

Analisis Struktur Kristal dan Morfologi Polikristalin $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1; 0,2; 0,25$) dengan Metode Sintesis Sol-Gel Pembakaran Otomatis Sitrat-Nitrat

Ryka Usnilawaty⁽¹⁾ dan Budhy Kurniawan^{(1,a)*}

⁽¹⁾Prodi Ilmu Bahan-Bahan, Universitas Indonesia, Depok, Indonesia, 16424

Email: ^{(a)*}budhy.kurniawan@sci.ui.ac.id

Diterima (31 Mei 2024), Direvisi (27 Juni 2024)

Abstract. Polycrystalline $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0, 0.1, 0.2, 0.25$) has been successfully synthesized using the sol-gel citrate-nitrate auto combustion method, with the high purity basic materials of La_2O_3 , $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, Fe_2O_3 , and $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ as reaction fuel. After the gel was formed, the sample was heated at 180°C for 2.5 hours. Calcination was carried out at 800°C for 2 hours. Then the sample was compressed with a pressure of 10 tons, the sample was sintered at a temperature of 900°C for 2 hours. X-Ray Diffraction (XRD) analysis data shows a single phase in the four samples. SEM analysis data shows that the morphology of the particle diameter becomes smaller as the Fe is being added to the Mn site. EDS analysis data shows the element content in the four samples which is in accordance with stoichiometric calculations, and confirms that the product resulting from the sol-gel synthesis is homogeneous. The calculation of Goldschmidt tolerance factor has confirmed that the crystal structure is rhombohedral perovskite structure (0.929, 0.934, 0.939, and 0.941).

Keywords: Lanthanum Manganites, Sol-Gel, Polycrystalline, Morphology, Rhombohedral.

Abstrak. Polikristalin $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$) telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel pembakaran otomatis sitrat-nitrat, menggunakan bahan dasar kemurnian tinggi untuk La_2O_3 , $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, Fe_2O_3 , dan $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ sebagai bahan bakar reaksi. Setelah terbentuk gel, maka sampel dipanaskan pada suhu 180°C selama 2,5 jam. Kalsinasi dilakukan pada suhu 800°C selama 2 jam. Kemudian sampel dikompaksi dengan tekanan 10 ton, lalu sampel disintering pada suhu 900°C selama 2 jam. Data analisis X-Ray Diffraction (XRD) menunjukkan fasa tunggal pada keempat sampel. Data analisis SEM mencitrakan morfologi ukuran diameter partikel yang semakin kecil, seiring penambahan unsur Fe pada situs Mn. Data analisis EDS menampilkan kandungan unsur pada keempat sampel yang sesuai dengan perhitungan stoikiometri, serta mengonfirmasi produk hasil sintesis sol-gel yang homogen. Perhitungan faktor toleransi Goldschmidt menunjukkan bahwa struktur kristal tersebut merupakan struktur perovskit rombohedral (0,929; 0,934; 0,939; dan 0,941).

Kata kunci: Lantanum Manganit, Sol-Gel, Polikristalin, Morfologi, Rombohedral.

PENDAHULUAN

Struktur kristal, morfologi, dan ukuran partikel merupakan parameter penting yang mempengaruhi sifat bahan dan menentukan aplikasi bahan [1]. Morfologi kristal mempengaruhi bentuk kristal, permukaan kristal, dan distribusi ukuran kristal pada suatu bahan sehingga berdampak signifikan

terhadap karakteristik dan kinerja material [2]. Perovskit oksida tipe ABO_3 yang terdistorsi dengan bentuk $\text{RE}_{1-x}\text{AE}_x\text{MnO}_3$ (RE: Rare Earth/golongan trivalent tanah jarang; AE: golongan divalent seperti Ca, Sr, Ba, dan Pb) telah banyak menjadi objek penelitian karena memiliki efek *Colossal Magneto-Resistance* (CMR) dan dapat

digunakan pada industri perekaman magnetik, terkait dengan transisi feromagnetik ke paramagnetik dan logam ke insulator secara simultan [3], [4]. Perovskit Oksida saat ini juga banyak diteliti sebagai bahan penyerap gelombang mikro [5], [6], [7], [8]. Karakteristik perovskit oksida sebagai penyerap gelombang mikro sangat ditentukan oleh struktur kristal dan morfologi kristalnya [5]. Susunan atom dalam kristal mempengaruhi sifat elektromagnetik material meliputi tangen rugi-rugi, permeabilitas magnetik, dan konstanta dielektrik pada material penyerap gelombang mikro [9]. Morfologi kristal yang meliputi bentuk dan permukaan kristal dapat mempengaruhi porositas, luas permukaan, dan interaksi antarmuka antara gelombang mikro dengan permukaan material sehingga dapat mempengaruhi kinerja material penyerap gelombang mikro [10]. Oleh karena itu, analisis struktur kristal dan morfologi kristal merupakan faktor penting dalam merekayasa material sesuai aplikasinya.

Rumus umum perovskit manganit oksida yaitu $(R_{1-x}^{3+}A_x^{2+})(Mn_{1-x}^{3+}Mn_x^{4+})O_3^{2-}$ dengan R = La, Pr, Nd,... dan A = Ca, Sr, Ba, [11]. LaMnO₃ dengan struktur perovskite ABO₃ memiliki sifat antiferomagnetik insulator, Mn hadir dalam keadaan oksidasi tunggal (Mn⁺³) [12]. Penambahan doping di situs A dan situs B pada LaMnO₃ banyak diteliti saat ini, karena dapat meningkatkan performa material tersebut. Sifat performa LaMnO₃ dapat ditingkatkan dengan mensubstitusi unsur tanah jarang trivalen La³⁺ dengan unsur alkali tanah divalen seperti Ba²⁺ membentuk senyawa baru La_(1-x)Ba_xMnO₃ (LBMO). Substitusi pada situs La oleh ion logam alkali tanah divalen seperti Ca, Sr, Ba atau Pb menyebabkan sebagian Mn⁺³ teroksidasi menjadi ion Mn⁺⁴ dan mengubah senyawa ion menjadi logam ferromagnetik [13]. Substitusi pada situs Mn oleh ion logam transisi Fe pada La_(1-x)Ba_xMnO₃ merupakan

hal yang menarik, karena besar jari-jari ion Fe mendekati besar jari-jari ion Mn sehingga akan mengakibatkan adanya perubahan fenomena magnetik pada senyawa tersebut [14].

Beberapa metode sintesis telah berhasil digunakan dalam pembuatan La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ yaitu solid-state [3], [15], sol-gel [16], [17], sol-gel *pechini* [17], dan sol-gel pembakaran otomatis sitrat-nitrat (sol-gel *citrate-nitrate auto combustion*) [18]. Metode sol-gel *citrate-nitrate auto combustion* dipilih karena dapat menghasilkan fase perovskit manganit dengan kemurnian yang tinggi, distribusi ukuran partikel yang seragam, dan homogenitas tinggi [19].

Aritonang dkk. telah berhasil melakukan sintesis metode *solid-state* senyawa La_{0,8}Ba_{0,2}Mn_(1-x)Fe_xO₃ (x = 0 - 0,7) menghasilkan fasa lain yaitu BaFe₁₂O₁₉ pada x > 0,3 dan ukuran partikel untuk komposisi x = 0,3 sekitar 100 - 500 nm [15]. Metode sintesis sol-gel La_(1-x)Ba_xMn_{0,98}Fe_{0,02}O₃ (x = 0,05 - 0,20) yang dilakukan Sedykh dkk. berhasil menghasilkan fasa tunggal dengan *space group* R-3c [16]. Betancourt dkk. telah berhasil membuat senyawa La_{2/3}Ba_{1/3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ (x = 0,0, 0,025, 0,050, 0,075, 0,10) dengan metode sintesis sol-gel *pechini*, sehingga dapat menghasilkan fasa tunggal diameter partikel berukuran 0,3 - 0,7 μm dengan *space group* R-3c (Rombohedral) [17]. Metode sol-gel *pechini* yang dilakukan dalam pembuatan menggunakan asam sitrat dan ethilenglikol pada kondisi reaksi sistem larutan nitrat [17].

Kelebihan metode sol-gel *citrate-nitrate auto-combustion* dapat menghasilkan produk fasa tunggal berukuran nano dengan struktur yang lebih homogen, pada suhu yang rendah, dan waktu reaksi yang lebih cepat [20]. Pembakaran otomatis sitrat-nitrat atau *Citrate-nitrate auto-combustion* (CNA) menggunakan asam sitrat sebagai bahan

bakar reaksi dan logam nitrat sebagai sumber logam oksidanya. Metode CNA memiliki kemiripan dengan metode *Pechini* [21]. Namun, CNA berbeda dari proses *Pechini* karena prekursor nitrat sebelumnya tidak dihilangkan sebagai No_x , melainkan tetap berada dalam sistem larutan reaksi sehingga menyebabkan adanya proses pembakaran otomatis atau *auto-combustion* [18].

