

# METODA FOTO BACK-REFLECTION LAUE UNTUK MENENTUKAN ARAH SUMBU KRISTAL TUNGGAL $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$ ( $x=0,4$ )

Agung Imaduddin

Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI  
Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang 15314  
E-mail : agungi@gmail.com

## Intisari

$\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$  (atau disebut LSMO 327) mempunyai sifat magnetoresistance terbesar dibandingkan grup lainnya, ( seperti LSMO 113 ). Dalam pembuatan kristal tunggal diperlukan metoda yang praktis untuk menentukan arah sumbu kristal tunggalnya. Pada tulisan ini akan dipaparkan metoda penentuan arah sumbu kristal tunggal tersebut dengan memakai foto back-reflection Laue untuk mengetahui arah sumbu a, b dan c terhadap arah penumbuhan kristalnya. Dalam penelitian ini digunakan 2 sampel kristal tunggal LSMO 327 dengan konsentrasi Sr pada  $x=0,4$ . Dari metoda back reflection Laue tersebut, diketahui bahwa kristal tunggal LSMO 327 memiliki sudut arah sumbu c dengan sudut  $80^\circ$  terhadap arah pertumbuhan kristalnya. Sedangkan arah sumbu a dan b tidak terlihat sama pada kedua sample.

*Kata kunci : LSMO 327, Foto back-reflection Laue, Kristal tunggal*

## Abstract

*Mn oxide materials have long been known to have a large magnetoresistance properties.  $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$  (or called LSMO 327) has the largest magnetoresistance properties compared to other groups (such as LSMO 113). The preparation of single crystals required a practical method to determine the direction of the axis of single crystals. In this paper, we reported a method of determining the direction of the axis of single crystals by using back-reflection Laue photographs to determine the direction of the axis a, b and c to the direction of crystal growth. We used two samples of single crystal LSMO 327  $x = 0.4$ . By the back-reflection Laue method, we know that c-axis of LSMO 327 single crystals have an angle of  $80^\circ$  to the direction of crystal growth. While the direction of the a-axis and b-axis does not look the same in both samples.*

*Keywords : LSMO 327, Back-reflection Laue photographs, Single crystals*

## PENDAHULUAN

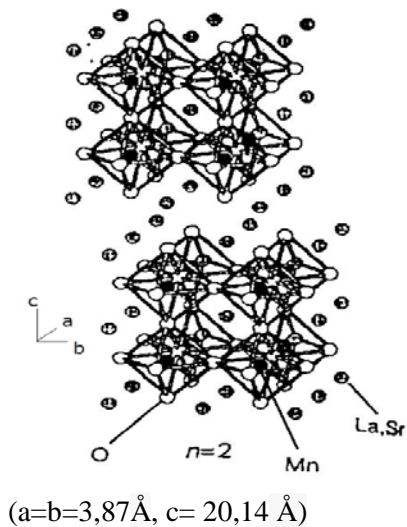
Sejak penemuan superkonduktor oksida Cu oleh Bernorz-Muller tahun 1986 penelitian terhadap struktur *perovskite* semakin tertuju. Hal ini juga berlaku pada bahan oksida Mn yang telah lama diketahui mempunyai sifat tahanan magnet yang sangat tinggi (*giant magnetoresistance*).

Oksida Mn mempunyai struktur dasar *perovskite*, dimana atom Mn terletak di tengah dan dikelilingi 6 atom oksigen, pada tiap-tiap sudut struktur *perovskite* itu, terletak atom La dan Sr. Bahan oksida Mn mempunyai rumus umum  $(\text{La}, \text{Sr})_{1+n}\text{Mn}_n\text{O}_{3n+1}$  ( $n = 1, 2$ ), dimana n

adalah jumlah lapisan (*layer*) Mn-O yang berdekatan. Sifat listrik dan magnetnya berasal dari orbit 3d pada ion Mn dan elektron mengalir pada lapisan Mn-O dari bahan oksida tersebut.

