



KAJIAN STRUKTUR KRISTAL DAN KOMPOSISI ATOM BAHAN PADUAN OKSIDA NdFeO_3

Jasdar Agus

Jurusan Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar

jasdarphysics@gmail.com

ABSTRACT: focus of this research is the study of the crystal structure and atomic composition on the NdFeO_3 oxide alloy material as a result of XRD characterization with the rietveld refinement method using rietica software which is visualized in 3 dimensions using diamond software. This research is a continuation of previous research published in the Journal of Key Engineering Materials Vol. 811 p. 158-162 with ISSN 1662-9795. The parameters of the NdFeO_3 oxide material in the previous study were emphasized on the sintering temperature variations made in the 3 research samples. Samples # 1 and # 2 were calcined at 950°C with sintering temperatures of 600°C and 950°C . Sample # 3 was not calcined and sintered at 600°C . The crystal size obtained in each sample was 147.83, 162.69 nm and 52.94 nm with the largest percentage of NdFeO_3 found in sample # 1 of 74%. Still obtaining impurity material (-OH) proves that giving parameters in the form of temperature and heating time still needs to be improved.

ABSTRAK: Fokus pada penelitian ini adalah kajian struktur kristal dan komposisi atom bahan paduan oksida NdFeO_3 hasil karakterisasi XRD dengan metode *rietveld refinement* menggunakan *software rietica* yang divisualisasikan dalam bentuk 3 dimensi menggunakan *software diamond*. Penelitian ini merupakan lanjutan dari penelitian sebelumnya yang telah diterbitkan pada Jurnal Key Engineering Materials Vol. 811 hal. 158-162 dengan ISSN 1662-9795. Parameter bahan oksida NdFeO_3 pada penelitian sebelumnya ditekankan pada variasi suhu sintering yang dibuat dalam 3 sampel penelitian. Sampel #1 dan #2 dikalsinasi pada suhu 950°C dengan suhu sintering 600°C dan 950°C . Sampel #3 tidak melalui proses kalsinasi dan disintering pada suhu 600°C . Ukuran kristal yang didapatkan pada masing sampel sebesar 147.83, 162.69 nm and 52.94 nm dengan persentase NdFeO_3 terbesar didapatkan pada sampel #1 sebesar 74%. Masih didapatkannya material pengotor (-OH) membuktikan, pemberian parameter berupa suhu dan waktu pemanasan masih perlu ditingkatkan.

Kata Kunci: $\text{Nd}_{1-x}\text{FeO}_3$, *match*, *rietica*, *rietveld refinement*, *diamond*

*corresponding author
jasdarphysics@gmail.com

DOI:

PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi modern saat ini tidak lepas dari sains dan rekayasa material. Para ilmuwan selalu berusaha menciptakan material baru yang mempunyai keunggulan dan lebih aplikatif dari sebelumnya. Salah satunya, pengembangan penelitian bahan paduan NdFeO_3 . Bahan paduan NdFeO_3 adalah salah satu rekayasa material baru yang sebelumnya dikembangkan sebagai bahan karbon monoksida katalik sensor gas (You W dkk, 2014). Sebuah sensor gas katalitik adalah jenis sensor yang cocok untuk mendeteksi gas dengan konsentrasi setiap beberapa persen volume dan juga digunakan dalam kerasnya suhu tinggi lingkungan. Disamping itu juga Bahan paduan oksida NdFeO_3 material yang pada suhu sangat rendah memiliki sifat superkonduktivitas (Ho T G, 2011).

Mempelajari sifat dan karakterisasi suatu bahan menjadi salah satu hal yang mutlak dalam pengembangan material-material baru. Dalam pengembangan bahan baru tentunya peningkatan karakteristik suatu bahan menjadi target yang harus tercapai dan dikembangkan. Sehingga untuk mengetahui karakteristik dan kualitas suatu bahan paduan oksida, diantaranya adalah dengan uji mekanik, I-V meter, XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Analisis struktur kristal dengan mengidentifikasi komposisi atom penting untuk dilakukan. Selain sebagai media pembelajaran, pengidentifikasian ini juga bertujuan pada pengaplikasian material hasil sintesis. Salah satu metode yang bisa dilakukan untuk mengidentifikasi struktur kristal yaitu metode *rietveld refinement* menggunakan *software rietica* yang divisualisasikan dalam bentuk 3 dimensi menggunakan *software diamond*.