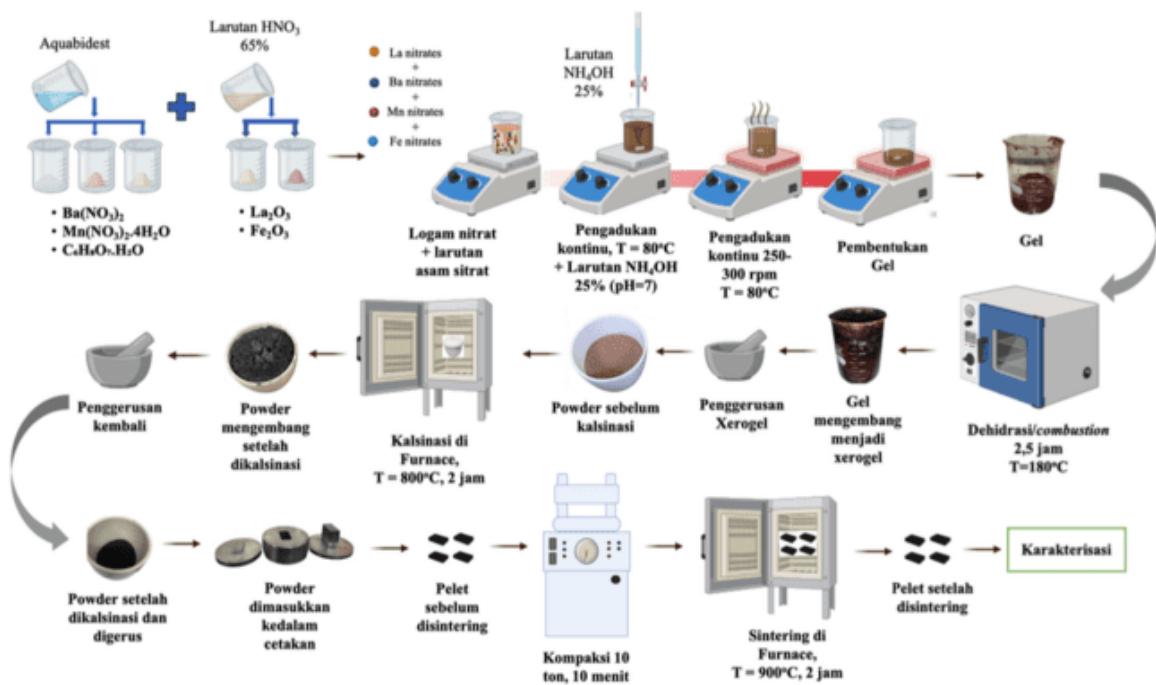
Beberapa literatur diatas menunjukkan bahwa proses sol-gel *citrate-nitrate auto-combustion* memiliki kelebihan yang lebih banyak dibandingan metode lainnya, sehingga pada penelitian ini kami melakukan sintesis $La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_{(1-x)}Fe_xO_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$) dengan metode sol-gel pembakaran sitrat-nitrat otomatis atau *citrate-nitrate auto-combustion* untuk menganalisis struktur kristal, parameter kisi kristal, dan morfologi kristal dari bahan yang dihasilkan.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan yaitu La_2O_3 , $Ba(NO_3)_2$, $Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$, Fe_2O_3 , $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$, HNO_3 , dan NH_4OH dengan kualitas analis (Merck). Sintesis sol-gel dilakukan pada sistem larutan nitrat dan ditambahkan larutan $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ sebagai bahan bakar reaksi. Reaksi sol-gel dilakukan pada suhu $80^\circ C$, kemudian ditambahkan larutan NH_4OH hingga larutan reaksi mencapai pH 7. Selanjutnya larutan dievaporasi untuk menjadi gel. Gel kering tersebut dipanaskan kembali pada suhu $180^\circ C$ selama 2,5 jam dan saat tahapan inilah terjadi proses pembakaran otomatis atau *auto-combustion*. Selanjutnya sampel yang sudah dipanaskan, dikalsinasi pada

suhu $800^\circ C$ selama 2 jam. Serbuk hasil kalsinasi lalu dikompaksi dengan tekanan 10 ton, kemudian padatan berupa pelet disintering $900^\circ C$ selama 2 jam. Skema proses pembuatan sampel dapat dilihat pada **Gambar 1**.

Empat Sampel $La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_{(1-x)}Fe_xO_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$) dikarakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD) *Malvern Panalytical* untuk mengetahui data parameter kristalnya. Karakterisasi XRD dilakukan dalam bentuk bubuk halus hasil sintering $900^\circ C$ selama 2 jam sintering pada rentang sudut 2θ yaitu $10^\circ - 80^\circ$ menggunakan sinar $Cu-K\alpha$ $1,54 \text{ \AA}$ dengan tegangan 40 kV dan arus 30 mA. Metode analisis penghalusan *rietveld* pola difraksi hasil karakterisasi XRD dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *General Structure Analysis Software* (GSAS). Ilustrasi unit sel struktur kristal material $La_{0,7}Ba_{0,3}MnO_3$ dan $La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_{0,75}Fe_{0,25}O_3$ dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Virtualization of Electronic Structural Analysis* (VESTA). Karakterisasi morfologi menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) *ThermoFisher Scientific*, type *Quanta 650* dan karakterisasi komposisi unsur penyusun senyawa dengan *energy dispersive spectroscopy* (EDS) *Oxford Instrument Type Xplore 15*. Karakterisasi SEM dan EDS sampel dilakukan dalam bentuk padatan pelet hasil sintering $900^\circ C$ selama 2 jam. Data distribusi ukuran diameter partikel diambil dari hasil pengamatan dengan perangkat lunak *ImageJ*, kemudian diolah menggunakan perangkat lunak *OriginLab*



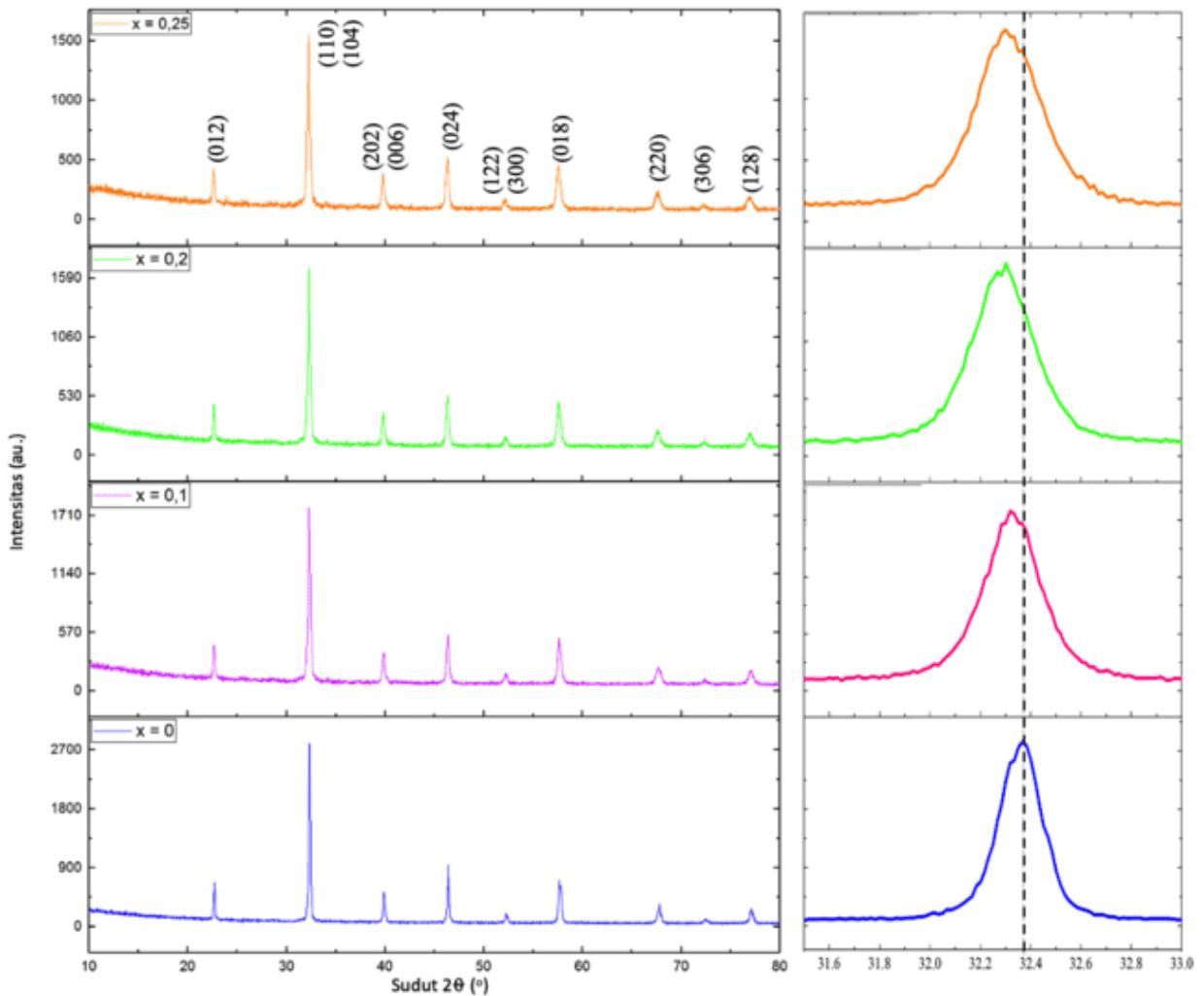
Gambar 1. Skema Proses Pembuatan Sampel dengan Metode Sol-Gel Pembakaran Otomatis Sitrat-Nitrat

