

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FILM TIPIS
HAUSMANNITE (Mn_3O_4) DENGAN METODE *SPIN COATING***

SKRIPSI

untuk memenuhi sebagian persyaratan memperoleh gelar sarjana sains



Oleh

**BEVI LIDIA
14034037/2014**

**PROGRAM STUDI FISIKA
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2018**

PERSETUJUAN SKRIPSI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FILM
HAUSMANNITE (Mn_3O_4) DENGAN METODE *SPIN COATING*

Nama : Bevi Lidia
NIM : 14034037
Program Studi : Fisika
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 13 Agustus 2018

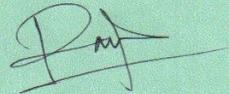
Disetujui oleh:

Pembimbing I



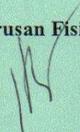
Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si
NIP. 19690120 199303 2 002

Pembimbing II



Dr. Ramli, M.Si
NIP. 19730204 200112 1 002

Ketua Jurusan Fisika



Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si
NIP. 19690120 199303 2 002

HALAMAN PENGESAHAN

Nama : Bevi Lidia
NIM : 14034037
Program Studi : Fisika
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

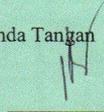
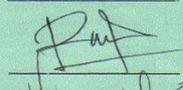
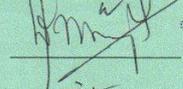
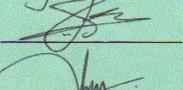
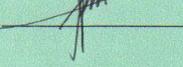
dengan judul

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FILM TIPIS
HAUSMANNITE (Mn_3O_4) DENGAN METODE *SPIN COATING*

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Fisika Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 13 Agustus 2018

Tim Penguji

Nama		Tanda Tangan
1. Ketua	: Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si	1. 
2. Sekretaris	: Dr. Ramli, M.Si	2. 
3. Anggota	: Dr. Hj. Djusmaini Djamal, M.Si	3. 
4. Anggota	: Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si	4. 
5. Anggota	: Dr. H. Ahmad Fauzi, M.Si	5. 

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Karya tulis saya, tugas akhir berupa skripsi dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Film Tipis *Hausmannite* (Mn_3O_4) dengan Metode *Spin Coating*”, adalah asli karya saya sendiri.
2. Karya tulis ini murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri, tanpa bantuan pihak lain, kecuali pembimbing.
3. Di dalam karya tulis ini, tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain, kecuali secara tertulis dengan dicantumkan sebagai acuan di dalam naskah dengan menyebutkan pengarang dan dicantumkan pada kepustakaan.
4. Pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan apabila terdapat penyimpangan di dalam pernyataan ini, saya bersedia menerima sanksi akademik berupa pencabutan gelar yang telah diperoleh karena karya tulis ini, serta sanksi lainnya sesuai norma dan ketentuan hukum yang berlaku.

Padang, 14 Agustus 2018
Yang membuat pernyataan



Bevi Lidia
NIM. 14034037/2014

ABSTRAK

Bevi Lidia: Sintesis dan Karakterisasi Film Tipis *Hausmannite* (Mn_3O_4) dengan Metode *Spin Coating*

Mangan merupakan salah satu mineral dari 12 unsur yang cukup banyak terdapat di kerak bumi. Salah satu mineral penyusun bijih mangan yang terdapat di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat adalah *Hausmannite*. *Hausmannite* di aplikasikan sebagai material elektronika semikonduktor salah satunya sebagai bahan optoelektronik. Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu untuk menyelidiki pengaruh temperatur kalsinasi pada penumbuhan film tipis dengan metode *spin coating* terhadap struktur, morfologi dan sifat optik *Hausmannite*.

Jenis penelitian ini merupakan penelitian eksperimen. *Hausmannite* dipreparasi dengan teknik *sol-gel* menggunakan prekursor mangan asetat ($Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$), Kemudian ditumbuhkan di atas substrat kaca dengan metode *spin coating* berkecepatan 1000 rpm selama 30 sekon. Setelah lapisan terbentuk kemudian dikalsinasi selama 1 jam dengan variasi suhu sebesar 200 °C, 300 °C, 400 °C dan 500 °C. Kemudian film tipis dikarakterisasi menggunakan alat *X-ray diffraction*, SEM dan Spektrofotometer UV-VIS.

Berdasarkan hasil penelitian suhu kalsinasi 200 °C, 300 °C, 400 °C dan 500 °C film tipis yang terbentuk terdiri dari Mn_3O_4 dan Mn_2O_3 , dimana ukuran kristal rata-rata untuk masing-masing suhu kalsinasi adalah 41.06 nm, 52.37 nm, 47.73 dan 47.87 nm. Bentuk morfologi film tipis *hausmannite* menunjukkan pada temperatur kalsinasi 200 °C sampai 300 °C ukuran butir permukaan film tipis mengecil kemudian pada temperatur 500 °C ukuran butir kembali membesar. Dan nilai transmitansi dan reflektansi dari film tipis *hausmannite* mengecil pada temperatur 200 °C sampai 400 °C kemudian membesar pada temperatur 500 °C. Dan nilai absorbansi dari film tipis *hausmannite* membesar pada temperatur 200 °C sampai 400 °C kemudian mengecil pada temperatur 500 °C. Menggunakan nilai transmitansi didapatkan besar energi gap pada suhu kalsinasi 200 °C, 300 °C, 400 °C dan 500 °C adalah 1,53 eV, 1,64 eV, 2,26 eV dan 2,28 eV.

Kata Kunci : Film Tipis *Hausmannite*, Morfologi, Sifat Optik, *Spin Coating*, Struktur.

KATA PENGANTAR

Puji dan Syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, hidayah dan karunia-Nya, sehingga penulis diberi kesempatan, kekuatan dan kemampuan untuk dapat menyelesaikan Skripsi yang berjudul **Sintesis dan Karakterisasi Film Tipis *Hausmannite* (Mn_3O_4) dengan Metode *Spin Coating*.**

Skripsi ini merupakan salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang dan merupakan bagian dari penelitian Dr. Ahmad Fauzi, M.Si, dkk pada Hibah Prioritas Nasional Masterplan Percepatan dan Perluasan Pembangunan Ekonomi Indonesia 2011-2025 (PENPRINAS MP3EI 2011-2025) dengan kontrak penelitian: Dana DIPA DRPM Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi Skema MP3EI TA 2017. No. 535/UN 35.2/PG/2017 tanggal 10 April 2017 dengan judul “Eksplorasi dan Pengembangan Nilai Tambah Mineral Ekonomis Sumatera Barat menjadi Produk Nanomaterial untuk Mendukung Industri Besi Baja Nasional”. Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang membimbing dan membantu dalam menyelesaikan skripsi ini. Terima kasih penulis ucapkan kepada:

1. Ibu Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si., selaku pembimbing I dan Ketua Jurusan Fisika.
2. Bapak Dr. Ramli, S.Pd, M.Si., selaku pembimbing II dan pembimbing akademik.
3. Ibu Dr. Hj. Djusmaini Djamal, M.Si., selaku penguji.

4. Ibu Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si., selaku penguji dan Ketua Program Studi Pendidikan Fisika.
5. Bapak Dr. H. Ahmad Fauzi, M.Si., selaku penguji.
6. Ibu Syafriani, S.Si, M.Si, Ph.D selaku Ketua Program Studi Fisika.
7. Kedua orang tua, kakak-kakak dan adik-adik yang telah memberikan dukungan moril dan material.
8. Seluruh staf pengajar Jurusan Fisika yang telah membekali penulis dengan berbagai ilmu selama masa perkuliahan.
9. Seluruh staf administrasi dan Laboran Jurusan Fisika.
10. Selanjutnya rekan-rekan dan semua pihak yang telah membantu hingga terselesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih banyak kekurangan di dalamnya, sehingga penulis membutuhkan saran dan kritik yang konstruktif guna perbaikan skripsi ini kedepannya.

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR.....	ii
DAFTAR ISI.....	iv
DAFTAR TABEL	vi
DAFTAR GAMBAR.....	vii
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB 1 PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Batasan Masalah	4
C. Rumusan Masalah.....	4
D. Tujuan Penelitian	4
E. Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
A. Tinjauan <i>Hausmannite</i> (Mn_3O_4)	6
B. Sifat Fisis	7
C. Metode Preparasi Sampel	19
D. Karakterisasi Sampel	23
E. Penelitian yang relevan	30
BAB III METODE PENELITIAN	
A. Jenis Penelitian.....	35
B. Waktu dan Tempat Penelitian.....	35
C. Variabel Penelitian.....	35
D. Instrumen Penelitian	36
E. Pelaksanaan Penelitian.....	41
F. Tahap Pengumpulan Data	42
G. Teknik Analisis Data.....	43
H. Diagram Alir Penelitian	44

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Penelitian46

B. Pembahasan.....77

BAB V PENUTUP

A. Kesimpulan82

B. Saran83

DAFTAR PUSTAKA84

LAMPIRAN.....88

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Tujuh Sistem Kristal dan Empat Belas Kisi Bravais	9
2. Data Hasil XRD Film Tipis Mn_3O_4 Pengukuran Pada Suhu 200 ⁰ C	47
3. Data Hasil Pengukuran XRD Film Tipis Mn_3O_4 Pada Suhu 300 ⁰ C	48
4. Data Hasil Pengukuran XRD Film Tipis Mn_3O_4 Pada Suhu 400 ⁰ C	50
5. Data Hasil Pengukuran XRD Film Tipis Mn_3O_4 Pada Suhu 500 ⁰ C	51

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur Tetragonal <i>Hausmannite</i>	6
2. Susunan Atom	8
3. Sumbu dan Sudut antar Sumbu Kristal	9
4. Empat Belas Kisi Bravais	11
5. Bidang Kristal dengan Indeks Miller	11
6. Sketsa Substrat yang Diputar	21
7. Skema dari <i>Spin Coating</i>	21
8. Penetesan Larutan di Atas Substrat.....	22
9. Percepatan pada <i>Spin Coating</i>	23
10. Perataan pada <i>Spin Coating</i>	23
11. Pengeringan Lapisan	24
12. Pantulan Sinar-X oleh Bidang Atom S_1 dan S_2 Terpisah pada Jarak d	25
13. XRD tipe X'Pert Powder PW 30/40	26
14. Mekanisme Kerja SEM.....	27
15. Alat SEM tipe JEOL-JSM-6510 LA	28
16. Skema Mekanisme Spektrofotometer UV_VIS20	29
17. <i>Spektrofotometer UV-VIS</i>	30
18. Pola XRD dari WO_3 setelah proses kalsinasi pada temperatur: (a)300 °C, (b) 400 °C, (c) 500 °C, dan (d) 600 °C	31
19. Hasil Foto SEM perbesaran 30.000x dari material WO_3 setelah temperatur kalsinasi (a) 300 °C, (b) 400 °C, (c) 500 °C dan (d) 600 °C....	32
20. XRD	36
21. SEM	36
22. Spektrofotometer UV-VIS	37

