Analisis Struktur Kristal dan Sifat Kemagnetan Material Komposit Perovskite Manganit Nd_{0.6}Sr_{0.4}MnO₃/ZnO

Muhammad Umar Faruqi^{1*}, Arif Tjahjono^{1**}, Sitti Ahmiatri Saptari¹

 Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negri Jakarta, Jl. Ir. H. Juanda No. 95 - Ciputat -Banten, 15412, Indonesia *email: <u>umaruqi28@gmail.com</u>
Prodi Fisika, Universitas Indonesia, Depok - Banten, 16424, Indonesia **email: arif.tjahjomo@uinjkt.ac.id

Abstrak

Perovskite manganit merupakan salah satu rekayasa material yang dapat menghasilkan perubahan fenomena fisika. Telah berhasil dibuat material berbasis perovskite manganit $Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3$ menggunakan metode *solgel* dan dikompositkan dengan ZnO $(Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3)_{1-x}/(ZnO)_x$ (x = 0; 0,3; 0,5; 0,7). Hasil pengujian *X-Ray Diffraction* menunjukkan sampel $Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3$ berstruktur tunggal ortorombik dan sampel ZnO pada $(Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3)_{0,5}/(ZnO)_{0,5}$ berstruktur heksagonal tunggal. Hasil pengujian *Field Emission Scanning Electron Microscope* menunjukkan sampel telah homogen dengan rata-rata ukuran butir 0,188 µm. Hasil pengujian *Vibrating Sample Magnetometer* menunjukkan sampel $(Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3)_{0,5}/(ZnO)_{0,5}$ bersifat paramagnetik dan mengalami penurunan sifat magnetik juga suseptibilitas seiring dengan penambahan konsentrasi material ZnO.

Kata kunci: NSMO, ZnO, Magnetisasi, Komposit

Abstract

Perovskite manganite is one of the manipulation materials that can produce changes in physical phenomena. Perovskite material $Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3$ has been made with the sol-gel method and then composites with ZnO $(Nd_{0.6}Sr_{0.4}MnO_3)_{1-x}/(ZnO)_x$ (x = 0; 0.3; 0.5, 0, 7). The results of the X-Ray Diffraction characterization test showed samples of $Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3$ and ZnO each with a single orthorhombic phase with a Pnma space group and a single hexagonal with a P63mc space group. The results of the Field Emission Scanning Electron Microscope characterization test showed that the samples were homogeneous with an average grain size of $0,188 \ \mu m$. Vibrating Sample Magnetometer characterization test results show composite material $(Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3)_{1-x}/(ZnO)_x$ are paramagnetic and the increasing composition of ZnO material decreases the magnetization and susceptibility value of sample.

Keyword: NSMO, ZnO, Magnetization, Composite.

PENDAHULUAN

Beberapa dekade belakangan ini, tentunya kita sering mengandalkan teknologi yang kegunaannya semakin hari semakin canggih. Perovskite manganit merupakan salah satu hasil dari rekayasa material yang dapat menghasilkan perubahan fenomena fisika pada material, seperti perubahan struktur kristal, transfer elektron, dan sifat magnetiknya.

Perovskit Manganit yang telah didoping $RE_{1-x}A_xMnO_3$ (RE = elemen logam tanah jarang trivalent, A = elemen logam alkali divalent) telah menarik banyak minat peneliti karena berbagai sifat struktural, magnetik, listrik dan juga menunjukkan berbagai fenomena menarik seperti Colossal Magnetoresistance (CMR) dan Magnetocaloric effect (MCE) pada material tersebut [1].

Umumnya material berbasis perovskite manganit direkayasa dengan mensubtitusi ion. Pada penelitian oleh Ahmed et al mengkompositkan material NSMO dengan senyawa CrO₃ menunjukkan bahwa penambahan senyawa CrO₃ pada NSMO memperbesar nilai resistivitas dan mengurangi Transisi Metal-Insulator (T_{MI}). Salah satu material yang unik untuk direkayasa yaitu material ZnO. Material ZnO memiliki energi pengikat yang besar, transparansi yang baik, serta stabilitas jangka panjang. Karena sifat-sifatnya itu material ZnO ditemukan diberbagai aplikasi-aplikasi teknologi seperti sensor, laser, solar sel, dll [2].