HASIL DAN PEMBAHASAN

Struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran kristal dari sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1; 0,2; 0,25$) yang disintesis menggunakan metode sol-gel pembakaran otomatis sitrat-nitrat atau *citrate-nitrate auto-combustion* diamati dengan analisis XRD. Pola difraksi senyawa hasil sintesis sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan variasi $x = 0; 0,1; 0,2;$ dan $0,25$ yang belum dilakukan penghalusan *rietveld*, ditunjukkan pada **Gambar 2**. Pola difraksi sinar x semua sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dengan $x=0; 0,1; 0,2; 0,25$ terlihat mirip pada nilai sudut 2θ yang sama. Pergeseran posisi dan bentuk puncak pola difraksi terlihat di sudut $2\theta = 32,4^\circ$ pada sampel variasi $x = 0$, semakin banyak Fe yang ditambahkan, maka terlihat pergeseran puncaknya ke arah kiri. Fasa yang dihasilkan dari sintesis sampel tersebut merupakan fasa tunggal polikristalin $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$, tanpa terlihat adanya kehadiran fasa lainnya. Hal ini dapat dilihat dari kesesuaian posisi puncak-puncak intensitas yang terdeteksi

pada sudut 2θ yang ada dan tidak terlihatnya puncak difraksi asing. Hal ini menunjukkan bahwa proses sintesis sampel telah berhasil dilakukan. Parameter struktur kristal dari sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$) dapat diketahui dengan analisis metode penghalusan *rietveld* menggunakan perangkat lunak *General Structure Analysis Software* (GSAS). Pada metode penghalusan *rietveld* ini menggunakan standar data *Crystallography Open Database* (COD) 4002490 dan *International Centre for Diffraction Data* ICDD 01-072-8053 [17], [22]. **Gambar 3** merupakan pola hasil metode *le-bail* dengan penghalusan *rietveld* yang memberikan informasi kesesuaian antara data pola difraksi hasil observasi (I_{obs}) dengan hasil perhitungan (I_{calc}).

Bentuk struktur kristal material $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{MnO}_3$ sama dengan sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x = 0,1; 0,2; 0,25$) yaitu rombohedral dengan *space group* $R-3c$. Namun, *parental compound*-nya (LaMnO_3) memiliki struktur kristal ortorombik [23]. Perubahan struktur kristal



Gambar 2. Pola Difraksi Sinar X sampel $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0.1; 0.2; 0.25$)

yang berbeda dapat terbentuk akibat adanya perbedaan jari-jari ion (r) yang mensubstitusi ion Ba pada situs La dalam sistem kristal tersebut . Struktur rombohedral pada formula senyawa ABO_3 dapat ditentukan dengan faktor toleransi Goldschmidt (t_G) sesuai **persamaan 1** berikut [24]:

$$t_G = \frac{r_A + r_O}{\sqrt{2}(r_B + r_O)} \quad (1)$$

Faktor toleransi Goldschmidt pada substitusi unsur yang dilakukan di situs A pada formula senyawa $A_{1-x}A'_x\text{BO}_3$ maka persamaannya sebagai berikut [25], [26],

$$t_G = \frac{[(1-x)r_A + xr_{A'} + r_O]}{\sqrt{2}(r_B + r_O)} \quad (2)$$

Untuk menghitung faktor toleransi Goldschmidt pada substitusi yang dilakukan di situs B pada formula senyawa $AB_{1-x}B'_x\text{O}_3$ maka persamaannya sebagai berikut [25], [26],

$$t_G = \frac{[r_A + r_O]}{\sqrt{2}((1-x)r_B + xr_{B'} + r_O)} \quad (3)$$

Sehingga, Faktor toleransi Goldschmidt material $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ dapat dilihat pada **persamaan 4** [27] berikut:

$$t_G = \frac{(0,7 r_{La} + 0,3 r_{Ba} + r_O)}{\sqrt{2}((1-x)r_{Mn} + x r_{Fe} + r_O)} \quad (4)$$

Dapat diketahui, nilai $r_{La} = 1,216 \text{ \AA}$, $r_{Ba} = 1,47 \text{ \AA}$, $r_{Mn^{3+}} = 0,654 \text{ \AA}$, $r_{Fe^{3+}} = 0,55 \text{ \AA}$, dan $r_O = 1,38 \text{ \AA}$ dan setelah dilakukan perhitungan maka nilai Faktor toleransi Goldschmidt material La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ tersaji pada **Tabel 1**. Pada penelitian ini, ion Fe dapat mensubstitusi 10% hingga 25% dari ion Mn di sampel La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ [15]. Hal ini dapat terjadi karena jari-jari ion Fe mempunyai nilai $r_{Fe^{3+}} = 0,55 \text{ \AA}$ mendekati nilai jari-jari ion Mn yaitu $r_{Mn^{3+}} = 0,654 \text{ \AA}$. Nilai faktor toleransi Goldschmidt yang masih dalam rentang 0,9 menunjukkan bahwa struktur kristal material La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ adalah rombohedral [28].

Semakin banyak ion Fe yang mensubstitusi situs Mn akan membuat nilai t_G meningkat seperti ditunjukkan pada **Gambar 4**. Pada sistem formula ABO₃, jika $t_G > 1$, maka kation A berukuran besar dan kation B berukuran kecil sehingga ion B memiliki ruang gerak yang lebih besar. Untuk $t_G < 1$, kation B berukuran besar. Fakta ini terkait dengan posisi ion dalam sel perovskit. Ketika $t_G = 1$, maka struktur kristal akan membentuk kubik sempurna. Sedangkan ketika t menyimpang dari 1, struktur kristal perovskit akan berubah menjadi bentuk lain [29]. **Gambar 5** merupakan ilustrasi visualisasi unit sel struktur kristal material La_{0,7}Ba_{0,3}MnO₃ dan La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_{0,75}Fe_{0,25}O₃ dengan perangkat lunak Virtualization of Electronic Structural Analysis (VESTA). Pada ilustrasi struktur kristal La_{0,7}Ba_{0,3}MnO₃ dapat dilihat bahwa ion Ba²⁺ mensubstitusi situs La sebanyak 30% [30]. Ilustrasi struktur kristal La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_{0,75}Fe_{0,25}O₃ dapat dilihat bahwa ion Fe³⁺ juga mensubstitusi situs Mn sebanyak 25% [27]. Data analisis hasil penghalusan Rietveld sampel

La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ (x = 0; 0,1; 0,2; dan 0,25) yang tersaji pada **Tabel 1** tidak menunjukkan perubahan yang signifikan pada setiap variasi x, namun nilainya bertambah seiring dengan bertambahnya Fe yang didoping di situs Mn pada sampel La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ (x = 0; 0,1; 0,2; dan 0,25). Hasil penghalusan data pola difraksi XRD sampel La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ (x=0; 0,1; 0,2; 0,25) menunjukkan kesesuaian yang baik dimana nilai *R-weight* dibawah 10% (7,34; 7,00; 6,64; 6,56) dan nilai *goodness of fit* (χ^2) kurang dari 1,3 (0,929; 0,934; 0,939; 0,941) [31], [32].

