

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MnO_2 DENGAN
PENDOPINGAN Fe^{3+} SEBAGAI ELEKTRODA PENYIMPAN
ENERGI**

SKRIPSI

Oleh:

WAHYU RENI AGUSTIN

NIM. 15640016



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

HALAMAN PENGANTAR

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MnO_2 DENGAN
PENDOPINGAN Fe^{3+} SEBAGAI ELEKTRODA PENYIMPAN
ENERGI**

SKRIPSI

**Diajukan kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**Oleh:
WAHYU RENI AGUSTIN
NIM. 15640016**

**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

HALAMAN PERSETUJUAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MnO_2 DENGAN
PENDOPINGAN Fe^{3+} SEBAGAI ELEKTRODA PENYIMPAN
ENERGI

SKRIPSI

Oleh:
Wahyu Reni Agustin
NIM. 15640016

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Pada tanggal, 28 Oktober 2019

Pembimbing I

Erna Hastuti, M.Si.
NIP. 19811119 200801 2 009

Pembimbing II

Utiya Hikmah, M.Si.
NIP. 19880605 20180201 2 242

Mengetahui
Ketua Jurusan Fisika



Drs. Abdul Basid, M.Si.
NIP. 19650504 199003 1 003

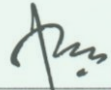

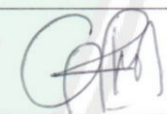
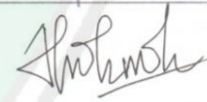
HALAMAN PENGESAHAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MnO_2 DENGAN PENDOPINGAN Fe^{3+} SEBAGAI ELEKTRODA PENYIMPAN ENERGI

SKRIPSI

Oleh:
Wahyu Reni Agustin
NIM. 15640016

Telah Dipertahankan Di Depan Dewan Penguji
Dan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Pada Tanggal, 06 November 2019

Penguji Utama :	<u>Farid Samsu Hananto, M.T.</u> NIP. 19740513 200312 1 001	
Ketua Penguji :	<u>Irjan, M.Si.</u> NIP. 19691231 200604 1 003	
Sekretaris Penguji :	<u>Erna Hastuti, M.Si</u> NIP. 19811119 200801 2 009	
Anggota Penguji :	<u>Utuya Hikmah, M.Si.</u> NIP. 19880605 20180201 2 242	

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Fisika



Dr. Abdul Basid, M.Si.
NIP. 19650504 199003 1 003

HALAMAN PERNYATAAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Wahyu Reni Agustin

NIM : 15640016

Jurusan : Fisika

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi MnO_2 dengan Pendopongan Fe^{3+} sebagai Elektroda Penyimpan Energi

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka. Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan maka saya bersedia untuk menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 31 Oktober 2019
Yang Membuat Pernyataan



Wahyu Reni Agustin
NIM. 15640016

MOTTO

Try not to become a person of success, but rather try to become a person of value.

“Cobalah untuk tidak menjadi orang sukses, tapi lebih baik menjadi orang yang bernilai”.

“Belajar dari kemarin, hidup untuk hari ini, berharap untuk hari esok. Dan yang terpenting adalah jangan sampai berhenti bertanya”.



HALAMAN PERSEMBAHAN

Sembah sujud serta syukur kepada Allah SWT. Taburan cinta dan kasih sayang-Mu telah memberikanku kekuatan, membekaliku dengan ilmu serta memperkenalkanku dengan cinta. Atas karunia serta kemudahan yang Engkau berikan akhirnya skripsi yang sederhana ini dapat terselesaikan. Shalawat dan salam selalu terlimpahkan kehadiran Rasulullah Muhammad SAW.

Kupersembahkan karya ini untuk orang yang sangat kukasih dan kusayangi

AYAHANDA DAN IBUNDA TERCINTA

Sebagai tanda bakti, hormat dan rasa terimakasih yang tiada terhingga kupersembahkan karya kecil ini kepada Ibu (Suliaty) dan Ayah (Solikin) yang telah memberikan kasih sayang, secara dukungan ridho, dan cinta kasih yang tiada terhingga yang tiada mungkin dapat kubalas hanya dengan selembar kertas yang bertuliskan katapersembahan. Semoga ini menjadi langkah awal untuk membuat Ibu dan Ayah bahagia, karena selama ini ku sadar belum bisa berbuat lebih. Untuk Ibu dan Ayah yang selalu membuatku termotivasi dan selalu menyirami kasih sayang, selalu mendoakanku, selalu menasihatkuku serta selalu meridhoikuku melakukan hal yang lebih baik. Terima kasih Ibu.....Terima kasih Ayah.

Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Ibu Erna Hastuti, M.Si dan Ibu Utia Hikmah, M.Si selaku dosen pembimbing skripsi saya, terima kasih banyak Ibu sudah membantu selama ini, sudah dinasihati, sudah diajari, dan mengarahkan saya sampai skripsi ini selesai. Tanpa beliau karya ini tidak pernah tercipta.

Kakak dan Orang-orang terdekatku

Sebagai tanda terimakasih, aku persembahkan karya kecil ini untuk kakak dan orang terdekat (Devi Damayanti dan Abdul Hamid). Terima kasih telah memberikan semangat dan inspirasi dalam menyelesaikan Tugas Akhir ini. Semoga doa dan semua hal yang terbaik yang engkau berikan menjadikan ku orang yang baik pula.

Teman-teman

Buat teman-temanku (Rindu, Feny, Lilis, dan Silvia desta) serta teman-teman Fisika angkatan 2015 yang selalu memberikan motivasi, nasihat, dukungan moral serta material yang selalu membuatku semangat untuk menyelesaikan skripsi ini. Terima kasih kawan-kawanku, kalian telah memberikan banyak hal tak terlupakan kepadaku.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb

Alhamdulillahirobbil'alamiin, puja dan puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT. Yang telah melimpahkan rahmat, hidayah serta kasih sayang-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi MnO₂ dengan Pendopongan Fe³⁺ sebagai Elektroda Penyimpan Energi”** sebagai salah satu syarat memenuhi tugas mata kuliah di Jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Tidak lupa pula untaian sholawat dan salam penulis panjatkan kepada Rasulullah Muhammad SAW yang telah diutus kebumi sebagai lentera bagi hati manusia, Nabi yang telah menuntun manusia dari jaman yang biadab menuju jaman yang beradab, yang penuh dengan ilmu pengetahuan luar biasa saat ini. Oleh karena itu, pada kesempatan ini tidak lupa juga penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini. Ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya penulis ucapkan kepada:

1. Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang selalu memberikan pengetahuan dan pengalaman yang berharga.
2. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Drs. Abdul Basid, M.Si selaku ketua jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Erna Hastuti, M.Si selaku dosen pembimbing skripsi yang memberikan banyak kesabaran, tenaga, waktu dan ilmu dalam membimbing penulis agar skripsi ini tersusun dengan baik dan benar.
5. Utiya Hikmah, M.Si selaku dosen pembimbing agama, yang bersedia meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan dan pengarahan di bidang integrasi Sains dan Al-Qur'an serta Hadits.
6. Segenap Dosen, Laboran, dan Admin jurusan Fisika Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang senantiasa memberikan ilmu pengetahuan dan pengarahan.

7. Kedua orangtua, dan keluarga yang selalu mendoakan serta memberi dukungan yang berharga.
8. Teman-teman fisika angkatan 2015 yang selalu memberikan dukungan serta motivasi.
9. Semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung memberikan motivasi dalam penulisan skripsi ini. Dalam penyusunan skripsi ini, penulis sangat menyadari masih ada banyak kekurangan dan kekeliruan dikarenakan keterbatasan kemampuan.

Semoga skripsi ini dapat dipertimbangkan untuk menjadi penelitian penulis dalam memenuhi tugas akhir. Amin Ya Rabbal Alamin.

Wassalamu'alaikum Wr.Wb

Malang, 30 Oktober 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGAJUAN	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN TULISAN	v
MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Kapasitor	7
2.1.1 Jenis-jenis Kapasitor	7
2.1.2 Superkapasitor	9
2.1.3 Material Elektroda Superkapasitor	10
2.2 Kelebihan Superkapasitor sebagai Penyimpan Energi	12
2.3 MnO_2 (<i>Mangan Dioksida</i>)	13
2.3.1 Jenis-jenis MnO_2	15
2.3.1.1 α - MnO_2 (<i>Hollandite</i>)	16
2.3.1.2 β - MnO_2 (<i>Pyrolusite</i>)	17
2.3.1.3 δ - MnO_2 (<i>Birnessite</i>)	17
2.3.1.4 γ - MnO_2 (<i>Nsutite</i>)	17
2.4 Doping	17
2.5 Metode Sol-Gel	20
2.1.1 Proses Sol-Gel	20
2.6 Karakterisasi	21
2.1.1 XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	21
2.1.2 SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	24
2.7 Analisis Sifat Listrik	25
2.7.1 Analisis Permittivitas	26
BAB III METODE PENELITIAN	30
3.1 Jenis Penelitian	30
3.2 Waktu dan Tempat Penelitian	30
3.3 Alat dan Bahan Penelitian	30
3.3.1 Alat Penelitian	30
3.3.2 Bahan Penelitian	31

3.4	Prosedur Penelitian	31
3.4.1	Sintesis MnO ₂	32
3.4.1	Sintesis MnO ₂ doping Fe ³⁺	32
3.4.1	Sintesis Lembaran Katoda MnO ₂	33
3.4.1	Karakterisasi Material	33
3.5	Teknik Pengumpulan Data	34
3.5.1	Karakterisasi Struktur.....	34
3.5.1	Karakterisasi Mikrostruktur.....	35
3.5.1	Karakterisasi Sifat Listrik	35
3.6	Diagram Alir Penelitian	37
3.6.1	Diagram Alir Lembaran Katoda MnO ₂	38
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		39
4.1	Hasil Penelitian	39
4.1.1	Hasil Pengujian XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>).....	40
4.1.2	Hasil Pengujian SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	44
4.1.3	Hasil Pengujian Sifat Listrik.....	46
4.2	Pembahasan	51
BAB V PENUTUP		58
5.1	Kesimpulan.....	58
5.2	Saran.....	59
DAFTAR PUSTAKA		
LAMPIRAN		

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Dielektrikum Kapasitor.....	7
Gambar 2.2 Plot ragon untuk berbagai alat penyimpan dan pengkonversi energi.....	9
Gambar 2.3 Konstruksi Superkapasitor	9
Gambar 2.4 Struktur kristal dari (a) Mn_2O (b) Mn_3O (c) Mn_4O	14
Gambar 2.5 Jenis-jenis MnO_2 dengan Struktur (a) <i>Hollandite</i> (α - MnO_2), (b) <i>Pyrolusite</i> (β - MnO_2), (c) <i>Birnessite</i> (δ - MnO_2), (d) <i>nsutite</i> (γ - MnO_2).....	16
Gambar 2.6 Serbuk $FeCl_3 \cdot 6H_2O$	18
Gambar 2.7 Skema Umum Proses Pembuatan Sol-Gel.....	21
Gambar 2.8 Ilustrasi Difraksi Sinar-X pada XRD.....	22
Gambar 2.9 Skematik Teknik <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	23
Gambar 2.10 Skematik Teknik SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>).....	25
Gambar 2.11 Mekanisme polarisasi elektronik	26
Gambar 2.12 Mekanisme polarisasi ionik.....	27
Gambar 2.13 Mekanisme polarisasi dipolar.....	27
Gambar 2.14 Mekanisme polarisasi <i>space charge</i>	28
Gambar 2.15 Grafik hubungan frekuensi dengan permitivitas real dan imaginer	28
Gambar 2.16 Mekanisme polarisasi bahan dielektrik.....	28
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian	37
Gambar 3.2 Diagram Alir Lembaran Katoda MnO_2	38
Gambar 4.1 Hasil sol-gel serbuk MnO_2	39
Gambar 4.2 Difraktogram sampel MnO_2 dengan variasi doping Fe^{3+}	40
Gambar 4.3 Grafik pengaruh variasi doping pada nilai ukuran kristal.....	42
Gambar 4.4 Grafik perubahan parameter kisi hasil penghalusan Rietveld...	44
Gambar 4.5 Struktur mikro MnO_2 -Fe dengan pengamatan SEM pada perbesaran (a) sampel MnO_2 1.000x, (b) sampel MnO_2 :0,10 Fe 1000x, (c) sampel MnO_2 20.000x, (d) sampel 0,90 MnO_2 :0,10 Fe 20.000x.....	45
Gambar 4.6 Grafik pengaruh frekuensi terhadap nilai konduktivitas.....	47
Gambar 4.7 Grafik pengaruh frekuensi terhadap areal kapasitansi	48
Gambar 4.8 (a) Grafik Pengaruh Frekuensi terhadap Permitivitas Riil pada sampel MnO_2 , 0,95 MnO_2 :0,05 Fe; 0,90 MnO_2 :0,10 Fe; 0,85 MnO_2 :0,15 Fe. (b) Grafik Pengaruh Frekuensi terhadap Permitivitas Imaginer sampel MnO_2 , 0,95 MnO_2 :0,05 Fe; 0,90 MnO_2 :0,10 Fe; 0,85 MnO_2 :0,15 Fe	50

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Structural properties of different oxides of Mn.....	14
Tabel 2.2	Sifat-sifat fisik dan kimia Mangan Dioksida (MnO_2).....	15
Tabel 2.3	Sifat-Sifat Fisik dan Kimia serbuk $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	18
Tabel 3.1	ContohTabel Data HasilPengujianSifatListrik.....	36
Tabel 4.1	Ukuran Kristal dengan variasi doping Fe^{3+}	41
Tabel 4.2	Data parameter kisi dan nilai reliabilitas hasil penghalusan rietveld	43
Tabel 4.3	Nilai konduktivitas dan kapasitansi sampel pada frekuensi 100 KHz.....	47



DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1 Gambar Penelitian
- Lampiran 2 Perhitungan Massa Sampel MnO_2 , Dopan dan Pembuatan Slurry
- Lampiran 3 Data Hasil XRD dan Perhitungan Ukuran Kristal.
- Lampiran 4 Data Hasil RCL-Meter.
- Lampiran 5 Data Output Penghalusan Rietveld
- Lampiran 6 Bukti Konsultasi Skripsi



ABSTRAK

Agustin, Wahyu Reni. 2019. **Sintesis dan Karakterisasi MnO₂ dengan Pendopingan Fe³⁺ sebagai Elektroda Penyimpan Energi**. Skripsi. Jurusan Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing: (I) Erna Hastuti, M.Si (II) Utiya Hikmah, M.Si.

Kata Kunci: MnO₂, doping, Penyimpan Energi, Konduktivitas, Kapasitansi

Mangan dioksida (MnO₂) adalah salah satu metal oksida yang memiliki potensi sebagai bahan penyimpanan energi. Untuk meningkatkan sifat listrik, MnO₂ didoping dengan Fe³⁺. Dalam penelitian ini, metode sol-gel digunakan untuk mensintesis MnO₂ dengan tambahan 5, 10, dan 15 mol % dopan. Spektra XRD menunjukkan semua puncak adalah alfa-MnO₂ dan tidak terdapat fasa pengotor. Namun, penambahan Fe³⁺ menyebabkan terbentuknya fasa amorf. Hasil SEM menunjukkan struktur morfologi dengan ukuran butir rata-rata yang sama, dengan kisaran 20-50 nm. Penambahan doping Fe³⁺ dapat meningkatkan konduktivitas, permitivitas, dan kapasitansi material. Hal ini disebabkan oleh perbedaan jari-jari atom dan jumlah elektron valensi antara MnO₂ dan dopan, yang mempengaruhi difusi ion. Konduktivitas dan kapasitansi tertinggi pada MnO₂ doping Fe³⁺ 10 mol % masing-masing $5,27 \times 10^{-8}$ S/cm dan $5,36 \times 10^{-14}$ F/cm.

ABSTRACT

Agustin, Wahyu Reni. 2019. **Synthesis and Characterization of MnO₂ with Fe³⁺ Doping it as an energy storage electrode** . Thesis. Physics Department, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University, Malang. Advisor: (I) Erna Hastuti, M.Si (II) Utiya Hikmah, M.Si.

Keywords: Manganese dioxide, doping, energy storage, conductivity, capacitance

Mangan dioxide (MnO₂) is a metal oxide that has potential as an energy storage material. To improve the electrical properties, MnO₂ is doped with Fe³⁺ and Cu²⁺. In this study, the sol-gel method was used to synthesize MnO₂ with an addition 0.05, 0.1, and 0.15 mole of dopant. The XRD spectra showed all peaks are the alpha-MnO₂ phase and there is no impurity phase. However, the addition of Fe³⁺ causes peak intensity decrease, thereby causing an amorphous phase. SEM results show the morphological structure with the same average grain size, with a range of 34-59 nm. Doping Fe³⁺ can increase the conductivity, permittivity, and capacitance of materials. This is due to differences in atomic radii and the number of valence electrons between MnO₂ and dopants, which affect ion diffusion. The conductivity and capacitance of MnO₂ is doped with Fe³⁺, 0.1 mole of dopant each $5,27 \times 10^{-8}$ S/cm and $5,36 \times 10^{-14}$ F/cm.

الملخص

أغوستين، واحيو ريني. ٢٠١٩. التركيب والوصف (MnO_2) بتخدير (Fe^{3+}) حسبما أقطاب تخزين الطاقة. البحث العلمي. قسم الفيزياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف: (١) إيما حاستوتي الماجستير (٢) أعطي حكمة الماجستير.

لكلمات المفتاحيات: (MnO_2)، تخدير، تخزين الطاقة، الموصلية، مواسعة.

الثاني الأكسيد المنغنيز (MnO_2) هو واحد من الأكسيد المعادن الذي يملك الإحتمال مادة تخزين الطاقة. لإرتفاع خواص الكهربائية. يخدر (MnO_2) مع (Fe^{3+}). في هذا البحث، تستخدم الطريقة (sol-gel) لتركيب (MnO_2) بزيادة ٥.١٠، و ١٥ (mol % dopan). يدلّ الأطياف (XRD) أنّ لا يكون المرحلة القدرة التي تكتشف في ذروة الحيود في (fasa alfa-MnO_2). بل، زيادة (Fe^{3+}) تسبب ان تنقص الكثافة الذروة، حتى تسبب مرحلة غير متبور. يدل حاصل (SEM) أنّ البنية المورفولوجية بحجم الحبوب المتوسط متساويا، حول ٢٠-٥٠ (nm). زيادة تخدير (Fe^{3+}) تستطيع ان ترتفع الموصلية، السماحية، والمواسعة المادة. يسبب هذا الحال الفرق نصف القطر الذري والعدد الإلكترون التكافؤ بين (MnO_2) و (dopan) الذي يؤثر الهجرة ايون. الموصلية والمواسعة في (MnO_2) تخدير (Fe^{3+} 10 mol %) كلها ($5,36 \times 10^{-14}$ F/cm و $5,27 \times 10^{-8}$ S/cm).

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kemajuan teknologi menyebabkan penggunaan elektronik semakin meningkat, sehingga diperlukan penyimpan energi listrik yang efisien, *life time* yang lama, dan rapat energi yang tinggi. Salah satunya adalah penyimpanan energi elektrokimia. Perangkat penyimpan energi yang dikembangkan saat ini adalah kapasitor, baterai, superkapasitor dan fuel cell (Conway, 1999).

Kapasitor adalah perangkat penyimpan energi yang memiliki siklus hidup lebih dari 10.000 siklus dan rapat daya yang besar namun rapat energi yang kecil dibandingkan dengan baterai, mulai dari $1,0 \times 10^2$ sampai $2,7 \times 10^{10}$ Kw/kg (Emmenegger, 2003). Baterai mempunyai siklus hidup yang pendek dan rapat daya yang rendah (yaitu $<0,1$ Kw/kg). Rapat energi yang tinggi dalam baterai memungkinkan untuk penyimpanan energi selama periode waktu lebih lama, tetapi dalam pemakaiannya akan cepat habis. Media penyimpanan energi listrik yang memiliki rapat energi dan rapat daya yang besar dalam jangka waktu yang lama, storage tersebut adalah superkapasitor (Chen, 2013).

Superkapasitor merupakan perangkat penyimpan energi yang memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan baterai dan kapasitor konvensional, yaitu memiliki akses yang cepat untuk menyimpan energi, nilai kapasitansinya lebih dari 5 F/cm^2 , memiliki efisiensi yang tinggi sebesar 95% dan waktu pengisian yang pendek. Superkapasitor terdiri dari tiga komponen penting yaitu elektroda, elektrolit dan pemisah (Arepalli, et al., 2005).

Elektroda menjadi suatu komponen yang penting dalam menentukan energi yang tersimpan pada superkapasitor. Bahan elektroda yang digunakan untuk aplikasi kapasitor elektrokimia diklasifikasikan menjadi tiga kategori, yaitu bahan karbon dengan permukaan spesifik yang luas yaitu karbon aktif, karbon nanotube dan graphene, polimer konduktif yaitu polipirol, polianilin, dan polythiophene dan oksida logam transisi seperti RuO_2 , MoO_2 , NiO , Co_3O_4 , IrO_2 , SnO_2 , dan MnO_2 . (Wang, 2012).

Logam oksida seperti titanium oksida (TiO_2), mangan oksida (MnO_2), ruthenium oksida (RuO_2), dan nikel oksida (NiO) digunakan sebagai bahan elektroda untuk aplikasi kapasitor. RuO_2 memiliki kapasitansi spesifik yang tinggi, namun harganya lebih mahal dari berbagai jenis logam oksida lainnya. NiO dan Ni(OH)_2 tidak dapat digunakan pada tegangan diatas 0,6 V. Mangan oksida logam adalah elektroda yang digunakan untuk superkapasitor karena mudah didapat, biaya rendah, toksitas rendah dan mempunyai rentang tegangan yang lebar (Xu, 2010).

Mangan dioksida atau MnO_2 memiliki berbagai polimorfi struktur kristal seperti α - MnO_2 (*Hollandite*), β - MnO_2 (*Pyrolusite*), δ - MnO_2 (*Birnessite*) dan γ - MnO_2 (*Nsutite*) dengan struktur tunnel (1 x 1), (2 x 2), layer, dan (1 x 2) secara berturut-turut (Hashemzadeh, 2009). Ching (1997) telah berhasil mensintesis mangan oksida jenis cryptomelane yang termasuk struktur alfa dengan menggunakan metode sol-gel menggunakan prekursor KMnO_4 dan asam fumarat. Konsentrasi KMnO_4 yang tinggi akan menghasilkan mangan oksida dengan struktur berlapis, sedangkan konsentrasi KMnO_4 rendah akan menghasilkan

mangan oksida dengan struktur berongga (Hashem, 2011). Kapasitansi spesifik MnO_2 secara teori kurang lebih 1370 F/g. Namun memiliki konduktivitas listrik yang rendah. Metode doping dapat meningkatkan konduktivitas MnO_2 dan meningkatkan rapat energi elektroda MnO_2 . Selain itu berbagai logam seperti, Ni, Co, Zn, Fe, dan Cu yang didoping ke dalam MnO_2 dapat menunjukkan peningkatan nilai kapasitansi (Poonguzahali, 2015).

Beberapa metode telah digunakan untuk mensintesis MnO_2 dengan morfologi dan struktur yang terkontrol termasuk metode hidrotermal (Huang, 2010), sol-gel, metode presipitasi, dan metode dekomposisi elektrokimia. Poonguzahali (2015) mensintesis MnO_2 dengan doping Fe menggunakan metode presipitasi kimia menghasilkan nilai kapasitansi sebesar 912 F/g. Liu (2014) mensintesis MnO_2 doping Fe metode sol-gel didapat nilai kapasitansi sebesar 210 F/g. Gao (2018) dengan mensintesis MnO_2 doping Fe metode hidrotermal didapat nilai kapasitansi sebesar 627,3 F/g. Poonguzahali (2015) memperoleh nilai kapasitansi sebesar 583 F/g dengan mensintesis MnO_2 doping Cu menggunakan metode presipitasi kimia. Pang (2009) mensintesis MnO_2 dengan doping Sn diperoleh nilai kapasitansi sebesar 293 F/g menggunakan metode ko-presipitasi kimia. Hashem (2011) menggunakan metode *wet-chemical* dalam mensintesis MnO_2 dengan doping Al, Cu, Mg menunjukkan bahwa material MnO_2 yang didoping hasil elektrokimia lebih baik kapasitasnya daripada MnO_2 yang murni.

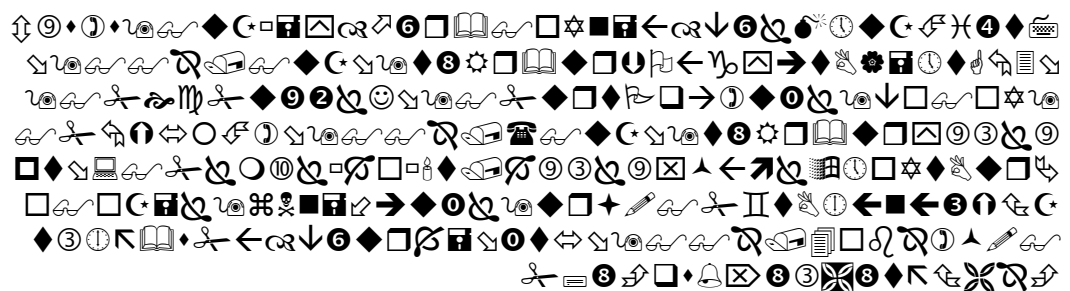
Mangan dioksida (MnO_2) dapat disintesis secara langsung melalui reduksi KMnO_4 . Sintesis MnO_2 dengan ukuran nano dapat meningkatkan kapasitas

penyimpanan dan konduktifitas material tersebut. Dengan memperkecil ukuran partikel MnO₂ luas permukaan akan meningkat sehingga kapasitas penyimpanan juga akan semakin tinggi. Pada prinsipnya, pembentukan partikel MnO₂ adalah dengan cara mereduksi larutan KMnO₄ menjadi MnO₂. Proses reduksi larutan ini dapat dilakukan secara kimiawi maupun elektrolitik (Viscarina, 2014).

Metode sol-gel merupakan salah satu metode yang digunakan untuk mensintesis material oksida logam berukuran nano. Metode basah atau *wet method* pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya (Paveena, 2010).

Doping merupakan proses sintesis yang dilakukan dengan mencampurkan secara langsung prekursor yang digunakan dengan perbandingan komposisi tertentu yang bertujuan untuk mengubah atau memperbaiki sifat elektroniknya. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Liu (2014) mensintesis MnO₂ doping Fe metode sol-gel didapat nilai kapasitansi sebesar 210 F/g. Pada penelitian ini dibuat MnO₂ dengan doping Fe³⁺ untuk meningkatkan nilai kapasitansi menggunakan metode sol gel.

Besi merupakan logam mineral yang dapat menjadi penghantar panas yang baik karena logam memiliki susunan atom yang beraturan, sehingga elektronnya dapat bergerak bebas. Al-Qur'an QS. Al-Hadid (57):25 sebagaimana dijelaskan di dalamnya tentang besi.



“Sesungguhnya Kami telah mengutus Rasul-rasul Kami dengan membawa bukti-bukti yang nyata dan telah Kami turunkan bersama mereka Al Kitab dan neraca (keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan. Dan Kami ciptakan besi yang padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)Nya dan rasul-rasul-Nya padahal Allah tidak melihatnya. Sesungguhnya Allah Maha Kuat lagi Maha Perkasa (QS. Al-Hadid ayat 25)”(Al-Qur’an Al Karim, 2015).

Tafsir Al-Misbah (Shihab, 2003), dikemukakan antara lain ayat ini menjelaskan bahwa besi mempunyai kekuatan yang dapat membahayakan dan dapat pula menguntungkan manusia. Bukti paling kuat tentang hal ini adalah bahwa lempengan besi, dengan berbagai macamnya, secara bertingkat-tingkat mempunyai keistimewaan dalam menahan panas, tarikan, kekaratan, dan kerusakan, disamping juga lentur sehingga dapat menampung daya magnet. Besi adalah logam paling cocok untuk bahan senjata dan peralatan perang, bahkan merupakan bahan baku berbagai macam industri berat dan ringan yang dapat menunjang kemajuan peradaban. Oleh karena itu dalam penelitian ini diharapkan dengan adanya penambahan doping besi pada sintesis MnO_2 sebagai elektroda penyimpan energi dapat meningkatkan nilai kapasitansi.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh pendopongan Fe^{3+} terhadap sifat fisis MnO_2 ?
2. Bagaimana pengaruh pendopongan Fe^{3+} terhadap sifat listrik MnO_2 ?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk menganalisis pengaruh pendopongan Fe^{3+} terhadap sifat fisis MnO_2 .
2. Untuk menganalisis pengaruh pendopongan Fe^{3+} terhadap sifat listrik MnO_2 .

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bahan yang digunakan yaitu KMnO_4 , fumaric acid , dan FeCl_3 .
2. Metode sintesis pendopongan Fe^{3+} dengan variasi 5, 10, 15% pada MnO_2 yang digunakan yaitu metode *sol-gel*.
3. Karakterisasi yang dilakukan yaitu uji sifat fisis meliputi, uji morfologi pada permukaan sampel pendopongan Fe^{3+} dengan variasi 5, 10, 15% pada MnO_2 menggunakan *Scanning Electron Microscop*, uji fase kristal dan ukuran nanopartikel menggunakan Difraktometer Sinar-X (*X-Ray Diffraction*), dan uji sifat listrik meliputi, uji konduktivitas, kapasitansi, dan permitivitas dari sampel pendopongan Fe^{3+} dengan variasi 5, 10, 15% pada MnO_2 .

1.5 Manfaat Penelitian

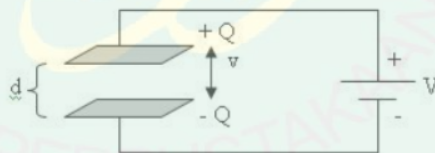
Manfaat khusus dari penelitian ini adalah untuk mengetahui sifat fisis dan sifat listrik yang baik dari pendopongan Fe^{3+} dengan variasi 5, 10, 15% pada MnO_2 sebagai elektroda penyimpan energi yang bisa diaplikasikan pada kapasitor. Manfaat secara umum dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi, pengetahuan, serta pengalaman bagi penulis maupun pembaca tentang sintesis dan karakterisasi pendopongan Fe^{3+} dengan variasi 5, 10, 15% pada MnO_2 .

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kapasitor

Kapasitor adalah komponen elektrokimia yang digunakan dalam menyimpan medan listrik. Sehingga kapasitor dapat diartikan sebagai alat atau sebagai tempat penampungan (reservoir) dimana muatan listrik dapat disimpan dan diambil kembali. Kapasitor ini termasuk komponen pasif karena tidak menghasilkan arus dan tegangan listrik (Tooley, 2003).

Kapasitor terdiri dari dua plat metal yang dipisahkan oleh bahan dielektrik. Material dielektrik adalah isolator yang bersifat menambah kapasitansi. Bahan-bahan dielektrik yang umum digunakan ialah keramik. Jika ujung-ujung plat metal diberikan tegangan listrik maka muatan positif akan berkumpul pada salah satu kaki (elektroda) metal dan pada saat yang sama muatan negatif berkumpul pada ujung kaki lainnya.



