

## **II. TINJAUAN PUSTAKA**

### **A. Superkonduktor**

Superkonduktor adalah suatu material yang tidak memiliki hambatan di bawah suatu nilai suhu tertentu yang disebut dengan suhu kritis (Cyrot dan Pavuna, 1992). Sehingga bahan superkonduktor dapat mengalirkan arus listrik tanpa kehilangan daya sedikitpun (Darminto, dkk, 1999) atau tanpa kehilangan energi. Superkonduktor dapat berupa unsur atau paduan logam (Aruku, 2009). Pada suhu ruang superkonduktor dapat berupa konduktor, semikonduktor maupun insulator (Ismunandar dan Cun, 2002).

#### **1. Sejarah Superkonduktor**

Bahan superkonduktor pertama kali ditemukan pada tahun 1911 oleh seorang fisikawan Belanda dari Universitas Leiden yaitu Heike Kamerlingh Onnes. Pada tanggal 10 Juli 1908, Onnes mencairkan helium dengan cara mendinginkannya hingga suhu 4 K atau  $-269^{\circ}\text{C}$ . Kemudian Onnes pada tahun 1911 mulai mempelajari sifat-sifat listrik dari logam pada suhu yang sangat dingin. Pada saat itu diketahui bahwa hambatan dari suatu logam akan menurun ketika didinginkan di bawah suhu ruang, tetapi belum ada yang dapat mengetahui berapa batas bawah hambatan yang dicapai ketika temperatur logam mendekati 0 K atau nol mutlak.

Beberapa ilmuwan lainnya, William Kelvin memperkirakan bahwa elektron yang mengalir dalam konduktor akan berhenti ketika suhu mencapai nol mutlak. Sedangkan ilmuwan yang lain termasuk Onnes memperkirakan bahwa hambatan akan menghilang pada suhu mencapai nol mutlak. Untuk mengetahui yang sebenarnya terjadi, kemudian Onnes mengalirkan arus pada kawat merkuri yang sangat murni. Sambil menurunkan suhunya, Onnes mengukur hambatannya. Ketika suhu mencapai 4,2 K, Onnes melihat hambatannya tiba-tiba hilang, tetapi arusnya mengalir melalui kawat merkuri terus-menerus (Anwar, 2010).

Pada keadaan tidak ada hambatan, maka arus dapat mengalir tanpa kehilangan energi sedikitpun. Onnes melakukan percobaan dengan mengalirkan arus pada suatu kumparan superkonduktor dalam suatu rangkaian tertutup, kemudian sumber arusnya dicabut. Satu tahun kemudian, Onnes mengukur arusnya, ternyata arus masih tetap mengalir. Kemudian oleh Onnes fenomena ini diberi nama superkonduktivitas. Atas penemuannya itu, Onnes dianugerahi Nobel Fisika pada tahun 1913.

Pada tahun 1933, fisikawan Walter Meissner dan Robert Ochsenfeld menemukan bahwa bahan superkonduktor akan menolak medan magnet. Telah diketahui bahwa jika suatu konduktor digerakkan dalam medan magnet, maka arus induksi akan mengalir dalam konduktor tersebut. Akan tetapi, arus dalam bahan superkonduktor yang dihasilkan tepat berlawanan dengan medan tersebut, sehingga material superkonduktor tidak dapat ditembus oleh medan tersebut. Dengan demikian magnet tersebut akan ditolak. Fenomena ini dikenal dengan

istilah Diamagnetisme dan efek ini kemudian dinamakan Efek Meissner (Ismunandar and Cun, 2002).

Pada tahun 1957, tiga orang fisikawan yaitu Barden, Cooper dan Schrieffer mengajukan teori tentang superkonduktor yaitu bahwa elektron-elektron dalam superkonduktor selalu dalam keadaan berpasang-pasangan dan seluruhnya berada dalam keadaan kuantum yang sama. Pasangan-pasangan ini disebut pasangan Cooper. Teori ini dikenal dengan nama teori BCS. Teori BCS ini menjadikan ketiga ilmuwan tersebut memenangkan hadiah Nobel pada tahun 1972.

Pada tahun 1986 fisikawan dari Switzerland yaitu Alex Müller and George Bednorz, melakukan penelitian di Laboratorium Riset IBM di Rüslikon. Mereka berhasil membuat suatu keramik yang terdiri dari unsur lanthanum, barium, tembaga, dan oksigen yang bersifat superkonduktor pada suhu kritis tertinggi 30 K. Penemuan ini menjadi populer karena selama ini keramik dikenal sebagai isolator dan pada suhu ruang tidak dapat menghantarkan listrik sama sekali. Setahun kemudian keduanya diberi penghargaan hadiah Nobel (Aruku, 2009).