Kajian struktur kristal dan komposisi atom pada penelitian ini merupakan lanjutan dari penelitian sebelumnya yang telah diterbitkan pada Jurnal Key Engineering Materials Vol. 811 hal. 158-162 dengan ISSN 1662-9795. Fokus pada penelitian ini adalah kajian struktur kristal dan komposisi atom bahan paduan oksida NdFeO_3 hasil karakterisasi XRD dengan metode *rietveld refinement* menggunakan *software rietica* yang divisualisasikan dalam bentuk 3 dimensi menggunakan *software diamond*. Parameter bahan oksida NdFeO_3 pada penelitian sebelumnya ditekankan pada variasi suhu sintering yang dibuat dalam 3 sampel penelitian. Sampel #1 dan #2 dikalsinasi pada suhu 950°C dengan suhu sintering 600°C dan 950°C . Sampel #3 tidak melalui proses kalsinasi dan disintering pada suhu 600°C .

METODE PENELITIAN

Bahan paduan oksida NdFeO_3 yang digunakan disintesis dengan menggunakan metode reaksi padatan. Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah Nd_2O_3 99,99% dan Fe_2O_3 99,99% dimana kedua bahan ini dicampurkan kemudian digerus dengan menggunakan mortar dan pastel selama ± 3 jam untuk memaksimalkan reaksi dengan memperluas kontak antar permukaan pereaksi dan agar pereaksi bercampur secara