23.	Timbangan Digital	37
24.	Tabung Enlemeyer	38
25.	Alat <i>Spin Coating</i>	38
26.	<i>Magnetic Stirrer</i>	39
27.	Substrat Kaca	39
28.	<i>Furnace</i>	40
29.	Diagram Alir Penelitian	45
30.	Hasil Pengukuran XRD Film Tipis Mn ₃ O ₄ pada Suhu 200 °C	46
31.	Hasil Pengukuran XRD Film Tipis Mn ₃ O ₄ pada Suhu 300 °C	48
32.	Hasil Pengukuran XRD Film Tipis Mn ₃ O ₄ pada Suhu 400 °C	49
33.	Hasil Pengukuran XRD Film Tipis Mn ₃ O ₄ pada Suhu 500 °C	50
34.	Morfologi Hasil Pencitraan SEM Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ yang di Kalsinasi pada Suhu 200 °C Perbesaran 10.000x	52
35.	Morfologi Hasil Pencitraan SEM Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ yang di Kalsinasi pada Suhu 300 °C Perbesaran 10.000x	52
36.	Hasil Pencitraan SEM Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ yang di Kalsinasi pada Suhu 400 °C Perbesaran 10.000x.....	53
37.	Morfologi Hasil Pencitraan SEM Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ yang di Kalsinasi pada Suhu 500 °C Perbesaran 10.000x	53
38.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Transmittansi Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ pada Suhu 200 °C	54
39.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Transmittansi Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ pada Suhu 300 °C	55
40.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Transmittansi Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ pada Suhu 400 °C.....	56
41.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Transmittansi Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ pada Suhu 500 °C.....	57
42.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Absorbansi Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ pada Suhu 200 °C	58
43.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Absorbansi Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ pada Suhu 300 °C.....	58

44.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Absorbansi Lapisan Tipis Mn_3O_4 pada Suhu 400 °C	59
45.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Absorbansi Lapisan Tipis Mn_3O_4 pada Suhu 500 °C	60
46.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Reflaktan Lapisan Tipis Mn_3O_4 pada Suhu 200 °C	61
47.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Reflaktan Lapisan Tipis Mn_3O_4 pada Suhu 300 °C	61
48.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Reflaktan Lapisan Tipis Mn_3O_4 pada Suhu 400 °C	62
49.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang Terhadap Reflaktan Lapisan Tipis Mn_3O_4 pada Suhu 500 °C	63
50.	Grafik Energi Gap pada Lapisan Tipis Mn_3O_4 Suhu Kalsinasi 200 °C.....	64
51.	Grafik Energi Gap pada Lapisan Tipis Mn_3O_4 Suhu Kalsinasi 300 °C.....	64
52.	Grafik Energi Gap pada Lapisan Tipis Mn_3O_4 Suhu Kalsinasi 400 °C.....	64
53.	Grafik Energi Gap pada Lapisan Tipis Mn_3O_4 Suhu Kalsinasi 500 °C.....	64
54.	Spektrum X-ray difraction dari film tipis Mn_3O_4 pada suhu kalsinasi 200 °C	66
55.	Spektrum X-ray difraction dari film tipis Mn_3O_4 pada suhu kalsinasi 300 °C	67
56.	Spektrum X-ray difraction dari film tipis Mn_3O_4 pada suhu kalsinasi 400 °C	68
57.	Spektrum X-ray difraction dari film tipis Mn_3O_4 pada suhu kalsinasi 500 °C	69
58.	Perbedaan Pola difraksi lapisan Tipis Mn_3O_4 pada variasi suhu kalsinasi 200 °C, 300 °C, 400 °C dan 500 °C	70
59.	Grafik Hubungan Variasi Suhu Kalsinasi Terhadap Ukuran Kristal	71
60.	Hasil Pencitraan SEM Morfologi Lapisan Tipis Mn_3O_4 dengan perbesaran 10.000x Suhu Kalsinasi (a) 200 °C, (b) 300 °C, (c) 400 °C dan (d) 500 °C	72
61.	Grafik Hubungan Suhu Kalsinasi Terhadap Ukuran Butir Permukaan Lapisan Tipis Mn_3O_4	73

62.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang terhadap Transmittansi lapisan tipis dengan variasi suhu kalsinasi 200 °C, 300 °C, 400 °C dan 500°C.....	74
63.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang terhadap absorbansi lapisan tipis dengan variasi suhu kalsinasi 200 °C, 300 °C, 400 °C dan 500°C.....	75
64.	Grafik Hubungan Panjang Gelombang terhadap Reflektansi lapisan tipis dengan variasi suhu kalsinasi 200 °C, 300 °C, 400 °C dan 500 °C	76
65.	Grafik Perubahan Energi Gap Lapisan Tipis Mn ₃ O ₄ Terhadap Suhu Kalsinasi	77

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Data Hasil Karakterisasi XRD	88
2. Data Hasil Analisa Pencitraan SEM untuk Ukuran Butir Rata-Rata Permukaan Film Tipis Mn_3O_4	96
3. Data Transmittansi	98
4. Data Absorbansi	113
5. Data Reflektansi	127

BAB I PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Mangan merupakan salah satu mineral dari 12 unsur yang cukup banyak terdapat di kerak bumi. Mineral mangan di seluruh dunia terdapat dengan jumlah 0,1 % dari kandungan kerak bumi (Anshori, 2010). Salah satu keberadaan bijih mangan terdapat di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat. Hasil penelitian (Putri, 2015) struktur mangan oksida penyusun bijih mangan dari hasil sinter pada suhu 700-1000 °C, menghasilkan beberapa komposisi mineral salah satunya *Hausmannite*.

Hausmannite mempunyai sistem kristal berbentuk tetragonal dengan dimensi sel nya $a = 5,76 \text{ \AA}$, $b = 5,76 \text{ \AA}$, $c = 9,45 \text{ \AA}$ serta grup ruang $141/amd$. Berat jenis $4,7-4,8 \text{ g cm}^{-3}$ berwarna hitam kecoklatan. *Hausmannite* memiliki kilap seperti logam. *Hausmannite* saat ini banyak di aplikasikan sebagai material elektronik semikonduktor, agar dapat di aplikasikan sebagai bahan elektronika semikonduktor beberapa persyaratan harus dimiliki *hausmannite* adalah harus memiliki energi gap kecil dari 6 eV. *Hausmannite* dapat Memiliki energi gap yang kecil dari 6eV *Hausmannite* dengan cara disintesis agar memiliki ukuran butir yang kecil dan bentuk morfologi yang homogen. Sebelumnya, telah dilakukan penelitian oleh (Prasetyo, 2017) yang menghasilkan nanopartikel *hausmannite* pada waktu *milling* 8 jam dengan ukuran butir 90,50 nm. Namun, morfologi nanopartikel *hausmannite* yang dihasilkan memiliki bentuk yang tidak

menentu dengan distribusi ukuran yang tidak merata. Morfologi nanopartikel *hausmannite* yang beraturan dapat dibuat dengan cara merubah nanopartikel ini menjadi Lapisan tipis yang sering disebut dengan film tipis.

Film tipis merupakan suatu lapisan dari bahan organik, anorganik, metal, maupun cairan metal organik yang dapat memiliki sifat-sifat sebagai konduktor, semikonduktor, superkonduktor, maupun isolator. Lapisan tipis dibuat dengan teknik penumbuhan atom atau partikel pada permukaan substrat dengan ketebalan sampai orde mikrometer bahkan nanometer. Sifat umum lapisan tipis dari suatu bahan berbeda dengan bahan padatan, hal ini disebabkan oleh perbedaan proses preparasinya, komposisi, morfologi dan strukturnya. Teknologi lapisan tipis sudah banyak mengalami perkembangan, baik dari segi cara pembuatan, bahan yang digunakan, dan aplikasinya. Berbagai bahan yang memiliki potensi sebagai semikonduktor telah banyak diteliti, mulai dari bahan yang memiliki sifat fotokatalis, magnetic storage dan dielektrik. (Siyambalapitiya, 2006).

Metode pembuatan lapisan tipis secara umum dikelompokkan menjadi dua yaitu metode vakum dan non-vakum. Metode vakum terdiri dari PVD (*Physical Vapour Deposition*), *Laser Ablasi*, *Ion Planting*, dan CVD (*Chemical Vapour Deposition*). Sedangkan, untuk metode non vakum yaitu CSD (*Chemical Solution Deposition*) seperti sol gel.

Sintesis penumbuhan film tipis *Hausmannite* dapat dilakukan dengan metode *Spray Pyrolysis* (Abhijid dkk, 2016), *Chemical Bath Deposition* (Guimin dkk, 2008) dan (Dubal dkk, 2009). Namun, metode penumbuhan film tipis tersebut memiliki kekurangan seperti lapisan yang di hasilkan tidak merata, sulit dalam pelaksanaan dan biaya produksi yang mahal. Cara lain yang lebih

sederhana untuk mensintesis film tipis *Hausmannite* dapat dilakukan dengan menggunakan metode *spin coating*.

Metode *spin coating* dapat diartikan sebagai sebuah metode pembentukan lapisan tipis melalui proses pemutaran atau *spin*. Metode *spin coating* merupakan metode yang paling mudah dan cepat dalam penumbuhan lapisan tipis. Lapisan tipis yang dihasilkan dengan metode ini memiliki tingkat kehomogenan yang cukup tinggi. Ketebalan lapisan yang diinginkan bisa dikontrol berdasarkan waktu dan kecepatan putaran dari alat *spin coater*. Proses *spin coating* meliputi 4 tahapan yang terdiri dari deposisi, *spin up* dan *spin off* serta tahap evaporasi yang menentukan ketebalan akhir dari lapisan tipis (Muhlis, 2013).

Penelitian film tipis *Hausmannite* dengan metode *Spin Coating* telah dilakukan oleh Ullah (2017), Farid (2012) dan Hernandez (2016). Meskipun demikian penelitian ini memiliki kelemahan dalam pelaksanaan campuran bahan-bahan yang digunakan cukup rumit serta ukuran partikel yang dihasilkan agak kasar dan tidak homogen. Oleh karena itu dalam penelitian ini penulis membuat film tipis *Hausmannite* menggunakan proses sol-gel, dimana untuk campuran yang digunakan untuk membuat sol-gel adalah aditif etilen diamin sesuai dengan penelitian yang dilakukan Ningsih (2013) dengan ukuran partikel yang dihasilkan lebih halus dan sangat homogen.

Sebelumnya telah dikaji karakterisasi film tipis *hausmannite* oleh (Dubal dkk, 2010) dan (Vipin dkk, 2015) yang menjelaskan bahwa sifat fisika dari *hausmannite* seperti sifat listrik, sifat magnet dan sifat optik dapat dipengaruhi oleh perubahan bentuk morfologi yang bergantung pada suhu substrat saat

pembuatan film tipis. Oleh karena itu, maka dilakukan penumbuhan film tipis dengan variasi temperatur kalsinasi untuk melihat pengaruhnya terhadap struktur, morfologi, sifat listrik dan sifat optik film tipis *hausmannite* yang dihasilkan.

Berdasarkan alasan di atas penulis melakukan penelitian yang berjudul “Sintesis dan karakterisasi film tipis *hausmannite* (Mn_3O_4) dengan metode *spin coating*”. Pada penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan film tipis dengan ukuran partikel yang lebih halus dan homogen.

