

43744/H/11



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

RSFi
537.623
Kha
n-1
2011

TUGAS AKHIR - SF 091321

**NANOKRISTALISASI SUPERKONDUKTOR
 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ DENGAN VARIASI
KALSINASI DAN SINTER MELALUI METODE
PENCAMPURAN BASAH**

KHAMILATUN KHAFIFAH
NRP 1107 100 005

Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Malik Anjelh Baqiya, M.Si

PERPUSTAKAAN ITS	
Tgl. Pinjam	14-7-2011
Terima Dari	H
No Agenda Prp.	-

JURUSAN FISIKA
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2011



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

FINAL PROJECT - SF 091321

**NANOCRYSTALLIZATION SUPERCONDUCTING
 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ WITH CALCINATION AND
SINTER VARIATION BY WET MIXING METHOD**

KHAMILATUN KHAFIFAH
NRP 1107 100 005

Advisor Lecturer
Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Malik Anjelh Baqiya, M.Si

DEPARTMENT of PHYSICS
Faculty of Mathematic and Natural Science
Sepuluh Nopember Institute of Thecnology
Surabaya 2011

**NANOKRISTALISASI SUPERKONDUKTOR
 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ DENGAN VARIASI KALSINASI DAN
SINTER MELALUI METODE PENCAMPURAN BASAH**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
Pada
Bidang Studi Bahan
Program Studi S-1 Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

KHAMILATUN KHAFIFAH

Nrp. 1107 100 005

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir :

1. Prof. Dr. Darminto, M.Sc

(.....)

2. Malik Anjelh Baqiya, M.Si

(.....)



(Handwritten signatures and initials over the stamp)

Surabaya, Juli 2011

**NANOKRISTALISASI SUPERKONDUKTOR
 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ DENGAN VARIASI KALSINASI DAN
SINTER MELALUI METODE PENCAMPURAN BASAH**

Nama Mahasiswa : KHAMILATUN KHAFIFAH
NRP : 1107 100 005
Jurusan : Fisika FMIPA ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Malik Anjelh Baqiya, M.Si

ABSTRAK

Nanokristal superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ telah disintesis dengan variasi kalsinasi dan sinter melalui metode pencampuran basah. Tujuan dari sintesis ini adalah untuk membentuk fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dominan dengan fraksi volume yang besar dan ukuran kristal kurang dari 100 nm dengan variasi kalsinasi dan sinter. Berdasarkan analisa hasil XRD, diperoleh dengan kenaikan suhu dan waktu tahan pada kalsinasi dan sinter dapat diperoleh ukuran kristal yang semakin besar dengan fraksi volume yang besar. Fraksi volume terbesar 65,9% dan ukuran 81 nm diperoleh pada kalsinasi 800 °C (2 jam) dan sinter 860 °C (1 jam).

Kata kunci : Superkonduktor, nanokristal, kalsinasi, sinter, pencampuran basah

**NANOCRYSTALLIZATION SUPERCONDUCTING
Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ} WITH CALCINATION AND SINTERING
VARIATION BY WET MIXING METHOD**

Name : KHAMILATUN KHAFIFAH
NRP : 1107 100 005
Department : Fisika FMIPA ITS
Advisor Lecturer : Prof. Dr. Darminto, M.Sc
Malik AnjelhBaqiya, M.Si

ABSTRACT

Nanocrystal Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ} Superconductors have been synthesized with calcination and sintering variation using wet mixing method. The purpose of this synthesis is to form the dominant phase of Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ} with a large volume fraction and crystalsize of less than 100 nm. According to XRD analysis results, the increase of calcination and sintering in temperature and time can increase crystal size with a greater volume fraction. Largest volume fraction of 65.9% and the size of 81 nm obtained at 800 ° C calcination (2 hours) and sinter 860 ° C (1 hour).

Keywords :Superconductor, nanocrystal, calcination, sintering, wet mixing

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum, wr. wb.