Pada bulan Februari 1987, ditemukan suatu keramik yang bersifat superkonduktor pada suhu kritis 90 K. Dengan demikian dapat digunakan nitrogen cair sebagai pendinginnya. Karena suhu kritisnya cukup tinggi dibandingkan dengan material superkonduktor yang lain, maka material tersebut diberi nama superkonduktor suhu kritis tinggi. Menurut Ismunandar dan Cun (2002) suhu kritis tertinggi suatu bahan saat ini adalah 138 K, yaitu bahan  $\text{Hg}_{0.8}\text{Tl}_{0.2}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8.33}$ .

Perkembangan penemuan bahan superkonduktor dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Perkembangan bahan superkonduktor (Pikatan, 1989).

Bahan	Ditemukan (tahun)	T <sub>c</sub> (K)
Raksa (Hg)	1911	4,2
Timbal (Pb)	1913	7,2
Niobium nitride	1960-an	16,0
Niobium-3-timah	1960-an	18,1
Al <sub>0,8</sub> Ge <sub>0,2</sub> Nb <sub>3</sub>	1960-an	20,7
Niobium germanium	1973	23,2
Lanthanum barium tembaga 28 oksida	1985	28,0
Yttrium barium tembaga oksida (123 atau YBCO)	1987	93,0
Thalium barium kalsium tembaga oksida	1987	125,0

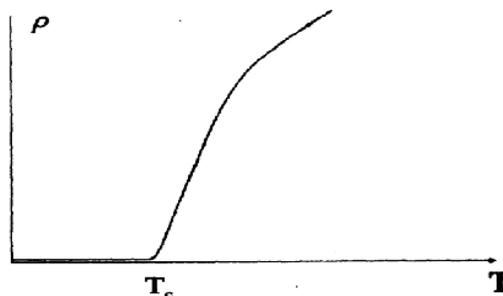
## 2. Karakteristik Superkonduktor

Suatu bahan dikatakan bersifat superkonduktor jika menunjukkan dua sifat khusus yaitu konduktivitas sempurna (*perfect conductivity*) tanpa adanya hambatan ( $\rho=0$ ), pada temperatur  $T \leq T_c$  dan diamagnetik sempurna (*perfect diamagnetic*) dengan  $B=0$  pada temperatur  $T \leq T_c$  yang lebih dikenal dengan gejala efek Meissner (Tinkham, 1996). Karakteristik ini (resistivitas nol dan efek Meissner) yang dapat diambil manfaatnya untuk kehidupan manusia. Sebagai contoh, jika kita akan mentransmisikan energi listrik dari satu tempat ke tempat lain, seperti dari pembangkit tenaga listrik ke rumah-rumah. Jika menggunakan konduktor biasa yang resistivitasnya tidak nol, maka kita akan mengalami kerugian karena adanya energi listrik yang hilang menjadi panas pada kabel konduktor. Sebaliknya, jika kita menggunakan kabel superkonduktor yang resistivitasnya nol, maka kita tidak

akan kehilangan energi listrik. Dengan demikian efisiensi transmisi menjadi sangat baik, dan bahkan secara teoritis dapat mencapai 100% (Rakhman, 2011).

a. Konduktivitas Sempurna (*perfect conductivity*)

Pada suhu rendah, bahan superkonduktor memiliki resistivitas sama dengan nol ( $\rho=0$ ) (Pikatan, 1989; Zarkasi, 2006). Material yang didinginkan di dalam nitrogen cair atau helium cair, resistivitas material ini akan turun seiring dengan penurunan suhu. Pada suhu tertentu, resistivitas material akan turun secara drastis menjadi nol. Suhu dimana resistivitas material turun drastis menjadi nol disebut suhu kritis ( $T_c$ ), yaitu terjadinya transisi dari keadaan normal ke keadaan superkonduktor (Reitz, *et al.*, 1993; Artinta dan Sianturi, 2002). Hubungan antara suhu dengan resistivitas terlihat pada Gambar 1.



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

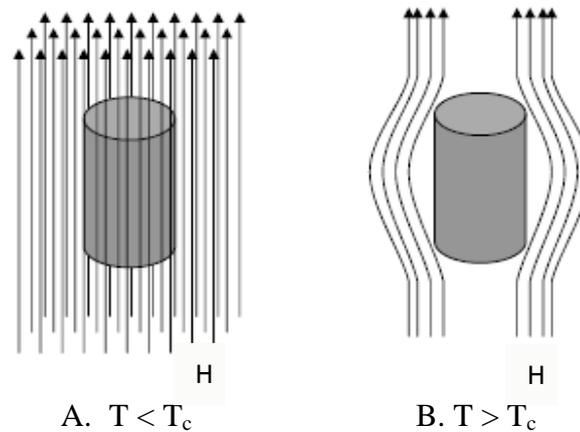
Berdasarkan Gambar 1, saat suhu  $T > T_c$  bahan dikatakan berada dalam keadaan normal, yang artinya bahan tersebut memiliki resistivitas listrik. Keadaan normal ini dapat berupa konduktor, penghantar yang jelek dan bahkan menjadi isolator. Untuk suhu  $T \leq T_c$  bahan berada dalam keadaan superkonduktor, yang artinya bahan akan menolak medan magnet yang datang, disebabkan karena medan

magnet luar yang diberikan selalu sama besar dengan magnetisasi bahan. Hal ini ditandai dengan resistivitasnya turun drastis menjadi nol.

