

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Superkonduktor

1. Definisi dan Sejarah Superkonduktor

Superkonduktor adalah suatu material yang tidak memiliki hambatan di bawah suatu nilai suhu tertentu. Sehingga superkonduktor dapat menghantarkan arus walaupun tanpa adanya sumber tegangan (Rusdi, 2010). Suatu superkonduktor dapat berupa konduktor, semikonduktor ataupun insulator pada keadaan ruang. Suhu dimana terjadi perubahan sifat konduktivitas menjadi superkonduktor disebut dengan *temperature kritis* (T_c) (Ismunandar & Sen, 2004).

Superkonduktor pertama kali ditemukan oleh seorang fisikawan Belanda, Heike Kamerlingh Onnes, dari Universitas Leiden pada tahun 1911. Pada tanggal 10 Juli 1908, Onnes berhasil mencairkan helium dengan cara mendinginkan hingga 4 K atau -269°C . Kemudian pada tahun 1911, Onnes mulai mempelajari sifat-sifat listrik dari logam pada suhu yang sangat dingin. Pada waktu itu telah diketahui bahwa hambatan suatu logam akan turun ketika didinginkan di bawah suhu ruang, akan tetapi belum ada yang dapat mengetahui batas bawah hambatan yang dicapai ketika suhu logam mendekati 0 K atau nol mutlak. Beberapa ilmuwan pada waktu itu seperti William Kelvin memperkirakan bahwa elektron yang mengalir dalam konduktor akan berhenti ketika suhu mencapai nol

mutlak. Di lain pihak, ilmuwan yang lain termasuk Onnes memperkirakan bahwa hambatan akan menghilang pada keadaan tersebut. Untuk mengetahui yang sebenarnya terjadi, Onnes mengalirkan arus pada kawat merkuri yang sangat murni, kemudian mengukur hambatannya sambil menurunkan suhunya. Pada suhu 4,2 K, Onnes mendapatkan hambatannya tiba-tiba hilang. Arus mengalir melalui kawat merkuri terus-menerus. Dengan tidak adanya hambatan, maka arus dapat mengalir tanpa kehilangan energi.

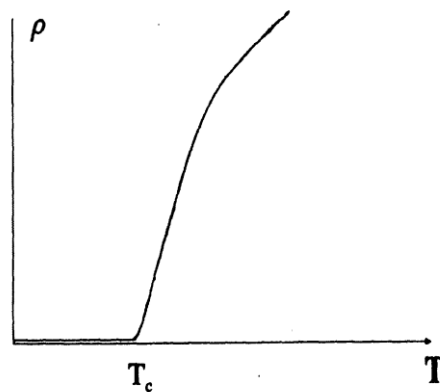
Percobaan Onnes yang lain dilakukan dengan mengalirkan arus pada suatu kumparan superkonduktor dalam rangkaian tertutup, kemudian mencabut sumber arusnya. Satu tahun kemudian Onnes mengukur arusnya dan arus masih tetap mengalir. Fenomena ini kemudian oleh Onnes diberi nama superkonduktivitas. Atas penemuannya itu, Onnes dianugerahi hadiah Nobel Fisika pada tahun 1913 (Kusmahetiningsih, 2011).

Dari eksperimen tersebut, Onnes mengambil kesimpulan bahwa hambatan suatu logam akan turun (bahkan hilang sama sekali) ketika logam didinginkan di bawah suhu ruang (suhu yang sangat dingin) atau setidaknya lebih rendah dari *temperature kritis* (T_c) logam tersebut (Kusmahetiningsih, 2011).

Pada tahun 1986 Bednorz dan Muller di Laboratorium IBM Zurich, berhasil menemukan bahan keramik superkonduktor $Ba_{1,8}La_{0,15}CuO_4$ dengan $T_c = 30$ K. Pada tahun 1987, Chu dkk menemukan superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (YBCO-123) yang mempunyai $T_c = 92$ K. Kemudian pada tahun 1988 Maeda *et al.* menemukan superkonduktor $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (BSCCO-2223) dengan $T_c = 110$ K (Maeda *et al.*, 1988).