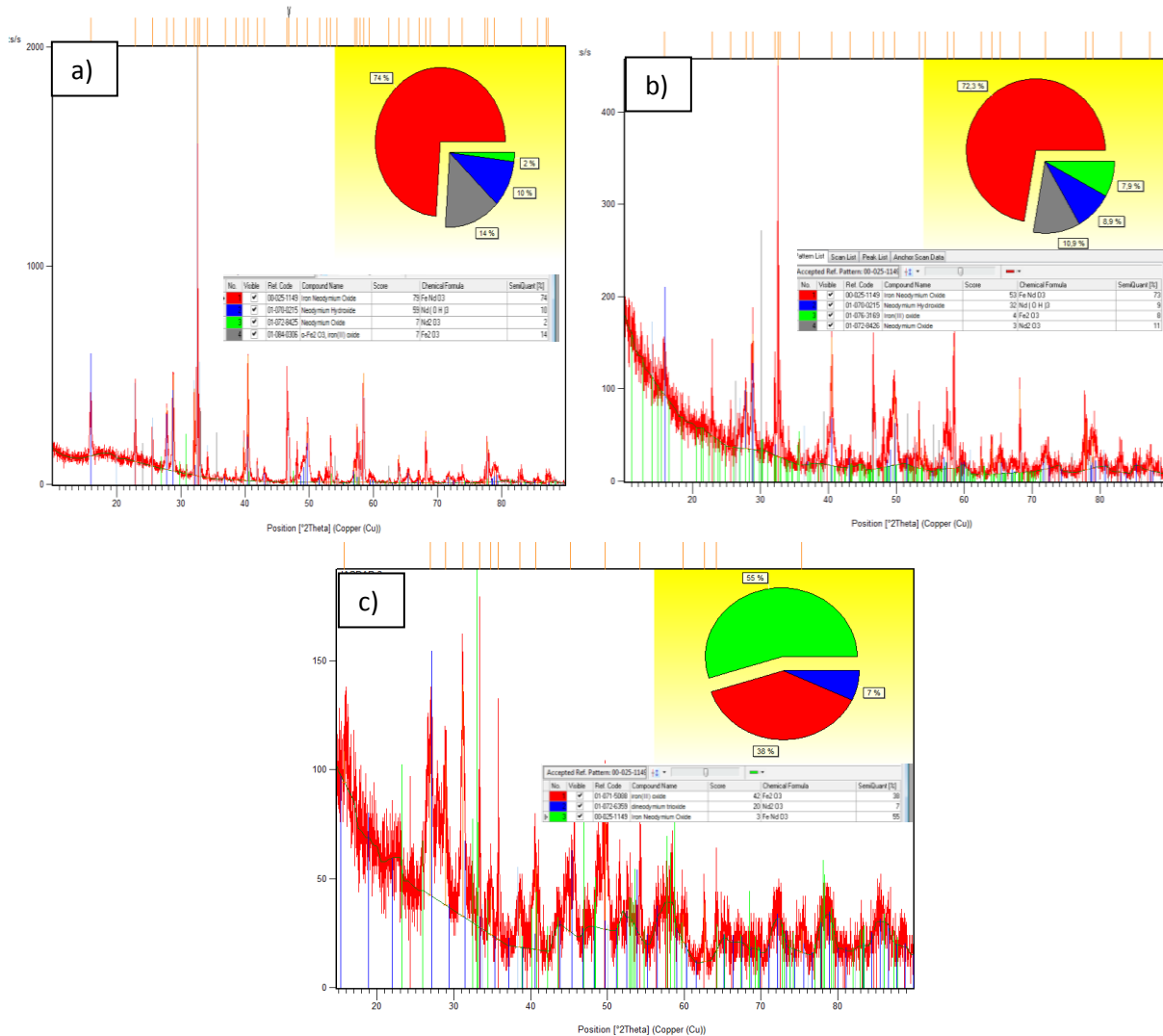
homogen. Sampel #1 dan sampel #2 kemudian melalui proses kalsinasi pada suhu 950°C selama 50 jam sedangkan Sampel #3 tanpa melalui proses kalsinasi. kemudian ketiga sampel digerus ulang seladan ± 3 jam dibuat pellet (*bulk*) berdiameter kurang lebih 1 cm. Pada tahap sintering, sampel #1 diberikan parameter panas sebesar 950°C sedangkan sampel #2 dan #3 diberikan parameter panas yang sama sebesar 600°C . Waktu sintering untuk ketiga sampel sama yaitu selama 84 jam.

Sintesis bahan paduan oksida NdFeO_3 dilakukan di laboratorium material oksida Universitas Negeri Makassar dan uji karakterisasi XRD dilakukan di Universitas Negeri Malang. Analisa struktur kristal dan komposisi atom pada penelitian ini menggunakan bantuan *software match, rietica* dan *diamond*.

Match merupakan aplikasi yang digunakan untuk menganalisis data hasil XRD melalui pencocokan pola XRD dari sampel dengan pola XRD dari *database*. *Rietica* merupakan aplikasi lanjutan proses analisis dari aplikasi *Match* yang dapat mengidentifikasi data eksperimen dengan membandingkan data kuantitatif dengan *database* yang tersedia dan melakukan refinement dengan metode *rietveld*. *Diamond* merupakan aplikasi penggambaran bentuk 3 dimensi struktur molekul dan kristal. Hasil tampilan visualiasi *diamond* dapat memudahkan para peneliti untuk memodelkan bagian struktur kristal dari parameter struktural (atomik) dari sebuah material (J. H. Poehls dan M. Anna, 2013).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisa XRD menggunakan software match didapatkan hasil untuk ketiga sampel diperlihatkan pada gambar 1.



Gambar 1. Analisa fase bahan paduan oksida NdFeO₃ pada: a) sample #1, b) sampel #2 dan c) sampel #3.