Gambar 2.1 Dielektrikum Kapasitor (Tooley, 2003)

2.1.1 Jenis-jenis Kapasitor

Kapasitor berdasarkan bahan dielektriknya terbagi menjadi 3 yaitu (Fitriana, 2014):

a). Kapasitor Elektrosatik

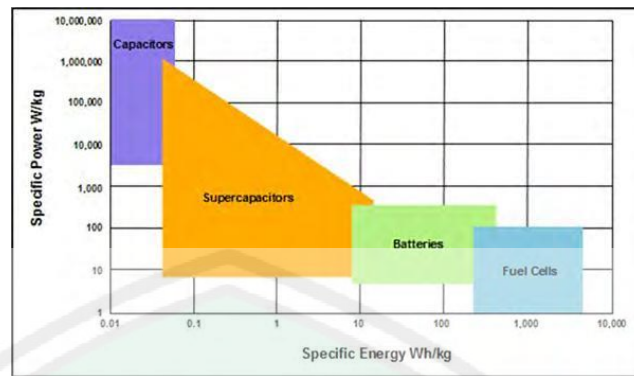
Kapasitor elektrostatik merupakan kelompok kapasitor yang dibuat dengan bahan dielektrik dari keramik, film dan mika. Keramik dan mika tersedia dari besaran pF sampai beberapa μF , yang biasanya untuk aplikasi rangkaian yang berhubungan dengan frekuensi tinggi. Yang termasuk kelompok bahan dielektrik film adalah bahan-bahan material seperti polyester (polyethylene terephthalate atau dikenal dengan sebuah mylar), polystyrene, polypropylene, polycarbonate, metalized paper dan lainnya. Umumnya kapasitor jenis ini adalah kapasitor non-polar.

b). Kapasitor Elektrolit

Kapasitor elektrolit terdiri dari kapasitor-kapasitor yang bahan dielektriknya adalah lapisan metal oksida. Umumnya kapasitor yang termasuk kelompok ini adalah kapasitor polar dengan tanda (+) dan (-). Kapasitor jenis ini memiliki polaritas karena proses pembuatannya menggunakan elektrolisa sehingga terbentuk kutub positif anoda dan kutub negatif katoda.

c). Kapasitor Elektrokimia

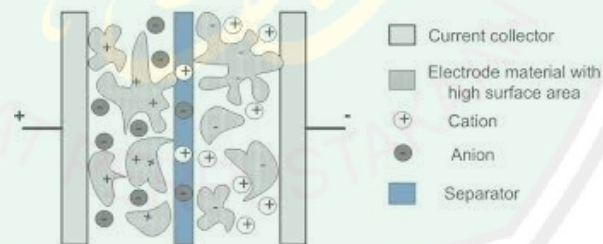
Salah satu jenis kapasitor lain adalah kapasitor elektrokimia. Yang termasuk kapasitor jenis ini adalah baterai dan accu. Pada kenyataannya baterai dan accu adalah kapasitor yang sangat baik, karena memiliki kapasitansi yang besar dan arus bocor (leakage current) yang sangat kecil.



Gambar 2.2 Plot Ragone untuk berbagai alat penyimpanan dan pengkonversi energi (Kotz dan Carlen, 1999).

2.1.2 Superkapasitor

Superkapasitor merupakan salah satu devais penyimpanan energi yang memanfaatkan material elektroda dengan luas permukaan yang besar. Luas permukaan yang besar diperlukan sebagai tempat penyimpanan muatan yang berupa ion-ion elektrolit. Kontruksi superkapasitor terdiri dari dua elektroda yang dipisahkan dengan separator semi permeabel yang memungkinkan pergerakan ion-ion elektrolit diantara kedua permukaan elektroda (Pandolfo, 2006).



Gambar 2.3 Kontruksi Superkapasitor (Zhou, 2012).

Gambar 2.3 menunjukkan superkapasitor tersusun dari dua elektroda yaitu elektroda negatif dan elektroda positif. Pada proses pengisian, elektron bergerak dari elektroda negatif ke elektroda positif dan dalam bentuk elektrolit, kation bergerak menuju elektroda positif sementara anion bergerak menuju elektroda

positif. Selama pengosongan proses sebaliknya terjadi. Dalam kapasitor elektrokimia tidak ada transfer muatan di antarmuka elektroda atau elektrolit dan tidak ada pertukaran ion yang terjadi antara elektroda dan elektolit. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi elektrolit tetap konstan selama proses pengisian dan pengosongan (Wang, 2012).

Kapasitansi superkapasitor dapat didefinisikan sebagai perbandingan muatan (Q) yang diaplikasikan pada tegangan tertentu (V) persamaan 2.1:

$$C = \frac{Q}{V} \quad (2.1)$$

Nilai kapasitansi, C juga sebanding dengan luas permukaan elektroda dan berbanding terbalik dengan jarak antar elektroda seperti dinyatakan secara matematis pada persamaan 2.2.

$$C = \epsilon_0 \epsilon_r \frac{A}{d} \quad (2.2)$$

Dimana ϵ_r konstanta dielektrik, ϵ_0 adalah permitivitas bahan, A adalah luas permukaan, dan d adalah jarak antar elektroda

2.1.3 Material Elektroda Superkapasitor

Material elektroda superkapasitor memiliki sifat kimia maupun sifat fisik yang memiliki kombinasi yang unik sebagai berikut (Pandolfo, 2006):

- a. Nilai konduktivitas tinggi
- b. Luas permukaan tinggi (~ 1 hingga $> 20 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$)
- c. Tahan korosi
- d. Stabil pada temperatur tinggi
- e. Struktur pori yang dapat dikontrol
- f. Low cost

Karena nantinya sifat inilah yang akan mempengaruhi nilai internal resistance (R) dari superkapasitor itu sendiri. Nilai internal resistance (R_s) akan mempengaruhi kemampuan superkapasitor sebagai simpanan energi yakni power density. Selain resistansi dari material elektroda, internal resistance (R_s) pada superkapasitor dipengaruhi oleh (Pandolfo, 2006):

- a. Resistansi antara elektroda dan current collector
- b. Resistansi pergerakan atau difusi ion pada pori elektroda
- c. Resistansi pergerakan ion pada separator
- d. Resistansi larutan elektrolit

Material yang digunakan sebagai elektroda superkapasitor tipe EDLCs, pseudocapacitor, maupun hybrid capacitor adalah sebagai berikut (Zhou, 2012):

1. Elektroda Karbon

Elektroda karbon merupakan material yang banyak digunakan sebagai elektroda superkapasitor. Beberapa alasan menggunakan elektroda karbon (Yin, 2010), murah, luas permukaan tinggi, daya serap tinggi, nilai porositas mudah dikontrol, dan ramah lingkungan. Karbon secara luas banyak digunakan sebagai material elektroda superkapasitor tipe EDLCs (Zhou, 2012).

2. Elektroda Polimer

Selain elektroda karbon, material yang dapat digunakan sebagai elektroda superkapasitor adalah polimer konduktif. Elektroda polimer maupun elektroda metal oksida digunakan pada superkapasitor tipe pseudocapacitor.

3. Elektroda Metal Oxides

Metal oksida yang biasa digunakan sebagai elektroda superkapasitor adalah RuO_2 , IrO_2 , MnO_2 serta beberapa oksida lainnya seperti Co_3O_4 , dan MoO_3 (Conway, 1999). Penggunaan elektroda aktif MnO_2 memiliki beberapa keuntungan, mudah didapat, biaya rendah, toksitas rendah dan mempunyai rentang tegangan yang lebar (Xu, 2010).

4. Elektroda komposit

Elektroda yang banyak diteliti dan dikembangkan adalah material komposit elektroda, elektroda komposit biasanya digunakan pada superkapasitor tipe *hybrid capacitor*. Komposit elektroda merupakan elektroda yang dibentuk dari hasil pencampuran komposisi antara oksida metal, polimer konduktif, serta karbon aktif maupun karbon nanotube.

2.2 Kelebihan Superkapasitor sebagai Penyimpan Energi

Superkapasitor memberikan solusi terbaru dibidang piranti penyimpanan energi. Terdapat dua parameter dasar yang sangat penting dalam hal penyimpanan energi yaitu energi density dan power density. Power density merupakan jumlah energi yang dapat disimpan tiap satuan volume atau berat. Sedangkan power density cara energi dapat disimpan ke alat. Baterai, kapasitor konvensional, dan superkapasitor memiliki tingkat energy density dan power density yang berbeda. Baterai memiliki energy density yang tinggi namun power density rendah. Sebaliknya kapasitor konvensional memiliki *energy density* rendah tapi *power density* tinggi. Superkapasitor dapat menggabungkan antara baterai dan

kapasitor konvensional meskipun *energy density* superkapasitor masih dibawah baterai (Yudi Miswar, 2010).

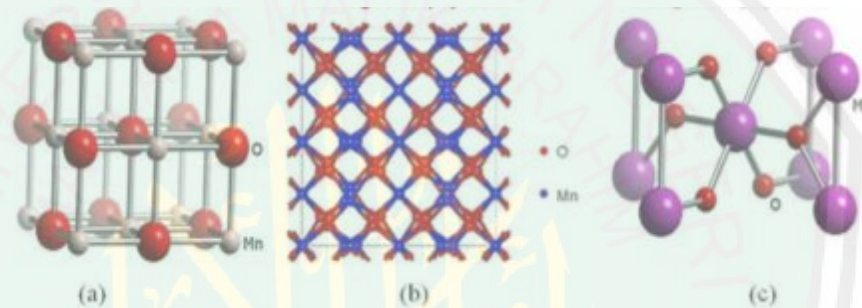
2.3 MnO₂(Mangan Dioksida)

Material oksida mangan merupakan kajian yang berkembang saat ini. Mangan oksida memiliki dua struktur kerangka yaitu kristal berlapis dan struktur tunnel, serta merupakan salah satu material dari golongan transisi yang banyak diteliti (Ningsih, 2013).

Diantara senyawa oksidasi mangan yang banyak dikenal adalah padatan MnO yang berwarna hijau terang, Mn₃O₄, Mn₂O dan MnO₂ yang berwarna hitam. Material mangan oksida berwarna hitam kecoklatan secara khas dalam bentuk butiran yang bagus, kristalin dan lapisan. Kristalin oksida mangan merupakan material yang mempunyai sifat yang dapat mengadsorpsi molekul (*molecule adsorptive*) dan sebagai penukar kation (*kation exchange*) yang baik. Material mangan oksida memiliki banyak aplikasi yaitu sebagai media penyimpanan magnetic dengan densitas tinggi (*high density magnetic storage*), material elektrokimia, sebagai sumber utama ferrite yang memiliki aplikasi dalam elektronika dan sebagai adsorben (Ningsih, 2013).

Mangan (Mn) merupakan logam ke-empat yang banyak digunakan setelah besi (Fe), aluminium (Al), dan tembaga (Cu). Lebih dari 90% biji mangan digunakan oleh industri besi dan baja, baik untuk memproduksi besi, baja atau campuran (*alloys*) baja. Sisanya digunakan untuk berbagai keperluan industri, kimia dan farmasi. Salah satu di antaranya adalah baterai kering, korek api, gelas, cat, bahan celup, pupuk dan lain-lainnya. Biji mangan dapat terbentuk melalui

beberapa proses, yaitu proses hidrotermal, metamorfik, sedimenter dan residu. Pada umumnya biji mangan terdapat dalam bentuk mineral pilorusit (MnO_2) dan psilomelan ($\text{Ba}(\text{H}_2\text{O})\text{Mn}_2\text{Mn}_4\text{O}_{10}$) dan sering berasosiasi dengan kegiatan vulkanik dan batuan yang bersifat basa. Mineral-mineral biji mangan yang penting lainnya adalah manganit ($\text{Mn}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), braunit ($3\text{Mn}_2\text{O}_3 \cdot \text{MnSiO}_3$), hausmanit (Mn_3O_4), rodokrosit (MnCO_3), rodonit (MnSiO_3) dan ($2\text{MnSiO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (Askari, 2012).



Gambar 2.4 Struktur Kristal dari (a) Mn_2O_3 , (b) Mn_3O_4 , (c) Mn_4O (Hashemzadeh, 2009).

Tabel 2.1 Structural properties of different oxides of Mn (Hashemzadeh, 2009).

Oxide	MnO	Mn_3O_4	Mn_5O_8	Mn_2O_3	MnO_2
Mineral name	Mangano site	Hausmannite	n/a	Bxbyte	Pyrolusite
Oxidation number	+2	+2,+3	+2,+4	+3	+4
Crystal Structure	Cubic	Tetragonal	Monoclinic	Cubic	Tetragonal
Lattice Parameter	a=4.446	a= 5.7621 b= 9.4696	a=10.392 b=5.730	a=9.409	a=4.3999 b=2.8740

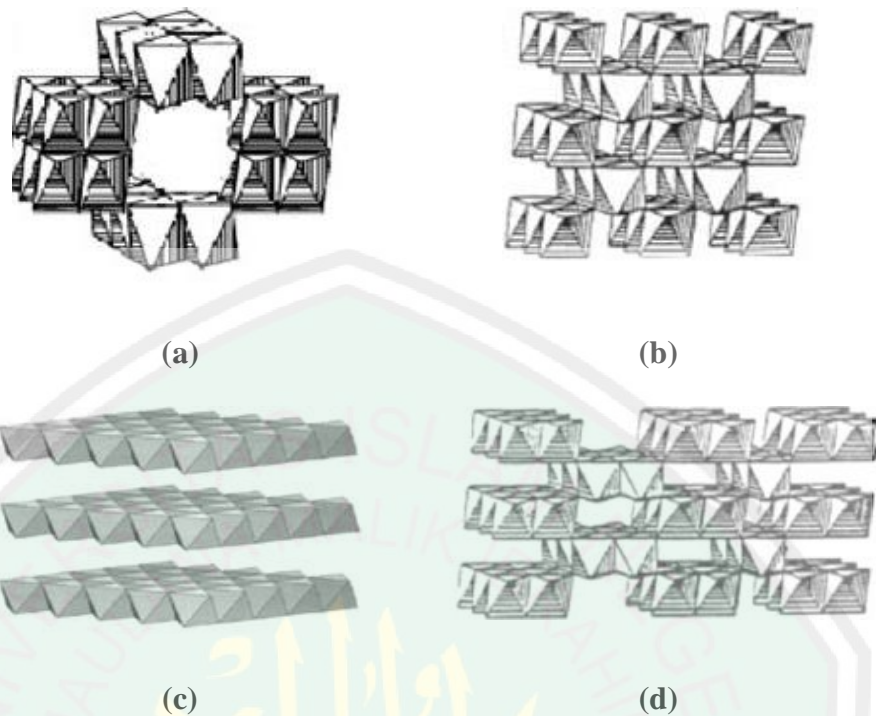
			c=4.866		
			d=109.62		

Tabel 2.2 Sifat-Sifat Fisik dan Kimia Mangan Dioksida (MnO₂)

Ciri-ciri Fisik	
Fase	Solid
Berat	86,94 gr/mol
Titik Leleh	535°C (995°F)
Warna	Hitam Kecoklatan
Kelarutan	Larut dalam air dingin dan air panas
Stabilitas	Stabil
Korosifitas	Non-korosif dihadapan kaca

2.3.1 Jenis-jenis MnO₂

Mangan dioksida atau MnO₂ merupakan oksida mangan yang memiliki berbagai polimorfi struktur kristal, seperti β -, α -, γ - dan δ -MnO₂. Setiap material oksida mangan ini terdiri atas suatu struktur tunnel. β -MnO₂ (*pyrolusite*), α -MnO₂ (*ramsdellite*), γ -MnO₂ (*nsutite*) dan δ -MnO₂ (*vernadite*) memiliki struktur tunnel (1 x 1), (1 x 2), (1 x 1)(1 x 2), dan (1 x ∞) secara berturut-turut. Dengan struktur tunnel yang dimiliki oleh material mangan oksida ini maka ia banyak digunakan sebagai katalis, penukar ion, dan penukar molekul.



Gambar 2.5 Jenis-jenis MnO_2 dengan Struktur (a) *Hollandite* ($\alpha\text{-MnO}_2$), (b) *Pyrolusite* ($\beta\text{-MnO}_2$), (c) *Birnessite* ($\delta\text{-MnO}_2$), (d) *nsutite* ($\gamma\text{-MnO}_2$) (Hashemzadeh, 2009).

2.3.1.1 $\alpha\text{-MnO}_2$ (*Hollandite*)

Struktur MnO_2 dengan ukuran rongga yang lebih besar adalah $\alpha\text{-MnO}_2$. Mineral yang dapat ditemukan di alam adalah *hollandite* ($\text{Ba}_x\text{Mn}_8\text{O}_{16}$) dan *cryptomelane* ($\text{K}_x\text{Mn}_8\text{O}_{16}$). $\alpha\text{-MnO}_2$ memiliki simetri tetragonal dengan parameter sel $a = 9,8776 \text{ \AA}$ dan $c = 2,8654 \text{ \AA}$. Penyisipan kation mendistorsi struktur, maka mineral *hollandite* biasanya memiliki simetri monoklinik. Struktur tunnels dari $\alpha\text{-MnO}_2$ dapat distabilkan oleh penyisipan dari Ba^{2+} atau K^+ , atau dengan molekul air di tengah tunnels 2×2 , bersamaan dengan reduksi adalah *romanechite* $\text{A}_2\text{Mn}_5\text{O}_{10} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ($\text{A} = \text{Ba}^{2+}, \text{K}^+, \dots$; tunnels ukuran 2×3) dan *todorokite* (tunnels ukuran 3×3). Mn^{4+} menjadi Mn^{3+} dan perubahan O_2^- oleh OH^- . Tunnels besar MnO_2 juga dapat ditemui di alam. Contoh paling terkenal *romanechite*

$A_2Mn_5O_{10} \cdot xH_2O$ ($A = Ba^{2+}, K^+, \dots$; tunnels ukuran 2x3) dan todorokite (tunnels ukuran 3x3).

2.3.1.2 β - MnO_2 (Pyrolusite)

Bentuk yang paling stabil dari semua polimorf MnO_2 memiliki struktur rutile-type dengan simetri tetragonal dimana rantai tunggal yang terbuat dari edge-sharing MnO_6 yang menyebarkan sepanjang kristalografi sumbu c. Rantai ini terhubung ke empat rantai oleh corner-sharing. Jaringan MnO_6 membentuk tunnels dengan penampang persegi yaitu, satu segi delapan dan satu segi delapan, juga diwakili oleh 1x1 tunnels. Ukuran tunnels ini terlalu kecil untuk menampung spesies kimia lainnya, kecuali ion Li^+ .

2.3.1.3 δ - MnO_2 (Birnessite)

Oksida ini berstruktur spinel. Struktur ini mengkristal dalam kubik (Fd3m) dengan parameter kisi $a = 8,029 \text{ \AA}$ dan $Z = 16$. Diturunkan secara langsung dari struktur spinel dari $Li_{1+x}Mn_{2-x}O_4$ yang terdiri dari suatu susunan oktahedral membentuk lorong 1 x 1 sepanjang ke tiga arah kristalografi [110].

2.3.1.4 γ - MnO_2 (Nsutite)

Struktur fase γ - MnO_2 dilintasi oleh lorong yang tak terbatas 2x1 dan 1x1 sepanjang sumbu c. Rumus kimia umum untuk γ - MnO_2 adalah $(Mn_{4+1-x-y}Mn_{3+y})O_{2-4x-y}(OH)_{4x+y}$.

2.4 Doping

Doping merupakan salah satu teknik yang digunakan untuk menambahkan sejumlah kecil atom pengotor ke dalam struktur kristal. Tujuan pendopingan adalah untuk mengoptimalkan sifat dari suatu material. Selain itu berbagai logam seperti,

Ni, Co, Zn, Fe, dan Cu yang didoping ke dalam MnO_2 dapat menunjukkan peningkatan nilai kapasitansi (Poonguzhali, 2015).

Besi (III) klorida atau feri klorida adalah suatu senyawa kimia dengan rumus kimia FeCl_3 . Senyawa ini digunakan dalam pengolahan limbah, produksi air minum maupun sebagai katalis, baik di industri maupun di laboratorium (Holleman, 2001).



Gambar 2.6 Serbuk $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Holleman, 2001).

Besi (III) klorida memiliki titik lebur yang relatif rendah dan titik didih pada 315°C . Uapnya merupakan dimer Fe_2Cl_6 , pada suhu yang lebih tinggi cenderung terurai menjadi monomer FeCl_3 daripada penguraian reversible menjadi besi (II) klorida atau gas klorin (Holleman, 2001).

Tabel 2.3 Sifat-Sifat Fisik dan Kimia Serbuk $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Pradyot, 2002).

Ciri-ciri Fisik	
Rumus Kimia	FeCl_3
Massa molar	162,2 g/mol (anhidrat)
	270,3 g/mol (heksahidrat)
Penampilan	Hijau-hitam oleh pantulan cahaya;

	ungu- merah oleh transmisi cahaya heksahidrat: padatan kuning larutan akuatik: coklat
Bau	Sedikit berbau HCl
Densitas	2,898 g/cm ³ (anhidrat) 1,82 g/cm ³ (heksahidrat)
Titik Lebur	306°C (anhidrat) 37°C (99°F; 310°K) (heksahidrat)
Titik didih	315°C (599°F;588°K) (anhidrat,terdekomposisi) 280°C (536°F; 553°K) (heksahidrat,terdekomposisi) terdekomposisi parsial menjadi FeCl ₂ + Cl ₂
Kelarutan dalam air	74,4 g/100 mL (0°C) 92 g/100 mL (heksahidrat, 20°C)
Kelarutan dalam Aseton Metanol Etanol Dietil eter	63 g/100 mL (18°C) Sangat mudah larut 63 g/100 mL Sangat mudah larut
Viskositas	40% larutan: 12 cP

2.5 Metode Sol-Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu metode material oksida logam berukuran nano. 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 (Paveena, 2010).

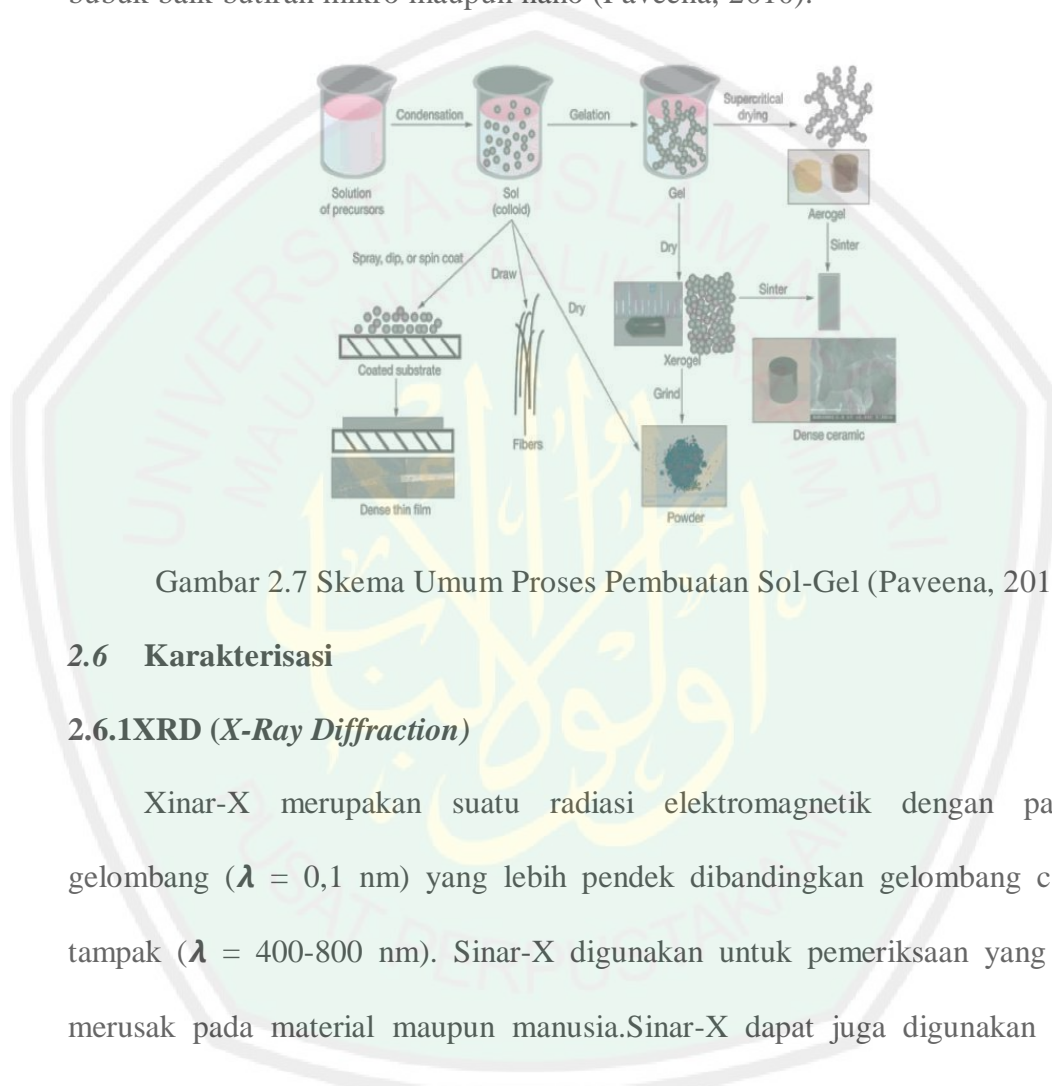
Gel (gelation) adalah jaringan partikel atau molekul, baik padatan dan cairan, dimana polimer yang terjadi di dalam larutan digunakan sebagai tempat pertumbuhan zat anorganik. Pertumbuhan anorganik terjadi di gel point, dimana energi ikat lebih rendah. Reaksinya adalah reaksi kondensasi, baik alkohol atau air, yang menghasilkan *oxygen bridge* (jembatan oksigen) untuk mendapatkan metal oksida (Paveena, 2010). Keuntungan metode sol-gel antara lain:

- a) Mudah dalam kontrol komposisi (kehomogenan komposisi kimia baik)
- b) Temperatur proses rendah
- c) Biaya murah

2.5.1 Proses Sol-Gel

Prekursor atau bahan awal dalam pembuatannya 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 μ m) yang terdispersi dalam suatu pelarut. Bahan awal atau prekursor dapat disimpan pada suatu substrat untuk membentuk film (seperti melalui *dip-coating* atau *spin-*

coating) yang kemudian dimasukkan ke dalam suatu container yang sesuai dengan bentuk yang diinginkan contohnya untuk menghasilkan suatu keramik monolitik, gelas, fiber atau serat, membrane, aerogel, juga untuk mensintesis bubuk baik butiran mikro maupun nano (Paveena, 2010).



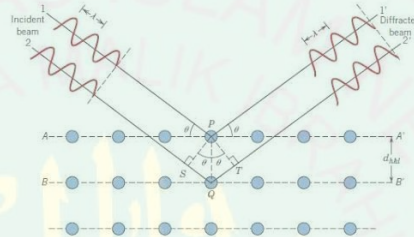
Gambar 2.7 Skema Umum Proses Pembuatan Sol-Gel (Paveena, 2010).

2.6 Karakterisasi

2.6.1 XRD (X-Ray Diffraction)

Sinar-X merupakan suatu radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang ($\lambda = 0,1 \text{ nm}$) yang lebih pendek dibandingkan gelombang cahaya tampak ($\lambda = 400\text{-}800 \text{ nm}$). Sinar-X digunakan untuk pemeriksaan yang tidak merusak pada material maupun manusia. Sinar-X dapat juga digunakan untuk menghasilkan pola difraksi tertentu yang dapat digunakan dalam analisis kualitatif dan kuantitatif material (Ratnasari, 2009). Ketika suatu material dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas monokromatik

yang jatuh pada sebuah kristal akan dihamburkan kesegala arah, namun karena keteraturan letak atom-atom penyusunnya, maka pada arah tertentu gelombang hambur tersebut akan berinterferensi konstruktif sedangkan yang lain akan berinterferensi destruktif (Vlanck, 2004). Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. Gambar 2.8 menjelaskan pengertian tersebut.



Gambar 2.8 Ilustrasi Difraksi Sinar-X pada XRD (Saryanto, 2013).

Menurut (Maylani, 2015), untuk penentuan ukuran partikel dapat menggunakan metode Debye-Scherrer, yaitu sebagai berikut:

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad (2.3)$$

Keterangan:

D = Ukuran rata-rata partikel

K = Konstanta dimensi kristal (untuk dimensi kristal 3D = 0,94)

B = Lebar $\frac{1}{2}$ puncak pada difratogram (FWHM)

θ = Sudut difraksi

λ = Panjang gelombang sinar X

Prinsip kerja XRD secara umum adalah sebagai berikut, XRD terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X, tempat objek yang diteliti dan detektor sinar-X. Sinar-X dihasilkan ditabung sinar-X yang berisi katoda memanaskan

filamen, sehingga menghasilkan elektron. Perbedaan tegangan menyebabkan percepatan elektron akan menembaki objek. Ketika elektron mempunyai tingkat energi yang tinggi dan menabrak elektron dalam objek sehingga dihasilkan pancaran sinar-X. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar-X. Detektor merekam dan memproses sinyal sinar-X dan mengolahnya dalam bentuk grafik. Skema alat difraktometer sinar-X ditunjukkan pada Gambar 2.9 panjang gelombang sinar-X sekitar 1.54056 \AA dan target anoda terbuat dari bahan tembaga (Cu) (Troitzch, 2007).



Gambar 2.9 Skematik Teknik *X-Ray Diffraction* (XRD) (Masrukan, 2008).

Beberapa pemakaian difraksi serbuk sinar-X antara lain digunakan sebagai pembeda antara bahan kristalin dan amorf, penentuan struktur kristal bahan, penentuan distribusi elektron dalam atom, dan seluruh sel satuan, penentuan orientasi kristal tunggal, penentuan tekstur bahan dalam berbutir majemuk polygrain, identifikasi fase kristalin, pengukuran batas daya larut, dan penentuan diagram-diagram fase, penentuan strain dan ukuran butir kecil, pengukuran berbagai keacakan, keteraturan dan cacat kristal. Metode karakterisasi XRD dalam bentuk serbuk merupakan suatu metode yang sering digunakan karena yang paling banyak tersedia peralatannya. Analisis dari data XRD diawali dengan penentuan

model struktur kisi yang bersesuaian, yang dilanjutkan dengan melakukan fitting yang disebut dengan proses refinement (Vlanck, 2004).

2.6.2 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan sebuah alat yang digunakan untuk mendapatkan informasi mengenai morfologi permukaan melalui gambaran perbesaran dari berbagai jenis material. Perbedaan topografi permukaan dan komposisi elemen yang berbeda dapat diketahui dari kontras warna yang terdeteksi. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menggunakan sinar elektron berenergi tinggi untuk mengganti objeknya yang sangat kecil dalam bentuk stereo dengan skala perbesaran tinggi (Nuwaiir, 2009).

Prinsip kerja SEM (*Scanning Electron Microscope*) adalah sebagai berikut (Sinuhaji P., Marlianto E, 2012):

1. *Electron Gun* (Sumber elektron/Penembak Elektron)

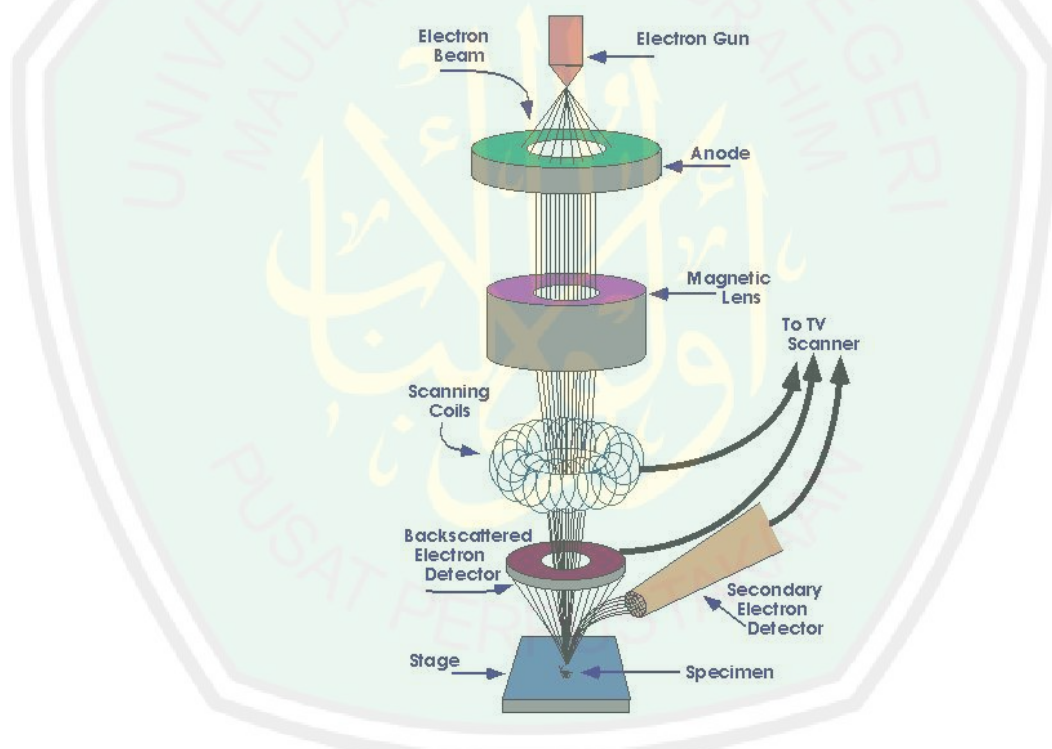
Penembak elektron terdiri dari filamen Tungsten, penembak elektron ini digunakan untuk menghasilkan elektron dalam suatu volume tertentu dengan energi yang dapat ditentukan dengan mengatur arus listrik ke filamen sehingga terjadi pelepasan elektron.

2. *Demagnetification System* (Perangkat Demagnetisasi)

Perangkat Demagnetisasi terdiri dari gabungan lensa-lensa elektromagnetik yang digunakan untuk memfokuskan *E-Beam* menjadi sangat kecil pada saat mencapai sampel.