Pada struktur rombohedral, parameter sel $a = b$. Perubahan parameter sel kristal a dan c pada setiap sampel La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ (x=0; 0,1; 0,2; 0,25) meningkat seiring dengan meningkatnya variasi doping Fe pada situs Mn. Kenaikan nilai parameter sel a dan c, menyebabkan kenaikan pada volume unit sel kristal terhadap pertambahan substitusi variasi x pada sampel La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ (x=0; 0,1; 0,2; 0,25). Sedangkan nilai densitas sampel La_{0,7}Ba_{0,3}Mn_(1-x)Fe_xO₃ (x=0; 0,1; 0,2; 0,25) menurun seiring dengan bertambahnya substitusi Fe pada sampel. Hal ini berkaitan dengan ukuran kristalit sampel yang semakin menurun saat substitusi Fe semakin bertambah di situs Mn. Ukuran kristalit rata-rata dapat dihitung dengan menggunakan metode *Debye-Scherrer*. Rumus persamaan *Debye-Scherrer* yaitu sebagai berikut [33], [34], [35], [36],

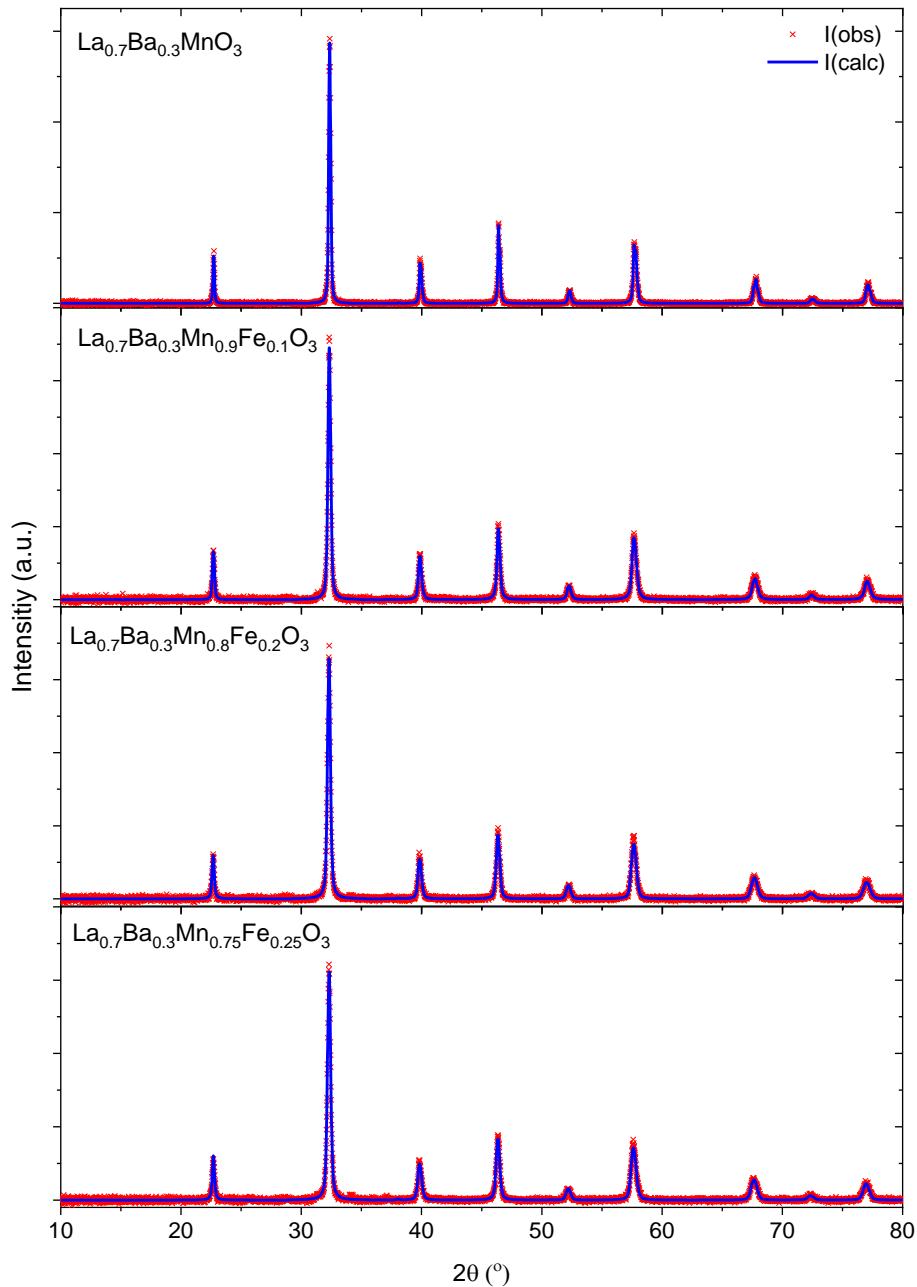
$$\langle D_{XRD} \rangle = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4)$$

Dimana, $\langle D_{XRD} \rangle$ adalah ukuran rata-rata kristalit, $K = 0,9$ adalah konstanta Scherrer, λ adalah panjang gelombang dari difraksi x-ray yang digunakan ($\lambda_{Cu} = 1,5406 \text{ \AA}$), β adalah lebar keseluruhan dari puncak difraksi maksimum (*Full Width at Half Maximum*,

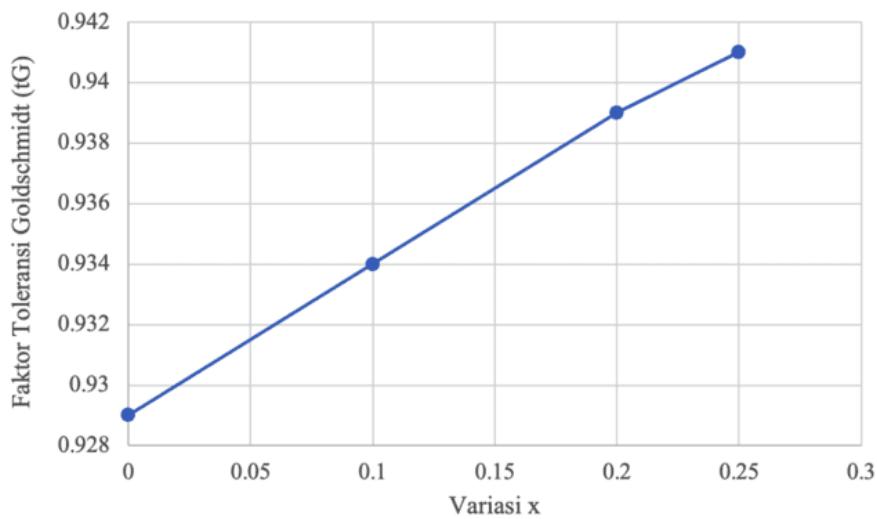
$FWHM$), dan θ adalah sudut Bragg yang terbaca dari instrumen XRD.

Ukuran rata-rata kristalit sampel $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0.1; 0.2;$

0.25) yang dihitung dengan persamaan *Debye-Scherrer* ini menurun seiring dengan penambahan Fe pada situs Mn, nilainya berturut-turut adalah 53,92 nm; 37,73 nm; 29,70 nm; dan 26,31 nm.



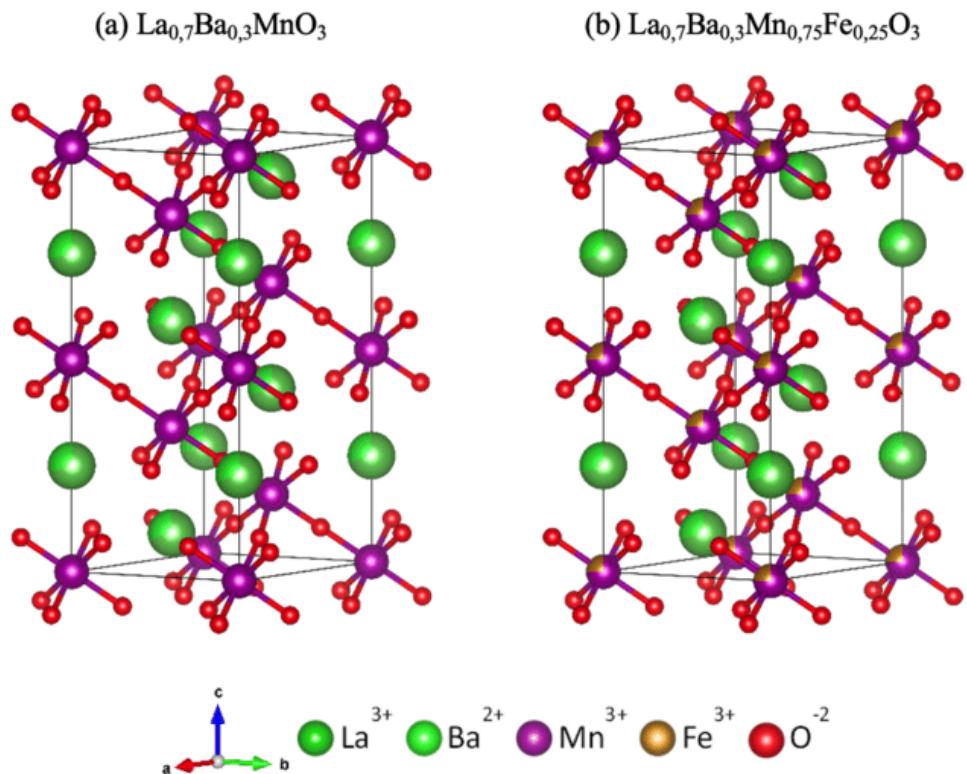
Gambar 3. Pola Difraksi metode le-bail penghalusan rietvield sampel $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0.1; 0.2; 0.25$)



Gambar 4. Hubungan Faktor Toleransi Goldschmidt dengan Variasi x sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$).