Alhamdulillah hirobbilalamiin, puji syukur ke hadirat Illahi Robbi Allah SWT yang telah melimpahkan karunia dan rahmat-Nya serta junjungan Rasulullah Muhammad SAW, sehingga telah terselesaikan Tugas Akhir dengan judul "NANOKRISTALISASI SUPERKONDUKTOR $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ DENGAN VARIASI KALSINASI DAN SINTER MELALUI METODE PENCAMPURAN BASAH ". Tugas Akhir ini disusun sebagai salah satu syarat kelulusan sarjana, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Selama proses pengerjaan Tugas Akhir ini, penulis mendapatkan do'a dan bantuan dari banyak pihak, oleh karena itu dengan kerendahan hati penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak dan Ibuku tersayang, Samin dan Srianah, adikku Hakimul Amrullah dan segenap keluarga besar atas segala do'a dan dukungan yang tiada henti-hentinya.
2. Bapak Prof. Dr. Darminto, M.Sc. selaku dosen pembimbing I atas semua diskusi, saran, dan bimbingan yang telah diberikan selama penyelesaian Tugas Akhir.
3. Bapak Malik Anjelh Baqiya, M.Si selaku dosen pembimbing II atas saran, bimbingan dan kesabarannya.
4. Bapak Drs. Heny Faisal, M.Si. selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA-ITS.
5. Bapak Suminar Pratapa dan Ibu Sri Yani selaku dosen penguji atas saran dan bimbingannya.

6. Bapak Lila Yuwana, M.Si selaku Koordinator Tugas Akhir.
7. Rekan-rekan seperjuangan Mas Fajar, MbK Isti, MbK Puji, Utia, Nurul, Yuli, Aghes, Linda, Luluk, Yufi, Ninis, Ayu, mbk khalim, Chory, Anita, Dila, Ellys, Lisa dan Rina terima kasih atas segala bantuan dan dukungannya.
8. Mas Maskur, atas kasih sayang, dorongan semangat yang selalu diberikan dan selalu sabar dalam membimbing penulis.
9. Sahabat dan teman-teman khususnya fisika angkatan 2007.
10. Teman sekamarku, Halimah dan MbK Dina terima kasih atas bantuannya.
11. Adik-adik angkatan 2008, 2009, dan 2010 tetap semangat semuanya.

Penyusunan Tugas Akhir ini masih jauh dari sempurna, sehingga kritik dan saran sangat diharapkan untuk perbaikan selanjutnya. Semoga Tugas akhir ini dapat bermanfaat untuk kita semua. Amin Ya Robbal 'Alamin.

Wassalamu'alaikum, wr. wb.

Surabaya, Juli 2011

Penulis

DAFTAR ISI

Judul Tugas Akhir	i
Halaman Pengesahan	iii
Abstrak	iv
Kata Pengantar	vi
Daftar Isi	viii
Daftar Gambar	x
Daftar Tabel	xiv
Daftar Lampiran.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	2
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Gejala superkonduktivitas	5
2.2 Superkonduktor Suhu Kritis Tinggi (SKST) Sistem $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$	7
2.3 Sintesis Bahan Nanokristalin $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$	11
2.3.1 Metode Pencampuran Basah	11
2.4 Superkonduktor Sistem BSCCO 2223.....	11
2.5 Diagram Fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$	13
2.6 Pengaruh Lama Pemanasan Pada Perubahan Fase Bahan Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$	14
2.7 Ferromagnetisme Pada Bahan Nanokristalin Superkonduktor	15
BAB III METODOLOGI.....	19
3.1 Peralatan dan Bahan	19
3.2 Prosedur Kerja.....	19
3.3 Metode Analisis Data	24

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
4.1 Pola Difraksi Hasil Pengukuran XRD	27
4.2. Identifikasi Fasa Hasil Pengukuran XRD.....	29
4.3 Fraksi Volume dan Ukuran Kristal	39
BAB V. KESIMPULAN	55
5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran	55
DAFTAR PUSTAKA	57
LAMPIRAN.....	59
BIODATA PENULIS	80

