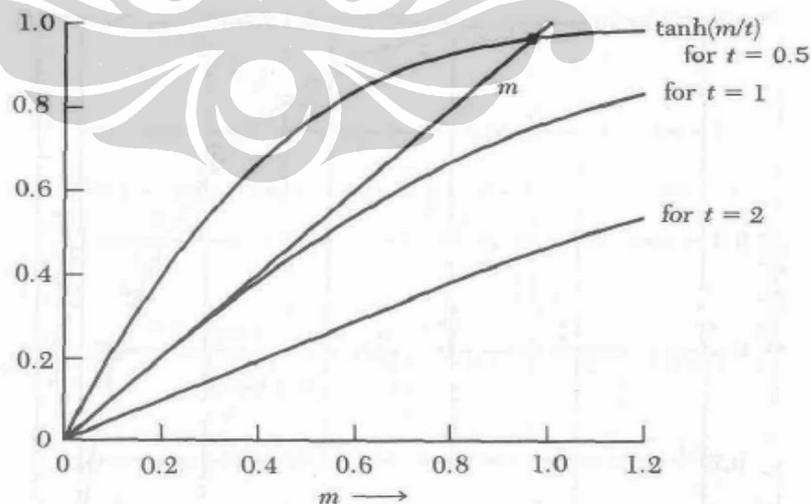
$$M = N g J \mu_B B_j \left(\frac{g J \mu_B \lambda M}{k T} \right) \dots\dots\dots 8$$

Dimana $B_j(x)$ adalah fungsi Brillouin. Persamaan non-linear ini didalam M , dimana dapat dipecahkan secara numerik.

Sekarang kita dapat lihat bahwa solusi persamaan ini dengan nonzero M berada didalam range temperatur antara 0 dan T_c . Untuk memecahkan (8) kita tulis dengan syarat magnetisasi tereduksi $m = N g J \mu_B M$ dan temperatur tereduksi

$$t = \frac{k T}{N g^2 \mu_B^2 J^2 \lambda} \text{ dimana}$$

$$m = B_j \left(\frac{m}{t} \right) \dots\dots\dots 9$$



Gambar2. 2 solusi grafik persamaan (9) untuk magnetisasi tereduksi m sebagai suatu fungsi temperatur. Sisi kiri persamaan (9) diplot sebagai suatu garis lurus m dengan unit slope. Sisi tangan kanan persamaan (9) diplot terhadap m untuk tiga nilai berbeda

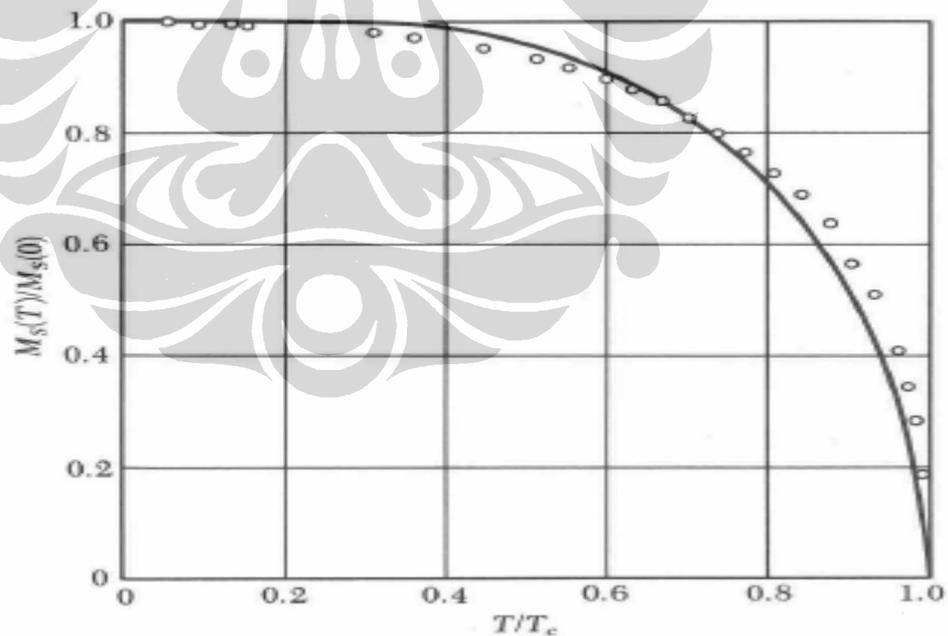
temperatur tereduksi $t = \frac{k_B T}{N \mu_0^2 J^2 \lambda} = \frac{k_B T}{N \mu_0^2 J^2 \lambda} = T/T_c$. Tiga kurva berkoresponding untuk

temperatur $2T_c$, T_c dan $0.5T_c$. Kurva untuk $t=0.5$ didalam daerah ferromagnetik dan berpotongan garis lurus m pada kira-kira $m=0.94N\mu_B$. Sebagaimana t menuju 0 berpotongan merapat menuju $m=1$, agar supaya seluruh momen magnetik segaris pada nol absolut.