3. *Scan Unit* (Sistem Pelarikan)

Pembentukan gambar dengan menggunakan prinsip *Scanning*, dimana elektron diarahkan ke objek. *Scan unit* dibangkitkan oleh *scanning coil*, sedangkan hasil interaksi berkas elektron dengan sampel menghasilkan *Secondary Electron* (SE) dan *elektron backs Scattered* (BSc), diterima detektor SE/BSc, diubah menjadi sinyal, data sinyal diperkuat oleh Video Amplifier kemudian disinkronkan oleh *scanning circuit* terbentuklah gambar pada Tabung Sinar Katoda (CRT).



Gambar 2.10 Skematik Teknik SEM(*Scanning Electron Microscopy*)(Masrukan, 2008).

2.7 Analisis Sifat Listrik

LCR meter merupakan sebuah instrumen elektronik yang digunakan untuk mengukur induktansi (L), kapasitansi (C), dan resistansi (R). Prinsip kerja dari instrumen ini yang diukur adalah impedansi, dimana nilai impedansi diukur

secara internal dan dikonversi menjadi nilai kapasitansi atau nilai induktansi. LCR meter juga dapat digunakan untuk mengukur resistansi seri yang sama dari kapasitor dan faktor Q dari komponen induktif. Nilai impedansi komponen resistif sangat berpengaruh pada tingkat akurasi komponen uji, jika komponen tidak memiliki impedansi resistif maka tingkat akurasi pembacaan komponen cukup akurat (Nelson, 2012).

2.7.1 Analisis Permittivitas

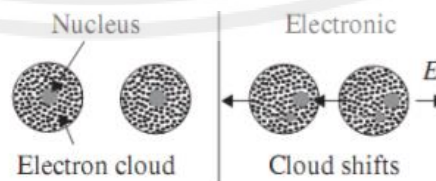
Suatu bahan dielektrik apabila dipengaruhi oleh medan listrik luar maka akan terjadi polarisasi. Polarisasi P (r) didefinisikan sebagai jumlah momen dipole tiap satuan volume pada titik r . Pada dasarnya dipol listrik merupakan suatu peristiwa dimana dua muatan yang berlawanan dipisahkan sejauh δx , yang dinyatakan:

$$P = Q \delta x \quad 2.16$$

Polarisasi berdasarkan pergeseran muatan dibedakan menjadi 4:

1. Polarisasi elektronik

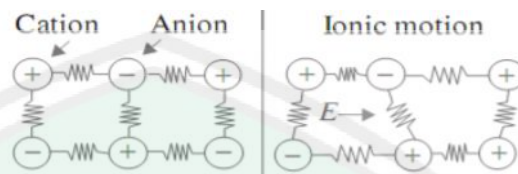
Polarisasi yang terjadi ketika adanya pergeseran awan elektron relatif terhadap nukleus. Polarisasi ini terjadi pada frekuensi yang sangat tinggi, yakni sekitar 10^{15} Hz.



Gambar 2.11 Mekanisme polarisasi elektronik (Newham, 2005).

2. Polarisasi ionik

Polarisasi yang terjadi ketika adanya pergeseran ion positif dan negatif menuju elektroda negatif dan positif. Polarisasi ini terjadi pada range frekuensi infrared (10^{12} hingga 10^{13} Hz)



Gambar 2.12 Mekanisme polarisasi ionik (Newham, 2005).

3. Polarisasi dipolar

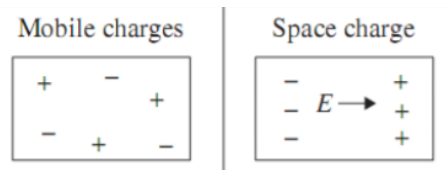
Terjadi apabila molekul polar berada didalam medan listrik. Pada molekul polar “titik pusat gravitasi” muatan positif dan negatif tidak berhimpit dan selalu ada dwikutub (dipole) kecil. Polarisasi ini permanen karena merupakan bagian dari struktur molekul. Dwikutub dapat berorientasi sesuai dengan arah medan sehingga pada medan bolak balik setiap setengah siklus molekul akan bergeser. Polarisasi terjadi pada frekuensi $10^3 - 10^6$ Hz.



Gambar 2.13 Mekanisme polarisasi dipolar (Newham, 2005).

4. Polarisasi space charge

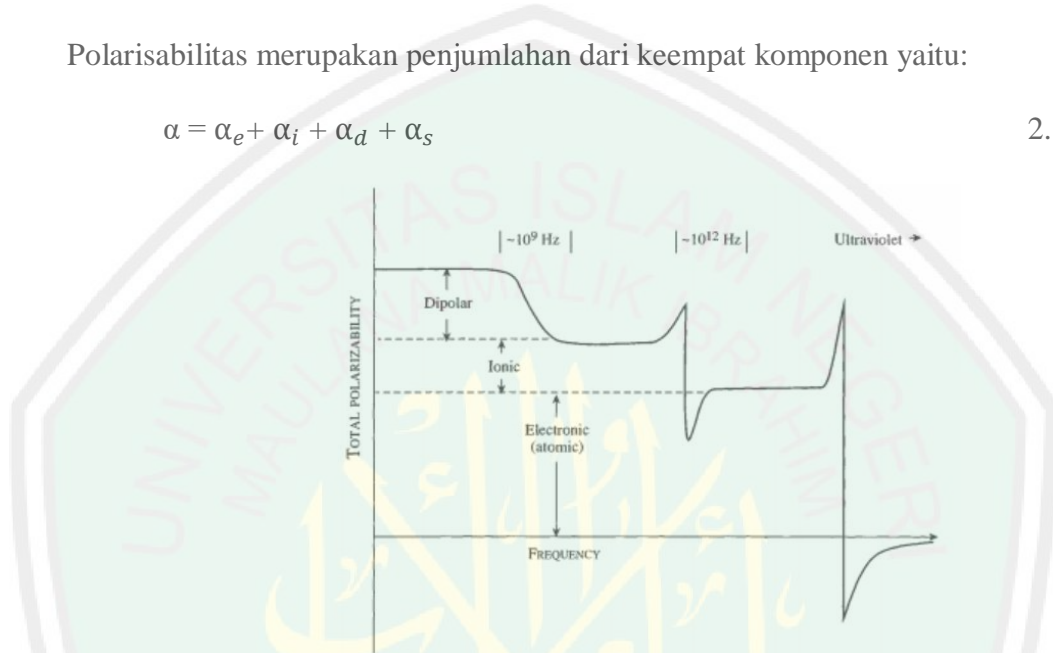
Polarisasi yang terjadi pada frekuensi rendah, yang disebabkan adanya penumpukan muatan lokal pada bahan sebagai akibat dari pergeseran muatan yang terhalang oleh barrier potensial.



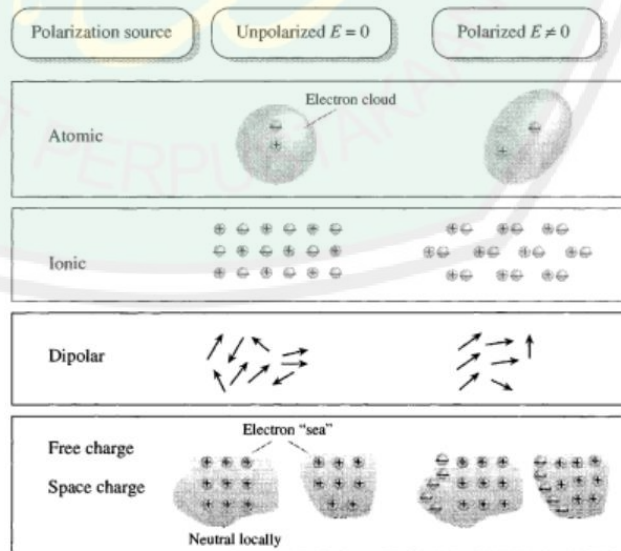
Gambar 2.14 Mekanisme polarisasi space charge (Newham, 2005).

Polarisabilitas merupakan penjumlahan dari keempat komponen yaitu:

$$\alpha = \alpha_e + \alpha_i + \alpha_d + \alpha_s \tag{2.17}$$



Gambar 2.15 Grafik hubungan frekuensi dengan permitivitas real dan imajiner (Hotta *et al*, 2011).



Gambar 2.16 Mekanisme polarisasi bahan dielektrik (Moulson, 2004)

Menurut(Kazmi, 2007) hubungan antara frekuensi dan konstanta dielektrik dinyatakan sebagai berikut.

$$\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad 2.18$$

Dimana, ϵ' menggambarkan energi yang tersimpan (permitivitas riil) sedangkan ϵ''_r adalah energy yang hilang (permitivitas imajiner).

Konstanta dielektrik yang bergantung pada frekuensi dapat dihitung menggunakan persamaan:

$$\epsilon' = \frac{C_p t}{\epsilon_0 A} \quad 2.19$$

$$\epsilon'_r = \frac{\epsilon'^2}{\sqrt{1+D^2}} \quad 2.20$$

$$\epsilon''_r = \epsilon'_r \times D \quad 2.21$$

Dimana ϵ'' = permitivitas kompleks, ϵ_0 = permitivitas ruang hampa ($8,854 \times 10^{-12}$ F/m), A adalah luas penampang, ϵ' = permitivits bagian real, ϵ'' = permitivitas bagian imajiner (Kazmi, 2007).

Persamaan yang menyatakan hubungan konstanta dielektrik dengan frekuensi diatas, hanya tepat jika diasumsikan hanya memiliki satu macam mekanisme relaksasi (efek Maxwell Wagner) (O'Dwyer, 1952).

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Penelitian ini termasuk jenis eksperimen untuk membuat material MnO_2 dengan pendopongan Fe^{3+} sebagai perangkat elektrokimia dengan variasi mol $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Selanjutnya, dilakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD, SEM, dan LCR meter.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan mulai bulan Februari 2019, bertempat di Laboratorium Kimia dan Laboratorium Riset Material Jurusan Fisika Universitas Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Tahapan penelitian ini dilakukan mulai dari persiapan bahan sampai karakterisasi sampel.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

1. Beaker glass
2. Neraca digital
3. Spatula
4. Magnetic stirrer
5. Pipet
6. Corong Buncher Porselen
7. Hot Plate
8. Crucible

9. Cawan Petri
10. Ayakan 250 mesh
11. Mortar dan Alu
12. Mikro meter digital
13. Oven
14. Gunting
15. Kertas saring
16. Tissue
17. Sarung Tangan
18. Masker

3.3.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

1. Besi (III) Klorida Heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
2. Potassium Permanganate (KMnO_4)
3. Fumaric Acid ($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$)
4. Aquades
5. HCl 0,1 N
6. Pasta Silver

3.4 Prosedur Penelitian

Dalam penelitian ini dilakukan beberapa tahap kegiatan yaitu sintesis serbuk, karakterisasi material dan pengujian sifat listrik.

3.4.1 Sintesis MnO_2

- 1) 3,16 gram kalium permanganat (KMnO_4) dilarutkan ke dalam 200 ml aquades selama 15 menit dengan kecepatan 250 rpm.
- 2) 0,78 gram asam fumarat ($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) ditambahkan ke dalam larutan KMnO_4 . Kemudian diaduk selama 30 menit pada suhu ruang.
- 3) Larutan KMnO_4 dan $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ diendapkan selama 1 jam.
- 4) Setelah itu disaring dan dicuci menggunakan aquades 400 ml.
- 5) Sampel di oven sampai kering pada suhu 110°C .
- 6) Kemudian sampel dikalsinasi pada suhu 450°C selama 3 jam.
- 7) Setelah sampel dikalsinasi kemudian digerus menggunakan mortar dan alu.
- 8) Sampel dibilas dengan HCl 0,1 N 60 ml dan aquades 60 ml tiap masing-masing sampel.
- 9) Sampel di oven sampai kering pada suhu 110°C .

3.4.2 Sintesis MnO_2 Doping Fe^{3+}

- 1) 3,002 gram KMnO_4 (untuk konsentrasi 5% mol $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dilarutkan ke dalam 200 ml aquades selama 15 menit dengan kecepatan 250 rpm.
- 2) 0,2762 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ditambahkan ke dalam larutan KMnO_4 selama 15 menit.
- 3) 0,78 gram asam fumarid ditambahkan ke dalam larutan KMnO_4 dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ selama 30 menit.
- 4) Kemudian larutan tersebut diendapkan selama 1 jam

- 5) Setelah itu disaring dan dicuci beberapa kali menggunakan aquades 400 ml.
- 6) Sampel di oven sampai kering pada suhu 110°C .
- 7) Kemudian sampel dikalsinasi pada suhu 450°C selama 3 jam.
- 8) Setelah sampel dikalsinasi kemudian digerus menggunakan mortar dan alu.
- 9) Sampel dibilas dengan HCl 0,1 N 60 ml dan aquades 60 ml tiap masing-masing sampel.
- 10) Sampel dioven sampai kering pada suhu 110°C.
- 11) Dilakukan proses yang sama pada variasi 10, dan 15% mol $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

3.4.3 Sintesis Lembaran Katoda MnO_2

- 1) 0,08 gram PVDF dilarutkan kedalam 2 ml DMSO dengan kecepatan 250 rpm pada suhu 90°C selama 30 menit sampai PVDF larut.
- 2) 0,1 gram serbuk MnO_2 ditambahkan kedalam larutan PVDF sedikit demi sedikit dengan menggunakan spatula.
- 3) Ditunggu 15 menit hingga tercampur merata dan agak mengental pada suhu 70°C. Jika pada saat pencampuran serbuk MnO_2 terjadi pengentalan maka sampel dituangkan di atas cetakan dan dikeringkan pada suhu 70°C sampai mengelupas.

3.4.4 Karakterisasi Material

- 1) Sampel yang dibuat diuji material dengan X-Ray Diffraction (XRD Philips Binary X'Pert PRO) untuk diidentifikasi struktur kristal bahan serbuk.

- 2) Hasil sintesis serbuk yang dibuat diuji menggunakan Scanning Electron Microscope (FEI, Type: Inspect-S50) untuk diamati morfologi dan ukuran butiran dari bahan.
- 3) Sampel yang dibuat diuji sifat listrik dengan menggunakan LCR-Meter untuk mengetahui nilai kapasitansi, konduktivitas dan permitivitas dari suatu bahan.

3.5 Teknik Pengumpulan Data

Data yang diambil dalam penelitian ini adalah data pengujian fisis dan sifat listrik. Pengujian sifat fisis menghasilkan data struktur kristal, fasa yang terbentuk, ukuran kristal, dan parameter kisi. Pengujian sifat listrik menghasilkan data Resistansi, konduktivitas listrik, dan kapasitansi.

3.5.1 Karakterisasi Struktur

Identifikasi fasa serbuk MnO_2 hasil sintesis dilakukan menggunakan pengujian difraksi sinar-X dengan menggunakan alat XRD Philips Binary X'Pert PRO, PANAnalytical di Laboratorium Teknik Material Metalurgi ITS Surabaya. Pengukuran ini menggunakan anoda target $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$) dilakukan pada sudut 2θ (10° - 65°).

Karakterisasi kandungan fasa diawali dengan analisa secara kualitatif dari pola yang dihasilkan pada XRD yang bekerja dengan memanfaatkan Hukum Bragg. Kemudian di analisis menggunakan *software Rietica* dengan metode *Rietveld* untuk mendapatkan data kuantitatif kandungan fasa yang terbentuk dari sampel. Untuk membuat model data terhitung pada *Rietica* menggunakan CIF file yang diperoleh dari *Crystallography Open Database*. Selanjutnya dilakukan

pencocokkan antara model terhitung dengan pola difraksi dari sampel dengan dilakukan perubahan parameter (*refinement*) menggunakan metode *Rietveld*.

3.5.2 Karakterisasi Mikrostruktur

Serbuk yang telah melewati proses pemurnian dan diketahui fasa tunggal yang terbentuk dilakukan pengujian identifikasi morfologi mikrostruktur MnO_2 menggunakan SEM (*Sanning Electron Microscope*). Pengambilan gambar mikro sampel dengan SEM dilakukan di Laboratorium Central MIPA Universitas Negeri Malang.

3.5.3 Karakterisasi Sifat Listrik

Serbuk MnO_2 dilakukan pengujian sifat listrik dengan menggunakan alat RCL-Meter HIOKI L2001 PINCHER PROBE di Laboratorium Medan Magnet Universitas Islam Negeri Mulana Malik Ibrahim Malang. LCR meter merupakan alat yang digunakan untuk mengetahui sifat listrik dari material hasil sintesis yang dapat digunakan untuk mengukur *inductance* (L), *capacitance* (C), dan *resistance* (R) material untuk mengetahui konduktivitas listrik dari material. Secara umum, tahapan pengujian ini yaitu, sampel serbuk dipreparasi dengan membentuknya *slurry*. Kemudian bagian permukaan *slurry* diberi *silver paste* untuk memperoleh hasil yang lebih akurat. Selanjutnya sampel berbentuk *slurry* dijepit menggunakan penjepit. *Slurry* diberi sumber listrik untuk mengetahui nilai *resistancenya*. Hasil pengukuran berupa nilai *resistance* pada setiap frekuensi yang diterapkan pada rentang frekuensi 500 Hz sampai 5 MHz, pada tegangan 1,5 volt. Hasil pengukuran yang diperoleh dihitung dengan menggunakan persamaan berikut.

$$\varepsilon' = \frac{C_p t}{\varepsilon_0 A} \quad 3.1$$

$$\varepsilon'_r = \frac{\varepsilon'^2}{\sqrt{1 + D^2}} \quad 3.2$$

$$\varepsilon''_r = \varepsilon'_r \times D \quad 3.3$$

$$\sigma_{ac} = \varepsilon' \varepsilon_0 \omega \times D \quad 3.4$$

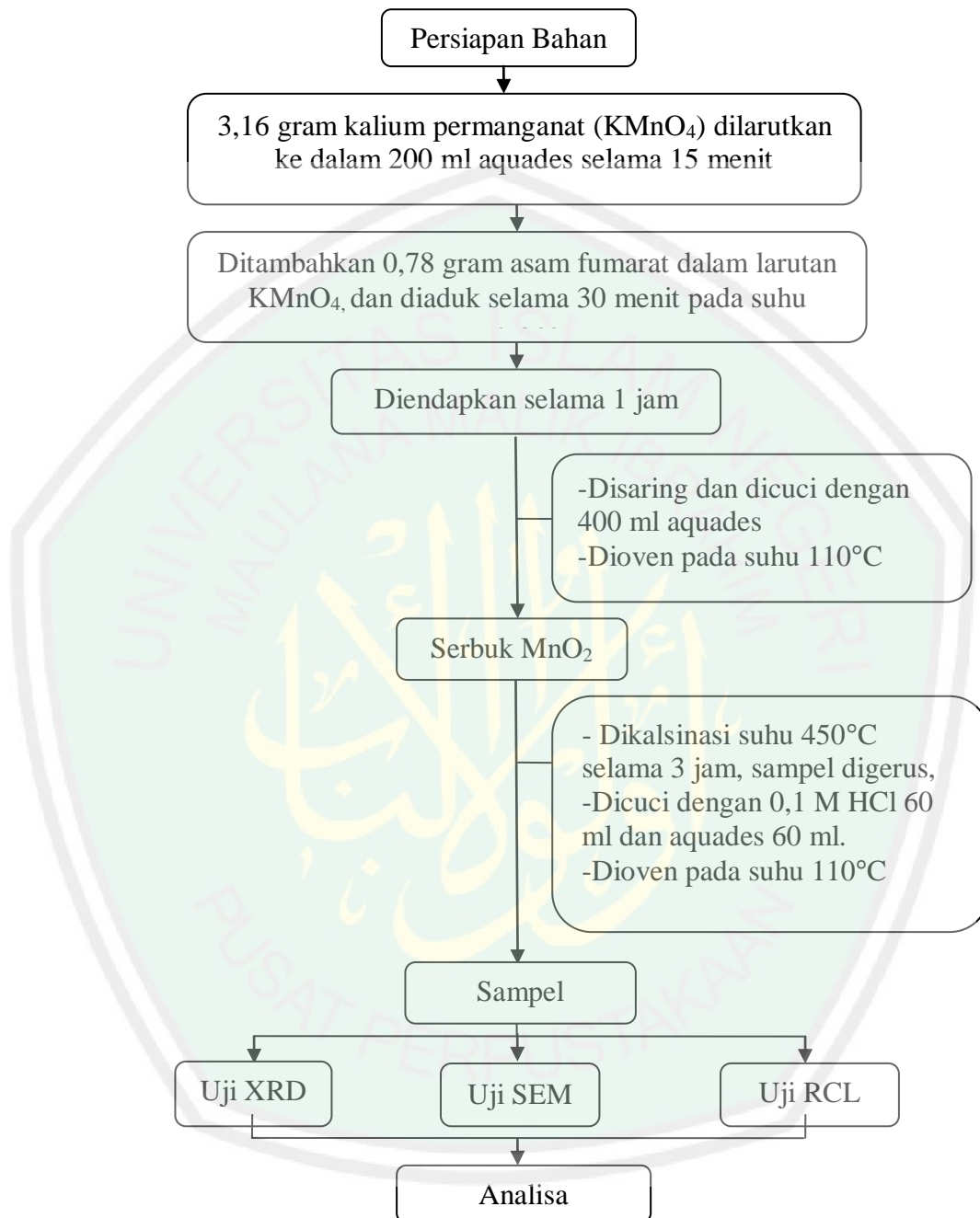
$$C = \frac{C_p}{A} \quad 3.5$$

Dimana ε_r = konstanta dielektrik , C = kapasitansi kapasitor, ε_0 = permitivitas ruang hampa ($8,85 \times 10^{-12}$ F/m), t = jarak antar plat (m), A = luas penampang (m^2). $\omega = 2\pi f$ dan σ_{ac} = konduktivitas pada rangkaian AC (S/cm).

Tabel 3.1 Contoh Tabel Data Hasil Pengujian Sifat Listrik

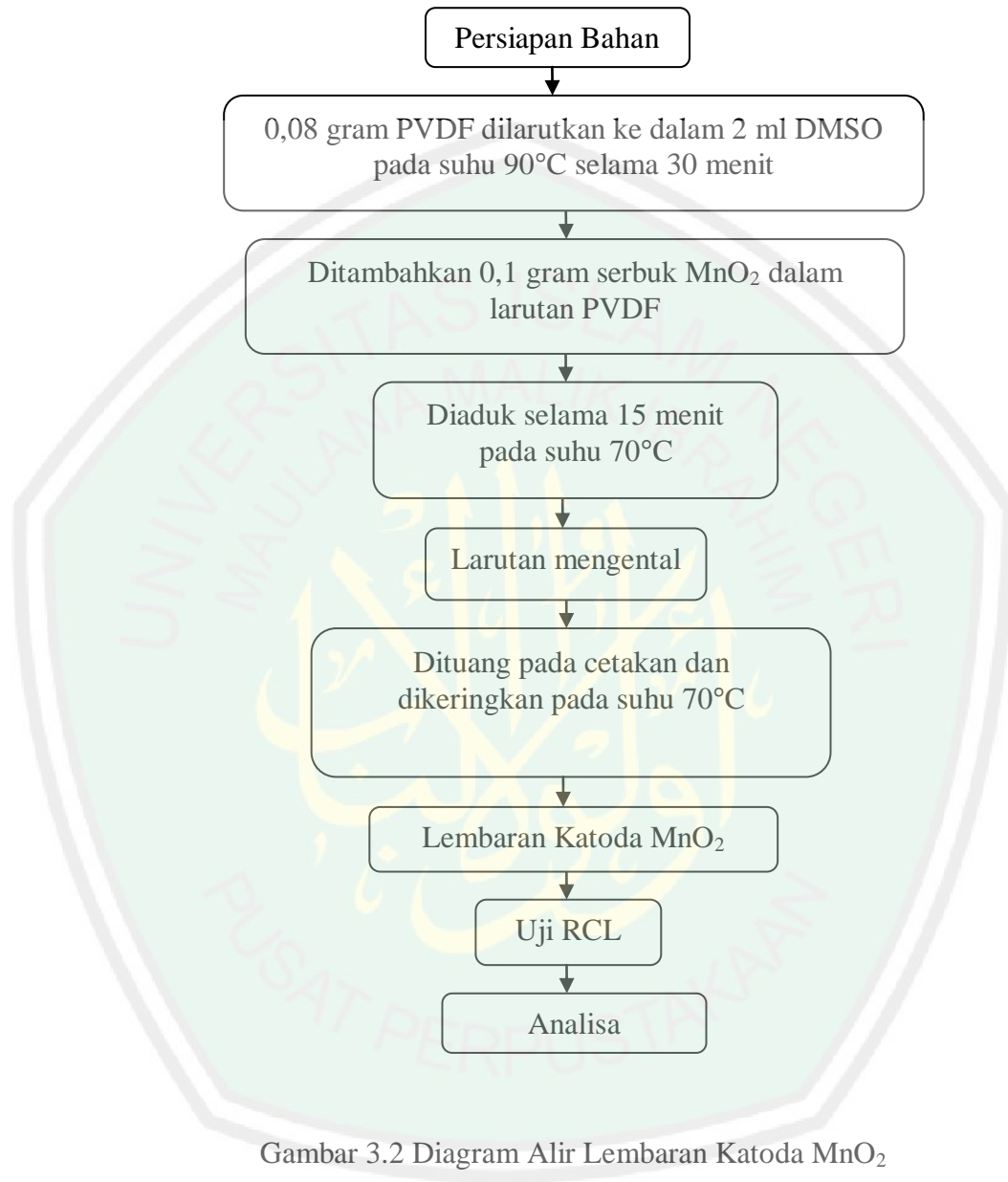
Elektroda	f (Hz)	Cp (nF)	R (Ω)	Θ	D
MnO ₂					
MnO ₂ :FeCl ₃ (5%)					
MnO ₂ :FeCl ₃ (10%)					
MnO ₂ :FeCl ₃ (15%)					

3.6 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.6.1 Diagram Alir Lembaran Katoda MnO_2



Gambar 3.2 Diagram Alir Lembaran Katoda MnO_2

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Penelitian

Pada penelitian ini dibuat MnO_2 yang didoping dengan Fe^{3+} menggunakan metode sol-gel. Pembentukan partikel MnO_2 adalah dengan cara mereduksi larutan KMnO_4 menjadi MnO_2 sebagai berikut reaksinya: $2\text{H}_2\text{O} + \text{MnO}_4^- + 3\text{e}^- \rightarrow \text{MnO}_2 + 4\text{OH}^-$. Pada metode ini digunakan KMnO_4 yang dilarutkan dengan aquades dan ditambah asam fumarat, kemudian diaduk selama 30 menit. Selanjutnya endapan yang terbentuk sol gel pada gambar 4.1 disaring dan dicuci dengan aquades untuk menghilangkan kandungan asamnya. Gel yang sudah disaring kemudian dipanaskan pada temperatur 110°C sampai kering, dan dikalsinasi selama 3 jam pada temperatur 450°C . Proses kalsinasi ini digunakan untuk meningkatkan kristalinitas serbuk MnO_2 .



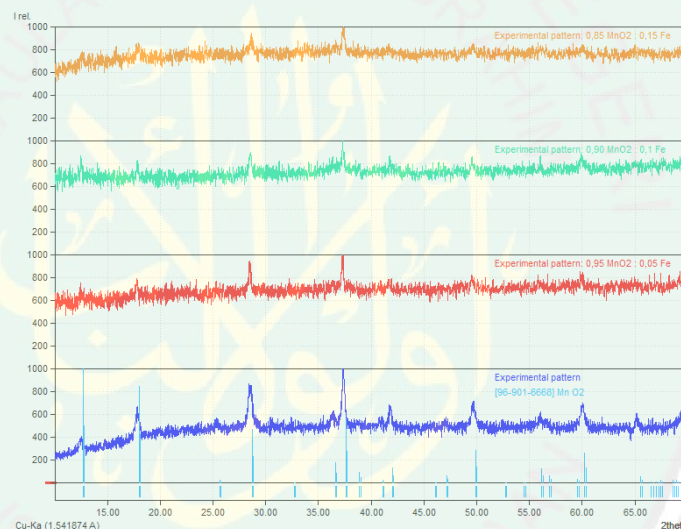
Gambar 4.1 Hasil sol-gel serbuk MnO_2

Sampel hasil pemanasan kemudian digerus dan diayak menggunakan 250 mesh screen. Dan dibilas dengan HCl 0,1 N 60 ml untuk menetralkan sampel dan

dipanaskan kembali pada temperatur 110°C selama 1 jam. Serbuk yang didapatkan kemudian di karakterisasi menggunakan XRD.

4.1.1 Hasil Pengujian XRD (X-Ray Diffraction)

Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Material Institut Teknologi Sepuluh November. Menggunakan anoda target Cu-K α ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$) dengan rentang pengukuran 2θ (10° - 65°). Hasil pengujian XRD berupa grafik intensitas terhadap sudut difraksi 2θ . Grafik XRD serbuk MnO₂ dengan variasi konsentrasi dopan Fe³⁺ dapat dilihat pada gambar 4.2.



Gambar 4.2 Difraktogram sampel MnO₂ dengan variasi doping Fe³⁺

Pola difraksi sampel MnO₂ didapatkan bahwa penambahan doping Fe³⁺ menyebabkan penurunan puncak intensitas MnO₂. Setelah data XRD dianalisis menggunakan program *Match!3* didapatkan hasil standart MnO₂ dengan struktur tetragonal dengan (JCPDS 29-1020). Pada sampel pristin menghasilkan puncak difraksi yang runcing dari setiap fasa yang terbentuk, puncaknya masih terlihat jelas. Pengaruh penambahan variasi doping Fe³⁺ menunjukkan semakin besar konsentrasi doping maka puncak difraksinya semakin menurun hal ini disebabkan

karena adanya pergeseran dan pelebaran puncak yang terlihat pada sampel doping Fe^{3+} yang bergeser ke arah kiri.

FWHM (Full Width Half Maximum) yang terdapat pada puncak-puncak difraksi memiliki hubungan yang berbanding terbalik dengan besar kristal, semakin lebar FWHM yang dihasilkan pada pola maka semakin kecil ukuran kristal yang didapat. Nilai FWHM dan sudut difraksi sampel ditunjukkan pada tabel 4.1.

Untuk mengetahui pengaruh doping terhadap ukuran kristal, dilakukan perhitungan menggunakan persamaan Debye Scherrer sesuai dengan persamaan 4.1 sebagai berikut :

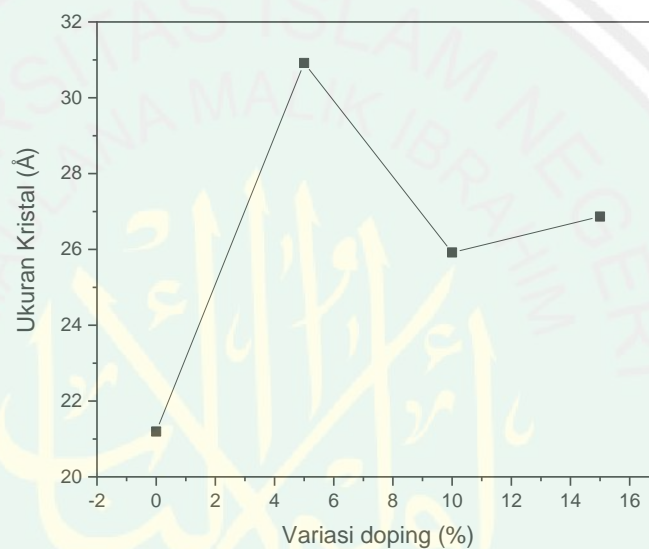
$$D = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad 4.1$$

Dimana D adalah ukuran kristal (\AA), K adalah konstanta dimensi kristal (untuk dimensi kristal 3D = 0,94), λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan dalam uji XRD yaitu 1.54056\AA , B adalah lebar $\frac{1}{2}$ puncak pada difratogram (FWHM), dan θ adalah posisi sudut terbentuknya puncak tertinggi. Hasil perhitungannya tertera pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Ukuran kristal dengan variasi doping Fe^{3+}

Sampel	D (nm)
MnO_2	21,196
0,95 MnO_2 :0,05 Fe^{3+}	30,917
0,90 MnO_2 :0,05 Fe^{3+}	25,919
0,85 MnO_2 :0,15 Fe^{3+}	26,866

Berdasarkan Tabel 4.1 Proses penambahan doping Fe^{3+} memiliki nilai ukuran kristal yang cukup besar pada sampel doping 15% sebesar 26,866 nm. Ketika sampel tanpa doping memiliki nilai ukuran kristal sebesar 21,196 nm, hal ini diindikasikan karena pengaruh peningkatan konsentrasi doping, menyebabkan intensitas dari puncak menurun seiring dengan meningkatnya nilai ukuran kristal.



