

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari 2013 sampai dengan Juni 2013 di Laboratorium Fisika Material FMIPA Unila, Laboratorium Kimia Instrumentasi FMIPA Unila, Laboratorium PT Semen Batu Raja, dan karakterisasi menggunakan SEM dan XRD dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (P3GL) Bandung.

B. Alat dan Bahan Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari neraca *sartorius* digital, alat penggerus (*pestle* dan *mortar*), spatula, tungku pemanas (*furnace*), cawan (*crucible*), alat *pressing*, cetakan sampel (*die*), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini berupa bahan oksida karbonat dengan tingkat kemurnian yang tinggi yaitu: Bi_2O_3 (99,9%), PbO (99,9%), SrCO_3 (99,9%), CaCO_3 (99,95%), dan CuO (99,999%).

C. Komposisi Bahan

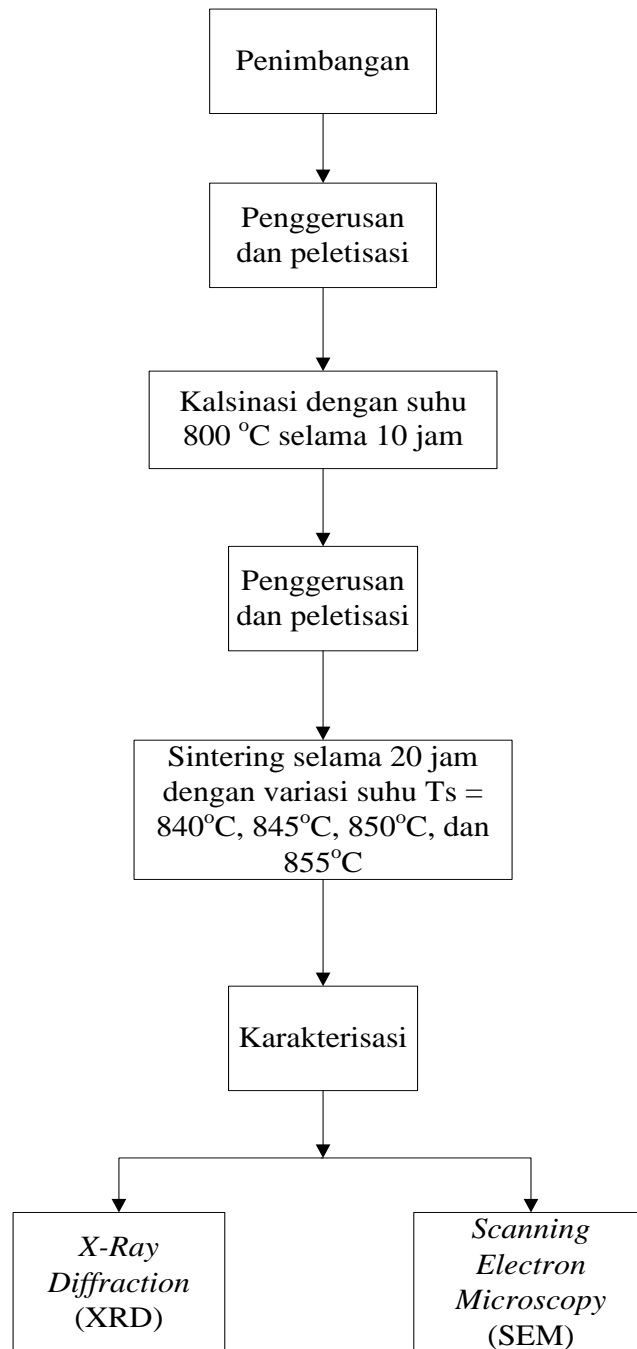
Komposisi bahan awal untuk membuat 3 gram sampel superkonduktor BSCCO-2223 dengan doping Pb (BPSCCO-2223) pada kadar Ca = 2,10 fraksi mol dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi bahan BPSCCO-2223 dengan kadar $\text{CaCO}_3 = 2,10$.

Bahan	Fraksi	Massa hitung untuk 3 gram sampel
Bi_2O_3	1,60	0,9272
PbO	0,40	0,2220
SrCO_3	2,00	0,7344
CaCO_3	2,10	0,5228
CuO	3,00	0,5936
Total		3,0000

D. Preparasi Sampel

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode reaksi padatan (*solid state reaction method*) yang terdiri dari penggerusan, peletisasi (*pressing*), serta pemanasan (kalsinasi dan sintering). Diagram alir penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Diagram alir penelitian

1. Penimbangan

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian terlebih dahulu ditimbang sesuai dengan takaran yang telah ditentukan. Semua bahan yang telah ditimbang ditempatkan pada wadah tersendiri.

