

Analisis Fasa, Struktur Kristal dan Sifat Kemagnetan Material Komposit Berbasis $\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3 / \text{Fe}_2\text{O}_3$

Mujadid Al-Rabi^{1,†}, Arif Tjahjono², dan Sitti Ahmiatri Saptari³

¹Program Studi Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta, Jalan. Ir. H. Djuanda No.95, Cempaka Putih, Ciputat, Kota Tangerang Selatan, Banten 15412, Indonesia

²Program Studi Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta, Jalan. Ir. H. Djuanda No.95, Cempaka Putih, Ciputat, Kota Tangerang Selatan, Banten 15412, Indonesia

³Program Studi Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta, Jalan. Ir. H. Djuanda No.95, Cempaka Putih, Ciputat, Kota Tangerang Selatan, Banten 15412, Indonesia

†mujadidalrabi@gmail.com

Abstrak. Pada penelitian ini dipelajari rekayasa struktur material komposit berbasis neodmium manganit, yang dimulai dengan mensintesis material $\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3$ (NSMO) dengan menggunakan metode *sol-gel*, lalu dilanjutkan dengan sintesis material komposit $(\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3)_{1-x}/(\text{Fe}_2\text{O}_3)_x$ ($x= 0; 0,3; 0,5$ dan $0,7$). Sampel dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) menunjukkan bahwa sampel NSMO memiliki struktur kristal orthorombik dengan *space group* $Pnma$, pengkompositan dengan Fe_2O_3 tidak menyebabkan perubahan struktur tetapi muncul fasa lain yang ditandai dengan adanya puncak difraksi milik Fe_2O_3 . Karakterisasi FESEM (*Field Emission Scanning Electron Microscope*) menunjukkan persebaran butir yang merata dengan ukuran butir rata-rata $0.186 \mu\text{m}$. Karakterisasi VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) pada temperatur ruang (298 K) dengan medan magnet 5 T, menunjukkan material komposit NSMO / Fe_2O_3 bersifat paramagnetik dan nilai magnetisasi serta *susceptibilitas* sampel semakin menurun seiring dengan penambahan konsentrasi Fe_2O_3 .

Kata Kunci: Komposit, magnetisasi, NSMO, *sol-gel*, *susceptibility*.

Abstract. In this research, structural engineering of neodmium-manganite-based composite materials was studied, which was started by synthesizing $\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3$ (NSMO) material using *sol-gel* method, then proceed with synthesis of composite material $(\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3)_{1-x}/(\text{Fe}_2\text{O}_3)_x$ ($x = 0; 0,3; 0,5$ and $0,7$). Samples were characterized using XRD (*X-Ray Diffraction*) showing that the NSMO sample has an orthorhombic crystal structure with a $Pnma$ space group, composites with Fe_2O_3 do not cause structural changes but other phases appear marked by the presence of diffraction peaks belonging to Fe_2O_3 . Characterization of FESEM (*Field Emission Scanning Electron Microscope*) shows a uniform distribution of grains with an average grain size of $0.186 \mu\text{m}$. Characterization of VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) at room temperature (298 K) with a 5 T magnetic field, showed that the NSMO / Fe_2O_3 composite material was paramagnetic and the magnetization value and susceptibility of the sample decreased with increasing Fe_2O_3 concentration.

Keywords: Composite, magnetization, NSMO, *sol-gel*, *susceptibility*.

PENDAHULUAN

Material perovskite manganit telah menjadi perhatian luas dikalangan peneliti hingga saat ini, dengan rumus umum $\text{RE}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$, dimana RE mewakili ion tanah jarang seperti La^{3+} , Nd^{3+} , Pr^{3+} , dan A mewakili ion divalent seperti Sr^{2+} , Ba^{2+} , Ca^{2+} . Doping yang dilakukan pada material perovskite manganit akan menimbulkan berbagai fenomena menarik seperti *Colossal Magnetoresistance* (CMR) dan *Magnetocaloric effect* (MCE) [1][2].

