

25/70 / H/06



TUGAS AKHIR

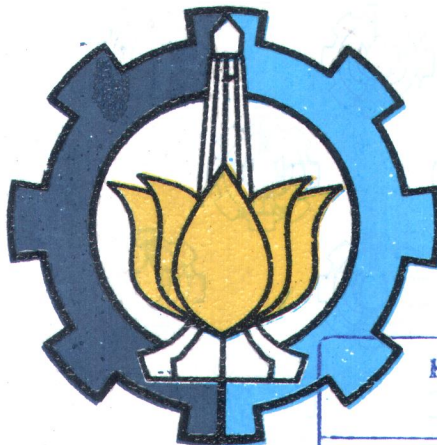
IDENTIFIKASI STRUKTUR KRISTAL PADA SUPERKONDUKTOR KRISTAL TUNGGAL $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ DENGAN DOPING BERBEDA

Oleh :

Ahmad Sholih
NRP : 1101 100 029

RSFi
537.623
Sho
6-1

2006



PERPUSTAKAAN ITS	
Tgl. Terima	20-2-06
Tgl. Pengemb.	11

**IDENTIFIKASI STRUKTUR KRISTAL PADA
SUPERKONDUKTOR KRISTAL TUNGGAL $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$
DENGAN DOPING BERBEDA**

TUGAS AKHIR

**Disusun Untuk Memenuhi Syarat Kelulusan Sarjana Strata-1
Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya**

Oleh :

**AHMAD SHOLIH
NRP : 1101 100 029**

**IDENTIFIKASI STRUKTUR KRISTAL PADA
SUPERKONDUKTOR KRISTAL TUNGGAL $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$
DENGAN DOPING BERBEDA**

Oleh :

AHMAD SHOLIH
NRP. 1101 100 029

Menyetujui,
Dosen Pembimbing



ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian terhadap struktur material menggunakan difraksi sinar-x dan analisis kuantitatif dengan bantuan software rietica pada sampel superkonduktor BI_2212. Penelitian bertujuan untuk mengetahui pengaruh doping oksigen dan substitusi Pb pada struktur material dan pengaruhnya lebih lanjut pada sifat fisis superkonduktor (anisotropi dan disorder). Dari hasil penelitian didapatkan bahwa terjadi kenaikan parameter kisi akibat adanya doping dan substitusi Pb. Hal ini mengindikasikan bahwa doping dapat berpengaruh pada struktur kristal. Pertambahan panjang kisi juga berpengaruh pada regangan kristal, semakin panjang pertambahan kisi akan semakin besar pula regangannya. Besarnya regangan kristal untuk masing – masing sampel BI_OP, BI_OV dan BP_OV adalah 0,083(10), 0,097(17) dan 0,093(28). Ditinjau dari hasil penelitian ini dapat diketahui bahwa menurunnya anisotropi disebabkan karena adanya defect kristal. Hal ini akan mengakibatkan naiknya sifat transport dari material sehingga mengalami penurunan anisotropi. Besarnya anisotropi mengalami penurunan sesuai dengan banyaknya doping yang diberikan. Hal ini menunjukkan bahwa penurunan yang terjadi tidak hanya diakibatkan oleh oksigen namun juga dipengaruhi oleh adanya substitusi Pb.

Kata kunci: anisotropi, disorder

KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan syukur kepada Tuhan, penulis telah menyelesaikan Tugas Akhir ini dengan judul: **“IDENTIFIKASI STRUKTUR KRISTAL PADA SUPERKONDUKTOR KRISTAL TUNGGAL $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ DENGAN DOPING BERBEDA”**.

Tugas akhir ini disusun sebagai syarat kelulusan dalam menempuh program S-1 Fisika di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Dalam penyelesaian Tugas Akhir ini tidak terlepas dari berbagai pihak yang telah memberikan bantuan, dorongan dan bimbingan. Untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr Darminto, selaku dosen pembimbing, atas bimbingan dan tuntunannya.
2. Bapak Dr Triwikantoro, selaku Ketua Jurusan Fisika ITS, atas persetujuannya.
3. Bapak Drs Ali Yunus Rohadi Msc., selaku dosen wali.
4. Semua pihak yang telah membantu yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Akhirnya penulis menyadari bahwa Tugas Akhir ini masih jauh dari kesempurnaan, sehingga kritik dan saran yang bersifat konstruktif sangat diharapkan, dan semoga Tugas Akhir ini dapat bermanfaat.

DAFTAR ISI

Halaman

ABSTRAK.....	i
PETA PENGANTAR.....	ii
DAFTAR ISI.....	iii
DAFTAR GAMBAR.....	v
DAFTAR TABEL.....	vi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 LATAR BELAKANG.....	1
1.2 PERUMUSAN MASALAH.....	2
1.3 TUJUAN PENELITIAN.....	3
1.4 BATASAN MASALAH.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 STRUKTUR KRISTAL $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+\delta}$	4
2.2 Bi_{2212} TERDOPING.....	7
2.3 DIFRAKSI SINAR-X.....	10
2.3.1 METODE <i>RIETVELD</i>	11
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	16
3.1 PERALATAN DAN SAMPEL.....	16
3.2 CARA KERJA.....	16
3.2.1 PENGUJIAN DENGAN DIFRAKSI SINAR-X.....	17
3.2.2 PEMODELAN DAN PENGHALUSAN DENGAN RIETICA.....	17
3.2.3 ANALISIS HASIL KELUARAN RIETICA.....	18

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pada tahun 1911, Heike Kamerlingh Onnes menemukan bahwa pada suhu di bawah 4.2 K, merkuri (Hg) mengalami penurunan resistivitas mendadak menuju nol. Gejala ini oleh Kamerlingh disebut sebagai *superkonduktivitas* [1]. Penelitian ini menjadi awal penelitian selanjutnya sehingga sampai saat ini telah banyak dikenal jenis-jenis material ini di antaranya adalah $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (BI_2212). BI_2212 merupakan salah satu bahan superkonduktor suhu tinggi yang memiliki nilai anisotropi tinggi, namun keberadaan doping oksigen dan substitusi Pb yang diberikan pada material BI_2212 membuat material BI_2212 mengalami penurunan anisotropi dan peningkatan derajat tak-tertiban (*disorder*) [2]. Meskipun doping oksigen dan substitusi Pb menimbulkan perubahan sifat fisis yang sangat drastis bagi kristal BI_2212, namun belum ada analisis lebih lanjut yang mengarah pada karakterisasi material secara lebih rinci.

