

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Februari 2013 sampai Juni 2013 di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung dan Laboratorium Kimia Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung. Sedangkan untuk karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (P3GL).

B. Alat dan Bahan

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

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).

C. Komposisi Bahan

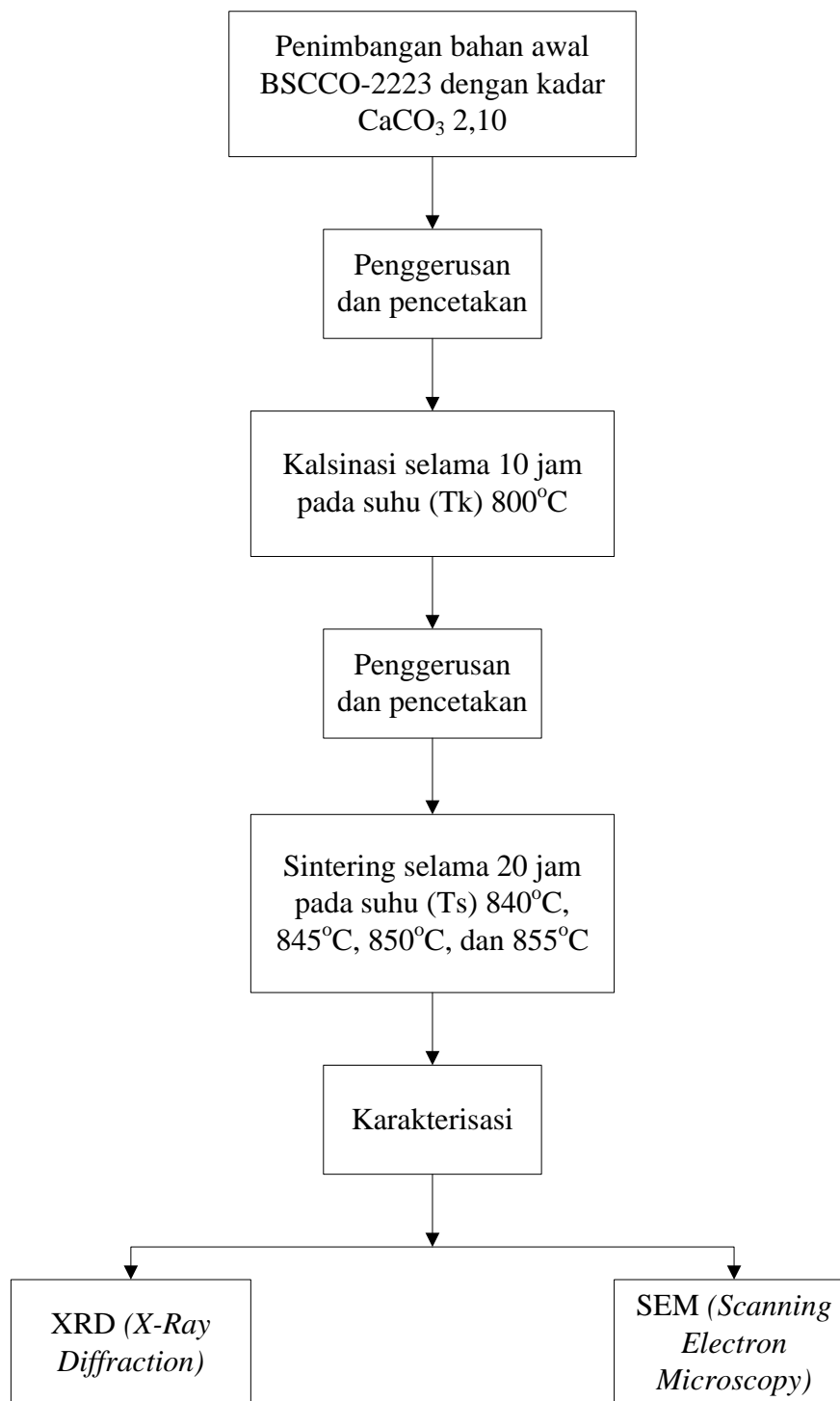
Komposisi bahan awal yang dibutuhkan untuk membuat 3 gram sampel superkonduktor BSCCO-2223 tanpa doping Pb, dengan kadar $\text{CaCO}_3 = 2,10$ dapat dilihat pada Tabel 1.

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

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung untuk setiap 3 gram sampel
Bi_2O_3	2	1,1553
SrCO_3	2	0,7320
CaCO_3	2,10	0,5211
CuO	3	0,5916
Total		3,0000

D. Preparasi Sampel

Secara umum metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode reaksi padatan (*solid state reaction method*) yang terdiri dari penggerusan, peletisasi (*pressing*) dan pemanasan (kalsinasi dan sintering). Prosedur penelitian secara garis besar dijelaskan pada Gambar 10.



Gambar 10. Diagram alir penelitian.

