

### **III. METODE PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus 2012 sampai dengan bulan November 2012 di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Kimia Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung dan Laboratorium LIPI Kimia Serpong. Sedangkan untuk karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung.

#### **B. Alat dan Bahan**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari: neraca sartorius digital, pipet, spatula, mortar, *pastle* keramik, cetakan sampel (*die*), tungku (*furnace*), alat *pressing*, *crucible*, *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari bahan oksida dan karbonat dengan tingkat kemurnian yang tinggi yaitu:  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (99,9%),  $\text{SrCO}_3$  (99,9%),  $\text{CaCO}_3$  (99,95%), dan  $\text{CuO}$  (99,999%).

### C. Komposisi Bahan

Komposisi bahan awal untuk membuat 3 gram pada masing-masing sampel superkonduktor BSCCO-2223 dengan variasi  $\text{CaCO}_3$  dapat dilihat pada Tabel 2 sampai Tabel 5. Setiap sampel diberi kode dengan format yang menunjukkan parameter proses sintesis. Misalnya: bahan BSCCO-2223 dengan kadar  $\text{CaCO}_3$ : 1,95 diberi kode BSCCO-2223/Ca = 1,95.

**Tabel 2.** Komposisi bahan Bi-2223 untuk  $\text{CaCO}_3$ : 1,95 (BSCCO-2223/Ca= 1,95).

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung untuk setiap 3 gram sampel
$\text{Bi}_2\text{O}_3$	2	1,1697
$\text{SrCO}_3$	2	0,7412
$\text{CaCO}_3$	1,95	0,4900
CuO	3	0,5991
Total		<b>3,0000</b>

**Tabel 3.** Komposisi bahan Bi-2223 untuk  $\text{CaCO}_3$ : 2,00 (BSCCO-2223/Ca= 2,00).

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung untuk setiap 3 gram sampel
$\text{Bi}_2\text{O}_3$	2	1,1649
$\text{SrCO}_3$	2	0,7381
$\text{CaCO}_3$	2,00	0,5004
CuO	3	0,5966
Total		<b>3,0000</b>

**Tabel 4.** Komposisi bahan Bi-2223 untuk  $\text{CaCO}_3$ : 2,05 (BSCCO-2223/Ca= 2,05).

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung untuk setiap 3 gram sampel
$\text{Bi}_2\text{O}_3$	2	1,1600
$\text{SrCO}_3$	2	0,7351
$\text{CaCO}_3$	2,05	0,5108
CuO	3	0,5941
Total		<b>3,0000</b>