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dan sifat kemagnetan material $(Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3)_{1-x}/(ZnO)_x$ (x = 0; 0,3; 0,5; 0,7) dengan sampel $Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3$ (NSMO) yang disintesis menggunakan metode sol-gel dan dikompositkan dengan ZnO menggunakan ethanol. Sampel akan melewati beberapa pengujian karakterisasi yaitu karakterisasi fasa, struktur kristal serta parameter kristalnya menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), karakterisasi morfologi *menggunakan Field Emission Scanning Electron Microscope* (FESEM), dan karakterisasi sifat magnetisasi sampel menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

METODE

Nd_{0.6}Sr_{0.4}MnO₃/ZnO telah berhasil dibuat dengan metode sol-gel. Perhitungan stoikiometri pada prekursor adalah Nd₂(NO₃)₂, Sr(NO₃)₂, Mn(NO₃)₂.4H₂O, C₆H₈O₇ dilarutkan menggunakan air suling, dan Nd₂(NO₃)₂ ditambahkan dengan asam nitrat (HNO₃) sampai mendapatkan larutan bening yang dilanjutkan dengan mencampurkan semua prekursor. Campuran prekursor kemudian diaduk dan dipanaskan hingga 80°C di atas hot plate magnetik. Kemudian menambahkan larutan ammonia hingga pH 7. Setelah campuran menggumpal membentuk wujud jel, maka sampel didehidrasi pada suhu 120°C untuk menhilangkan kandungan air. Setelah itu proses pra kalsinasi pada suhu 650°C selama 6 jam dan kalsinasi 1000°C selama 12 jam. Karakterisasi sampel menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk melihat sampel telah berfasa tunggal. Selanjutnya mengkompositkan sampel dengan senyawa ZnO dengan cara mencampurkan keduanya menggunakan ethanol kemudian diaduk dan dehidrasi dengan suhu 100°C. Dilakukan pengujian selanjutnya yaitu analisis morfologi dan ukuran butir menggunakan *Field Emission Scanning Electron Microscope*. Kemudian dilanjut dengan pengujian sifat kemagnetan menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

HASIL DAN DISKUSI

Karakterisasi XRD

Sampel NSMO dan $(NSMO)_{0,5}/(ZnO)_{0,5}$ dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa, struktur kritstal, dan parameter kisi pada sampel. Hasil karakterisasi XRD terhadap sampel NSMO dan $(NSMO)_{0,5}/(ZnO)_{0,5}$ tersaji pada Gambar 1-2 yang menunjukkan adanya perbedaan pola XRD berupa banyaknya puncak yang signifikan pada sampel NSMO sebelum dan sesudah dikompositkan dengan ZnO. NSMO yang telah dikompositkan dengan ZnO memiliki lebih banyak puncak dibandingkan dengan sebelum dikompositkan.

Untuk mengetahui lebih lanjut informasi daripada sampel yang telah dikarakterisasi XRD, digunakan metode rietvield refinement guna mengetahui fasa, struktur kristal, dan parameter kisi menggunakan software GSAS (General Structure Analysis System) [3].



Gambar 1. Grafik pola XRD pada NSMO (a) sebelum dan (b) sesudah dilakukan *rietvield refinement*.

Gambar 1.a memperlihatkan hasil pengolahan data XRD sampel NSMO. Hasil pengolahan data yang didapat berupa chi-square (χ^2) sebesar 1,284. Besar nilai χ^2 digunakan untuk menentukan kecocokan antara database dan data hasil karakterisasi seperti yang dikatakan M. Hikam bahwa hasil fitting terbaik ada pada karakterisasi dengan nilai χ^2 berkisar antara 1,00 sampai 1,30 [4]. Dari hasil pengolahan menunjukkan bahwa sampel memiliki fasa tunggal dengan tidak ditemukan adanya fasa pengotor.

