

### **III. METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Februari sampai Juni 2013 di Laboratorium Fisika Material dan Laboratorium Kimia Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung serta Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (P3GL) Bandung.

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

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

Sedangkan 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%) dari strem chemical,  $\text{PbO}$  (99%) dari aldrick,  $\text{SrCO}_3$  (99,9%) dari strem chemical,  $\text{CaCO}_3$  (99,95%) dari strem chemical, dan  $\text{CuO}$  (99,999%) dari merck.

#### **C. Komposisi Bahan Dasar**

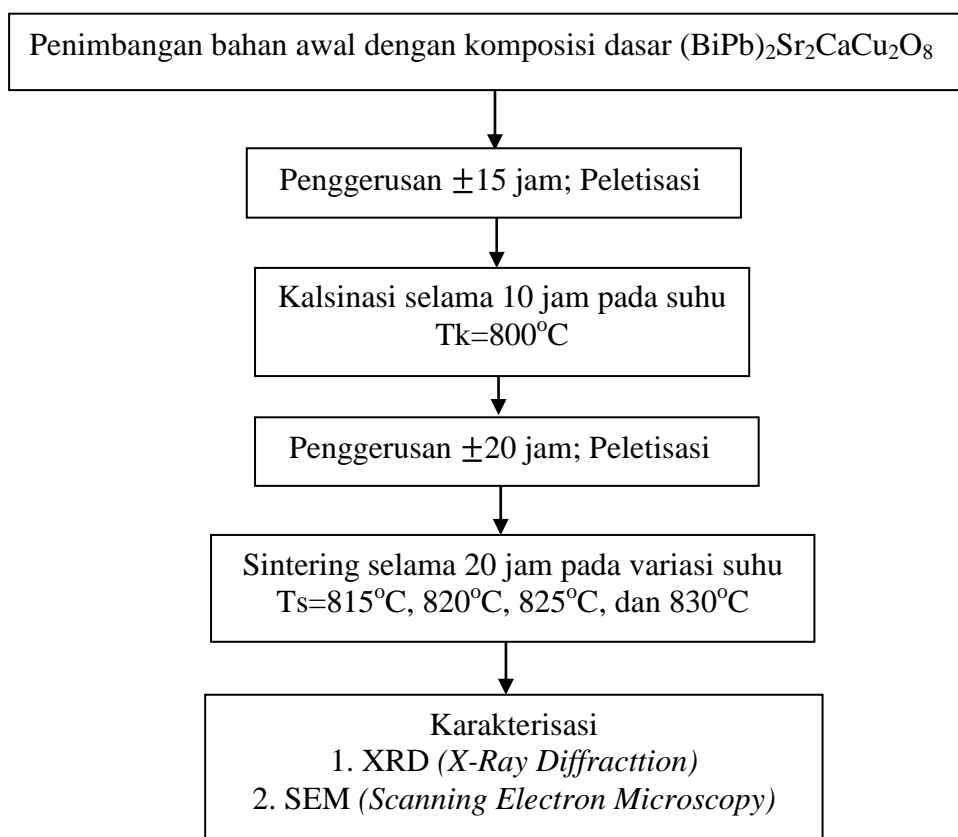
Untuk membuat 3 gr sampel BPSCCO-2212 dengan kadar  $\text{Pb}=0,4$  dan  $\text{Ca}=1,10$  diperlukan bahan awal seperti ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Komposisi bahan BPSCCO-2212 pada kadar  $\text{CaCO}_3=1,10$ .

Bahan	Fraksi	Massa (gram)
$\text{Bi}_2\text{O}_3$	1,60	1,0894
$\text{PbO}$	0,40	0,2609
$\text{SrCO}_3$	2,00	0,8629
$\text{CaCO}_3$	1,10	0,3218
$\text{CuO}$	2,00	0,4650
Total		3,0000

#### D. Preparasi Sampel

Metode yang digunakan adalah metode reaksi padatan (*solid state reaction method*) yang terdiri dari penggerusan, peletisasi (*pressing*) dan pemanasan (kalsinasi dan sintering). Prosedur kerja dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. 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, bahan dicampur dan digerus dengan *mortar* dan *pestle* secara manual sehingga bahan terasa halus selama  $\pm 15$  jam sebelum kalsinasi dan  $\pm 20$  jam sebelum sintering. Penggerusan bertujuan untuk meningkatkan homogenitas bahan dan memperluas permukaan kontak agar reaksi dapat berlangsung secara stoikiometrik. Dengan demikian, terjadi peningkatan efektivitas reaksi padatan yang membentuk benih-benih senyawa (prekursor).