2. Karakteristik Superkonduktor

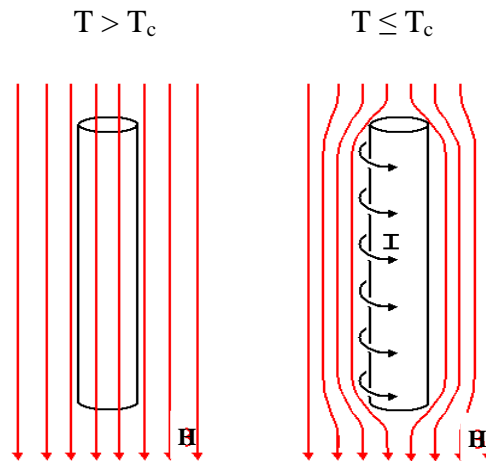
Suatu bahan dikatakan sebagai bahan superkonduktor apabila menunjukkan sifat khusus, yaitu konduktivitas sempurna dengan resistivitas (ρ) adalah nol pada seluruh $T \leq T_c$ dan tanpa induksi magnetik (B) adalah nol atau diamagnetik sempurna di dalam superkonduktor. Hubungan antara suhu terhadap resistivitas dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Hubungan antara suhu terhadap resistivitas (Pikatan, 1989).

Berdasarkan Gambar 1, ketika suhu $T > T_c$ bahan dikatakan berada dalam keadaan normal yang artinya bahan tersebut memiliki resistansi listrik. Bahan dapat berupa konduktor, penghantar yang jelek dan bahkan ada yang menjadi isolator. Ketika suhu $T \leq T_c$ bahan berada dalam keadaan superkonduktor, yang artinya fluks magnetik ditolak oleh bahan superkonduktor, sehingga induksi magnetik menjadi nol di dalam superkonduktor. Hal ini ditandai dengan resistivitasnya turun drastis mendekati nol (Pikatan, 1989).

Pada tahun 1933, Meissner dan Ochsenfeld mengamati sifat kemagnetan superkonduktor. Superkonduktor berkelakuan seperti bahan diamagnetik sempurna ketika $T \leq T_c$ seperti ditunjukkan pada Gambar 2 dan Gambar 3.



Gambar 2. Efek Meissner (Mundy & Cross, 2006).



Gambar 3. Bahan superkonduktor yang melayangkan magnet di atasnya (Ismunandar & Sen, 2004).

Pada Gambar 2, ketika $T \leq T_c$ bahan superkonduktor menolak medan magnet. Sehingga apabila sebuah magnet tetap diletakkan di atas bahan superkonduktor, maka magnet tersebut akan melayang seperti ditunjukkan pada Gambar 3. Jadi kerentanan magnetnya (*susceptibility*) $\chi = -1$, sedangkan konduktor biasa memiliki kerentanan magnet $\chi = -10^{-5}$. Fenomena ini dikenal dengan nama efek Meissner. Jika bahan non superkonduktor diletakkan di atas suatu medan magnet, maka fluks magnet akan menerobos ke dalam bahan, sehingga terjadi induksi magnet di dalam bahan. Sebaliknya, jika bahan superkonduktor yang berada di bawah suhu kritisnya dikenai medan magnet, maka superkonduktor akan menolak fluks

magnet yang mengenainya. Hal ini terjadi karena superkonduktor menghasilkan medan magnet dalam bahan yang berlawanan arah dengan medan magnet luar yang diberikan (Pikatan, 1989).

3. Jenis-jenis Superkonduktor

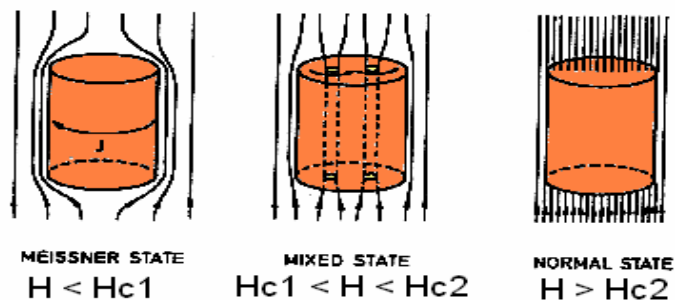
Superkonduktor dapat dibedakan berdasarkan suhu kritis dan medan magnet kritisnya. Berdasarkan suhu kritisnya superkonduktor dibagi menjadi 2, yaitu superkonduktor suhu rendah dan superkonduktor suhu tinggi (SKST). Superkonduktor suhu rendah merupakan superkonduktor yang memiliki suhu kritis di bawah suhu nitrogen cair (77 K). Sehingga untuk memunculkan superkonduktivitasnya, material tersebut menggunakan helium cair sebagai pendingin (Windartun, 2008). Adapun contoh dari superkonduktor suhu rendah adalah Hg (4,2 K), Pb (7,2 K), niobium nitride (16 K), niobium-3-timah (18,1 K), $\text{Al}_{0,8}\text{Ge}_{0,2}\text{Nb}_3$ (20,7 K), niobium germanium (23,2 K), dan lanthanum barium tembaga oksida (28 K) (Pikatan, 1989).