2. Penggerusan

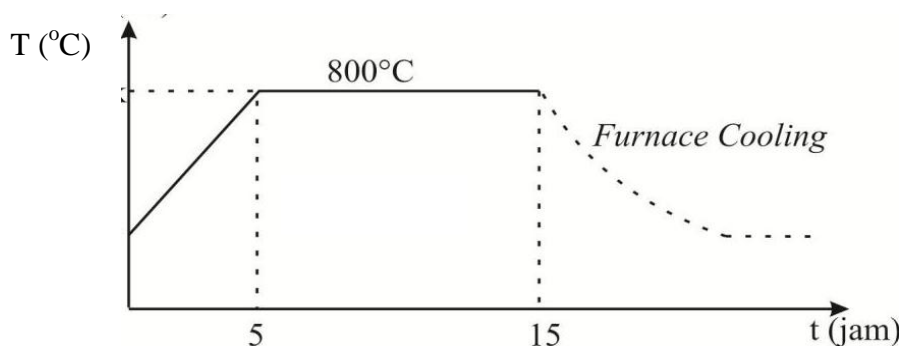
Setelah ditimbang, semua bahan dicampur dan digerus menggunakan *mortar* dan *pastle* secara manual sehingga bahan halus (penggerusan dilakukan secara bertahap selama \pm 15-20 jam). Penggerusan bertujuan untuk meningkatkan homogenitas dan memperluas permukaan kontak agar reaksi dapat berlangsung secara stoikiometri. Dengan demikian, terjadi peningkatan efektivitas reaksi padatan yang membentuk benih-benih senyawa (prekursor).

3. Peletisasi

Peletisasi bertujuan untuk meningkatkan reaksi padatan agar partikel bahan campuran tersusun rapat dan padat. Sehingga apabila diberi perlakuan panas yang tepat, akan terjadi proses difusi atom dan terbentuk ikatan yang kuat antar partikel. Peletisasi merupakan proses memadatkan serbuk sehingga tercetak dalam bentuk lingkaran dengan ukuran tertentu. Pada penelitian ini peletisasi dilakukan menggunakan alat *pressing* dengan kekuatan 8 ton.

4. Kalsinasi

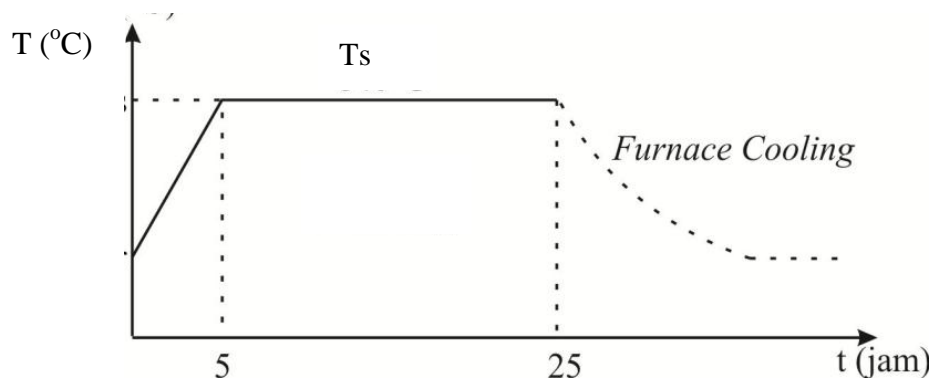
Kalsinasi adalah sebuah proses pemanasan yang dilakukan di bawah titik leleh suatu sampel dengan tujuan untuk membuang komposisi yang tidak diperlukan. Untuk kalsinasi dilakukan pada suhu 800°C selama 10 jam. Diagram kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Diagram kalsinasi.