### 3. Peletisasi

Metode reaksi padatan (*solid state reaction method*) bahan superkonduktor BPSCCO-2212 akan lebih mudah berlangsung jika bahan pembentuknya berukuran kecil (luas permukaan kontak besar) dan jaraknya relatif berdekatan satu dengan yang lain (padat). Dengan demikian agar reaksi padatan lebih optimal, maka dilakukan peletisasi yaitu proses pemadatan serbuk bahan yang telah digerus dengan alat *pressing*. Pada penelitian ini sampel dipelet dengan kekuatan 8 ton.

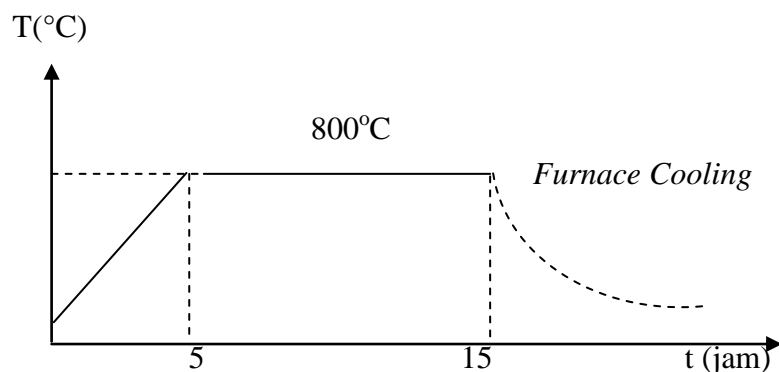
#### 4. Kalsinasi dan sintering

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

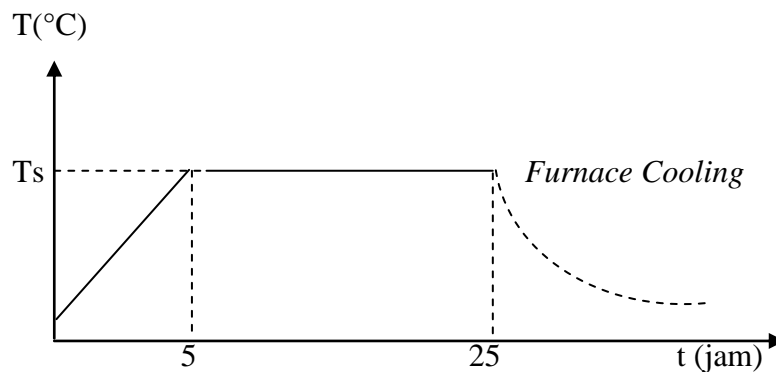


Sampel dikalsinasi menggunakan *furnace* merk *termolyne* tipe 47900 pada suhu 800°C selama 10 jam. Setelah dikalsinasi pelet digerus dan dipelet lagi. Kemudian pelet disintering dengan variasi temperatur sintering ( $T_s$ ) 815°C, 820°C, 825°C, 830°C selama 20 jam.

Tujuan kalsinasi adalah untuk menghilangkan senyawa-senyawa karbonat yang tidak diperlukan. Hasil proses kalsinasi biasanya masih belum sempurna karena adanya porositas akibat dekomposisi senyawa-senyawa karbonat. Sehingga perlu dilakukan proses sintering untuk membentuk senyawa tertentu. Diagram kalsinasi dan sintering secara terpisah ditunjukkan pada Gambar 12 dan 13.



Gambar 12. Diagram proses kalsinasi.



Gambar 13. Diagram proses sintering.