1. Penimbangan

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

2. Penggerusan

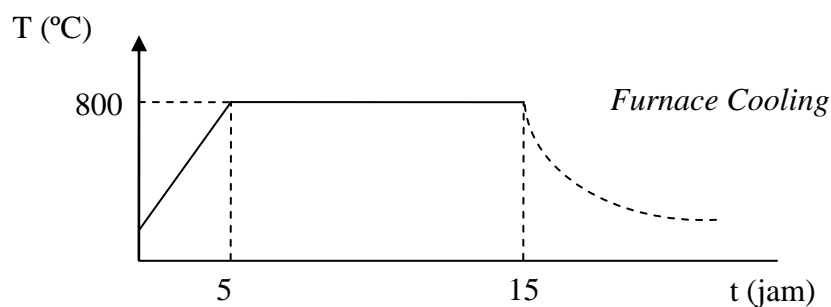
Setelah proses penimbangan, bahan dicampur dan digerus dengan *mortar* dan *paste* secara manual sampai bahan terasa halus selama ± 15 jam. Penggerusan bertujuan untuk meningkatkan homogenitas bahan dan dapat memperluas permukaan kontak agar reaksi dapat berlangsung secara stoikiometrik. Dengan demikian,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

3. 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 padatan tersebut. Peletisasi menggunakan alat *pressing* dengan kekuatan 8 ton.

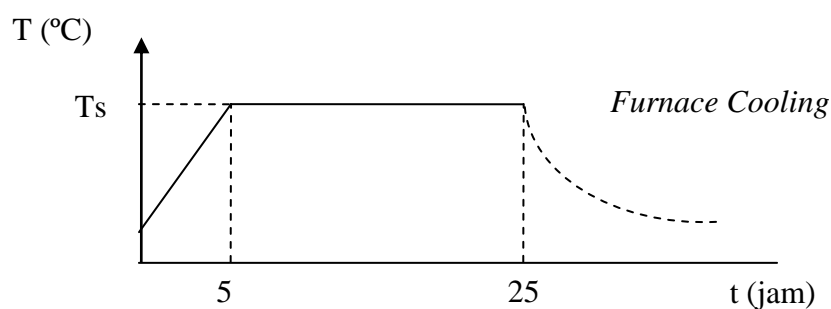
4. Kalsinasi dan Sintering

Sampel dikalsinasi pada suhu 800°C selama 10 jam. Tujuan kalsinasi adalah membentuk senyawa prekursor. Diagram proses kalsinasi ditunjukkan pada Gambar 11.



Gambar 11. Diagram kalsinasi.

Setelah dikalsinasi sampel digerus dan dipelet kembali, kemudian disintering. Tujuan 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 terjadi perubahan porositas (Bourdillon, 1994). Sampel disintering pada suhu (T_s) = 840°C, 845°C, 850°C, 855°C selama 20 jam, seperti ditunjukkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Diagram sintering.

E. Karakterisasi

Superkonduktor 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/spektrum XRD diperoleh dengan menembak sampel menggunakan sumber Cu-K α dengan panjang gelombang 1,54 Å. 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 tiap sudut difraksi 2θ . Fase BSCCO-2223 yang terbentuk dapat ditentukan dengan menghitung fraksi volume (Fv), derajat orientasi (P) dan impuritas (I) menggunakan rumus sebagai berikut:

$$Fv = \frac{\sum I(2223)}{I_{total}} \quad (5)$$

$$P = \frac{\sum I(00l)}{\sum I(2223)} \quad (6)$$

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

Dengan:

Fv = Fraksi volume fase BSCCO-2223

P = Derajat orientasi

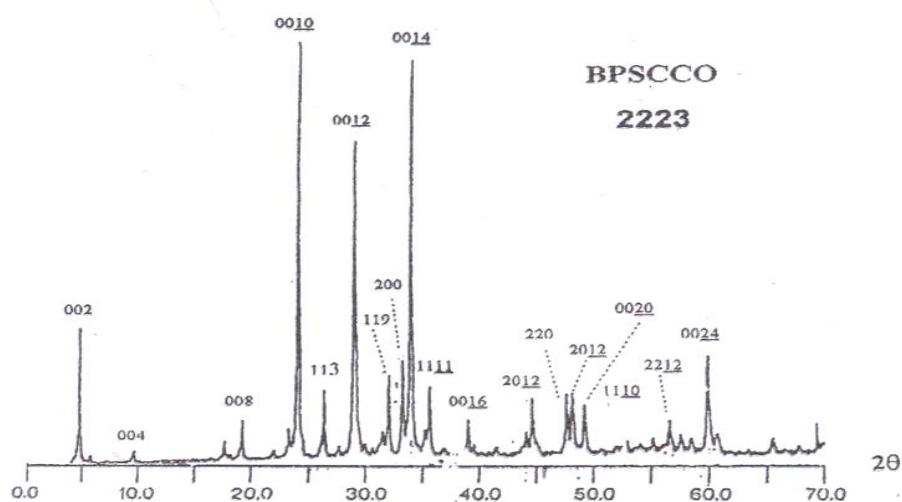
I = Impuritas

I_{total} = Intensitas total

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

$I_{(00l)}$ = Intensitas $h = k = 0$ dan l bilangan genap

Untuk menentukan fase yang terbentuk, spektrum XRD hasil pengukuran dibandingkan dengan spektrum XRD serbuk BPSCCO/BSCCO fase 2223 yang dihasilkan oleh Mannabe, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 13. Spektrum ini merupakan rujukan untuk menentukan kemurnian fase (Budi, 2002). Analisis XRD dilakukan dengan program *celref*.



Gambar 13. Spektrum XRD Superkonduktor BPSCCO/BSCCO fase 2223.

2. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

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