b. Efek Meissner

Ketika superkonduktor ditempatkan di dalam medan magnet luar yang lemah, medan magnet akan menembus superkonduktor pada jarak yang sangat kecil dan dinamakan *London Penetration Depth* ( $\lambda$ ). Pada bahan superkonduktor umumnya *London Penetration Depth* ( $\lambda$ ) sekitar 100 nm. Setelah itu medan magnet bernilai nol. Peristiwa ini dinamakan Efek Meissner (Shukor, 2009) dan merupakan karakteristik dari superkonduktor. Efek Meissner adalah efek dimana superkonduktor menghasilkan medan magnet dari dalam bahan superkonduktor. Efek Meissner ini sangat kuat sehingga sebuah magnet dapat melayang karena ditolak oleh superkonduktor. Medan magnet dari luar juga tidak boleh terlalu besar. Apabila medan magnetnya terlalu besar, maka efek Meissner ini akan hilang dan material akan kehilangan sifat superkonduktivitasnya.

Fenomena efek Meissner bahan superkonduktor ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Efek Meissner. (A). suhu bahan masih di atas suhu kritis superkonduktor, (B). bahan sudah menjadi superkonduktor ( $T < T_c$ ) sehingga medan magnet luar ditolak oleh superkonduktor (Salmah, 2001).

Pada keadaan ini, London mempostulatkan bahwa medan induksi magnetik di dalam bahan sama dengan nol ( $B=0$ ) (Smith, 1990). Untuk pengujian efek meissner dapat dilihat pada Gambar 3.



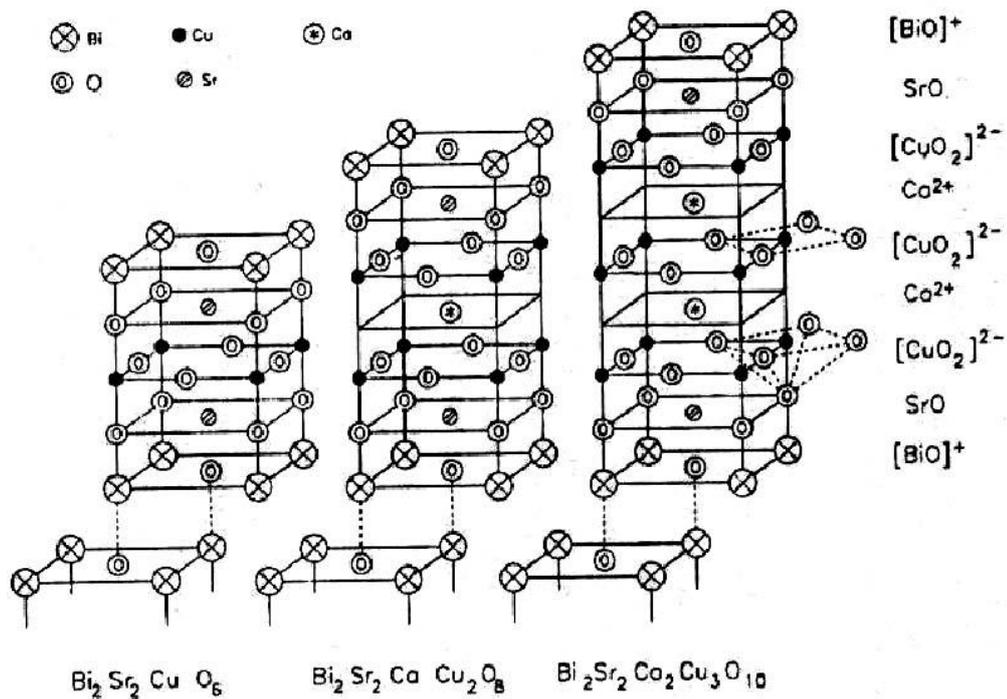
Gambar 3. Efek Meissner pada superkonduktor yang memberikan gejala penolakan medan magnet luar (Wanibesak, 2011).

## **B. Superkonduktor Sistem BSCCO**

Superkonduktor sistem BSCCO merupakan superkonduktor oksida keramik yang mempunyai struktur berlapis-lapis, sehingga menyebabkan bahan superkonduktor sistem BSCCO sangat rapuh dan mudah patah. Selain itu, superkonduktor sistem BSCCO memiliki sifat anisotropi superkonduktivitas yang tinggi dan panjang koherensi yang pendek (Herlyn, 2008).