## 5. Karakterisasi

Sampel yang telah selesai disintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

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

Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X bertujuan untuk mengetahui fase yang terbentuk pada sampel, menganalisis kemurnian serta jenis impuritas yang terdapat pada sampel berdasarkan intensitas penyerapan terhadap sudut  $2\theta$  yang terbentuk. Pola difraksi sampel diperoleh dengan menembak sampel menggunakan sumber  $\text{Cu-K}\alpha$  yang mempunyai panjang gelombang  $1,54 \text{ \AA}$  menggunakan alat XRD merk PANalytical tipe X'Pert PRO PW3040/x0. Data difraksi diambil dalam rentang  $2\theta = 5^\circ$  sampai  $80^\circ$ , dengan modus *scanning continue*, dan *step size* sebesar  $2\theta = 0,05$  serta waktu 2 detik *per step*. Spektrum XRD memberi informasi mengenai puncak-puncak intensitas pada sudut  $2\theta$  tertentu. Dengan bantuan program *celref*, pola difraksi sampel yang diperoleh dibandingkan dengan pola difraksi serbuk BPSCCO/BSCCO fase 2212 yang dihasilkan Manabe (Manabe, 1988) (Gambar 14). Fase Bi-2212 yang terbentuk

dapat diamati dengan menghitung fraksi volume ( $F_v$ ), derajat orientasi ( $P$ ) dan impuritas ( $I$ ) yang terkandung pada sampel menggunakan rumus sebagai berikut:

$$F_v = \frac{\sum I(2212)}{I_{total}} \quad (5)$$

$$P = \frac{\sum I(00l)}{\sum I(2212)} \quad (6)$$

$$I = 100\% - F_v \quad (7)$$

Dengan:

$F_v$  = Fraksi volume fase Bi-2212

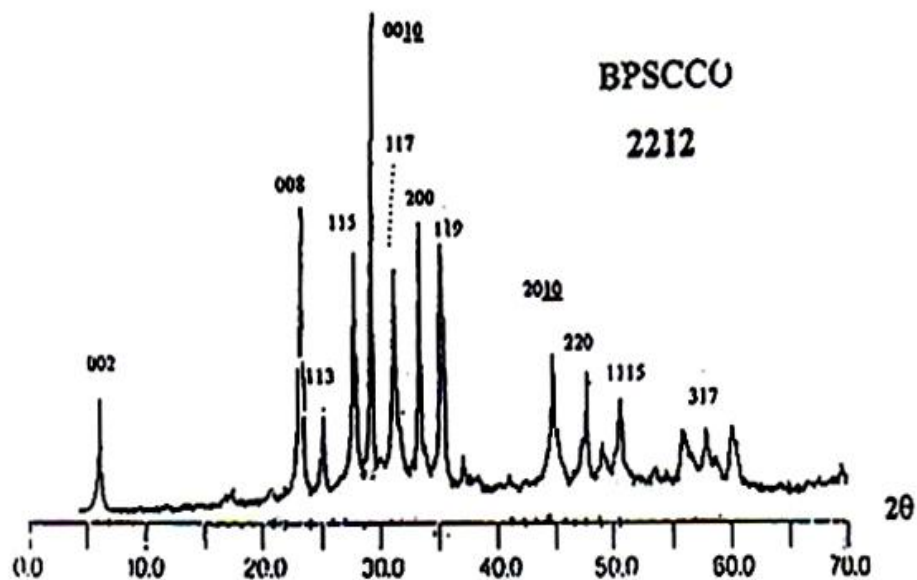
$P$  = Derajat orientasi

$I$  = Impuritas

$I_{total}$  = Intensitas total

$I(2212)$  = Intensitas fase 2212

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



Gambar 14. Spektrum XRD superkonduktor BPSCCO fase 2212.

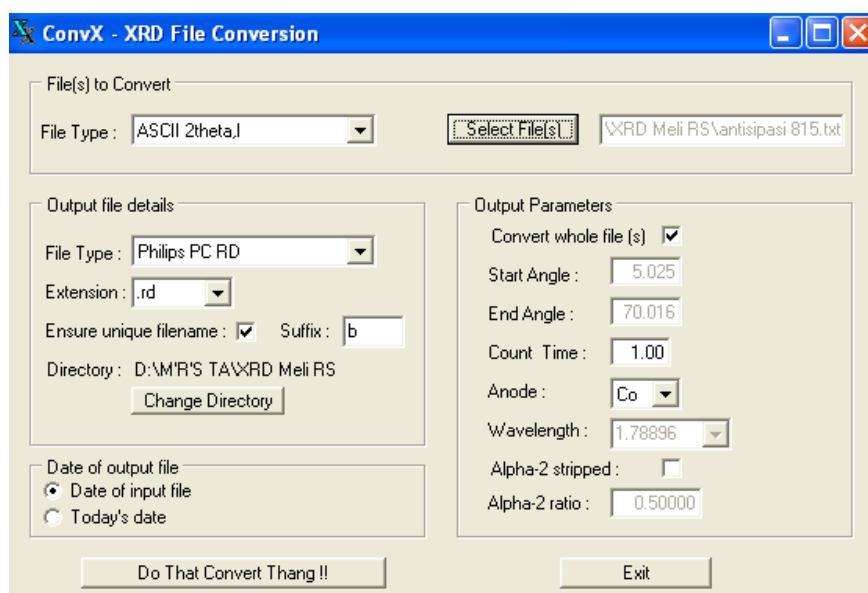
### b. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Struktur mikro dari sampel dianalisis dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Hal ini dilakukan untuk melihat ukuran dan bentuk *grain* sampel. Bahan superkonduktor mempunyai konduktivitas yang cukup besar, sehingga sampel tidak perlu di *coating* dengan Au atau C, tetapi cukup dengan menempelkan sampel pada *holder* menggunakan pasta perak.