Gambar 1 di atas memperlihatkan persentase komposisi yang didapatkan menggunakan *software match*. Didapatkan persentase kandungan NdFeO₃ tertinggi pada sampel #1 dengan persentase 74% kemudian sampel #2 sebesar 72%. Meskipun demikian, masih didapatkan fase Nd(OH)₃ dengan persentase masing-masing 10% dan 9% [1]. Hal ini membuktikan, pemberian parameter berupa suhu dan waktu pemanasan masih perlu ditingkatkan untuk menghilangkan kandungan -OH. Sementara itu pada sampel #3, didapatkan persentase

NdFeO₃ hanya sebesar 55%. Hal ini disebabkan tidak diberikannya parameter berupa proses kalsinasi yang menyebabkan tidak terbentuknya kristal secara sempurna.

Tabel 1. Posisi 2 θ , intensitas, ukuran kristal dan FWHM pada sampel.

Sampel	2 θ (°)	Intensitas (counts)	Ukuran kristal (nm)	FWHM (°)
#1	32.53±0.01	984.56±0.01	147.83±0.01	0.11±0.01
#2	32.53±0.01	216.84±0.01	162.69±0.01	0.10±0.01
#3	32.53±0.01	53.89±0.01	52.94±0.01	0.31±0.01

Tabel 1 memperlihatkan posisi 2 θ , intensitas (tinggi puncak), ukuran kristal dan FWHM pada ketiga sampel. Berdasarkan paparan data pada tabel di atas, sample #1 dan sampel #2 menunjukkan data yang cenderung stabil jika ditinjau dari posisi 2 θ , ukuran kristal dan FWHM. Namun jika ditinjau dari posisi intensitas (titik puncak), didapatkan sampel #1 sebesar 984.56±0.01 lebih tinggi dibandingkan sampel #2 yang hanya 216.84±0.01 (J.Agus dkk, 2019). Hal ini menunjukkan kualitas kristal bahan paduan NdFeO₃ pada penelitian ini dipengaruhi oleh parameter suhu yang diberikan. Hal yang berbeda justru diperlihatkan pada sampel #3. Terlihat intensitas (titik puncak) sebesar 53.89±0.01, ukuran kristal sebesar 52.94±0.01 dan FWHM sebesar 0.31±0.01, yang sangat berbeda jika dibandingkan dengan kedua sampel sebelumnya. Hal ini menguatkan uji karakterisasi sebelumnya menggunakan software *match* bahwa kristal pada sampel ke-#3 tidak terbentuk dan materialnya masih berupa *amorf*. Ukuran kristal didapatkan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* :

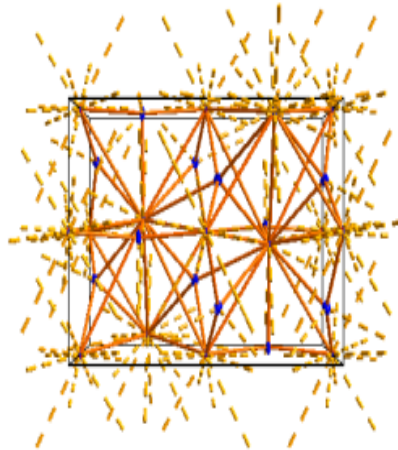
$$D = \frac{0.89\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (1)$$

Dimana λ adalah panjang gelombang sinar-X (0.15406 nm), β adalah nilai hkl FWHM (121) and θ dengan sudut yang berbeda-beda tiap sampel. Tabel 2 menunjukkan parameter kisi bahan paduan oksida NdFeO₃ dengan metode *rietveld refinement* menggunakan software *rietica*.

Table 2. Parameter kisi bahan paduan oksida NdFeO₃ dengan menggunakan *rietveld refinement*

Sample	a (Å)	b (Å)	c (Å)
#1	5.583114±0.000458	7.763298±0.000592	5.451368±0.000428
#2	5.585425±0.000462	7.762275±0.000588	5.451916±0.000412
#3	5.597277±0.000485	7.781139±0.000413	5.430047±0.000302
A1	5.583718	7.762065	5.451989