Sedangkan SKST (Superkonduktor Suhu Tinggi) adalah superkonduktor yang memiliki suhu kritis di atas suhu nitrogen cair (77 K) sehingga sebagai pendinginnya dapat digunakan nitrogen cair (Windartun, 2008). Pada tahun 1987, kelompok peneliti di Alabama dan Houston yang dikoordinasi oleh K.Wu dan P. Chu, menemukan superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ dengan $T_c = 92$ K. Ini adalah suatu penemuan yang penting karena untuk pertama kali didapat superkonduktor dengan suhu kritis di atas suhu nitrogen cair, yang harganya jauh lebih murah daripada helium cair. Pada awal tahun 1988, ditemukan superkonduktor oksida

Bi-Sr-Ca-Cu-O dan Tl-Ba-Ca-Cu-O berturut-turut dengan $T_c = 110\text{ K}$ dan 125 K (Sukirman dkk., 2003).

Berdasarkan sifat magnetisnya, superkonduktor dibagi menjadi 2, yaitu superkonduktor tipe I dan superkonduktor tipe II. Superkonduktor tipe I menurut teori BCS (Bardeen, Cooper, dan Schrieffer) dijelaskan menggunakan pasangan elektron (yang sering disebut pasangan Cooper). Pasangan elektron bergerak sepanjang terowongan penarik yang dibentuk ion-ion logam yang bermuatan positif. Akibat dari pembentukan pasangan dan tarikan ini arus listrik akan bergerak dengan merata dan akan terjadi superkonduktivitas. Superkonduktor yang berkelakuan seperti ini disebut superkonduktor tipe I yang secara fisik ditandai dengan efek Meissner, yakni gejala penolakan medan magnet luar (asalkan kuat medannya tidak terlalu tinggi) oleh superkonduktor. Bila kuat medan melebihi batas kritis, gejala superkonduktivitasnya akan menghilang. Maka pada superkonduktor tipe I akan terus-menerus menolak medan magnet yang diberikan hingga mencapai medan magnet kritis (Kusmahetiningih, 2011).

Superkonduktor tipe II mempunyai dua nilai medan magnet kritis, H_{c1} (di bawah) dan H_{c2} (di atas). Selain itu, superkonduktor tipe II memiliki tiga keadaan seperti ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Fluks magnet pada jangkauan medan kritis (Widodo, 2009).

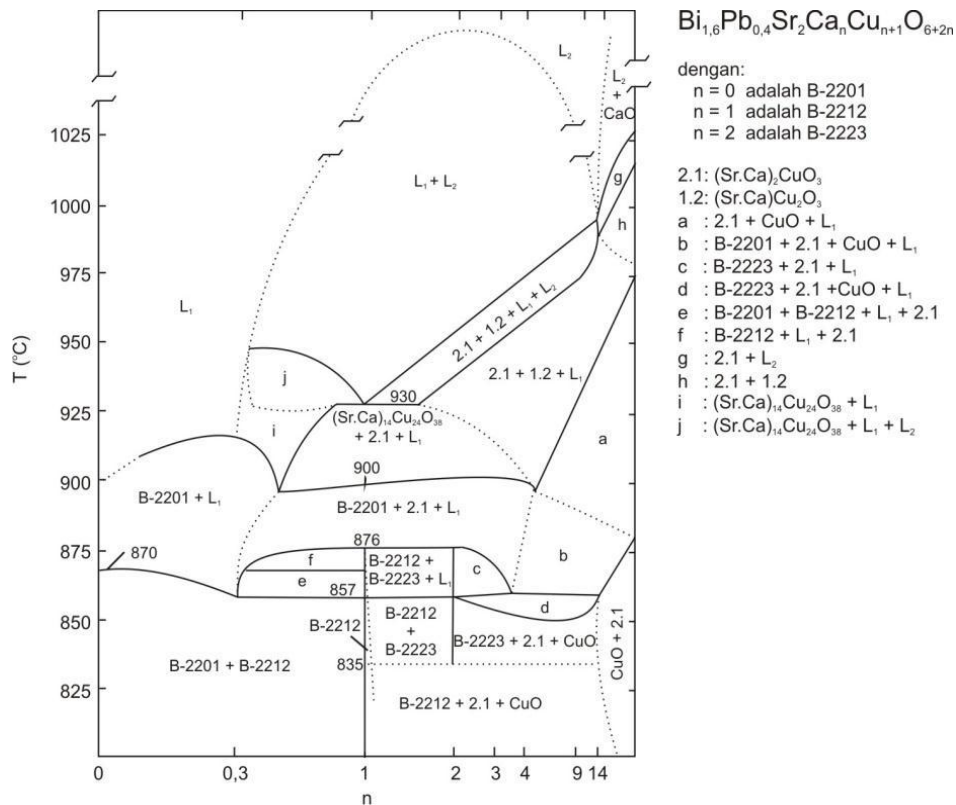
Keadaan bahan superkonduktor tipe II berdasarkan Gambar 4, ketika $H < H_{c1}$ bahan superkonduktor tipe II berada dalam keadaan Meissner, yaitu fluks magnetik ditolak sempurna hingga medan magnet kritis dengan resistivitas (ρ) adalah nol dan induksi magnetik (B) adalah nol. Selain itu ketika $H_{c1} < H < H_{c2}$ maka superkonduktor berada dalam keadaan campuran, yaitu sebagian fluks magnetik menerobos spesimen superkonduktor. Ketika $H > H_{c2}$ bahan superkonduktor berada dalam keadaan normal, yaitu fluks magnetik dapat menembus bahan superkonduktor seluruhnya ($\rho \neq 0$ dan $B \neq 0$) (Cyrot & Pavuna, 1992).