Perovskite manganit menunjukkan sifat magnetik, *charge*, dan *orbital-ordering* yang sangat rumit dan menarik. Sistem ini dipelajari secara luas dan ekstensif sekitar 40 tahun yang lalu mengenai efek *crystal-field* dan kopling Hund, interaksi *superexchange* dan *double-exchange*, serta efek Jahn-Teller. Material ini memiliki potensi untuk digunakan sebagai media penyimpan magnetik, sensor magnetik, absorber, dan lain-lain [3].

Saat ini, sebagian besar penelitian berfokus pada doping divalent logam alkali tanah di dalam senyawa $RE_{1-x}A_xMnO_3$, maupun dengan penambahan bahan lain untuk merekayasa sifat material dari senyawa $RE_{1-x}A_xMnO_3$ tersebut, pada penelitian yang dilakukan oleh M. Naomi et. al terhadap sifat magnetik material $Nd_{1-x}Sr_xMnO_3$ menyimpulkan bahwa pada $x = 0,4$ menunjukkan sifat feromagnetik hingga terjadi peralihan menuju paramagnetik pada temperatur curie (T_c) 244 K [4].

Ahmed et. al dalam penelitian yang dilakukannya dengan mengkompositkan material $Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3$ dengan senyawa CrO_3 , menyatakan bahwa penambahan senyawa CrO_3 pada NSMO memperbesar nilai resistivitas dan mengurangi Transisi Metal-Insulator (T_{MI}). Pengukuran nilai magnetisasi menunjukkan hampir tidak adanya perubahan pada temperature curie (T_c), meskipun saat telah dihilangkan momen magnetnya. Disebutkan pula bahwa proses komposit material dapat menurunkan interaksi double exchange (DE) yang akan menurunkan sifat kemagnetannya [5]. Penelitian yang dilakukan oleh Balaraju et. al terhadap sifat magnetik menyimpulkan bahwa nanopartikel $\alpha-Fe_2O_3$ yang diukur dengan VSM pada temperatur 100 K dengan medan magnet eksternal -10 kOe to +10 kOe menunjukkan sifat feromagnetik [5].

Penelitian ini dilakukan untuk mengkaji struktur kristal dan sifat kemagnetan pada material $Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3$ (NSMO) yang akan dikompositkan dengan prekursor Fe_2O_3 . Material komposit $(Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3)_{1-x} / (Fe_2O_3)_x$ dibuat dengan variasi nilai $x = 0; 0,3; 0,5; \text{ dan } 0,7$. Proses sintesis yang digunakan untuk pembuatan sampel NSMO pada penelitian ini adalah dengan menggunakan metode *sol-gel*, kemudian dilanjutkan pengkompositan dengan prekursor Fe_2O_3 melalui proses *stiring* dengan ethanol. Sampel yang telah selesai, dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa, struktur kristal dan parameternya, kemudian dikarakterisasi *Field Emission Scanning Electron Microscope* (FESEM) untuk mengetahui morfologi sampel, serta karakterisasi *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) untuk mengetahui sifat kemagnetan sampel.

METODE

Pembuatan material $(Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3)_{1-x} / (Fe_2O_3)_x$ diawali dengan mensintesis material $Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO_3$ menggunakan metode *sol-gel*. Prekursor $Sr(NO_3)_2$, $Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ dan $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ dilarutkan dengan menggunakan *aquabidest*, dan Nd_2O_3 ditambahkan dengan asam nitrat (HNO_3) hingga menjadi basis nitrat ($Nd_2(NO_3)_2$) yang ditandai dengan larutan berubah