Tabel 1 Data Parameter Struktur Kristal Hasil Penghalusan Rietvield sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$)

Parameter	$\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$				
	$x = 0$	$x = 0,1$	$x = 0,2$	$x = 0,25$	
Struktur Kristal	Rombohedral				
<i>Space Group</i>	R -3 c (167)				
Parameter Kisi Kristal (Å)	a	5.538(1)	5.540(0)	5.544(1)	5.546(1)
	c	13.512(2)	13.517(1)	13.528(2)	13.528(1)
Volume (Å³)		358.88(18)	359.28(4)	360.20(4)	360.46(4)
Densitas (gram/cm³)		6.698	6.696	6.681	6.678
$\langle d_{B-O} \rangle$ (Å)		1.960	1.961	1.964	1.967
$\langle \phi_{B-O-B} \rangle$ (°)		171.830	170.580	170.812	168.8
<i>R-Factor</i>	<i>R-Weight</i> (%)	7,34	7,00	6,64	6,56
	<i>R-Profile</i> (%)	5,54	5,44	5,41	5,13
	<i>GoF, χ^2</i>	1.264	1.215	1.220	1.246
Faktor toleransi Goldschmidt, t_G		0,929	0,934	0,939	0,941



Gambar 5. Ilustrasi Visualisasi Atom-atom pada Struktur Kristal (a) $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ (b) $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{Mn}_{0.75}\text{Fe}_{0.25}\text{O}_3$

Penambahan Fe pada situs Mn pada sistem Lantanum Manganit Oksida dapat mempengaruhi ukuran kristalit rata-rata. Secara umum, penurunan ukuran kristal dikaitkan dengan deformasi tekan jaringan pada kristal yang meningkat seiring dengan penambahan Fe [37]. Penambahan Fe dapat mempengaruhi struktur material, penambahan ion Fe dapat mengkompensasi distorsi *Jahn-Teller* pada Mn^{3+} dan mempengaruhi simetri lokal pada strukturnya [38].

Gambar 6 merupakan citra hasil karakterisasi SEM sampel $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$) pada perbesaran 10.000 kali dengan tampilan *Secondary Electron* (SE). Citra morfologi sampel menunjukkan terbentuknya distribusi polikristalin yang homogen sangat terlihat bahwa partikel atau *grain* menyerupai bentuk polihedral [17], bentuk polihedral dapat terlihat jelas seperti yang ditampakkan dalam **Gambar**

6 pada variasi $x = 0,1$. Distribusi dan ukuran partikel bergantung pada tingkat pertumbuhan nukleasi dan tingkat aglomerasi [39]. Dari citra morfologi juga tidak ditemukan bentuk asing, tetapi ditemukan aglomerasi pada beberapa titik. Hal ini dapat diakibatkan karena saat proses pembakaran otomatis atau *auto-combustion* pada suhu 180°C, tidak berlangsung secara optimal sehingga masih ada aglomerasi.

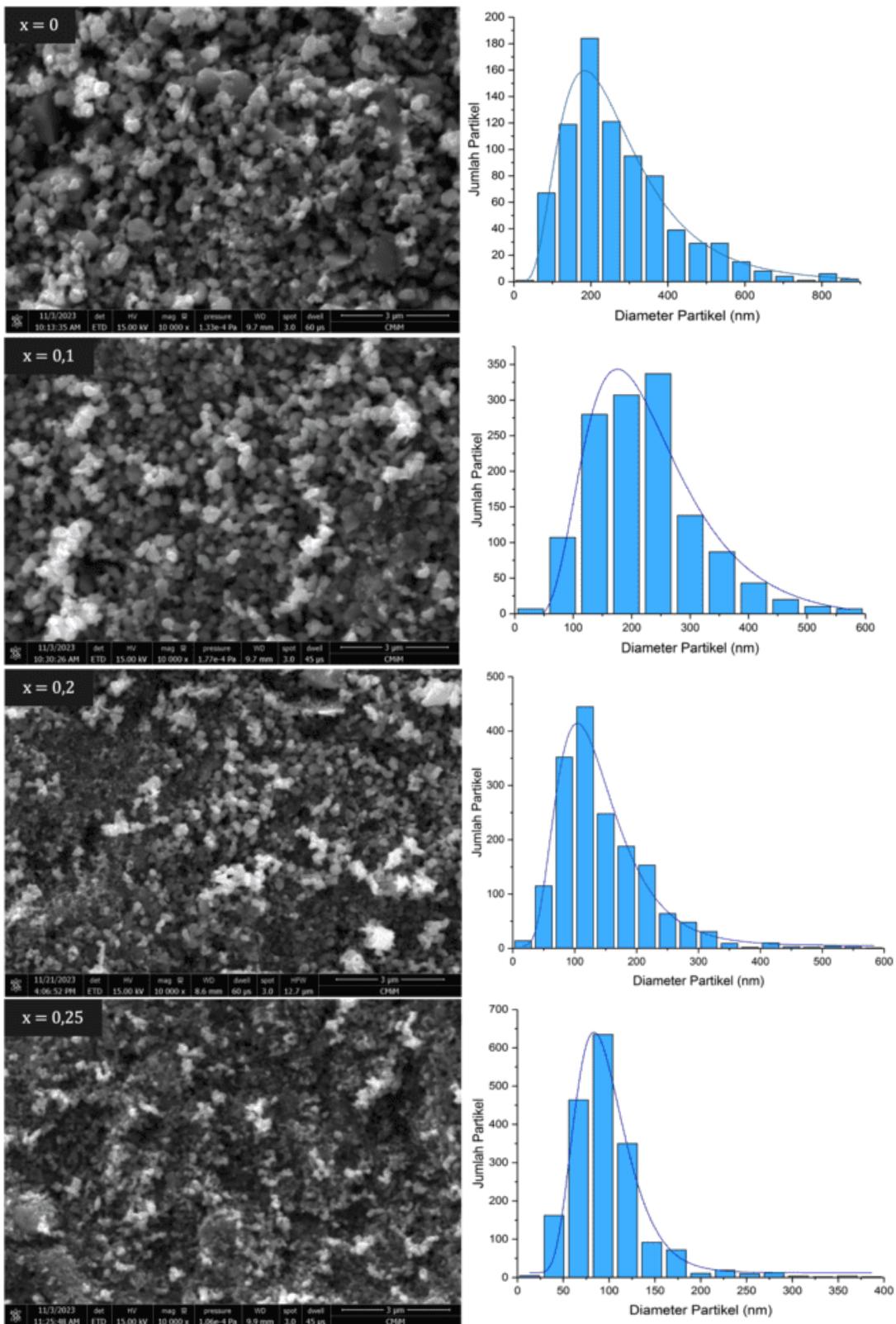
Perhitungan distribusi partikel menunjukkan bahwa sampel $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1; 0,2; 0,25$) memiliki ukuran partikel rata-rata (secara berturut-turut) sekitar 217,35 nm; 160,13 nm; 123,82 nm, dan 90,53 nm pada citra morfologi SEM dengan perbesaran 10.000 kali. Pertumbuhan partikel tidak merata diakibatkan karena ada beberapa bagian yang mengalami aglomerasi atau penggumpalan. Sementara, Aritonang dkk. melaporkan bahwa ukuran partikel

dari hasil sintesis senyawa $\text{La}_{0,8}\text{Ba}_{0,2}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x = 0,1 - 0,7$) dengan metode *solid-state (high energy milling)* yaitu sebesar 100-500 nm [15]. Ini menunjukkan bahwa metode sol-gel pembakaran otomatis sitrat-nitrat atau *citrate-nitrate auto-combustion* dapat menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil.