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Heike Kamerlingh Onnes	5
dan Van der Waals Johannes	
Gambar 2.2 Grafik tahanan suatu spesimen merkuri	6
terhadap suhu <i>absolute</i>	
Gambar 2.3 Efek Meissner	7
Gambar 2.4 Grafik Magnetisasi terhadap	9
Medan magnet	
Gambar 2.5 Suhu ketergantungan dari kuat.....	10
medan kritis yang lebih rendah (B_{c1}) dan kuat medan	
kritis atas (B_{c2}) untuk superkonduktor tipe-II.	
Gambar 2.6 Diagram fasa superkonduktor sistem Bi-2223.....	13
Gambar 2.7 Grafik M(H) nanopartikel YBCO.....	16
pada suhu 300 K dan 91 K..	14
Gambar 3.1 Skema kerja sintesis.....	20
superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$	
Gambar 3.2 Sintesis superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$	23
Gambar 4.1 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu.....	28
kalsinasi 760 °C waktu 4 jam dan suhu sinter 820°C	
Gambar 4.2 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu.....	30
kalsinasi 760 °C waktu 5 jam dan suhu sinter 820°C	
Gambar 4.3 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu.....	31
kalsinasi 790 °C waktu 1 jam dan suhu sinter 820°C	
Gambar 4.4 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu.....	33
kalsinasi 790 °C waktu 2 jam dan suhu sinter 820°C	
Gambar 4.5 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu.....	33
kalsinasi 800 °C waktu 1 jam dan suhu sinter 820°C	
Gambar 4.6 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu.....	34
kalsinasi 800 °C waktu 2 jam dan suhu sinter 820°C	
Gambar 4.7 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu.....	36
kalsinasi 790 °C waktu 1 jam dan waktu sinter 1 jam	
Gambar 4.8 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu.....	36
kalsinasi 790 °C waktu 2 jam dan waktu sinter 2 jam	
Gambar 4.9 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu.....	37

	kalsinasi 800 °C waktu 1 jam dan waktu sinter 1 jam	
Gambar 4.10	Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu.....	37
	kalsinasi 800 °C waktu 1 jam dan waktu sinter 1 jam	
Gambar 4.11	Kurva lama sinter terhadap ukuran.....	42
	partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 760 °C selama 4 jam	
Gambar 4.12	Kurva lama sinter terhadap ukuran.....	42
	partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 760 °C selama 5 jam	
Gambar 4.13	Kurva lama sinter terhadap ukuran.....	44
	partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 790 °C selama 1 jam	
Gambar 4.14	Kurva lama sinter terhadap ukuran.....	44
	partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 790 °C selama 2 jam	
Gambar 4.15	Kurva lama sinter terhadap ukuran.....	45
	partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 800 °C selama 1 jam	
Gambar 4.16	Kurva lama sinter terhadap ukuran.....	45
	partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 800 °C selama 2 jam	
Gambar 4.17	Kurva suhu sinter terhadap ukuran.....	47
	partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 790 °C selama 1 jam	
Gambar 4.18	Kurva suhu sinter terhadap ukuran.....	47
	partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 790 °C selama 2 jam	
Gambar 4.19	Kurva suhu sinter terhadap ukuran.....	48
	partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 800 °C selama 1 jam	
Gambar 4.20	Kurva suhu sinter terhadap ukuran.....	48
	partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 800 °C selama 2 jam	
Gambar 4.21	Kurva suhu kalsinasi terhadap ukuran.....	50

partikel dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223
dengan suhu sinter 820 °C pada 1 jam pertama

- Gambar 4.22 Hasil XRD pada suhu kalsinasi 600 °C..... 52
dengan metode kopresipitasi
- Gambar 4.23 Hasil XRD pada suhu kalsinasi 780 °C dan..... 53
sinter 840 °C dengan metode pencampuran basah
(Widodo. H,(2009))
- Gambar 4.24 Hasil ukuran kristal dan fraksi volume 54
dengan metode pencampuran basah (Widodo,H
(2009))



***** Halaman Ini Sengaja Dikosongkan *****

Gambar 4.22 Hasil XRD pada suhu sintesis 600 °C 32
dengan suhu sintesis 620 °C pada 1 jam pertama
dengan metode koprasifikasi

Gambar 4.23 Hasil XRD pada suhu sintesis 780 °C dan 1 jam 33
suhu 800 °C dengan metode pencampuran basah
(Wetbed, H₂O/2000)

Gambar 4.24 Hasil elemen kristal dan nilai volume 34
dengan metode pencampuran basah (Wetbed, H₂O/2000)



DAFTAR TABEL

Tabel 1.1 Perbedaan Nilai Resistivitas Bahan.....	6
---	---

***** Halaman Ini Sengaja Dikosongkan *****

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Penentuan komposisi massa sampel dan..... jumlah HNO_3	59
Lampiran B Perhitungan ukuran kristal	63
Lampiran C Tabel hasil pengolahan Fityk fasa 2223..... variasi waktu sinter	65
Lampiran D Tabel hasil pengolahan Fityk fasa 2223..... variasi suhu sinter	71
Lampiran E Tabel hasil perhitungan manual variasi..... waktu sinter	75
Lampiran F Tabel hasil perhitungan manual variasi..... suhu sinter	77
Lampiran G Gambar hasil search match.....	79