Pada  $n=2$ , bahan ini memiliki sifat tahanan magnet terbesar, dan konsentrasi Sr yang dinyatakan dengan x pada  $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$  (atau disebut juga LSMO 327) memiliki sifat tahanan magnet terbesar pada  $x=0,4$  yaitu sekitar 100%. Pada suhu dibawah temperatur Curie ( $T_C$ ), bahan ini bersifat logam dan ferromagnetik, sedangkan pada suhu diatas  $T_C$ , bahan ini bersifat isolator dan paramagnetik. Untuk meneliti sifat tahanan magnet pada bahan ini diperlukan kristal

tunggal yang berkualitas tinggi. Tahap pembuatan batang pellet dan Kristal tunggal  $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$   $x=0,4$  telah kami paparkan dalam tulisan kami sebelumnya <sup>[1,3]</sup>. Pada studi penelitian ini, karakterisasi sampel dengan memakai foto *back reflection Laue* untuk mengetahui arah sumbu kristal a, b dan c terhadap arah penumbuhan kristalnya akan dipelajari. Gambar 1 menunjukkan struktur kristal LSMO 327.

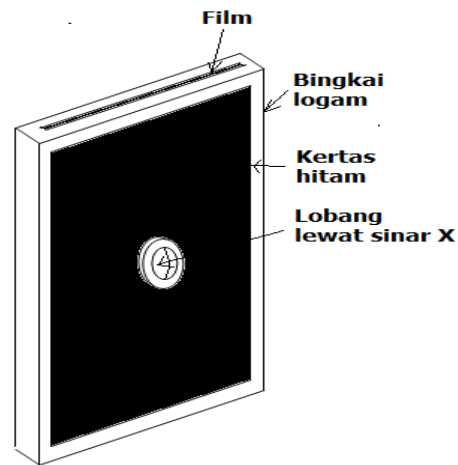


**Gambar 1.** Struktur Kristal tetragonal LSMO 327, permukaan kelupasnya terdapat pada bidang ab

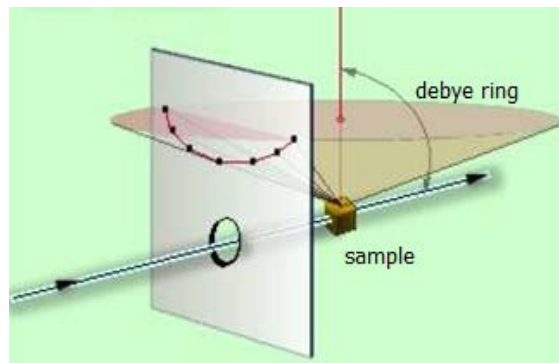
## METODA PENELITIAN

### Metoda Back Reflection Laue

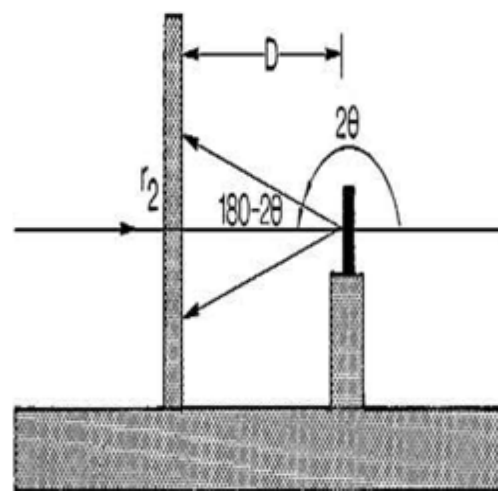
Metoda foto back reflction Laue merupakan metoda yang praktis dan murah, karena dapat memanfaatkan peralatan XRD yang telah ada. Dengan adanya peralatan XRD, kita hanya kemudian menyiapkan box untuk menyimpan film yang akan kita cuci cetak seperti Gambar 2. Gambaran karakterisasi sampel dengan menggunakan metoda ini ditunjukkan pada Gambar 3, sedangkan metoda *back reflection Laue* diilustrasikan dalam Gambar 4.