Gambar 4.3 Grafik pengaruh variasi doping pada nilai ukuran kristal

Gambar 4.3. terlihat bahwa pengaruh penambahan doping terhadap ukuran kristal menyebabkan penurunan ukuran kristal. Data hasil karakterisasi XRD, kemudian dilakukan analisis Rietveld. Analisis Rietveld merupakan proses penghalusan dengan cara memasukkan model standart untuk parameter yang akan diperhalus sehingga mendekati nilai sesungguhnya yang dapat dilihat dari nilai indikator R dan *GOF*-nya. Semakin kecil indikator R dan *GOF*, maka semakin baik hasilnya.

Dari analisis yang dilakukan, penghalusan parameter dilakukan berurutan atau bersama-sama. Urutan penghalusan pada sampel MnO_2 adalah parameter kisi (a, b, c), faktor skala, latar belakang. Ketiga parameter ini yang sangat berpengaruh pada proses penghalusan. Hal ini ditunjukkan dengan penurunan yang sangat besar pada nilai R dan *GOF* ketika *codework* parameter dilakukan proses penghalusan yang berlangsung. Kemudian penghalusan untuk *illumination*, koefisien puncak FWHM (u, v, w), *overall thermal*, dilakukan untuk mendapatkan hasil yang maksimal. Penghalusan ini dilakukan dengan program analisis Rietica.

Dari penghalusan yang telah dilakukan, didapatkan nilai parameter kisi dan nilai reliabilitas pada serbuk $\text{MnO}_2\text{-Fe}^{3+}$ sebagaimana ditunjukkan pada tabel 4.2.

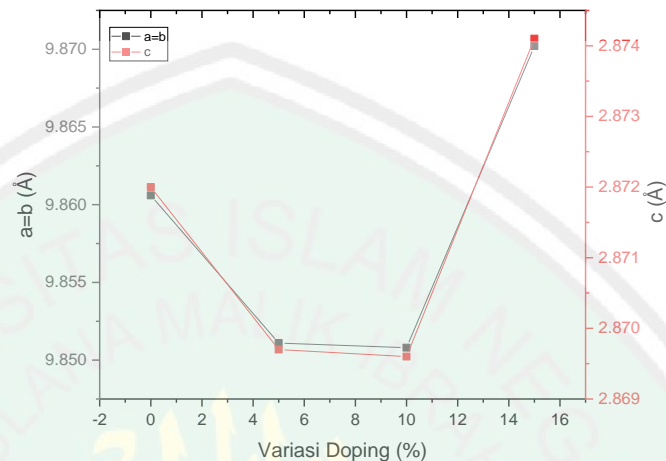
Tabel 4.2 Data parameter kisi dan nilai reliabilitas hasil penghalusan rietveld

Sampel	Parameter Kisi (Å)			Nilai Realibilitas				
	a = b	c	c/a	R_p	R_{wp}	R_{exp}	R_B	GOF
JCPDS	9.8766	2.8753	-	-	-	-	-	-
MnO_2	9.8606	2.8720	0.291260	6.15	8.06	5.34	6.18	2.275
0,95 MnO_2 : 0,05 Fe	9.8511	2.8697	0.291307	5.24	6.58	5.84	2.11	1.268
0,90 MnO_2 : 0,1 Fe	9.8508	2.8696	0.291306	4.63	5.82	5.31	1.36	1.202
0,85 MnO_2 : 0,15 Fe	9.8702	2.8741	0.291189	4.10	5.14	4.79	1.31	1.149

Tabel 4.2 didapatkan harga konstanta kisi dari masing-masing sampel yang tidak berbeda jauh dengan harga konstanta kisi eksperimen. Hal ini membuktikan bahwa model struktur kristal tetragonal yang diambil dari (JCPDS No. 29-1020) yang sudah tepat.

Perubahan besarnya parameter kisi serbuk $\text{MnO}_2\text{-Fe}^{3+}$, ditunjukkan dalam gambar 4.4. Semakin besar penambahan doping, parameter kisi a dan b secara

umum mengalami penurunan. Namun, pada konsentrasi Fe^{3+} 15 mol % mengalami peningkatan pada parameter kisi.

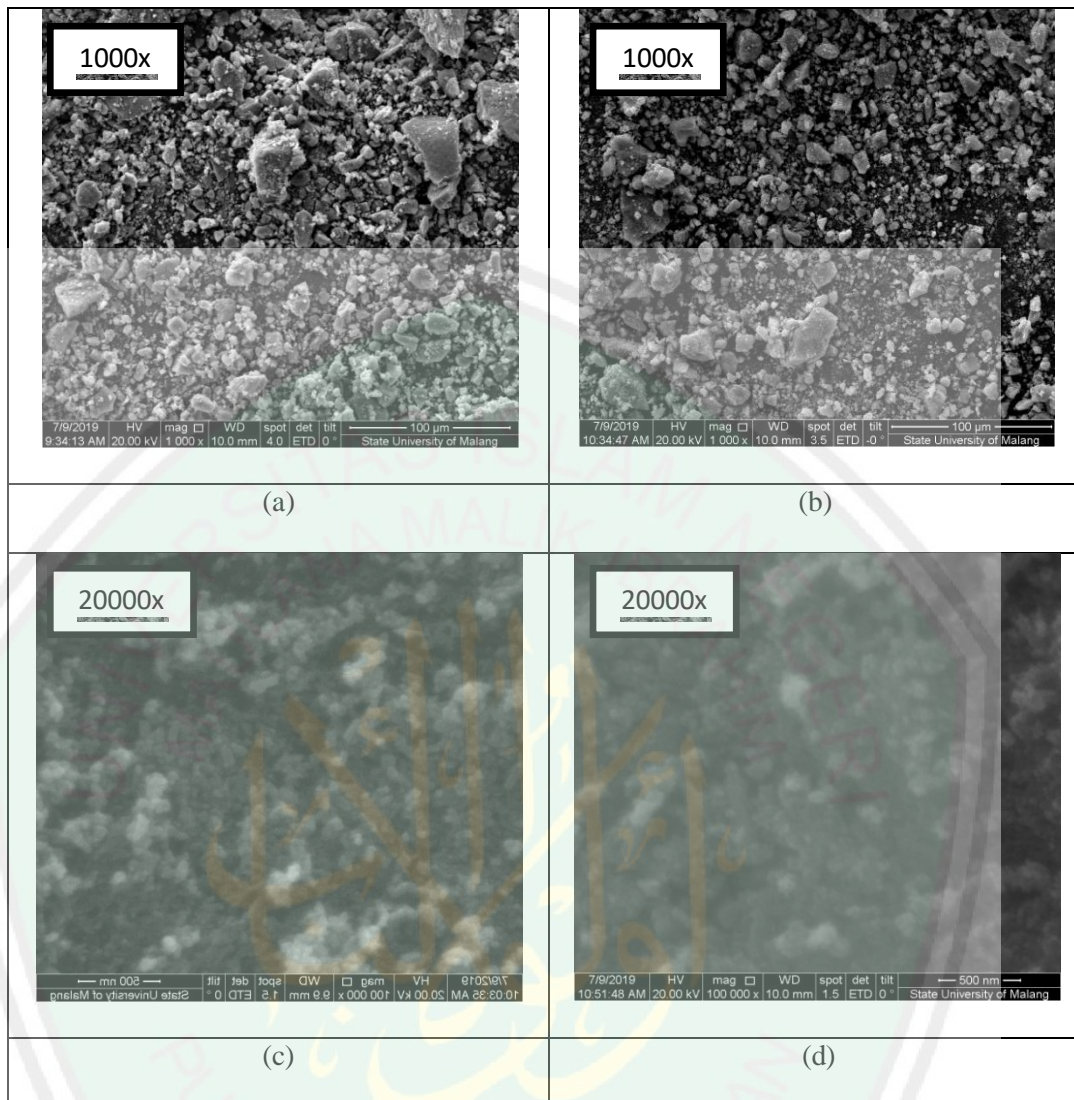


Gambar 4.4 Grafik perubahan parameter kisi hasil penghalusan Rietveld

Menurut E. H Kisi (1994), penghalusan dikatakan berhasil jika R_p , R_{wp} , R_{exp} bernilai kurang dari 20%, GOF dan R_b kurang dari 4%. Berdasarkan tabel 4.2, diketahui hasil dari penghalusan R_p , R_{wp} , R_{exp} telah memenuhi syarat yang ada. Tetapi pada sampel tanpa doping, nilai R_b lebih dari 4%. Sedangkan untuk nilai GOF kurang dari 4% .

4.1.2 Hasil Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy*(SEM) dilakukan untuk mengetahui struktur morfologi permukaan serbuk MnO_2 . Karakterisasi SEM dengan menggunakan (FEI, Type: Inspect-S50). Gambar 4.5 menunjukkan hasil SEM dengan perbesaran 1000x dan 20.000x memiliki perbedaan morfologi permukaan yang signifikan.



Gambar 4.5 Struktur mikro MnO₂-Fe dengan pengamatan SEM pada perbesaran (a)sampel MnO₂1.000x, (b) sampel 0,90 MnO₂:0,10 Fe1000x, (c) sampel MnO₂ 20.000x, (d) sampel 0,90 MnO₂:0,10 Fe 20.000x

Morfologi sampel MnO₂ dan sampel 0,90 MnO₂:0,10 Fe dengan perbesaran rendah 1.000x terlihat ukuran partikunya berbentuk tak beraturan menyerupai bongkahan kecil-kecil, sedangkan pada perbesaran besar 20.000x pada sampel MnO₂ dan sampel MnO₂:0,10 Fe ditunjukkan dengan perubahan butiran-butiran yang menjadi amorf dengan banyaknya warna gelap pada butir yang dihasilkan. Rata-rata ukuran butir sekitar 20 sampai 50 nm.

4.1.3 Hasil Pengujian Sifat Listrik

Karakterisasi sifat listrik dilakukan dengan alat LCR meter untuk mengukur *inductance* (L), *capacitance* (C), dan *resistance* (R) dari serbuk MnO₂. Alat yang digunakan adalah LCR meter HIOKI L2001 PINCHER PROBE. Pada pengujian ini, dilakukan pengujian dengan mengukur *resistance* (R) untuk mengetahui konduktivitas listrik dari material. Secara umum, tahapan pengujian ini yaitu sampel serbuk dipreparasi dengan membentuknya menjadi *slurry*. Kemudian bagian permukaan *slurry* diberi silver paste untuk memperoleh hasil yang lebih akurat. Selanjutnya sampel yang berbentuk *slurry* dicapit menggunakan penjepit. *Slurry* diberi sumber listrik untuk mengetahui nilai *resistancenya*. Hasil pengukuran berupa nilai Resistansi (R), Disipasi (D), Kapasitansi (C), dan θ , dengan pengaruh frekuensi dari 1 KHz – 100 KHz dan tegangan yang digunakan sebesar 1,5 Volt. Selanjutnya data di analisis, sehingga menghasilkan plot frekuensi terhadap permitivitas riil dan permitivitas imajiner, konduktansi dan kapasitansi. Konduktivitas dari sampel MnO₂ dapat dihitung dengan menggunakan persamaan :

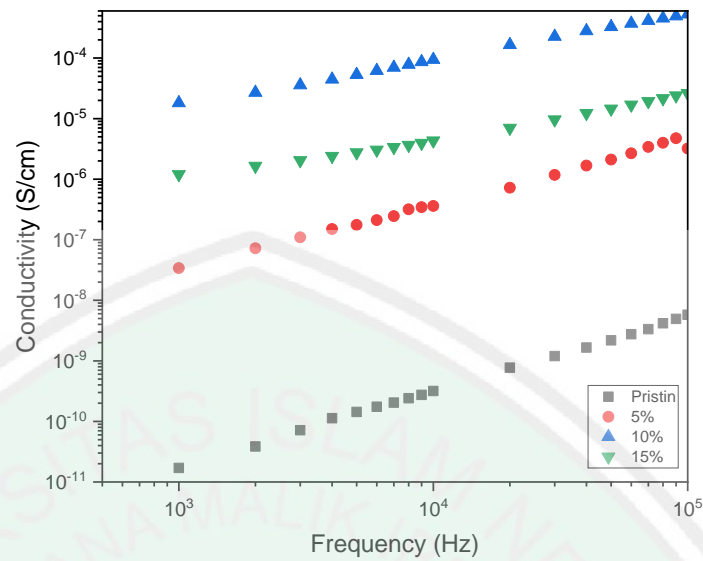
$$\sigma_{ac} = \varepsilon' \varepsilon_0 \omega x D \quad 4.2$$

Dengan σ_{ac} = Konduktivitas listrik (Ωm^{-1})

ε' = permitivitas riil (F/m)

ε_0 = permitivitas ruang hampa ($8,854 \times 10^{-12}$ F/m)

$\omega = 2\pi f$ (frekuensisudut)



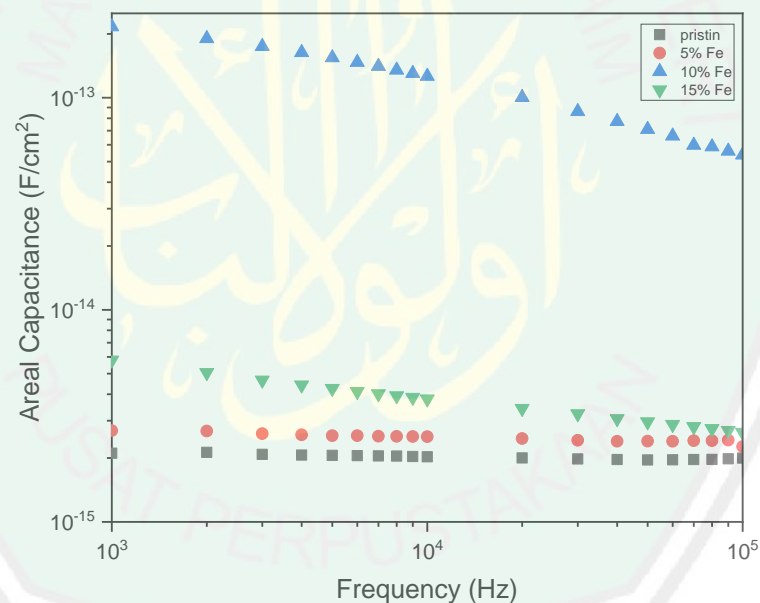
Gambar 4.6 Grafik pengaruh frekuensi terhadap nilai konduktivitas

Berdasarkan gambar 4.6 menunjukkan penambahan doping Fe^{3+} mempengaruhi nilai konduktivitas suatu bahan. Dapat diketahui nilai konduktivitas meningkat seiring bertambahnya doping Fe^{3+} . Konduktivitas tertinggi mencapai $5,27 \times 10^{-8}$ S/cm pada sampel MnO_2 dengan penambahan doping Fe 10%. Akan tetapi terlihat pada sampel MnO_2 dengan penambahan doping Fe 15% nilai konduktivitas mengalami penurunan sebesar $2,6 \times 10^{-5}$ S/cm. Hal ini disebabkan struktur sampel bersifat amorf sehingga menurunkan nilai konduktivitasnya.

Tabel 4.3 Nilai konduktivitas dan kapasitansi pada frekuensi 100KHz

Sampel	Konduktivitas (S/cm)	Kapasitansi (F/cm^2)
MnO_2	$5,8 \times 10^{-9}$	$1,98 \times 10^{-15}$
0,95 MnO_2 : 0,05 Fe	$1,47 \times 10^{-7}$	$2,26 \times 10^{-15}$
0,90 MnO_2 : 0,1 Fe	$5,27 \times 10^{-8}$	$5,36 \times 10^{-14}$
0,85 MnO_2 : 0,15 Fe	$2,6 \times 10^{-5}$	$2,62 \times 10^{-15}$

Kapasitansi adalah kemampuan suatu material dalam menyimpan muatan. Berdasarkan grafik kapasitansi sebagai fungsi frekuensi pada gambar 4.7 menunjukkan penurunan di frekuensi rendah kemudian stabil pada frekuensi 1 KHz – 100 KHz. Kapasitansi tertinggi mencapai $5,36 \times 10^{-14}$ F/cm² pada sampel MnO₂ dengan penambahan doping Fe 10%. Nilai kapasitansi terendah pada sampel MnO₂ dengan penambahan doping Fe 15% sebesar $1,98 \times 10^{-15}$ F/cm². Berdasarkan gambar 4.7 menunjukkan bahwa pengaruh frekuensi terhadap nilai kapasitansi dari sampel MnO₂. Doping 10% Fe memiliki nilai kapasitansi yang tinggi dibandingkan dengan sampel dengan variasi 5% dan 15% Fe.



Gambar 4.7 Grafik pengaruh frekuensi terhadap areal kapasitansi

Permittivitas sangat dipengaruhi oleh banyaknya muatan yang tersimpan dalam bahan dielektrik. Jika kapasitor diisi dengan bahan dielektrik, kemudian dirangkaikan pada arus bolak balik (AC), maka sifat yang terjadi dapat dianalisa dengan menggunakan permitivitas kompleks.

Konstanta dielektrik dapat dihitung menggunakan persamaan:

$$\epsilon_r = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad 4.3$$

Dengan C = Kapasitansi (F)

d = Tebal sampel (m)

A = Luas sampel (m²)

ϵ_0 = Permittivitas ruang hampa (8,854 x 10⁻¹² F/m)

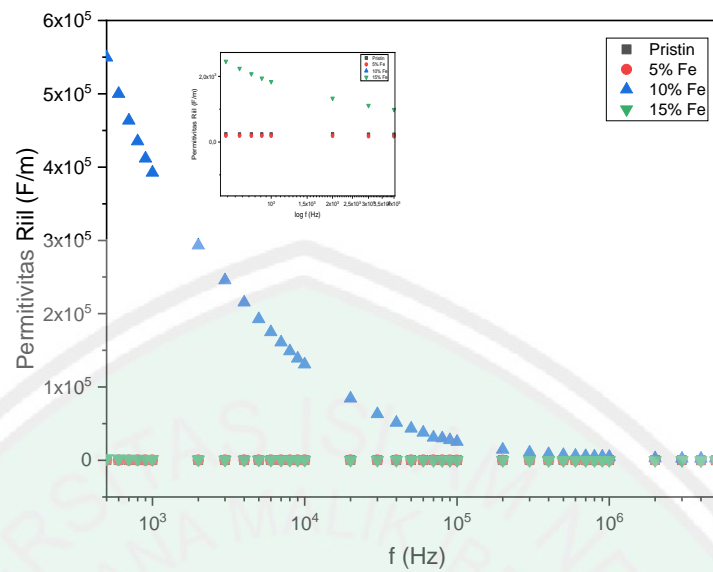
Permittivitas riil dapat dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$\epsilon_r' = \frac{\epsilon_r^2}{\epsilon_0 A} \quad 4.4$$

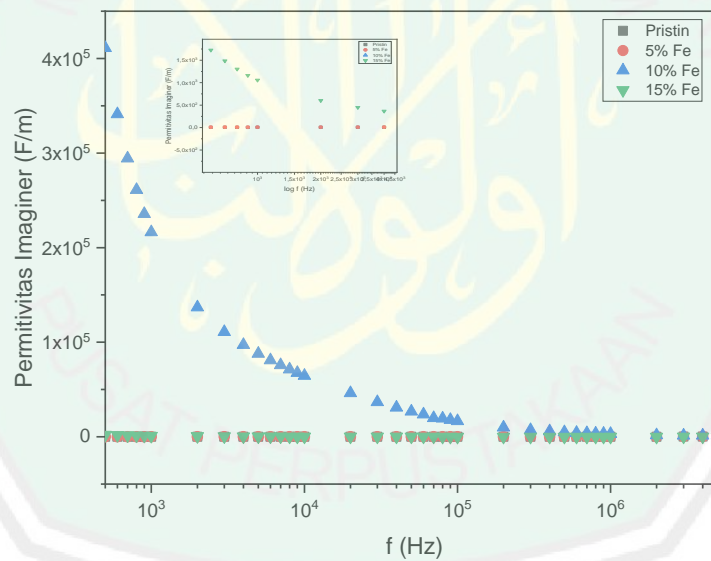
Sedangkan untuk mendapatkan nilai permittivitas imajiner menggunakan persamaan:

$$\epsilon_r'' = \epsilon_r' \cdot D \quad 4.5$$

Dengan D adalah faktor disipasi, yaitu faktor yang menunjukkan besarnya daya yang hilang di dalam kapasitor. Dapat dilihat pada gambar 4.6 hubungan antara frekuensi dengan permittivitas riil.



(a)



(b)

Gambar 4.8 (a) Grafik Pengaruh Frekuensi terhadap Permittivitas Riil pada sampel MnO_2 , $0,95 \text{ MnO}_2:0,05 \text{ Fe}$, $0,90 \text{ MnO}_2:0,10 \text{ Fe}$, $0,85 \text{ MnO}_2:0,15 \text{ Fe}$. (b) Grafik Pengaruh Frekuensi terhadap Permittivitas Imaginer pada sampel MnO_2 , $0,95 \text{ MnO}_2:0,05 \text{ Fe}$, $0,90 \text{ MnO}_2:0,10 \text{ Fe}$, $0,85 \text{ MnO}_2:0,15 \text{ Fe}$.

Besarnya nilai konstanta dielektrik yang diperoleh dari RCL meter adalah, bahwa semakin kecil frekuensi yang diberikan, nilai konstanta dielektrik yang dihasilkan semakin besar. Variasi nilai konstanta dielektrik yang diberikan mulai dari rentang 5 Hz sampai 5 MHz dengan tegangan 1,5 volt. Besarnya nilai konstanta dielektrik bergantung pada besarnya nilai frekuensi yang diberikan, ditunjukkan pada Gambar 4.8.

4.2 Pembahasan

Proses pendopongan Fe^{3+} telah dilakukan pada sampel MnO_2 menggunakan metode sol-gel. Spektrum XRD Gambar 4.2 menunjukkan puncak difraksi dari sampel MnO_2 dan sampel doping Fe^{3+} dengan variasi (5, 10, 15%) pada rentang 2θ (10° - 65°). Sampel MnO_2 tanpa doping yang memiliki bidang fase tetragonal α - MnO_2 (JCPDS No. 29-1020), space group (I4/M, $a=b=9,78 \text{ \AA}$, dan $c=2,86 \text{ \AA}$) menunjukkan nilai konstanta kisi standart untuk α - MnO_2 murni sudah sesuai dengan nilai eksperimen. Intensitas relatif paling tinggi pada puncak difraksi dari sampel MnO_2 dan sampel doping Fe^{3+} dengan variasi (5, 10, 15%) berturut-turut pada sudut $2\theta = 37,3986; 37,2831; 37,3439; \text{ dan } 37,4008$ yang memiliki kristalinitas yang baik jika dibandingkan dengan puncak-puncak yang lainnya. Tingginya intensitas dipengaruhi oleh banyaknya bidang-bidang pemantul dan interferensi dari suatu gelombang yang terdifraksi, sehingga menyebabkan semakin tinggi intensitasnya. Pada Gambar 4.2 teramati bahwa sampel MnO_2 dengan penambahan doping Fe^{3+} 10% memiliki kristalinitas yang baik dan atom-atom dapat terdepresiasi secara merata atau homogen.

Berdasarkan spektrum XRD dapat ditentukan parameter kisi, FWHM (*Full Width Half Maximum*), ukuran kristal dan sudut difraksi. Proses pendopongan menyebabkan puncak difraksinya menurun sehingga nilai FWHM semakin meningkat dan pola difraksinya semakin lebar. Puncak difraksi yang menurun mengindikasikan terbentuknya semikristal dari kombinasi antara amorf dan kristal. Hal ini ditunjukkan pada pergeseran puncak tiap masing-masing sampel MnO_2 dengan pendopongan Fe^{3+} . Adanya pergeseran puncak menunjukkan bahwa telah terjadi perubahan nilai parameter kisi. Pengaruh proses pendopongan juga menyebabkan parameter kisinya semakin meningkat, karena atom Fe^{3+} mensubstitusi atom Mn^{4+} . Fe^{3+} memiliki jari-jari ion lebih besar dari pada jari-jari ion Mn^{4+} , sehingga terjadi vakansi oksigen berdasarkan reaksi doping. Adanya vakansi oksigen menyebabkan jumlah kristal berkurang yang dapat diamati pada penurunan puncak intensitas sampel yang didoping dengan Fe^{3+} . Penambahan jumlah doping Fe^{3+} menyebabkan jumlah vakansinya semakin banyak.

Pengaruh proses pendopongan juga terlihat pada hasil SEM yang didapatkan morfologi sampel MnO_2 dan sampel doping Fe^{3+} 10% dengan perbesaran 1000x terlihat ukuran partikelnya masih sangat mirip belum ada perubahan yang signifikan pada permukaan kedua sampel dengan bongkahan kecil-kecil. Sedangkan morfologi sampel pada gambar 4.5 (c) MnO_2 dan (d) sampel doping Fe^{3+} 10% dengan perbesaran 20.000x menunjukkan butiran-butiran berbentuk amorf. Hal ini sesuai dengan prinsip SEM, ketika kristal ditembakkan dengan SEM maka kristal akan terpantul dengan baik, sedangkan yang amorf warnanya akan semakin gelap karena menyerap cahaya. Ukuran kristal yang

dihasilkan sebesar 20-50 nm pada sampel MnO_2 dengan penambahan doping Fe^{3+} 10%.

Gambar 4.6 menunjukkan bahwa pada sampel doping Fe^{3+} 10% memiliki nilai konduktivitas yang baik, hal ini disebabkan karena elektron bebas yang bergerak semakin banyak. Elektron bebas (terlepas dari pita valensi) yang bergerak ini disebabkan terjadinya ikatan atom-atom yang bergetar. Apabila di dalam bahan diberi medan listrik, yaitu dengan memberi beda potensial maka elektron bebas akan bergerak menjadi arus listrik, sehingga arus listrik yang dihasilkan semakin banyak dan menjadikan sampel MnO_2 dengan penambahan doping Fe^{3+} bersifat konduktif. Konduktivitas listrik yang besar diperoleh pada sampel dengan penambahan doping 10% sebesar $5,27 \times 10^{-8}$ S/cm, yang menyebabkan banyak arus listrik yang mengalir dan peningkatan mobilitas atom-atom.

Semakin banyak konsentrasi atom Fe^{3+} yang ditambahkan pada sampel MnO_2 akan meningkatkan arus atau aliran elektron semakin tidak konduktif. Hariyanto, et al, (2011) menyatakan bahwa semakin banyak jumlah Fe^{3+} yang ditambahkan ke dalam suatu matriks akan menurunkan daya hantar listrik. Jari-jari ion Fe^{3+} ($0,64 \text{ \AA}$) yang lebih besar dari jari-jari ion Mn^{4+} ($0,53 \text{ \AA}$), maka pada saat doping Fe^{3+} menggantikan Mn volume struktur kristalnya akan semakin mengembang (lebih besar), jarak antar atom dan sudut antar atom akan semakin besar, akibatnya energi ikat terhadap elektron terluar akan relatif semakin lemah dan dipol semakin kecil. Semakin lemah energi ikat terhadap elektron terluar semakin besar konduktivitasnya, sehingga dielektrisitas bahan akan menurun.

Nilai konduktivitas terendah diperoleh pada sampel MnO_2 sebesar $5,8 \times 10^{-9} \text{S/cm}$. Menurut (Pandolfo, 2006) bahwa material elektroda memiliki sifat fisik yaitu memiliki nilai konduktivitas yang tinggi, hasil penelitian pada sampel doping 10% Fe^{3+} menunjukkan nilai konduktivitas yang tinggi dibandingkan sampel dengan variasi doping 5% dan 15%, sehingga pada sampel doping 10% Fe^{3+} bisa diaplikasikan sebagai material elektroda yang memungkinkan. Pada sampel MnO_2 tanpa doping menghasilkan nilai parameter kisi sebesar 9.866 \AA , Pengaruh proses penambahan doping Fe^{3+} 5%, dan 10%, menunjukkan penurunan pada nilai parameter kisi berturut-turut sebesar 9.8511 , dan 9.8508 , akan tetapi nilai parameter kisinya meningkat pada doping Fe^{3+} 15% sebesar 9.8702 , disebabkan adanya penurunan puncak difraksi dan bertambah lebar pola difraksinya sehingga dapat meningkatkan nilai parameter kisi. Hal ini mempengaruhi sifat listrik pada sampel MnO_2 dengan pendopongan Fe^{3+} yang menunjukkan semakin besar parameter kisi yang dihasilkan semakin kecil nilai konduktivitas dan kapasitansi ditunjukkan pada sampel doping Fe^{3+} 15%.

Besarnya nilai konduktivitas dipengaruhi oleh tingkat kristalinitas yang terbentuk pada katoda MnO_2 . Semakin rendah nilai FWHM (Full Width Half Maximum) maka kristalinitas yang terbentuk akan tinggi. Semakin tinggi mobilitas ion yang bergerak dalam kisi-kisi kristal akan menyebabkan naiknya nilai konduktivitas bahan hal ini ditunjukkan pada sampel doping Fe^{3+} 10%.

Kemampuan polarisasi bahan dielektrik berubah seiring bertambahnya frekuensi mengakibatkan perubahan nilai kapasitansi dan konstanta dielektrik. Pada frekuensi rendah nilai kapasitansi semakin tinggi, karena interaksi dipol

bahan dielektrik tidak terpengaruh seperti pada frekuensi tinggi. Pada frekuensi tinggi nilai kapasitansi dan konstanta dielektrik semakin rendah karena dipol-dipol tidak dapat berinteraksi pada arus bolak balik. Gambar 4.7 menunjukkan frekuensi sangat berpengaruh pada kapasitansi. Terlihat bahwa nilai kapasitansi tertinggi yaitu pada sampel MnO_2 dengan doping Fe^{3+} 10%. Hal ini dikarenakan perubahan struktur kristal pada sampel.

Hubungan antara frekuensi dengan permitivitas riil dan imajiner menunjukkan hasil plot yang sesuai dengan hasil konduktivitas dan kapasitansi dari sampel MnO_2 . Permitivitas sangat dipengaruhi oleh banyaknya muatan yang tersimpan dalam bahan dielektrik. Jika kapasitor diisi dengan bahan dielektrik, dan dirangkaikan pada arus bolak-balik (AC), maka sifat yang terjadi dapat dianalisa dengan menggunakan permitivitas kompleks. Gambar 4.8 menunjukkan adanya polarisasi *space range* (muatan ruang) yang berada pada range frekuensi $10^0 - 4 \times 10^4$ Hz.

Polarisasi *space range* (muatan ruang) terjadi pada frekuensi $10^0 - 4 \times 10^4$ Hz. Polarisasi ini terjadi jika ada penghantaran muatan lokal dalam dielektrik. Hal ini menunjukkan bahwa pada sampel MnO_2 terdapat *defect* yang menyebabkan tidak sempurnanya penempatan posisi ion, yang ditunjukkan dalam hasil XRD pada Gambar 4.2. Polarisasi inilah yang menyebabkan terjadinya loss dielektrik pada frekuensi tinggi.

Ciptaan Allah diatas muka bumi dengan ukuran-ukuran yang cermat dan teliti, dengan perhitungan-perhitungannya yang mapan dan rumus-rumus serta

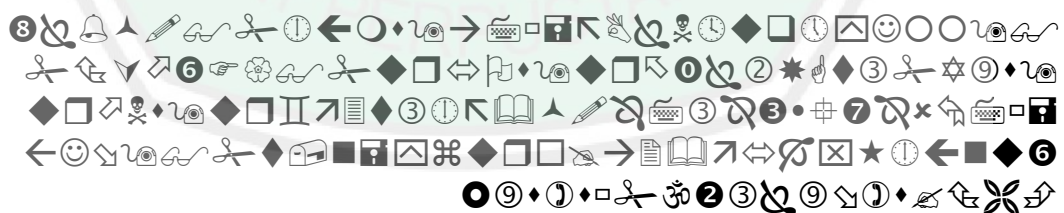
persamaan yang seimbang dan rapi (Abdusysyakir, 2007). Segalanya saling melengkapi antara satu sama lain. Q.S Al-Qomar (54): 49 menjelaskan bahwa:



“*Sesungguhnya Kami menciptakan segala sesuatu menurut ukuran*” (Q.S Al-Qamar (54): 49).