***** Halaman Ini Sengaja Dikosongkan *****

89	Lampiran A Perencanaan komposisi massa sampel dan jumlah HNO ₃
89	Lampiran B Perhitungan aliran korosi
89	Lampiran C Tabel hasil pengalihan High Iron 3333 variasi waktu suntir
91	Lampiran D Tabel hasil pengalihan High Iron 3333 variasi suhu suntir
92	Lampiran E Tabel hasil perhitungan manual variasi waktu suntir
92	Lampiran F Tabel hasil perhitungan manual variasi suhu suntir
92	Lampiran G Gambar hasil search match

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Belakangan ini superkonduktor menjadi topik pembicaraan dan penelitian yang paling populer. Superkonduktivitas suatu bahan bukanlah hal yang baru. Sifat ini diamati pertama kalinya pada tahun 1911 oleh fisikawan Belanda *H.K. Onnes*, yaitu ketika ia menemukan bahwa air raksa murni yang didinginkan dengan helium cair suhu 4,2 K kehilangan seluruh resistansi listriknya. Sejak itu harapan untuk menciptakan alat-alat listrik yang ekonomis terbuka lebar (Ridwan, 2005).

Superkonduktor menjanjikan banyak hal bagi kita, misalnya, transmisi listrik yang efisien (tak ada lagi kehilangan energi selama transmisi). Dengan resistansinya yang nol tersebut superkonduktor dapat menghantarkan arus listrik tanpa kehilangan daya sedikitpun. Kawat superkonduktor tidak akan menjadi panas dengan lewatnya arus listrik. Superkonduktor adalah suatu material yang tidak memiliki hambatan di bawah suatu nilai suhu tertentu. Superkonduktor dapat berupa konduktor, semikonduktor ataupun isolator pada keadaan ruang. Kendala terbesar yang masih menghadang terapan superkonduktor dalam peralatan praktis sehari-hari adalah bahwa superkonduktivitas bahan barulah muncul pada suhu yang amat rendah, jauh di bawah 0 °C. Dengan demikian niat penghematan pemakaian daya listrik masih harus bersaing dengan biaya pendinginan yang harus dilakukan. Oleh sebab itu, para ahli sampai sekarang terus berlomba-lomba menemukan bahan superkonduktor yang dapat beroperasi pada suhu tinggi (Rusdi, 2010).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Henry Widodo, (2009) diperoleh hasil sintesis nanokristalin superkonduktor fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dan $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dengan metode pencampuran basah,

sedangkan metode kopresipitasi gagal. Hasil fraksi volume yang didapatkan cukup tinggi dengan ukuran kristal yang tinggi pula (Widodo, 2009). Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis nanokristalin superkonduktor fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dengan metode pencampuran basah dengan variasi suhu dan waktu sinter untuk mendapatkan fraksi volume yang besar dan ukuran kristal kurang dari 100 nm.

1.2 Perumusan Masalah

Adapun permasalahan yang dihadapi dalam penelitian tugas akhir ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana sintesis dari bahan dasar (Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO) agar terbentuk fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dominan dengan metode pencampuran basah.
2. Bagaimana sintesis fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dominan dengan variasi kalsinasi dan sinter agar diperoleh fraksi volume yang besar dan ukuran kristal kurang dari 100 nm.

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah yang dibahas dalam penelitian ini terfokus pada pembentukan material superkonduktor fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dalam ukuran nanokristalin dengan dengan variasi kalsinasi dan sinter dengan metode pencampuran basah.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Membentuk fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ yang dominan dengan metode pencampuran basah.
2. Membentuk fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ yang dominan dengan fraksi volume yang besar dan ukuran kristal kurang dari 100 nm dari variasi kalsinasi dan sinter.

1.5 Manfaat Penelitian

Pengerjaan tugas akhir ini memberikan manfaat kepada banyak pihak, khususnya bagi penulis yang sekaligus praktikan dan secara umum kepada pembaca, laboratorium, institusi perguruan tinggi, dan industri. Dengan penelitian ini, penulis dapat mengasah kemampuan praktek di laboratorium, mampu menganalisis hasil yang diperoleh serta memiliki kemampuan untuk memecahkan masalah dan mencari alternatif solusinya. Hasil penelitian ini diharapkan dapat menjadi salah satu parameter acuan dalam pembuatan superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ berukuran nanometer serta menjadi pandangan untuk pemikiran penelitian lebih lanjut, sehingga dapat memberikan manfaat dan kontribusi yang lebih untuk masyarakat luas.