B. Superkonduktor BSCCO

Penelitian mengenai superkonduktor sistem BSCCO telah dimulai sejak tahun 1987 dan pertama kali diprakarsai oleh Maeda *et al.* (Maeda *et al.*, 1988; Bordet *et al.*, 1988; Carillo dan Gopel, 1989; Tarascon *et al.*, 1988; Schnering *et al.*, 1988). Sistem BSCCO merupakan salah satu SKST golongan superkonduktor kuprat (CuO). Bahan SKST BSCCO memiliki ciri-ciri antara lain, suhu tinggi di atas nitrogen cair 77 K, merupakan bahan kompleks yang terbentuk dari prekursor Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , dan CuO. Bahan SKST ini pada valensi Cu termasuk doping *hole*, struktur kristalnya berlapis berupa *orthorombik perovskite* (ABX₃) (Widodo, 2009). Bahan SKST BSCCO merupakan bahan superkonduktor tipe II (Cyrot & Pavuna, 1992).

Seluruh fase superkonduktif BSCCO memenuhi persamaan $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$, dengan nilai $n = 1, 2, 3$, dan seterusnya (Majewski *et al.*, 1997). Pembentukan senyawa bergantung pada komposisi nominal bahan penyusun dan suhu

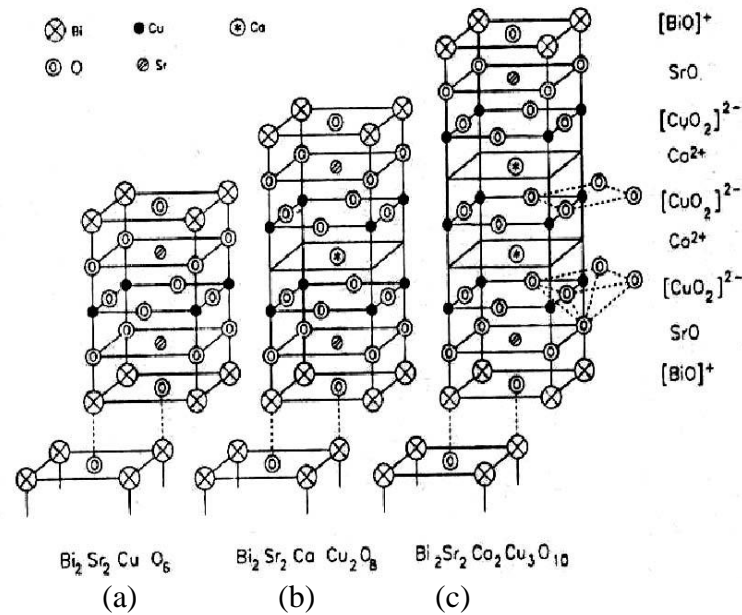
pemrosesannya yang dapat digambarkan oleh diagram fase sistem yang bersangkutan (Suprihatin, 2002). Diagram fase superkonduktor BSCCO ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Diagram fase superkonduktor sistem BSCCO (Strobel *et al.*, 1992).

Pada Gambar 5, terdapat lima daerah pembentukan fase 2223, yaitu daerah fase Bi-2212+Bi-2223+L1, daerah fase Bi-2223+(Sr,Ca)₂CuO₃+L1, daerah fase Bi-2223+(Sr,Cu)₂CuO₃ + CuO + L1, daerah fase Bi-2223 + (Sr,Cu)₂CuO₃ + CuO dan daerah fase Bi-2212 + Bi-2223. Dari kelima daerah fase tersebut, tiga daerah mengandung cairan (L1) karena sudah mengalami lelehan sebagian, sedangkan dua fase lainnya berupa padatan. Untuk menghindari impuritas seperti CuO, (Sr,Ca)₂CuO₃ dan fase yang lain, maka daerah fase Bi-2212 + Bi-2223 merupakan daerah yang paling efektif dalam menumbuhkan fase 2223, karena hanya mengandung fase 2212 dan fase 2223 (Marhaendrajaya, 2001).