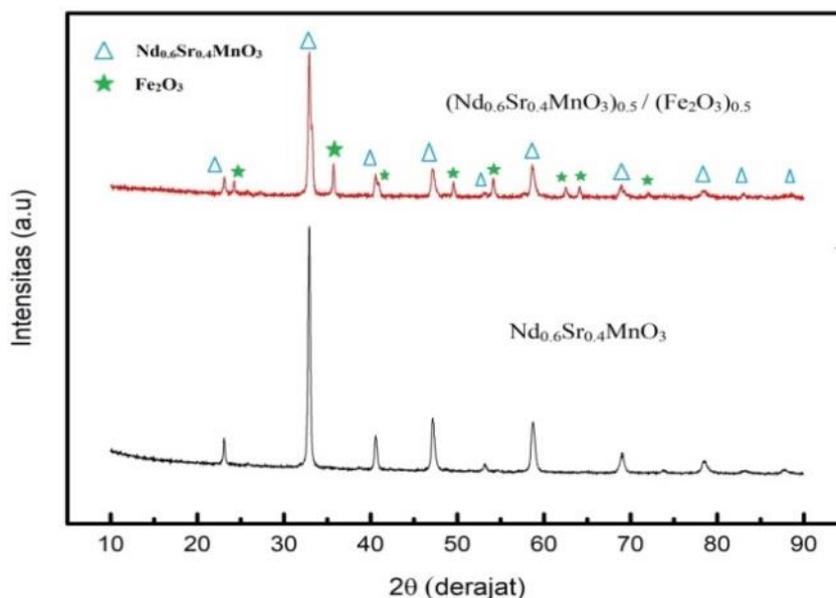
bening, dan dilanjutkan dengan mencampur semua prekursor. Campuran prekursor kemudian diaduk dan dipanaskan hingga 80°C di atas *hot plate* magnetik dan ditambahkan larutan ammonia hingga pH 7. Setelah campuran menggumpal membentuk wujud *gel*, kemudian sampel didehidrasi pada suhu 150°C selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan air. Setelah itu dilakukan proses pra kalsinasi pada suhu 650°C selama 6 jam dan kalsinasi 900°C selama 12 jam.

Karakterisasi sampel menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) untuk melihat sampel telah berfasa tunggal. Selanjutnya mengkompositkan sampel NSMO dengan prekursor Fe₂O₃ dengan cara mencampurkan dan mengaduk larutan tersebut dengan ethanol selama 30 menit hingga homogen, kemudian dilakukan dehidrasi sampel pada suhu 100°C selama 1 jam sampai seluruh ethanol menguap. Dilakukan pengujian selanjutnya yaitu analisis morfologi dan ukuran butir menggunakan *Field Emission Scanning Electron Microscope* (FESEM) dan dilanjutkan dengan pengujian sifat kemagnetan menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

HASIL DAN DISKUSI

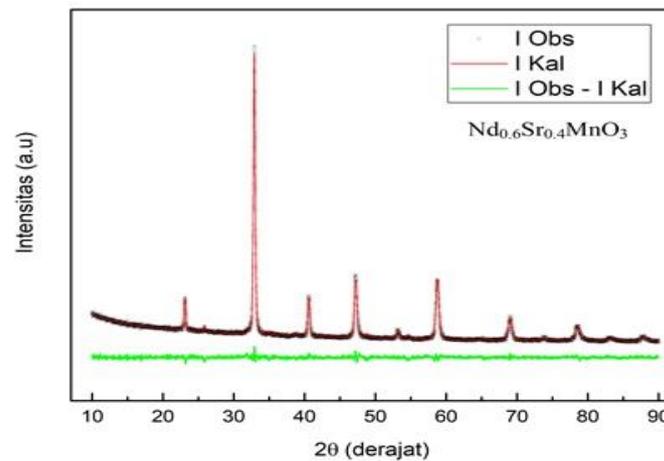
Karakterisasi XRD

Sampel NSMO dan (NSMO)_{0,5} / (Fe₂O₃)_{0,5} dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa, struktur kristal dan parameter kisi sampel. Hasil karakterisasi XRD terhadap sampel menghasilkan pola difraksi yang menunjukkan adanya fasa lain milik Fe₂O₃ setelah dikompositkan terhadap sampel NSMO seperti yang ditampilkan pada gambar 1. Kemudian dilakukan analisis hasil XRD dengan menggunakan metode *rietveld refinement* untuk mengetahui lebih lanjut informasi dari sampel yang telah dikarakterisasi XRD dengan menggunakan *software HighScore Plus*.