Metode difraksi sinar-x dapat digunakan untuk menentukan fasa pada suatu material, ukuran kristal dan regangan sisa, serta penentuan parameter kisi secara akurat. Ada beberapa informasi penting atas aspek fisis yang dapat dikarakterisasi di antaranya adalah **posisi, tinggi dan lebar serta bentuk** puncak difraksi. Posisi puncak difraksi

mengenai ukuran dan regangan kristal. Semua informasi yang diperoleh digunakan dalam penelitian ini untuk mengetahui sejauh mana doping oksigen dan substitusi Pb berpengaruh terhadap aspek mikroskopis material uji serta bagaimana hubungannya dengan perubahan sifat fisis pada superkonduktor BI_2212.

1.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini dimaksudkan untuk mengetahui perubahan struktur bahan superkonduktor suhu tinggi BI_2212 dengan doping oksigen dan Pb. Ada beberapa metode yang dapat digunakan untuk menyelesaikan permasalahan ini, namun dalam penelitian ini dipakai metode difraksi sinar-x yang akan dianalisis lebih lanjut dengan bantuan perangkat lunak *rietica*. Penelitian diawali dengan melakukan pengujian sampel menggunakan alat difraktometer sinar-x. Pola difraksi terukur yang didapatkan dari hasil pengukuran selanjutnya dicocokkan dengan pola difraksi terhitung. Pola difraksi terhitung didapatkan dari file input (file ICSD) yang telah dimodelkan. Dari pencocokan ini selanjutnya didapatkan hasil keluaran (*view output*) yang berisikan beberapa informasi yang diperlukan untuk karakterisasi material diantaranya:

- a. komposisi fasa
- b. penentuan ukuran dan regangan kristal dan
- c. penentuan parameter kisi secara akurat

Besarnya komposisi fasa dapat ditentukan dari parameter – parameter hasil



BAB II

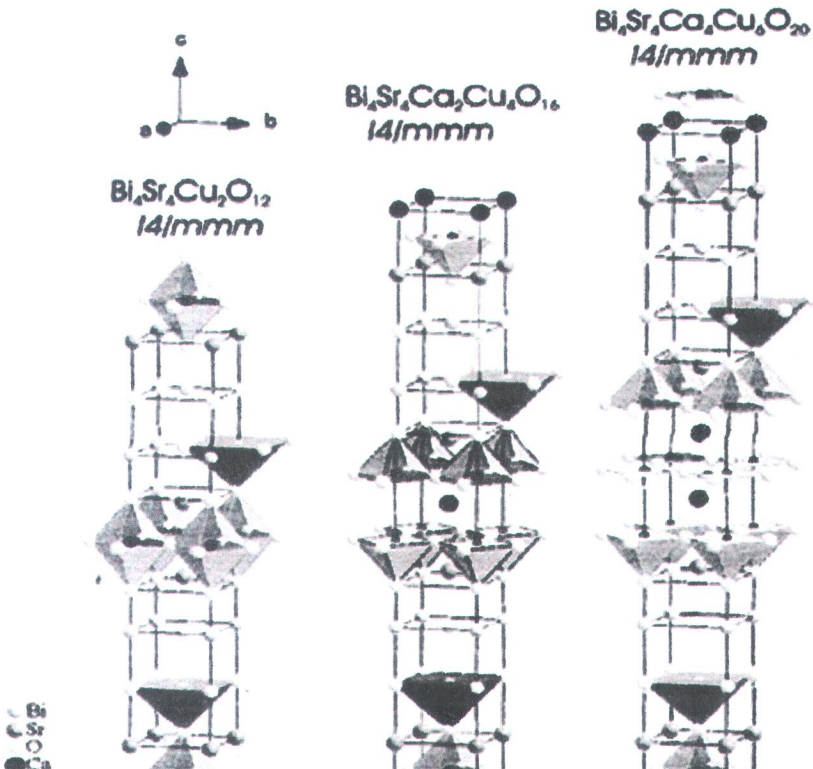
TINJAUAN PUSTAKA

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Struktur Kristal $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+\delta}$ dengan $n = 1, 2, 3$

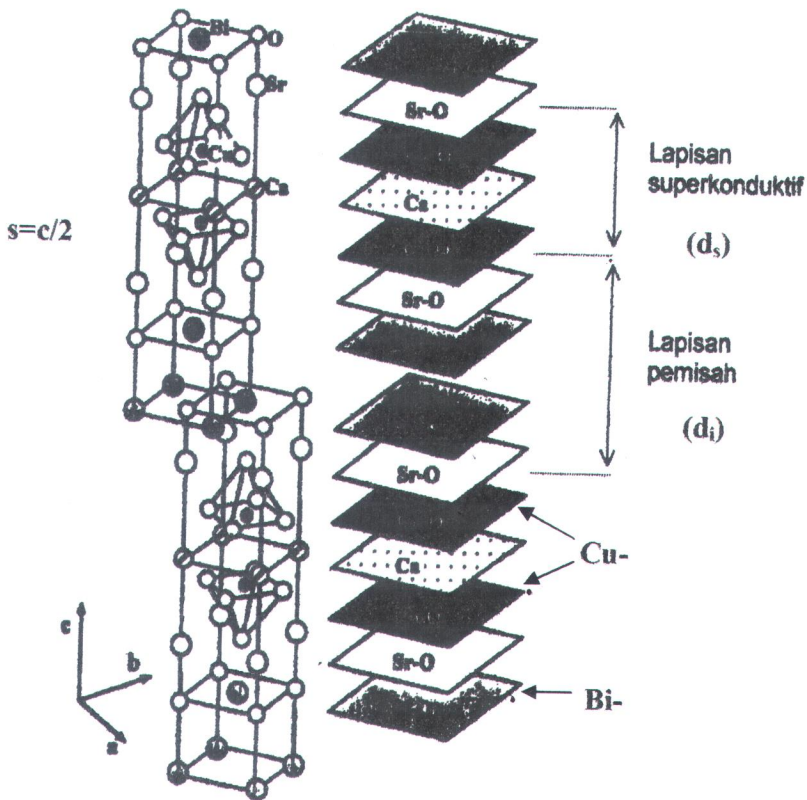
Sesuai dengan data yang diperoleh dari sinar-x superkonduktor kuprat dengan formula $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4+\delta}$ dengan $n = 1, 2$ dan 3 memiliki struktur kristal tetragonal dengan grup ruang $I4/mmm$ ($a_{\text{tet}} = 3.814 \text{ \AA}$). Struktur kristal dari formula ini diperlihatkan pada Gambar 2.1 [3].