Struktur kristal dari superkonduktor BSCCO ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Struktur kristal sistem BSCCO: (a) 2201, (b) 2212 dan (c) 2223 (Lehndroff, 2001).

Pada Gambar 6, (a) fase BSCCO-2201 disusun oleh bidang $(\text{BiO})_2/\text{SrO}/\text{CuO}_2/\text{SrO}/\text{CaO}/\text{SrO}/\text{CuO}_2/\text{SrO}/(\text{BiO})_2$ dimana piramida Cu berada diantara dua bidang SrO. BSCCO-2201 memiliki parameter kisi $a = b = 5,39 \text{ \AA}$ dan $c = 24,6 \text{ \AA}$. Bidang BiO berada pada bagian ujung struktur dan atom Cu dihubungkan dengan 6 atom oksigen dalam struktur oktahedral. Sedangkan pada Gambar 6 (b), fase BSCCO-2212 disusun oleh bidang senyawa $(\text{BiO})_2/\text{SrO}/\text{CuO}_2/\text{SrO}/\text{CaO}/\text{SrO}/\text{CuO}_2/\text{SrO}/(\text{BiO})_2$ dimana piramida atom Cu dipisahkan oleh adanya bidang Ca. Struktur kristal berbentuk tetragonal ini memiliki parameter kisi $a = b = 5,4 \text{ \AA}$ dan $c = 30,7 \text{ \AA}$ (Rubin *et al.*, 1992). Struktur kristal dari fase Bi-2223 membentuk struktur orthorombik seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6 (c). Rantai Sr–Sr memiliki ikatan yang paling lemah, sedangkan atom Cu(1) sebagai kation yang paling tidak stabil memiliki tiga rantai ikatan yaitu Cu(1)-Ca, Cu(1)-O(1) dan Cu(1)-Cu(2). Rantai ikatan Cu(1)-O(1)

merupakan ikatan yang paling kuat ($r = 1,916 \text{ \AA}$). Atom oksigen O(3) hanya memiliki satu rantai ikatan dengan atom Bi yang memiliki panjang ikatan sebesar $2,231 \text{ \AA}$ (Widodo, 2009).

C. Metode Sintesis Superkonduktor BSCCO-2223

Untuk memperoleh fase tunggal atau kristal tunggal superkonduktor fase 2223 terdapat beberapa upaya yang telah dilakukan, seperti menggunakan doping Pb dan Ag, doping Pb dan Sb, serta menggunakan fluks (Bi_2O_3 , KCl, dan NaCl). Selain itu juga dilakukan dengan mengubah beberapa parameter pemrosesan seperti variasi komposisi awal (Rachmawati, 2009).

Proses pembuatan yang sering digunakan untuk mensintesis superkonduktor BSCCO-2223 antara lain metode sol-gel, padatan dan lelehan. Metode sol-gel umumnya menggunakan senyawa ligan *ethylene-diaminetetraacetit acid* (EDTA) yang dapat membantu mengikat logam (Wuryanto, 1996). Sedangkan bahan-bahan dasarnya digunakan garam nitrat, seperti $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Sb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, dan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$. Garam nitrat tersebut dicampur dalam pelarut etilen glikol, kemudian EDTA ditambahkan ke dalam larutan ini. Agar pH larutan tetap berada pada 8,0-8,2, maka larutan selalu dikontrol dengan menambahkan amonium hidroksida (NH_4OH). Setelah itu larutan dipanaskan pada suhu 90°C hingga menjadi gel. Selanjutnya gel didekomposisi pada 300°C hingga didapat aglomerat-aglomerat yang lunak dan berpori. Langkah selanjutnya adalah penggerusan, kalsinasi, penggerusan kembali, peletisasi, dan sintering sesuai diagram fase yang ada (Sukirman dkk., 2003).

Pada metode lelehan digunakan bahan-bahan oksida penyusun BSCCO-2223 seperti Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO , dan dopan PbO . Bahan-bahan tersebut dicampur dengan aquades dan HNO_3 sebagai pelarut. Apabila seluruh bahan telah terlarut, dilakukan pengeringan sehingga didapatkan aglomerat-aglomerat. Setelah itu dilakukan kalsinasi dan penggerusan. Proses dilanjutkan dengan peletisasi dan sintering. Pada proses sinteringlah dilakukan pelelehan bahan BSCCO, yaitu pada suhu sekitar 863°C selama beberapa menit. Kemudian proses dilanjutkan dengan pemanasan sesuai dengan diagram fase agar terbentuk BSCCO-2223 (Marhaendrajaya, 2001).