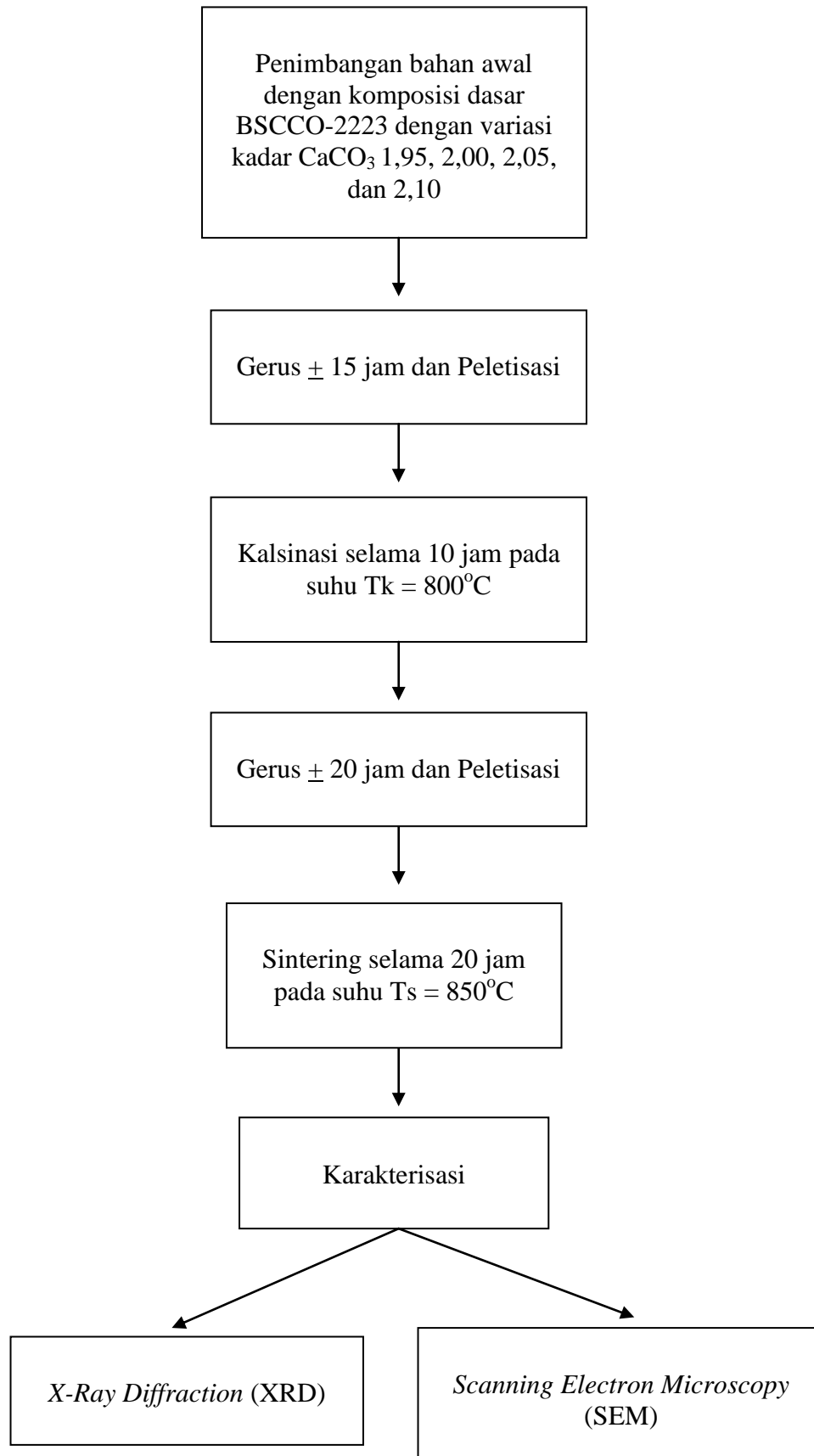
**Tabel 5.** Komposisi bahan Bi-2223 untuk CaCO<sub>3</sub>: 2,10 (BSCCO-2223/Ca= 2,10).

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung untuk setiap 3 gram sampel
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2	1,1553
SrCO <sub>3</sub>	2	0,7320
CaCO <sub>3</sub>	2,10	0,5211
CuO	3	0,5916
Total		<b>3,0000</b>

#### D. Prosedur Penelitian

##### 1. Preparasi sampel

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode reaksi padatan (*solid state reaction method*) yang terdiri dari penggerusan, peletisasi (*pressing*), dan pemanasan (kalsinasi dan sintering). Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Prosedur kerja dapat dilihat pada Gambar 8.



**Gambar 8.** Diagram alir penelitian.

## **2. Penimbangan**

Bahan dasar yang akan digunakan terlebih dahulu ditimbang sesuai dengan perhitungan yang telah ditentukan. Kemudian semua bahan ditempatkan pada wadah tersendiri.

## **3. Penggerusan**

Setelah proses penimbangan, bahan awal tersebut dicampur dan digerus dengan *mortar* dan *pastle* secara manual sampai bahan terasa halus selama  $\pm 15$  jam. Penggerusan bertujuan untuk meningkatkan homogenitas bahan dan dapat memperluas permukaan kontak agar reaksi dapat berlangsung secara stoikiometrik. Dengan demikian, terjadi peningkatan efektivitas reaksi padatan yang membentuk benih-benih senyawa (prekursor).