Ayat diatas menjelaskan bahwa alam dan isinya diciptakan oleh Allah dengan ukuran, takaran, dan hitungan yang seimbang. Shihab (2003) menafsirkan bahwa kata *qadar* pada ayat di atas diperselisihkan oleh para ulama. Dari segi bahasa kata tersebut dapat berarti *kadar* tertentu yang tidak bertambah atau berkurang, atau berarti kuasa. Tetapi karena ayat tersebut berbicara tentang segala sesuatu yang berada dalam kuasa Allah, maka lebih tepat memahaminya dalam arti ketentuan dan system yang telah ditetapkan terhadap segala sesuatu. Tidak hanya terbatas pada salah satu aspeknya saja. Manusia misalnya, telah ada kadar yang ditetapkan Allah baginya. (Nofandika, 2009).

Q.S Al-Furqaan (25):2 dijelaskan bahwa:



“*Yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu baginya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya*” (Q.S Al-Furqaan (25):2).

Ayat diatas menjelaskan bahwa segala sesuatu yang ada di alam ini ada ukurannya, ada hitung-hitungannya, ada rumusnya, atau persamaannya. Ahli

matematika atau fisik tidak membuat suatu rumus sedikitpun. Mereka hanya menemukan rumus atau persamaan, sehingga rumus-rumus yang ada sekarang bukan diciptakan oleh manusia itu sendiri melainkan sudah disediakan. Manusia hanya menemukan dan menyimbolkan dalam bahasa Matematika (Abdusysykir, 2007). Oleh karena itu, semua hasil perhitungan yang didapatkan dari hasil karakterisasi sudah ditetapkan dengan menggunakan rumus-rumus yang ada.



BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan tentang sintesis dan karakterisasi MnO_2 dengan pendopongan Fe^{3+} sebagai elektroda penyimpanan energi, didapatkan kesimpulan sebagai berikut:

1. Pengaruh penambahan doping Fe^{3+} menyebabkan penurunan pada puncak difraksi pada sampel MnO_2 dan terjadi pelebaran parameter kisi yang ditunjukkan oleh hasil analisis XRD bahwa pada sampel doping Fe^{3+} 15% mengalami kenaikan parameter kisi a dan b sebesar 9.8765 Å. Dan pengaruh penambahan doping Fe^{3+} terhadap morfologi permukaan ditunjukkan oleh hasil analisis SEM bahwa struktur morfologi permukaan sampel yang dihasilkan menjadi semi kristal dengan persebaran 20.000x dan rata-rata ukuran butir sebesar 20-50 nm.
2. Pengaruh penambahan doping Fe^{3+} terhadap sifat listrik ditunjukkan oleh hasil analisis sifat listrik berdasarkan pengujian dengan menggunakan LCR meter mengalami peningkatan nilai konduktivitas, kapasitansi dan permitivitas dari sampel MnO_2 . Kapasitansi tertinggi pada sampel doping Fe^{3+} 10% sebesar $5,36 \times 10^{-14}$ F/cm. Dan nilai konduktivitas tertinggi juga terdapat pada sampel doping Fe^{3+} 10% sebesar $5,27 \times 10^{-8}$ S/cm. Pada sampel doping 10% Fe^{3+} dapat diaplikasikan sebagai material elektroda karena memiliki nilai konduktivitas yang tinggi, dilihat dari hasil XRD

pada sampel doping 10% Fe^{3+} menunjukkan nilai parameter kisinya menurun sehingga sifat listrik yang dihasilkan semakin meningkat.

5.3 Saran

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka saran yang diberikan sebagai berikut:

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan penambahan elektrolit supaya dapat diketahui sifat listrik dari suatu bahan yang lebih baik.
2. Penambahan variasi doping untuk mengetahui sifat listrik yang baik sebagai penyimpan energi.
3. Mengoptimalkan sifat listrik dalam pembuatan slurry yang memenuhi syarat sehingga dapat menghasilkan sifat listrik yang baik.
4. Diaplikasikan sebagai elektroda superkapasitor atau pada baterai untuk mengetahui performa MnO_2 yang di doping dalam aplikasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdusysyagir. 2007. Sejarah Matematika dan Perkembangannya. Yogyakarta: Tiara Wacana Yogya.
- Arepalli, S., Fireman, H., Huffman, C., Moloney, P., Nikolaev, P., Yowell, I., Higgins, C.D., Kim, K., Kohl, P.A., Turano, S.P., 2005. *Carbon-nanotube Based Electrochemical Double Layer Capacitor Technologies for Space Flight Applications*, J. Mater., 57, 26-31.
- Askari, M., Zakariah. 2012. Fermentasi Asam Laktat Pada Silase. Yogyakarta: Fakultas peternakan Universitas Gadjah Mada.
- Al-Qur'an Al Karim. 2015. Kementrian Agama RI.
- Chen, T dan Dai, L. 2013 *Carbon Nanomaterials for High-Performance Supercapacitors*. Materials Today, 16,272-280.
- Ching, Stanton. 1997. *Sol-Gel Route to the Tunneled Manganese Oxide Cryptomelane*. Chem. Mater., Vol.9, No.3. 750-754.
- Conway, B.E. 1999. *Electrochemical Supercapacitor: Scientific Fundamentals and Technological Applications*. New York: Kluwer Academic-Plenum Publisher.
- Fitriana, Nur Vinda. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Superkapasitor Berbasis Nanokomposit TiO₂/C.
- Gao, Qi. 2018. *Fe doped δ -MnO₂ nanoneedles as advanced supercapacitor electrodes*. Ceramics International. 770-775.
- Hariyanto, M.L., H. Setiawati, S. Ilmiah, L. Mabrurroh, A. Aliyatulmuna, dan A. Fansuri. 2011. Pengaruh Komposisi Fe Terhadap Konduktivitas Ion Oksigen Pada Oksida Perovskit La_{0.7}Sr_{0.3}Co_{1-y}Fe_yO_{3- δ} . Prosiding Seminar Nasional Kimia Unesa. ISBN:978-979-028-378-7.
- Hashemzadeh, Fatemeh. 2009. *A Comparative Study of Hydrothermal and Sol-Gel Methods in the Synthesis of MnO₂ Nanostructures*. J Sol-Gel Sci Technol, 51:169-174.
- Hashem, Ahmed. 2011. *Synthesis, structure, magnetic, electrical and electrochemical properties of Al, Cu and Mg doped MnO₂*. Materials Chemistry and Physics. 33-38.
- Huang. 2010. *Effect of histamine-2-receptor antagonis versus sucralfate on stress ulcer prophylaxis in mechanically ventilated patient: a-meta analysis of 10 randomized controlled trials*. Department of colorectal, Guangsi Medical University, China, 14(5), 1-9.

- Holleman, A.F. (2001). *Inorganic Chemistry*. San Diego:Academic Press. ISBN 0-12-352651-5.
- Hotta, M., Hayashi, M., dkk. 2011. *Complex Permittivity of Graphite, Carbon Black AND Coal Powders in the Range of X-band Frequencies (8.2 to 12.4 GHz) and between 1 and 10 GHz*. ISIJ International, Vol.51, No. 11, pp.1766-1772.
- Kazmi, 2016. *Electrical And Optical Properties of Graphene-TiO₂ Nanocomposite And its Applications in dye Sensitized Solar Cells (DSSC)*. Journal of Alloys and Compounds, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.08.319.1-26.
- Kisi, E.H. 1994. "Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patterns". Materials Forum 18, 135-153, Australia.
- Kozt R. M., Carlen. 1999. *Principles and applications of electrochemical capacitors*. **Electrochimica Acta** 45:2483-2498.
- Liu, Wen Jay. 2014. *Synthesis, characterization and electrochemical properties of Fe/MnO₂ nanoparticles prepared by using sol-gel reaction*. Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers, hal. 475-480.
- Masrukan. 2008. Analisis Kualitatif dengan Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X pada Penambahan Unsur Zr Terhadap Pembentukan Fasa Paduan U-Zr, Urania. Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir-Batan Kawasan Puspiptek:Serpong Tangerang.
- Maylani, Shinta Amanda. 2015. "Preparasi Nanopartikel Fe₃O₄ (Magnetit) serta Aplikasinya sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium". Skripsi. Semarang:Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi.
- Moulson, A.J and J.M Herbert. 1990. *Electroceramic*, Chapman and Hall.
- Newham, Robert E. 2005. *Properties Of Material*. New York: Oxford University Press.
- Ningsih, Sherly Kusuma Warda. 2013. Pengaruh Aditif pada Sintesis Nanopartikel Mn₂O₃ Melalui Proses Sol-Gel." Jurnal Kimia 07, no.01.
- Nofandika, F. F. 2009. Teori Graf. UIN-Malang Press: Malang.
- Nuwaiir. 2009. Kajian Impedansi dan Kapasitansi Listrik pada Membran Telur Ayam Ras. Skripsi IPB:Bogor.
- O'Dwyer. 1952. *The Frequency Dependent of the Dielectric Properties of Dipole Substance*. *Electrotechnology*. Vol 25. Hal 647-651.

- Pandolfo, A.G. dan Hollenkamp, A.F. 2006. *Carbon Properties and Their Role In Supercapacitor*. Australia: CSIRO Division of Energy Technology.
- Pang, Xu. 2009. *Sn doped MnO₂ Electrode Material for Supercapacitor*. ActaPhysico-Chimica Sinica. 433-437.
- Poonguzhali, Ramaswamy. 2015. *Effect of Fe doping on the electrochemical capacitor behavior of MnO₂ nanocrystals*. Journal of Power Sources. 790-798.
- Pradyot, Patnaik. 2002. *Handbook of Inorganic Chemicals*, McGraw-Hill. ISBN 0-07-049439-8.
- Ratnasari, D., Hermanihadi, S., Indriyanto, W., Fathony, A., Devi WH. F., Agung R, P. Dan Amin Rais , Y. 2009. *Tugas Kimia Fisika X-Ray Diffraction (XRD)*. Surakarta: FT UNS.
- Saryanto, Henri. 2013. Teori Dasar X-Ray Diffraction (XRD) <http://fathul-ilmu.blogspot.co.id/Diakses> 08 Januari 2018
- Shihab, M. Quraish. 2003. *Tafsir Al Misbah: Pesan dan Kesan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sinuhaji P., dan Marlianto E. 2012. *Teknologi Film Tipis*. Medan: USU Press.
- Tooley, Mike. 2003. *Rangkaian Elektronika Prinsip dan Aplikasi*. Jakarta: Erlangga.
- Troitzsch, U. 2007. *X-Ray Diffraction (XRD)*. Australia: Departement of Earth and Marine Sciences Australian National University.
- Viscarina, Vanda Piranty. 2014. Sintesa partikel MnO₂ dengan Teknik Elektrokimia dalam Sel Membran. Jurnal Teknik Pomits Vol.2, No. 1, ISSN: 2337-3539 (2301-9271).
- Vlanck, V. Lawrence. 2004. *Elemen-elemen Ilmu dan Rekayasa Material Edisi Ke-6*. Jakarta:Erlangga.
- Wang, Gui-Xin. 2004. *Manganese Oxide/MWNTs Composite Electrodes For Supercapacitor*. Solid state ionics vol 176 hal 1169-1174.
- Wang, W., Gao, Z., Wang, J., Wang, B., Liu, Q., Li, Z., Mann, T., Yang, P., Zhang, M., Liu, L. 2012. *Synthesis of Reduced Graphene Nanosheet/Urchin-Like Manganese Dioxide Composite and High Performance as Supercapacitor Electrode*. Electrochim.Acta,69,112-119.
- Xu S, Hansen B J and Wang Z L. 2010. Nature Communications. Vol. 1, hal. 93.

Yin, Yijing. 2010. “*An Experimental Study on PEO Polymer Electrolyte Based All-Solid-State Supercapacitor*”. Open Access Dissertations. Paper 440.

Yudi Miswar, dkk. 2010. *Sintesa dan Karakterisasi Nanokristalin ZnCo₂O₄ dengan Metode Sonokimia Menggunakan Ultrasonic Bath Untuk Bahan Komposit Superkapasitor Simetris ZnCo₂O₄/Carbon Nanotube*. Malang:Universitas Negeri Malang.

Zhou, Juanjuan. 2012. “*An Experimental Study of All-Solid-State Mediator Supercapacitor and Fundamental Study of Interfaces in Polymer Electrolyte Fuel Cell*”. Open Access Dissertations. Paper 784.



LAMPIRAN



Lampiran 1 Gambar Penelitian.



Menimbang massa $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



Menimbang Kalium Permanganat



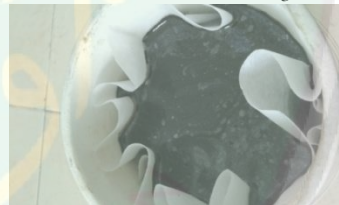
Menimbang massa Asam Fumarid



Proses stirr larutan KMnO_4 dengan asam fumarid dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$



Proses pengendapan dengan metode sol-gel



Proses penyaringan sampel MnO_2



Proses penyaringan dan pencucian menggunakan aquaes



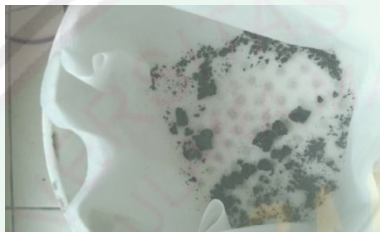
Proses pemanasan setelah disaring



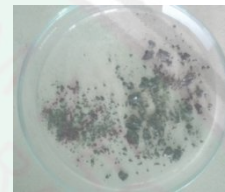
Proses pemanasan selama ± 2 jam



Proses dikalsinasi



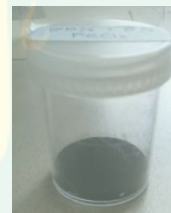
Proses pencucian dengan HCl dan aquades setelah dikalsinasi



Sampel hasil pemanasan pada suhu 110°C



Sampel setelah digerus dan diayak menggunakan 250 mesh



Sampel siap diuji



Proses melarutkan PVDF yang ditambahkan dengan DMSO



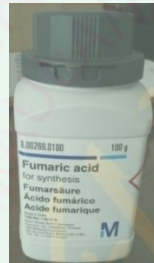
Hasil slurry sampel MnO_2



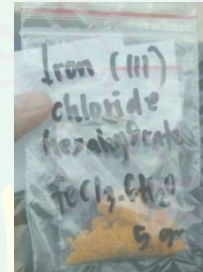
Proses penggerusan



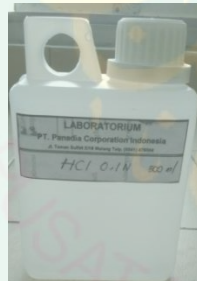
Hasil sampel MnO_2 setelah digerus menggunakan mortar dan alu



Bahan Asam Fumarid



Bahan $FeCl_3 \cdot 6H_2O$



Bahan HCl 0,1 N



Aquades



$KMnO_4$



DMSO

Lampiran 2 Perhitungan Massa Sampel MnO₂, Dopan dan Pembuatan Slurry.

A. Perhitungan Massa Sampel

1) PRISTIN

Asam fumaric (C₄H₄O₄) 0,78 gram (6,7 mmol)

KMnO₄ 3,16 gram (20 mmol) → 200 ml

2) DOPAN

a. Massa KMnO₄

$$\frac{95}{100} \times 20 = 19$$

$$m = n \times Mr$$

$$= 19 \times 158 = 3002 \text{ mg} = 3,002 \text{ gr}$$

b. Massa KMnO₄

$$\frac{90}{100} \times 20 = 18$$

$$m = n \times Mr$$

$$= 18 \times 158 = 2844 \text{ mg} = 2,844 \text{ gr}$$

c. Massa KMnO₄

$$\frac{85}{100} \times 20 = 17$$

$$m = n \times Mr$$

$$= 17 \times 158 = 2686 \text{ mg} = 2,686 \text{ gr}$$

➤ FeCl₃.6H₂O

a. 5% mol dari 20 mmol KMnO₄

$$\frac{5}{100} \times 20 = 1 \text{ mmol}$$

$$m = n \times Mr$$

$$= 1 \times 270,2 = 270,2 \text{ mg} = 0,2702 \text{ gr}$$

b. 10% mol dari 20 mmol KMnO₄

$$\frac{10}{100} \times 20 = 2 \text{ mmol}$$

$$m = n \times Mr$$

$$= 2 \times 270,2 = 540,4 \text{ mg} = 0,5404 \text{ gr}$$

c. 15% mol dari 20 mmol KMnO₄

$$\frac{15}{100} \times 20 = 3 \text{ mmol}$$

$$m = n \times Mr$$

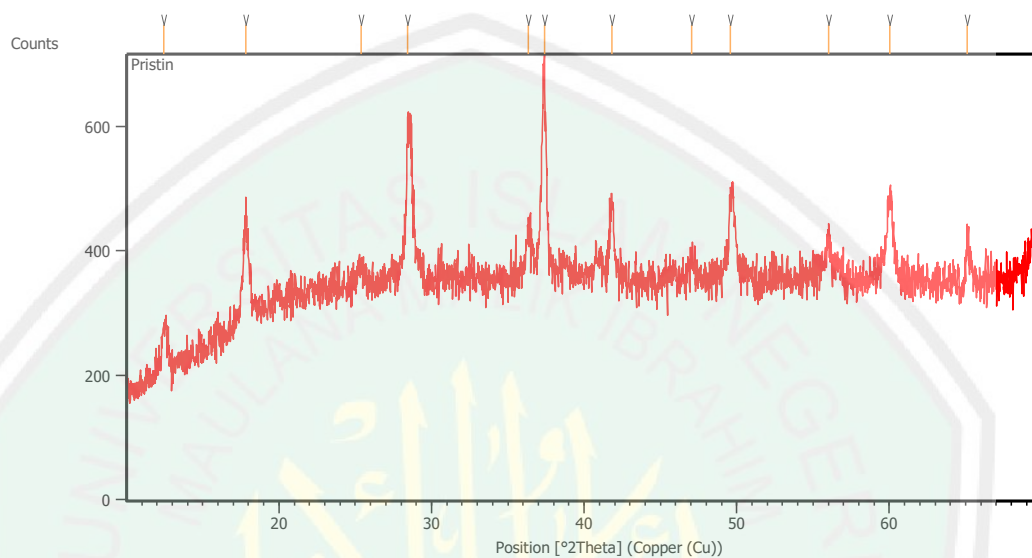
$$= 3 \times 270,2 = 810,6 \text{ mg} = 0,8106 \text{ gr}$$

Perhitungan pembuatan Slurry

No	Bahan	Persentase (%)	Massa (gr)
1	Material Aktif	60	0,1
2	PVDF	40	0,08

Lampiran 3 Data Hasil XRD dan Perhitungan Ukuran Kristal. Hasil Uji XRD

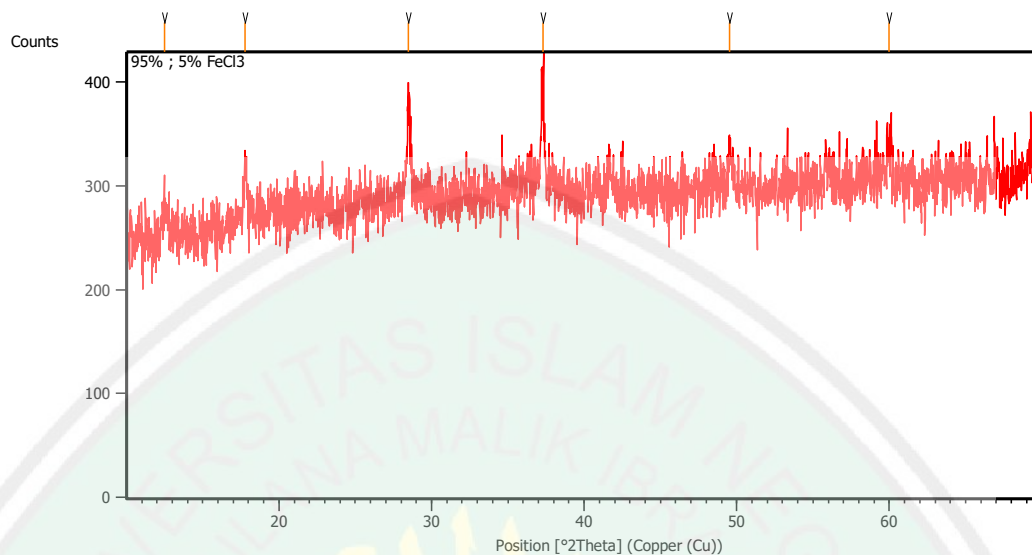
➤ MnO₂



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.4674	76.84	0.3346	7.09991	21.87
17.8276	163.81	0.2007	4.97544	46.62
25.3675	29.41	0.4015	3.51113	8.37
28.4114	228.37	0.1673	3.14150	65.00
36.3392	76.49	0.4015	2.47229	21.77
37.3986	351.33	0.1004	2.40466	100.00
41.8399	116.28	0.2342	2.15911	33.10
47.0198	29.67	0.4015	1.93262	8.44
49.5961	147.07	0.1171	1.83810	41.86
56.0423	67.73	0.2007	1.64100	19.28
60.0320	134.88	0.3346	1.54113	38.39
65.1102	66.53	0.2676	1.43267	18.94

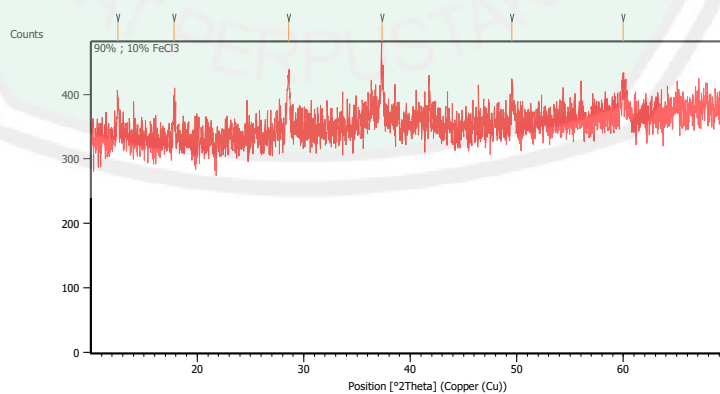
➤ **0,95 MnO₂ : 0,05 Fe³⁺**



Peak List:

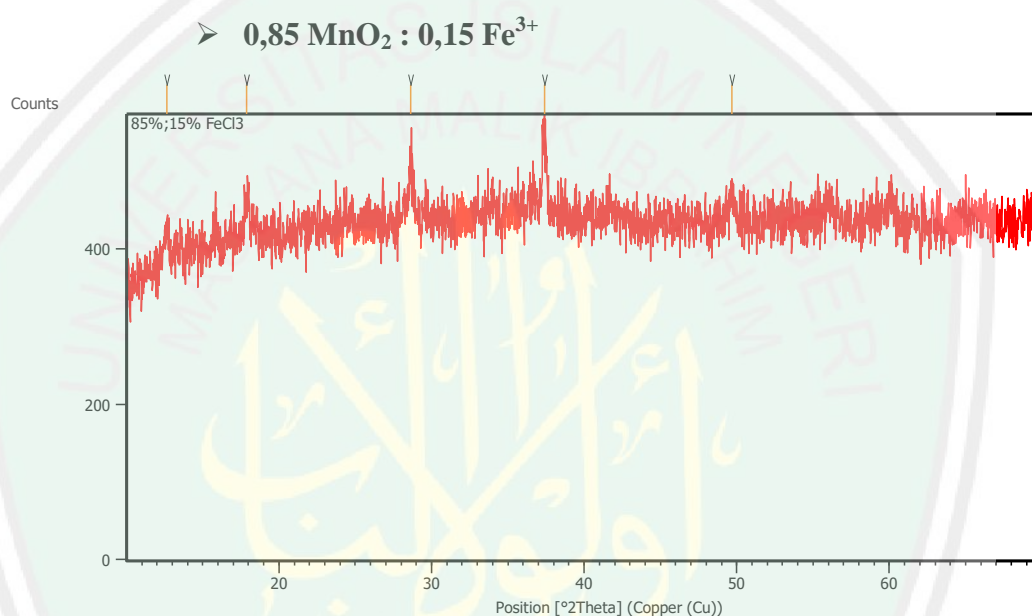
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.4829	32.98	0.4015	7.09112	34.40
17.7881	50.16	0.2007	4.98640	52.33
28.4770	93.78	0.1673	3.13441	97.83
37.2831	95.86	0.2342	2.41185	100.00
49.5263	40.86	0.3346	1.84052	42.62
59.9578	31.28	0.4015	1.54286	32.63

➤ **0,90 MnO₂ : 0,10 Fe³⁺**

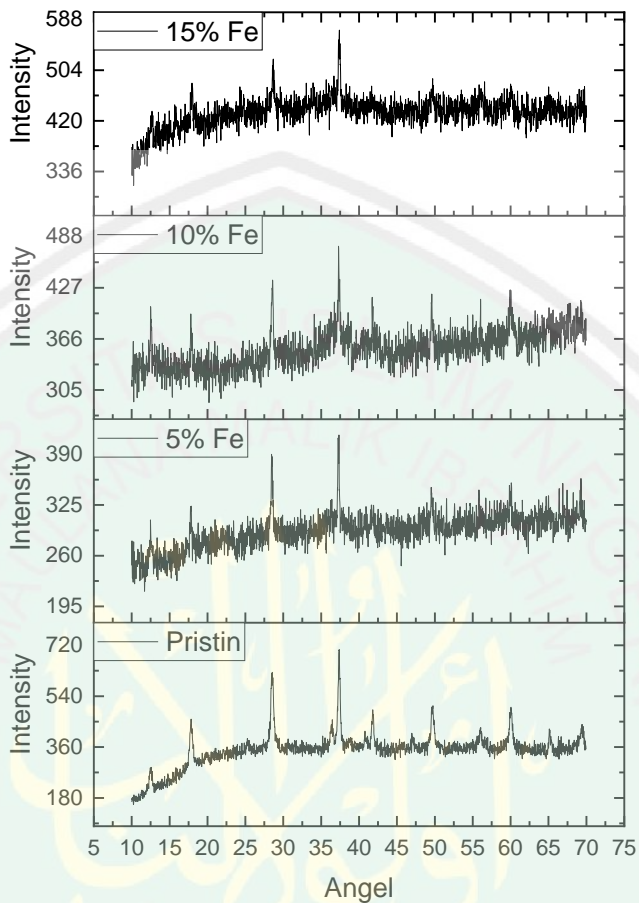


Peak List

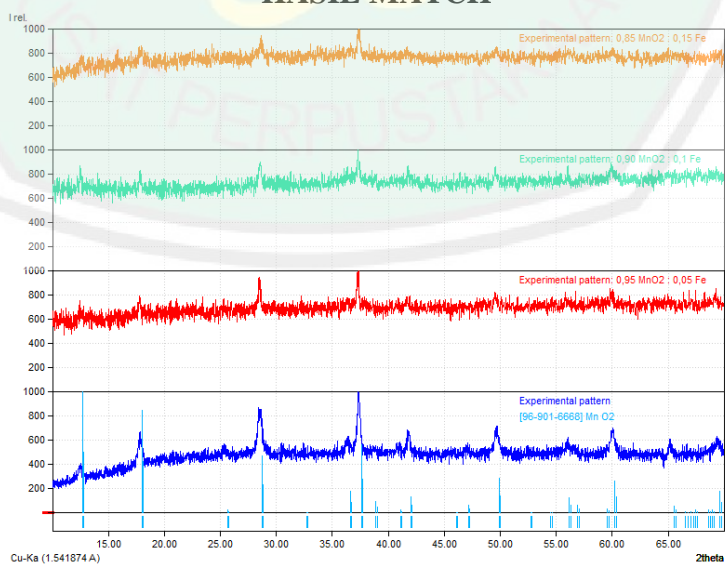
Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
12.5409	60.54	0.2007	7.05848	66.99
17.8384	50.52	0.2676	4.97247	55.90
28.5929	90.37	0.2676	3.12198	100.00
37.3439	86.65	0.2007	2.40805	95.88
49.5523	55.34	0.2676	1.83962	61.23
59.9846	43.65	0.4015	1.54223	48.30

**Peak List**

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
12.6490	47.36	0.3346	6.99837	48.88
17.8950	52.14	0.4015	4.95686	53.82
28.6396	69.13	0.2676	3.11699	71.36
37.4008	96.88	0.2676	2.40452	100.00
49.6591	36.25	0.4015	1.83591	37.42



HASIL MATCH



JCPDS 29-1020

MnO2

0 4 1 0 0 0 0 0 0 1 0 0
 0011100000050000000 0.000 0.000 0.00000
 1.54056 1.54433 0.50000 1.00 7.0000 1.0000 0.00 20.0000 0.0000 0.000
 300.100.900.900.900.90 10.025 0.017 69.985 0.000 0.000
 14
 0.026 0.000
 -0.191969 11.000
 538.007019 -1.305430 -0.006296 1.33040E-4 0.00000E+0-1792.900024
 21.000 31.000 41.000 51.000 0.000 61.000

MnO2

3 1 0.0 0.0 1.0 0.0 0.0 1.0
I 4/M
 MN MN 0.33000 0.15000 0.50000 0.60000 1.00000
 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000
O1 O 0.31499 0.16000 0.00000 0.60000 1.00000
 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000
O2 O 0.58699 0.16000 0.00000 0.60000 1.00000
 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000
 3.771620E-06 0.0000
 1.50000-3.00000 1.10000 0.00000
 9.8690 9.8690 2.8737 90.0000 90.0000 90.0000
 0.77780 0.00000 0.14010 0.00000
 4.01270-0.26300 0.00418 0.00000
 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000
 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000
 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000
 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000
 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000
 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000
 71.000 0.000
 81.000 91.000 0.000 0.000
 101.000 101.000 111.000 0.000 0.000 0.000
 121.000 0.000 131.000 0.000
 141.000 0.000 0.000 0.000

PERHITUNGAN UKURAN KRISTAL

Ukuran kristal pada sampel dapat dihitung menggunakan persamaan Debye Scherrer sebagai berikut:

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta}$$

Dimana D adalah ukuran kristal (nm), k merupakan konstanta 0,9 dan λ adalah 0,154060 nm serta B adalah nilai FWHM (Full Widht Half Maximum) dan θ adalah sudut Bragg.

Tabel Ukuran Kristal

Sampel	Rata-rata D (nm)
MnO ₂	21,196
0,95 MnO ₂ :0,05 Fe ³⁺	30,917
0,90 MnO ₂ :0,05 Fe ³⁺	25,919
0,85 MnO ₂ :0,15 Fe ³⁺	26,866

➤ **TABEL PERHITUNGAN UKURAN KRISTAL**

PRISTIN							
2 θ (derajat)	θ (derajat)	FWHM (DERAJAT)	FWHM (RAD)	cos θ	K	Lamda	D (nm)
12,4674	6,2337	0,35336	0,0061838	0,994087	0,9	0,15406	22,5555
17,8276	8,9138	0,3879	0,00678825	0,987923	0,9	0,15406	20,67529
25,3675	12,68375	0,35286	0,00617505	0,975597	0,9	0,15406	23,01556
28,4114	14,2057	0,34491	0,006035925	0,969421	0,9	0,15406	23,69606
36,3392	18,1696	0,295	0,0051625	0,950138	0,9	0,15406	28,2674
37,3986	18,6993	0,2814	0,0049245	0,947214	0,9	0,15406	29,72501
41,8399	20,91995	0,46631	0,008160425	0,93408	0,9	0,15406	18,19012
47,0198	23,5099	0,21458	0,00375515	0,916991	0,9	0,15406	40,26614
49,5961	24,79805	0,36197	0,006334475	0,907792	0,9	0,15406	24,11213
56,0423	28,02115	6,55145	0,114650375	0,882774	0,9	0,15406	1,369958
60,0320	30,016	5,46869	0,095702075	0,865886	0,9	0,15406	1,67321
65,1102	32,5551	0,45157	0,007902475	0,842874	0,9	0,15406	20,81644
RATA-RATA D							21,1969

5% Fe							
2 θ (derajat)	θ (derajat)	FWHM (DERAJAT)	FWHM (RAD)	cos θ	K	Lamda	D (nm)
12,4829	6,24145	0,31374	0,00549045	0,994073	0,9	0,15406	25,40425
17,7881	8,89405	0,20947	0,003665725	0,987976	0,9	0,15406	38,28478
28,4770	14,2385	0,21715	0,003800125	0,96928	0,9	0,15406	37,64308
37,2831	18,64155	0,18589	0,003253075	0,947537	0,9	0,15406	44,98236
49,5263	24,76315	0,23625	0,004134375	0,908047	0,9	0,15406	36,93297
59,9578	29,9789	4,04642	0,07081235	0,866209	0,9	0,15406	2,260479
RATA-RATA D							30,91799

10% Fe							
2 θ (derajat)	θ (derajat)	FWHM (DERAJAT)	FWHM (RAD)	cos θ	K	Lamda	D (nm)
12,5409	6,27045	0,15276	0,0026733	0,994017	0,9	0,15406	52,17839
17,8384	8,9192	1,03837	0,018171475	0,987908	0,9	0,15406	7,723706
28,5929	14,29645	0,27751	0,004856425	0,969031	0,9	0,15406	29,46307
37,3439	18,67195	0,22974	0,00402045	0,947367	0,9	0,15406	36,40319
49,5523	24,77615	0,30835	0,005396125	0,907952	0,9	0,15406	28,30007
59,9846	29,9923	6,31804	0,1105657	0,866093	0,9	0,15406	1,44793
RATA-RATA D							25,91939

15% Fe							
2 θ (derajat)	θ (derajat)	FWHM (DERAJAT)	FWHM (RAD)	cos θ	K	Lamda	D (nm)
12,6490	6,3245	0,56348	0,0098609	0,993914	0,9	0,15406	14,14709
17,8950	8,9475	0,42394	0,00741895	0,987831	0,9	0,15406	18,91939
28,6396	14,3198	0,2394	0,0041895	0,96893	0,9	0,15406	34,15684
37,4008	18,7004	0,26245	0,004592875	0,947208	0,9	0,15406	31,87149
49,6591	24,82955	0,24775	0,004335625	0,907561	0,9	0,15406	35,23748
RATA-RATA D							26,86646



Lampiran 4 Data Hasil RCL-Meter.