***** Halaman Ini Sengaja Dikosongkan *****

Penelitian luas akan memberikan manfaat kepada banyak pihak khususnya bagi peneliti yang sekiranya praktikan dan secara umum kepada pembaca laboratorium. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan sintesis polimerisasi radikal di laboratorium. Untuk mendapatkan hasil yang diperoleh serta memiliki kemampuan untuk memecahkan masalah dan mencari alternatif solusi. Hasil penelitian ini diharapkan dapat menjadi salah satu parameter dalam penelitian superkonduktor $Bi_2Sr_2Ca_2CuO_{10}$ dengan nanometer serta menjadi pedoman untuk penelitian penelitian lain. Sehingga dapat memberikan manfaat dan kontribusi yang lebih untuk masyarakat.

10/10/2023

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

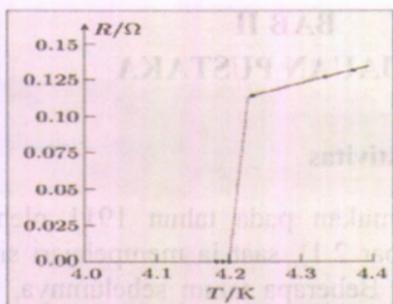
2.1 Gejala superkonduktivitas

Superkonduktor ditemukan pada tahun 1911 oleh Heike Kamerlingh Onnes (Gambar 2.1), saat ia mempelajari sifat-sifat logam pada suhu rendah. Beberapa tahun sebelumnya, ia telah menjadi orang pertama untuk mencairkan helium, yang memiliki titik didih 4,2 K pada tekanan atmosfer, dan ini telah membuka kisaran baru suhu penyelidikan eksperimental.



Gambar 2.1 Heike Kamerlingh Onnes (kiri) dan Van der Waals Johannes di samping kondensator helium (1908) (Yustinus, 2009).

Pada saat mengukur tahanan suatu tabung kecil diisi dengan air raksa. Ia heran ketika mengamati bahwa perlawanan berada pada $\sim 0,1 \Omega$ pada suhu 4,3 K dan kurang dari $3 \times 10^{-6} \Omega$ pada 4,1 K. Di bawah 4,1 K, merkuri dikatakan superkonduktor, dan tidak ada eksperimen yang mendeteksi perlawanan bahan superkonduktor terhadap aliran arus yang stabil. Suhu di bawah ini menjadi superkonduktor merkuri dikenal sebagai T_c suhu kritis (Yustinus, 2009).



Gambar 2.2 Grafik tahanan suatu spesimen merkuri terhadap suhu *absolute* (Yustinus, 2009).

Superkonduktor merupakan bahan (material) yang memiliki hambatan listrik bernilai nol pada suhu yang sangat rendah. Artinya superkonduktor dapat menghantarkan arus walaupun tanpa adanya sumber tegangan. Karakteristik dari bahan superkonduktor adalah medan magnet dalam superkonduktor bernilai nol dan mengalami efek meissner. Resistivitas suatu bahan bernilai nol, jika di bawah suhu kritisnya (Rusdi A, 2010).

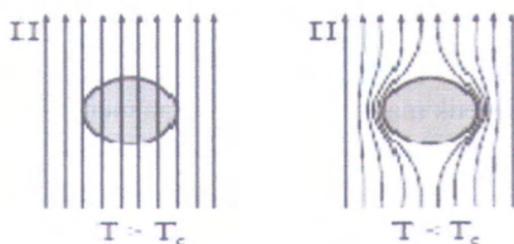
Pada umumnya sifat suatu bahan dapat dibedakan melalui resistivitas listriknya seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1. 1.

Tabel 1.1 Perbedaan Nilai Resistivitas Bahan (Rusdi A, 2010)

Sifat Bahan	Resistivitas, ρ ($\Omega.m$)	Contoh Bahan
Isolator Tertinggi	($10^{10} - 10^{12}$)	Plastik dan Karet
Semikonduktor Tinggi	($10^{-3} - 10^6$)	Silikon dan Germanium
Konduktor Rendah	(10^{-8})	Emas dan Perak
Superkonduktor	Nol	Semua bahan yang berbasis CuO

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

Efek meissner (ditemukan 1933) adalah efek yang dalam superkonduktor yakni material yang memiliki resistansi nol pada suhu di bawah suhu kritisnya. Medan magnet eksternal yang seharusnya melakukan penetrasi dalam bahan menjadi terblokir dan mengalir di luar bahan dan dekat permukaan bahan sampai kedalaman London (*london depth*) (Tinkham, 2004).