Kita kemudian memplot sisi kiri dan kanan persamaan ini secara terpisah sebagai fungsi m , sebagaimana didalam gambar 2 yang diplot untuk $J=S=1/2$. Perpotongan dua kurva memberikan nilai m pada temperatur menarik. Temperatur

kritis adalah $t=1$, atau $T_c = \frac{N \mu_B^2 \lambda}{k_B}$.

Kurva M terhadap T dijelaskan didalam cara ini menghasilkan kembali keragaman hasil eksperimental, sebagaimana ditunjukkan didalam gambar 3 untuk nikel. Sebagaimana T bertambah dan magnetisasi berkurang secara perlahan menuju nol pada $T=T_c$.



Gambar2.3 magnetisasi saturasi nikel sebagai suatu fungsi temperatur, bersama dengan kurva teoritikal untuk $S=1/2$ pada rata-rata teori medan.

Rata-rata teori medan tidak memberikan suatu gambaran baik variasi M pada temperatur rendah. Rata-rata teori medan memprediksi konvergensi eksponensial

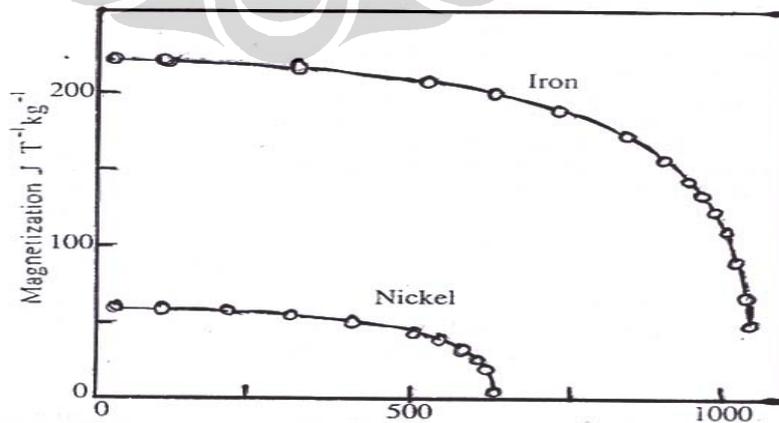
magnetisasi nilai pada temperatur nol. Hasil eksperimen menunjukkan lebih cepat tergantung pada ΔM diatas temperatur pada temperatur-temperatur rendah, yaitu:

$$\frac{\Delta M}{M} = AT^{3/2} \dots\dots\dots 10$$

Dimana A adalah beberapa konstanta berbeda untuk logam-logam berbeda. Hasil(10) menemukan suatu penjelasan alami dengan syarat teori gelombang spin.

2.2 Temperature Curie

Temperatur Curie adalah suatu temperatur dimana suatu bahan ferromagnetik akan mengalami perubahan menjadi bahan paramagnetik. Apabila suhunya berada diatas suhu curienya, maka bahan tersebut bersifat paramagnetik. Didalam suatu bahan ferromagnetik juga terdapat apa yang disebut magnetisasi spontan. Magnetisasi spontan sangat bergantung pada temperatur(Gambar 2.1), dimana bahan ferromagnetik memiliki magnetisasi spontan dan nilai magnetisasi spontan terbesarnya(maksimum) pada temperatur nol absolut(0 K). Sebaliknya nilai magnetisasi spontan juga akan mengalami penurunan dengan adanya kenaikan temperatur, nilai magnetisasi spontan akan menjadi nol pada saat temperaturnya sama dengan temperatur Curiannya(T_c).



Gambar 2.4 Magnetisasi spontan diplot terhadap temperatur untuk besi dan nikel.[17]