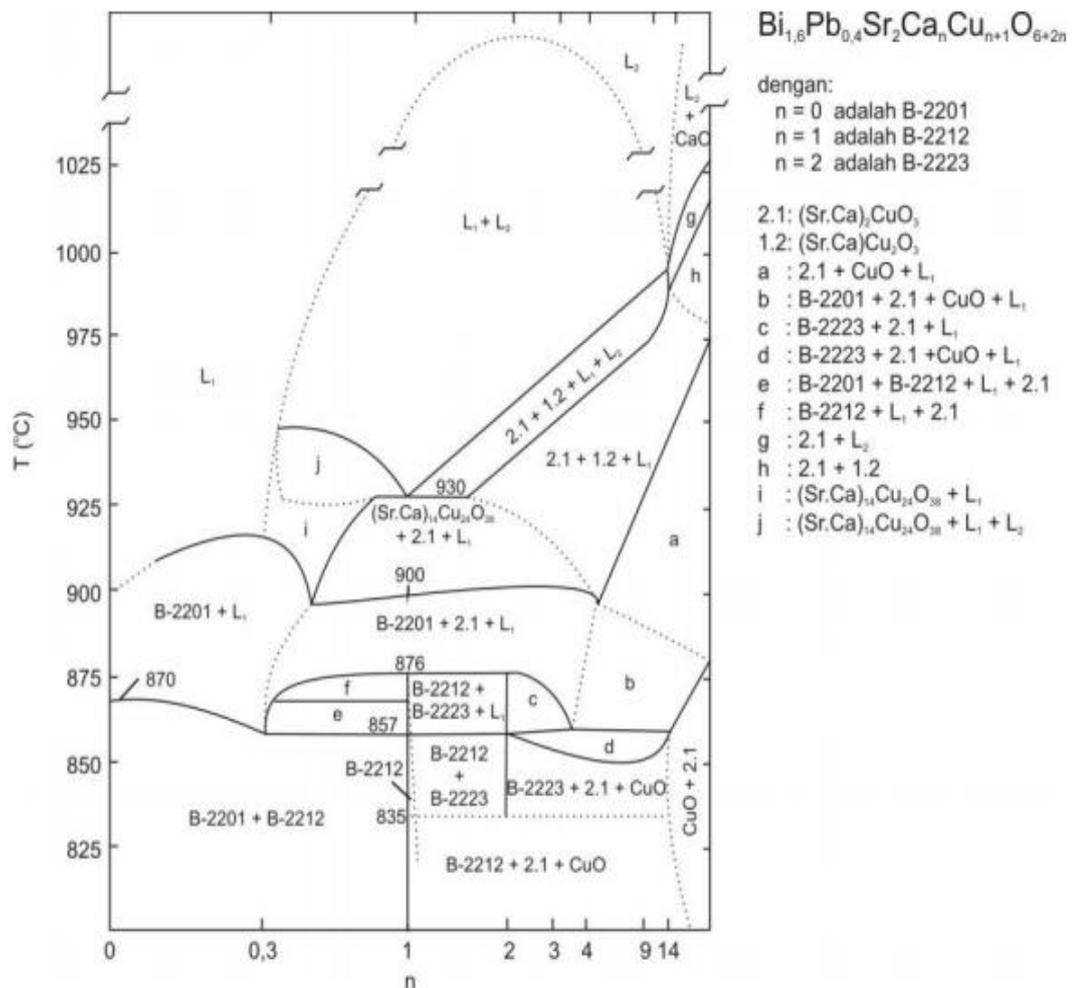
### **1. Struktur Kristal dan Diagram Fase Superkonduktor BSCCO**

Superkonduktor sistem BSCCO memiliki beberapa keunggulan dan keistimewaan dibandingkan superkonduktor keramik yang lain, karena suhu kritisnya ( $T_c$ ) relatif tinggi dan tidak mengandung unsur beracun. Dalam superkonduktor sistem BSCCO dikenal 3 fase superkonduktif yaitu fase 2201 dengan komposisi  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}$  memiliki suhu kritis ( $T_c$ ) sebesar 10 K, fase 2212 dengan komposisi  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}$  memiliki suhu kritis ( $T_c$ ) sebesar 80 K dan fase 2223 dengan komposisi  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}$  memiliki suhu kritis ( $T_c$ ) sebesar 110 K (Siswanto, 1999; Yulianti, 2002). Senyawa impuritas superkonduktor sistem ini dapat terbentuk dalam keadaan setimbang sebagai campuran dua fase atau lebih (Suprihatin, 2002). Struktur kristal sistem BSCCO ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur kristal sistem BSCCO (Bourdillon and Bourdillon, 1994; Lehndorff, 2001).

Selain itu, pembentukan senyawa bergantung pada komposisi nominal bahan penyusun dan suhu pemrosesannya yang dapat digambarkan oleh diagram fase sistem yang bersangkutan (Suprihatin, 2002). Diagram fase menjelaskan tentang fase yang mungkin terbentuk dan keeksistensiannya pada temperatur atau tekanan tertentu. Diagram fase untuk keperluan sintesis sistem BSCCO mengacu pada hasil yang diperoleh Strobel dan kawan-kawan yang umumnya terbagi dalam sejumlah daerah fase yang dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Diagram fase superkonduktor BSCCO (Strobel dkk, 1992).