Gambar 2.3 Efek Meissner (Tinkham, 2004).

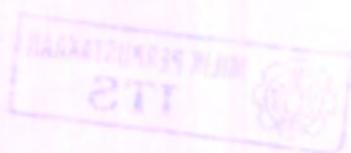
2.2 Superkonduktor Suhu Kritis Tinggi (SKST) Sistem $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$

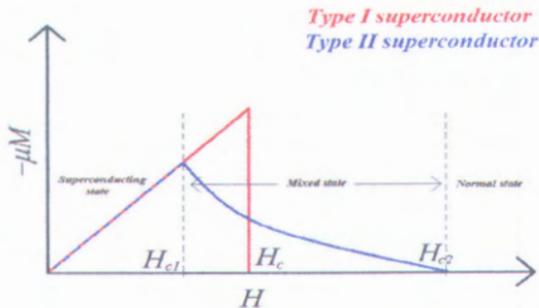
Sebagian besar superkonduktor suhu tinggi (SKST) merupakan material anisotropik, memiliki struktur kristal

berlapis, panjang koherensi yang pendek dan efek fluktuasi termal yang kuat. Salah satu karakteristiknya adalah terdapat lapisan CuO_2 yang mendominasi struktur kristalnya. Sebagian besar bahan SKST oksida merupakan material keramik yang pada umumnya memiliki butir-butir, batas-batas butir, kristal kembar (*twin crystal*), cacat kristal, serta ketidaksempurnaan struktur lainnya. Tidak semua struktur BSCCO memberikan sifat superkonduktif, hanya struktur tertentu saja yang dapat memiliki sifat superkonduktif.

Bahan superkonduktor di bawah pengaruh medan magnet luar menampakkan fenomena, sebagai berikut:

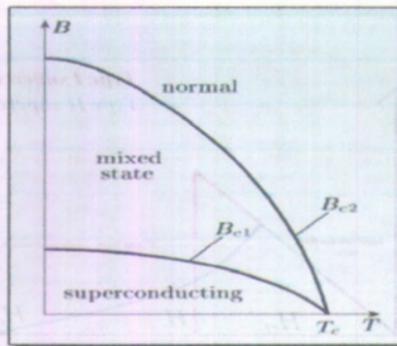
- a) Medan magnet eksternal tidak dapat menembus ke dalam bahan, yang dikenal dengan efek Meissner (*Meissner effect*) yang terjadi pada daerah Meissner (*Meissner state*) dengan harga medan $0 < H < H_{c1}$.
- b) Superkonduktivitas masih bertahan tidak hanya didapatkan pada daerah Meissner, bahkan pada daerah yang memiliki rentang harga medan $H_{c1} < H < H_{c2}$. Pada rentang harga medan tersebut, fluks magnetik menembus pada bahan superkonduktor tidak secara homogen, melainkan secara parsial. Oleh karena itu, daerah ini dikenal sebagai daerah campuran (*mixed state*), dimana medan magnetik masuk ke dalam bahan membentuk fluks magnetik terkuantisasi dan dikenal dengan sebutan *vorteks*.





Gambar 2.4 Grafik magnetisasi terhadap medan magnet (Marlianto, 2008).

Kristal tunggal (susunan kisi-kisi atom yang teratur dan berulang) ini tidak bersifat konduktif jika δ (kandungan doping oksigen) = 0, dan bersifat superkonduktif, jika δ lebih besar 0. Proses pemberian doping dapat dilakukan dengan menambah kandungan oksigen yang membentuk lapisan BiO dan SrO pada sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O. Penambahan ion-ion oksigen ini akan mempengaruhi keadaan elektron-elektron pada bidang kuprat sehingga mengakibatkan ketidakseimbangan elektronik. Untuk menjaga kesetimbangan muatan, elektron akan berpindah dari bidang kuprat sehingga menyisakan lubang (*hole*), dan menimbulkan mobilitas pembawa muatan. Pada suhu di bawah T_c , peristiwa ini disertai pembentukan pasangan *cooper* yang memunculkan gejala superkonduktivitas. Dari sini dapat dipahami bahwa konduktivitas “pembawa muatan” dari “*reservoir*” ke dalam bidang CuO_2 secara bertahap akan menaikkan konduktivitas dalam bidang ab. Perlu dicatat bahwa konduktivitas bidang kuprat meningkat dengan penambahan pembawa muatan sehingga superkonduktivitasnya akan meningkat. Setelah mencapai batas tertentu (penambahan doping telah optimal), konduktivitasnya akan menurun, hingga akhirnya hilang, demikian pula suhu kritisnya (Marlianto, 2008).