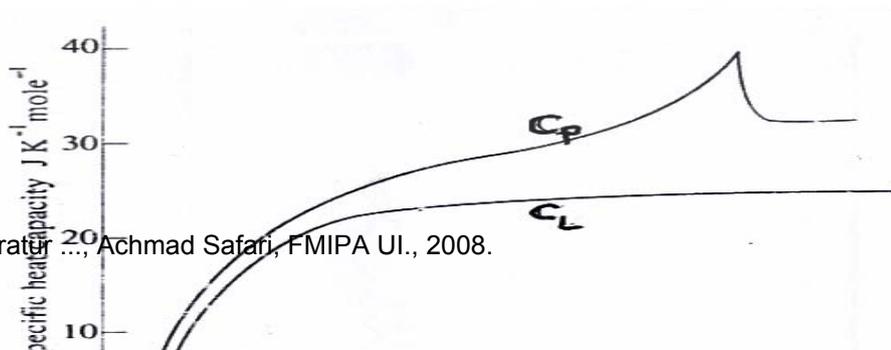
Kapasitas kalor spesifik (*specific heat capacity*) bahan ferromagnetik berisi suatu komponen magnetik yang signifikan, yaitu C_m , dimana C_m adalah sesuatu yang terdapat pada bagian kapasitas kalor spesifik, dan total kapasitas kalor (kebanyakan berasal dari kisi dan dari konduksi elektron gas) yang juga terdapat pada material non magnetik. Pembagian dua garis yang berbeda pada garis kurva terlihat jelas didalam grafik kapasitas panas terhadap temperatur (gambar 2.3), pada temperatur curie yang merupakan tipikal dari perubahan fase second order thermodynamic (*second order thermodynamic phase*). Jika dikaitkan dengan adanya kehilangan **long range magnetik order pada T_c** , maka kapasitas panas magnetik kecil yang timbul hanya terdapat diatas T_c dengan keberadaan residual short-range magnetic order, jika hal ini dihubungkan dengan keberadaan entropi ΔS_m , maka keadaan magnetik yang dijelaskan dari hasil pengukuran kapasitas kalor dapat dijelaskan oleh persamaan:

$$\Delta S_m = \int C_m / T dT \dots\dots\dots 11$$

Dengan memperhitungkan seluruh range temperatur keadaan *ferromagnetic*, keadaan entropi magnetic dihubungkan dengan jumlah kuantum spin S (dengan demikian momen magnetik) atom-atom, maka diperoleh persamaan:

$$\Delta S_m = cR \ln(2s + 1) \dots\dots\dots 12$$

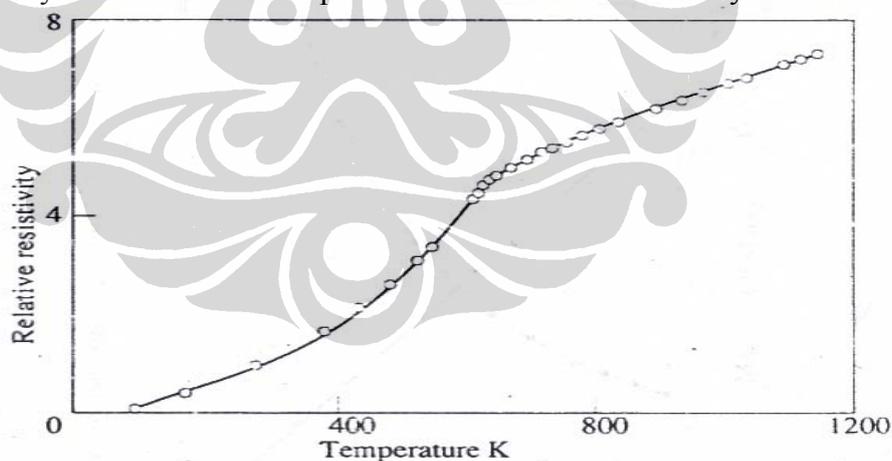
Dimana c adalah fraksi keberadaan atom-atom pembawa momen magnet dan R adalah konstanta gas.



Studi temperatur ... Achmad Safari, FMIPA UI., 2008.

Gambar 2.5 Kapasitas kalor spesifik nikel, sebagai fungsi temperature. Sumbangan total (C_p) dari kisi (C_L) elektron (C_E) dan bagian magnetik(C_m).[17]

Dalam hal ini juga terdapat hubungan antara keadaan magnetik suatu ferromagnetik dan hambatan listriknya. Keterikatan hambatan listrik diilustrasikan didalam gambar 2.5. Sementara disorder dari beragam macam menyumbangkan resistivitasnya, dimana dapat kita duga bahwa permulaan magnetik orde saat sebuah bahan ferromagnetik didinginkan melalui temperatur Curienna disertai oleh suatu penurunan didalam resistivitasnya.