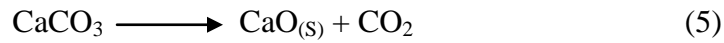
## **4. Peletisasi**

Reaksi padatan bahan superkonduktor dapat ditingkatkan dengan peletisasi, yaitu memadatkan serbuk bahan yang telah digerus sehingga tercetak dalam bentuk lingkaran dengan ukuran tertentu menggunakan alat *pressing*. Reaksi padatan menjadi dipermudah karena jarak yang diperdekat akibat pemadatan tersebut. Peletisasi dilakukan menggunakan alat *pressing* dengan kekuatan 8 ton.

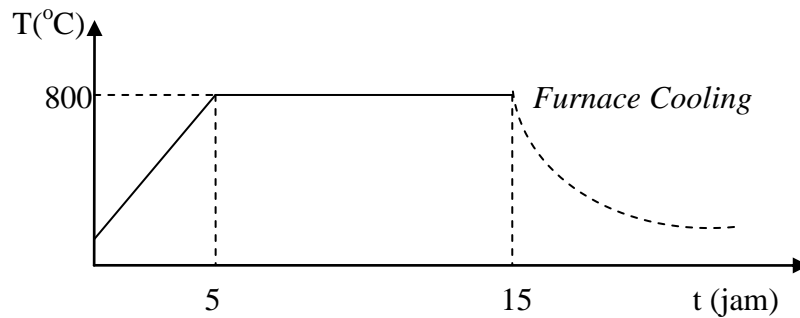
## **5. Kalsinasi dan Sintering**

Beberapa senyawa awal berbentuk karbonat perlu didekomposisi pada suhu di bawah titik lelehnya dengan tujuan membuang komposisi yang tidak diperlukan

dan membentuk senyawa prekursor yang sesuai dengan reaksi kimia sebagai berikut:



Proses semacam ini disebut kalsinasi. Dekomposisi merupakan reaksi endoterm. Laju reaksi kalsinasi tergantung pada laju reaksi pada permukaan yang bereaksi, laju transfer panas dan laju transfer gas. Sampel hasil kalsinasi belum sempurna, karena adanya porositas akibat penangkapan gas sekitar dan kecilnya luas permukaan kontak. Kalsinasi pada sampel dilakukan pada suhu  $800^\circ\text{C}$  selama 10 jam. Diagram kalsinasi ditunjukkan pada Gambar 9.



**Gambar 9.** Diagram proses kalsinasi.

Setelah dikalsinasi sampel digerus kembali sampai bahan terasa halus. Kemudian dipelet kembali dan disintering. Tujuan dilakukan sintering adalah untuk membentuk senyawa dengan fase tertentu. Faktor fisika yang paling mempengaruhi sintering adalah temperatur. Secara khusus, proses yang terjadi selama sintering adalah *necking* antara butiran-butiran dan selanjutnya perubahan porositas (Bourdillon, 1994). Sintering dilakukan pada suhu  $850^\circ\text{C}$  selama 20 jam. Diagram sintering ditunjukkan pada Gambar 10.



**Gambar 10.** Diagram proses sintering.

## E. Karakterisasi

Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *XRD* (*X-Ray Diffraction*) dan *SEM* (*Scanning Electron Microscopy*).

### 1. *XRD* (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X bertujuan untuk melihat dan mempelajari fase-fase yang terbentuk, serta menganalisis tingkat kemurnian fase (fraksi volume, derajat orientasi, dan impuritas). Pola difraksi sinar-X atau spektrum *XRD* diperoleh dengan menembak sampel menggunakan sumber  $\text{Cu-K}\alpha$  dengan panjang gelombang  $1,54 \text{ \AA}$ . Data difraksi diambil dalam rentang  $2\theta = 20^\circ$  sampai  $90^\circ$ , dengan modus *scanning continue* dan *step size* sebesar  $2\theta = 0,05$  serta waktu 2 detik *per step*. Dari spektrum *XRD* terlihat adanya puncak-puncak intensitas yang terdeteksi tiap sudut difraksi  $2\theta$  (Cullity, 1978). Fase Bi-2223 yang terbentuk dapat diperoleh dengan menghitung fraksi volume (FV), derajat orientasi (P) dan impuritas (I) yang terkandung pada sampel menggunakan rumus sebagai berikut:

$$FV = \frac{\sum I(2223)}{I_{total}} \quad (7)$$

$$P = \frac{\sum I(00l)}{\sum I(2223)} \quad (8)$$

$$I = 100\% - FV \quad (9)$$

Dengan:

FV = Fraksi Volume fase Bi-2223

P = Derajat Orientasi

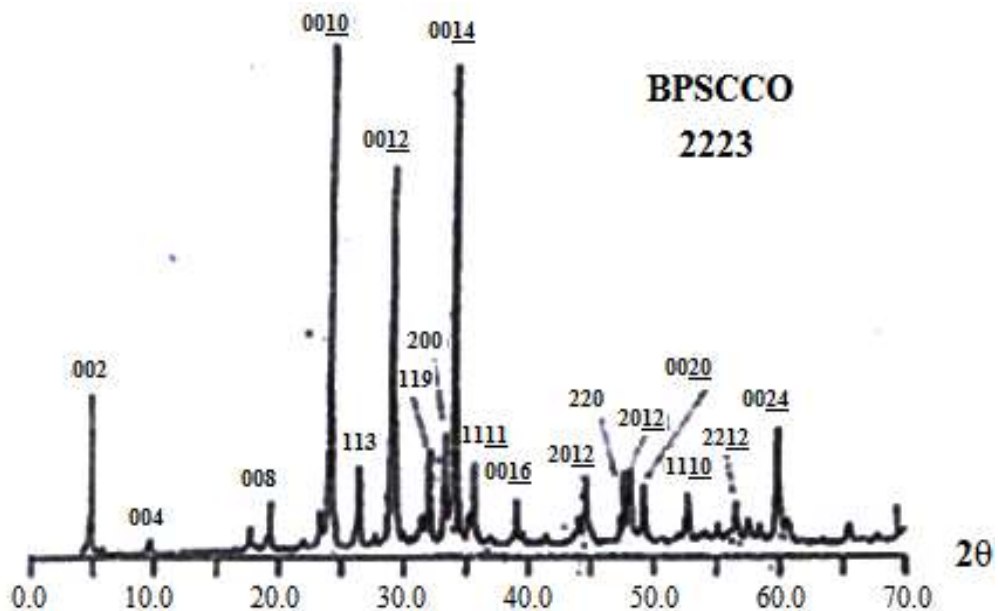
I = Impuritas

$I_{total}$  = Intensitas Total

$I_{(2223)}$  = Intensitas fase 2223

$I_{(001)}$  = Intensitas fase  $h=k=0$  dan 1 bilangan genap

Untuk menentukan fase yang terbentuk, spektrum XRD hasil pengukuran dibandingkan dengan spektrum XRD serbuk BPSCCO/BSCCO fase 2223 yang dihasilkan oleh Mennabe, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 11. Spektrum ini merupakan spektrum XRD rujukan yang biasa digunakan untuk menentukan tingkat kemurnian dengan cara menghitung fraksi volume, impuritas, dan derajat orientasi (Budi, 2002). Analisis XRD dilakukan dengan program Celref.



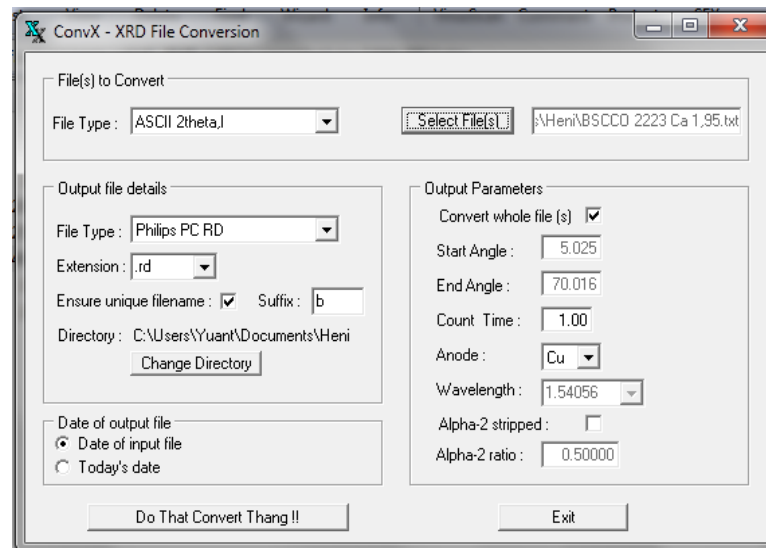
**Gambar 11.** Spektrum XRD superkonduktor BPSCCO/BSCCO fase 2223 (Mannabe 1988).