Struktur berlapis dalam kristal SKST secara umum berbentuk susunan selang-seling, antara kubus "perovskit" yang mengandung lapisan konduktif CuO_2 dan lapisan isolator yang berperan sebagai sumber muatan. Komposisi bahan tersebut dapat dituliskan dengan rumus umum : $A_m B_2 C_{n-1} \text{Cu}_n \text{O}_{x+y}$ dengan $m = 0, 1, 2, \dots$ dan $n = 1, 2, 3$. Susunan $B_2 C_{n-1} \text{Cu}_n \text{O}_y$ merupakan bagian yang membentuk perovskit berlapis, sedangkan $A_m \text{O}_x$ merupakan bagian susunan berbentuk gugus lapisan isolator yang memisahkan dua balok perovskit tersebut. Sejauh bahan yang telah dikenal, A dapat berupa atom-atom Bi, Pb, Cu, Tl atau Hg, dan B dapat berupa Sr atau Ba, sedangkan C adalah atom-atom Ca atau Y. Pada Gambar 2.1 ditunjukkan struktur kristal $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{CaCu}_2 \text{O}_8$ ($A = \text{Bi}$, $B = \text{Sr}$, $C = \text{Ca}$, $m = 2$, $n = 2$), atau disingkat BI_2212.

Dari pengamatan STM (*scanning-tunneling microscope*) pada sampel kristal tunggal BI_2212 telah diperoleh informasi mengenai celah energi dan pola struktur elektroniknya. Sebagai hasilnya dapat disimpulkan bahwa gejala superkonduktivitas berlangsung pada lapisan/bidang CuO_2 , sedangkan lapisan Sr-O merupakan isolator dan lapisan Bi-O bersifat semikonduktif. Berdasarkan kesimpulan seperti inilah lapisan kristal dalam Gambar 2.2 dipilah menjadi bagian yang merupakan lapisan superkonduktif (*superconducting layer*) dan bagian yang berfungsi sebagai pemisah (*blocking layer*). Lapisan pemisah memegang peranan penting dalam pengendalian superkonduktivitas bahan melalui pengaturan konsentrasi dopan. Bergabungnya atom oksigen pada lapisan Bi-O untuk kristal BI_2212, akan membuat lapisan tersebut

ditentukan oleh gugus lapisan superkonduktifnya serta jumlah lapisan CuO_2 yang terdapat di dalamnya (harga n).



Gambar 2.2 Struktur kristal Bi-2212 (kiri), dan ilustrasinya dalam bentuk Susunan lapisan (kanan) [4]

Dalam struktur kristal BI_2212 yang diperlihatkan oleh Gambar 2.2, lapisan superkonduktif tersusun oleh lapisan ganda CuO_2 yang sejajar dengan bidang- ab kristal dan dipisahkan oleh lapisan dengan kation tunggal Ca. Setiap atom Cu berikatan dengan

Jelasnya dari Gambar 2.2 bahwa kristal superkonduktor ini merupakan susunan "sandwich" dari gugus lapisan superkonduktor-isolator-superkonduktor (SIS) dalam arah sumbu-c, karena antar lapisan (Bi-O) yang berdekatan terjadi ikatan relatif lemah. Kedua lapisan ini mudah terbelah dan sebagai akibatnya permukaan kristal BI_2212 selalu berupa lapisan (Bi-O). Dengan struktur kristal yang demikian, BI_2212 membentuk sel satuan *pseudo-tetragonal* dengan parameter kisi : $a \approx b = 5,4$ angstrom (\AA) dan $c = 30,85$ \AA dengan grup ruang $I4/mmm$. Jarak antar lapisan CuO_2 yang berdekatan adalah $s = d(\text{CuO}_2\text{-CuO}_2) = c/2$, dan ketebalan lapisan pemisah ($\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{O}_4$) serta lapisan superkonduktif ($\text{CuO}_2\text{-Ca-CuO}_2$) berturut-turut $d_i = 12$ \AA dan $d_s = 3$ \AA [4].

2.2 BI_2212 terdoping

Kristal tunggal BI_2212 memiliki struktur kisi pseudo-tetragonal dengan grup ruang $I4/mmm$ dan parameter kisi $a = b = 5,4$ \AA , $c = 30,58$ \AA . Struktur berlapis yang kuat pada kristal ini menyebabkan anisotropi yang besar. Anisotropi didefinisikan sebagai $\gamma^2 = \rho_c / \rho_{ab}$ (ρ_c adalah besarnya nilai *resistivitas pada arah sumbu c*, sedangkan ρ_{ab} adalah *resistivitas pada bidang ab*), dimana $\gamma^2 = 3000 - 30.000$ pada suhu 100 K. Hal ini sangat berbeda dengan Y-123 yang memiliki $\gamma^2 = 100 - 3000$ dan La-214 yang memiliki $\gamma^2 = 200 - 5000$. Nilai yang besar pada γ^2 ini menyebabkan kelemahan pada pasangan antar-lapis. Doping oksigen dan substitusi Pb pada kristal tunggal $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ memiliki $T_{c\text{dasar}} = 65 - 93\text{K}$ dan Anisotropi $773 - 49.715$ telah

Disamping itu peningkatan ketidak teraturan ditunjukkan oleh penurunan T_c juga disebabkan oleh adanya perluasan rentang dari SMP (puncak kedua magnetisasi) dan semakin meluasnya wilayah kritis glas.

Kristal tunggal BI_2212 yang digunakan dalam percobaan ini ditumbuhkan dengan “ *travelling solvent floating zone* “ (TSFZ) menggunakan *image furnace*. Proses pertumbuhan dari tiga kristal yang pertama diperlihatkan dalam Tabel 2.1 yang dilakukan di udara, dengan kandungan oksigen yang telah dikontrol oleh proses anil untuk memproduksi sampel BI_OP, Bi-OV dan BP_OV [2,5,6].

Tabel 2.1

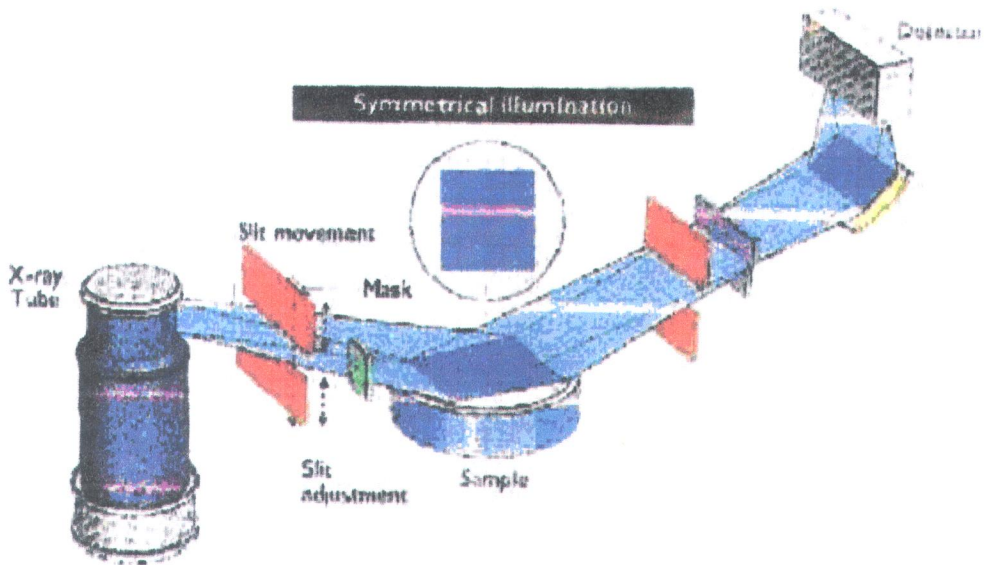
Perubahan temperatur kritis terhadap substitusi Pb dan peningkatan dopant oksigen serta hubungannya terhadap anisotropi (γ^2), Critical exponent (s), Parameter tak- tertiban ($(\Delta T)_{smp}T_c$) [2].