## 6. Analisis (program *Celref*)

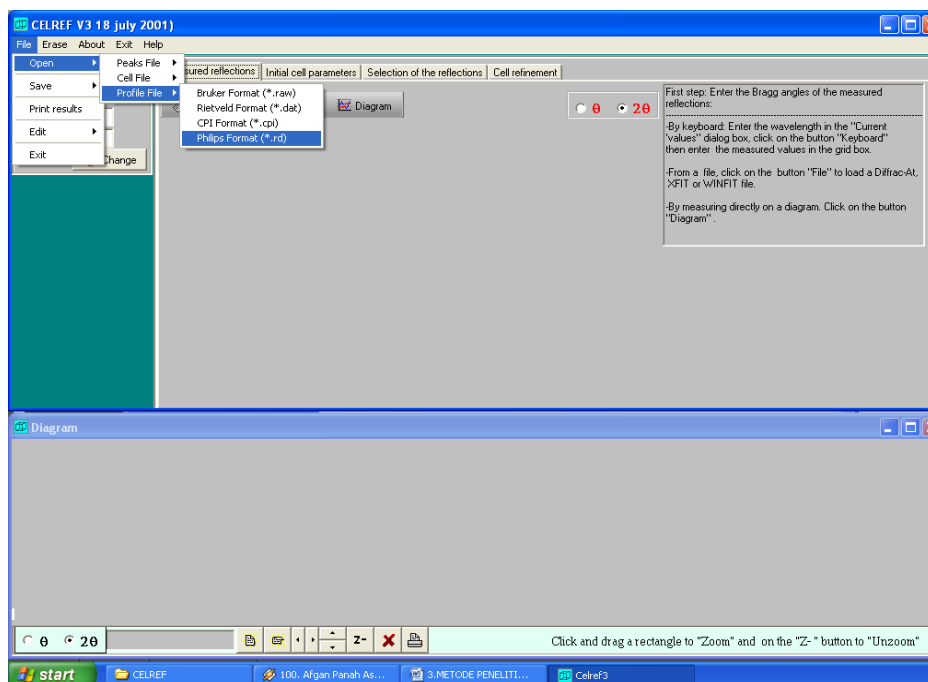
Analisis data XRD menggunakan program *celref* versi ke 3 (CELREF V3) yang disusun oleh Jean Laugier dan Bernard Bochu. Langkah-langkah dalam analisis data XRD menggunakan program ini sebagai berikut:

- a. Mengubah data XRD hasil pengukuran yang diperoleh (dalam bentuk *excel*) ke dalam bentuk *.rd* yang ditunjukkan pada Gambar 15.