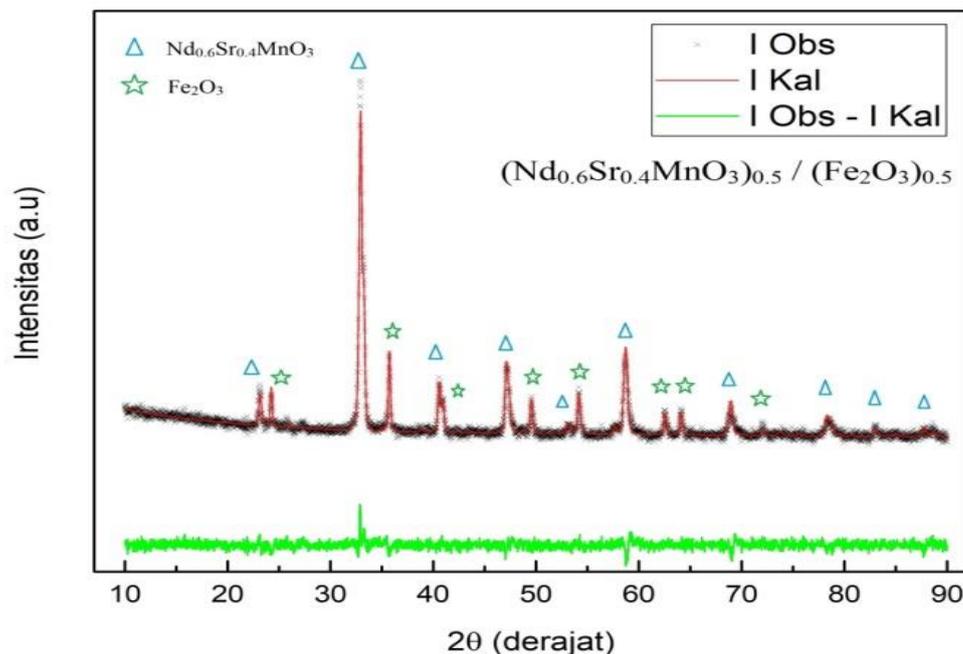


Gambar 1. Grafik pola XRD pada material NSMO dan (NSMO)_{0,5} / (Fe₂O₃)_{0,5}

Gambar 2. menunjukkan hasil pengolahan data XRD sampel NSMO, dimana didapatkan nilai *chi-square* (χ^2) sebesar 1,08 yang menandakan bahwa hasil *refinement* yang dilakukan memiliki kecocokan yang baik dengan database yang digunakan. Analisa ini diperkuat menurut Erfan Handoko et al. yang menyatakan bahwa hasil *refinement* yang baik memiliki nilai *chi-square* dalam rentang 1-1,5 [6]. Dari hasil pengolahan menunjukkan bahwa sampel memiliki fasa tunggal dengan tidak adanya fasa pengotor.



Gambar 2. Grafik pola XRD pada NSMO setelah dilakukan *rietviold refinement*.



Gambar 3. Grafik pola XRD pada $(\text{NSMO})_{0,5} / (\text{Fe}_2\text{O}_3)_{0,5}$ setelah dilakukan *rietviold refinement*.