B. Batasan Masalah

Berdasarkan latar belakang, peneliti membatasi masalah yang dikaji yaitu :

1. Sintesis *hausmannite* yang dimaksud adalah dengan menggunakan teknik sol-gel dengan metode *Spin Coating* dengan variasi temperatur kalsinasi.
2. Karakterisasi film tipis *hausmannite* dibatasi pada struktur, morfologi, dan sifat optik.

C. Rumusan Masalah

Berdasarkan batasan masalah di atas, dapat dirumuskan permasalahan yaitu :

1. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi pada penumbuhan film tipis dengan menggunakan metode *spin coating* terhadap struktur *hausmannite*.
2. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi pada penumbuhan film tipis dengan menggunakan metode *spin coating* terhadap morfologi *hausmannite*.
3. Bagaimana pengaruh temperatur kalsinasi pada penumbuhan film tipis dengan menggunakan metode *spin coating* terhadap sifat optik *hausmannite*.

D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Menyelidiki pengaruh temperatur kalsinasi pada penumbuhan film tipis dengan menggunakan metode *spin coating* terhadap struktur *hausmannite*.
2. Menyelidiki pengaruh temperatur kalsinasi pada penumbuhan film tipis dengan menggunakan metode *spin coating* terhadap morfologi *hausmannite*.
3. Menyelidiki pengaruh temperatur kalsinasi pada penumbuhan film tipis dengan menggunakan metode *spin coating* terhadap sifat optik *hausmannite*.

E. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Bagi Peneliti, sebagai syarat untuk menyelesaikan Program Studi Fisika S1 dan pengetahuan dalam bidang kajian Fisika.
2. Kelompok kajian Fisika Material dan Biofisika, dapat memberikan ilmu pengetahuan dalam pengembangan pembuatan material berbasis nanopartikel, khususnya dalam pembuatan lapisan tipis.
3. Jurusan Fisika, untuk menambah pengetahuan dan memperluas wawasan dalam bidang kajian material.
4. Peneliti lain, sebagai referensi dalam pengembangan penelitian tentang material terutama dalam lapisan tipis dan dapat menjadi sumber ide bagi peneliti lainnya.
5. Pembaca, untuk menambah pengetahuan dan memperluas wawasan dalam bidang kajian material serta dalam pengembangan aplikasinya dalam berbagai bidang.

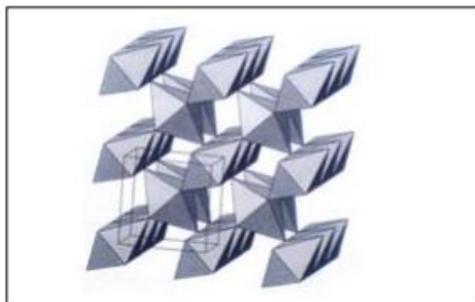
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Tinjauan *Hausmannite* (Mn_3O_4)

Oksida – oksida mangan terbentuk dalam empat fasa, yaitu MnO , MnO_2 , Mn_2O_3 dan Mn_3O_4 . Mn_3O_4 sering disebut dengan *Hausmannite* mengkristal dalam bentuk spinel tertragonal dengan rumus umum XY_2O_4 (Taufiq, 2008). *Hausmannite* dikenal sebagai salah satu oksida mangan paling stabil.

Hausmannite mempunyai sistem kristal berbentuk tertragonal dengan dimensi sel nya $a = 5,76 \text{ \AA}$, $b = 5,76 \text{ \AA}$, $c = 9,45 \text{ \AA}$ serta grup ruang $141/amd$. Berat jenis $4,7-4,8 \text{ g cm}^{-3}$ berwarna hitam kecoklatan. *Hausmannite* memiliki kilap seperti logam. *Hausmannite* diaplikasikan sebagai material elektronik magnet keramik dan bahan material semikonduktor (Q. feng, 1999). Seperti terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur Tetragonal *Hausmannite* (Q. Feng, 1999)

Hausmannite saat ini banyak digunakan di bidang industri sebagai katalis, magnetisme, elektrokimia, atau untuk dekontaminasi udara. Berdasarkan tujuan untuk memperbaiki kemampuan dan ukuran agar dapat diaplikasikan lebih jauh, Mn_3O_4 sudah dibuat dengan beberapa metoda seperti melakukan

penggilingan menggunakan alat HEM untuk merubah ukuran dari kristalnya serta pembentukan film tipis dari *hausmannite*.

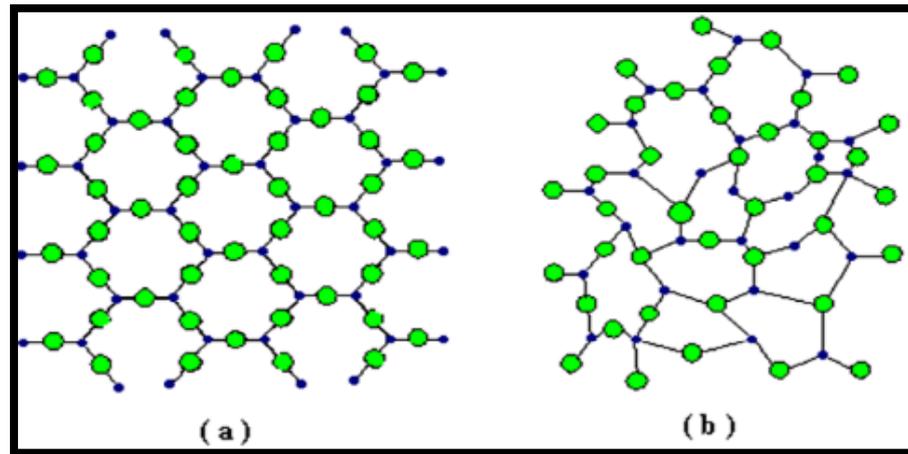
Berdasarkan penelitian (Prasetyo, 2017) nanopartikel *hausmannite* terbentuk pada waktu milling 8 jam dengan ukuran butir 90,50 nm. Namun morfologi nanopartikel *hausmannite* memiliki bentuk yang tidak menentu dengan distribusi ukuran yang tidak merata. Untuk itu agar morfologi nanopartikelnya beraturan maka penulis merubah nanopartikel ini menjadi film tipis.

B. Sifat Fisis

1. Kristalografi

a. Kristal

Ditinjau dari struktur atom penyusunnya, bahan padat dibedakan menjadi tiga yaitu kristal tunggal (*monocrystal*), polikristal (*polycrystal*), dan *amorf* (Smallman dan Bishop, 2002). Pada kristal tunggal, atom-atom penyusunnya mempunyai struktur tetap karena atom–atom atau molekul-molekul penyusunnya tersusun secara teratur dalam pola tiga dimensi yang berulang secara periodik dalam rentang yang panjang tak berhingga. Sedangkan polikristal merupakan kumpulan dari kristal-kristal tunggal yang memiliki ukuran sangat kecil dan saling menumpuk yang membentuk benda padat. Struktur amorf menyerupai pola hampir sama dengan kristal akan tetapi pola susunan atom-atom, ion-ion atau molekul-molekul yang dimiliki tidak teratur (Smallman dan Bioshop, 2002). Susunan atom berbeda antara kristal dan amorf ditunjukkan pada Gambar 2.

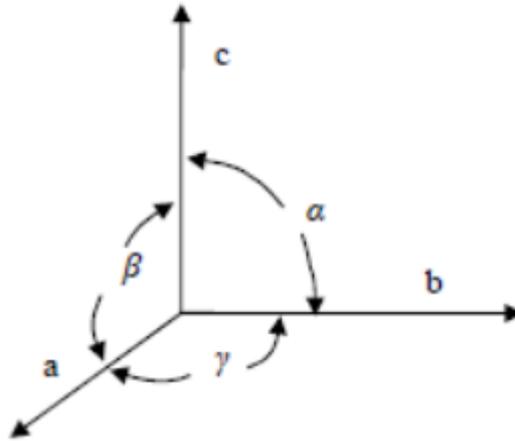


Gambar 2. Susunan Atom (a) Kristal dan (b) Amorf
(Salman dan Bishop, 2002:13)

b. Struktur Kristal

Suatu zat padat dikatakan memiliki struktur kristal apabila atom, ion, atau molekul teratur dan periodik dalam rentang yang panjang dalam kristal (Parno, 2006). Perpanjangan dari koordinasi-koordinasi atomik (ionik) dalam dimensi ketiga ini menghasilkan periodisitas rentang panjang yang khas.

Struktur kristal dapat dinyatakan sebagai posisi tertentu sebuah atom dalam unit sel. Unit sel merupakan atom atau ion dari suatu volume berukuran kecil. Semua sel satuan didalam kristal identik. Suatu kristal terdiri dari jutaan atom yang dapat dinyatakan dengan ukuran, bentuk, dan susunan sel satuan dengan pola pengulangan yang menjadi ciri khas dari suatu kristal. Sumbu-sumbu a , b , dan c adalah sumbu-sumbu yang dikaitkan dengan parameter kisi kristal. Sudut α , β , dan γ merupakan sudut antara sumbu-sumbu referensi kristal (Van Vlack, 2004). Gambar 3 memperlihatkan sumbu dan sudut antara sumbu kristal.



Gambar 3. Sumbu dan Sudut antar Sumbu Kristal (Van Vlack, 2004)

c. Sistem Kristal

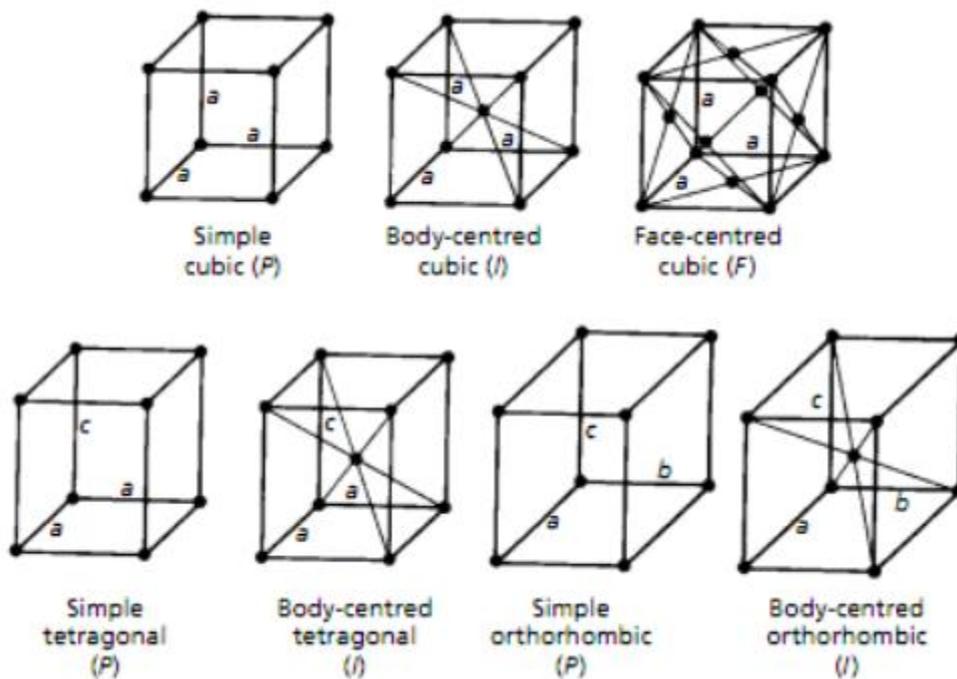
Setiap atom dalam kristal dianggap suatu titik, tepat pada kedudukan setimbang tiap atom didalam ruang. Pola geometrik yang diperoleh dinamakan kisi kristal. Periodisitas tiga dimensional yang merupakan karakteristik kristal dapat menggunakan beberapa geometri yang berbeda. Ada dua jenis kisi yaitu kisi *Bravais* dan *non Bravais*. Seluruh titik kisi dalam kisi Bravais adalah *ekivalen*, artinya kisi bersifat invarint terhadap operasi simetri translasi. Dengan demikian, semua atom dalam kristal haruslah sejenis. Sedangkan dalam kisi non Bravais terdapat beberapa titik kisi yang tidak *ekivalen*.