## 2. Celref

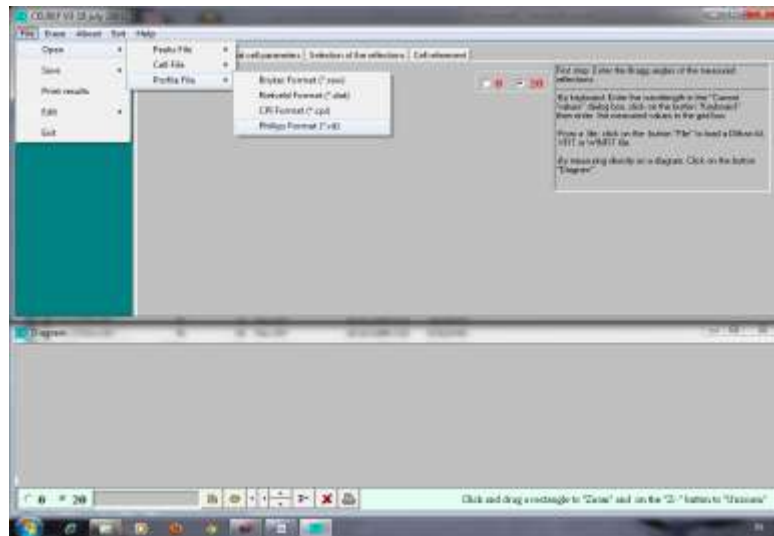
Program Celref yang digunakan dalam penelitian ini adalah program Celref versi ketiga (Celref V3) yang disusun oleh Jean Laugier dan Bernard Bochu. Proses penggunaan Celref adalah dengan tahapan sebagai berikut:

- a. Mengubah file XRD dengan ekstensi *.txt* ke dalam *.rd* yang ditunjukkan pada Gambar 12.

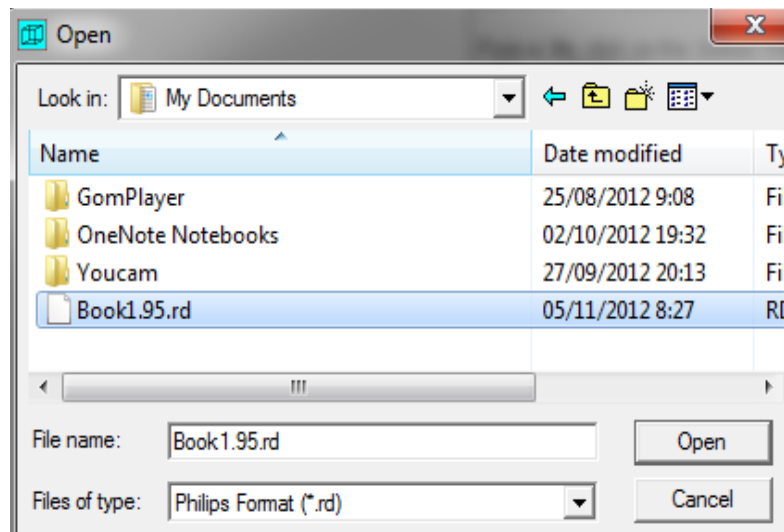


**Gambar 12.** Mengubah file *.txt* menjadi file *.rd*.

- b. Membuka *software* Celref.
- c. Memilih input data *rd* yang telah dibuat yang ditunjukkan pada Gambar 13 dan Gambar 14.