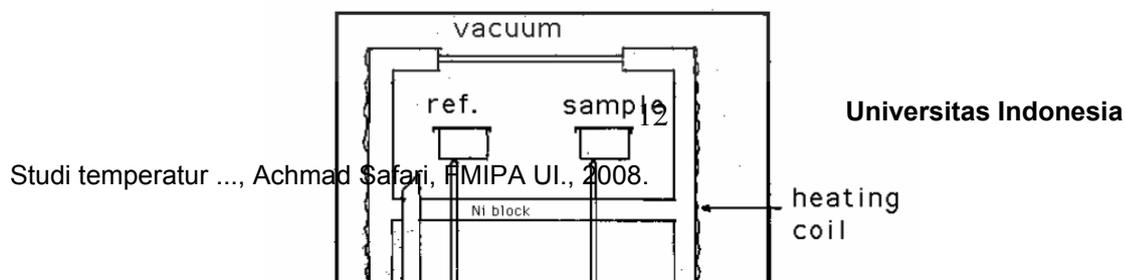
Gambar 2.6 resistivitas nikel relatif untuk nilainya pada 273K) sebagaimana suatu fungsi temperatur. Temperatur Curie adalah 631 K.[17]

2. 3 Differential Thermal Analysis(DTA)

DTA kepanjangan dari differential thermal analyzer, dimana fungsi alat tersebut adalah untuk membedakan suhu antara sampel dan referen. Berdasarkan pada prinsipnya DTA meliputi proses pemanasan(temperatur naik) dan proses pendinginan(temperatur turun) untuk sampel uji dan referen secara inersia kondisi identik, dimana pada saat temperatur terekam maka terdapat beberapa perbedaan temperatur antara sampel dan referen. Temperatur differential ini kemudian diplot terhadap waktu, atau terhadap suhu. Perubahan absorpsi panas yang terjadi didalam sampel sangat berperan penting dan evolusi dari panas yang terdeteksi relatif terhadap referensi inersia.

Differential temperatur bisa juga timbul antara dua sampel inersia ketika respon keduanya diterapkan pada perlakuan panas yang tidak identik. Peristiwa ini digunakan untuk mempelajari sifat termal dari perubahan fase material, dimana hal yang tidak berperan adalah perubahan entalpinya. Baseline dari perubahan kurva DTA semestinya tidak kontinu pada temperatur transisi dan slope kurva pada beberapa titik. Dan hal ini bergantung pada mikrostruktural temperatur tersebut. Kurva DTA bisa digunakan juga sebagai fingerprint untuk tujuan identifikasi, contohnya, yaitu dalam studi tanah liat, dimana pada studi tanah liat terjadi kesamaan pada strukturnya sehingga perbedaan yang terjadi sangat sulit dalam menginterpretasikan eksperimen difraksi.

DTA didefinisikan secara resmi sebagai suatu teknik dalam membedakan perekaman temperatur antara zat dan referensi terhadap waktu atau temperatur, dimana dua specimen diuji dalam lingkungan panas atau dingin yang terkontrol secara rata-rata.



Gambar 2.7 Ilustrasi skema dari sebuah DTA[12]

Kunci utama suatu differential thermal analysis kit, pada gambar 2.6, yaitu :

1. sample holder terdiri dari thermocouple, sample containers dan sebuah keramik atau blok logam.
2. Furnace
3. Temperature programmer
4. recording system

Tiga item terakhir tidak didiskusikan secara detail, dan yang menjadi persyaratan penting adalah furnace yang harus menyediakan suatu zona panas secara cukup dan stabil, dan dapat merespon dengan cepat dari perintah temperatur programmer dalam mengarahkan temperatur programmer. Temperatur programmer sangat penting dalam menjelaskan pemanasan rata-rata secara konstan. Dalam sistem recording semesti mempunyai inersia yang rendah dalam menghasilkan kembali secara tepat susunan eksperimen.

Pemasangan sample holder terdiri dari dua termocouple, yang masing-masing untuk sample dan reference, dan dikelilingi oleh sebuah blok yang berfungsi memastikan distribusi panas. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam suatu crucible kecil yang didesain dengan suatu lekukan (indentation) pada dasarnya untuk memastikan kenyamanannya diatas thermocouple bead. Crucible dapat dibuat dari material seperti: Pyrex, silica, nickel, atau platinum. Crucible ini bergantung

pada temperature dan uji tes alami. Thermocouple tidak harus ditempatkan dengan kontak langsung dengan sampel untuk menghindari kontaminasi dan degradasi, meskipun sensitivitas bisa dikompromikan.