Sintesis BSCCO-2223 metode padatan menggunakan bahan-bahan oksida dan karbonat penyusun BSCCO-2223 seperti Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO , dan dopan PbO . Unsur-unsur tersebut dicampurkan sesuai dengan stoikiometri yang diinginkan. Selanjutnya dilakukan pengadukan, penggerusan dan peletisasi. Proses dilanjutkan dengan kalsinasi, penggerusan kembali, peletisasi, dan sintering sesuai dengan diagram fase. Apabila dibandingkan dengan proses-proses sintesis yang lainnya, maka proses sintesis BSCCO-2223 dengan metode padatan merupakan metode yang relatif mudah, murah, serta tidak terlalu menggunakan bahan-bahan yang dapat membahayakan kesehatan tubuh (Sukirman dkk., 2003; Kirom dan Ramdhan, 2001).

D. Dopan (*doping*)

Dopan berperan penting dalam pembentukan superkonduktor T_c tinggi. Dopan dapat berupa substitusi artinya mengganti atom asli di dalam superkonduktor dengan atom dopan yang ukurannya tidak jauh berbeda dengan ukuran atom

aslinya, atau dapat berupa penambahan artinya menambahkan atom-atom dopan ke dalam atom-atom asli superkonduktor. Superkonduktor Tc tinggi dapat diekstensifikasi melalui substitusi khusus dari elemen-elemen tunggal. Selain dopan oksigen, telah dilakukan penelitian-penelitian menggunakan dopan Pb. Dari hasil yang dilaporkan, penggunaan dopan Pb dalam sintesis polikristal sistem Bi akan memudahkan pembentukan senyawa yang bersangkutan, juga mempengaruhi sifat-sifat senyawa yang dihasilkannya. Karena kemiripan ukuran ion dan persyaratan valensi dari atom Pb, maka telah diyakini bahwa penambahan Pb sebagai dopan menghasilkan substitusi atom Bi oleh atom Pb pada lapisan ganda Bi-O (Nurmalita, 2011).

Penambahan Ca juga dapat mempengaruhi pembentukan fase sistem BSCCO (Ginley *et al.*, 2002). Penambahan kadar Ca dalam sampel dapat meningkatkan fraksi volume BPSCCO-2223 dan derajat orientasi (Afriani, 2013).

E. Kalsinasi

Kalsinasi adalah proses pembakaran tahap awal yang merupakan reaksi dekomposisi secara endothermik (memerlukan panas) dan berfungsi melepaskan gas-gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida, sehingga menghasilkan bahan dalam bentuk oksida dengan kemurnian yang tinggi. Peristiwa yang terjadi selama kalsinasi antara lain:

- a. Pelepasan air bebas (H_2O) dan terikat (OH), berlangsung sekitar suhu $100^{\circ}C$ hingga $300^{\circ}C$.
- b. Pelepasan gas-gas, seperti: CO_2 berlangsung sekitar suhu $600^{\circ}C$ dan pada tahap ini disertai terjadinya pengurangan berat yang cukup berarti.

- c. Pada suhu lebih tinggi, sekitar 800°C struktur kristalnya sudah terbentuk, dimana pada kondisi ini ikatan antara partikel serbuk belum kuat dan mudah lepas (James, 1988).

F. Sintering

Sintering digunakan untuk meningkatkan kerapatan sampel sesuai dengan struktur mikro dan komposisi fase yang diinginkan (Saputra, 2010). Suhu sintering biasanya dilakukan di bawah titik leleh bahan dasarnya. Melalui proses ini terjadi perubahan struktur mikro seperti pengurangan jumlah dan ukuran pori, pertumbuhan butir (*grain growth*), peningkatan densitas dan penyusutan (*shrinkage*). Faktor yang menentukan proses dan mekanisme sintering adalah jenis bahan, komposisi bahan, bahan pengotor, dan ukuran partikel (Reynen & Bastius, 1986). Mekanisme perpindahan materi (difusi) selama sintering dapat berlangsung melalui difusi volume, difusi permukaan, difusi batas butir, difusi secara penguapan dan kondensasi. Tiap-tiap difusi akan memberikan efek terhadap perubahan sifat fisis bahan setelah sintering, antara lain perubahan densitas, porositas, penyusutan, dan pembesaran butir. Dengan adanya difusi, maka terjadi kontak antara partikel dan terjadi suatu ikatan yang kuat diantara partikel-partikel. Selain itu terjadi juga rekonstruksi susunan partikel yang dapat menghilangkan atau mengurangi pori-pori yang berada diantara partikel. Umumnya peningkatan densitas, pengurangan dan penyusutan disebabkan karena adanya difusi volume dan difusi antar butir (Ristic, 1989).