Diagram fase pada Gambar 5 menyatakan hubungan antara suhu dan komposisi pembentukan  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_n\text{Cu}_{n+1}\text{O}_{6+2n}$  dengan n berbeda. Dalam diagram fase tersebut terdapat daerah pembentukan fase Bi-2212, yaitu daerah fase Bi-2212 + 2:1 + L1, dan daerah fase Bi-2212 + 2:1 + CuO + L1 (Strobel, 1992; Darminto, 1999).

## 2. Sintesis Superkonduktor Sistem BSCCO

Penelitian superkonduktor sistem BSCCO telah banyak dilakukan untuk memperoleh superkonduktor dengan suhu kritis ( $T_c$ ) dan kemurnian yang tinggi,

diantaranya penggunaan doping Pb dan Ag, doping Pb dan Sb, penggunaan fluks ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , KCl, dan NaCl). Selain itu, juga dengan mengubah beberapa parameter proses, seperti variasi komposisi awal. Namun semua penelitian tersebut belum mampu menghasilkan sampel sesuai yang diharapkan (Rachmawati, 2009).

Berbagai upaya untuk meningkatkan nilai  $T_c$  dan fraksi volume pada superkonduktor sistem BSCCO telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Ningrum (2006) meneliti tentang variasi suhu kalsinasi dan sintering pada sintesis superkonduktor Bi-2212 dengan doping Pb (BPSCCO-2212) yang menyimpulkan bahwa fraksi volume tertinggi diperoleh ketika variasi suhu sintering  $820^\circ\text{C}$  ( $F_v=82,9\%$ ). Selain itu, Ghofur (2007) juga mensintesis superkonduktor Bi-2212 dengan variasi kadar Pb yang diperoleh derajat orientasi dan fraksi volume tertinggi pada variasi kadar doping  $\text{Pb}=0,2$  serta Larasati (2013) yang melihat pengaruh variasi kadar Ca pada superkonduktor Bi-2212 dengan doping Pb yang diperoleh fraksi volume tertinggi pada kadar  $\text{Ca}=1,10$  ( $F_v=87,26\%$ ).

### **C. Kalsinasi**

Kalsinasi adalah proses pemanasan suatu material pada suhu tinggi, namun di bawah titik lelehnya. Tujuan kalsinasi untuk membuang komposisi yang tidak dibutuhkan, seperti  $\text{H}_2\text{O}$ , air kristal (dalam bentuk OH) dan gas ( $\text{CO}_2$ ) sehingga menghasilkan bahan dalam bentuk oksida (Pujaatmaka dan Qadratillah, 1995).

Peristiwa yang terjadi selama proses 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  $800^{\circ}C$  struktur kristalnya sudah terbentuk, dimana pada kondisi ini ikatan diantara partikel serbuk belum kuat dan mudah lepas (Pujaatmaka dan Qadratillah, 1995; Sembiring, 2012).

#### **D. Sintering**

Sintering merupakan proses pemanasan di bawah titik leleh dalam rangka membentuk fase kristal baru sesuai yang diinginkan dan bertujuan membantu mereaksikan bahan-bahan penyusun baik bahan keramik maupun bahan logam.

Proses sintering akan berpengaruh cukup besar pada pembentukan fase kristal bahan. Fraksi fase yang terbentuk umumnya bergantung pada waktu dan suhu sintering. Semakin besar suhu sintering dimungkinkan semakin cepat proses pembentukan kristal tersebut, sedangkan sintering yang cukup akan menyebabkan partikel halus menjadi lebih padat. Tinggi rendahnya suhu juga berpengaruh pada bentuk serta ukuran celah dan juga berpengaruh pada struktur pertumbuhan kristal (Van Vlack, 1989; Setyowati, 2011).

Pada proses ini terjadi perubahan struktur mikro, seperti perubahan ukuran pori, pertumbuhan butir (*grain growth*), peningkatan densitas, dan penyusutan massa. Proses sintering dimulai dengan partikel halus yang beraglomerasi menjadi bubuk

yang dikehendaki, dilanjutkan dengan pembakaran yang dapat mengikat partikel. Sintering memerlukan suhu tinggi agar partikel halus dapat beraglomerasi menjadi bahan padat. Sintering menyebabkan butiran-butiran partikel saling mendekat sehingga menyebabkan transformasi padatan berpori menjadi padat (Ristic, 1989; Smith, 1990).

## **1. Tahapan Sintering**

Sintering memiliki beberapa tahapan, yaitu tahapan awal, tahapan medium dan tahapan akhir.