5. Sintering

Sampel hasil kalsinasi belum sempurna, karena adanya porositas, penangkapan gas sekitar, dan kecilnya luas permukaan kontak, maka sampel perlu digerus ulang dan di *press* ulang. Sintering merupakan proses pemanasan pada suhu tertentu untuk menghasilkan fase tertentu. Sebelum proses sintering, permukaan kontak antar partikel dimaksimalkan dengan melakukan pengepress-an, sehingga bentuk awal material yang dipadatkan dapat dipertahankan dari penyusutan maupun pengembangan. Faktor fisika yang paling mempengaruhi sintering adalah temperatur. Pada penelitian ini variasi suhu sintering dilakukan $T_s = 840^\circ\text{C}$, 845°C , 850°C , dan 855°C selama 20 jam. Secara khusus, proses yang terjadi selama sintering adalah *necking* antara butiran-butiran dan selanjutnya perubahan porositas. Untuk diagram proses sintering dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Diagram sintering.

E. Karakterisasi

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

1. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk melihat dan mempelajari fase-fase yang terbentuk, serta menganalisis tingkat kemurnian fase (fraksi volume, derajat orientasi, dan impuritas).

Pola XRD diperoleh dengan menembak sampel menggunakan sumber $\text{Cu-K}\alpha$ dengan panjang gelombang $1,54 \text{ \AA}$. Data difraksi diambil dalam rentang $2\theta = 5^{\circ}$ sampai 80° , dengan *modus scanning continu* dan *step size* sebesar $2\theta = 0,05$ serta waktu 2 detik per *step*. Dari spektrum XRD terlihat adanya puncak-puncak intensitas yang terdeteksi dengan sudut difraksi 2θ .

Tingkat kemurnian fase BPSCCO-2223 yang terbentuk dapat diperoleh dengan menghitung fraksi volume, derajat orientasi, dan impuritas yang terkandung dalam sampel, berdasarkan rumus sebagai berikut:

$$Fv = \frac{\sum I(2223)}{I_{total}} \quad (3.1)$$

$$P = \frac{\sum I(00l)}{\sum I(2223)} \quad (3.2)$$

$$I = 100\% - Fv \quad (3.3)$$

Keterangan:

Fv = Fraksi volume fase Bi-2223

P = Derajat orientasi

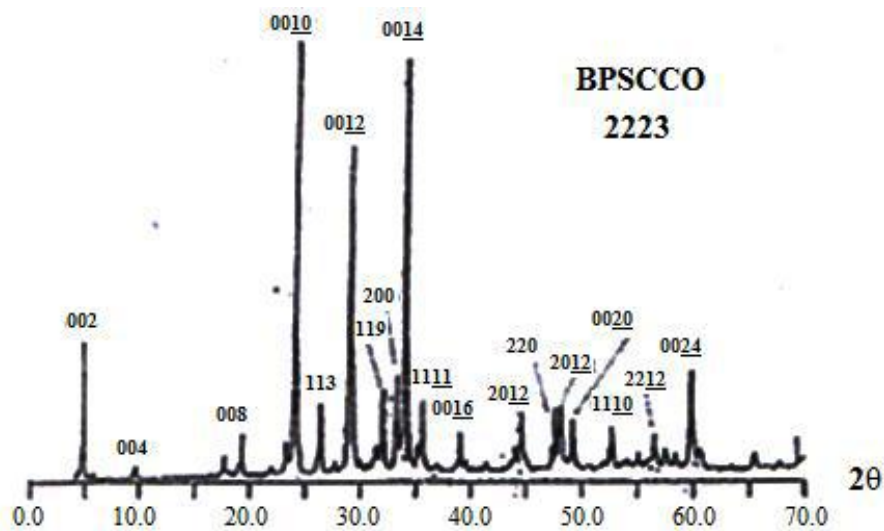
I = Impuritas

I_{total} = Intensitas total

$I(2223)$ = Intensitas fase BSCCO-2223

$I(00l)$ = Intensitas fase $h = k = 0$ dan l bilangan genap

Spektrum XRD hasil pengukuran dicocokkan dengan spektrum XRD BSCCO-2223 yang dihasilkan oleh Mannabe (1988) seperti ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Spektrum XRD serbuk BSCCO-2223 (Mannabe, 1988)

2. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Scanning Electron Microscopy (SEM) digunakan untuk menganalisis struktur mikro dari bahan superkonduktor. Hal ini dilakukan untuk melihat bentuk *grain* sampel. Karena bahan superkonduktor memiliki konduktivitas yang cukup besar, maka sampel tidak perlu di-*coating* dengan emas (Au) ataupun karbon (C), tetapi cukup menempelkan sampel pada *holder* menggunakan pasta perak.