**Gambar 2.** Box tempat meletakkan film yang akan menangkap pantulan sinar X dari sampel



**Gambar 3.** Gambaran katakerisasi sampel dengan memakai *back reflection Laue*



**Gambar 4.** Skema metoda foto *back reflection Laue*

Pada karakterisasi *back reflection Laue* dipakai tabung sinar-X Cu K $\alpha$ , dengan daya 40kV  $\times$  30A dan lama pancaran sinar-X selama 2 jam. Jarak antara film dan sampel adalah 3 cm. Sebanyak 2 sampel LSMO 327 dengan menggunakan konsentrasi Sr pada x=0,4 (Sampel #1 dan Sampel #2) dan kondisi pembuatan sampelnya sama. Bidang yang difoto adalah bidang yang dihasilkan setelah sampel dikelupas di permukaan depan dan belakangnya.

Perhitungan yang dipakai dalam menentukan arah sudut  $\theta$  dan jarak bidang d yang terjadi adalah:

$$\tan(180-2\theta) = r_2/D \dots\dots(1)$$

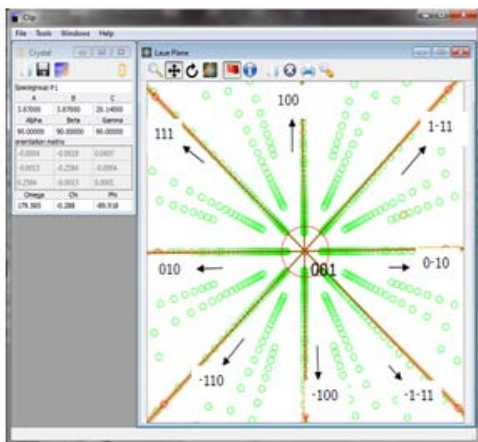
$$n\lambda=2d \sin\theta \dots\dots\dots(2)$$

dimana :

$r_2$ =jari-jari Debye ring

D=jarak antara sampel dan film

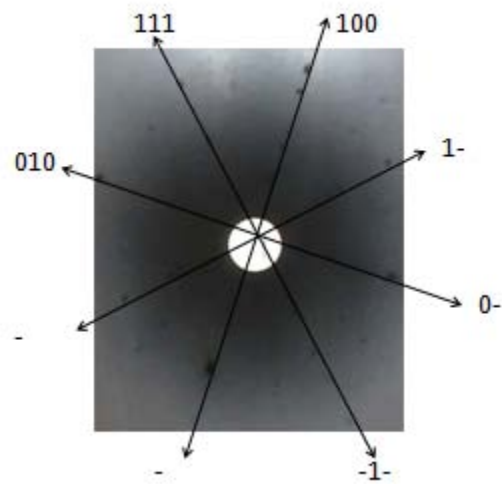
Untuk mendapatkan pola simulasi *back reflection Laue*, dapat dipakai software *Clip*. Gambar 5 dibawah ini adalah gambar software *Clip* [8] yang dipakai untuk melakukan pola simulasi *back reflection Laue* pada bentuk kristal tetragonal a=b=3,87Å dan c=20,14 Å pada bidang (0 0 1) dengan jarak film dan sampel 3 mm. Dari perhitungan simulasi yang dilakukan software *Clip* didapatkan hasil berupa bentuk pola seperti ditunjukkan dalam Gambar 5.



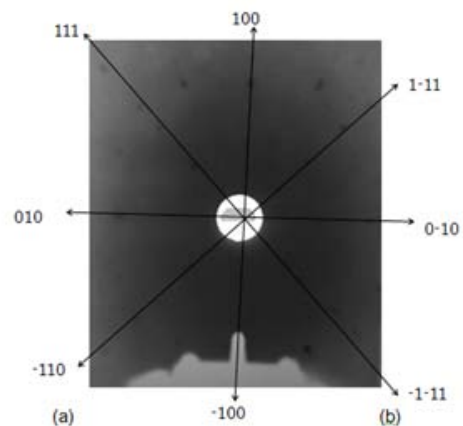
**Gambar 5.** Hasil simulasi perhitungan pola back reflection Laue pada bidang ab, atau (0 0 1), dimana jarak sampel dan film adalah 30 mm [7]

Pada gambar tersebut, terlihat bahwa pada penembakan sinar X di bidang ab (0 0 1), maka arah sumbu a (1 0 0) adalah berdasarkan pola yang terlihat lurus ke atas. Demikian juga pada arah sumbu b (0 1 0), bentuk deretan spotnya membentuk sudut 90 ° dengan (1 0 0) dan memiliki bentuk deretan spot yang sama dengan (1 0 0). Arah (1 0 0) dan (1 1 1) memiliki bentuk deretan spot yang lurus dan hampir sama, sehingga untuk membedakannya kita melihat deretan spot yang ada diantara kedua deretan (1 0 0) dan (1 1 1).