PRISTIN (PENGULANG 2)										
f	Cp pF	D	Rp	θ	d	A	EPS	EPS'	EPS''	σ ac
1000	1.7454	0.01989	4.5836	-88.86	0.65	8.325	0.015391628	0.000236949	4.71292E-06	1.70223E-11
2000	1.7797	0.02208	2.0338	-88.78	0.65	8.325	0.015694099	0.000246365	5.43973E-06	3.85358E-11
3000	1.7302	0.02804	1.0834	-88.38	0.65	8.325	0.015257589	0.000232886	6.53011E-06	7.13648E-11
4000	1.7138	0.03355	692.06	-88.08	0.65	8.325	0.015112967	0.00022853	7.66719E-06	1.12772E-10
5000	1.7117	0.03407	545.83	-88.05	0.65	8.325	0.015094448	0.000227975	7.76709E-06	1.42974E-10
6000	1.7052	0.03475	457.85	-88.01	0.65	8.325	0.015037129	0.000226252	7.86225E-06	1.74329E-10
7000	1.7012	0.03497	382.18	-88.00	0.65	8.325	0.015001855	0.000225193	7.87501E-06	2.04192E-10
8000	1.6978	0.03620	323.71	-87.93	0.65	8.325	0.014971873	0.000224304	8.1198E-06	2.41087E-10
9000	1.6911	0.03663	285.47	-87.90	0.65	8.325	0.014912789	0.00022254	8.15166E-06	2.73362E-10
10000	1.6875	0.03829	246.30	-87.81	0.65	8.325	0.014881043	0.000221608	8.48536E-06	3.16824E-10
20000	1.6626	0.04737	101.05	-87.29	0.65	8.325	0.014661465	0.0002152	1.0194E-05	7.72342E-10
30000	1.6428	0.04954	65.142	-87.16	0.65	8.325	0.014486861	0.000210127	1.04097E-05	1.19716E-09
40000	1.6332	0.05159	47.223	-87.05	0.65	8.325	0.014402204	0.000207699	1.07152E-05	1.65255E-09
50000	1.6282	0.05452	35.856	-86.88	0.65	8.325	0.014358112	0.000206462	1.12563E-05	2.17632E-09
60000	1.6328	0.05728	28.385	-86.72	0.65	8.325	0.014398677	0.000207662	1.18949E-05	2.75154E-09
70000	1.6318	0.05948	23.433	-86.60	0.65	8.325	0.014389859	0.000207434	1.23382E-05	3.33138E-09
80000	1.6393	0.06472	18.928	-86.33	0.65	8.325	0.014455997	0.000209413	1.35532E-05	4.16175E-09
90000	1.6470	0.06775	15.077	-86.18	0.65	8.325	0.014523898	0.000211427	1.43242E-05	4.92418E-09
100000	1.6504	0.07108	13.493	-85.94	0.65	8.325	0.014553881	0.00021235	1.50938E-05	5.75209E-09

5% Fe (PENGULANG 2)										
f	Cp pF	D	Rp	θ	d	A	EPS	EPS'	EPS''	σ_{ac}
1000	2.1316	0.04478	1.6685	-87.44	0.45	7.9388	13.64658067	186.4157882	8.347698996	3.39787E-08
2000	2.1290	0.04774	782.92	-87.25	0.45	7.9388	13.62993537	185.9867185	8.879005941	7.23611E-08
3000	2.0709	0.04964	516.06	-87.15	0.45	7.9388	13.25797706	175.9903874	8.736162829	1.09782E-07
4000	2.0365	0.05172	377.79	-87.04	0.45	7.9388	13.03774701	170.2100438	8.803263464	1.49975E-07
5000	2.0255	0.04869	322.76	-87.21	0.45	7.9388	12.96732461	168.3507093	8.196996035	1.75533E-07
6000	2.0166	0.04887	269.15	-87.20	0.45	7.9388	12.91034649	166.8759632	8.15522832	2.1049E-07
7000	2.0105	0.04896	230.98	-87.20	0.45	7.9388	12.87129406	165.8686546	8.120929327	2.45279E-07
8000	2.0102	0.05553	178.82	-86.84	0.45	7.9388	12.86937345	165.8759291	9.211090341	3.17888E-07
9000	2.0045	0.05359	164.61	-86.93	0.45	7.9388	12.83288185	164.9191623	8.838017909	3.44151E-07
10000	2.0083	0.05037	157.34	-87.12	0.45	7.9388	12.85720958	165.5174098	8.33711193	3.60096E-07
20000	1.9505	0.05204	78.402	-87.02	0.45	7.9388	12.48717188	156.14046	8.125549538	7.22654E-07
30000	1.9194	0.05748	48.089	-86.71	0.45	7.9388	12.28806855	151.2458658	8.693612365	1.1782E-06
40000	1.9152	0.06136	33.855	-86.49	0.45	7.9388	12.26118	150.6192814	9.241999106	1.67331E-06
50000	1.9044	0.06210	27.015	-86.45	0.45	7.9388	12.19203801	148.9321346	9.248685557	2.10493E-06
60000	1.9040	0.06562	29.296	-85.25	0.45	7.9388	12.18947719	148.9029094	9.771008918	2.66853E-06
70000	1.9051	0.07170	16.662	-85.92	0.45	7.9388	12.19651943	149.1369629	10.69312024	3.40371E-06
80000	1.9198	0.07286	14.364	-85.86	0.45	7.9388	12.29062937	151.4599954	11.03537527	3.98339E-06
90000	1.9192	0.07725	11.928	-85.58	0.45	7.9388	12.28678815	151.41494	11.69680411	4.74984E-06
100000	1.7882	0.05036	17.455	-87.08	0.45	7.9388	11.44812139	131.2255699	6.608519702	3.20567E-06

10% Fe (PENGULANG 2)										
f	Cp pF	D	Rp	θ	d	A	EPS	EPS'	EPS''	σ_{ac}
1000	577.08	0.56167	491.03	-60.68	0.24	26.928	580.9030391	387033.2685	217384.9759	1.8142E-05
2000	507.28	0.47454	330.57	-64.61	0.24	26.928	510.6406281	288623.7971	136963.5367	2.69474E-05
3000	465.53	0.45772	248.95	-65.40	0.24	26.928	468.6140427	241509.8777	110543.9012	3.57796E-05
4000	435.55	0.45733	199.75	-65.42	0.24	26.928	438.4354313	211373.9718	96667.65852	4.45959E-05
5000	412.04	0.46173	167.31	-65.22	0.24	26.928	414.7696822	189486.9219	87491.79643	5.32432E-05
6000	392.86	0.46821	144.21	-64.91	0.24	26.928	395.4626186	172683.9691	80852.36116	6.17727E-05
7000	376.20	0.47554	127.09	-64.57	0.24	26.928	378.6922494	158797.0978	75514.3719	7.00924E-05
8000	361.88	0.48308	113.80	-64.22	0.24	26.928	364.2773823	147370.4639	71191.72371	7.82781E-05
9000	349.20	0.49065	103.21	-63.86	0.24	26.928	351.5133799	137633.3439	67529.80021	8.63089E-05
10000	338.10	0.49772	94.576	-63.54	0.24	26.928	340.3398446	129385.3382	64397.67053	9.41883E-05
20000	268.53	0.55188	53.696	-61.11	0.24	26.928	270.3089573	83455.47313	46057.40651	0.000165895
30000	230.91	0.58446	39.310	-59.70	0.24	26.928	232.4397324	62579.37261	36575.14011	0.000226613
40000	206.61	0.60488	31.838	-58.83	0.24	26.928	207.9787497	50552.67831	30578.30406	0.0002798
50000	189.62	0.61892	27.123	-58.25	0.24	26.928	190.8761944	42847.38824	26519.10553	0.00032844
60000	176.62	0.62925	23.867	-57.82	0.24	26.928	177.790072	37346.5775	23500.33389	0.000373234
70000	166.29	0.63703	21.463	-57.50	0.24	26.928	167.3916378	33222.35406	21163.63621	0.000415041
80000	157.60	0.64340	19.610	-57.24	0.24	26.928	158.6440683	29927.24822	19255.19151	0.00045404
90000	150.54	0.64858	18.112	-57.03	0.24	26.928	151.5372973	27370.55109	17751.99202	0.000491841
100000	144.39	0.65295	16.881	-56.86	0.24	26.928	145.3465547	25230.25141	16474.09266	0.000527696

15% (PENGULANG 2)										
f	Cp pF	D	Rp	θ	d	A	EPS	EPS'	EPS''	σ_{ac}
1000	7.6124	0.56088	37.286	-60.75	0.61	13.642	38.44446953	1694.580907	950.4565389	1.19896E-06
2000	6.6833	0.44037	27.043	-66.23	0.61	13.642	33.75228879	1244.7872	548.1669392	1.65291E-06
3000	6.1725	0.39235	21.903	-68.58	0.61	13.642	31.17262469	1043.849957	409.5545305	2.04018E-06
4000	5.8768	0.36447	18.589	-69.97	0.61	13.642	29.67926785	937.5411609	341.7056269	2.40588E-06
5000	5.6519	0.34706	16.227	-70.86	0.61	13.642	28.5434682	862.4021845	299.3053022	2.7541E-06
6000	5.4913	0.32966	14.653	-71.75	0.61	13.642	27.73239918	809.7988452	266.9582873	3.05003E-06
7000	5.3656	0.31913	13.278	-72.30	0.61	13.642	27.09758364	770.7635672	245.9737772	3.36585E-06
8000	5.2523	0.31065	12.193	-72.74	0.61	13.642	26.52539111	736.7643244	228.8758374	3.66541E-06
9000	5.1504	0.30317	11.314	-73.13	0.61	13.642	26.01077136	706.9688721	214.331753	3.94622E-06
10000	5.0808	0.30352	10.320	-73.12	0.61	13.642	25.65927445	688.0576011	208.8392431	4.33043E-06
20000	4.5913	0.27184	6.3758	-74.79	0.61	13.642	23.18718052	557.1564953	151.4574217	7.00956E-06
30000	4.3411	0.26404	4.6283	-75.21	0.61	13.642	21.92360973	497.1169808	131.2587676	9.65611E-06
40000	4.1739	0.26249	3.6358	-75.30	0.61	13.642	21.0792091	459.3855875	120.5841229	1.23063E-05
50000	3.9860	0.25910	3.0823	-75.47	0.61	13.642	20.13026845	418.6088151	108.461544	1.45006E-05
60000	3.8789	0.25848	2.6457	-75.51	0.61	13.642	19.58938743	396.3561845	102.4501466	1.68927E-05
70000	3.7894	0.25913	2.3149	-75.47	0.61	13.642	19.13739068	378.3361551	98.03824787	1.93018E-05
80000	3.7040	0.25968	2.0682	-75.44	0.61	13.642	18.70609994	361.523852	93.8805139	2.16078E-05
90000	3.6376	0.26088	1.8635	-75.38	0.61	13.642	18.3707638	348.7802796	90.98979935	2.39833E-05
100000	3.5697	0.26179	1.7037	-75.34	0.61	13.642	18.02785231	335.9558103	87.94987157	2.6242E-05

DATA OUTPUT PENGHALUSAN RIETVELD

**** MULTI-RIETVELD ANALYSIS PROGRAM LH-RIET 7.200

MnO₂

NUMBER OF PHASES = 1
NUMBER OF HISTOGRAMS = 1
NUMBER OF PARAMETER LIMITS = 0
NUMBER OF BOND RESTRAINTS = 0

*** HISTOGRAM 1 ***

FOR X-RAY DATA
NEWTON-RAPHSON ALGORITHM
BACKGROUND TO BE REFINED (MAX 6 PARAMETERS)
- POLYNOMIAL BACKGROUND
THE PSEUDO-VOIGT PROFILE FUNCTION WAS SELECTED
- USING THE HOWARD, SUM OF 5 PEAKS, ASYMMETRY
WAVELENGTHS = 1.54056 1.54433
ALPHA2:ALPHA1 RATIO = 0.5000
BASE OF PEAK = 2.0*HW* 7.00
MONOCHROMATOR CORRECTION = 1.0000
ABSORPTION CORRECTION FOR CYLINDER SAMPLE
USING ALGORITHM OF SABINE(1996)/DWIGGINS(1972) WITH mu = 0.0000
NO ILLUMINATION CORRECTION
PREFERRED ORIENTATION USING MARCH MODEL - NO SUMMING OF EQUIVALENTS
HISTOGRAM WEIGHTING = 1.0000
USING BRAGG-BRENTANO SAMPLE DISPLACEMENT

OUTPUT STRUCTURE FACTORS
OUTPUT CORRELATION MATRIX
GENERATE NEW INPUT FILE
NUMBER OF CYCLES = 30
RELAXATION FACTORS:

FOR COORDINATES, ISOTROPIC B, SITE OCCUPANCY = 0.90
FOR ANISOTROPIC TEMPERATURE FACTORS = 0.90

FOR SCALE, ZERO, B OVERALL, UNIT CELL, PREFERRED ORIENTATION BACKGROUND = 0.90
 FOR PEAK WIDTH, ASYMMETRY, SHAPE PARAMETERS = 0.90
 EPS-VALUE = 0.100

NUMBER OF PARAMETERS VARIED = 13

GLOBAL PARAMETERS AND CODEWORDS:

ZEROPOINT(1) = 0.03 0.00
 SAMPLE DISPLACEMENT(1) = -0.08380 11.00
 HISTOGRAM READ IN AS (2THETA, INTENSITY)
 HISTOGRAM 1 FROM 10.025067 TO 69.985001 IN STEPS OF 0.016711 DEGREES

BACKGROUND PARAMETERS AND CODEWORDS(1)

291.727997 12.694900 -0.326754 0.002408 0.000000-2529.500000
 21.000000 31.000000 41.000000 51.000000 0.000000 61.000000

***** PHASE 1 *****

MnO2

PHASE IS CALCULATED USING STRUCTURAL INPUT

NUMBER OF FORMULA PER UNIT CELL = 1

NUMBER OF ATOMS = 3

PREFERRED ORIENTATION VECTOR(1) = 0.0000 0.0000 1.0000

THE SPACE GROUP IS I 4/M

INITIAL PARAMETERS

ATOM	NTYP	X	Y	Z	B	N	
		B11	B22	B33	B12	B13	B23
MN	MN	0.33000	0.15000	0.50000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
O1	O	0.31499	0.16000	0.00000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
O2	O	0.58699	0.16000	0.00000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000

***** PHASE INFORMATION *****
 OVERALL SCALE FACTOR = 0.884525E-05
 OVERALL TEMP. FACTOR = 0.00000
DIRECT CELL PARAMETERS = 9.8606 9.8606 2.8720 90.0000 90.0000 90.0000

*** HISTOGRAM 1 ***
 HISTOGRAM SCALE FACTOR = 1.00000 0.00
 PREFERRED ORIENTATION PARAMETER = 0.8389
 ABSORPTION R = 0.0000
 ASYMMETRY PARAMETERS = 0.190200 0.000000
 GAUSSIAN HALF-WIDTH PARAMETERS = 1.5000 -3.0000 1.1000
 ANISOTROPIC PARAMETER = 0.000000
 PSEUDO-VOIGT PEAK SHAPE =
 3.9693 + -0.28700 * TWOTH + 0.004180 * TWOTHSQ
 EXTINCTION PARAMETER = 0.000000
 The Laue symmetry is: 4/M

CODING OF VARIABLES

ATOM	X	Y	Z	B	N	
	B11	B22	B33	B12	B13	B23
MN	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
O1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
O2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

***** PHASE INFORMATION CODEWORDS *****
 OVERALL SCALE FACTOR = 71.00
 OVERALL TEMP. FACTOR = 0.00
 CELL CONSTANTS = 91.00 91.00 101.00 0.00 0.00 0.00

*** HISTOGRAM 1 CODEWORDS ***
 PREFERRED ORIENTATION PARAMETER = 111.00
 ABSORPTION R/P₀ PARAMETER = 0.00

ASYMMETRY PARAMETERS = 121.00 0.00
 GAUSSIAN COMPONENT = 81.00 0.00 0.00
 ANISOTROPIC = 0.00
 LORENZTIAN COMPONENTS = 131.00 0.00 0.00
 EXTINCTION = 0.00

FORMFACTORS FOR HISTOGRAM

FOR MN DFP= -0.529900 DFPP= 2.805200
 COEFFICIENTS= 11.281900 5.340900 7.357300 0.343200 3.019300 17.867399 2.244100 83.754303 1.089600
 FOR O DFP= 0.049200 DFPP= 0.032200
 COEFFICIENTS= 3.048500 13.277100 2.286800 5.701100 1.546300 0.323900 0.867000 32.908901 0.250800
 LAUE SYMMETRY 4/M WILL BE USED TO GENERATE INDICES

++++
 +++++
 +++++

CYCLE NUMBER= 1

PHASE 1: MnO2
 NEW PARAMETERS, SHIFTS, AND STANDARD DEVIATIONS=

ATOM	X	DX	SX	Y	DY	SY	Z	DZ	SZ	B	DB	SB
N	DN	SN										
MN	0.33000	0.00000	0.00000	0.15000	0.00000	0.00000	0.50000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
O1	0.31499	0.00000	0.00000	0.16000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
O2	0.58699	0.00000	0.00000	0.16000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
ATOM	B11	DB11	SB11	B22	DB22	SB22	B33	DB33	SB33			
	B12	DB12	SB12	B13	DB13	SB13	B23	DB23	SB23			
MN	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000		
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000		
O1	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000		
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000		

O2	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000

```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+

```

```

PHASE SCALE FACTOR = 0.877346E-05-.717894E-070.310060E-06
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS =
  9.860783 0.000182 0.000737
  9.860783 0.000182 0.000737
  2.871939 -0.000061 0.000200
  90.000008 0.000008 0.000000
  90.000008 0.000008 0.000000
  90.000008 0.000008 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.101 0.101 0.348 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 279.253113 0.035358
SCALE * VOLUME = 0.002450 0.000087
MOLECULAR WEIGHT = 1391.040
DENSITY = 8.268

```

```

ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*ls/R = 2326.80

```

```

+-----+
|           Histogram: 1           |
+-----+

```

```

SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT = 0.02600 0.00000 0.00000

SAMPLE DISPLACEMENT = -0.08517 -0.00136 0.01080

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 289.633 -2.09488 33.5638

```

```

BACKGROUND PARAMETER B 1 = 12.8134 0.118550 1.71931
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.329369 -0.261467E-02 0.348164E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.242744E-02 0.194425E-04 0.240305E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 = -2515.09 14.4119 215.768
PREFERRED ORIENTATION = 0.83687 -0.00203 0.01274
ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.18829 -0.00191 0.00430
                        0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 1.500059 0.000059 0.000045
                        V = -3.000000 0.000000 0.000000
                        W = 1.100000 0.000000 0.000000
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 3.939752 -0.029548 0.102961
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = -0.287000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.004180 0.000000 0.000000
EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000

```

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	6.15	8.06	5.34	0.948	1.035	3575
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSSQ	GOF	CONDITION	
0.7699E+05	0.1252E+07	0.1244E+07	0.1252E+07	0.2275E+01	0.1938E+19	

CORRELATION MATRIX=

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
1	100	2	-1	2	-1	-1	1	10	98	96	1	15	4
2	2	100	-98	97	-93	-98	12	-2	2	3	-3	3	10
3	-1	-98	100	-98	97	96	-12	3	-1	-2	4	-2	-10
4	2	97	-98	100	-98	-92	13	-2	2	3	-3	2	11
5	-1	-93	97	-98	100	89	-11	3	-1	-2	4	-1	-9
6	-1	-98	96	-92	89	100	-12	3	-2	-2	2	-2	-10

7	1	12	-12	13	-11	-12	100	-5	1	5	4	-2	79
8	10	-2	3	-2	3	3	-5	100	7	0	2	-22	-5
9	98	2	-1	2	-1	-2	1	7	100	95	0	29	1
10	96	3	-2	3	-2	-2	5	0	95	100	2	28	7
11	1	-3	4	-3	4	2	4	2	0	2	100	-3	25
12	15	3	-2	2	-1	-2	-2	-22	29	28	-3	100	-13
13	4	10	-10	11	-9	-10	79	-5	1	7	25	-13	100

AVERAGE INTENSITY DIFFERENCE FOR PATTERN,
GIVEN FOR BLOCKS OF 20 OBSERVATIONS.

	1	32.1	2	19.6	3	12.4	4	8.0	5	-4.2	6	-14.2	7	-21.1	8	7.5	9	-30.2
10	-25.3																	
	11	-11.7	12	-11.7	13	-11.6	14	-16.3	15	-5.9	16	-17.1	17	-2.8	18	0.2	19	-6.3
20	-8.4																	
	21	-4.6	22	-3.9	23	10.4	24	70.4	25	-3.0	26	0.2	27	5.5	28	7.9	29	12.5
30	22.8																	
	31	4.8	32	15.1	33	13.4	34	11.9	35	6.6	36	7.3	37	12.7	38	8.7	39	8.6
40	4.5																	
	41	11.9	42	5.3	43	6.0	44	4.1	45	5.8	46	26.4	47	15.3	48	0.4	49	1.9
50	4.2																	
	51	6.2	52	13.1	53	20.2	54	10.8	55	12.1	56	80.8	57	-18.7	58	16.5	59	1.8
60	0.4																	
	61	-6.3	62	6.3	63	-1.5	64	-3.1	65	5.4	66	-13.0	67	-10.0	68	-2.7	69	-10.4
70	-8.8																	
	71	-14.8	72	-12.2	73	-6.5	74	-14.8	75	-12.9	76	-3.1	77	-1.7	78	0.1	79	11.8
80	9.7																	
	81	-15.9	82	22.8	83	-11.3	84	11.0	85	2.9	86	-57.9	87	-48.2	88	0.5	89	-2.9
90	-3.1																	
	91	1.7	92	-4.2	93	-7.4	94	-1.8	95	39.4	96	67.6	97	1.0	98	-7.4	99	-20.4
100	-12.6																	
	101	-14.1	102	-17.8	103	-9.9	104	-21.9	105	-11.9	106	-2.3	107	-16.9	108	-17.5	109	-10.1
110	-10.3																	
	111	16.3	112	2.7	113	-3.9	114	-6.3	115	-6.1	116	-1.7	117	1.0	118	25.7	119	97.8
120	58.1																	
	121	12.2	122	2.6	123	1.0	124	-12.5	125	-13.4	126	-4.3	127	0.0	128	-1.0	129	0.2
130	-0.2																	

140	131	-5.5	132	-3.2	133	-4.0	134	4.2	135	7.3	136	4.2	137	22.8	138	28.1	139	24.4
	5.7																	
150	141	9.1	142	-2.5	143	-5.9	144	-7.0	145	-2.4	146	-0.4	147	6.8	148	6.3	149	36.5
	77.3																	
160	151	58.7	152	5.4	153	1.1	154	-1.0	155	-5.0	156	0.8	157	-2.6	158	-8.8	159	-5.4
	-11.4																	
170	161	-6.7	162	-5.8	163	-2.7	164	-18.3	165	-7.9	166	23.1	167	-10.3	168	-18.8	169	-14.9
	-9.8																	
180	171	-10.0	172	-11.4	173	-13.5	174	-23.3	175	-0.9	176	-8.6	177	15.6	178	44.7	179	22.3
	-3.4																	

NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF	ESD
1	1	1	1	0	0.886	1.018	12.685	4548.	4356.	-192.2	22.1
2	2	1	1	0	0.886	1.012	12.716	2263.	2165.	-98.2	11.0
3	1	0	2	0	0.814	0.177	17.976	2861.	3062.	200.4	17.0
4	2	0	2	0	0.814	0.171	18.021	1423.	1522.	98.6	8.5
5	1	2	2	0	0.705	-0.617	25.529	127.	133.	6.0	1.0
6	2	2	2	0	0.704	-0.621	25.593	63.	66.	2.7	0.5
7	1	1	3	0	0.658	-0.803	28.603	506.	548.	42.3	3.7
8	1	3	1	0	0.658	-0.803	28.603	3208.	3476.	267.9	23.3
9	2	1	3	0	0.657	-0.807	28.674	252.	271.	19.1	1.8
10	2	3	1	0	0.657	-0.807	28.674	1595.	1717.	121.3	11.6
11	1	0	1	1	0.595	-0.926	32.443	45.	44.	-0.9	0.4
12	2	0	1	1	0.594	-0.927	32.525	23.	22.	-0.4	0.2
13	1	0	4	0	0.525	-0.922	36.415	996.	1030.	33.5	8.9
14	2	0	4	0	0.523	-0.921	36.508	495.	510.	14.7	4.4
15	1	1	2	1	0.508	-0.903	37.334	2840.	2900.	59.5	22.0
16	1	2	1	1	0.508	-0.903	37.334	1268.	1294.	26.6	9.8
17	2	1	2	1	0.506	-0.900	37.429	1412.	1449.	37.0	11.0
18	2	2	1	1	0.506	-0.900	37.429	630.	647.	16.5	4.9
19	1	3	3	0	0.481	-0.860	38.710	1568.	1342.	-225.9	12.7
20	2	3	3	0	0.479	-0.857	38.808	779.	668.	-111.3	6.3
21	1	2	4	0	0.436	-0.760	40.894	522.	511.	-10.8	4.9
22	1	4	2	0	0.436	-0.760	40.894	8.	8.	-0.2	0.1
23	2	2	4	0	0.434	-0.755	40.999	260.	254.	-6.0	2.4

24	2	4	2	0	0.434	-0.755	40.999	4.	4.	-0.1	0.0
25	1	0	3	1	0.418	-0.712	41.730	65.	78.	12.8	0.7
26	2	0	3	1	0.415	-0.705	41.837	32.	39.	6.7	0.3
27	1	2	3	1	0.318	-0.393	45.775	268.	254.	-13.8	2.6
28	1	3	2	1	0.318	-0.393	45.775	35.	33.	-1.8	0.3
29	2	2	3	1	0.314	-0.382	45.894	133.	127.	-6.5	1.3
30	2	3	2	1	0.314	-0.382	45.894	17.	16.	-0.8	0.2
31	1	1	5	0	0.283	-0.275	46.946	14.	15.	0.5	0.2
32	1	5	1	0	0.283	-0.275	46.946	45.	47.	1.6	0.5
33	2	1	5	0	0.280	-0.262	47.067	7.	7.	0.3	0.1
34	2	5	1	0	0.280	-0.262	47.067	23.	23.	0.9	0.2
35	1	1	4	1	0.187	0.029	49.559	177.	217.	39.6	2.2
36	1	4	1	1	0.187	0.029	49.559	161.	197.	36.0	2.0
37	2	1	4	1	0.181	0.045	49.689	88.	113.	24.5	1.2
38	2	4	1	1	0.181	0.045	49.689	80.	102.	22.3	1.1
39	1	4	4	0	0.010	0.432	52.449	77.	72.	-5.1	2.2
40	2	4	4	0	0.010	0.453	52.587	38.	38.	-0.7	1.1
41	1	3	5	0	0.010	0.709	54.193	0.	0.	0.0	0.0
42	1	5	3	0	0.010	0.709	54.193	144.	138.	-6.3	3.3
43	2	3	5	0	0.010	0.732	54.336	0.	0.	0.0	0.0
44	2	5	3	0	0.010	0.732	54.336	72.	68.	-3.6	1.9
45	1	0	6	0	0.010	1.004	55.899	379.	372.	-6.4	7.6
46	2	0	6	0	0.010	1.031	56.048	188.	206.	18.1	4.1
47	1	0	5	1	0.010	1.126	56.563	101.	99.	-2.5	2.2
48	1	3	4	1	0.010	1.126	56.563	1.	1.	0.0	0.0
49	1	4	3	1	0.010	1.126	56.563	129.	126.	-3.2	2.8
50	2	0	5	1	0.010	1.154	56.714	50.	50.	-0.7	1.1
NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF	ESD
51	2	3	4	1	0.010	1.154	56.714	0.	0.	0.0	0.0
52	2	4	3	1	0.010	1.154	56.714	64.	63.	-0.9	1.4
53	1	2	6	0	0.010	1.648	59.214	148.	146.	-1.7	2.9
54	1	6	2	0	0.010	1.648	59.214	0.	0.	0.0	0.0
55	2	2	6	0	0.010	1.681	59.373	73.	72.	-0.8	1.5
56	2	6	2	0	0.010	1.681	59.373	0.	0.	0.0	0.0

57	1	2	5	1	0.010	1.783	59.854	223.	232.	9.1	4.1
58	1	5	2	1	0.010	1.783	59.854	389.	405.	15.9	7.2
59	2	2	5	1	0.010	1.817	60.015	111.	138.	27.8	2.3
60	2	5	2	1	0.010	1.817	60.015	194.	242.	48.5	4.0
61	1	0	0	2	0.010	2.961	64.880	433.	374.	-59.1	8.1
62	2	0	0	2	0.010	3.006	65.058	215.	227.	11.4	4.5
63	1	1	6	1	0.010	3.288	66.135	110.	102.	-8.2	2.2
64	1	6	1	1	0.010	3.288	66.135	0.	0.	0.0	0.0
65	2	1	6	1	0.010	3.337	66.318	55.	53.	-1.7	1.1
66	2	6	1	1	0.010	3.337	66.318	0.	0.	0.0	0.0
67	1	1	1	2	0.010	3.362	66.415	137.	123.	-13.8	3.2
68	2	1	1	2	0.010	3.412	66.599	68.	65.	-2.9	1.7
69	1	1	7	0	0.010	3.537	67.058	0.	0.	0.0	0.0
70	1	5	5	0	0.010	3.537	67.058	0.	0.	0.0	0.0
71	1	7	1	0	0.010	3.537	67.058	88.	85.	-3.2	2.1
72	2	1	7	0	0.010	3.588	67.244	0.	0.	0.0	0.0
73	2	5	5	0	0.010	3.588	67.244	0.	0.	0.0	0.0
74	2	7	1	0	0.010	3.588	67.244	44.	43.	-1.0	1.0
75	1	0	2	2	0.010	3.779	67.932	185.	161.	-24.8	4.2
76	2	0	2	2	0.010	3.832	68.121	92.	86.	-6.1	2.2
77	1	4	6	0	0.010	3.960	68.569	6.	6.	-0.3	0.1
78	1	6	4	0	0.010	3.960	68.569	162.	153.	-8.8	3.2
79	2	4	6	0	0.010	4.014	68.760	3.	3.	0.1	0.1
80	2	6	4	0	0.010	4.014	68.760	80.	83.	2.7	2.7
81	1	4	5	1	0.010	4.130	69.160	144.	137.	-6.4	5.4
82	1	5	4	1	0.010	4.130	69.160	7.	7.	-0.3	0.3
83	2	4	5	1	0.010	4.187	69.353	71.	80.	8.9	1.6
84	2	5	4	1	0.010	4.187	69.353	4.	4.	0.5	0.1