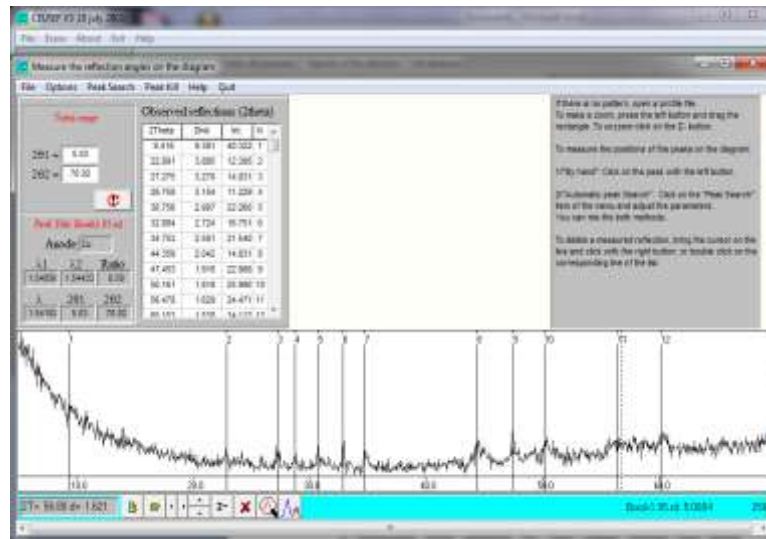


**Gambar 13.** Input data *rd*.



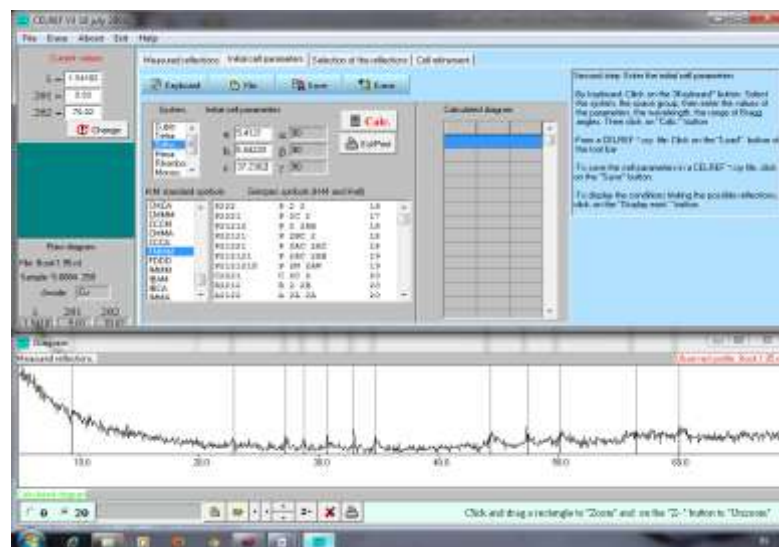
**Gambar 14.** Memasukkan data *rd*.

- d. Memilih puncak-puncak yang akan diukur dari grafik XRD yang ditampilkan oleh Celref seperti pada Gambar 15.



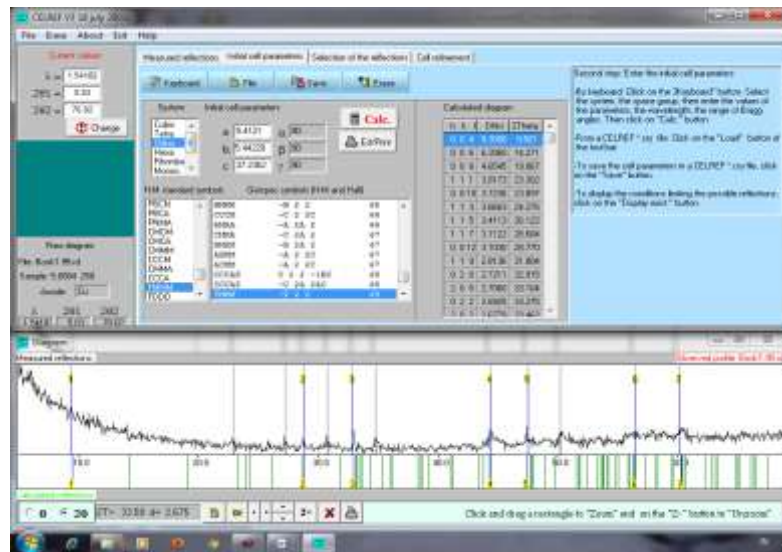
**Gambar 15.** Puncak-puncak yang akan diukur dari grafik XRD.