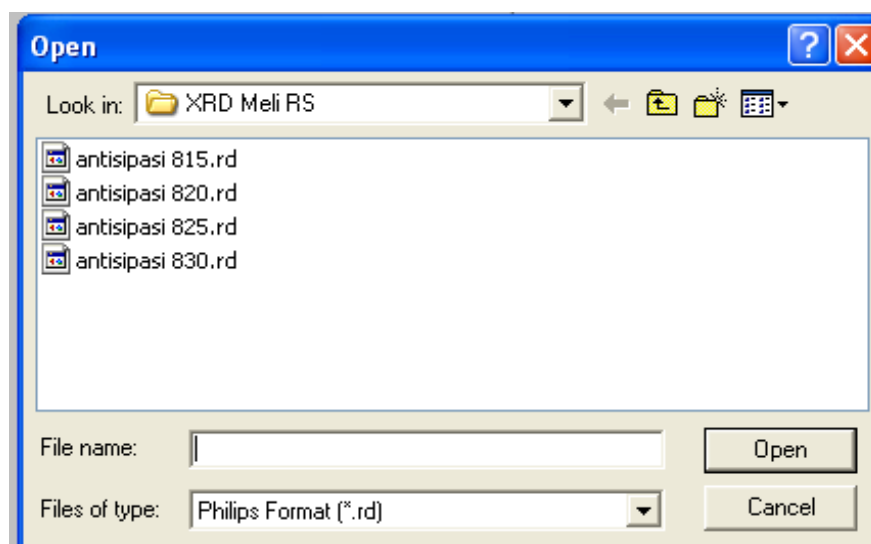


Gambar 15. Konversi file ke dalam bentuk *.rd*.

- b. Membuka program *celref*.
- c. Membuka file yang telah dikonversi ke format *.rd*, dengan cara mengklik *file*, pilih *open*, *profile file*, pilih format *Philips format (.rd)* yang ditunjukkan pada Gambar 16a dan 16b.



(a)

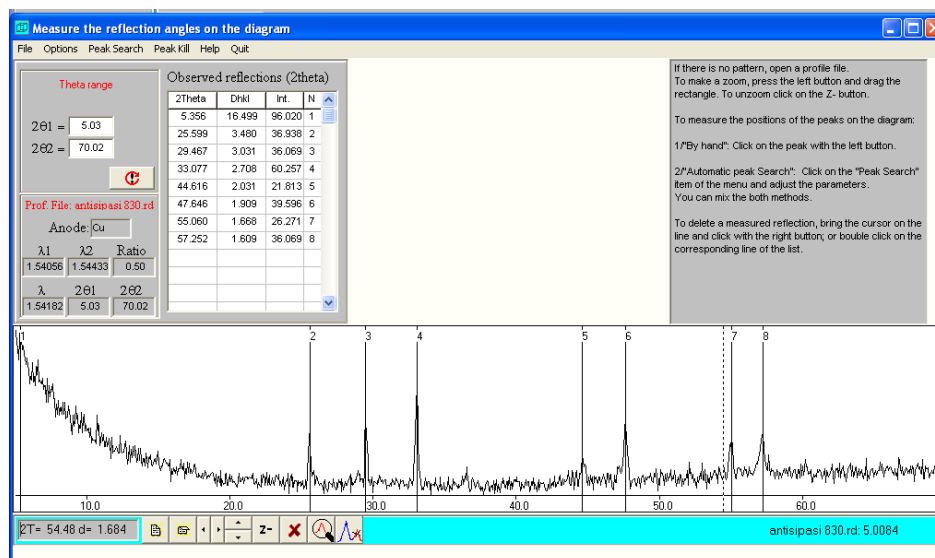


(b)

Gambar 16. Proses input data.



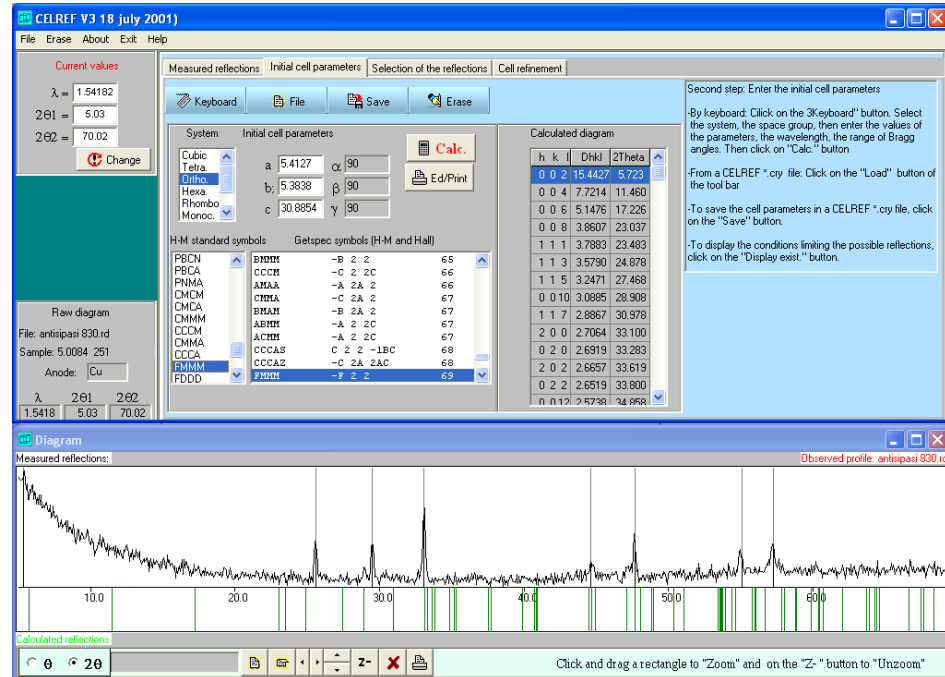
- d. Memilih puncak-puncak yang terbentuk di program *celref* (Gambar 17) dan mencocokkan dengan spektrum Mannabe.