Dalam sintering terdapat 3 tahapan, antara lain:

1. Tahap pertama terjadi pembulatan pada butir, partikel-partikel saling kontak satu dengan yang lainnya.
2. Tahap kedua terjadi pembentukan leher di titik kontak antar butir, yang disebabkan adanya perbedaan tekanan pada permukaan butir dan daerah leher, pori tertutup dan pada batas butir terjadi pembentukan pori yang dimulai sebagai jaringan yang tidak beraturan dan saling berdekatan.
3. Tahap ketiga disebut tahap antara. Pada tahap ini ukuran leher bertambah besar, jumlah porositas menurun, terbentuknya pori yang berbentuk pipa, jarak antar butir semakin dekat, dan terjadi penyusutan.
4. Tahap keempat disebut tahap akhir sintering. Pada tahap ini pori yang berbentuk pipa akhirnya menjadi pori yang bulat serta ukuran butir meningkat dan laju penyusutan pori lebih kecil terutama bila pori terpisah dari batas butir (Mukti, 2012).

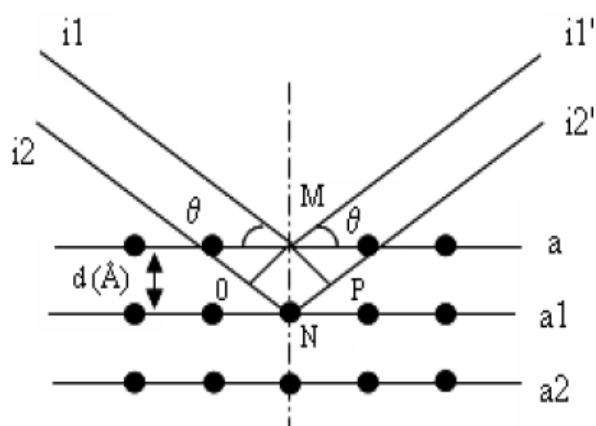
G. X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang memiliki energi antara 200 eV-1 MeV dengan panjang gelombang 0,05-0,25 nm (0,5-2,5 Å) yang mendekati jarak antar atom kristal (Smith, 1990). Penemuan sinar-X oleh Wilhelm Roentgen pada tahun 1895 menyediakan suatu alat yang sangat baik untuk menentukan struktur kristal. XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal dan ukuran kristal dari suatu bahan padat. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisis menggunakan XRD akan memunculkan puncak-

puncak yang spesifik. Sedangkan kelemahan alat ini adalah tidak dapat mengkarakterisasi bahan yang bersifat amorf (Sebastian, 2012).

Terdapat tiga komponen dasar XRD, yaitu sumber sinar-X, material yang diuji (*specimen*), dan detektor sinar-X (*X-Ray detector*) (Sartono, 2006).

Elektron-elektron pada atom akan membiaskan berkas bidang yang tersusun secara periodik seperti ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang (Ismunandar, 2006).

Berdasarkan Gambar 7, difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang atom paralel a dan a_1 yang terpisah oleh jarak d . Dianggap bahwa dua berkas sinar-X (sinar datang) i_1 dan i_2 yang bersifat paralel, monokromatik dan koheren dengan panjang gelombang λ datang pada bidang dengan sudut θ . Jika kedua berkas sinar tersebut berturut-turut terdifraksi oleh atom M dan atom N menjadi dua berkas sinar pantul i_1' dan i_2' yang masing-masing membentuk sudut θ terhadap bidang dan bersifat paralel, monokromatik, dan koheren, maka perbedaan panjang antara $i_1 - M - i_1'$ dengan $i_2 - N - i_2'$ adalah sama dengan n kali panjang gelombang, maka persamaan difraksi dapat dituliskan sebagai berikut:

$$n\lambda = ON + NP \quad (2.1)$$

$$n\lambda = d \sin \theta + d \sin \theta = 2 d \sin \theta \quad (2.2)$$

Persamaan (2.2) dikenal sebagai hukum Bragg, dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Setiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi (Sulistyawati, 2012). Puncak-puncak XRD hasil pengukuran dicocokkan menggunakan *software celref* yang disusun oleh Laugier and Bochu (1999).

H. *Celref (Cell Refinement)*

Jean Laugier dan Bernard Bochu (1999) mengembangkan suatu *software* untuk proses *refine* data hasil XRD yang disebut *celref (Cell Refinement)*. *Celref* merupakan suatu *software* yang dapat digunakan sebagai panduan visual grafis untuk membantu menetapkan *spacegroup* suatu data serta digunakan untuk proses *refine* data XRD hasil pengukuran. Puncak-puncak data hasil XRD dicocokkan

dengan cara perhitungan garis puncak berdasarkan *auto-select* atau *auto-match*. Untuk struktur kubik, pengukuran lebih baik dilakukan hanya pada satu puncak di sudut theta maksimal daripada dengan banyak puncak. Hal ini diasumsikan bahwa dalam metode *Least Square*, kesalahan acak dalam diagram eksperimental benar-benar sistematis dan hasil koreksi kesalahan yang dihasilkan akan lebih banyak (Laugier & Bochu, 1999).