### **a. Tahapan Awal**

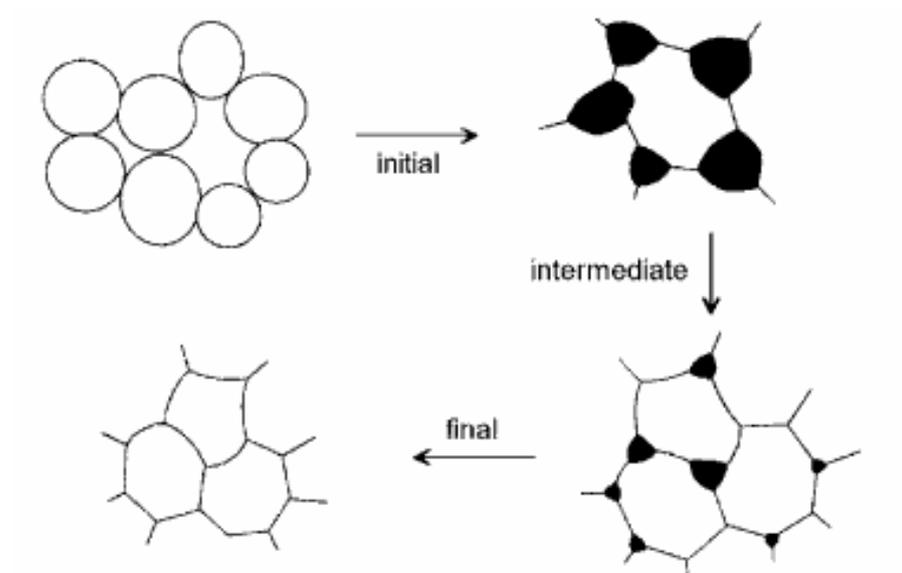
Selama tahap awal, kontak titik antar partikel terus meningkat sehingga membentuk pertumbuhan leher (*neck growth*). Pada tahapan ini, proses densifikasi sangat cepat, sehingga densitas bahan mencapai 60%.

### **b. Tahapan Medium (pertengahan)**

Pada tahapan ini, penggabungan antar butir terus terjadi sehingga membentuk saluran pori yang berkesinambungan, rongga mulai hilang dari saluran silinder dan terbentuklah pori-pori yang berbentuk diskrit. Pada proses ini densitasnya mencapai 92%-95%.

### **c. Tahapan Akhir**

Pada tahap akhir, saluran pori yang kontinu menghilang dan berubah bentuk menjadi pori-pori individu. Pada tahapan ini, proses densifikasi telah berakhir. Proses yang terjadi hanyalah perpaduan antara partikel-partikel yang lebih besar dan pori-pori sudah tertutup. Skema tahapan terbentuknya pertumbuhan leher (*neck growth*) dalam proses sintering dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Tahapan terbentuknya pertumbuhan leher (*neck growth*) dalam proses sintering (Sembiring, 2012).

## 2. Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Sintering

Beberapa hal yang mempengaruhi proses sintering adalah:

### a. Ukuran Butir

Semakin kecil ukuran butir akan menghasilkan densifikasi yang semakin baik.

Bentuk dan ukuran butir yang seragam akan memberikan densitas yang rendah.

### b. Suhu dan Waktu Pembakaran

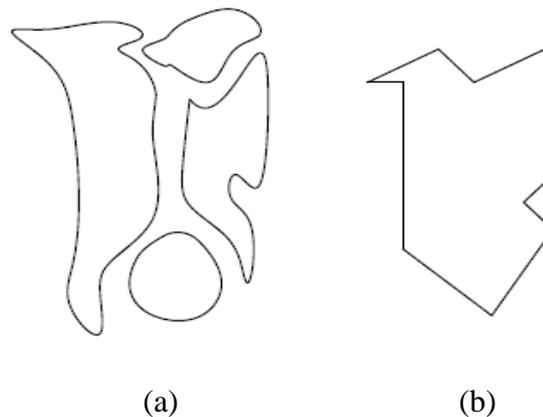
Tingkat densifikasi optimal akan tercapai bila kecepatan pembakarannya konstan hingga mencapai suhu maksimal pembakaran. Kemudian ditahan pada suhu tersebut dalam waktu tertentu.

### c. Tekanan

Metode penekanan yang efektif adalah dengan *hot pressing*. Sehingga dapat menghasilkan kepadatan produk yang tinggi (Van Vlack, 2001).

### 3. Klasifikasi Sintering

Sintering dapat diklasifikasikan dalam dua bagian besar yaitu sintering dalam keadaan padat (*solid state sintering*) dan sintering fase cair (*liquid phase sintering*). Sintering dalam keadaan padat dalam pembuatan komposit yang diberi tekanan diasumsikan sebagai fase tunggal, oleh karena tingkat pengotornya rendah. Sedangkan sintering pada fase cair adalah sintering untuk serbuk yang disertai terbentuknya fase *liquid* selama proses berlangsung. Proses terjadinya sintering dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Proses sintering padat. (a) Sebelum sintering partikel mempunyai permukaan masing-masing. (b) Setelah sintering hanya mempunyai satu permukaan (Van Vlack, 1989).