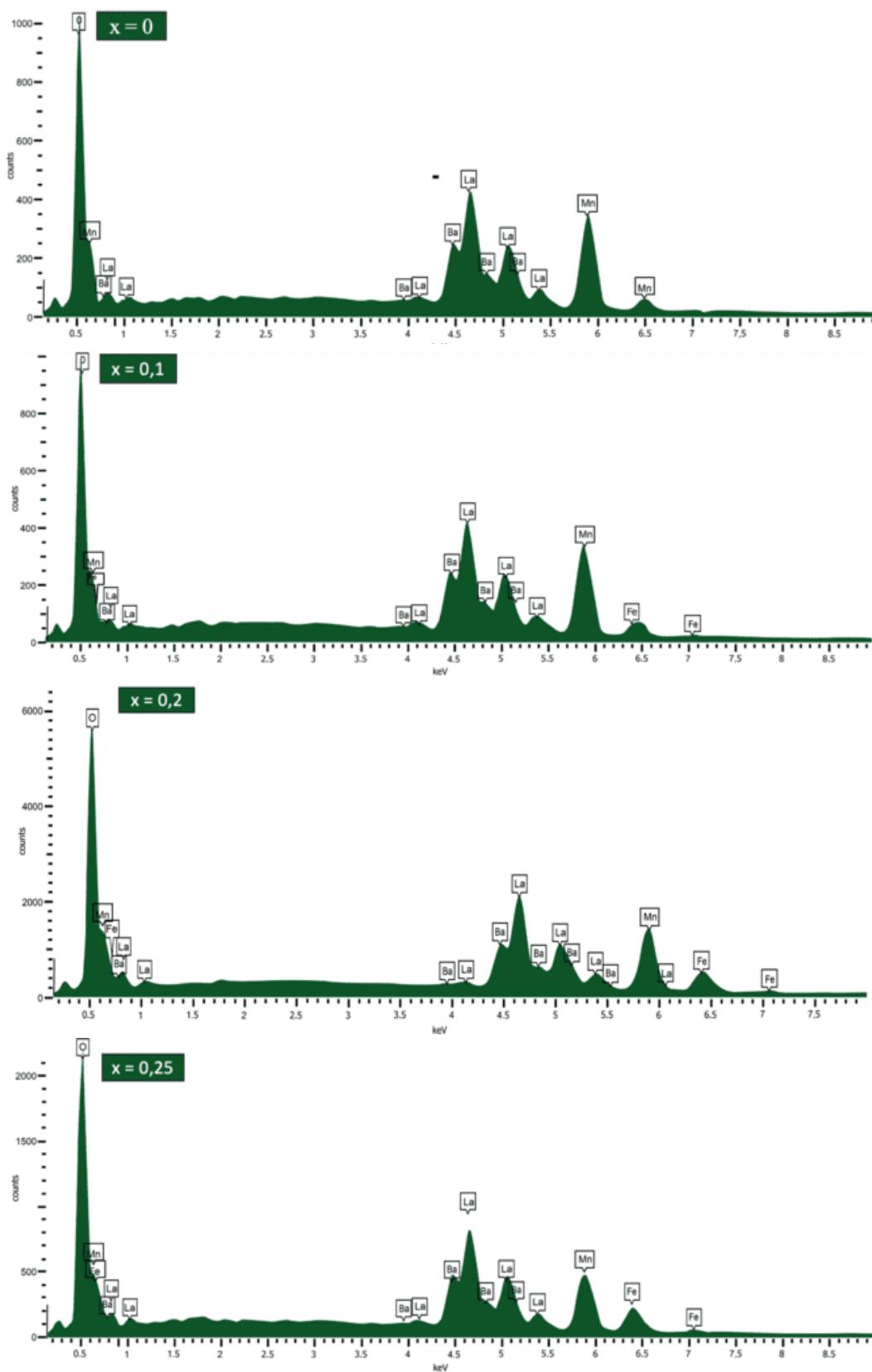
Perbedaan ukuran diameter partikel dan banyaknya jumlah partikel dalam citra morfologi yang dihasilkan dari setiap variasi x pada penambahan Fe di situs Mn menyebabkan ukuran diameter partikel semakin mengecil berdasarkan hasil pada penelitian ini.

Komposisi elemental unsur material secara semi-kualitatif dapat diketahui dengan karakterisasi *energy dispersive spectroscopy* (EDS). Metode pemetaan elemen digunakan untuk menunjukkan bahwa sintesis material yang dilakukan telah berhasil terbentuk sistem yang homogen. **Gambar 7** merupakan analisis elementer unsur penyusun sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1; 0,2; 0,25$) menggunakan EDS.. Data spektrum energi yang dihasilkan oleh EDS menunjukkan bahwa unsur-unsur yang muncul pada sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1; 0,2; 0,25$) adalah

Lantanum (La), Barium (Ba), Mangan (Mn), dan Oksigen (O) yang masing-masingnya memiliki nilai energi tertentu yang terangkum dalam **Tabel 2** berdasarkan standar panjang gelombang *x-ray* yang telah dilakukan di Laboratorium *X-Ray* John Hopkins [40]. Nilai spektrum energi EDS masing-masing unsurnya dari penelitian ini sesuai dengan penelitian Aritonang (2021), bahwa nilai spektrum energi yang dihasilkan dari EDS yang muncul berturut-turut untuk unsur Lantanum (La), Barium (Ba), Mangan (Mn), Besi (Fe), dan Oksigen (O) yaitu 4,65097 keV; 4,47 keV; 5,898 keV; 6,5352 keV, dan 0,5249 keV pada panjang gelombang $K\alpha$ [15]. Karakteristik sinar-X yang dipancarkan suatu unsur mempunyai energi yang unik, sehingga memungkinkan dilakukannya identifikasi unsur-unsur berdasarkan energi sinar-X yang terdeteksi. Pada puncak tertentu terdapat beberapa puncak Fe di sampel pada variasi $x = 0; 0,1; 0,2;$ dan $0,25$. Hal ini menunjukkan bahwa unsur Fe berhasil *di-doping* ke dalam senyawa $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{MnO}_3$, dan dapat diamati bahwa posisi puncak Fe disetiap variasi ketiga sampelnya sama.



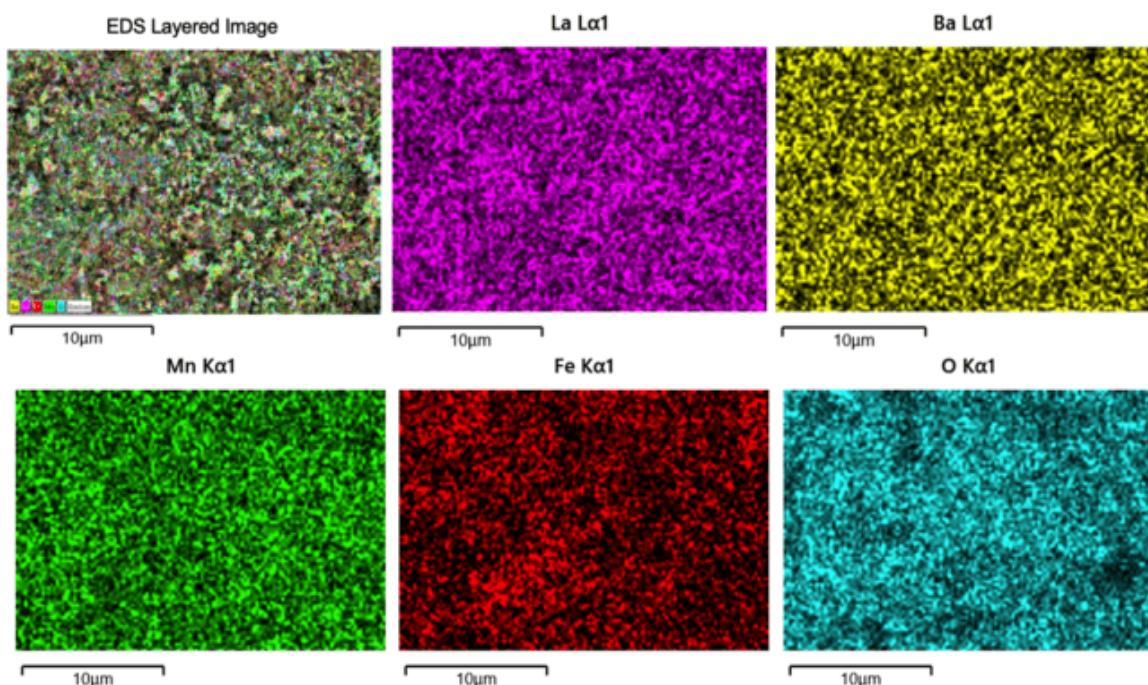
Gambar 6. Citra morfologi sampel $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0.1; 0.2; 0.25$) (kiri) dan histogram distribusi ukuran diameter partikel (kanan).



Gambar 7. Analisa elementer unsur penyusun sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$) menggunakan EDS.

Tabel 2. Data Spektrum Energi Analisis Elementer Unsur Penyusun Sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$) menggunakan EDS [40].