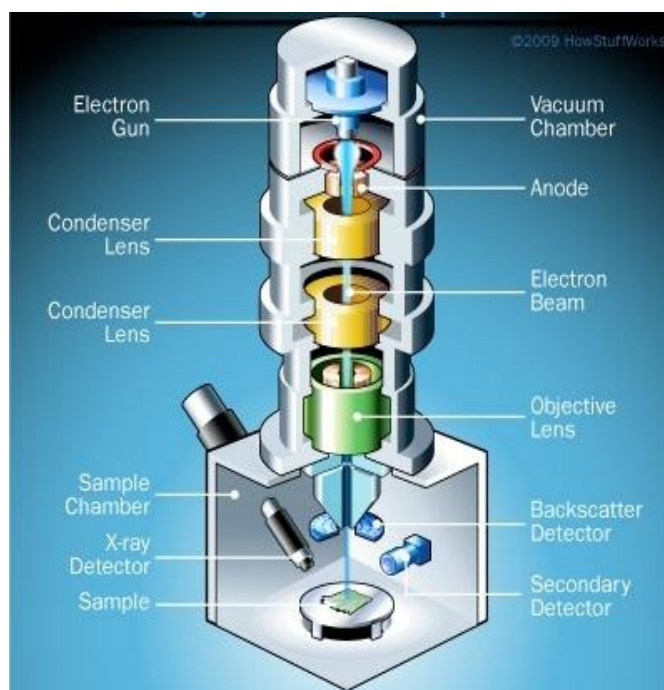
I. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan prinsip *scan* sinar elektron pada permukaan sampel, yang dapat diubah menjadi gambar. SEM didesain untuk menyelidiki permukaan dari objek solid secara langsung yang memiliki perbesaran 10 - 3000000 x, *depth of field* 0.4 - 4 mm dan resolusi sebesar 1 - 10 nm. Kombinasi dari perbesaran yang tinggi, *depth of field* yang besar, resolusi yang baik, serta kemampuan untuk mengetahui komposisi dan informasi kristalografi membuat SEM banyak digunakan untuk keperluan penelitian dan industri. Fungsi utama SEM antara lain dapat digunakan untuk mengetahui informasi mengenai:

- a. Topografi, yaitu ciri-ciri permukaan dan teksturnya (kekerasan, sifat memantulkan cahaya, dan sebagainya).
- b. Morfologi, yaitu bentuk dan ukuran dari partikel penyusun objek (kekuatan, cacat pada *Integrated Circuit (IC)*, *chip*, dan sebagainya).
- c. Komposisi, yaitu data kuantitatif unsur dan senyawa yang terkandung di dalam objek (titik lebur, kereaktifan, kekerasan, dan sebagainya).

- d. Kristalografi, yaitu informasi mengenai bagaimana susunan dari butir-butir di dalam objek yang diamati (konduktifitas, sifat elektrik, kekuatan, dan sebagainya) (Prasetyo, 2012).

Prinsip kerja SEM adalah menembak permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Secara lengkap skema SEM dijelaskan pada Gambar 8.



Gambar 8. Skema SEM (Atteberry, 2009).

Berdasarkan Gambar 8, elektron dihasilkan oleh sebuah sumber elektron yang disebut *electron gun* dan dipercepat oleh anoda. *Vacuum chamber* dibutuhkan agar berkas elektron yang dihasilkan oleh *electron gun* akan menemukan interferensi konstan dari partikel udara di atmosfer, sehingga tidak akan merusak permukaan spesimen. Elektron tersebut ditembakkan ke arah sampel yang difokuskan oleh *condenser lens*. *Scanning coils* mengarahkan sinar elektron yang terfokus memindai (*scan*) ke seluruh sampel. Ketika elektron mengenai sampel yang diletakkan pada *sample chamber*, maka sampel akan mengeluarkan elektron

baru. Selanjutnya elektron tersebut diperkuat dan besar amplitudonya ditampilkan pada layar monitor *Cathode Ray Tube* (CRT) dengan pola gelap-terang. Pada layar CRT gambar struktur sampel diperbesar dan bisa dilihat (Rahmat, 2011). Interaksi elektron dengan atom sampel akan menghasilkan berbagai macam sinyal termasuk diantaranya *Secondary Electron* (SE) dan *Backscattered Electron* (BSE) (Qulub, 2011).