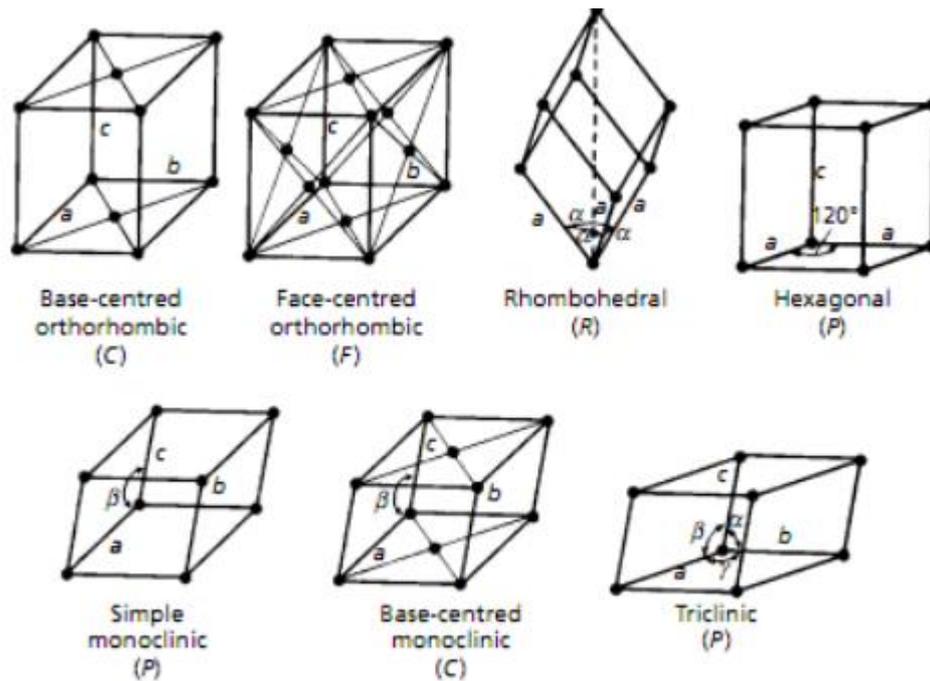
Berdasarkan parameter kisi, maka variasi sudut aksial dan variasi ukuran relatif dari dimensi *a*, *b*, dan *c* akan menghasilkan tujuh sistem kristal yang tercantum pada Tabel 1.

Tabel 1. Tujuh Sistem Kristal dan Empat Belas Kisi Bravais
(Van Vlack, 2004)

No	Sistem Kristal	Parameter Kisi	Kisi Bravais	Simbol
1	Kubik	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel Pusat Badan Pusat muka	P I C
2	Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$	Simpel Pusat Dasar	
3	Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Simpel	P
4	Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel Pusat Badan	P I
5	Orthorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel Pusat Dasar Pusat Badan Pusat Muka	P C I F
6	Trigonal/Rhombohedral	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	Simpel	P
7	Hexagonal/Rhombohedral	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ,$ $\gamma = 120^\circ$	Simpel	P

Sesuai dengan ketujuh sistem yang ada pada Tabel 1 terdapat 14 kisi Bravais yang diperlihatkan pada Gambar 4.



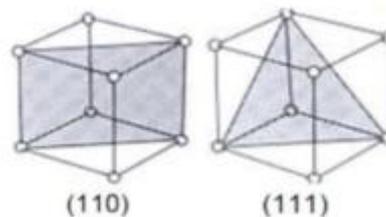


Gambar 4. Empat Belas Kisi Bravais (Cullity, 1978)

Pada Tabel dan Gambar 4 memperlihatkan 7 sistem kristal dan 14 kisi bravais. Tujuh sistem kristal tersebut antara lain kubik, monoklinik, triklinik, tetragonal, orthorombik, rhombohedral dan hexagonal.

d. Bidang Kristal

Suatu kristal memiliki beberapa bidang atom yang akan mempengaruhi sifat dan perilaku material, sehingga bermanfaat untuk mengidentifikasi berbagai bidang dalam kristal. Gambar 5 memperlihatkan sebuah bidang kristal.



Gambar 5. Bidang Kristal dengan Indeks Miller (Parno, 2006 :16)

Pada Gambar 5 merupakan bidang kristal dengan diberi tanda (110) dan (111). Baik bidang, maupun arah bidang dapat dinyatakan dalam 3 angka yang disebut dengan *indeks miller*.

- 1) Untuk arah bidang digunakan simbol atau lambang [h k l].
- 2) Untuk bidang kristal digunakan lambang (h k l)

Bidang kisi yang paling mudah digambarkan adalah bidang-bidang yang membatasi sel satuan disamping bidang lainnya. *Indeks miller* merupakan kebalikan dari ketiga perpotongan antara bidang dengan sumbu, tanpa pecahan dan tanpa kelipatan yang sama (Van Vlack, 2004).

2. Sifat Optik Bahan

Sifat optik bahan merupakan suatu bentuk respon dari material terhadap elektromagnetik khususnya cahaya tampak. Karakterisasi sifat optik dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS, dimana jika cahaya dilewatkan pada suatu material maka sebagian cahaya tersebut dipantulkan (*reflected*), sebagian akan diserap (*absorbed*), sebagian akan diteruskan dan sebagian lagi akan disebarakan (*scattered*), yang secara matematis cahaya yang datang dapat dituliskan dalam Persamaan (1).

$$I_o = R_c + T + A_b + S = 100\% \quad (1)$$

dengan I_o = Intensitas cahaya datang, R_c = Cahaya yang dipantulkan, T = Cahaya yang diteruskan, A_b = Cahaya yang diserap, dan S = Cahaya yang disebarakan.

Hal ini menunjukkan bahwa intensitas cahaya yang datang bernilai sama dengan intensitas cahaya yang dipantulkan, diteruskan, diserap dan disebarakan.

Sifat optik zat padat berhubungan dengan keadaan atom-atom dan elektron-elektron. Pada beberapa bahan semikonduktor, sifat optik didaerah

spektrum cahaya tampak dan ultraviolet berhubungan dengan transisi elektron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga informasi mengenai keadaan-keadaan elektron pada kedua pita tersebut menjadi sangat penting untuk diketahui. Keadaan-keadaan elektron pada suatu materi digambarkan dengan struktur pita energi dan kurva densitas keadaan elektron (*Density of States*) material tersebut.

Transmitansi, absorbansi dan reflektansi merupakan sifat optik dari suatu material yang ada kaitannya dengan interaksi antara material dengan gelombang elektromagnetik seperti cahaya, khususnya cahaya tampak. Spektrum transmisi menunjukkan fungsi transmisi terhadap panjang gelombang. Spektrum absorpsi menunjukkan fungsi koefisien absorpsi terhadap energi foton cahaya. Pengukuran sifat optik menggunakan gelombang elektromagnetik dari ultraviolet sampai sampai inframerah. Parameternya adalah panjang gelombang (λ), energi ($h\nu$). Hubungan antara energi dan panjang gelombang adalah sebagai berikut :

$$E = h \nu = h \frac{c}{\lambda} \quad (2)$$

E merupakan energi gelombang cahaya (joule), h konstanta Planck yang besarnya $6,63 \times 10^{-34}$ Js, c merupakan kecepatan cahaya dalam ruang hampa (3×10^8 m/s) dan λ adalah panjang gelombang cahaya (m) (Schroder, 2006). Dengan mengukur transmitansi cahaya, reflektansi cahaya dan absorbansi cahaya pada lapisan tipis, maka akan diperoleh informasi transmitansi, reflektansi dan absorbansinya pada masing-masing lapisan.

Transmitansi merupakan istilah yang digunakan untuk menggambarkan sebuah proses dimana fluks radiasi yang datang meninggalkan permukaan atau medium menuju permukaan di belakangnya (Palmer, 2008). Transmitansi

merupakan perbandingan antara intensitas cahaya setelah dan sebelum melewati material semikonduktor, seperti yang ditunjukkan dalam Persamaan (3).

$$T = \frac{I}{I_0} \times 100 \% \quad (3)$$

T merupakan besarnya nilai transmitansi, I adalah intensitas berkas cahaya keluar dan I_0 adalah intensitas berkas cahaya masuk/datang.

Dalam spektroskopi, besar penyerapan cahaya (absorbansi) dari suatu kumpulan atom/molekul dinyatakan oleh hukum Beer-Lambert. Hukum Lambert menyatakan: apabila sinar monokromatis melalui suatu medium yang tembus cahaya maka kecepatan berkurangnya intensitas terhadap tebal medium sebanding dengan berkurangnya intensitas sinar datang. Dimana dengan kata lain, intensitas sinar yang dipancarkan berkurang secara eksponensial sesuai dengan bertambahnya ketebalan medium penyerap. Hukum Beer menyatakan bahwa absorbansi berbanding lurus dengan ketebalan bahan/medium yang ditembusi oleh cahaya (Prasetyo, 2006). Hubungan antara absorbansi dan ketebalan lapisan material dapat dilihat pada Persamaan (4) dengan a adalah koefisien serapan dan d adalah ketebalan lapisan material.

$$A = a d \quad (4)$$

Reflektansi adalah sebuah proses dimana sebagian dari fluks radiasi yang datang pada sebuah permukaan dikembalikan pada daerah yang sama dengan daerah datangnya (dipantulkan). Reflektansi dapat berupa spekulat (cermin, menyebar ke semua arah, atau kombinasi dari keduanya (Palmer, 2008).

Absorbansi meliputi transisi dari tingkat dasar ke tingkat yang lebih tinggi, yakni tingkat tereksitasi. Dimana dengan menelaah frekuensi bahan yang tereksitasi maka dapat diidentifikasi dan di analisis karakterisasi dari sebuah

bahan (Jergel, 1997). Pada bahan semikonduktor, kemampuan dalam menyerap radiasi disebut sebagai absorpsitivitas dengan rentang panjang gelombang yang berbeda-beda. Panjang gelombang bergantung pada absorpsi optiknya dan spektrum transmitansinya. Sedangkan untuk spektrum absorpsi akan bertambah bila panjang gelombangnya berkurang (S. Elmas, 2011).