Gambar 17. Puncak-puncak yang akan dianalisis.

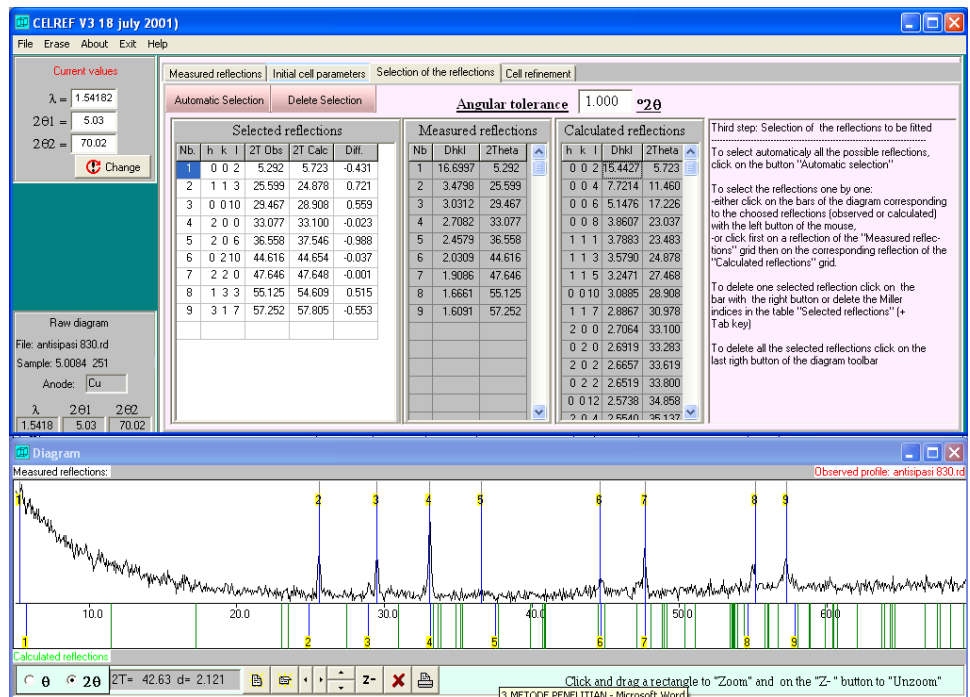
- e. Mengubah “*Initial Cell Parameter*” dan melakukan proses *calculate* pada *celref* yang ditunjukkan pada Gambar 18. Hal-hal yang diubah diantaranya:

- *System* : *Orthorombic*,
- Nilai awal kisi kristal:
  - $a = 5.4217$ ,
  - $b = 5.3838$ , dan
  - $c = 30.8854$ .
- *H-M Standart Symbols* = *FMMM*