Blok-blok logam cenderung lebih kecil saat melintasi baseline dibandingkan dengan keramik yang mengandung porositas. Sebaliknya konduktivitas termal mempunyai peran sangat penting pada puncak-puncak DTA yang lebih kecil. Sampel assembly diisolasi terhadap interferensi listrik dari pemasangan furnace dengan metode sheath, dimana sering dibuat dari bahan keramik dengan dilapisi platinum. Sarung(sheath) bisa juga digunakan untuk mengisi sample region dibawah kontrol suatu atmosphere atau vakum. Selama eksperimen temperatur didalam range 200-500° C, dan masalah yang dihadapi (encoutered) didalam pentransferan panas secara seragam dari specimen. Hal ini dapat diredakan oleh pemakaian termocouple untuk menjamin reproduksibilitas, kemudian hal ini juga penting untuk menjamin bahan termocouple dan kontainer secara konsisten satu sama lain

Faktor eksperimen

Ketelitian adalah penting dalam menyeleksi parameter eksperimental. Contohnya, yaitu efek pada lingkungan spesimen, komposisi, ukuran dan perbandingan permukaan volume dari pengaruh seluruh reaksi dekomposisi powder, dimana variabel partikular tidak dapat mempengaruhi perubahan fase zat padat. Secara eksperimen menampilkan powder, maka hasil data tidak dapat mewakili sampel bulk, dimana transformasi dapat diawasi oleh penambahan kekuatan dari strain energi. Keadaan kumpulan beberapa sampel powder menjadi sangat penting dalam reaksi dekomposisi dan dapat menuju variasi-variasi besar diantara sampel yang secara indentik berbeda.

Dalam beberapa keadaan, rata-rata evaluasi panas dapat cukup tinggi untuk mensaturasi kapabilitas respons sistem pengukuran, hal ini lebih baik nantinya untuk melarutkan sampel uji dengan material inert. Untuk fase pengukuran suhu,

sebaiknya bisa dipastikan bahwa temperatur puncak tidak berbeda dengan ukuran sampel.

Bentuk suatu ukuran puncak DTA bergantung pada berat sampel dan rata-rata pemanasan yang digunakan. Penurunan rata-rata pemanasan secara kasar ekuivalen untuk mengurangi berat sampel. Keduanya menunjukkan peningkatan puncak dan resolusi yang lebih tajam, meskipun ini hanya berguna jika perbandingan sinyal noise tidak dapat dikompromikan (diabaikan). Pengaruh rata-rata bentuk puncak dan disposisi, dan ini secara menguntungkan bisa digunakan didalam studi reaksi diskomposisi, tapi penting dalam analisis kinetik dalam meminimalkan gradient termal oleh pengurangan ukuran spesimen atau rata-rata pemanasan.

Interpretasi dan Presentasi Data

Suatu kurva DTA sederhana dapat terdiri dari bagian linear dipindahkan dari absis karena kapasitas panas dan konduktivitas panas sampel uji dan referens tidak indentik, dan puncak berhubungan dengan evolusi atau absorpsi panas mengikuti perubahan fisik dan kimia didalam sampel uji. Dimana terdapat kesulitan kesulitan dengan pengukuran transisi suhu menggunakan kurva DTA. Permulaan puncak DTA secara prinsip memberikan temperature awal, tapi ada mungkin ada kelambatan temperatur bergantung pada lokasi termokopel yang berkenaan dengan sampel referens dan uji atau blok DTA. Hal tersebut adalah cara untuk mengkalibrasi peralatan dengan material-material diketahui titik lebur secara tepat. Luas puncak (A), yang dihubungkan dengan perubahan entalpi didalam sampel uji, yaitu tertutup antara puncak dan *interpolated baseline*. Ketika termokopel differensial didalam termal, tapi tidak secara kontak fisik dengan bahan-bahan uji dan referens, hal ini ditunjukkan bahwa A adalah :

$$A = \frac{mq}{gK} \dots\dots\dots 13$$

Dimana m adalah massa sampel, q adalah perubahan entalpi per unit massa, $g =$ adalah suatu *shape factor* terukur. Dan K adalah konduktivitas termal sampel. Dengan sampel porous, dipadatkan atau ditumpuk, Pengisian gas pori-pori bisa merubah konduktivitas termal atmosfer sekeliling pengisi DTA dan menunjukkan kesalahan besar peak area. Situasi dibuat salah saat gas-gas dikembangkan dari sampel, pembuatan konduktivitas termal lingkungan sel DTA berbeda dari yang digunakan didalam eksperimen kalibrasi.