Sampel	$T_{c, on}(K)$	γ^2	S	$(\Delta T)_{smp}/T_c$
Bi-OP	93	18913	5.3 ± 1.3	0.13
Bi-OV	77.6	7067	3.8 ± 0.7	0.61
BP-OV	65	773	1.4 ± 0.3	0.68

Berdasarkan spektrum XRD yang ditunjukkan oleh Gambar 2.3 a-b dapat disebutkan bahwa umumnya puncak – puncak difraksi muncul sangat tajam dan hanya

bersesuaian untuk bidang kristal yang berindeks $00l$ ($l = \text{ganjil}$) dan $002l$ ($l = \text{genap}$) [2].

pengukuran dan sifat – sifat kristal yaitu posisi, tinggi, lebar dan bentuk puncak. Informasi yang terkandung dalam ketiga karakter tersebut diperlihatkan pada Tabel 2.2.



Gambar 2.4 Difraktometer Philips X'Pert (MPD) [8]

2.3.1 Metode Rietveld

Ada beberapa studi tentang ekstraksi ukuran dan regangan kristal dari data pelebaran puncak, di antaranya yaitu [10]

1. metode transformasi fourier
2. metode integral breadth

pola difraksi terhitung. Metode ini dikembangkan berdasarkan data difraksi serbuk dan telah lazim digunakan untuk menentukan informasi mengenai mikrostruktur dari kristal berdasar karakter puncak. Syarat dari metode rietveld ini adalah efek dari instrument harus dimodelkan secara tepat.

Nilai regangan rms (rms-strain), $\epsilon_{rms} = \langle e^2 \rangle^{1/2}$ dapat dihitung dengan parameter U yang telah diperhalus dengan nilai V dan W sudah ditetapkan untuk material yang tidak memiliki regangan. Rumusan ϵ_{rms} didapatkan dari penurunan rumusan Wilson (1963) namun dalam penulisan ini tidak dicantumkan langkah penurunannya. Hasil akhir dari penurunan diperlihatkan pada Persamaan (2.1).

$$\epsilon_{rms} = \sqrt{\frac{U - U_s}{32 \ln 2}} \quad (2.1)$$

dengan U dan U_s adalah parameter yang didapatkan dari material yang dikarakterisasi dan parameter dari material standar yang memiliki nilai regangan nol. Satuan kedua parameter di atas masih dalam 2θ dan harus diubah menjadi radian. Proses perhitungan dengan penghalusan *rietveld* pada studi ini dilakukan dengan program *rietica* [11]. Perhitungan ukuran kristal D diperlihatkan pada Persamaan (2.2).

$$D = \frac{\lambda}{H_L - H_{LS}} \quad (2.2)$$

Tabel 2.2 Informasi yang terkandung dalam karakter tinggi, posisi, lebar dan bentuk puncak [9].

No	Karakter	Informasi dari material	Informasi dari instrumen
1	Posisi puncak	<ul style="list-style-type: none"> • Fasa kristal • Struktur kristal • Parameter kisi • Regangan seragam 	<ul style="list-style-type: none"> • Kesalahan $2\theta_0$ • Ketidaktepatan penempatan sampel
2	Tinggi puncak	<ul style="list-style-type: none"> • Identifikasi • Komposisi • Hamburan tak koheren • Fasa anti • <i>Extinction</i> • <i>Preferred-orientation</i> 	
3	Lebar dan bentuk puncak	<ul style="list-style-type: none"> • Ukuran kristal • Distribusi ukuran kristal • Regangan tak seragam • Dislokasi, cacat kristal 	<ul style="list-style-type: none"> • Duplet radiasi (missal $K\alpha_1$ dan $K\alpha_2$) • Divergensi aksial • Kedataran permukaan sampel

Untuk dapat melakukan metode *rietveld* ini awalnya harus melakukan pengumpulan data mengenai material yang akan diteliti. Data tersebut berisikan parameter kisi yang akurat, komposisi kimia, berat molekul dan berbagai parameter yang lain. Parameter tersebut bisa didapatkan melalui koleksi data base ICSD yang dapat digunakan untuk membentuk suatu model pola difraksi dari material yang akan diukur. Setelah model didapatkan maka akan dilakukan pencocokan pola difraksi terukur dengan pola difraksi terhitung sampai terjadi kecocokan antara pola difraksi terukur dengan pola difraksi terhitung.

Parameter yang menunjukkan keberhasilan dari proses penghalusan adalah parameter yang mengukur kesesuaian antara data standar dengan hasil pengujian. Parameter ini disebut *figure of merrite* (FoM). Nilai FoM tersebut meliputi R profil (R_p), *weighted profile* (R_{wp}) dan faktor R *ekpected* (R_{exp}). Notasi – notasi dari FoM yang digunakan untuk mengamati perubahan ketika dilakukan penghalusan dengan metode *rietveld* diberikan pada persamaan di bawah ini:

◆ Faktor Profil :

$$R_p = \frac{\sum_i |y_{io} - y_{ic}|}{\sum_i y_{io}} \quad (2.3)$$



BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Peralatan dan sampel

Peralatan yang digunakan untuk membantu penelitian ini adalah Difraktometer sinar-x yang berada di *Research Center* ITS, Surabaya dan perangkat lunak komputer dengan *software rietica*. Sampel yang digunakan adalah superkonduktor kuprat $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (BI_2212) kristal tunggal kualitas tinggi yang telah tersedia dari hasil penumbuhan menggunakan *Travelling Solvent Floating Zone (TSFZ)*. Pada penelitian ini digunakan 3 buah sampel dengan doping berbeda di antaranya adalah BI_OP, BI_OV, dan BP_OV. Proses penumbuhan kristal berlangsung dalam tungku 4- cermin buatan Crystal System Inc. (di *Van der Waals – Zeeman Institut, Universiteit van Amsterdam*), yang dilengkapi dengan 4 buah cermin elipsoidal dan 4 buah lampu halogen masing – masing dengan daya 350 watt. Alat ini hanya digunakan untuk penumbuhan kristal BI_OP dan BI_OV, sedangkan untuk sampel kristal tunggal dengan substitusi Pb ditumbuhkan menggunakan tungku 2 cermin bertipe NEC SC-M15HD (di *Superconductivity Engineering Materials Research Laboratory – SEMRL, Department of Superconductivity, University of Tokyo*).