Gambar 1.b memperlihatkan hasil pengolahan data XRD sampel (NSMO)_{0,5}/(ZnO)_{0,5} Hasil pengolahan data yang didapat berupa χ^2 sebesar 1,296 yang menunjukkan bahwa sampel sudah

memiliki kecocokan yang baik dengan database. Parameter kisi pada sampel NSMO yang telah dikomposit tidak berbeda jauh dari sebelum dikomposit seperti yang terlihat pada Tabel 1.

	Sampel 1	Sampel 2		
Parameter	NSMO	NSMO	ZnO	
Space Group	Pnma	Pnma	p63mc	
a (Å)	5.4646	5.4620	3.2494	
b (Å)	7.7029	7.7045	3.2494	
c (Å)	5.4638	5.4720	5.2057	
V (Å^3)	229.996	230.277	47.603	
Ukuran kristal rata-rata (nm)	35	41		
Discrepancy factors				
RwP (%)	4.68	4.24		
Rp (%)	3.7	3.39		
Chi Square (χ^2)	1.284	1.296		
Panjang Ikatan (Å)				
Mn-O(1)	1.820	1.913		
	2.078	2.029		
Mn-O(2)	1.950	1.935		
<mn-o></mn-o>	1.95	1.96		
Sudut Ikatan (°)				
Mn-O(1)-Mn	164.677	157.193		
Mn-O(2)-Mn	161.681	167.552		
<mn-o-mn></mn-o-mn>	163.179	162.373		
Bandwidth				
$W(10^{-2})(u.a)$	9.56 9.37			
Tolerance Factor				
Goldscmidth	0,933			

Tabel 1. Informasi kristalografi hasil analisis material $(NSMO)_{0,5}/(ZnO)_{0,5}$.



Gambar 2. Grafik pola XRD pada material NSMO dan (NSMO)_{0,5}/(ZnO)_{0,5}.

Gambar 2 memperlihatkan hasil perbandingan pola XRD pada material NSMO sebelum dan sesudah komposit yang menunjukkan bertambahnya puncak pada sampel yang telah dikompositkan. Puncak yang bertambah pada sampel komposit menunjukkan bahwa adanya puncak ZnO dan NSMO yang tidak tergabung satu sama lain. Hal ini dapat membuktikan bahwa sampel berhasil dikompositkan. Seperti yang dijelaskan oleh W D Callister bahwa komposit merupakan material multifase yang memiliki sifat kombinasi yang baru [5].

Karakterisasi FESEM

Morfologi mikrostruktur pada sampel NSMO yang dikarakterisasi menggunakan FESEM dapat dilihat pada gambar 4-5.



Gambar 3. Hasil karakterisasi FESEM material Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO₃ dengan perbesaran 5000 kali.

Gambar 3 memperlihatkan hasil karakterisasi mikrostruktur pada sampel NSMO dengan perbesaran 5,000 kali. Terlihat bahwa *grain* pada sampel tersebar merata dan memiliki bentuk yang relatif sama di tiap titik. Ini menunjukkan bahwa sampel NSMO telah memiliki struktur yang homogen.



Gambar 4. Hasil karakterisasi FESEM material Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO₃ dengan perbesaran 50,000 kali.

Gambar 4 memperlihatkan hasil mikrostruktur NSMO yang diambil pada perbesaran 50,000 kali. Ukuran *grain* yang didapat dari beberapa titik yaitu 0,128, 0,136, 0,200, 0,152, 0,236, 0,220, 0,244 µm. Ukuran *grain* rata-rata sampel NSMO menjadi 0,188 µm. Ukuran rata-rata *grain* pada sampel ini menunjukkan bahwa material tidak membentuk struktur nanopartikel.