Berdasarkan tabel 2 di atas, peningkatan suhu sintering secara bertahap meningkatkan parameter kisi karena perbedaan jari-jari ion antara Nd dan Fe menyebabkan *d-spacing* semakin membesar dan menggeser puncak sinar-x ke derajat yang lebih rendah. Pada uji ini, digunakan sampel A1 sebagai nilai referensi yang merupakan hasil penelitian V. Zharvan dkk, 2017. Sedangkan hasil visualisasi menggunakan aplikasi *diamond* struktur kristal bahan paduan oksida NdFeO₃ berbentuk orthorhombic dengan a = 5.583114 Å, b = 7.763298 Å dan c = 5.451368 Å berdasarkan data metode *rietveld refinement* pada sampel #1 seperti yang diperlihatkan pada gambar 2 di bawah

**Gambar 2.** Visualisasi Struktur Kristal NdFeO₃ (*Neodymium ferrites oxides*) menggunakan *diamond*

KESIMPULAN

Ukuran kristal yang didapatkan pada masing sampel sebesar 147.83, 162.69 nm and 52.94 nm dengan persentase NdFeO₃ masing-masing sebesar 74%, 72% dan 55%. Dari hasil analisis dengan metode rietviel refinement didapatkan peningkatan peningkatan suhu

sintering secara bertahap meningkatkan parameter kisi karena perbedaan jari-jari ion antara Nd dan Fe menyebabkan *d-spacing* semakin besar dan menggeser puncak sinar-x ke derajat yang lebih rendah.

DAFTAR PUSTAKA

- J. Agus, S. Samnur, K. Triyana, E.H. Sujiono. **2019**. Effect of Sintering Temperature on Crystal Structure and Surface Morphology of NdFeO₃ Oxide Alloy Materials Prepared by Solid Reaction Method. *Key Engineering Materials* (811). 158-162
- V. Zharvan, Y. N. I. Kamaruddin, S. Samnur, E.H. Sujiono. **2017**. Influence of molar ratio on crystal structure and morphology of Nd_{1+x}FeO₃ (x=0.1, 0.2, and 0.3) oxide alloy material synthesized by solid state reaction method. *IOP Conf Series: Materials Science and Engineering* (202). 012072.
- You W, Xuecheng Y, Jun C, Jinxia D, Ranbo Y, Xianran X. **2014**. Shape controllable synthesis of NdFeO₃ micro single crystals by a hydrothermal route. *CrystEngComm* (16) 858
- Ho T G, Ha T D, Pham Q N, Giang H T, Do T A T, Do T T, Nguyen N T. **2011**. Study on Morphology and Crystal Structure of Pd Doped Nd_{1.2}FeO₃. *Sensors and Actuators B*. (158) 246-251.
- Ru Z, Jifan H, Zhouxiang H, Ma Z, Zhanlei W, Yongjia Z, Hongwei Q. **2010**. Electrical and CO-Sensing properties of NdFe_{1-x}Co_xO₃ perovskite system. *Journal of Rare Earths*. (28) 591-595.
- J. H. Poehls and M. Anna, **2013**. "XRD Refinement using Rietica." Dalhouse University.
- "Diamond - Crystal and Molecular Structure Visualization."
- Eko Hadi Sujiono, Vicran Zharvan, Muhammad Yusriadi Dahlan, Andi Chaerunnisa Mugni Said, Jasdar Agus, and Samnur. **2019**. Study on Morphology and Crystal Structure of Pd Doped Nd_{1.2}FeO₃. *Materials Today: Proceedings* (13) 258–263
- E.H. Sujiono, A.C. Mugni-Said, M.Y. Dahlan, R.A. Imran, S. Samnur. **2018**. Refinement Analysis using the Rietveld Method of Nd_{1.2}Fe₁O₃ Oxide Material Synthesized by Solid-State Reaction. *Journal of Nano- and Electronic Physics*. (10) 02034.
- E. H. Sujiono, J. Agus, S. Samnur, K. Triyana. **2018**. Effects of Molar Ratios and Sintering Times on Crystal Structures and Surface Morphology of Nd_{1+x}FeO₃ Oxide Alloy Prepared by using Solid Reaction Method. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* (367) 012056