3.2 Cara kerja

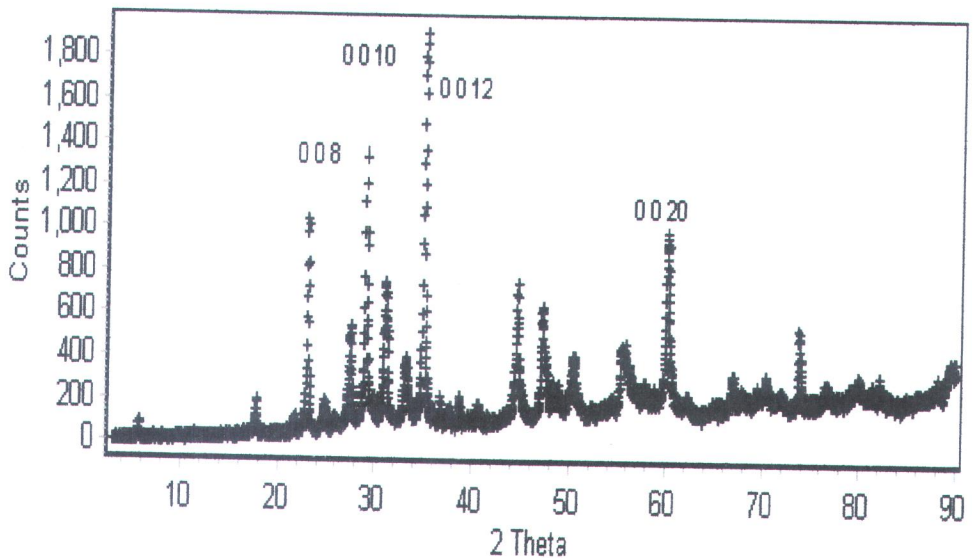


BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

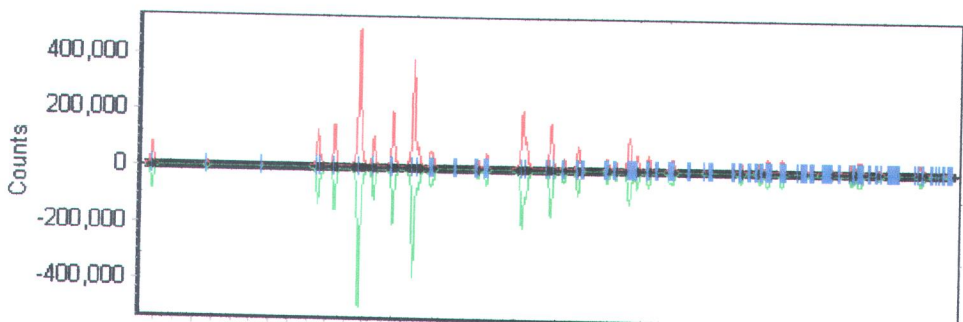
4.1 Sampel Penelitian

Penelitian dilakukan dengan sampel BI_2212 yang merupakan superkonduktor suhu tinggi. BI_2212 merupakan sampel kristal tunggal (*single crystal*) yang mengalami penggerusan, sedangkan pola difraksi terhitung yang dimodelkan dari ICSD merupakan polikristal. Hal ini akan mengakibatkan permasalahan pada analisis selanjutnya. Hasil uji difraksi dari ketiga sampel BI_OP, BI_OV, dan BP_OV serta data model masing-masing diperlihatkan pada Gambar 4.1.

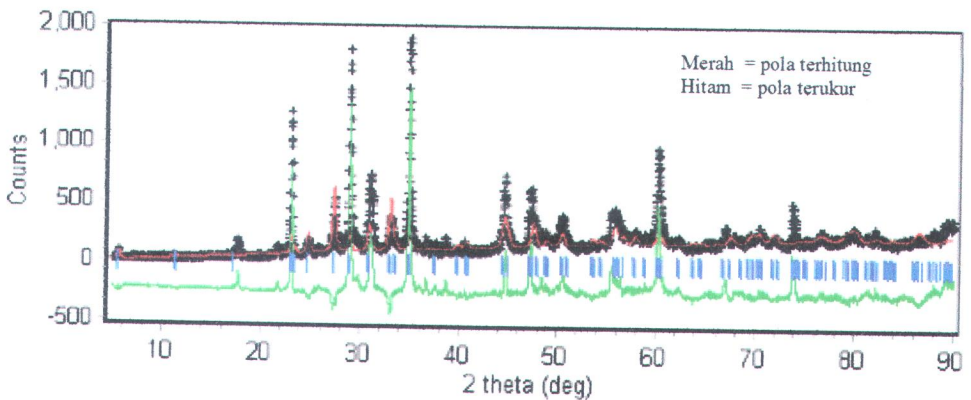


terdapat pada pola difraksi terukur sehingga pada saat dicocokkan ada beberapa puncak difraksi yang tidak sesuai.

Pada Gambar 4.1a dapat dilihat bahwa puncak – puncak yang menonjol dengan intensitas yang tinggi berada pada bidang (0 0 8), (0 0 10), (0 0 12), sedangkan pada Gambar 4.1d puncak puncak yang menonjol berada pada bidang (0 1 5), (1 1 0), dan (1 1 10). Perbedaan intensitas puncak difraksi antara Gambar 4.1a dan Gambar 4.1d berpengaruh besar pada analisis lebih lanjut. Selain intensitas puncak difraksi, pergeseran sampel juga berpengaruh. Pada Gambar 4.1a intensitas maksimum yang dimiliki adalah 1800 sedangkan pada Gambar 4.1b intensitas maksimumnya hanya 1600. Intensitas yang tinggi dimiliki oleh sampel BP_OV yaitu 9000 namun hal ini masih sangat kecil jika dibandingkan dengan intensitas pola difraksi terhitung. Perbedaan intensitas yang sangat besar ini akan berpengaruh pada proses *refinement* terutama pada *phase scale*.



Gambar 4.2 memperlihatkan penghalusan *rietveld* Bi_OP. Terlihat pada Gambar tersebut bahwa hanya ada satu Gambar yang terlihat yaitu gambar dari pola difraksi terhitung, sedangkan Gambar dari pola difraksi terukur tidak terlihat. Pola difraksi terukur baru dapat terlihat setelah gambar diperbesar beberapa kali. Ini menunjukkan bahwa ada perbedaan intensitas yang besar antara pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur.