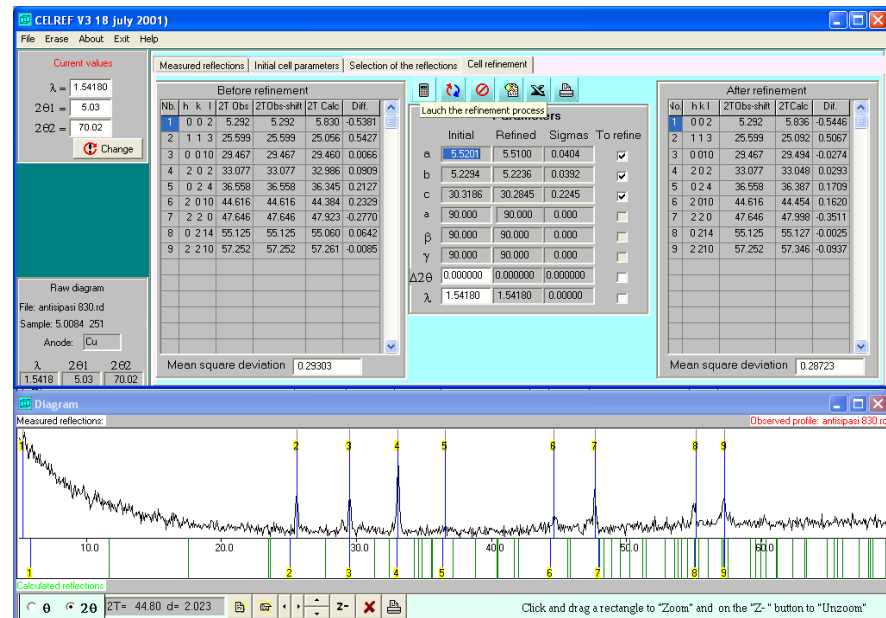
Gambar 18. Proses penentuan inisial parameter sel dan calculate.

- f. Memilih “angular tolerance” (0.5 sampai 1) pada “Selection of the reflections” yang ditunjukkan pada Gambar 19.



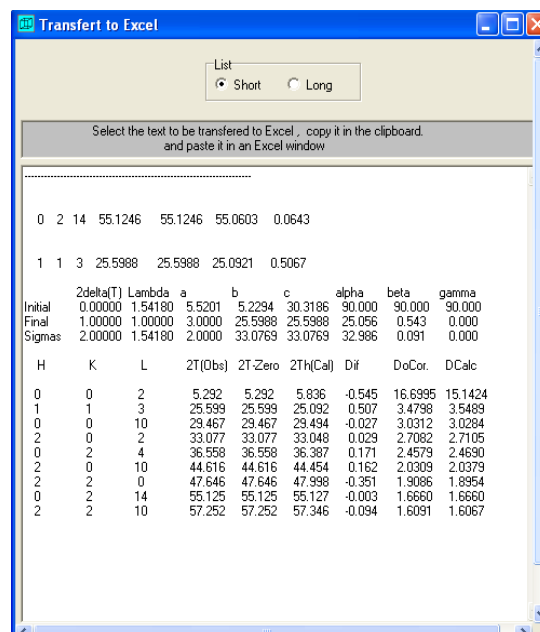
Gambar 19. Seleksi puncak dengan toleransi angular 1.

- g. Me-refine puncak yang telah dipilih sampai mendapat hasil yang sesuai antara inisial sebelum dan setelah di-refine sehingga diperoleh seperti Gambar 20.



Gambar 20. Hasil refine.

- h. Meng-export data dari program celref ke ms-excel untuk menentukan intensitas yang ditunjukkan pada Gambar 21.



Gambar 21. Database hasil refine.

- i. Menentukan intensitas puncak yang diperoleh dengan mencari nilai yang mendekati  $2T(\text{Obs})$  pada *database excel* terhadap data XRD hasil pengukuran, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 22.

H	K	L	2Th(obs)	2Th_obs-shift	2Th(Calc)	diff.	intensitas
0	0	2	5.3562	5.3562	5.7103	-0.3541	252
0	0	8	22.0512	22.0512	22.9857	-0.9345	58
1	1	3	25.8567	25.8567	25.1149	0.7418	144
0	0	10	29.7247	29.7247	28.8434	0.8813	143
2	0	2	33.1408	33.1408	33.1929	-0.0521	93
1	1	13	44.8751	44.8751	45.0116	-0.1365	79
2	2	0	47.9043	47.9043	48.2029	-0.2986	109
3	1	5	55.3180	55.3180	55.3057	0.0123	98
3	1	7	57.3831	57.3831	57.3556	0.0275	122
							1098

Final values : (Standard errors on 2nd line)

Zero Lambda a b c alpha beta gamma volume

0.0000 1.54180 5.4819 5.2078 30.9528 90.00 90.00 90.00 883.656

0.0000 0.00000 0.0518 0.1276 0.3917 0.000 0.000 0.000

$\sqrt{\text{Sum}(2\text{Th O-C})^2} / (\text{Nref-Npar}) : 0.6373$

$\sqrt{\text{Sum}(2\text{Th O-C})^2} / \text{Nref} : 0.5204$

Impuritas fv p

35.70% 64.29% 41.26%

Gambar 22. Menentukan nilai intensitas.