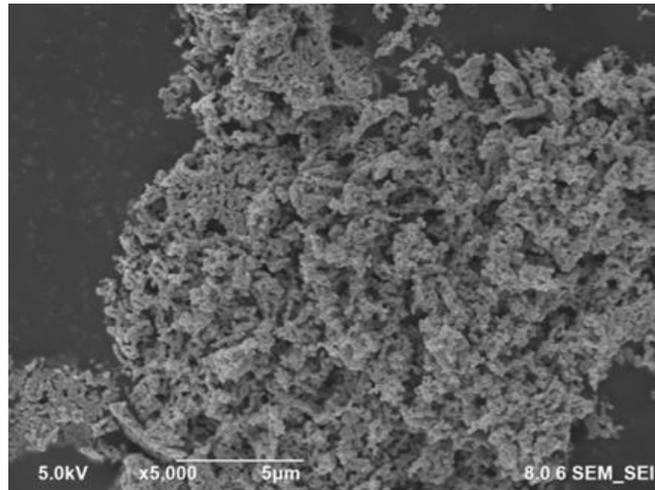
Gambar 3. menunjukkan hasil pengolahan data XRD sampel $(\text{NSMO})_{0,5} / (\text{Fe}_2\text{O}_3)_{0,5}$, dengan nilai *chi-square* (χ^2) sebesar 1,03. Parameter kisi pada sampel NSMO sebelum dan sesudah dikompositkan dengan Fe_2O_3 nilainya tidak berbeda jauh, seperti yang ditampilkan pada tabel 1.

Tabel 1. Informasi kristalografi hasil analisis material (NSMO)_{0,5} / (Fe₂O₃)_{0,5}.

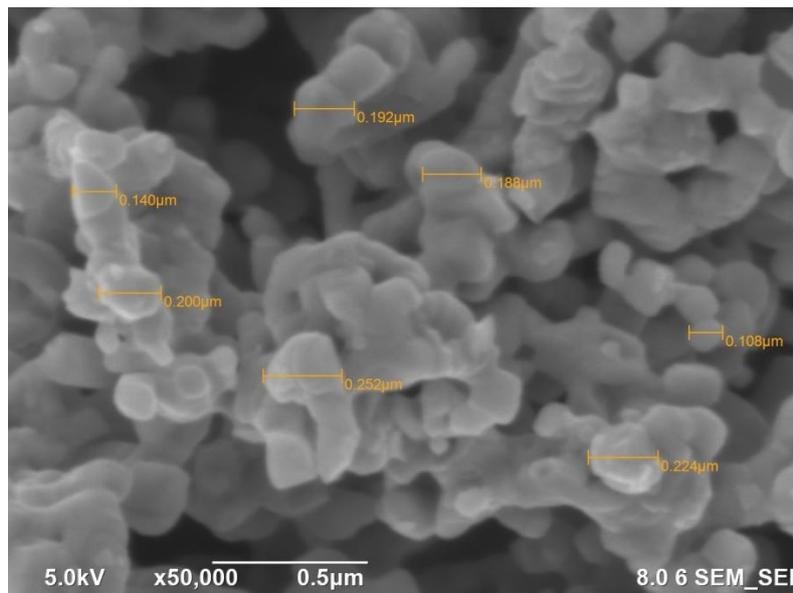
Parameter	X = 0	X = 0,5	
	Nd _{0,6} Sr _{0,4} MnO ₃	Nd _{0,6} Sr _{0,4} MnO ₃	Fe ₂ O ₃
<i>Space Group</i>	Pnma	Pnma	R-3c
a (Å)	5.44235	5.4563	5.03676
b (Å)	7.67813	7.68492	5.03676
c (Å)	5.4616	5.4715	13.75676
V (Å ³)	228.22	229.43	302.24
Ukuran kristal rata-rata (nm)	23	38	
Disrepancy Factors			
RwP (%)	4.33	2.77	
Rp (%)	3.34	2.14	
Chi-square (χ^2)	1.08	1.03	
Panjang Ikatan (Å)			
Mn-O(1)	1.815	1.912	
	2.074	2.029	
Mn-O(2)	1.946	1.933	
	1.946	1.933	
<Mn-O>	1.945	1.952	
Sudut Ikatan (°)			
Mn-O(1)-Mn	164.672	157.211	
Mn-O(2)-Mn	161.655	167.53	
<Mn-O-Mn>	163.16	162.37	
Bandwidth (u.a)			
W (10 ⁻²)	9.64	9.54	
Tolerance Factor			
Goldsmith	0.933		