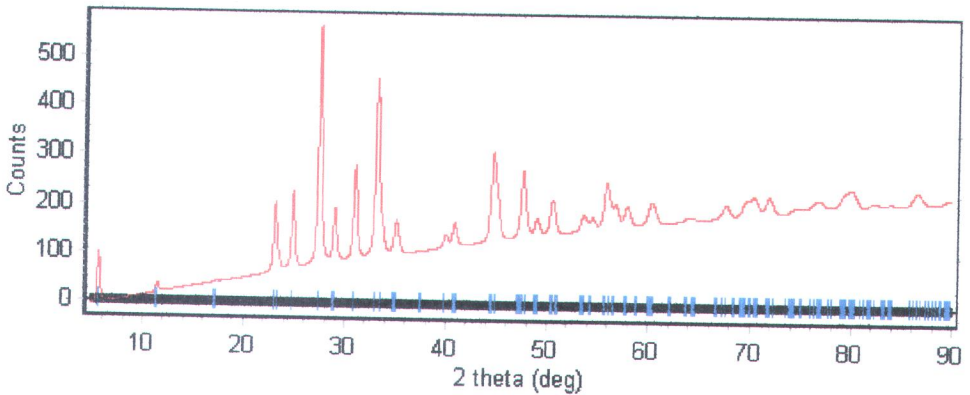


Gambar 4.3 Tampilan gambar pada saat penghalusan faktor skala

Gambar 4.3 didapatkan pada saat dilakukan penghalusan *phase scale*. Dari Gambar terlihat bahwa ada dua pola difraksi yang terlihat yaitu pola difraksi terukur (warna hitam) dan pola difraksi terhitung (warna merah). Pada penghalusan sebelumnya pola difraksi terukur belum kelihatan. Hal ini juga membuktikan bahwa perbedaan intensitas antara pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur sangat besar.

b) sampel BI_OV

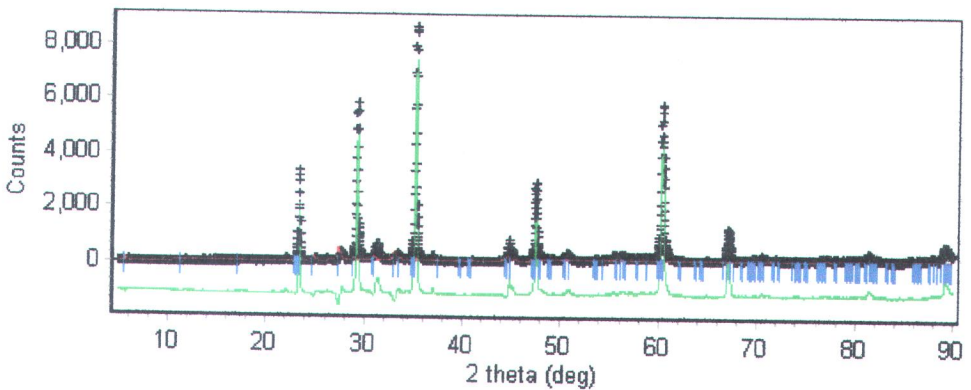
Sampel ini sama dengan BI_OP namun ditambah doping dengan oksigen. Data difraksi yang didapatkan dari sampel BI_OP selanjutnya dimodelkan. Hasilnya diperlihatkan seperti pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Pemodelan dari hasil data BI_OP

Pada Gambar 4.4 jika dibandingkan dengan Gambar 4.1b maka terlihat bahwa kedua gambar ini lebih cocok dari pada Gambar 4.1a dengan 4.1d. Pada gambar di atas permasalahan seperti intensitas dan pergeseran sampel tidak begitu berbeda, sehingga intensitas puncak – puncak dan posisi puncak utama antara pola difraksi terhitung dan pola difraksi terukur tidak ada perbedaan.

utama sangat besar. Terlihat pada Gambar 4.1c puncak puncak utama didominasi oleh bidang $0\ 0\ \ell$ sedangkan puncak dengan bidang – bidang yang lain tidak begitu terlihat. Hal ini dapat terjadi karena alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah difraksi serbuk sehingga sampel yang diuji harus digerus terlebih dahulu. Penggerusan yang kurang halus dapat mengakibatkan hasil uji difraksi kurang seragam sehingga dapat dilihat pada Gambar 4.1c arah bidang kristalnya menonjol pada $0\ 0\ \ell$ ($\ell = \text{genap}$).



Gambar 4.6 Tampilan awal pada penghalusan BP_OV

Pada Gambar 4.6 terlihat bahwa pola difraksi terukur muncul dengan intensitas sangat rendah. Hal ini disebabkan karena ada ketidaksesuaian puncak antara pola difraksi terukur dengan pola difraksi terhitung. Pada pola difraksi terhitung puncak – puncak utama berada pada bidang $(0\ 1\ 5)$, $(1\ 1\ 0)$ dan $(1\ 1\ 10)$ sehingga pada saat dilakukan

hanya memiliki intensitas yang kecil pada puncak – puncak selain pada bidang (0 0 ℓ)

Hal inilah yang mengakibatkan tingkat kesalahan pada sampel ini masih cukup besar.

4.2 Pendekatan Mikroskopis

Analisis selanjutnya yaitu melakukan karakterisasi material berdasar pada data – data yang didapatkan dari penghalusan *rietveld*. Ada beberapa aspek yang dapat diperoleh dari *software* ini antara lain komposisi fasa, ukuran dan regangan kristal serta penentuan parameter kisi secara akurat. Besarnya nilai – nilai parameter hasil keluaran dari *rietica* ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil keluaran dari *rietica* pada sampel BI_OP, BI_OV dan BP_OV

Parameter	BI_OP	BI_OV	BP_OV
R _P	24,64	23,63	47,00
R _{WP}	33,96	35,56	60,31
Faktor Skala	0,100 X 10 ⁻⁴ (3)	0,068 x 10 ⁻⁴ (2)	0,091 x 10 ⁻⁴ (5)
<i>Lattice parameter</i> (c)	30,793(3)	31,07(4)	30,90(6)
U-Gaussian	0,8(1)	1,1(2)	1,0(3)
Size Lorentzian (H _L)	0,11(1)	0,11(0)	0,11(0)

Analisis selanjutnya yang dibahas dalam penelitian ini adalah penentuan ukuran dan regangan kristal. Nilai dari ukuran dan regangan kristal dipengaruhi oleh U -*Gaussian* dan *size Lorenzian*. Terlihat pada Tabel bahwa besarnya nilai H_L sama untuk ketiga sampel sedangkan U mengalami kenaikan. Parameter H_L untuk sampel BI_OV dan BP_OP tidak memberikan ralat karena tidak dilakukan penghalusan. Hal ini dilakukan karena dianggap bahwa ke tiga sampel ini tidak mendapat perlakuan yang dapat menyebabkan perubahan ukuran kristal. Ukuran kristal dapat berubah jika sampel dikenai pemanasan yang mengakibatkan timbulnya rekristalisasi sedangkan pada penelitian ini hanya dilakukan doping dan substitusi Pb saja sehingga secara teori tidak mungkin mengalami perubahan ukuran kristal.