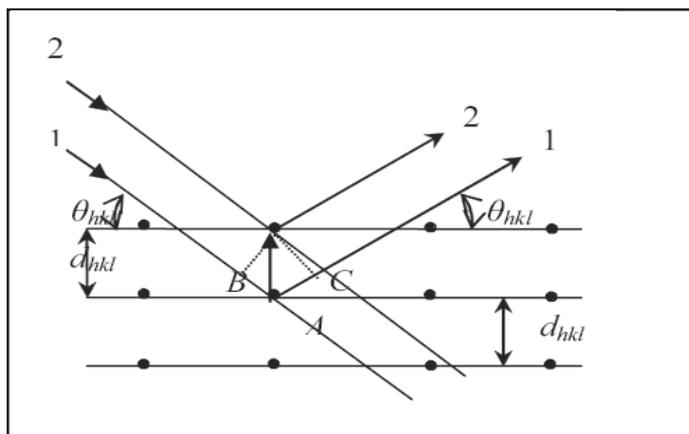
Peralatan DTA dikalibrasi untuk entalpi dengan pengukuran peak areas pada sampel-sampel standar melewati range specified temperatur. Kalibrasi harus didasarkan pada paling sedikit dua sampel berbeda, keduanya yaitu eksperimen pemanasan dan pendinginan. Hal ini mungkin untuk mengukur kapasitas panas C_p pada tekanan konstan menggunakan DTA:

$$C_p = K' \frac{T_2 - T_1}{mH} \dots\dots\dots 14$$

Dimana T_1 dan T_2 adalah temperatur differensial dibangkitkan saat peralatan pertama kali berjalan tanpa beberapa sampel sama sekali dan kemudian sampel uji didalam posisinya. H adalah rata-rata pemanasan dan K' ditentukan oleh kalibrasi terhadap *standard substances*.

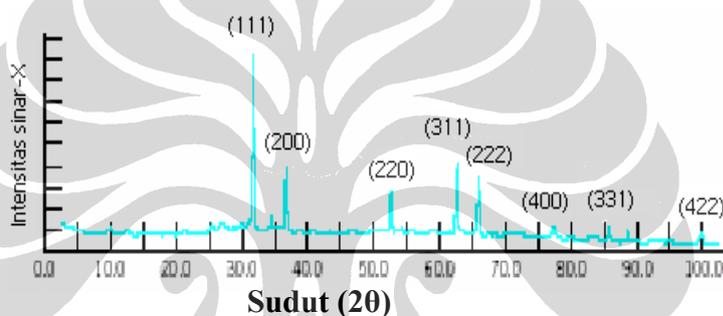
2.4 Studi X Ray Diffraction(XRD)

XRD digunakan untuk menentukan struktur kristal sample FeSi, merupakan intensitas yang didifraksikan oleh bidang-bidang kristal.



Gambar (2.8) Difraksi Bragg[11]

Hasil yang ditampilkan berupa peak seperti contoh berikut :



Gambar (2.9) Puncak pada XRD[11]

Hamburan sinar pada bidang kisi yang berbeda harus hamburan koheren untuk mendapatkan intensitas maksimum. Intensitas maksimum terjadi pada bidang khusus (h k l) dengan jarak d antara bidang tetangga pada sudut Bragg antara sinar datang dengan sinar hambur sebesar 2θ . Hubungan ini disebut sebagai hukum Bragg dengan persamaan :

$$d = \frac{n \cdot \lambda}{2 \cdot \sin \theta} \dots\dots\dots 15$$

Puncak-puncak intensitas kedua grafik juga mempunyai perbedaan yang signifikan. Perbedaan ini disebabkan oleh beberapa faktor sebagai berikut :

Faktor utama yang menentukan intensitas difraksi sinar x adalah faktor struktur $|F_{hkl}|^2$. Disamping itu terdapat lain yang menentukan tinggi rendahnya intensitas yaitu faktor multiplisitas, faktor Lorentz-polarisasi, absorpsi, temperatur dan hamburan tak koheren.

4.2.3 Faktor Multiplisitas

Faktor Multiplisitas(p) didefinisikan sebagai faktor yang mengakibatkan kemungkinan duplikasi dari bidang atom yang indeks millernya memiliki jarak antar atom (d-spacing) yang sama. Faktor multiplisitas(p) bergantung pada sistem Kristal.

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = a \dots\dots\dots 16$$

$$d_{100} = \frac{a}{\sqrt{1^2 + 0^2 + 0^2}} = a \dots\dots\dots 17$$

Sedangkan bidang 010 atau 001, akan mempunyai d spacing yang sama. Kalau ditambah dengan bidang-bidang $\bar{1}00$, $0\bar{1}0$, dan $00\bar{1}$ maka seluruh bidang yang menghasilkan d yang sama (puncak difraksi yang sama) ada 6. Hal ini berarti bahwa intensitas difraksi pada bidang 100 adalah 6 kali intensitas teorinya. Faktor multiplisitas besarnya berbanding lurus dengan besar intensitas pada bidang atom.