Karakterisasi FESEM

Morfologi sampel NSMO yang telah dikarakterisasi dengan menggunakan FESEM Pada perbesaran 5.000 kali seperti yang ditampilkan pada Gambar 4 terlihat bahwa sampel memiliki butir yang tersebar secara merata dan memiliki bentuk yang relatif sama, yang menunjukkan homogenitas sampel NSMO. Pada perbesaran 50.000 kali yang ditampilkan pada Gambar 5, ukuran butir yang didapat dari beberapa titik yaitu 0,140, 0,200, 0,252, 0,192, 0,188, 0,108, 0,224 μm , sehingga didapatkan nilai ukuran butir rata-rata sampel NSMO sebesar 0,186 μm .



Gambar 4. Hasil karakterisasi FESEM material $\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3$ dengan perbesaran 5.000 kali.



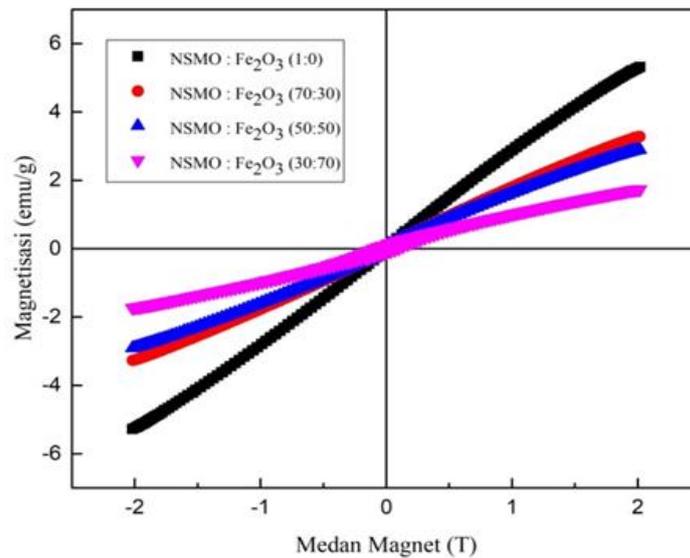
Gambar 5. Hasil karakterisasi FESEM material $\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3$ dengan perbesaran 50.000 kali.

Karakterisasi VSM

Karakterisasi VSM dari sampel komposit $(\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3)_{1-x} / (\text{Fe}_2\text{O}_3)_x$ ($x = 0, 0,3; 0,5; 0,7$) dilakukan pada temperatur disekitar suhu ruang (298 K) dengan medan magnet sebesar 2 T. Kurva histeresis dari sampel material komposit $(\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3)_{1-x} / (\text{Fe}_2\text{O}_3)_x$ ditampilkan pada Gambar 6, dan terlihat bahwa sampel memiliki nilai magnetisasi yang kecil, yang menandakan bahwa sampel tersebut merupakan material paramagnetik.

Kurva histeresis pada Gambar 6 menunjukkan bahwa sampel NSMO tanpa komposit memiliki nilai magnetisasi lebih besar yaitu sebesar 5,32 emu/g dibandingkan dengan setelah dikompositkan. Saat material dikompositkan $(\text{NSMO})_{1-x}/(\text{Fe}_2\text{O}_3)_x$ dengan $x = 0,3$ nilai magnetisasinya berkurang menjadi 3,28 emu/g. Saat komposisi x ditambah menjadi $x = 0,5$ nilai magnetisasinya berkurang lagi menjadi 2,91 emu/g. Pada penambahan komposisi $x = 0,7$ nilai

magnetisasi berkurang menjadi 1,74 emu/g.



Gambar 6. Grafik magnetisasi terhadap medan magnet pada sampel $(\text{NSMO})_{1-x}/(\text{Fe}_2\text{O}_3)_x$ ($x = 0; 0,3; 0,5; 0,7$) pada suhu ruang.