4.2.1 Sampel BI_OP dan BI_OV

Perbedaan mendasar antara kedua sampel ini adalah terletak pada kandungan oksigen yang terdapat pada masing – masing sampel. BI_OP merupakan sampel yang memiliki kandungan oksigen normal sedangkan BI_OV memiliki kandungan oksigen berlebih. Setelah dilakukan perhitungan dengan menggunakan Persamaan (2.1) dan (2.2) maka didapat nilai ukuran dan regangan kristal seperti pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 ukuran dan regangan kistal pada BI_OP dan BI_OV

Sampel	U	H_L	D (μm)	ϵ_{rms}
--------	-----	-------	-----------------------	------------------

Dari Tabel 4.2 dapat dilihat bahwa besarnya nilai U mengalami kenaikan cukup besar sedangkan besarnya nilai H_L tetap. Hal ini mengakibatkan regangan kristal dari BI_OV mengalami kenaikan sedangkan ukuran kristalnya tetap karena dianggap tidak berubah.

4.2.2 Sampel BI_OP dan BP_OV

Sampel BP_OV digunakan dalam penelitian ini untuk mengetahui peranan substitusi atom Pb terhadap perubahan struktur material. Perubahan yang terjadi pada sampel ini masih tetap sama dengan BI_OV yaitu pada regangan kristalnya. Dari hasil perhitungan dengan Persamaan (2.1) dan Persamaan (2.2) didapatkan nilai regangan dan ukuran kristal seperti pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Ukuran dan regangan kristal pada BI_OP dan BP_OV

Sampel	U	H_L	D (μm)	ϵ_{rms}
BI_OP	0,8(1)	0,11(1)	0,13(2)	0,083(10)
BP_OV	1,0(3)	0,11(0)	0,13 (1)	0,093(28)

Parameter lain yang juga menarik untuk diperhatikan pada penelitian ini adalah fungsi latar (*background*), pergeseran sampel, faktor skala dan parameter kisi. Fungsi



BAB V

KESIMPULAN

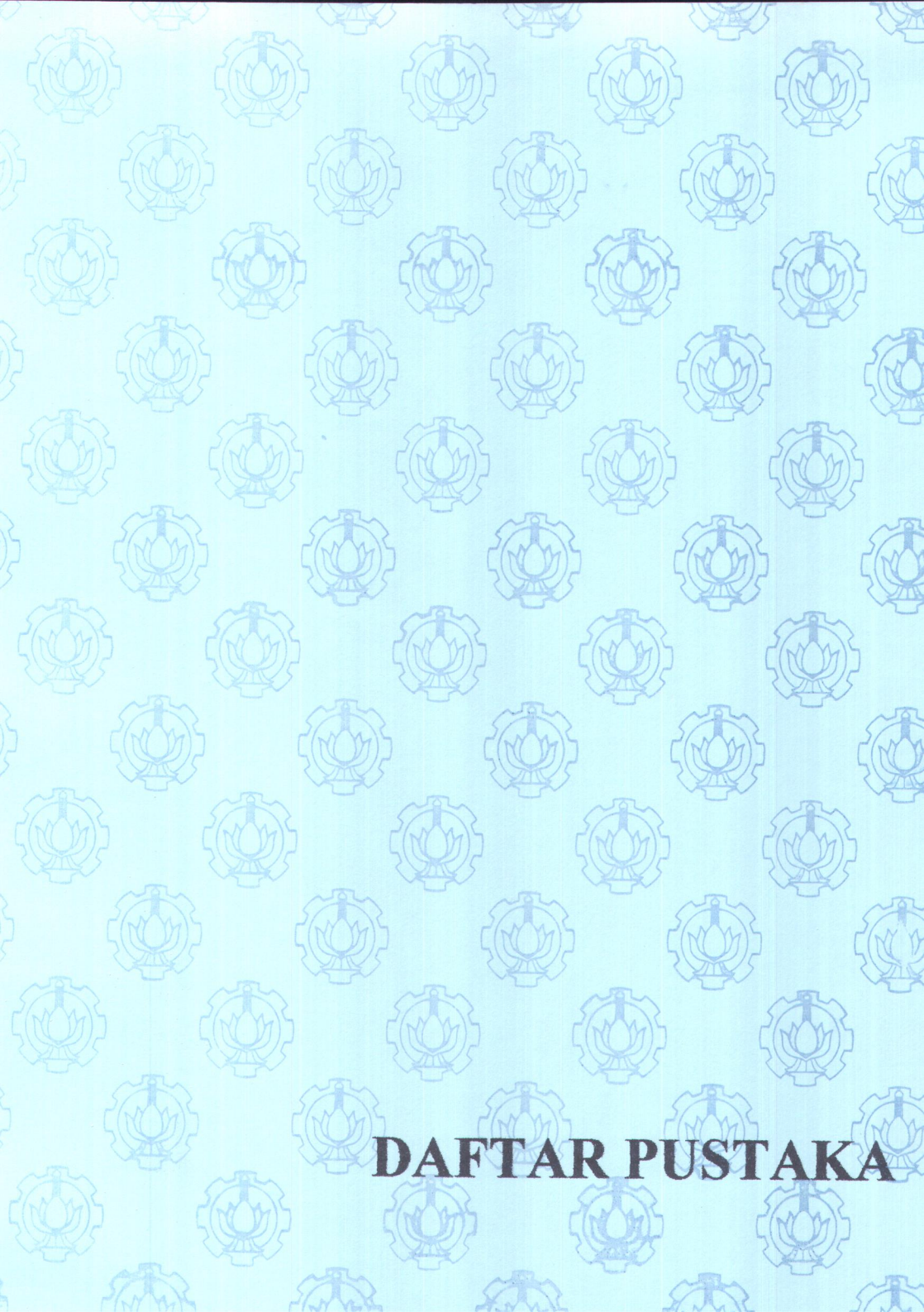
BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil analisis data dan pembahasan yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa doping oksigen dan substitusi Pb yang dilakukan pada sampel mengakibatkan kenaikan parameter kisi. Kenaikan nilai parameter kisi pada sampel BI_OV disebabkan karena adanya intertisi oksigen pada kisi. Akibat adanya intertisi tersebut terjadi penambahan panjang kisi sehingga menimbulkan penambahan regangan. Pada sampel BP_OV besarnya nilai parameter kisi sedikit lebih kecil jika dibandingkan dengan BI_OV karena pada sampel ini kandungan oksigennya lebih kecil dibandingkan dengan BI_OV. Adanya substitusi Pb juga dapat menambah besarnya regangan kristal namun tidak begitu signifikan. Besarnya regangan kristal pada masing – masing sampel adalah 0,083(10), 0,097(17) dan 0,093(28) untuk sampel BI_OP, BI_OV dan BP_OV. Nilai ini sebanding dengan nilai parameter kisi, semakin besar penambahan panjang kisi maka semakin besar pula regangan kristalnya.