Unsur	Spektrum Energi (keV)			
	$x = 0$	$x = 0,1$	$x = 0,2$	$x = 0,25$
Lantanum (La)	0,833	0,833	0,833	0,833
	1,027	1,027	1,027	1,027
	4,124	4,124	4,124	4,124
	4,65097	4,65097	4,65097	4,65097
	5,0421	5,0421	5,0421	5,0421
	5,3835	5,3835	5,3835	5,3835
Barium (Ba)	0,69	0,69	0,69	0,69
	3,85	3,85	3,85	3,85
	4,47	4,47	4,47	4,47
	4,8519	4,8519	4,8519	4,8519
	5,185	5,185	5,185	5,185
Mangan (Mn)	0,6374	0,6374	0,6374	0,6374
	5,89875	5,89875	5,89875	5,89875
	6,5352			
Besi (Fe)		0,7050	0,7050	0,7050
	-	6,40384	6,40384	6,40384
		7,05798	7,05798	7,05798
Oksigen (O)	0,5249	0,5249	0,5249	0,5249



Gambar 8. Citra EDS Mapping sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3$

Tabel 3. Data hasil analisis elemental unsur kandungan dalam sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$) menggunakan EDS

Unsur	Kandungan (% berat)							
	$x = 0$		$x = 0,1$		$x = 0,2$		$x = 0,25$	
	Desain	EDS	Desain	EDS	Desain	EDS	Desain	EDS
Lantanum (La)	40,29	$40,52 \pm 0,74$	40,27	$40,78 \pm 0,76$	40,25	$40,4 \pm 0,30$	40,24	$39,60 \pm 0,55$
Barium (Ba)	17,06	$19,99 \pm 0,71$	17,05	$19,81 \pm 0,72$	17,04	$17,2 \pm 0,30$	17,04	$16,50 \pm 0,52$
Mangan (Mn)	22,76	$23,59 \pm 0,53$	20,48	$20,96 \pm 0,54$	18,19	$18,9 \pm 0,20$	17,05	$17,00 \pm 0,36$
Besi (Fe)	-	-	2,32	$2,21 \pm 0,37$	4,64	$5,9 \pm 0,20$	5,79	$8,60 \pm 0,32$
Oksigen (O)	19,89	$15,89 \pm 0,38$	19,88	$15,90 \pm 0,74$	19,87	$17,6 \pm 0,20$	19,87	$18,30 \pm 0,32$

Gambar 8 menunjukkan keberhasilan proses sintesis karena persebaran unsur penyusun yang dihasilkan hampir merata dalam citra pemetaan EDS. Hal ini dapat diamati dari persebaran warna unsur-unsur penyusun sampel senyawa $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3$.

Data hasil analisis elemental unsur kandungan dalam sampel $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{MnO}_3$ ditunjukkan pada **Tabel 3**. Hasil estimasi kandungan unsur dari desain perhitungan stoikiometri tidak terlampaui jauh dari hasil analisis EDS. Perbedaan ini dapat diamati bahwa ada beberapa unsur saat analisis EDS lebih tinggi seperti unsur Mangan dan Barium daripada perhitungan stoikiometri, tetapi ada unsur Oksigen yang lebih rendah hasil analisis EDS-nya daripada perhitungan stoikiometri.

KESIMPULAN

Material $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x=0; 0,1; 0,2; 0,25$) berhasil disintesis menggunakan metode sol-gel pembakaran otomatis sitrat-nitrat atau *citrate-nitrate auto-combustion* hingga terbentuk fasa tunggal dengan struktur kristal rombohedral dan *space group* R-3c. Ukuran rata-rata kristalit yang dihitung dengan metode *Debye-Schrerr* dari hasil karakterisasi XRD

pada keempat variasi yaitu 53,915 nm; 37,729 nm; 29,698 nm; dan 26,310 nm. Penambahan unsur Fe pada situs Mn berhasil dilakukan pada sampel material $\text{La}_{0,7}\text{Ba}_{0,3}\text{Mn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ($x = 0; 0,1; 0,2; 0,25$) dengan analisis kandungan Fe dalam analisis EDS berturut-turut sebesar 0%; 2,21%, 5,9%; dan 8,6% serta pesebaran unsur dalam paduan material telah berhasil secara homogen. Citra morfologi SEM menunjukkan bahwa semakin besar variasi penambahan Fe pada situs Mn, maka ukuran partikelnya semakin mengecil dengan nilai pada variasi keempat sampel berturut-turut yaitu 217,35 nm; 160,13 nm; 123,82 nm; dan 90,53 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] E. Ozel, I. G. Tunçlu, C. Acıksan, and E. Suvaci, "Effect of Precursor Type on Zinc Oxide Formation and Morphology Development during Hydrothermal Synthesis," *Journal of Science and Engineering*, vol. 3, pp. 73–80, 2016, doi: 10.17350/HJSE19030000034.
- [2] F. Shen, P. Lv, C. Sun, R. Zhang, and S. Pang, "The crystal structure and morphology of 2,4,6,8,10,12-

- Hexanitro-2,4,6,8,10,12-hexaaazaisowurtzitane (CL-20) p-xylene solvate: A joint experimental and simulation study," *Molecules*, vol. 19, no. 11, pp. 18574–18589, Nov. 2014, doi: 10.3390/molecules191118574.
- [3] S. Ghodhbane *et al.*, "Critical behavior in Fe-doped manganites La_{0.8}Ba_{0.2}Mn_{1-x}Fe_xO₃ ($x = 0.15$ and $x = 0.2$)," *J Alloys Compd*, vol. 580, pp. 558–563, 2013, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.06.181.
- [4] G. Li, G.-G. Hu, H.-D. Zhou, X.-J. Fan, and X.-G. Li, "Attractive microwave-absorbing properties of La_{1-x}Sr_xMnO₃ manganite powders," 2002.
- [5] S. Zhang, Z. Jia, B. Cheng, Z. Zhao, F. Lu, and G. Wu, "Recent progress of perovskite oxides and their hybrids for electromagnetic wave absorption: a mini-review," *Adv Compos Hybrid Mater*, vol. 5, no. 3, pp. 2440–2460, 2022, doi: 10.1007/s42114-022-00458-7.
- [6] L. Huang, M. Wang, L. Cheng, S. Pan, Q. Yao, and H. Zhou, "Fast and efficient synthesis of a new adjustable perovskite-structured ferrite La_{1-x}CaxFeO₃ microwave absorbent," *J Alloys Compd*, vol. 892, p. 162167, 2022, doi: 10.1016/j.jallcom.2021.162167.
- [7] W. Ari Adi, Y. Sarwanto, Y. Taryana, and B. Soegijono, "Effects of the geometry factor on the reflection loss characteristics of the modified lanthanum manganite," *J Phys Conf Ser*, vol. 1091, no. 1, pp. 1–8, 2018, doi: 10.1088/1742-6596/1091/1/012028.
- [8] S. Zhang and Q. Cao, "Electromagnetic and microwave absorption performance of some transition metal doped La_{0.7}Sr_{0.3}Mn_{1-x}TM_xO_{3±δ} (TM = Fe, Co or Ni)," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 177, no. 9, pp. 678–684, 2012, doi: 10.1016/j.mseb.2012.03.015.
- [9] M. Saliba *et al.*, "Influence of Thermal Processing Protocol upon the Crystallization and Photovoltaic Performance of Organic-Inorganic Lead Trihalide Perovskites," *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 118, no. 30, pp. 17171–17177, Jul. 2014, doi: 10.1021/jp500717w.
- [10] M. K. Gangishetty, R. W. J. Scott, and T. L. Kelly, "Effect of relative humidity on crystal growth, device performance and hysteresis in planar heterojunction perovskite solar cells," *Nanoscale*, vol. 8, no. 12, pp. 6300–6307, Mar. 2016, doi: 10.1039/c5nr04179a.
- [11] B. Sudakshina, B. Arun, K. D. Chandrasekhar, H. D. Yang, and M. Vasundhara, "Structural and magnetic properties of Nd_{0.67}Ba_{0.33}MnO₃ manganites with partial replacement of Fe and Cu at Mn-site," *Physica B Condens Matter*, vol. 539, no. January, pp. 14–20, 2018, doi: 10.1016/j.physb.2018.04.002.
- [12] E. Sukirman, Y. Sarwanto, A. Insani, W. A. Adi, and Y. F. Buys, "Weak Ferromagnetic Property and Electromagnetic Waves Absorption Characteristic of La(1-x)BaxMnO₃," *International Journal of Engineering Materials and Manufacture*, vol. 4, no. 3, pp. 96–106, Sep. 2019, doi: 10.26776/ijemm.04.03.2019.02.