3. *Band Gap*

Salah satu topik yang hangat dalam riset nanomaterial ialah *band gap engineering*, karena memiliki aplikasi yang sangat luas. *Band gap engineering* adalah rekayasa pita energi material untuk menghasilkan sifat optik, elektronik, maupun optoelektronik sesuai dengan yang diinginkan. Rekayasa ini umumnya meliputi pengontrolan lebar celah pita energi sehingga energi yang diperlukan untuk mengeksitasi elektron dalam material atau energi yang dipancarkan elektron maupun *hole* ketika kembali ke keadaan dasar dapat di ubah-ubah sesuai dengan yang di inginkan.

Didalam atom tunggal, berdasarkan teori atom *bohr*, elektron memiliki energi berdasarkan keadaannya, bisa disebut state energi. Dekatnya jarak antara atom tetangga didalam materi konduktor tersebut memberikan pengaruh kepada energi potensial dari elektron yang mengorbit didalam tiap atom. Di dalam sebuah zat padat kristal yang atom-atomnya tersusun secara teratur akan mengalami interaksi. Interaksi dari atom-atom tersebut menimbulkan pergeseran energi. Sehingga, dampaknya adalah tiap state energi didalam atom akan mengalami pemisahan (*splitting*) energi yang tergantung pada jumlah atom tetangganya. Dengan demikian energi yang terpisah akan membentuk dua jenis pita energi yang terpisah oleh gap, sehingga disebut sebagai energi gap. Apabila

ada elektron yang tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi energi minimumnya akan sama dengan energi gap.

Energi gap juga bisa diartikan sebagai energi minimum yang dibutuhkan oleh elektron yang berada pada pita valensi untuk bergerak menuju pita konduksi. Energi gap antara pita valensi dan konduksi berada didalam orde elektron volt (1 elektron volt (eV) = $1,6 \times 10^{-19}$ (J)). Energi valensi merupakan energi terbesar yang berada di pita valensi (*valence band*) di dalam sebuah atom. Elektron-elektron yang berada di orbit terluar dari pita valensi akan mengalami ikatan (*bound*) dengan elektron yang berasal dari atom tetangganya, elektron ini disebut elektron valensi. Elektron-elektron valensi itulah yang menentukan sifat kimia dari atom. Bila elektron valensi tersebut mendapat energi yang cukup tinggi untuk menembus energi gap, maka elektron-elektron tersebut akan bergerak ke level energi yang lebih tinggi (pita konduksi). Energi yang lebih tinggi itu biasa disebut sebagai energi konduksi (*conduction band*).

Selama elektron yang berada didalam pita konduksi tidak mengalami ikatan dengan atom lainnya, elektron tersebut akan bebas bergerak didalam kristal. Gerakan dari elektron-elektron didalam kristal akan memberikan kontribusi timbulnya arus listrik, sehingga dari karakteristik energi gap sifat materi dapat dibedakan menjadi tiga, yaitu isolator, semikonduktor, dan konduktor.

Perhitungan celah pita optik dimulai dari penentuan nilai transmitansi maksimum dan minimum, tebal dan koefisien serapan lapisan tipis dan diakhiri perhitungan dengan menerapkan metode *Touch Plot*. Celah pita optik pada lapisan tipis dapat ditentukan dengan mengolah data transmitansi yang diperoleh dari pengukuran transmitansi menggunakan spektrofotometer UV-ViS. Data transmitansi yang diambil adalah data yang menunjukkan adanya perubahan transmitansi yang cukup tajam. Dimana nantinya perubahan nilai transmitansi ini menunjukkan adanya absorpsi yang cukup tinggi pada panjang gelombang tersebut. Berdasarkan hubungan panjang gelombang dan transmitansi dapat diketahui data-data nilai transmitansi maksimum dan minimum.

Setelah didapatkan nilai transmitansi maksimum dan transmitansi minimum, kemudian menentukan nilai indeks bias dan ketebalan lapisan tipis menggunakan persamaan Swanepoel yang dapat dilihat pada Persamaan (5) dan (6).

$$N_2 = 2n_s \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \quad (5)$$

$$N_1 = 2n_s \frac{T_M - T_m}{T_M T_m} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \quad (6)$$

Dimana n_s menyatakan indeks bias kaca (1,51). Setelah itu indeks bias lapisan ditentukan dengan Persaman (7) dan (8).

$$n_2 = \sqrt{N_2 + \sqrt{N_2^2 - n_s^2}} \quad (7)$$

$$n_1 = \sqrt{N_2 + \sqrt{N_2^2 - n_s^2}} \quad (8)$$

Hasil Perhitungan indeks bias digunakan untuk menghitung nilai tebal film menggunakan Persamaan (9).

$$d = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2 \lambda_1 n_2 - \lambda_2 n_1} \quad (9)$$

Setelah ketebalan dari lapisan tipis diketahui, maka koefisien serap lapisan tipis untuk masing-masing masing panjang gelombang dapat diketahui dengan menggunakan Persamaan (10)

$$a = -\frac{1}{d} \ln T \quad (10)$$

Setelah koefisien serap lapisan tipis diketahui, kemudian menentukan $h\nu$ melalui persamaan (11).

$$h\nu = h \frac{c}{\lambda} \quad (11)$$

dengan h = Konstanta Plank ($6,63 \times 10^{-34}$ J.s), c = kecepatan cahaya dalam ruang hampa (3×10^8 m/s), dan λ = *panjang* gelombang cahaya (m). Setelah itu melakukan ekstrapolasi dari grafik hubungan ($h\nu$) sebagai absis dan $(ah\nu)^n$ sebagai ordinat yang hingga memotong sumbu energi sehingga diperoleh nilai celah pita optik. Cara ini biasa disebut dengan metode *Tauch plot*, nilai n untuk transisi langsung adalah $\frac{1}{2}$ ($n=0,5$).

C. Metode Preparasi Sampel

1. Teknik Sol-Gel

Teknik sol gel merupakan salah satu teknik basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada proses sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol).

Sol adalah suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan. Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoxi dan dihidrolisis dengan air, menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan, dan reaksinya adalah reaksi hidrolisis. Gel (*gelation*) adalah jaringan partikel atau molekul, baik padatan dan cairan, dimana polimer yang terjadi didalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat anorganik. Pertumbuhan anorganik terjadi di *gel point*, dimana energi ikat lebih rendah. Reaksinya adalah reaksi kondensasi, baik alkohol atau air, yang menghasilkan *oxygen bridge* (jembatan oksigen) untuk mendapatkan metal oksida (Paveena, 2010).

Prekursor atau bahan awal dalam pembuatan adalah alkoksida logam dan klorida logam, yang kemudian mengalami reaksi hidrolisis dan reaksi polikondensasi untuk membentuk koloid, yaitu suatu sistem yang terdiri dari partikel-partikel padat (ukuran partikel antara 1 nm sampai 1 μm) yang terdispersi dalam suatu larutan (Paveena, 2010). Struktur dan ukuran gel yang dihasilkan tergantung pada rumusan komposisi kimia dan prosedur preparasi pembuatan sol hingga titik gel serta jalannya proses *aging*, pengeringan, dan pemanasan gel.

Proses *aging* dilakukan dengan cara mendiamkan gel untuk mengubah sifatnya agar lebih kaku, kuat dan menyusut.

Penelitian tentang sol-gel yang telah ada menunjukkan bahwa proses sol-gel tidak hanya menghasilkan material yang homogen, tetapi juga sol-gel dapat digunakan untuk sintesis berbagai macam material campuran antar organik dan anorganik (Bandyopadhyay *et al*, 2005). Metode sol gel memiliki kekurangan dan kelebihan. Kekurangan dari proses sol –gel ini adalah terjadinya penyusutan dari xerogel karena berkurangnya pelarut, air eksese, dan pelepasan alkohol selama proses pengeringan (Hsu *et al*, 2001). Keuntungan menggunakan metode sol-gel yaitu:

- a. homogenitasnya lebih baik, temperatur rendah, kemurnian lebih baik, dan hemat energi.
- b. pencemaran rendah, menghindari reaksi dengan *container* dan kemurnian tinggi serta fase pemisahan cepat.

2. Metode *Spin Coating*

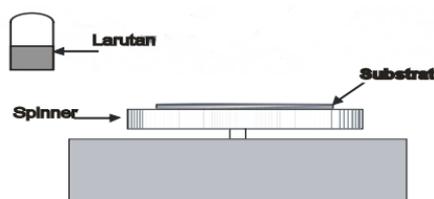
Metode pembuatan lapisan tipis secara umum dikelompokkan menjadi dua yaitu metode vakum dan non-vakum. Metode vakum terdiri dari PVD (*Physical Vapour Deposition*), *Laser Ablasi*, *Ion Planting*, dan CVD (*Chemical Vapour Deposition*), sedangkan untuk metode non vakum yaitu CSD (*Chemical Solution Deposition*) (Irzaman, 2010).

Salah satu pembuatan film tipis yang lebih sederhana dan murah adalah menggunakan metode *spin coating*. Metode *spin coating* adalah metode percepatan larutan pada substrat yang diputar diperlihatkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Sketsa Substrat yang Diputar
(Luurtsema, 1997)

Proses *spin coating* merupakan proses peneteskan larutan pada substrat yang kemudian diputar dengan putaran tertentu dan waktu tertentu. Mula-mula cairan diteteskan pada substrat dan pembasahan menyeluruh pada permukaan substrat (tegangan permukaan diminimalisasi dan tidak ada getaran, tidak ada noda, pengotor dan sebagainya). Piringan lalu dipercepat dengan kecepatan putar tertentu dalam waktu tertentu sehingga menyebabkan larutan terdistribusi merata pada substrat untuk memperoleh lapisan yang homogen. Prinsip fisika dibalik *spin coating* adalah keseimbangan antara gaya viskositas yang dijelaskan oleh viskositas pelarut dengan gaya sentrifugal yang dikontrol oleh kecepatan spin. Skema dari proses *spin coating* ditampilkan pada Gambar 7.

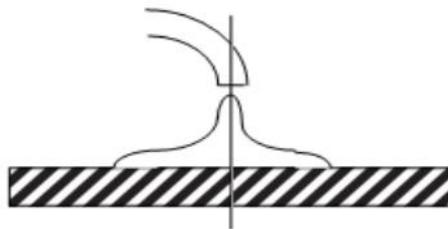


Gambar 7. Skema dari *Spin Coating* (Luurtsema, 1997)

Beberapa parameter yang terlibat dalam coating yaitu: viskositas larutan, kandungan padatan, kecepatan angular dan waktu putar. Proses *spin coating* meliputi peneteskan lapisan diatas substrat, percepatan *spin coating* dengan kecepatan putar (*spin on*), perataan (*spin off*) dan proses pengeringan (penguapan). Proses *Spin coating* memuat tahapan seperti dibawah ini :

a. Penetesan Larutan di atas Substrat

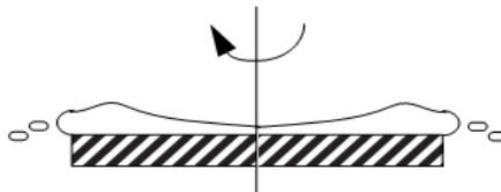
Bagian ini larutan di deposisikan diatas substrat, kemudian diputar dengan kecepatan tinggi. Kemudian lapisan yang telah dibuat akan dikeringkan sampai pelarut pada lapisan tersebut benar-benar sudah menguap. Skema penetesan larutan dapat dilihat seperti Gambar 8.