- e. Menentukan inisial parameter sel, yaitu dengan memilih jenis kristal ortorombik tipe FMMM (Cullity, 1978). Kemudian memasukkan nilai awal kisi kristal BSCCO-2223, yaitu  $a = 5,4121$ ;  $b = 5,44220$ ; serta  $c = 37,2362$  (Rahardjo, 2002) yang ditunjukkan pada Gambar 16.



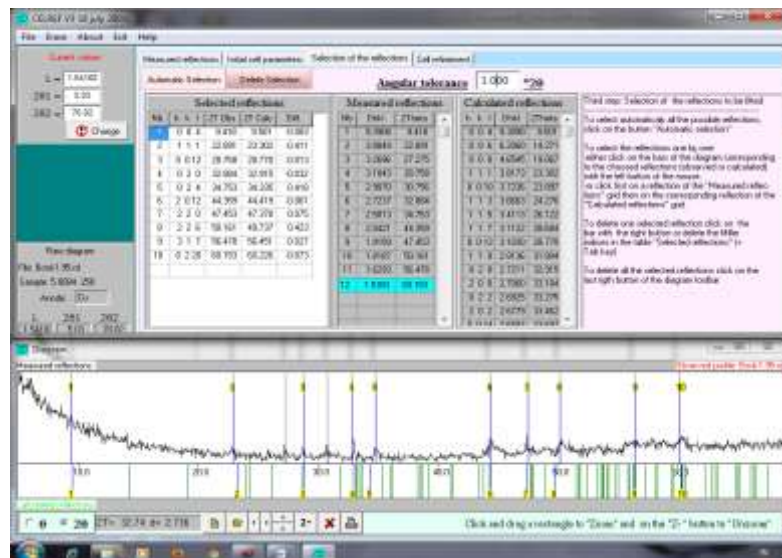
**Gambar 16.** Inisial parameter sel, yaitu dengan memilih jenis kristal ortorombik tipe FMMM.

f. Melakukan proses *calculate* pada Celref yang ditunjukkan pada Gambar 17.



Gambar 17. Proses *calculate*.

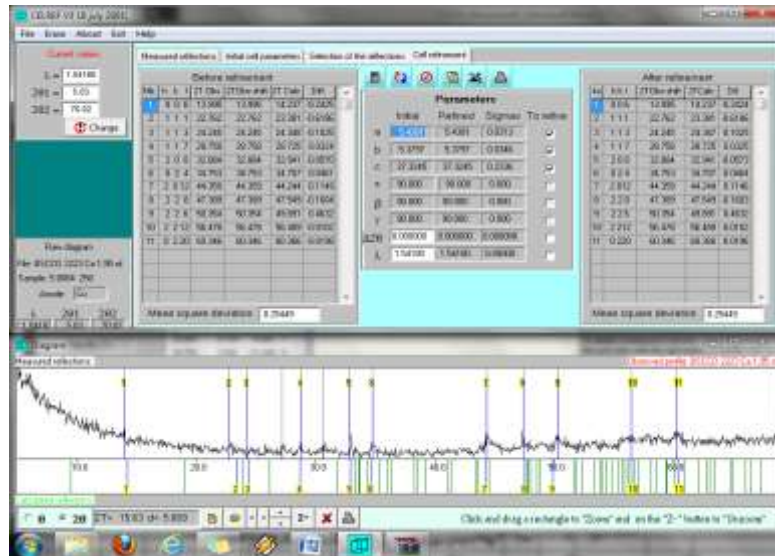
g. Melakukan seleksi puncak dengan pemilihan toleransi berkisar 0,5 sampai 1,0 seperti pada Gambar 18.