2.4.2 Faktor Lorentz-Polarisasi

Faktor polarisasi berasal dari sinar-x sumber yang tak terpolarisasi. Polarisasi ini dapat dibagi ke dua komponen bidang polarisasi, dan intensitas hamburan total merupakan jumlah intensitas dua komponen yang tergantung pada sudut hamburan. faktor polarisasi sebesar:

$$\frac{1}{2}(1 + \cos^2 2\theta) \dots\dots\dots 18$$

Sementara factor lorentz berasal dari geometri yang berhubungan dengan orientasi bidang –bidang refleksi dalam kristal yang juga mempengaruhi intensitas sinar terdifraksi. Ada ketergantungan natar intensitas sinar terdifraksi. Ada ketergantungan antara intensitas dan

Faktor lorentz

$$\frac{1}{\sin^2 \theta \cos \theta} \dots\dots\dots 19$$

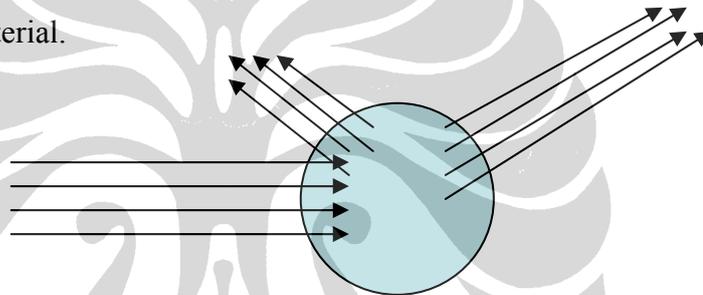
Sehingga factor Lorentz-polarisasi:

$$L_p = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \dots\dots\dots 20$$

Nilai dari faktor polarisasi Lorentz merupakan fungsi dari sudut. Efek dari faktor geometri ini adalah mengecilkan intensitas refleksi pada sudut menengah dibandingkan pada awal atau akhir sudut.

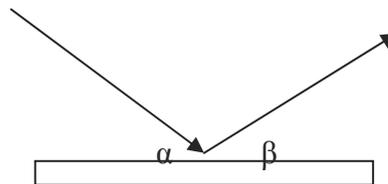
1. Faktor absorpsi $A(\theta)$

Absorpsi sinar-x pada sampel tergantung pada seberapa banyak jejak sinar-x dalam material.



Gambar 2.10. Absorpsi sinar X pada sampel[11]

Pada gambar diatas tampak sekali bahwa pada umumnya $A(\theta)$ terantung pada θ , faktor ini tidak dapat dihilangkan, namun dapat dibuat konstan sehingga memudahkan perhitungan. Pada alat diffraktometer, faktor absorpsi dapat dibuat bernilai sama untuk semua sudut dengan cara membuat konfigurasi berikut:



$$\alpha = \beta = 1/2 \text{ sudut difraksi } (2\theta)[11]$$

Gambar 2.11 perjalanan sinar konstan pada suatu permukaan sampel

Pada kondisi tersebut jejak sinar-x pada sampel dapat dikatakan sama untuk semua sudut. Itulah sebabnya mengapa bukan hanya detektor yang diputar tetapi sampel juga harus diputar untuk memenuhi kondisi tersebut.

4.2.3 PENENTUAN PARAMETER KISI

Didalam pengukuran parameter kisi, terdapat dua jenis kesalahan(error) yang terlibat, yakni sistematis dan acak (random)[16]. Error random adalah kesalahan percobaan yang terlibat didalam pengukuran posisi puncak difraksi, error ini berubah secara tidak teratur. Sedangkan error sistematis berubah dengan cara yang teratur, contohnya nilai parameter kisi (a) selalu berkurang ketika θ bertambahal ini disebabkan oleh kesalahan-kesalahan sistematis.

Metode analitik yang meminimalkan kesalahan random diusulkan oleh (M.U. Cohen). Metode ini digunakan untuk menghitung parameter kisi dengan teliti yang dapat diterapkan pada sistem kristal kubik dan non kubik.

Didalam diffraktometer, sumber kesalahan terpenting didalam menghitung ($\sin \theta$) adalah:

1. peralatan yang tidak sejajar
2. permukaan sampel yang tidak datar
3. penyerapan didalam sampel
4. pergesaran sampel dari sumbu diffraktometer
5. berkas sinar datang yang divergen