DERIVED BRAGG R-FACTOR= 6.18

**** MULTI-RIETVELD ANALYSIS PROGRAM LH-RIET 7.200

MnO₂:5% Fe³⁺

NUMBER OF PHASES = 1

NUMBER OF HISTOGRAMS = 1

NUMBER OF PARAMETER LIMITS = 0
NUMBER OF BOND RESTRAINTS = 0

*** HISTOGRAM 1 ***

FOR X-RAY DATA
NEWTON-RAPHSON ALGORITHM
BACKGROUND TO BE REFINED (MAX 6 PARAMETERS)
- POLYNOMIAL BACKGROUND
THE PSEUDO-VOIGT PROFILE FUNCTION WAS SELECTED
- USING THE HOWARD, SUM OF 5 PEAKS, ASYMMETRY
WAVELENGTHS = 1.54056 1.54433
ALPHA2:ALPHA1 RATIO = 0.5000
BASE OF PEAK = 2.0*HW* 7.00
MONOCHROMATOR CORRECTION = 1.0000
ABSORPTION CORRECTION FOR CYLINDER SAMPLE
USING ALGORITHM OF SABINE(1996)/DWIGGINS(1972) WITH mu = 0.0000
NO ILLUMINATION CORRECTION
PREFERRED ORIENTATION USING MARCH MODEL - NO SUMMING OF EQUIVALENTS
HISTOGRAM WEIGHTING = 1.0000
USING BRAGG-BRENTANO SAMPLE DISPLACEMENT

OUTPUT STRUCTURE FACTORS
OUTPUT CORRELATION MATRIX
GENERATE NEW INPUT FILE
NUMBER OF CYCLES = 30
RELAXATION FACTORS:

FOR COORDINATES, ISOTROPIC B, SITE OCCUPANCY = 0.90
FOR ANISOTROPIC TEMPERATURE FACTORS = 0.90
FOR SCALE, ZERO, B OVERALL, UNIT CELL, PREFERRED ORIENTATION BACKGROUND = 0.90
FOR PEAK WIDTH, ASYMMETRY, SHAPE PARAMETERS = 0.90
EPS-VALUE = 0.100

NUMBER OF PARAMETERS VARIED = 13

GLOBAL PARAMETERS AND CODEWORDS:

ZEROPOINT(1) = 0.03 0.00
SAMPLE DISPLACEMENT(1) = 0.05488 11.00
HISTOGRAM READ IN AS (2THETA, INTENSITY)
HISTOGRAM 1 FROM 10.025067 TO 69.985001 IN STEPS OF 0.016711 DEGREES

BACKGROUND PARAMETERS AND CODEWORDS(1)
222.242996 4.648090 -0.093553 0.000657 0.000000 -244.785995
21.000000 31.000000 41.000000 51.000000 0.000000 61.000000

***** PHASE 1 *****
MnO2

PHASE IS CALCULATED USING STRUCTURAL INPUT
NUMBER OF FORMULA PER UNIT CELL = 1
NUMBER OF ATOMS = 3
PREFERRED ORIENTATION VECTOR(1) = 0.0000 0.0000 1.0000
THE SPACE GROUP IS I 4/M

INITIAL PARAMETERS

ATOM	NTYP	X	Y	Z	B	N	
		B11	B22	B33	B12	B13	B23
MN	MN	0.33000	0.15000	0.50000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
O1	O	0.31499	0.16000	0.00000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
O2	O	0.58699	0.16000	0.00000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000

***** PHASE INFORMATION *****

OVERALL SCALE FACTOR = 0.256789E-05
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.00000
DIRECT CELL PARAMETERS = 9.8511 9.8511 2.8697 90.0000 90.0000 90.0000

*** HISTOGRAM 1 ***
HISTOGRAM SCALE FACTOR = 1.00000 0.00

PREFERRED ORIENTATION PARAMETER = 0.8373
 ABSORPTION R = 0.0000
 ASYMMETRY PARAMETERS = 0.194000 0.000000
 GAUSSIAN HALF-WIDTH PARAMETERS = 1.5000 -3.0000 1.1000
 ANISOTROPIC PARAMETER = 0.000000
 PSEUDO-VOIGT PEAK SHAPE =
 3.9905 + -0.28410 * TWOTH + 0.004180 * TWOTHSQ
 EXTINCTION PARAMETER = 0.000000
 The Laue symmetry is: 4/M

CODING OF VARIABLES

ATOM	X	Y	Z	B	N	
	B11	B22	B33	B12	B13	B23
MN	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
O1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
O2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

***** PHASE INFORMATION CODEWORDS *****

OVERALL SCALE FACTOR = 71.00
 OVERALL TEMP. FACTOR = 0.00
 CELL CONSTANTS = 91.00 91.00 101.00 0.00 0.00 0.00

*** HISTROGRAM 1 CODEWORDS ***

PREFERRED ORIENTATION PARAMETER = 111.00
 ABSORPTION R/P₀ PARAMETER = 0.00
 ASYMMETRY PARAMETERS = 121.00 0.00
 GAUSSIAN COMPONENT = 81.00 0.00 0.00
 ANISOTROPIC = 0.00
 LORENZTIAN COMPONENTS = 131.00 0.00 0.00
 EXTINCTION = 0.00

FORMFACTORS FOR HISTOGRAM

FOR MN DFP= -0.529900 DFPP= 2.805200
 COEFFICIENTS= 11.281900 5.340900 7.357300 0.343200 3.019300 17.867399 2.244100 83.754303 1.089600
 FOR O DFP= 0.049200 DFPP= 0.032200
 COEFFICIENTS= 3.048500 13.277100 2.286800 5.701100 1.546300 0.323900 0.867000 32.908901 0.250800
 LAUE SYMMETRY 4/M WILL BE USED TO GENERATE INDICES

+++++

CYCLE NUMBER= 1

PHASE 1: MnO2
 NEW PARAMETERS, SHIFTS, AND STANDARD DEVIATIONS=

ATOM	X	DX	SX	Y	DY	SY	Z	DZ	SZ	B	DB	SB
N	DN	SN										
MN	0.33000	0.00000	0.00000	0.15000	0.00000	0.00000	0.50000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
O1	0.31499	0.00000	0.00000	0.16000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
O2	0.58699	0.00000	0.00000	0.16000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
ATOM	B11	DB11	SB11	B22	DB22	SB22	B33	DB33	SB33			
	B12	DB12	SB12	B13	DB13	SB13	B23	DB23	SB23			
MN	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
O1	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
O2	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000

-----+
 | Phase: 1 |
 +-----+

PHASE SCALE FACTOR = 0.248068E-05-.872119E-070.213257E-06

OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
 CELL PARAMETERS = 9.850855 -0.000245 0.001668
 = 9.850855 -0.000245 0.001668
 = 2.869645 -0.000055 0.000461
 = 90.000008 0.000008 0.000000
 = 90.000008 0.000008 0.000000
 = 90.000008 0.000008 0.000000
 RECIPROCAL CELL = 0.102 0.102 0.348 90.000 90.000 90.000
 CELL VOLUME = 278.468475 0.080290
 SCALE * VOLUME = 0.000691 0.000059
 MOLECULAR WEIGHT = 1391.040
 DENSITY = 8.291

ABSOLUTE PHASE VALUES:
 INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM² (in cm⁻²)
 MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
 ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
 Then:
 INC*MASS*ls/R = 656.051

+-----+
 | Histogram: 1 |
 +-----+

SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
 ZEROPOINT = 0.02600 0.00000 0.00000

 SAMPLE DISPLACEMENT = 0.05843 0.00356 0.02455

 BACKGROUND PARAMETER B 0 = 222.648 0.405262 24.5089
 BACKGROUND PARAMETER B 1 = 4.62377 -0.243172E-01 1.23311
 BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.929485E-01 0.604451E-03 0.246487E-01
 BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.652445E-03 -0.439832E-05 0.168532E-03
 BACKGROUND PARAMETER B 5 = -244.818 -0.318488E-01 161.466
 PREFERRED ORIENTATION = 0.83243 -0.00487 0.02807
 ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
 ASYMMETRY PARAMETERS = 0.19208 -0.00192 0.01538

```

          0.00000  0.00000  0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U   =    1.50012  0.000012  0.000128
                   V   =   -3.000000  0.000000  0.000000
                   W   =    1.100000  0.000000  0.000000
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING =    0.000000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 =    3.877032 -0.113468  0.249294
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 =   -0.284100  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 =    0.004180  0.000000  0.000000
EXTINCTION PARAMETER   =    0.000000  0.000000  0.000000

```

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	5.24	6.58	5.84	1.788	1.813	3575
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.5490E+05	0.1048E+07	0.1043E+07	0.1048E+07	0.1268E+01	0.2536E+19	

CORRELATION MATRIX=

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
1	100	2	0	1	0	-1	0	12	98	97	-1	22	1
2	2	100	-98	97	-93	-98	15	1	1	1	-1	3	12
3	0	-98	100	-98	97	96	-15	0	0	0	2	-2	-12
4	1	97	-98	100	-98	-91	16	1	1	1	-1	3	13
5	0	-93	97	-98	100	89	-15	0	0	0	2	-1	-12
6	-1	-98	96	-91	89	100	-15	0	-1	-1	0	-2	-12
7	0	15	-15	16	-15	-15	100	-6	-1	-1	10	-2	83
8	12	1	0	1	0	0	-6	100	12	14	-4	4	-12
9	98	1	0	1	0	-1	-1	12	100	97	-2	34	-2
10	97	1	0	1	0	-1	-1	14	97	100	-1	37	-2
11	-1	-1	2	-1	2	0	10	-4	-2	-1	100	-2	24
12	22	3	-2	3	-1	-2	-2	4	34	37	-2	100	-11
13	1	12	-12	13	-12	-12	83	-12	-2	-2	24	-11	100

AVERAGE INTENSITY DIFFERENCE FOR PATTERN,
GIVEN FOR BLOCKS OF 20 OBSERVATIONS.

	1	17.3	2	1.4	3	14.1	4	1.8	5	-3.5	6	-15.2	7	-4.4	8	9.9	9	-4.9
10	0.4																	
	11	-2.1	12	0.2	13	-1.7	14	-5.3	15	-2.8	16	-6.3	17	3.1	18	-4.8	19	-4.4
20	-1.2																	
	21	-3.7	22	0.2	23	-2.2	24	14.5	25	1.4	26	-0.4	27	4.0	28	4.1	29	15.0
30	5.9																	
	31	1.6	32	5.1	33	3.2	34	4.1	35	1.2	36	6.9	37	6.2	38	5.0	39	5.8
40	4.3																	
	41	-3.5	42	-8.5	43	0.1	44	-1.2	45	-5.0	46	7.1	47	2.5	48	3.0	49	-3.6
50	6.5																	
	51	-1.2	52	4.4	53	5.5	54	1.6	55	-0.4	56	25.2	57	-12.5	58	7.2	59	5.1
60	9.8																	
	61	-3.0	62	-3.1	63	-1.6	64	-0.8	65	-0.1	66	-3.8	67	4.3	68	-1.2	69	2.5
70	-8.6																	
	71	6.5	72	0.7	73	2.9	74	0.4	75	1.5	76	8.6	77	3.1	78	10.4	79	8.2
80	2.4																	
	81	1.4	82	20.4	83	-14.0	84	11.2	85	4.7	86	-14.6	87	-13.9	88	-3.9	89	-0.5
90	-6.3																	
	91	9.0	92	-2.2	93	-2.2	94	-6.0	95	16.1	96	5.0	97	-0.9	98	-5.6	99	-1.3
100	-3.6																	
	101	1.5	102	-0.6	103	-0.4	104	-6.1	105	1.5	106	-2.3	107	-17.9	108	-7.7	109	-3.7
110	-7.3																	
	111	0.3	112	-0.8	113	-6.5	114	2.2	115	4.1	116	6.9	117	1.9	118	5.8	119	23.9
120	4.5																	
	121	1.3	122	0.2	123	2.2	124	-6.5	125	-2.3	126	-6.5	127	-1.0	128	-3.4	129	1.1
130	2.1																	
	131	2.6	132	0.3	133	-1.5	134	6.1	135	3.9	136	-3.2	137	7.0	138	12.2	139	6.1
140	-0.3																	
	141	1.0	142	1.5	143	-1.2	144	7.7	145	7.7	146	8.3	147	4.8	148	3.6	149	13.6
150	26.5																	
	151	0.5	152	6.7	153	-1.3	154	5.9	155	-1.0	156	-12.4	157	-4.6	158	1.3	159	-4.4
160	6.7																	

NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF	ESD							
170	161 -4.5 171	-0.5	162	1.2	163	1.7	164	3.9	165	2.3	166	2.3	167	-4.7	168	-6.2	169	0.8
180	1.6	7.2	172	-1.8	173	-8.3	174	-8.1	175	-2.0	176	2.1	177	6.7	178	11.7	179	-2.7
1	1	1	1	0	0.886	0.951	12.699	1233.	1229.	-4.0	6.2							
2	2	1	1	0	0.885	0.946	12.730	613.	612.	-1.8	3.1							
3	1	0	2	0	0.814	0.126	17.996	775.	789.	13.1	5.0							
4	2	0	2	0	0.813	0.120	18.040	386.	392.	6.5	2.5							
5	1	2	2	0	0.705	-0.646	25.557	34.	35.	0.5	0.3							
6	2	2	2	0	0.704	-0.650	25.620	17.	17.	0.2	0.1							
7	1	1	3	0	0.657	-0.823	28.634	137.	141.	3.9	1.2							
8	1	3	1	0	0.657	-0.823	28.634	869.	894.	24.8	7.6							
9	2	1	3	0	0.656	-0.826	28.706	68.	70.	1.6	0.6							
10	2	3	1	0	0.656	-0.826	28.706	432.	442.	10.2	3.8							
11	1	0	1	1	0.595	-0.933	32.472	13.	13.	0.1	0.1							
12	2	0	1	1	0.593	-0.934	32.554	6.	6.	0.0	0.1							
13	1	0	4	0	0.524	-0.917	36.456	270.	276.	6.7	2.8							
14	2	0	4	0	0.522	-0.915	36.548	134.	137.	2.9	1.4							
15	1	1	2	1	0.507	-0.894	37.370	782.	795.	13.3	7.7							
16	1	2	1	1	0.507	-0.894	37.370	349.	355.	6.0	3.4							
17	2	1	2	1	0.505	-0.892	37.465	389.	392.	3.4	3.8							
18	2	2	1	1	0.505	-0.892	37.465	174.	175.	1.5	1.7							
19	1	3	3	0	0.480	-0.847	38.753	425.	402.	-22.6	4.3							
20	2	3	3	0	0.478	-0.843	38.851	211.	199.	-11.9	2.1							
21	1	2	4	0	0.435	-0.740	40.940	141.	140.	-0.9	1.5							
22	1	4	2	0	0.435	-0.740	40.940	2.	2.	0.0	0.0							
23	2	2	4	0	0.433	-0.734	41.045	70.	69.	-0.8	0.8							
24	2	4	2	0	0.433	-0.734	41.045	1.	1.	0.0	0.0							
25	1	0	3	1	0.417	-0.689	41.771	18.	19.	0.9	0.2							
26	2	0	3	1	0.414	-0.682	41.878	9.	9.	0.4	0.1							
27	1	2	3	1	0.316	-0.356	45.822	73.	70.	-3.4	0.8							
28	1	3	2	1	0.316	-0.356	45.822	9.	9.	-0.4	0.1							
29	2	2	3	1	0.313	-0.345	45.941	36.	35.	-1.3	0.4							

NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF	ESD
30	2	3	2	1	0.313	-0.345	45.941	5.	5.	-0.2	0.1
31	1	1	5	0	0.282	-0.234	46.999	4.	4.	0.0	0.0
32	1	5	1	0	0.282	-0.234	46.999	12.	12.	-0.1	0.1
33	2	1	5	0	0.278	-0.221	47.121	2.	2.	0.0	0.0
34	2	5	1	0	0.278	-0.221	47.121	6.	6.	-0.1	0.1
35	1	1	4	1	0.184	0.079	49.611	48.	52.	3.9	0.6
36	1	4	1	1	0.184	0.079	49.611	44.	48.	3.6	0.6
37	2	1	4	1	0.178	0.096	49.741	24.	26.	1.5	0.3
38	2	4	1	1	0.178	0.096	49.741	22.	23.	1.3	0.3
39	1	4	4	0	0.010	0.492	52.509	21.	21.	-0.3	0.7
40	2	4	4	0	0.010	0.514	52.648	10.	11.	0.4	0.4
41	1	3	5	0	0.010	0.775	54.255	0.	0.	0.0	0.0
42	1	5	3	0	0.010	0.775	54.255	39.	39.	0.3	1.5
43	2	3	5	0	0.010	0.800	54.399	0.	0.	0.0	0.0
44	2	5	3	0	0.010	0.800	54.399	19.	19.	0.1	0.6
45	1	0	6	0	0.010	1.077	55.964	103.	97.	-5.9	2.9
46	2	0	6	0	0.010	1.105	56.113	51.	52.	0.9	1.4
47	1	0	5	1	0.010	1.200	56.624	28.	27.	-0.4	0.8
48	1	3	4	1	0.010	1.200	56.624	0.	0.	0.0	0.0
49	1	4	3	1	0.010	1.200	56.624	35.	34.	-0.5	1.0
50	2	0	5	1	0.010	1.229	56.775	14.	14.	0.0	0.4
51	2	3	4	1	0.010	1.229	56.775	0.	0.	0.0	0.0
52	2	4	3	1	0.010	1.229	56.775	17.	17.	0.0	0.5
53	1	2	6	0	0.010	1.733	59.283	40.	41.	0.9	1.1
54	1	6	2	0	0.010	1.733	59.283	0.	0.	0.0	0.0
55	2	2	6	0	0.010	1.767	59.443	20.	20.	0.1	0.5
56	2	6	2	0	0.010	1.767	59.443	0.	0.	0.0	0.0
57	1	2	5	1	0.010	1.870	59.920	61.	63.	2.0	1.5
58	1	5	2	1	0.010	1.870	59.920	106.	109.	3.5	2.6
59	2	2	5	1	0.010	1.905	60.082	30.	32.	2.3	0.8
60	2	5	2	1	0.010	1.905	60.082	53.	57.	4.0	1.3
61	1	0	0	2	0.010	3.064	64.943	121.	114.	-6.5	3.1
62	2	0	0	2	0.010	3.110	65.121	60.	59.	-0.9	1.4

63	1	1	6	1	0.010	3.399	66.211	30.	28.	-1.6	0.8
64	1	6	1	1	0.010	3.399	66.211	0.	0.	0.0	0.0
65	2	1	6	1	0.010	3.449	66.394	15.	15.	0.6	0.4
66	2	6	1	1	0.010	3.449	66.394	0.	0.	0.0	0.0
67	1	1	1	2	0.010	3.472	66.480	38.	38.	0.3	1.1
68	2	1	1	2	0.010	3.522	66.664	19.	19.	-0.3	0.5
69	1	1	7	0	0.010	3.653	67.139	0.	0.	0.0	0.0
70	1	7	1	0	0.010	3.653	67.139	24.	25.	0.9	0.7
71	1	5	5	0	0.010	3.653	67.139	0.	0.	0.0	0.0
72	2	1	7	0	0.010	3.705	67.326	0.	0.	0.0	0.0
73	2	5	5	0	0.010	3.705	67.326	0.	0.	0.0	0.0
74	2	7	1	0	0.010	3.705	67.326	12.	11.	-0.4	0.3
75	1	0	2	2	0.010	3.895	68.000	51.	50.	-1.8	1.6
76	2	0	2	2	0.010	3.948	68.189	26.	24.	-1.1	0.8
77	1	4	6	0	0.010	4.082	68.652	2.	2.	0.0	0.1
78	1	6	4	0	0.010	4.082	68.652	44.	45.	1.0	2.0
79	2	4	6	0	0.010	4.137	68.844	1.	1.	0.0	0.0
80	2	6	4	0	0.010	4.137	68.844	22.	21.	-0.3	0.6
81	1	4	5	1	0.010	4.254	69.241	39.	39.	0.0	1.7
82	1	5	4	1	0.010	4.254	69.241	2.	2.	0.0	0.1
83	2	4	5	1	0.010	4.311	69.434	19.	19.	0.0	0.5
84	2	5	4	1	0.010	4.311	69.434	1.	1.	0.0	0.0

DERIVED BRAGG R-FACTOR= 2.11

**** MULTI-RIETVELD ANALYSIS PROGRAM LH-RIET 7.200

MnO₂:10% Fe³⁺

NUMBER OF PHASES = 1

NUMBER OF HISTOGRAMS = 1

NUMBER OF PARAMETER LIMITS = 0

NUMBER OF BOND RESTRAINTS = 0

*** HISTOGRAM 1 ***

FOR X-RAY DATA

NEWTON-RAPHSON ALGORITHM

BACKGROUND TO BE REFINED (MAX 6 PARAMETERS)

- POLYNOMIAL BACKGROUND
 THE PSEUDO-VOIGT PROFILE FUNCTION WAS SELECTED
 - USING THE HOWARD, SUM OF 5 PEAKS, ASYMMETRY
 WAVELENGTHS = 1.54056 1.54433
 ALPHA2:ALPHA1 RATIO = 0.5000
 BASE OF PEAK = 2.0*HW* 7.00
 MONOCHROMATOR CORRECTION = 1.0000
 ABSORPTION CORRECTION FOR CYLINDER SAMPLE
 USING ALGORITHM OF SABINE(1996)/DWIGGINS(1972) WITH mu = 0.0000
 NO ILLUMINATION CORRECTION
 PREFERRED ORIENTATION USING MARCH MODEL - NO SUMMING OF EQUIVALENTS
 HISTOGRAM WEIGHTING = 1.0000
 USING BRAGG-BRENTANO SAMPLE DISPLACEMENT

OUTPUT STRUCTURE FACTORS
 OUTPUT CORRELATION MATRIX
 GENERATE NEW INPUT FILE
 NUMBER OF CYCLES = 30
 RELAXATION FACTORS:
 FOR COORDINATES, ISOTROPIC B, SITE OCCUPANCY = 0.90
 FOR ANISOTROPIC TEMPERATURE FACTORS = 0.90
 FOR SCALE, ZERO, B OVERALL, UNIT CELL, PREFERRED ORIENTATION BACKGROUND = 0.90
 FOR PEAK WIDTH, ASYMMETRY, SHAPE PARAMETERS = 0.90
 EPS-VALUE = 0.100

NUMBER OF PARAMETERS VARIED = 13

GLOBAL PARAMETERS AND CODEWORDS:
 ZEROPOINT(1) = 0.03 0.00
 SAMPLE DISPLACEMENT(1) = 0.06312 11.00
 HISTOGRAM READ IN AS (2THETA, INTENSITY)
 HISTOGRAM 1 FROM 10.025067 TO 69.985001 IN STEPS OF 0.016711 DEGREES

BACKGROUND PARAMETERS AND CODEWORDS(1)
 220.873993 4.713590 -0.094677 0.000663 0.000000 -232.358994

21.000000 31.000000 41.000000 51.000000 0.000000 61.000000

***** PHASE 1 *****

MnO2

PHASE IS CALCULATED USING STRUCTURAL INPUT

NUMBER OF FORMULA PER UNIT CELL = 1

NUMBER OF ATOMS = 3

PREFERRED ORIENTATION VECTOR(1) = 0.0000 0.0000 1.0000

THE SPACE GROUP IS I 4/M

INITIAL PARAMETERS

ATOM	NTYP	X	Y	Z	B	N	
		B11	B22	B33	B12	B13	B23
MN	MN	0.33000	0.15000	0.50000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
O1	O	0.31499	0.16000	0.00000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
O2	O	0.58699	0.16000	0.00000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000

***** PHASE INFORMATION *****

OVERALL SCALE FACTOR = 0.242482E-05

OVERALL TEMP. FACTOR = 0.00000

DIRECT CELL PARAMETERS = 9.8508 9.8508 2.8696 90.0000 90.0000 90.0000

*** HISTOGRAM 1 ***

HISTOGRAM SCALE FACTOR = 1.00000 0.00

PREFERRED ORIENTATION PARAMETER = 0.8328

ABSORPTION R = 0.0000

ASYMMETRY PARAMETERS = 0.179800 0.000000

GAUSSIAN HALF-WIDTH PARAMETERS = 1.5000 -3.0000 1.1000

ANISOTROPIC PARAMETER = 0.000000

PSEUDO-VOIGT PEAK SHAPE =

3.8179 + -0.28410 * TWOTH + 0.004180 * TWOTHSQ

EXTINCTION PARAMETER = 0.000000

The Laue symmetry is: 4/M

CODING OF VARIABLES

ATOM	X	Y	Z	B	N	
	B11	B22	B33	B12	B13	B23
MN	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
O1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
O2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

***** PHASE INFORMATION CODEWORDS *****

OVERALL SCALE FACTOR = 71.00

OVERALL TEMP. FACTOR = 0.00

CELL CONSTANTS = 91.00 91.00 101.00 0.00 0.00 0.00

*** HISTOGRAM 1 CODEWORDS ***

PREFERRED ORIENTATION PARAMETER = 111.00

ABSORPTION R/P₀ PARAMETER = 0.00

ASYMMETRY PARAMETERS = 121.00 0.00

GAUSSIAN COMPONENT = 81.00 0.00 0.00

ANISOTROPIC = 0.00

LORENZTIAN COMPONENTS = 131.00 0.00 0.00

EXTINCTION = 0.00

FORMFACTORS FOR HISTOGRAM

FOR MN DFP= -0.529900 DFPP= 2.805200

COEFFICIENTS= 11.281900 5.340900 7.357300 0.343200 3.019300 17.867399 2.244100 83.754303 1.089600

FOR O DFP= 0.049200 DFPP= 0.032200

COEFFICIENTS= 3.048500 13.277100 2.286800 5.701100 1.546300 0.323900 0.867000 32.908901 0.250800

LAUE SYMMETRY 4/M WILL BE USED TO GENERATE INDICES

+++++

CYCLE NUMBER= 1

PHASE 1: MnO2
 NEW PARAMETERS, SHIFTS, AND STANDARD DEVIATIONS=

ATOM	X	DX	SX	Y	DY	SY	Z	DZ	SZ	B	DB	SB
N	DN	SN										
MN	0.33000	0.00000	0.00000	0.15000	0.00000	0.00000	0.50000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
O1	0.31499	0.00000	0.00000	0.16000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
O2	0.58699	0.00000	0.00000	0.16000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
ATOM	B11	DB11	SB11	B22	DB22	SB22	B33	DB33	SB33			
	B12	DB12	SB12	B13	DB13	SB13	B23	DB23	SB23			
MN	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000		
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000		
O1	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000		
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000		
O2	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000		
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000		

-----+
 | Phase: 1 |
 -----+

PHASE SCALE FACTOR = 0.346542E-050.104060E-050.734955E-06
 OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
 CELL PARAMETERS = 9.853188 0.002388 0.006242
 9.853188 0.002388 0.006242
 2.870127 0.000527 0.001658
 90.000008 0.000008 0.000000


```

          90.000008  0.000008  0.000000
          90.000008  0.000008  0.000000
RECIPROCAL CELL   = 0.101  0.101  0.348  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME      = 278.647125  0.297056
SCALE * VOLUME   = 0.000966  0.000205
MOLECULAR WEIGHT = 1391.040
DENSITY          = 8.286

```

```

ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR

```

```

Then:
  INC*MASS*ls/R = 917.067

```

```

+-----+
|                Histogram: 1                |
+-----+
SCALE FACTOR      = 1.0000  0.00000  0.00000
ZEROPOINT         = 0.02600  0.00000  0.00000

SAMPLE DISPLACEMENT = 0.03975 -0.02336  0.08918

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 141.593 -79.2814  86.4773
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 9.65823 4.94464  4.34634
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.177443 -0.827655E-01  0.867828E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.120377E-02  0.540297E-03  0.592678E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 987.115 1219.47  570.592

PREFERRED ORIENTATION = 0.87379 0.04099  0.09618
ABSORPTION R          = 0.00000 0.00000  0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.14863 -0.03117  0.04705
                      0.00000 0.00000  0.00000

HALFWIDTH PARAMETERS U = 1.500271 0.000271  0.000449
                      V = -3.000000 0.000000  0.000000
                      W = 1.100000 0.000000  0.000000
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000000 0.000000  0.000000

```

PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 4.939771 1.121871 0.979489
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = -0.284100 0.000000 0.000000
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.004180 0.000000 0.000000
 EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	4.63	5.82	5.31	1.781	1.798	3575
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.5880E+05	0.1270E+07	0.1266E+07	0.1270E+07	0.1202E+01	0.1922E+19	

CORRELATION MATRIX=

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
1	100	4	-3	3	-2	-3	7	-36	99	99	1	33	6
2	4	100	-98	97	-93	-98	16	1	3	4	-2	2	11
3	-3	-98	100	-98	98	96	-16	0	-2	-2	3	0	-11
4	3	97	-98	100	-98	-92	17	1	3	3	-2	1	12
5	-2	-93	98	-98	100	89	-15	-1	-1	-2	3	0	-11
6	-3	-98	96	-92	89	100	-16	0	-2	-3	1	-1	-11
7	7	16	-16	17	-15	-16	100	10	6	6	3	0	72
8	-36	1	0	1	-1	0	10	100	-38	-35	6	-1	7
9	99	3	-2	3	-1	-2	6	-38	100	98	1	39	4
10	99	4	-2	3	-2	-3	6	-35	98	100	1	39	4
11	1	-2	3	-2	3	1	3	6	1	1	100	4	17
12	33	2	0	1	0	-1	0	-1	39	39	4	100	-7
13	6	11	-11	12	-11	-11	72	7	4	4	17	-7	100

AVERAGE INTENSITY DIFFERENCE FOR PATTERN,
 GIVEN FOR BLOCKS OF 20 OBSERVATIONS.