Pengujian Vibrating Sample Magnetometer

Untuk Karakterisasi selanjutnya yaitu mengukur sifat magnetik sampel dengan menggunakan alat VSM. Hasil uji sifat kemagnetan pada sampel (NSMO)_{1-x}/(ZnO)_x (x = 0, 0,3; 0,5; 0,7) dengan medan magnet 2 T di suhu ruang (298 K) dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 5. Grafik magnetisasi terhadap medan magnet pada sampel $(NSMO)_{1-x}/(ZnO)_x \ (x=0; \ 0,3; \ 0,5; \ 0,7).$

Pada Gambar 5 terlihat bahwa sampel memiliki sifat magnetisasi yang kecil. Kurva pada sampel berbentuk linier yang condong kearah sifat paramagnetik seperti yang dijelaskan oleh Brian et al bahwa paramagnetik memiliki kurva magnetisasi linier juga memiliki suseptibilitas (χ) konstan, positif, dan kecil [6].

Kurva pada Gambar 5 menunjukkan bahwa sampel NSMO tanpa komposit memiliki nilai magnetisasi lebih besar yaitu sebesar 5.24 emu/g dibandingkan dengan setelah dikompositkan. Saat material dikompositkan (NSMO)_{1-x}/(ZnO)_x dengan x = 0,3 nilai magnetisasinya berkurang menjadi 2.63 emu/g. Saat komposisi x ditambah menjadi x = 0,5 nilai magnetisasinya berkurang lagi menjadi 2.18 emu/g. Sampai dengan penambahan komposisi x = 0,7 nilai magnetisasi masih berkurang menjadi 1 emu/g. Pada penelitian yang telah dilakukan, material NSMO bersifat paramagnetik saat diberikan medan magnet sebesar 2 T di suhu ruangan dengan nilai magnetisasi antara 0 - 10 emu/g [7][8][9].

Komposisi komposit	Magnetisasi	Suseptibilitas
(x)	(emu/g)	(emu/g.T)
0	5,24	2,62
0,3	2,63	1,32
0,5	2,18	1,09
0,7	1	0,5

Tabel 2. Hasil uji kemagnetan sampel $(NSMO)_{1-x}/(ZnO)_x$.

Hasil magnetisasi menunjukkan bahwa kehadiran material ZnO dapat mengurangi nilai magnetisasi pada material komposit $(NSMO)_{1-x}/(ZnO)_x$. Hal ini dialami juga oleh Navin et al dengan menggunakan material komposit yang sama (ZnO) pada LSMO. Navin meyebutkan bahwa berkurangnya nilai magnetisasi seiring penambahan material ZnO mengindikasikan adanya pelemahan pada keteraturan magnet ferromagnetik [10].

Nilai bandwidth yang semakin kecil juga mengindikasikan adanya gangguan pada ikatan Mn dan O yang menyebabkan penurunan nilai magnetisasi. Ahmed et al pada penelitiannya menggunakan komposit NSMO/CrO₃ menyebutkan bahwa subtitusi ion Cr³⁺ terhadap Mn³⁺ melemahkan sifat magnetik dan interaksi DE, sedangkan interaksi DE berpengaruh terhadap nilai bandwidth yang dimana nilai bandwidth yang semakin kecil menyebabkan pelemahan pada DE [11]. Hal ini menunjukkan bahwa semakin kecil nilai bandwidth pada material akan melemahkan nilai magnetisasinya pula.

Untuk melihat kerentanan suatu material terhadap sifat magnetik dapat dilihat nilai suseptibilitas pada material tersebut dengan perumusan sebagai berikut [12]:

Dimana:

 $\chi =$ Nilai suseptibilitas (emu/g.T)

M = Nilai magnetisasi (emu/g)

H = Nilai medan magnet (T)



Gambar 7. Grafik Suseptibilitas terhadap komposisi komposit $(NSMO)_{1-x}/(ZnO)_x$ (x = 0; 0,3; 0,5; 0,7).