- [13] V. Zakhvalinskii, *Magnetic and transport properties of LaMnO₃+G, La_{1-x}CaxMnO₃, La_{1-x}CaxMn_{1-y}FeyO₃, and La_{1-x}SrxMn_{1-y}FeyO₃*, no. December. 2010.
- [14] M. Baazaoui *et al.*, “Magnetic and electrical behaviour of La_{0.67}Ba_{0.33}Mn_{1-x}Fe_xO₃ perovskites,” *Mater Lett*, vol. 63, no. 24–25, pp. 2167–2170, Oct. 2009, doi: 10.1016/j.matlet.2009.07.019.
- [15] S. Aritonang, W. A. Adi, R. Juhana, and T. Herawan, “Structural and Reflection Loss Properties of Fe³⁺ Substituted Lanthanum Manganite as Microwave Absorbing Material in X-Ku Band,” in *Lecture Notes in Mechanical Engineering*, Springer Science and Business Media Deutschland GmbH, 2021, pp. 949–959. doi: 10.1007/978-981-15-9505-9_83.
- [16] V. D. Sedykh, V. S. Rusakov, I. I. Zver’kova, A. V. Dubovitskii, and V. I. Kulakov, “Structural transformations in La_{1-x}Ba_xMn_{0.9857}Fe_{0.020}O_{3+δ} (x = 0.05–0.20),” *Physics of the Solid State*, vol. 54, no. 3, pp. 593–600, Mar. 2012, doi: 10.1134/S1063783412030274.
- [17] I. Betancourt, L. Lopez Maldonado, and J. T. Elizalde Galindo, “Magnetic properties and magnetocaloric response of mixed valence La_{2/3}Ba_{1/3}Mn_{1-x}Fe_xO₃ manganites,” *J Magn Magn Mater*, vol. 401, pp. 812–815, Mar. 2016, doi: 10.1016/j.jmmm.2015.10.137.
- [18] F. Deganello, G. Marcì, and G. Deganello, “Citrate-nitrate auto-combustion synthesis of perovskite-type nanopowders: A systematic approach,” *J Eur Ceram Soc*, vol. 29, no. 3, pp. 439–450, Feb. 2009, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2008.06.012.
- [19] D. Navas, S. Fuentes, A. Castro-Alvarez, and E. Chavez-Angel, “Review on Sol-Gel Synthesis of Perovskite and Oxide Nanomaterials,” *Gels*, vol. 7, no. 4. MDPI, Dec. 01, 2021. doi: 10.3390/gels7040275.
- [20] P. Palmisano, N. Russo, P. Fino, D. Fino, and C. Badini, “High catalytic activity of SCS-synthesized ceria towards diesel soot combustion,” *Appl Catal B*, vol. 69, no. 1–2, pp. 85–92, Dec. 2006, doi: 10.1016/j.apcatb.2006.06.002.
- [21] A. Majid, J. Tunney, S. Argue, D. Wang, M. Post, and J. Margeson, “Preparation of SrFeO_{2.85} perovskite using a citric acid assisted Pechini-type method,” *J Alloys Compd*, vol. 398, no. 1–2, pp. 48–54, Aug. 2005, doi: 10.1016/j.jallcom.2005.02.023.
- [22] Z. El-Fadli, M. R. Metni, F. Sapiña, E. Martinez, J. V. Folgado, and A. Beltrán, “Electronic properties of mixed-valence manganates: The role of Mn substitutional defects,” *Chemistry of Materials*, vol. 14, no. 2, pp. 688–696, Feb. 2002, doi: 10.1021/cm010655e.
- [23] P. Norby, I. G. K. Andersen, E. K. Andersen, and N. H. Andersen, “The crystal structure of lanthanum manganate(iii), LaMnO₃, at room temperature and at 1273 K under N₂,” *J Solid State Chem*, vol. 119, no. 1, pp. 191–196, Oct. 1995, doi: 10.1016/0022-4596(95)80028-N.

- [24] K. Laajimi, M. Khelifi, E. K. Hlil, M. H. Gazzah, and J. Dhahri, "Enhancement of magnetocaloric effect by Nickel substitution in La_{0.67}Ca_{0.33}Mn_{0.98}Ni_{0.02}O₃ manganite oxide," *J Magn Magn Mater.*, vol. 491, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.jmmm.2019.165625.
- [25] Richard J.D. Tilley, "Perovskites: Structure–Property Relationships," *MRS Bull.*, vol. 42, no. 04, p. 325, Apr. 2017, doi: 10.1557/mrs.2017.81.
- [26] C. J. Bartel *et al.*, "New Tolerance Factor to Predict the Stability of Perovskite Oxides and Halides."
- [27] S. A. Saptari, S. Aulia, R. Rizaldy, and A. Azhar, "First-Principle Investigation of La_{0.7}Ba_{0.3}Mn(1-x)Fe_xO₃ Structural Properties Using CASTEP," *Indonesian Journal of Applied Physics*, vol. 13, no. 2, p. 313, 2023, doi: 10.13057/ijap.v13i2.77031.
- [28] D. R. Munazat, "STUDI KOMPARASI METODE SINTESIS WET-MIXING DAN SOL-GEL TERHADAP SIFAT MAGNETIK MATERIAL PEROVSKITE MANGANITE La_{0.7}Ba_{0.1}Ca_{0.1}Sr_{0.1}MnO₃," p. 118, 2020.
- [29] M. Sebastian, *Dielectric Materials for Wireless Communication*. Elsevier, 2008. doi: 10.1016/B978-0-08-045330-9.X0001-5.
- [30] J. Deng, "Microwave absorbing properties of La_{1-x}Ba_xMnO₃(x=0.1,0.2,0.3,0.4,0.5) nano-particles," *J Phys Conf Ser.*, vol. 1777, no. 1, pp. 5–10, 2021, doi: 10.1088/1742-6596/1777/1/012032.
- [31] F. Izumi, "A Rietveld-Refinement Program RIETAN-94 for Angle-Dispersive X-Ray and Neutron Powder Diffraction," 1997.
- [32] W. A. Adi, A. Manaf, and Ridwan, "Absorption characteristics of the electromagnetic wave and magnetic properties of the La_{0.8}Ba_{0.2}Fexmn_{1/2}(1-X)Ti_{1/2}(1-X)O₃ (X = 0.1-0.8) Perovskite system," *International Journal of Technology*, vol. 8, no. 5, pp. 887–897, Oct. 2017, doi: 10.14716/ijtech.v8i5.871.
- [33] T. Arini *et al.*, "STRUKTUR KRISTAL DAN MORFOLOGI PERMUKAAN – SINTESIS SNO₂ MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL," *Jurnal Rekayasa Mesin*, vol. 13, no. 2, pp. 427–433, Aug. 2022, doi: 10.21776/jrm.v13i2.1048.
- [34] H. Jalili, B. Aslibeiki, A. G. Varzaneh, and V. A. Chernenko, "The effect of magneto-crystalline anisotropy on the properties of hard and soft magnetic ferrite nanoparticles," *Beilstein Journal of Nanotechnology*, vol. 10, pp. 1348–1359, 2019, doi: 10.3762/BJNANO.10.133.
- [35] D. R. Munazat and B. Kurniawan, "Structural Studies of La_{0.7}Sr_{0.2}Ba_{0.1}Mn_{1-x}Ni_xO₃ (x = 0 and x = 0.1) perovskite manganite synthesized by sol-gel method," *J Phys Conf Ser*, vol. 1170, no. 1, pp. 0–6, 2019, doi: 10.1088/1742-6596/1170/1/012051.
- [36] D. R. Munazat, B. Kurniawan, D. S. Razaq, K. Watanabe, and H. Tanaka, "Crossover critical behavior and magnetic entropy change of La_{0.7}Ba_{0.1}Ca_{0.1}Sr_{0.1}MnO₃: A

- comparison between wet-mixing and sol-gel synthesis methods," *Physica B Condens Matter*, vol. 592, no. January, p. 412227, 2020, doi: 10.1016/j.physb.2020.412227.
- [37] P. Žvátorová *et al.*, "Influence of surface and finite size effects on the structural and magnetic properties of nanocrystalline lanthanum strontium perovskite manganites," *J Solid State Chem*, vol. 204, pp. 373–379, 2013, doi: 10.1016/j.jssc.2013.06.006.
- [38] E. Elyana, Z. Mohamed, S. A. Kamil, S. N. Supardan, S. K. Chen, and A. K. Yahya, "Revival of ferromagnetic behavior in charge-ordered Pr_{0.75}Na_{0.25}MnO₃ manganite by ruthenium doping at Mn site and its MR effect," *J Solid State Chem*, vol. 258, pp. 191–200, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.jssc.2017.10.007.
- [39] A. G. Habte, F. G. Hone, and F. B. Dejene, "Effect of solution pH on structural, optical and morphological properties of SnO₂ nanoparticles," *Physica B Condens Matter*, vol. 580, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.physb.2019.411832.
- [40] J. A. Bearden, "X-Ray Wavelengths," Maryland, Jan. 1967. doi: <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.39.78>.