Berdasarkan nilai magnetisasi yang diperoleh dapat dilakukan perhitungan untuk mendapatkan nilai *susceptibility* (χ), yaitu tingkat kerentanan atau kepekaan suatu material untuk termagnetisasi. Besarnya nilai *susceptibility* (χ) sampel dapat dihitung melalui rasio dari magnetisasi dengan medan magnet seperti pada persamaan 1 [7]. Didapatkan hasil perhitungan nilai *susceptibility* (χ) yang ditampilkan pada Tabel 2.

$$\chi = \frac{M}{H} \quad (1)$$

Dimana:

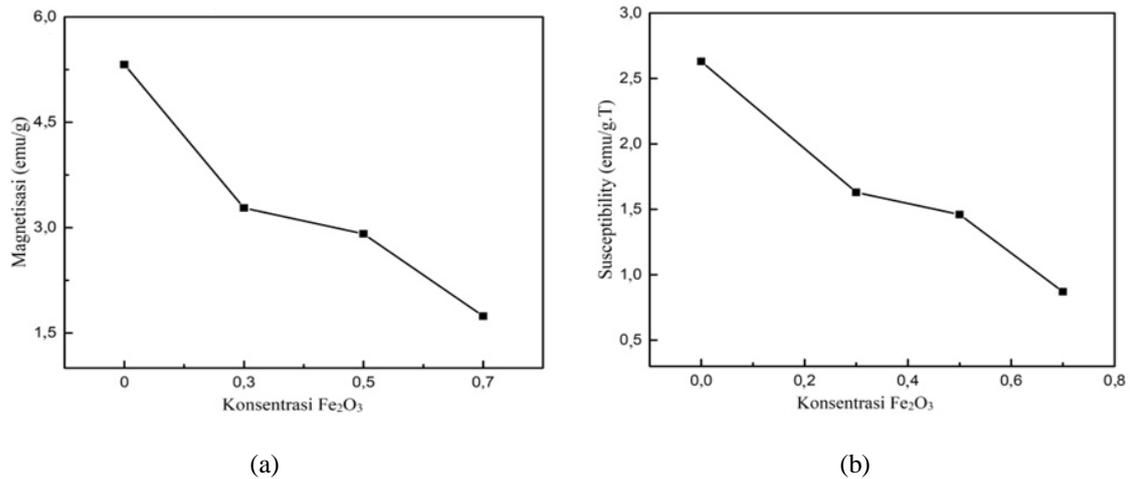
χ = Nilai *susceptibility* (emu/g.T)

M = Nilai magnetisasi (emu/g)

H = Nilai medan magnet (T)

Tabel 2. Hasil pengujian VSM sampel komposit $(\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3)_{1-x} / (\text{Fe}_2\text{O}_3)_x$.

Konsentrasi Fe_2O_3 (x)	Magnetisasi (emu/g)	<i>Susceptibility</i> (emu/g.T)
0	5,32	2,63
0,3	3,28	1,63
0,5	2,91	1,46
0,7	1,74	0,87



Gambar 7. (a) Grafik hubungan magnetisasi terhadap konsentrasi Fe₂O₃. (b) Grafik hubungan *susceptibility* terhadap konsentrasi Fe₂O₃.

Berdasarkan Gambar 7 (a) dan (b) terlihat bahwa nilai magnetisasi serta *susceptibility* material (Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO₃)_{1-x} / (Fe₂O₃)_x akan semakin menurun seiring dengan penambahan konsentrasi Fe₂O₃, yang disebabkan karena Fe₂O₃ yang dikompositkan, akan menghambat proses *double exchange* yang terjadi. Hal ini sesuai dengan yang diperoleh dari perhitungan hasil XRD, dimana nilai *bandwidth* mengalami penurunan setelah dikompositkan. Penurunan nilai *bandwidth* sangat erat kaitannya dengan penurunan kemampuan *double exchange*, sehingga akan menyebabkan penurunan nilai magnetisasinya [8].