Gambar 7 memperlihatkan proses sintering padat. Selama sintering penyusutan serbuk bertambah kuat, pori-pori dan ukuran butir berubah. Perubahan ini diakibatkan oleh sifat dasar serbuk, kondisi tekanan, aditif, waktu dan suhu sintering. Sintering memerlukan pemanasan agar partikel halus menjadi padat. Sintering tanpa cairan memerlukan difusi dalam bahan padat itu sendiri, sehingga diperlukan suhu tinggi.

## E. Karakterisasi

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

Sinar-X ditemukan pertama kali oleh Wilhelm Conrad Rontgen pada tahun 1895. Karena asalnya tidak diketahui, maka disebut sinar-X. Sinar-X digunakan untuk tujuan pemeriksaan yang tidak merusak pada material maupun manusia. Disamping itu, sinar-X dapat menghasilkan pola difraksi tertentu analisis kualitatif dan kuantitatif material.

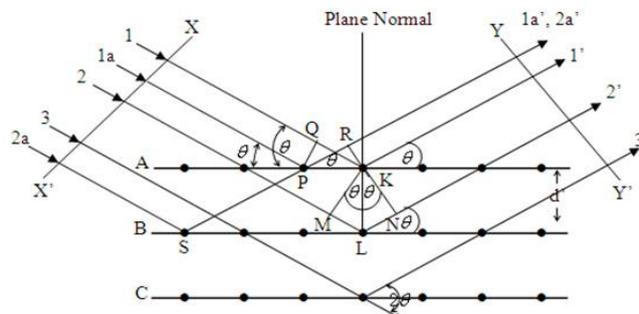
Pada waktu suatu material dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi (Ratnasari, dkk, 2009; Oktaviana, 2009).

Jika sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang sama dengan jarak antar atom dalam kristal, maka sangat mungkin kristal akan mendifraksikan sinar-X. Berdasarkan hasil eksperimen, Van Laue dan dua ahli fisika Inggris, W.H. Bragg serta W.L. Bragg menyatakan bahwa perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X harus merupakan kelipatan panjang gelombang:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

dimana  $n$  adalah bilangan bulat 1, 2, 3,...,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X,  $d$  adalah jarak antar bidang, dan  $\theta$  adalah sudut difraksi. Persamaan (1) biasa

dikenal sebagai Hukum Bragg yang merupakan syarat terjadinya difraksi. Skema difraksi sinar-X dapat dilihat pada Gambar 8.



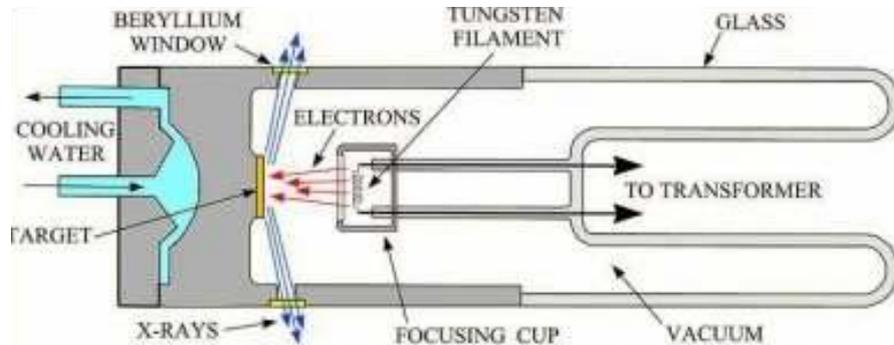
Gambar 8. Skema difraksi sinar-X oleh atom dalam kristal (Cullity, 1978).

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu 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. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material (Zakaria, 2003; Ratnasari, 2009; Suryanarayana, 1998).

Sinar-X dihasilkan dari tumbukan antara elektron kecepatan tinggi dengan logam target. Dari prinsip dasar ini, maka alat untuk menghasilkan sinar-X harus terdiri dari beberapa komponen utama, yaitu:

- a. Sumber elektron (katoda),
- b. Tegangan tinggi untuk mempercepat elektron, dan
- c. Logam target (anoda).

Ketiga komponen tersebut merupakan komponen utama suatu tabung sinar-X. Skema tabung sinar-X dapat dilihat pada Gambar 9.