Gambar 8. Penetesan Larutan di Atas Substrat (Luurtsema, 1997)

b. Percepatan *Spin Coating*

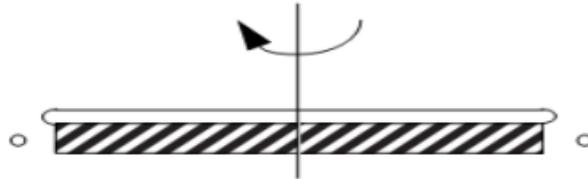
Tahapan ini, setelah penetesan larutan dilakukan percepatan larutan dengan kecepatan yang relatif tinggi. Kecepatan yang digunakan mengakibatkan adanya gaya sentrifugal dan turbelensi cairan. Kecepatan yang digunakan bergantung pada sifat larutan. Waktu yang digunakan pada percepatan ini biasanya membutuhkan waktu kira-kira 10 menit. Skema percepatan *spin coating* dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Percepatan pada *Spin Coating* (Luurtsema, 1997)

c. Proses Perataan (*spin off*)

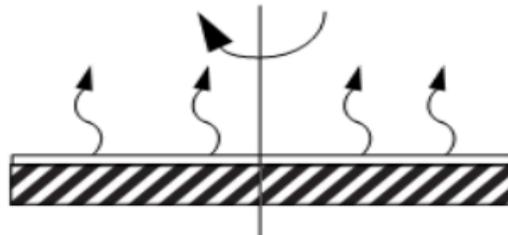
Setelah melalui proses percepatan maka akan terjadi perataan larutan diatas substrat. Perataan ini agar lapisan tipis tidak terjadi ketebalan pada salah satu bagiannya. Proses perataan pada *Spin Coating* dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Perataan pada *Spin Coating* (Luurtsema, 1997)

d. Proses Pengeringan

Pada tahap ini pelarut diserap ke atmosfer dan sudah terbentuk lapisan tipis dengan ketebalan tertentu. Ketebalan pada lapisan ini bergantung pada kelembaban pada substrat. Ilustrasi pengeringan lapisan dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Pengeringan Lapisan (Luurtsema, 1997)

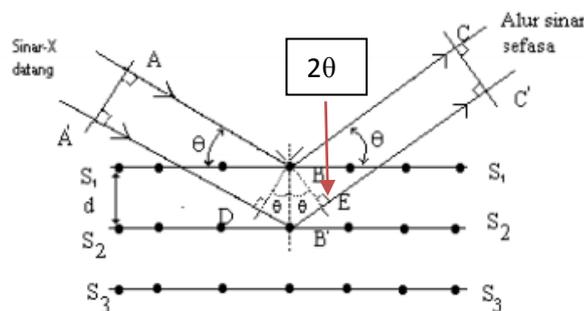
D. Karakterisasi Sampel

1. *X-Ray Diffraction (XRD)*

X-Ray diffraction (XRD) merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal dan ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak-puncak yang spesifik. XRD adalah suatu metode yang didasari oleh difraksi sinar-X.

Data yang diperoleh dari metode karakterisasi XRD adalah sudut hamburan (sudut Bragg) dan intensitas. Sudut difraksi sangat bergantung kepada lebar celah kisi sehingga mempengaruhi pola difraksi, sedangkan intensitas cahaya difraksi bergantung dari berapa banyak kisi kristal yang memiliki orientasi yang sama. Metode ini dapat digunakan untuk menentukan sistem kristal, parameter kisi, derajat kristalinitas, dan fasa yang terdapat dalam suatu sampel.

Sinar-X akan dipantulkan, dibiaskan dan diteruskan jika melewati suatu bahan. Andaikan garis-garis S_1 , S_2 dan S_3 seperti pada Gambar 12, mewakili bidang-bidang atom yang sejajar dengan permukaan hambur dan dipisah satu sama lain pada jarak, d . Andaikan garis-garis AB dan A'B' mewakili lintasan lintasan alur sinar-X pada panjang gelombang yang menuju ke bidang-bidang hambur pada sudut θ terhadap bidang dan masing-masing dipantulkan dalam arah BC dan B'C'. Supaya gelombang dari B' dapat menguatkan gelombang yang dipantulkan dari B di C C', kedua gelombang haruslah sefasa. Dengan kata lain, beda lintasan antara gelombang A'B'C' terhadap gelombang ABC merupakan kelipatan bulat panjang gelombang sinar-X itu, sehingga dapat dirumuskan Persamaan (12) :



Gambar 12. Pantulan Sinar-X oleh Bidang Atom S_1 dan S_2 Terpisah pada Jarak d

$$(A'B' + B'C') - (AB + BC) = n\lambda \quad (12)$$

Oleh sebab itu $DB' = B'E = d \sin \theta$, maka syarat diatas dipenuhi apabila:

$$2 d \sin \theta = n \quad (13)$$

Persamaan (13) dinamakan sebagai syarat Bragg dan sudut θ dikenal sebagai sudut Bragg untuk penyinaran sinar X oleh bidang-bidang atom hambur yang dipisahkan pada jarak d dan $n = 1, 2, 3$ dan seterusnya.

Ukuran kristal (D) dapat dihitung menggunakan persamaan *scherrer* yang dapat dilihat pada Persamaan (14) :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (14)$$

Nilai k adalah konstanta untuk material biologi yang bernilai 0,94, λ adalah panjang gelombang yang digunakan pada alat XRD yaitu 0,15406 nm, dan β adalah *full width at half maximum* (FWHM) dari garis difraksi skala 2θ .

Pada penelitian ini XRD yang digunakan adalah tipe X'Pert Powder PW 30/40. Bentuk dari XRD tipe X'Pert Powder PW 30/40 dapat dilihat pada Gambar 13.



Gambar 13. XRD tipe X'Pert Powder PW 30/40
(Sumber: Fisika Material FMIPA UNP)

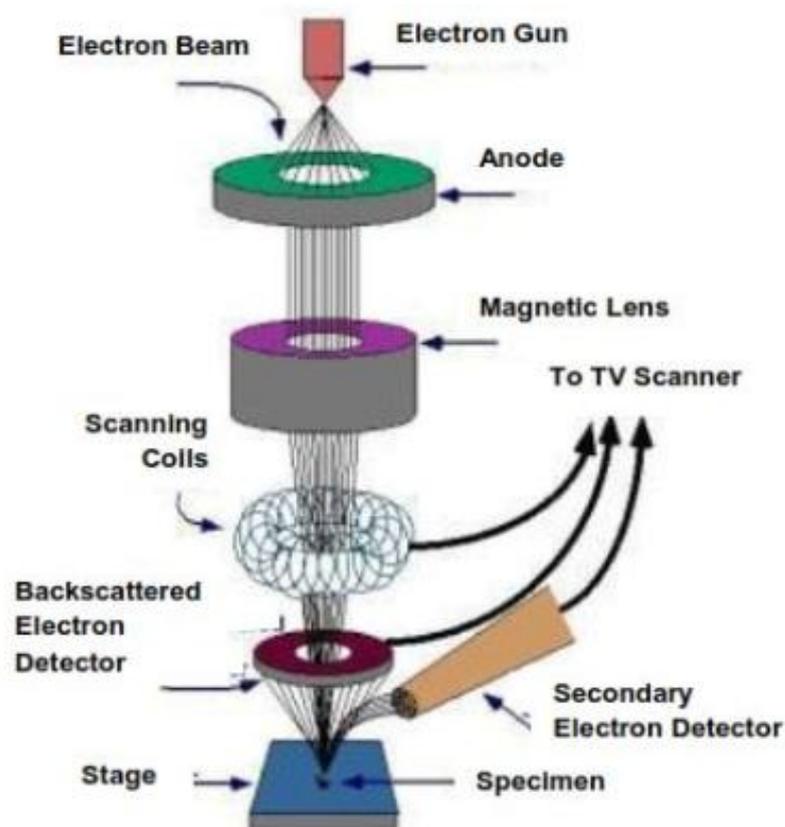
2. *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah sebuah mikroskop elektron yang didesain untuk mengamati permukaan objek solid secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10 – 3.000.000 kali, *depth of field* 4 – 0.4 mm dan resolusi sebesar 1 – 10 nm. Kombinasi dari perbesaran yang tinggi, *depth of field* yang besar, resolusi yang baik, kemampuan untuk mengetahui komposisi dan informasi kristalografi membuat SEM banyak digunakan untuk keperluan penelitian dan industri.

Prinsip kerja dari SEM adalah sebagai berikut:

- a. *Electron gun* menghasilkan *electron beam* dari filamen. Pada umumnya *electron gun* yang digunakan adalah *tungsten hairpin gun* dengan filamen berupa lilitan *tungsten* yang berfungsi sebagai katoda. Tegangan yang diberikan kepada lilitan mengakibatkan terjadinya pemanasan. Anoda kemudian akan membentuk gaya yang dapat menarik elektron melaju menuju ke anoda.
- b. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju suatu titik pada permukaan sampel.

- c. Sinar elektron yang terfokus memindai (*scan*) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
- d. Ketika elektron mengenai sampel, maka akan terjadi hamburan elektron, baik *Secondary Electron (SE)* atau *Back Scattered Electron (BSE)* dari permukaan sampel dan akan dideteksi oleh detektor dan dimunculkan dalam bentuk gambar pada monitor CRT. Secara lengkap skema SEM dijelaskan oleh Gambar 14.



Gambar 14. Mekanisme Kerja SEM (Abdullah, 2010)

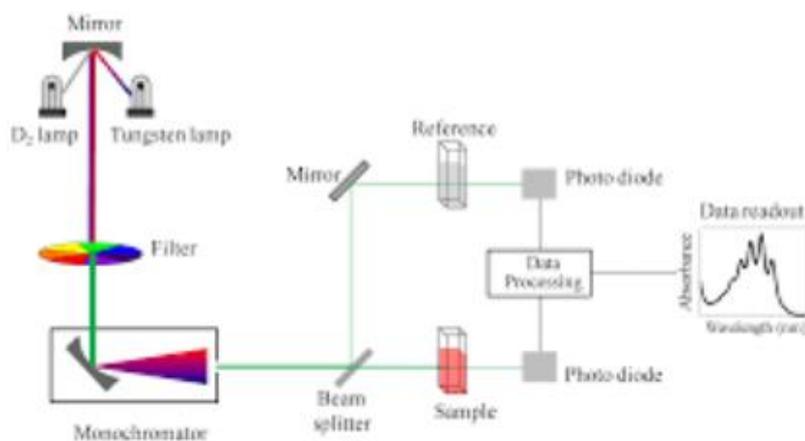
Dibawah ini adalah alat SEM tipe JEOL-JSM-6510 LA. Adapun alat SEM tipe ini dapat dilihat pada Gambar 15.