Nilai magnetisasi sampel NSMO ini akan semakin rendah seiring dengan pertambahan komposisi Fe₂O₃, seperti yang dilaporkan Ahmed et al. dalam penelitiannya mengenai material NSMO yang dikompositkan dengan CrO₃ yang menunjukkan adanya pertambahan nilai resistivitas, dan terjadinya penurunan momen magnetik seiring dengan penambahan CrO₃. Penurunan momen magnetik ini disebabkan karena adanya pergantian ion Cr³⁺ dengan ion Mn³⁺ yang melemahkan *double exchange* [5].

Grafik hubungan nilai *susceptibility* terhadap konsentrasi Fe₂O₃ yang digunakan, menunjukkan adanya penurunan yang menandakan bahwa tingkat kerentanan atau kepekaan magnetik material (Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO₃)_{1-x} / (Fe₂O₃)_x akan semakin rendah seiring dengan penambahan konsentrasi Fe₂O₃ yang digunakan.

KESIMPULAN

Telah berhasil dibuat material komposit (Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO₃)_{1-x} / (Fe₂O₃)_x (x = 0; 0,3; 0,5; dan 0,7) dengan menggunakan metode *sol-gel*. *Refinement* hasil pengujian XRD menunjukkan bahwa material Nd_{0,6}Sr_{0,4}MnO₃ yang telah disintesis memiliki fasa tunggal dan memiliki struktur orthorombik (P n m a), dan ketika dikompositkan dengan Fe₂O₃ menjadi dua fasa ditandai dengan adanya puncak milik Fe₂O₃. Berdasarkan hasil dari pengujian VSM nilai

magnetisasi dan *susceptibility* yang dimiliki material komposit $(\text{Nd}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{MnO}_3)_{1-x}/(\text{Fe}_2\text{O}_3)_x$ ($x = 0; 0,3; 0,5; \text{ dan } 0,7$) mengalami penurunan seiring dengan penambahan Fe_2O_3 .

SARAN

Diharapkan pada penelitian selanjutnya dapat mengukur besarnya nilai magnetisasi terhadap temperatur, sehingga bisa menentukan nilai T_c , dan diharapkan dapat mengukur besarnya nilai magnetisasi terhadap medan magnet pada beberapa temperatur mulai dari dibawah hingga diatas T_c .

REFERENSI

- [1] I. A. Abdel-Latif, "Rare Earth Manganites and their Applications," *J. Phys.*, vol. 1, no. 3, pp. 15–31, 2012.
- [2] B. Viswanathan, V. Suryakumar, B. Venugopal, S. H. Roshna, and N. Hariprasad, "Perovskite Materials an Introduction," 2019.
- [3] M. Korotin, "Spin and orbital ordering of $\text{Nd}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ from LSDA+U calculations," *Phys. Rev. B*, vol. 59, no. 15, pp. 9903–9910, 1999.
- [4] M. Noumi, F. Issaoui, E. Dhahri, and E. K. Hlil, "Study of Critical Behavior and Magnetocaloric Effect in $\text{Nd}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ Compounds," *Journal Supercond. Nov. Magn.*, pp. 1507–1516, 2019.
- [5] A. M. Ahmed, H. F. Mohamed, A. K. Diab, and S. A. Mohamed, "Synthesis, characterization and low field magnetotransport of $\text{Nd}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{MnO}_3/\text{CrO}_3$ composite," *Indian J Phys*, 2016.
- [6] E. Handoko, B. Soegijono, and F. R. Tama, *Teknik Difraksi Sinar-X Dalam Analisis Struktur Kristal*.
- [7] M. A. Islam, "Direc Comparison of the Magnetic Properties of $\text{Gd}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ Nanoparticles with Bulk Counterparts," University of Engineering & Technology Dhaka 1000, 2012.
- [8] I. N. Rahman, "Pengaruh Substitusi Cu Terhadap Sifat Kemagnetan dan Kelistrikan Material $\text{La}_{0.7}(\text{Ba}_{0.97}\text{Ca}_{0.03})_{0.3}\text{Mn}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,03; 0,05; 0,07 \text{ dan } 0,10$)," Universitas Indonesia, 2019.