Terlihat dari Gambar 7 bahwa sampel memiliki nilai suspetibilitas yang semakin mengecil seiring dengan penambahan komposisi x. Nilai suseptibilitas pada sampel bernilai kecil dan positif. Hal ini mengindikasikan bahwa sampel memiliki sifat paramagnetik seperti yang dijelaskan oleh Brian et al bahwa paramagnetik memiliki suseptibilitas (χ) positif, dan kecil.

$$\chi = \frac{M}{H}$$

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

- Sampel NSMO telah berhasil disintesis menggunakan metode sol-gel dan dikompositkan dengan ZnO dengan variasi x = 0; 0,3; 0,5; 0,7.
- 2. Sampel komposit NSMO_{0,5}/ZnO_{0,5} tidak mengalami perubahan struktur kristal, sampel NSMO memiliki struktur orthorhombik tunggal dan ZnO memiliki struktur heksagonal tunggal, terdapat perubahan yang tidak signifikan pada parameter kisi, panjang dan sudut ikatan Mn-O.
- 3. Nilai magnetisasi dan suseptibilitas sampel komposit NSMO/ZnO mengalami penurunan seiring dengan penambahan komposisi ZnO.

SARAN

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu menambah pengujian karakterisasi pada sampel agar lebih akurat dalam analisis sifat listrik, magnetik, dan potensi pada sampel.

REFERENSI

- [1] E. Dagotto, T. Hotta, and A. Moreo, "Colossal Magnetoresistant Materials: The Key Role of Phase Separation," vol. 344, pp. 1–153, 2001.
- [2] A. Chanda, S. Gupta, M. Vasundhara, S. R. Joshi, G. R. Mutta, and J. Singh, "Study of structural, optical and magnetic properties of cobalt doped ZnO nanorods," *RSC Adv.*, vol. 7, no. 80, pp. 50527–50536, 2017.
- [3] A. C. Larson and R. B. Von Dreele, "General Structure Analysis System (GSAS)." Los Alamos National Laboratory, Los Alamos, 2004.
- [4] M. Hikam, *Studi Awal Tentang Kristal (Optik dan Sinar-X), " dalam Kristalografi dan Teknik Difraksi*. FMIPA, Universitas Indonesia, 2007.
- [5] W. D. Callister and J. Wiley, *Materials Science and Engineering : an Introduction*, 7Th ed. United State, 2007.
- [6] B. D. Plouffe, "Fundamentals and application of magnetic particles in cell isolation and enrichment : A review," no. December, 2014.
- [7] I. A. Abdel-Latif *et al.*, "Magnetocaloric effect, electric, and dielectric properties of Nd0.6Sr0.4MnxCo1-xO3 composites," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 457, pp. 126–134, 2018.
- [8] A. M. Ahmed, H. F. Mohamed, A. K. Diab, S. A. Mohamed, S. Garcia-Granda, and D. Martinez-Blanco, "Influence of heat treatment on the magnetic and magnetocaloric properties in Nd0.6Sr0.4MnO3 compound," *Solid State Sci.*, vol. 57, pp. 1–8, 2016.
- [9] M. K. Hamad, Y. Maswadeh, and K. A. Ziq, "Effects of Ni substitutions on the critical behaviors in Nd0.6Sr0.4Mn1-xNixO3 manganite," J. Magn. Magn. Mater., vol. 491, no. July, pp. 0–7, 2019.

- [10] K. Navin and R. Kurchania, "Structural, magnetic and transport properties of the La0.7Sr0.3MnO3-ZnO nanocomposites," J. Magn. Magn. Mater., vol. 448, pp. 228–235, 2018.
- [11] A. M. Ahmed, H. F. Mohamed, A. K. Diab, and S. A. Mohamed, "Synthesis, characterization and low field magnetotransport of Nd0.6Sr0.4MnO3/CrO3 composite," *Indian J. Phys.*, vol. 91, no. 2, pp. 169–181, 2017.
- [12] J. Schneck, "The role of magnetic susceptibility in magnetic resonance imaging: MRI magnetic compatibility of the first and second kinds," *Medical Physics*, vol. 23, no. 6. pp. 815–850, 1996.