Ditinjau dari hasil penelitian ini dapat diketahui bahwa menurunnya anisotropi disebabkan karena adanya *defect* kristal. Hal ini akan mengakibatkan naiknya sifat transport dari material sehingga mengalami penurunan anisotropi. Besarnya anisotropi mengalami penurunan sesuai dengan banyaknya doping yang diberikan. Hal ini



DAFTAR PUSTAKA

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Michel Cyrot, Davor Pavuna. 1992. *Introduction to Superconductivity and High Tc Materials*. Singapore. World Scientific.
- [2] Darminto *at al*, *Physica C* 378-381 (2002) 479-482.
- [3] arXiv: cond-mat / 0307509 v1 21 july 2000.
- [4] Darminto. Struktur Kristal Bi2212, 2004.
- [5] Darminto *at al*, *Physical Review B* 67, 012503 (2003).
- [6] Darminto *at al*, *Physica C* 341-348 (2000) 1323.
- [7] Darminto, *Unpublished*, 2001.
- [8] Philips Instrumen.,(2000), *Philips X'pert MPD: Manual Book*, Netherland.
- [9] Suminar Pratapa Phd. Difraksi Sinar –X, 2004.
- [10] Klug, H.P. & Alexander, L.E. 1974, *X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous material*, 2 nd edn, Wiley, new York.
- [11] Hunter,B.A. (1998), *rietica*, In *Newsletter of international Union of Crystallography, Commision on powder Diffraction*, Sydney.
- [12] Kisi, E. H.,(1994), *Rietveld Analysis of Powder Diffraction Pattern*, Materials Forum , vol. 18.



LAMPIRAN

LAMPIRAN A

Hasil penghalusan dengan *software Rietica*

A.1 Sampel BI_OP

```

PHASE SCALE FACTOR = 0.100225E-040.100201E-070.343311E-06
OVERALL TEMP. FACTOR = -4.283436 0.004189 0.211999
CELL PARAMETERS = 3.823881 0.000007 0.001093
                   3.823881 0.000006 0.001093
                   30.793354 0.000057 0.009796
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.262 0.262 0.032 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 450.262451 0.231567
    
```

```

+-----+
| Histogram: 1 |
+-----+
    
```

```

SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPPOINT = 0.00000 0.00000 0.00000
    
```

```

SAMPLE DISPLACEMENT = -0.07409 -0.00033 0.01658
    
```

```

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -39.3187 0.431925E-02 1.40580
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 5.11772 -0.103601E-02 0.110992
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.273055E-01 0.143530E-04 0.143091E-02
PREFERRED ORIENTATION = 0.76442 0.00034 0.00897
    
```

```

ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.05271 0.00006 0.00225
                   0.00000 0.00000 0.00000
    
```

```

HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.869385 0.000625 0.115138
V = -0.005000 0.000000 0.000000
W = 0.018000 0.000000 0.000000
    
```

```

ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000000 0.000000 0.000000
LORENZTIAN COMPONENTS = 0.119720 0.000191 0.014010
                   0.000000 0.000000 0.000000
                   0.000000 0.000000 0.000000
    
```

```

EQUIVALENT TO A PARTICLE SIZE OF 737.3( 86.3) ANGSTROMS
    
```

```

EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000
    
```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 24.64 | 33.96 | 7.39 | 0.041 | 0.105 | 4238 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYORB | SUMYCALC | SUMYXDIF |
+-----+
    
```

A.2 Sampel BI_OV

```

PHASE SCALE FACTOR = 0.686442E-050.845078E-070.265901E-06
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 3.836602 0.005302 0.002312
                  3.836602 0.005302 0.002312
                  31.076595 0.216496 0.048866
                  90.000008 0.000008 0.000000
                  90.000008 0.000008 0.000000
                  90.000008 0.000008 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.261 0.261 0.032 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 457.432404 0.818173
SCALE * VOLUME = 0.003140 0.000122
MOLECULAR WEIGHT = 1776.760

```

+-----+
| Histogram: 1 |
+-----+

```

SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT = 0.00000 0.00000 0.00000

```

```

SAMPLE DISPLACEMENT = -0.68357 -0.14006 0.03560

```

```

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -40.9603 -0.371458 1.04610
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 5.29781 0.275558E-01 0.103548
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.184037E-01 -0.310722E-03 0.131753E-02
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.02000 0.00000 0.00000
                      0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 1.182015 -0.317985 0.285860
    V = -0.005000 0.000000 0.000000
    W = 0.018000 0.000000 0.000000
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000000 0.000000 0.000000
LORENTZIAN COMPONENTS = 0.119700 0.000000 0.000000
                      0.000000 0.000000 0.000000
                      0.000000 0.000000 0.000000

```

```

EQUIVALENT TO A PARTICLE SIZE OF 737.4( 0.0) ANGSTROMS

```

```

EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 23.63 | 35.56 | 7.16 | 0.041 | 0.104 | 4240 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.1956E+06 | 0.8275E+06 | 0.7225E+06 | 0.8275E+06 | 0.2468E+02 | 0.2140E+14 |
+-----+

```

LAMPIRAN D

Untuk menentukan ralat ukuran kristal digunakan persamaan:

$$\sigma_D = \sqrt{\left[\sum \left(\frac{\partial D}{\partial U_i} \right)^2 \sigma_{u_i}^2 \right]}$$

$$\sigma_D = D \cdot \sqrt{\left[\left(\frac{\sigma_{H_L}}{H_L - H_{LS}} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{H_{LS}}}{H_L - H_{LS}} \right)^2 \right]}$$

$$\sigma_D = \frac{D}{(H_L - H_{LS})} \cdot \sqrt{[\sigma_{H_L}]^2 + [\sigma_{H_{LS}}]^2} \quad (D.1)$$

dengan :

σ_D = Ralat ukuran kristal

D = Ukuran kristal

σ_{H_L} = Ralat FWHM *lorentzian*

$\sigma_{H_{LS}}$ = Ralat FWHM *lorentzian* standar

H_L = FWHM *lorentzian*