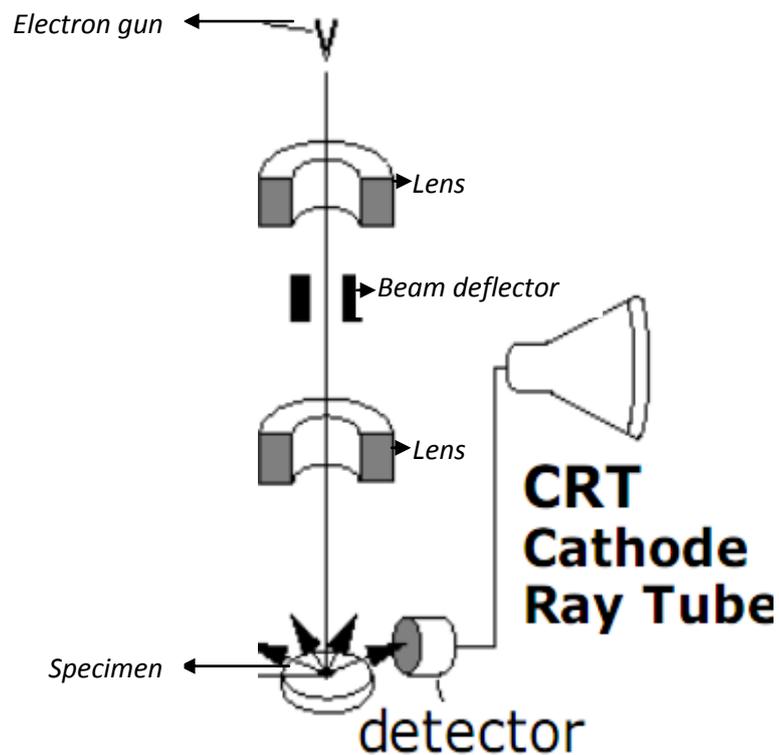


Gambar 9. Skema tabung sinar-X (Oktaviana, 2009).

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

Morfologi butir sampel dapat dianalisis dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, meliputi ukuran, bentuk dan tekstur butir (Yulianti, 2004). Bila SEM digabungkan dengan EDAX, maka dapat digunakan untuk menganalisis komposisi kimia pada daerah yang sangat sempit dalam orde mikrometer dan pemetaan pada suatu sampel (Siswanto, 2002).

Teknik SEM pada dasarnya merupakan pemeriksaan dan analisis permukaan. Data atau tampilan yang diperoleh adalah data dari permukaan atau lapisan setebal  $20\mu\text{m}$ , yang merupakan gambar tofografi dari penangkapan elektron sekunder (*secondary electron/ SE*) yang dipancarkan oleh spesimen. Ilustrasi prinsip kerja SEM dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Desain prinsip kerja SEM (Anonim A, 2012).

Kata kunci dari prinsip kerja SEM adalah *scanning* yang berarti bahwa berkas elektron “menyapu” permukaan spesimen titik demi titik dengan sapuan membentuk garis demi garis, mirip seperti gerakan mata yang membaca. Sinyal elektron sekunder yang dihasilkannya pun adalah titik pada permukaan, yang selanjutnya ditangkap oleh SE *detector*, kemudian diolah dan ditampilkan pada layar *Cathode Ray Tube* (CRT). SE adalah elektron yang dihamburkan dari atom logam target setelah ditumbuk oleh elektron pertama dari sinar elektron (Smith, 1990). *Scanning coil* bekerja secara sinkron mengarahkan berkas elektron pada tabung layar, sehingga didapatkan gambar permukaan spesimen pada layar.

Sinyal lain yang penting adalah *back scattered electron* yang intensitasnya tergantung pada nomor atom unsur spesimen. Dengan cara ini akan diperoleh

gambar yang menyatakan perbedaan unsur kimia (warna terang menunjukkan adanya unsur kimia yang lebih tinggi nomor atomnya) (Smith, 1990).

Daya pisah atau resolusi pada SEM dihasilkan oleh berkas elektron sebagai sumber cahaya dengan panjang gelombang yang jauh lebih pendek dari pada panjang gelombang cahaya tampak. Hubungan daya pisah ( $d$ ) dengan panjang gelombang ( $\lambda$ ) dirumuskan oleh Reyleigh:

$$d = \frac{0,16\lambda}{\beta} \quad (2)$$

Dengan  $\beta$  adalah celah efektif lensa objektif. Dari persamaan di atas, dapat dilihat bahwa semakin besar panjang gelombang, maka daya pisahnya semakin baik (Gabriel, 1985).

#### **F. Program *Celref***

*Celref* adalah perangkat lunak (*soft ware*) yang digunakan untuk memperbaiki (menghaluskan) grafik sebuah data dengan puncak yang bertumpang-tindih (Anonim B, 1999). *Celref* dikembangkan di Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique Ecole Nationale Supérieure de Physique de Grenoble (INPG) Domaine Universitaire oleh Jean Laugier dan Bernard Bochu untuk proses *refinement* data hasil analisis XRD (Laugier dan Bochu, 1999).

*Refinement* adalah proses pengukuran parameter sel. Tujuan dari proses *refinement* atau penghalusan ini adalah untuk mencocokkan atau *fitting* suatu struktur model dengan data pola difraksi (Subagja, 2007).

Fungsi dari *software celref* yaitu untuk mengimpor data mentah atau data puncak hasil pengukuran XRD dengan cara memilih puncak yang sesuai berdasarkan *auto-select* atau *auto-match*. *Celref* memiliki cara kerja yang mudah dalam menetapkan puncak dari data mentah melalui pencarian parameter sel yang paling mungkin dari data standar internasional yang telah baku menurut program. Setelah proses pencarian parameter sel yang paling mungkin, maka akan diperoleh tampilan dari visual grafik yang paling tepat (Laugier dan Bochu, 1999).