	1	-5.4	2	1.0	3	-6.8	4	1.8	5	-4.8	6	-5.0	7	-0.7	8	28.6	9	5.5
10	3.9																	
	11	6.7	12	-1.7	13	9.5	14	2.0	15	6.5	16	1.4	17	7.2	18	2.8	19	5.3
20	0.1																	

	21	3.2	22	-0.6	23	-11.1	24	16.0	25	-7.6	26	-3.9	27	5.5	28	1.3	29	-3.3
30	2.6		31	0.3	32	-1.9	33	8.1	34	2.2	35	-9.9	36	-4.2	37	-5.6	38	-6.7
40	-0.1		41	-2.7	42	-5.2	43	-7.0	44	2.1	45	-4.3	46	-0.5	47	7.3	48	1.6
50	-0.4		51	-8.5	52	-0.6	53	9.0	54	-0.1	55	-13.8	56	18.2	57	-18.0	58	3.0
60	3.1		61	9.8	62	5.7	63	3.7	64	-0.4	65	3.1	66	-0.4	67	3.5	68	1.9
70	1.9		71	7.6	72	-0.6	73	8.2	74	5.0	75	8.5	76	12.2	77	12.1	78	15.1
80	13.7		81	8.2	82	4.9	83	-5.1	84	11.7	85	9.5	86	-11.7	87	-10.7	88	-4.7
90	0.9		91	8.2	92	1.6	93	-2.1	94	5.1	95	13.9	96	21.8	97	5.1	98	6.8
100	-5.7		101	2.4	102	-8.6	103	-10.3	104	-15.5	105	-4.1	106	-0.3	107	-15.9	108	-8.4
110	-3.5		111	-1.5	112	-0.3	113	-12.0	114	0.1	115	5.3	116	0.2	117	-6.3	118	-1.3
120	3.6		121	-4.8	122	1.9	123	-1.1	124	-0.3	125	-8.8	126	6.2	127	-1.6	128	5.3
130	-6.4		131	5.0	132	0.8	133	-0.3	134	-2.6	135	4.9	136	1.7	137	-0.6	138	6.7
140	-11.5		141	-1.3	142	0.0	143	5.9	144	5.5	145	4.4	146	0.7	147	-0.8	148	2.7
150	23.1		151	18.0	152	6.3	153	-4.1	154	-4.1	155	-0.1	156	2.9	157	-10.4	158	0.3
160	1.0		161	-6.2	162	1.5	163	2.6	164	-0.7	165	4.7	166	2.8	167	6.3	168	-3.3
170	5.2		171	1.1	172	-1.7	173	11.8	174	-2.3	175	-3.5	176	-3.1	177	4.8	178	4.6
180	3.9																	
NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF	ESD							
1	1	1	1	0	0.886	1.863	12.696	2015.	2045.	29.4	6.9							

2	2	1	1	0	0.885	1.858	12.727	1003.	1017.	14.8	3.4
3	1	0	2	0	0.814	1.038	17.992	1268.	1272.	4.6	5.6
4	2	0	2	0	0.813	1.032	18.037	631.	633.	2.1	2.8
5	1	2	2	0	0.705	0.266	25.552	56.	57.	0.4	0.4
6	2	2	2	0	0.704	0.262	25.615	28.	28.	0.2	0.2
7	1	1	3	0	0.658	0.089	28.628	224.	224.	-0.1	1.4
8	1	3	1	0	0.658	0.089	28.628	1420.	1420.	-0.3	9.1
9	2	1	3	0	0.656	0.086	28.700	111.	111.	-0.1	0.7
10	2	3	1	0	0.656	0.086	28.700	706.	706.	-0.8	4.5
11	1	0	1	1	0.595	-0.021	32.474	18.	18.	0.1	0.1
12	2	0	1	1	0.593	-0.022	32.555	9.	9.	0.0	0.1
13	1	0	4	0	0.524	-0.005	36.448	441.	457.	16.0	3.4
14	2	0	4	0	0.523	-0.003	36.541	219.	227.	8.1	1.7
15	1	1	2	1	0.507	0.017	37.370	1186.	1193.	6.2	8.5
16	1	2	1	1	0.507	0.017	37.370	530.	532.	2.8	3.8
17	2	1	2	1	0.505	0.020	37.464	590.	592.	1.8	4.3
18	2	2	1	1	0.505	0.020	37.464	263.	264.	0.8	1.9
19	1	3	3	0	0.480	0.064	38.745	694.	679.	-15.4	5.2
20	2	3	3	0	0.479	0.068	38.843	345.	336.	-9.1	2.6
21	1	2	4	0	0.435	0.171	40.932	231.	232.	0.6	1.8
22	1	4	2	0	0.435	0.171	40.932	4.	4.	0.0	0.0
23	2	2	4	0	0.433	0.177	41.036	115.	115.	0.3	0.9
24	2	4	2	0	0.433	0.177	41.036	2.	2.	0.0	0.0
25	1	0	3	1	0.417	0.223	41.769	28.	29.	1.4	0.2
26	2	0	3	1	0.415	0.230	41.876	14.	14.	0.7	0.1
27	1	2	3	1	0.317	0.555	45.819	114.	110.	-3.9	0.9
28	1	3	2	1	0.317	0.555	45.819	15.	14.	-0.5	0.1
29	2	2	3	1	0.314	0.567	45.937	57.	55.	-1.7	0.5
30	2	3	2	1	0.314	0.567	45.937	7.	7.	-0.2	0.1
31	1	1	5	0	0.282	0.676	46.989	6.	6.	0.0	0.1
32	1	5	1	0	0.282	0.676	46.989	20.	20.	0.0	0.2
33	2	1	5	0	0.279	0.690	47.111	3.	3.	0.0	0.0
34	2	5	1	0	0.279	0.690	47.111	10.	10.	-0.1	0.1
35	1	1	4	1	0.185	0.990	49.607	76.	81.	4.5	0.7
36	1	4	1	1	0.185	0.990	49.607	69.	73.	4.1	0.7

NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF	ESD
37	2	1	4	1	0.179	1.007	49.736	38.	40.	1.9	0.4
38	2	4	1	1	0.179	1.007	49.736	34.	36.	1.7	0.3
39	1	4	4	0	0.010	1.402	52.498	34.	33.	-1.3	0.9
40	2	4	4	0	0.010	1.424	52.637	17.	17.	0.2	0.5
41	1	3	5	0	0.010	1.685	54.244	0.	0.	0.0	0.0
42	1	5	3	0	0.010	1.685	54.244	64.	61.	-2.8	1.6
43	2	3	5	0	0.010	1.710	54.388	0.	0.	0.0	0.0
44	2	5	3	0	0.010	1.710	54.388	32.	32.	-0.1	0.8
45	1	0	6	0	0.010	1.987	55.952	168.	155.	-12.3	4.1
46	2	0	6	0	0.010	2.014	56.101	83.	81.	-1.9	2.2
47	1	0	5	1	0.010	2.111	56.617	44.	41.	-2.8	1.0
48	1	3	4	1	0.010	2.111	56.617	0.	0.	0.0	0.0
49	1	4	3	1	0.010	2.111	56.617	56.	52.	-3.5	1.3
50	2	0	5	1	0.010	2.139	56.768	22.	21.	-0.6	0.5
51	2	3	4	1	0.010	2.139	56.768	0.	0.	0.0	0.0
52	2	4	3	1	0.010	2.139	56.768	28.	27.	-0.7	0.6
53	1	2	6	0	0.010	2.642	59.271	65.	64.	-1.0	1.5
54	1	6	2	0	0.010	2.642	59.271	0.	0.	0.0	0.0
55	2	2	6	0	0.010	2.676	59.430	32.	33.	0.1	0.8
56	2	6	2	0	0.010	2.676	59.430	0.	0.	0.0	0.0
57	1	2	5	1	0.010	2.780	59.912	97.	98.	1.1	2.2
58	1	5	2	1	0.010	2.780	59.912	169.	171.	2.0	3.9
59	2	2	5	1	0.010	2.815	60.074	48.	51.	3.2	1.1
60	2	5	2	1	0.010	2.815	60.074	84.	90.	5.7	2.0
61	1	0	0	2	0.010	3.977	64.947	173.	172.	-1.4	5.2
62	2	0	0	2	0.010	4.023	65.126	86.	88.	1.4	2.0
63	1	1	6	1	0.010	4.308	66.201	48.	47.	-1.2	2.7
64	1	6	1	1	0.010	4.308	66.201	0.	0.	0.0	0.0
65	2	1	6	1	0.010	4.358	66.384	24.	24.	0.1	1.4
66	2	6	1	1	0.010	4.358	66.384	0.	0.	0.0	0.0
67	1	1	1	2	0.010	4.385	66.484	55.	55.	-0.3	2.5
68	2	1	1	2	0.010	4.435	66.668	27.	29.	1.7	1.3
69	1	1	7	0	0.010	4.560	67.125	0.	0.	0.0	0.0

70	1	5	5	0	0.010	4.560	67.125	0.	0.	0.0	0.0
71	1	7	1	0	0.010	4.560	67.125	39.	39.	0.3	1.2
72	2	1	7	0	0.010	4.612	67.311	0.	0.	0.0	0.0
73	2	5	5	0	0.010	4.612	67.311	0.	0.	0.0	0.0
74	2	7	1	0	0.010	4.612	67.311	19.	18.	-1.2	0.6
75	1	0	2	2	0.010	4.807	68.003	75.	68.	-7.3	3.1
76	2	0	2	2	0.010	4.861	68.193	37.	37.	-0.8	1.2
77	1	4	6	0	0.010	4.989	68.637	3.	3.	0.0	0.1
78	1	6	4	0	0.010	4.989	68.637	71.	71.	-0.1	2.8
79	2	4	6	0	0.010	5.045	68.828	1.	1.	0.0	0.0
80	2	6	4	0	0.010	5.045	68.828	36.	35.	-0.3	1.3
81	1	4	5	1	0.010	5.162	69.230	63.	58.	-4.5	2.8
82	1	5	4	1	0.010	5.162	69.230	3.	3.	-0.2	0.1
83	2	4	5	1	0.010	5.219	69.423	31.	33.	1.5	1.1
84	2	5	4	1	0.010	5.219	69.423	2.	2.	0.1	0.1

DERIVED BRAGG R-FACTOR= 1.36

**** MULTI-RIETVELD ANALYSIS PROGRAM LH-RIET 7.200

MnO₂ : 15% Fe³⁺

NUMBER OF PHASES = 1
 NUMBER OF HISTOGRAMS = 1
 NUMBER OF PARAMETER LIMITS = 0
 NUMBER OF BOND RESTRAINTS = 0

*** HISTOGRAM 1 ***

FOR X-RAY DATA
 NEWTON-RAPHSON ALGORITHM
 BACKGROUND TO BE REFINED (MAX 6 PARAMETERS)
 - POLYNOMIAL BACKGROUND
 THE PSEUDO-VOIGT PROFILE FUNCTION WAS SELECTED
 - USING THE HOWARD, SUM OF 5 PEAKS, ASYMMETRY
 WAVELENGTHS = 1.54056 1.54433
 ALPHA2:ALPHA1 RATIO = 0.5000
 BASE OF PEAK = 2.0*HW* 7.00

MONOCHROMATOR CORRECTION = 1.0000
ABSORPTION CORRECTION FOR CYLINDER SAMPLE
USING ALGORITHM OF SABINE(1996)/DWIGGINS(1972) WITH $\mu = 0.0000$
NO ILLUMINATION CORRECTION
PREFERRED ORIENTATION USING MARCH MODEL - NO SUMMING OF EQUIVALENTS
HISTOGRAM WEIGHTING = 1.0000
USING BRAGG-BRENTANO SAMPLE DISPLACEMENT

OUTPUT STRUCTURE FACTORS
OUTPUT CORRELATION MATRIX
GENERATE NEW INPUT FILE
NUMBER OF CYCLES = 30
RELAXATION FACTORS:
FOR COORDINATES, ISOTROPIC B, SITE OCCUPANCY = 0.90
FOR ANISOTROPIC TEMPERATURE FACTORS = 0.90
FOR SCALE, ZERO, B OVERALL, UNIT CELL, PREFERRED ORIENTATION BACKGROUND = 0.90
FOR PEAK WIDTH, ASYMMETRY, SHAPE PARAMETERS = 0.90
EPS-VALUE = 0.100

NUMBER OF PARAMETERS VARIED = 14

GLOBAL PARAMETERS AND CODEWORDS:
ZEROPOINT(1) = 0.03 0.00
SAMPLE DISPLACEMENT(1) = -0.21902 11.00
HISTOGRAM READ IN AS (2THETA, INTENSITY)
HISTOGRAM 1 FROM 10.025067 TO 69.985001 IN STEPS OF 0.016711 DEGREES

BACKGROUND PARAMETERS AND CODEWORDS(1)
526.627991 -0.691428 -0.018688 0.000214 0.000000-1720.020020
21.000000 31.000000 41.000000 51.000000 0.000000 61.000000

***** PHASE 1 *****
MnO2

PHASE IS CALCULATED USING STRUCTURAL INPUT

NUMBER OF FORMULA PER UNIT CELL = 1
NUMBER OF ATOMS = 3
PREFERRED ORIENTATION VECTOR(1) = 0.0000 0.0000 1.0000
THE SPACE GROUP IS I 4/M

INITIAL PARAMETERS

ATOM	NTYP	X	Y	Z	B	N	B23
		B11	B22	B33	B12	B13	B23
MN	MN	0.33000	0.15000	0.50000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
O1	O	0.31499	0.16000	0.00000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000
O2	O	0.58699	0.16000	0.00000	0.60000	1.00000	
		0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000

***** PHASE INFORMATION *****

OVERALL SCALE FACTOR = 0.341326E-05
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.00000
DIRECT CELL PARAMETERS = 9.8702 9.8702 2.8741 90.0000 90.0000 90.0000

*** HISTOGRAM 1 ***

HISTOGRAM SCALE FACTOR = 1.00000 0.00
PREFERRED ORIENTATION PARAMETER = 0.7879
ABSORPTION R = 0.0000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.146000 0.000000
GAUSSIAN HALF-WIDTH PARAMETERS = 1.5000 -3.0000 1.1000
ANISOTROPIC PARAMETER = 0.000000
PSEUDO-VOIGT PEAK SHAPE =
3.7811 + -0.26300 * TWOTH + 0.004180 * TWOTHSQ
EXTINCTION PARAMETER = 0.000000
The Laue symmetry is: 4/M

CODING OF VARIABLES

ATOM	X	Y	Z	B	N	B23
	B11	B22	B33	B12	B13	B23

MN	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
O1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
O2	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

***** PHASE INFORMATION CODEWORDS *****

OVERALL SCALE FACTOR = 71.00
 OVERALL TEMP. FACTOR = 0.00
 CELL CONSTANTS = 91.00 91.00 101.00 0.00 0.00 0.00

*** HISTOGRAM 1 CODEWORDS ***

PREFERRED ORIENTATION PARAMETER = 111.00
 ABSORPTION R/PO PARAMETER = 0.00
 ASYMMETRY PARAMETERS = 121.00 0.00
 GAUSSIAN COMPONENT = 81.00 141.00 0.00
 ANISOTROPIC = 0.00
 LORENTZIAN COMPONENTS = 131.00 0.00 0.00
 EXTINCTION = 0.00

FORMFACTORS FOR HISTOGRAM

FOR MN DFP= -0.529900 DFPP= 2.805200
 COEFFICIENTS= 11.281900 5.340900 7.357300 0.343200 3.019300 17.867399 2.244100 83.754303 0.089600
 FOR O DFP= 0.049200 DFPP= 0.032200
 COEFFICIENTS= 3.048500 13.277100 2.286800 5.701100 1.546300 0.323900 0.867000 32.908901 0.250800
 LAUE SYMMETRY 4/M WILL BE USED TO GENERATE INDICES

++++
 +++++
 +++++

CYCLE NUMBER= 1

PHASE 1: MnO2
 NEW PARAMETERS, SHIFTS, AND STANDARD DEVIATIONS=

ATOM	X	DX	SX	Y	DY	SY	Z	DZ	SZ	B	DB	SB
N	DN	SN										
MN	0.33000	0.00000	0.00000	0.15000	0.00000	0.00000	0.50000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
O1	0.31499	0.00000	0.00000	0.16000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
O2	0.58699	0.00000	0.00000	0.16000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.6000	0.0000	0.0000
1.0000	0.0000	0.0000										
ATOM	B11	DB11	SB11	B22	DB22	SB22	B33	DB33	SB33			
	B12	DB12	SB12	B13	DB13	SB13	B23	DB23	SB23			
MN	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
O1	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
O2	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000
	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000

-----+
| Phase: 1 |
+-----+

PHASE SCALE FACTOR = 0.371178E-05 0.298520E-06 0.279127E-06
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 9.868616 -0.001584 0.001929
9.868616 -0.001584 0.001929
2.873623 -0.000477 0.000567
90.000008 0.000008 0.000000
90.000008 0.000008 0.000000
90.000008 0.000008 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.101 0.101 0.348 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 279.860962 0.095057
SCALE * VOLUME = 0.001039 0.000078
MOLECULAR WEIGHT = 1391.040
DENSITY = 8.250
ABSOLUTE PHASE VALUES:

INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 (in cm^-2)
 MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
 ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR

Then:

$$\text{INC} * \text{MASS} * \text{ls/R} = 986.542$$

-----+-----				
Histogram: 1				
-----+-----				
SCALE FACTOR	=	1.0000	0.00000	0.00000
ZEROPOINT	=	0.02600	0.00000	0.00000
SAMPLE DISPLACEMENT	=	-0.18689	0.03212	0.03685
BACKGROUND PARAMETER B 0	=	536.608	9.98033	29.4843
BACKGROUND PARAMETER B 1	=	-1.23160	-0.540169	1.48424
BACKGROUND PARAMETER B 2	=	-0.771362E-02	0.109744E-01	0.296164E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3	=	0.141621E-03	-0.728678E-04	0.201924E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5	=	-1783.55	-63.5318	193.580
PREFERRED ORIENTATION	=	0.77836	-0.00954	0.02825
ABSORPTION R	=	0.00000	0.00000	0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS	=	0.14064	-0.00536	0.01524
		0.00000	0.00000	0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U	=	1.498307	-0.001693	0.001318
	V	=	-2.998816	0.001184
	W	=	1.100000	0.000000
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING	=	0.000000	0.000000	0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0	=	4.009442	0.228342	0.222934
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1	=	-0.263000	0.000000	0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2	=	0.004180	0.000000	0.000000
EXTINCTION PARAMETER	=	0.000000	0.000000	0.000000

-----+-----						
Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P

1	4.10	5.14	4.79	1.828	1.834	3574
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSSQ	GOF	CONDITION	
0.6384E+05	0.1555E+07	0.1551E+07	0.1555E+07	0.1149E+01	0.2185E+19	

CORRELATION MATRIX=

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	100	0	1	0	0	1	-2	-4	97	97	0	-42	2	6
2	0	100	-98	97	-93	-98	17	-2	0	0	-2	1	13	4
3	1	-98	100	-98	98	96	-18	4	0	1	2	0	-14	-3
4	0	97	-98	100	-98	-92	19	-3	0	0	-1	0	15	5
5	0	-93	98	-98	100	89	-17	4	0	1	2	1	-14	-4
6	1	-98	96	-92	89	100	-17	3	0	1	0	0	-13	-3
7	-2	17	-18	19	-17	-17	100	-11	-2	-3	13	-3	80	15
8	-4	-2	4	-3	4	3	-11	100	0	-4	-11	13	-12	-99
9	97	0	0	0	0	0	-2	0	100	98	-1	-22	0	1
10	97	0	1	0	1	1	-3	-4	98	100	-2	-22	0	5
11	0	-2	2	-1	2	0	13	-11	-1	-2	100	-4	26	13
12	-42	1	0	0	1	0	-3	13	-22	-22	-4	100	-11	-13
13	2	13	-14	15	-14	-13	80	-12	0	0	26	-11	100	16
14	6	4	-3	5	-4	-3	15	-99	1	5	13	-13	16	100

AVERAGE INTENSITY DIFFERENCE FOR PATTERN,
GIVEN FOR BLOCKS OF 20 OBSERVATIONS.

	1	0.7	2	0.0	3	2.5	4	-0.7	5	-0.4	6	-3.5	7	-7.9	8	16.6	9	-1.7		
10	4.0		11	7.9	12	-7.1	13	6.5	14	7.8	15	1.6	16	-1.6	17	3.4	18	13.8	19	-4.5
20	4.1		21	-0.4	22	1.4	23	-3.8	24	20.4	25	-0.9	26	2.8	27	-5.2	28	-4.2	29	-3.2
30	-10.2		31	-6.9	32	-5.4	33	-0.5	34	-3.9	35	4.9	36	-5.5	37	10.8	38	-0.1	39	-0.1
40	3.2		41	-5.7	42	1.4	43	1.5	44	7.1	45	1.2	46	-2.6	47	1.9	48	1.6	49	0.2
50	-5.1																			

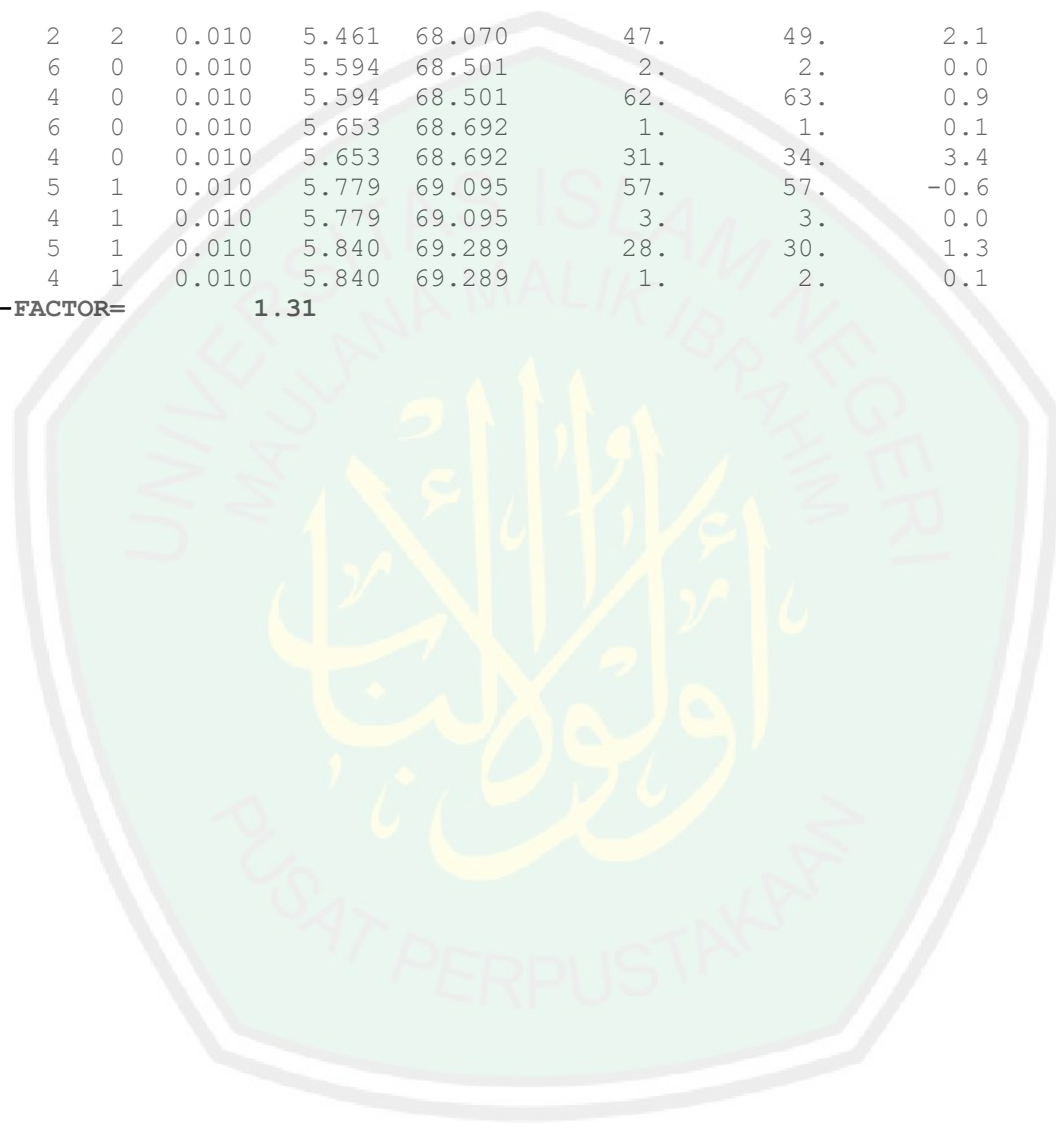
60	4.7	51	0.7	52	0.8	53	-5.4	54	2.2	55	-0.2	56	2.6	57	-5.7	58	-6.5	59	10.6
70	6.4	61	1.2	62	2.5	63	5.3	64	-8.9	65	4.3	66	0.6	67	0.5	68	0.5	69	10.4
80	14.5	71	4.1	72	17.6	73	13.0	74	1.9	75	6.0	76	10.4	77	14.7	78	13.3	79	6.2
90	-4.5	81	2.3	82	7.5	83	-8.9	84	1.9	85	2.6	86	-7.4	87	-17.9	88	-0.6	89	4.2
100	-5.3	91	2.6	92	-1.4	93	-7.2	94	0.6	95	14.5	96	5.7	97	2.4	98	2.1	99	0.0
110	0.7	101	-7.9	102	-11.2	103	-10.7	104	-3.4	105	-2.3	106	-5.1	107	0.4	108	-12.5	109	-0.8
120	5.2	111	-5.0	112	-4.5	113	-1.1	114	-3.9	115	-15.7	116	-0.5	117	-0.9	118	11.1	119	21.2
130	5.7	121	5.0	122	1.7	123	-2.5	124	-5.9	125	-4.1	126	4.0	127	-1.9	128	3.3	129	-0.4
140	3.2	131	-0.6	132	6.1	133	-4.1	134	-1.3	135	5.1	136	10.4	137	0.3	138	15.9	139	17.4
150	18.8	141	-3.4	142	4.4	143	-10.1	144	-0.6	145	-3.9	146	5.6	147	4.5	148	5.2	149	11.6
160	-0.6	151	15.2	152	-2.0	153	-3.9	154	-5.6	155	5.6	156	-8.8	157	0.8	158	-11.6	159	0.2
170	-0.7	161	-10.7	162	-2.7	163	-0.7	164	8.5	165	3.9	166	8.0	167	9.4	168	1.3	169	4.6
180	-5.6	171	-5.6	172	-8.0	173	-2.1	174	-8.5	175	-6.9	176	0.5	177	8.6	178	6.9	179	8.9
NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF	ESD								

1	1	1	1	0	0.888	1.333	12.674	1733.	1745.	12.1	6.4								
2	2	1	1	0	0.887	1.328	12.705	862.	868.	6.1	3.2								
3	1	0	2	0	0.817	0.620	17.961	1090.	1103.	12.3	5.0								
4	2	0	2	0	0.816	0.615	18.005	542.	549.	6.1	2.5								
5	1	2	2	0	0.709	0.006	25.507	48.	48.	0.0	0.3								
6	2	2	2	0	0.708	0.003	25.570	24.	24.	0.0	0.1								
7	1	1	3	0	0.662	-0.107	28.578	193.	193.	-0.3	1.2								

8	1	3	1	0	0.662	-0.107	28.578	1223.	1221.	-2.1	7.3
9	2	1	3	0	0.660	-0.109	28.649	96.	96.	-0.3	0.6
10	2	3	1	0	0.660	-0.109	28.649	608.	607.	-1.6	3.7
11	1	0	1	1	0.599	-0.138	32.421	23.	23.	0.0	0.2
12	2	0	1	1	0.598	-0.137	32.502	12.	12.	0.0	0.1
13	1	0	4	0	0.530	-0.040	36.383	380.	388.	8.2	2.6
14	2	0	4	0	0.528	-0.037	36.475	189.	194.	4.6	1.3
15	1	1	2	1	0.513	0.001	37.307	1310.	1318.	7.3	8.5
16	1	2	1	1	0.513	0.001	37.307	585.	588.	3.3	3.8
17	2	1	2	1	0.511	0.006	37.402	652.	653.	1.6	4.2
18	2	2	1	1	0.511	0.006	37.402	291.	291.	0.7	1.9
19	1	3	3	0	0.487	0.076	38.675	598.	583.	-15.3	4.0
20	2	3	3	0	0.485	0.082	38.773	297.	289.	-8.5	2.0
21	1	2	4	0	0.442	0.227	40.857	199.	197.	-2.1	1.4
22	1	4	2	0	0.442	0.227	40.857	3.	3.	0.0	0.0
23	2	2	4	0	0.440	0.236	40.962	99.	98.	-0.7	0.7
24	2	4	2	0	0.440	0.236	40.962	2.	2.	0.0	0.0
25	1	0	3	1	0.424	0.296	41.697	29.	29.	0.6	0.2
26	2	0	3	1	0.422	0.306	41.804	14.	14.	0.3	0.1
27	1	2	3	1	0.326	0.710	45.738	114.	112.	-2.2	0.8
28	1	3	2	1	0.326	0.710	45.738	15.	14.	-0.3	0.1
29	2	2	3	1	0.322	0.725	45.857	57.	56.	-1.1	0.4
30	2	3	2	1	0.322	0.725	45.857	7.	7.	-0.1	0.1
31	1	1	5	0	0.292	0.855	46.903	5.	5.	-0.1	0.0
32	1	5	1	0	0.292	0.855	46.903	17.	17.	-0.2	0.1
33	2	1	5	0	0.289	0.871	47.024	3.	3.	0.0	0.0
34	2	5	1	0	0.289	0.871	47.024	9.	8.	-0.1	0.1
35	1	1	4	1	0.199	1.221	49.518	74.	77.	2.7	0.6
36	1	4	1	1	0.199	1.221	49.518	67.	70.	2.5	0.5
37	2	1	4	1	0.194	1.241	49.648	37.	38.	1.4	0.3
38	2	4	1	1	0.194	1.241	49.648	33.	35.	1.3	0.3
39	1	4	4	0	0.010	1.691	52.400	29.	28.	-1.1	0.7
40	2	4	4	0	0.010	1.715	52.538	15.	15.	0.3	0.3
41	1	3	5	0	0.010	2.009	54.142	0.	0.	0.0	0.0
42	1	5	3	0	0.010	2.009	54.142	55.	53.	-1.9	1.1

NO.	CODE	H	K	L	HW	SHAPE	POSN	ICALC	COBS	DIFF	ESD
43	2	3	5	0	0.010	2.036	54.285	0.	0.	0.0	0.0
44	2	5	3	0	0.010	2.036	54.285	27.	27.	0.2	0.6
45	1	0	6	0	0.010	2.344	55.847	145.	145.	0.4	3.0
46	2	0	6	0	0.010	2.375	55.995	72.	74.	1.9	1.5
47	1	0	5	1	0.010	2.482	56.513	41.	43.	1.7	0.9
48	1	3	4	1	0.010	2.482	56.513	0.	0.	0.0	0.0
49	1	4	3	1	0.010	2.482	56.513	53.	55.	2.2	1.2
50	2	0	5	1	0.010	2.514	56.664	21.	20.	-0.5	0.4
51	2	3	4	1	0.010	2.514	56.664	0.	0.	0.0	0.0
52	2	4	3	1	0.010	2.514	56.664	26.	26.	-0.6	0.6
53	1	2	6	0	0.010	3.065	59.158	56.	56.	-0.7	1.3
54	1	6	2	0	0.010	3.065	59.158	0.	0.	0.0	0.0
55	2	2	6	0	0.010	3.102	59.317	28.	28.	-0.2	0.7
56	2	6	2	0	0.010	3.102	59.317	0.	0.	0.0	0.0
57	1	2	5	1	0.010	3.216	59.801	90.	87.	-3.8	2.0
58	1	5	2	1	0.010	3.216	59.801	158.	151.	-6.6	3.5
59	2	2	5	1	0.010	3.254	59.962	45.	47.	1.8	1.4
60	2	5	2	1	0.010	3.254	59.962	78.	82.	3.2	2.4
61	1	0	0	2	0.010	4.514	64.833	233.	210.	-22.8	13.0
62	2	0	0	2	0.010	4.564	65.011	116.	113.	-2.7	3.1
63	1	1	6	1	0.010	4.867	66.075	44.	44.	0.2	1.3
64	1	6	1	1	0.010	4.867	66.075	0.	0.	0.0	0.0
65	2	1	6	1	0.010	4.920	66.257	22.	22.	0.5	0.7
66	2	6	1	1	0.010	4.920	66.257	0.	0.	0.0	0.0
67	1	1	1	2	0.010	4.951	66.366	72.	74.	1.9	4.3
68	2	1	1	2	0.010	5.005	66.549	36.	39.	2.8	2.1
69	1	1	7	0	0.010	5.136	66.993	0.	0.	0.0	0.0
70	1	5	5	0	0.010	5.136	66.993	0.	0.	0.0	0.0
71	1	7	1	0	0.010	5.136	66.993	34.	32.	-1.7	0.9
72	2	1	7	0	0.010	5.191	67.178	0.	0.	0.0	0.0
73	2	5	5	0	0.010	5.191	67.178	0.	0.	0.0	0.0
74	2	7	1	0	0.010	5.191	67.178	17.	16.	-0.4	0.5
75	1	0	2	2	0.010	5.403	67.881	95.	94.	-1.5	2.6

76	2	0	2	2	0.010	5.461	68.070	47.	49.	2.1	2.9
77	1	4	6	0	0.010	5.594	68.501	2.	2.	0.0	0.1
78	1	6	4	0	0.010	5.594	68.501	62.	63.	0.9	2.3
79	2	4	6	0	0.010	5.653	68.692	1.	1.	0.1	0.3
80	2	6	4	0	0.010	5.653	68.692	31.	34.	3.4	8.8
81	1	4	5	1	0.010	5.779	69.095	57.	57.	-0.6	1.6
82	1	5	4	1	0.010	5.779	69.095	3.	3.	0.0	0.1
83	2	4	5	1	0.010	5.840	69.289	28.	30.	1.3	1.9
84	2	5	4	1	0.010	5.840	69.289	1.	2.	0.1	0.1
DERIVED BRAGG R-FACTOR=					1.31						





KEMENTERIAN AGAMA RI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

Jl. Gajayana No. 50 Dinoyo Malang (0341) 551345 Fax. (0341) 572533

BUKTI KONSULTASI SKRIPSI

Nama : Wahyu Reni Agustin
NIM : 15640016
Fakultas/ Jurusan : Sains dan Teknologi/ Fisika
Judul Skripsi : Sintesis dan Karakterisasi MnO_2 dengan Pendopongan Fe^{3+}
sebagai Elektroda Penyimpan Energi
Pembimbing I : Erna Hastuti, M.Si
Pembimbing II : Utiya Hikmah, M.Si.

No	Tanggal	HAL	Tanda Tangan
1	05 Agustus 2019	Konsultasi Bab I	
2	07 Agustus 2019	Konsultasi Bab I	
3	09 Agustus 2019	Konsultasi Bab I dan Bab II	
4	12 Agustus 2019	Konsultasi Bab II dan Bab III	
5	14 Agustus 2019	Konsultasi Bab II, III dan Bab Data IV	
6	16 Agustus 2019	Konsultasi Bab III dan Data IV	
7	19 Agustus 2019	Konsultasi Kajian Agama Bab I, IV	
8	21 Agustus 2019	Konsultasi Bab IV	
9	10 September 2019	Konsultasi Kajian Agama dan ACC	
10	14 Oktober 2019	Konsultasi Bab IV dan Bab V	
11	13 November 2019	Konsultasi Semua Bab, Abstrak dan ACC	

Malang, 13 November 2019
Mengetahui,
Ketua Jurusan Fisika,

Drs. Abdul Basid, M.Si
NIP. 19650504 199003 1 003