Gambar 18. Seleksi puncak dengan pemilihan toleransi berkisar 1,0.

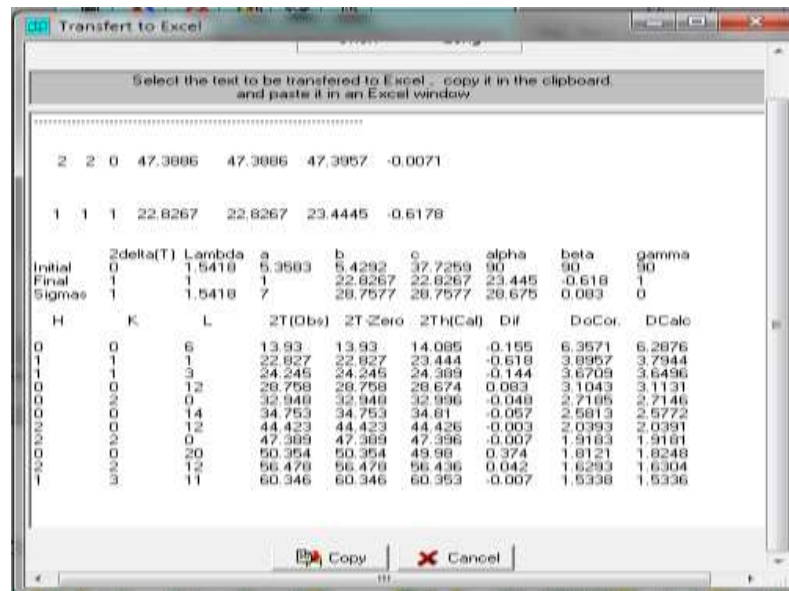
h. Melakukan *refine* data sampai mendapatkan hasil yang sesuai antara inisial sebelum di-*refine* dan setelah di-*refine*.

- i. Melakukan *refine* sampai diperoleh nilai *initial* dan *refined* sama, sehingga didapatkan hasil dengan sigma kecil yang ditunjukkan pada Gambar 19.



Gambar 19. Hasil *refine* terbaik.

- j. Membuka *database excel* (excel) seperti pada Gambar 20.



Gambar 20. Hasil *database excel* setelah di-*refine*.

- k. Menentukan intensitas yang diperoleh dengan mencari nilai yang mendekati dari  $2T(\text{Obs})$  di *database excel* terhadap data asli XRD seperti ditunjukkan pada Gambar 21.

H	K	L	2T(Obs)	2T-Zero	2Th(Cal)	Dif	DoCor	DCat	Intensitas	
0	0	0	6	13.93	13.93	14.085	-0.155	6.3571	6.2876	70
1	1	1	1	22.827	22.827	23.444	-0.618	3.8957	3.7944	49
1	1	3	3	24.245	24.245	24.389	-0.144	3.6709	3.6496	43
0	0	12	12	28.758	28.758	28.674	0.083	3.1043	3.1131	69
0	2	0	0	32.948	32.948	32.996	-0.048	2.7185	2.7146	56
0	0	14	14	34.753	34.753	34.81	-0.057	2.5813	2.5772	60
2	0	12	12	44.423	44.423	44.426	-0.003	2.0393	2.0391	61
2	2	0	0	47.389	47.389	47.396	-0.007	1.9183	1.9181	63
0	0	20	20	50.354	50.354	49.98	0.374	1.8121	1.8248	71
2	2	12	12	56.478	56.478	56.436	0.042	1.6293	1.6304	72
1	3	11	11	60.346	60.346	60.353	-0.007	1.5338	1.5336	74

Gambar 21. Menentukan nilai intensitas.

### 3. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Struktur mikro dari sampel dianalisis dengan *Scanning Electron Microscopy* (*SEM*). Hal ini dilakukan untuk melihat bentuk *grain* sampel. Oleh karena konduktivitas yang cukup besar, maka sampel tidak perlu di *coating* dengan Au atau C, tetapi dengan menempelkan sampel pada *holder* dengan pasta perak.