### HASIL DAN PEMBAHASAN



**Gambar 6.** Hasil analisa foto *back reflection Laue* pada sample #1 (ke arah depan sampel). Pada penembakan sinar X ke arah belakang sampel juga memperlihatkan pola yang sama dengan arah depan

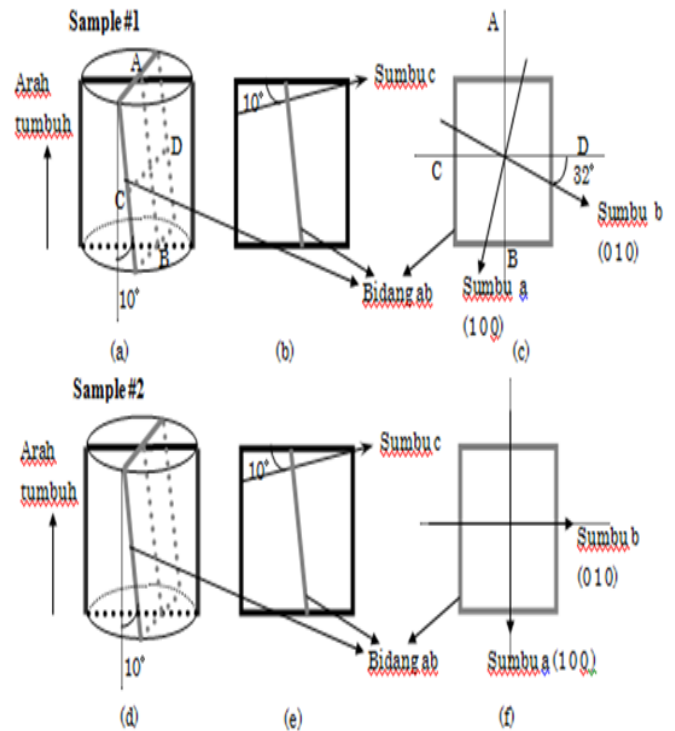


**Gambar 7.** Hasil analisa foto *back reflection Laue* pada sample #2 (ke arah depan sampel). Pada penembakan sinar X ke arah belakang sampel juga memperlihatkan pola yang sama dengan arah depan

Berdasarkan hasil foto dengan metoda back reflection Laue, permukaan depan dan belakang dari permukaan kelupasnya memperlihatkan bidang kristal yang sama. Selain itu, spot pada foto Laue memperlihatkan spot yang tidak melebar maupun terpecah, hal ini menunjukkan sampel memiliki kualitas yang tinggi (Gambar 6 dan 7).

Dari bidang kelupas yang dapat dilakukan, maka diketahui bahwa bidang kelupas pada sample #1 dan #2 tersebut adalah memiliki arah sumbu c (0 0 1) dan memiliki kemiringan  $80^\circ$  dengan arah pertumbuhan kristal. Dimana sudut arah penumbuhan kristal dengan bidang ab adalah  $10^\circ$  seperti ditunjukkan dalam Gambar 8a, 8b, 8d dan 8e. Gambar 8b dan 8e berturut-turut memperlihatkan arah sumbu c pada penampang memanjang dari sampel #1 dan #2. Dengan membandingkan gambar pola simulasi memakai software *Clip* dan hasil foto back reflection Laue ini, maka bisa diketahui arah sumbu a dan b (Gbr 8c dan 8f).