Gambar 15. Alat SEM tipe JEOL-JSM-6510 LA (Sumber: Laboratorium SEM FMIPA ITB)

3. Spektrofotometer UV-VIS

Spektrofotometer sesuai dengan namanya adalah alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer ialah menghasilkan sinar dari spektrum dan panjang gelombang tertentu, sedangkan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Jadi spektrofotometer adalah alat yang digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang (Khopkar, 2003). Skema mekanisme spektrofotometer UV-VIS dapat dilihat pada Gambar 16.



Gambar 16. Skema Mekanisme Spektrofotometer UV-VIS

Gambar 16 menunjukkan skema mekanisme dari suatu spektrofotometer UV-VIS. Cahaya yang bersal dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian diterima oleh detektor. Detektor kemudian akan dihitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan diketahui konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan diketahui konsentrasi zat dalam sampel secara kuantitatif.

Spektrofotometer UV-VIS merupakan anggota teknis analisis spektrokospik yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190 nm - 380 nm) dan sinar tampak (380 nm – 780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer. Suatu molekul hanya menyerap radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang yang khusus (spesifik untuk molekul tersebut) absorpsi cahaya ultraviolet (radiasi berenergi tinggi) mengakibatkan pindahnya sebuah elektron ke orbital dengan energi yang lebih tinggi (Suherman, 1995).

Keuntungan utama metode spektrofotometri adalah hasil yang diperoleh cukup akurat, dimana angka yang dibaca langsung dicatat oleh detektor dan tercetak dalam bentuk angka digital ataupun grafik yang sudah diregresikan

(Yahya S, 2013). Bentuk Spektrofotometer yang digunakan dalam penelitian ini seperti yang terlihat pada Gambar 17.

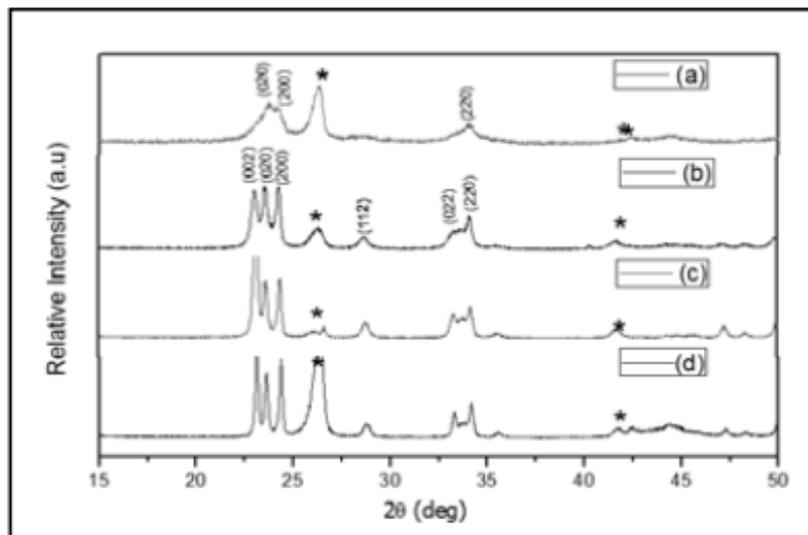


Gambar 17. Spektrofotometer UV-VIS (Laboratorium Kimia UNP)

E. Penelitian yang Relevan

1. Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Struktur Film Tipis

Perubahan temperatur kalsinasi dapat mempengaruhi bentuk morfologi dan ukuran kristal dari nanopartikel pada proses sol-gel. Hasil pengujian struktur film tipis menggunakan alat uji XRD didapatkan hasil berupa grafik untuk menganalisis tahapan perubahan struktur kristal setelah mengalami kalsinasi. Misalnya seperti yang dilakukan oleh Widyantoro dan Diah (2013) dihasilkan pola XRD dari WO_3 dengan variasi temperatur kalsinasi $300^\circ C$, $400^\circ C$, $500^\circ C$ dan $600^\circ C$ yang dapat dilihat pada Gambar 18.



Gambar 18. Pola XRD dari WO_3 setelah proses kalsinasi pada temperatur: (a) 300 °C, (b) 400 °C, (c) 500 °C, dan (d) 600 °C (Augus Widyantoro dan Diah, 2013)

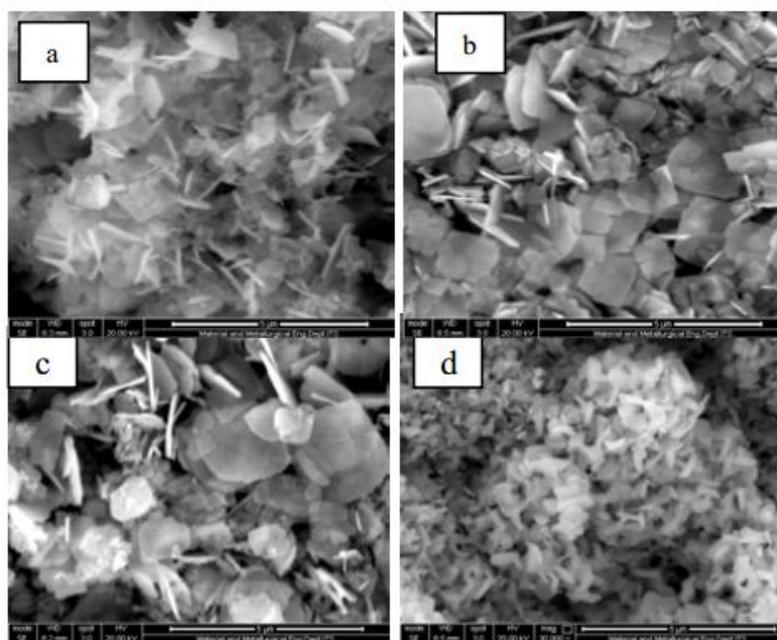
Gambar 18 (a) diatas menunjukkan pola XRD dari WO_3 pada temperatur kalsinasi 300°C dengan puncak-puncak difraksi yang sesuai dengan struktur WO_3 orthorombik. Puncak puncak yang tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 23.485^\circ$, 24.229° , dan 33.996° (kartu JCPDS no. 71-0131) yang menunjukkan bidang (020), (200) dan (220). Sedangkan gambar 18(b), 18(c) dan 18(d) menunjukkan pola XRD dari WO_3 pada temperatur kalsinasi 400 °C, 500°C dan 600°C dengan puncak-puncak difraksi yang sesuai dengan struktur WO_3 monoklinik. Puncak-puncak yang tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 23.117^\circ$, 23.583° , dan 24.367° (JCPDS card no. 83-0950) yang menunjukkan bidang (002), (020) dan (200) (Widyantoro dan Diah, 2013).

Berdasarkan hasil karakterisasi pada Gambar 18 dijelaskan bahwa temperatur kalsinasi menyebabkan terjadinya perubahan struktur kristal dari orthorombik pada temperatur 300 °C menjadi monoklinik pada temperatur 400 °C. Hal ini disebabkan karena adanya penghilangan struktur air $WO_3 \cdot H_2O$ pada

sampel dan terjadi fase dari $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ menjadi WO_3 . Data pada Gambar 18 juga dijelaskan jika semakin besar temperatur kalsinasi menyebabkan ukuran partikel juga semakin besar (Widyantoro dan Diah, 2013).

2. Pengaruh Temperatur Kalsinasi terhadap Morfologi Film Tipis

Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap morfologi film tipis di karakterisasi menggunakan alat SEM. Hubungan antara perubahan temperatur kalsinasi dengan bentuk morfologi dapat dilihat berdasarkan penelitian Widyantoro dan Diah (2013) pada Gambar 19 hasil kalsinasi dari WO_3 setelah temperatur kalsinasi 300°C , 400°C , 500°C dan 600°C .



Gambar 19. Hasil Foto SEM perbesaran 30.000x dari material WO_3 setelah temperatur kalsinasi (a) 300°C , (b) 400°C , (c) 500°C dan (d) 600°C (Widyantoro dan Diah, 2013)

Gambar 19 menunjukkan bahwa butir WO_3 pada temperatur kalsinasi 300°C berbentuk serpih tipis dan kecil. Butir WO_3 pada temperatur kalsinasi 400°C dan 500°C berbentuk pipih segi empat hingga segi tak beraturan. sedangkan pada

temperatur kalsinasi 600 °C butir WO_3 nampak terjadi penggumpalan dengan ukuran butir yang lebih kecil (Widyantoro dan Diah, 2013).

Berdasarkan Gambar 19 dijelaskan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi maka semakin besar ukuran dan kekasaran butir. Perubahan bentuk dan ukuran butir hasil kalsinasi disebabkan oleh transformasi fase, pembentukan kembali butir dan pertumbuhan kristal (J. Yu, 2008). Menurut Rahman (2017) Semakin tinggi temperatur kalsinasi menyebabkan terjadinya penggumpalan atau aglomerasi dan beberapa kekosongan lapisan akibat penguapan.

3. Pengaruh Temperatur Kalsinasi dengan Sifat Optik Film Tipis

Peningkatan temperatur kalsinasi menyebabkan ketebalan film tipis semakin berkurang sehingga menyebabkan nilai transmitansi film tipis berubah-ubah (Rahman, 2017). Dengan perubahan nilai transmitansi ini menyebabkan perubahan absorbansi dan reflektansi dari film tipis.

Berdasarkan penelitian S. S Falahatgar (2016) Spektrum transmitansi berubah dengan meningkatnya suhu pemanasan dari suatu film tipis. Hal ini bisa disebabkan karena perubahan ketebalan film dan penyebaran cahaya yang diakibatkan karena perubahan ukuran butir atau gangguan terhadap struktur kristal.

Pengaruh dari variasi kalsinasi juga dapat menyebabkan perubahan warna dari film tipis. Sehingga ketika dikarakterisasi menggunakan alat spektrofotometer UV-VIS menyatakan bahwa semakin besar suhu kalsinasi menyebabkan nilai absorbansi film tipis semakin besar sehingga transmitansinya cenderung menurun (Simamora, 2014). Perubahan terhadap nilai transmitansi, absorbansi dan reflektansi dari suatu film tipis menyebabkan adanya perubahan

pada nilai energi gap dari film tipis. Semakin besar temperatur kalsinasi dari film tipis menyebabkan nilai energi gap dari sebuah film tipis semakin kecil (S. S Falahatgar, 2016).