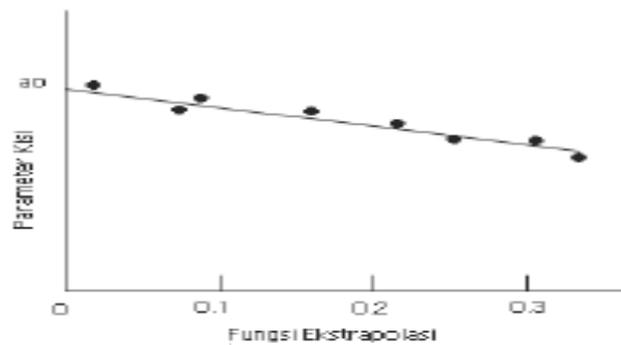
karena $\frac{\Delta d}{d}$ bervariasi secara berbeda-beda terhadap error yang berbeda, misalnya

$\frac{\Delta d}{d}$ bervariasi sebagai $\cos^2 \theta$ untuk error-2 dan 3 tetapi sebagai $\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta}$ untuk error

-4. oleh karena itu cara terbaik untuk menentukan dimana error-error ini yang lebih signifikan adalah dengan mengekstrapolasi parameter kisi terhadap $\cos^2 \theta$

dan juga terhadap $\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta}$, fungsi yang memberikan garis lurus yang lebih baik

merupakan error yang lebih signifikan. Hal ini seperti yang diperlihatkan pada gambar



Gambar 2.12 Menunjukkan parameter kisi yang diplot terhadap suatu fungsi ekstrapolasi[11]. Pemilihan fungsi ekstrapolasi yang tepat akan diperlihatkan oleh garis lurus yang melalui titik-titik parameter kisi karena menunjukkan nilai error yang paling minimum.

Persamaan bragg sebagai dirumuskan sebagai :

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d} \dots\dots\dots 21$$

Persamaan bidang untuk system kubik adalah :¹

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \dots\dots\dots 22$$

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4d^2} = \frac{\lambda^2}{4} \left(\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right) \dots\dots\dots 23$$

Akhirnya didapatkan persamaan Cohen, yaitu :

$$A \sum \alpha^2 + C \sum \alpha \delta = \sum \alpha \sin^2 \theta \dots\dots\dots 24$$

$$\sum A \alpha \delta + C \sum \delta^2 = \sum \delta \sin^2 \theta \dots\dots\dots 25$$

Dimana didapatkan :

$$\alpha = h^2 + k^2 + l^2 \dots\dots\dots 26$$

dan

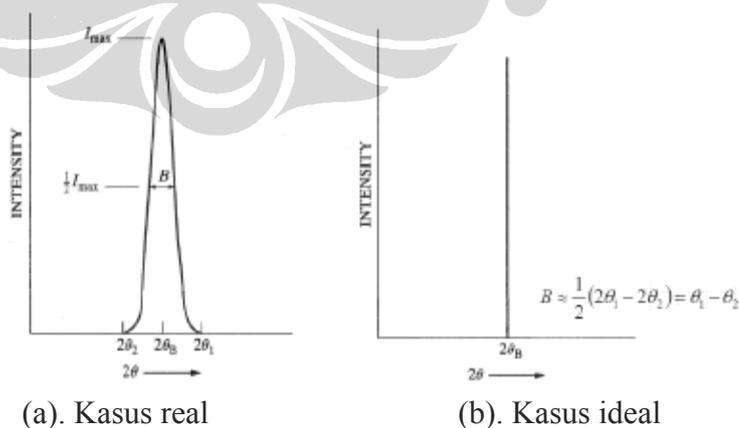
$$\delta = 10 \sin^2 2\theta \dots\dots\dots 27$$

Dengan mencari solusi diatas didapatkan nilai parameter kisinya.

2.5 PENENTUAN FWHM(Full Width Half Maximum)

Lebar puncak atau FWHM pada pola difraksi sinar-X diakibatkan oleh sistem peralatan XRD sendiri dan struktur mikro sampel seperti ukuran grain, distorsi kisi, strain mikro, stress residual dan lain-lainnya. Dengan demikian perubahan ukuran grain berkontribusi terhadap perubahan pelebaran puncak difraksi. Lebar kurva difraksi pada gambar () bertambah ketika ukuran kristal berkurang, karena $\text{range}(2\theta_1-2\theta_2)$ bertambah selama m berkurang. Lebar B biasanya diukur dalam radian pada $1/2$ intensitas maksimum dan pengukuran lebar ini dikatakan *Full Width at Half Maximum* (FWHM). Pengukuran B adalah $1/2$ dari selisish antara dua sudut ekstrim yang intensitasnya nol, yang nilainya berada dalam garis difraksi yang berbentuk triangular.

Yaitu, $B = \frac{1}{2}(2\theta_1 - 2\theta_2) = \theta_1 - \theta_2 \dots\dots\dots 28$



Gambar(2.13) Efek ukuran kristal yang kecil pada difraksi [15]