Perbedaan pada sampel #1 dan #2 adalah terletak pada arah sumbu a dan b. Pada Sampel #1, sumbu a dan b memiliki sudut sekitar  $32^\circ$  terhadap masing-masing garis AB dan CD (Gambar 8a dan 8c), sedangkan pada sampel #2, sumbu a dan b memiliki sudut  $0^\circ$  terhadap masing masing garis AB dan CD (Gambar 8d dan 8f). Hal ini menunjukkan pada bahan ini, bidang ab (arah sumbu c) (0 0 1) membentuk sudut  $80^\circ$  dengan arah pertumbuhan kristal, tapi arah sumbu a dan b tidak tergantung pada arah pertumbuhan kristal. Hal ini dapat dijelaskan karena panjang a dan b adalah sama ( $a=b=3,87 \text{ \AA}$ ) sehingga sumbu a dan b dapat terbentuk dengan arah yang tidak tetap terhadap arah penumbuhan kristalnya.



**Gambar 8.** Gambar arah sumbu kristal tunggal pada sampel (LSMO 327 dengan konsentrasi Sr pada  $x=0,4$ ) yang ditentukan dengan metoda foto back-reflection Laue

## KESIMPULAN

Metoda foto *back reflection Laue* untuk menentukan arah pertumbuhan Kristal pada  $\text{La}_{2-2x}\text{Sr}_{1+2x}\text{Mn}_2\text{O}_7$  ( $x=0,4$ ) telah dilakukan. Berdasarkan hasil analisa foto Laue tersebut, pada bidang ab (arah sumbu c) (0 0 1) terbentuk sudut  $80^\circ$  dengan arah pertumbuhan kristal, tapi arah sumbu a dan b tidak tergantung pada arah pertumbuhan kristal. Hal ini dapat dijelaskan karena panjang a dan b adalah sama ( $a=b=3,87 \text{ \AA}$ ) sehingga sumbu a dan b dapat terbentuk dengan arah yang tidak tetap terhadap arah pertumbuhan kristalnya.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada Prof. Yoshizawa dan seluruh anggota Yoshizawa lab. di Universitas Iwate, Jepang yang telah banyak membantu riset saya ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Agung Imaduddin, (2001) “*Growth and physical properties of  $La_{2-2x}Sr_{1+2x}Mn_2O_7$  single crystals*”, Iwate University.
- [2] A. Imaduddin, H. Kanazawa, N. Yoshimoto, M. Yoshizawa., (2000), “*Crystal growth and physical properties of  $La_{2-2x}Sr_{1+2x}Mn_2O_7$* ”, Physica B, 281&282, hal. 502-504.
- [3] T. Kimura, Y. Tomioka, H. Kuwahara, A. Asamitsu, M. Tamura, Y. Tokura, “*Interplane Tunneling Magnetoresistance in a Layered Manganite Crystal*”, (1996), Science, 274, hal. 1698.
- [4] Y. Tomioka, A. Asamitsu, H. Kuwahara, Y. Moritomo, Y. Tokura, (1996), “*Magnetic-field-induced metal-insulator phenomena in  $Pr_{1-x}Cr_xMnO_3$  with controlled charge-ordering instability*”, Physical Review B, vol 53, 4, hal. R1689.
- [5] A. Urushibara, Y. Moritomo, T. Arima, A. Asamitsu, G. Kido, Y. Tokura, (1995), “*Insulator-metal transition and giant magnetoresistance in  $La_{1-x}Sr_xMnO_3$* ”, Physical Review B, vol 51, 20, hal.14103.
- [6] J.A.M. van Roosmalen, P. van Vlaanderen, E.H.P. Cordfunke, (1995) “*Phase in the perovskite-Type  $LaMnO_3$ + Solid Solution and the  $La_2O_3$ - $Mn_2O_3$  Phase Diagram*”, Journal of Solid State Chemistry 114, hal. 516-523.
- [7] Accessed on Nov 2011, <http://www.fisica.unlp.edu.ar/magnet/jlaue.html>
- [8] Accessed on Nov 2011, <http://clip.berlios.de/>

## RIWAYAT PENULIS

**Agung Imaduddin**, lahir pada tanggal Bandung, 29 September 1971. Menylesaikan S1, S2 dan S3 di iwate university. Saat ini bekerja sebagai peneliti pada Pusat Penelitian Metalurgi LIPI.