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Temperatur kalsinasi berpengaruh terhadap jumlah puncak difraksi yang dihasilkan dari karakterisasi XRD. Kemudian juga mempengaruhi nilai intensitas dan FWHM dari sudut-sudut difraksi yang muncul. Sehingga mempengaruhi besar ukuran kristal rata-rata yang didapatkan. Dimana ukuran kristal membesar pada suhu 300 °C dan turun kembali mengecil pada suhu 400 °C kemudian kembali membesar pada suhu 500 °C. Adapun ukuran kristal terkecil berada pada suhu kalsinasi 200 °C. Adanya perubahan puncak difraksi dari karakterisasi XRD tidak mempengaruhi fasa dan sistem kristal yang terbentuk yang terbentuk dari lapisan tipis. Dimana fasa yang terbentuk adalah hausmannite (Mn_3O_4) yang memiliki sistem kristal tetragonal dan bixbyite (Mn_2O_3) dengan sistem kristal kubik.
2. Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap morfologi film tipis hausmannite ditinjau dari ukuran butir permukaan, didapatkan pada temperatur kalsinasi 200 °C sampai 300 °C ukuran butir permukaan lapisan tipis mengecil kemudian pada temperatur 500 °C ukuran butir kembali membesar.
3. Pengaruh Temperatur Kalsinasi Pada Penumbuhan Film Tipis dengan Metode *Spin Coating* Terhadap Sifat Optik *Hausmannite*. Nilai transmitansi dan reflektansi dari lapisan tipis *hausmannite* mengecil pada temperatur

200°C sampai 400 °C kemudian membesar pada temperatur 500 °C. Dan nilai absorbansi dari lapisan tipis *hausmannite* membesar pada temperatur 200 °C sampai 400 °C kemudian mengecil pada temperatur 500 °C. Berdasarkan nilai transmitansi didapatkan besar energi gap pada suhu kalsinasi 200 °C, 300 °C, 400 °C dan 500 °C adalah 1,53 eV, 1.64 eV, 2,26 eV dan 2,28 eV.

B. Saran

Sebaiknya penumbuhan lapisan tipis *hausmannite* dilakukan dengan metode lainnya sehingga didapatkan ukuran butir permukaan yang lebih halus dan homogen. Sehingga dengan ukuran permukaan yang lebih halus dan homogen dapat digunakan untuk aplikasi lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah M dan Khairurrijal. 2010. *Karakterisasi Nanomaterials Teori Penerapan dan Pengolahan Data*. CV. Rezki Putra: Bandung.
- Abhijit A. Yadav S.N. Jadhav D.M. Chougule P.D. Patil U.J. Chavan Y.D. Kolekar. (2006). Spray deposited Hausmannite Mn_3O_4 thin films using aqueous/organic solvent mixture for supercapacitor applications. *Electrochimica Acta*. Volume 206, Hal 134-142.
- Anshori, Chusni. (2010). *Potensi dan Genesis Mangan Dikawasan Tars Gombang Selatan Berdasarkan Penelitian Geologi lapangan, Analisis Data Induksi Polarisasi dan Kimia Mineral*. Buletin Sumber Daya Geologi Vol. 5, No. 2.
- Bandyopadhyay, A., M.D. Sarkar, & A. K. Bhowmich. (2005). Poly (Vinil Alcohol)/ Silica Hibrid Nanocomposites By Sol Gel Technique; synthesis and Properties. *Journal of Materials Science*. Vol. 40: 5233-5241.
- Bilalodin. (2012). Pembuatan dan Penentuan Celah Pita Optik Film Tipis TiO_2 . Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVI HFI Jateng & DIY ISSN: 0853-0823.
- Buschow, K. H. J. and Boer F. R. (2004). *Physics of Magnetism and Magnetic Materials*. Moscow: Kluwer Academic Publisher.
- Christian, J.R.. 1988. *Fundamental of Solid State Physics*. New York : John Willey and Sons.
- Cullity. 1978. *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Pub, Co. Inc. Massachusetts.
- Dubal D.P, D.S. Dhawale , R.R. Salunkhe , S.M. Pawar , V.J. Fulari, C.D. Lokhande. (2009). A novel chemical synthesis of interlocked cubes of hausmannite Mn_3O_4 thin films for supercapacitor application. *Elsevier. Journal of Alloys and Compounds* 484 pp 218–221
- Farid Naamoune, Bouzid Messaoudi, Abdelkrim Kahoul, Nabila Cherchour, Alain Pailleret, Hisasi Takenouti. (2012). A new sol-gel synthesis of Mn_3O_4 oxide and its electrochemical behavior in alkaline medium. *Ionics*. Volume 18, hal. 365–370
- Guimin An, Ping Yu, Meijun Xiao, Zhimin Liu ,Zhenjiang Miao, Kunlun Dingdan Lanqun Mao.** Low-temperature synthesis of Mn_3O_4 nanoparticles loaded on multi-walled carbon nanotubes and their application in electrochemical capacitors. *Nanotechnology*. Volume 19 No. 27.
- Hernandez Simelys, Carminna Ottone, Sara Varetti, Marco Fontana, Diego Pugliese, Guido Saracco, Barbara Bonelli and Marco Armandi. Spin-Coated vs. Electrodeposited Mn Oxide Films as Water Oxidation Catalysts. *MDPI*. Volume 9, No 4, hal 296.

- Hsu. Y., K. Lin, L. Hing, C. Hua & C. H sieh. (2001). Properties of PVA. PSA Hibrid Materials Prepared Through The Incorporation of Poli silicic Acid (PSA) into Polivinyll Alcohol. *Journal of Polymer Research*, Vol. 8:125-132.
- Irzaman, A Maddu, H Syaputra dan A Ismangil. (2010). *Uji Konduktivitas Listrik dan Dielektrik Film Tipis Lithium Tantalate (LiTaO₃) yang didadah Niobium Pentaoksida (Nb₂O₅)Menggunakan Metode Chemical Solution Deposition*. Prosiding Seminar Nasional Fisika 2010
- Istiyono, E. 2009. *Analisis Sifat Magnetik Bahan yang Mengalami Proses Annealing and Quenching*. Yogyakarta : Universitas Negeri Yogyakarta.
- J. Yu, Li.Qi, B. Cheng, X. Zhao. (2006). Effect of Calsination Temperature on Mikrostruktire and Photocalalytic Activity of Tungsten Trioxide Hollow Microspheres. *Jurnal of hazardous Materials*. Vol 160 pp 631-628.
- Khopkar S. M. 2013. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI – Press.
- Luurtsema, G. A. (1997). Spin Coating for Rectangular Substrates (Thesis). University of California. Barkeley. Hal. 4-7.
- Muhlis, Imam Fathonil, S.J. Iswarin, Rahmat Triandi, Masruroh. (2013).Studi Penumbuhan Lapisan Tipis PZT dengan Metode *Spin Coating*. Vol. 1, No. 1.
- Mujamilah, Ridwan, Muslich, R.M., Purwanto, S., Febri, M.M.I., Yohannes, A.M, Santoso, E., dan Mugirahardjo, B. (2014). Vibrating Sample Magnetometer (VSM) Tipe Oxford VSM 1.2H. *Prosiding Seminar Nasional Bahan Magnet I*. Serpong: Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) -BAT AN.
- Ningsih, Sherly Kasuma Warda.(2013). Pengaruh Aditif Pada Sintesis Nanopartikel Mn₂O₃ Melalui Proses Sol-Gel. Volume 07, No. 01.
- Parno. 2006. *Fisika Zat Padat*. Malang : Universitas Negeri Malang.
- Paveena, A. Z. Tachan, M. Bautbara. (2010). The Effect of Substrate Temperature on Structural and Physical Properties of Ultrasonically Sprayed Sds Film. *Materials Chemistry and Physics*. 94.
- Prasetyo, B. H dan Suriadikarta, D. A. (2006). Karakteristik, Potensi dan Teknologi Pengelolaan Tanah Ultisol untuk Pengembangan Pertanian Lahan Kering di Indonesia. Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Sumber Daya Lahan Pertanian , Balai Penelitian Tanah.
- Prasetyo. F, Ratnawulan, Ramli dan Ahmad F. (2017). Pengaruh Waktu Milling terhadap Struktur Kristal Nanopartikel *hausmannite* (Mn₃O₄) dalam Mineral Mangan dari Nagari Kiawai Kabupaten Pasaman Barat.
- Putri, A. M., Christin, R. R, Julio, Kirana, Y.P., Prabowo, P. 2014. *Profil Peralatan Pusat Penelitian Fisika LIPI*. Serpong: Pusat Penelitian Fisika LIPI.

- Putri P. J, Ratnawulan dan Gusnedi.(2015). Analisis Struktur Bijih Mangan Hasil Proses Sinter yang Terdapat di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat. *Pillar of Physics*. Vol. 5 April 2015, 105-112.
- Q. Feng, H. Kanoh, and K. Ooi , J. Mater.Chem. (1999), ‘Manganese OxidePorousCrystals’, pp. 319-333.Jepang:Universitas Kochi
- Rahman, Tari Rafika dan Asnawi. 2017. Pengaruh Temperatur Annealing terhadap Sifat Optik Lapisan Tipis TIN DIOXIDE (SnO₂). *IFI*. Volume 03 halaman 118-122.
- Sclater, N. 1999. *Electronic Technology Handbook*. New York : Mc Graw Hill.
- Schroder, K. D. 2006. *Semiconductor Material and Device Characterization*. Canada: Jhon Wiley & Sons, inc.
- S. Elmas, dkk. 2011. Influence of Annealing Temperature on the Electrical and Optical Properties of Cds Thin Films. Kanakkale Turkey Physic Department University of Canakkale Onsekiz Mart Terzioqlu Campus, 17020.
- Simamora, Pintor dan Sinta Marito. 2014. Preparasi dan Karakterisasi Sifat Optik Nanopartikel Cu₂O dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Einstein*. Vol, 2 NO. 1.
- Siyambalapatiya, Chamila S., Growth and Physical Properties of Magnetite Thin Films (Graduate School These and Dissertations. Paper 2705.2006).
- Smallman R.E., R. J. Bishop. 2007. *Metalurgi Fisik Modern dengan Rekayasa Material*. Jakarta : Erlangga.
- S.S Falahatgar and F.E Ghetsi. 2016. Annealing Temperature Effect on The Optical Properties of MnO₂; Cu Nanostructure Thin Film. *Int. J. Nanotechnol*. Vol 12 NO 1 pp 7-18.
- Subekti. 2010. *Pengukuran Anisotropi Suseptibilitas Magnetik*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- Taufiq Ahmad, Triwikantoro, Suminar Pratapa, dan Darminto.(2008).Sintesis Partikel Nano Fe₃-MnxO₄ BerbasisPasir Besi dan Karakterisasi Struktur sertaKemagnetannya.*Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*.ISSN 1979-0880Vol. 1 No.2.
- Tipler, P.A. 2001. *Fisika Untuk Sains dan Tehnik Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Ullah Atique A.K.M., Fazle Kibria, M. Akter, M.N.I. Khan, M.A. Maksud, Rumana A. Jahan, Shakhawat H. Firoz. (2017). Synthesis of Mn₃O₄ nanoparticles via afacile gelformation route and study of their phase andstructural transformation with distinct surfacemorphology upon heat treatment. *Journal of Saudi Chemical Society* 21, 830–836.
- Van Vlack. 2004. *Elemen-Elemen Ilmu dan Rekayasa Material*. Jakarta: Erlangga.

- Vipin C. Bose, V. Biju. (2015). Optical, Electrical and Magnetic Properties of nanostructured Synthesized through a facile Chemical Route. *Elsevier. Physica E* No. 66 hal.24-32.
- Widyantoro dan Diah Susanti. (2013). Pengaruh Variasi Temperatur kalsinasi Terhadap Sifat Kapasitif Kapasitor Elektrokimia Tungsten Trioksida (W_3O_3) Hasil Sintesa Sol-Gel. *Jurnal Teknik Pomits*. Vol. 2, No. 1 ISSN: 2337-3539.