Gambar 2.5 Suhu ketergantungan dari kuat medan kritis yang lebih rendah (B_{c1}) dan kuat medan kritis atas (B_{c2}) untuk superkonduktor tipe-II (Marlianto, 2008).

Bahan SKST $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ memiliki ciri-ciri di antaranya : temperatur tinggi di atas nitrogen cair 78 K, merupakan bahan kompleks yang terbentuk dari prekursor Bi_2O_3 , SrCO_3 , CuO , bahan SKST ini pada valensi Cu termasuk doping *hole*, struktur kristalnya berlapis berupa *orthorombik perovskite* (ABX_3). Bahan SKST $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ merupakan bahan superkonduktor tipe II, dimana pada tipe II selain ada efek Meissner ($\rho = 0$, $B = 0$) dan daerah normal ($\rho \neq 0$, $B \neq 0$) juga terdapat daerah campuran dengan ($\rho = 0$, $B \neq 0$) sehingga ada sebagian fluks magnet yang menembus bahan superkonduktor. Struktur kristal dari fasa Bi-2223 membentuk struktur orthorombik. Rantai Sr -Sr memiliki ikatan yang paling lemah, sedangkan atom Cu(1) sebagai kation yang paling tidak stabil memiliki tiga rantai ikatan yaitu Cu(1)-Ca, Cu(1)-O(1) dan Cu(1)-Cu(2). Rantai ikatan Cu(1)-O(1) merupakan ikatan yang paling kuat ($r = 1,916 \text{ \AA}$). Atom oksigen O(3) hanya memiliki satu rantai ikatan dengan atom Bi yang memiliki panjang ikatan sebesar $2,231 \text{ \AA}$ (Widodo, 2009).

2.3 Sintesis Bahan Nanokristalin $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$

Untuk memperoleh fasa tunggal atau kristal tunggal superkonduktor fasa 2223 ada beberapa upaya yang telah dilakukan, seperti menggunakan doping Pb dan Ag, doping Pb dan Sb, menggunakan fluks (Bi_2O_3 , KCl, dan NaCl). Selain itu juga dilakukan dengan mengubah beberapa parameter pemrosesan seperti variasi komposisi awal. Namun semua penelitian tersebut belum mampu menghasilkan sampel sesuai yang diharapkan. Superkonduktor fase 2223 adalah superkonduktor yang memiliki T_c paling tinggi daripada fasa 2201 dan 2212, sehingga banyak penelitian dilakukan (Yulianti, 2010).

2.3.1 Metode Pencampuran Basah

Metode pencampuran basah juga melalui proses kimiawi. Metode ini pada dasarnya melarutkan sampel serbuk dalam HNO_3 dengan dijaga derajat keasaman, suhu dan kecepatan pengadukan hingga larutan tersebut mengerak membentuk padatan. Padatan ini kemudian dikalsinasi, disinter dan dari hasil analisis diperoleh ukuran sampel nano. Metode ini nantinya juga digunakan dalam sintesis bahan superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (Mart D, 2010).

2.4 Superkonduktor Sistem BSCCO 2223

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

Struktur kristal sistem BSCCO merupakan struktur *perovskite* berbentuk lapisan (*layers*) dengan lapisan Cu-O_2 merupakan lapisan yang berperan dalam gejala superkonduktivitas. Lapisan Cu-O_2 ini sebagai penampung lubang (*hole*) dan sejauh ini semua pembawa muatan dalam

superkonduktor suhu tinggi berupa pasangan lubang. Bentuk struktur sangat kompleks dengan lapisan Bi-O bersifat semikonduktif yang memisahkan lapisan konduktif CuO_2 . Rumus kimia untuk senyawa BSCCO dapat ditulis $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_y$ dengan $n=1,2$, dan 3 yang menunjukkan jumlah bidang CuO_2 .

Fasa 2223 mengandung dua lapisan Ca, dua atau tiga lapisan Cu-O_2 , dua lapisan Sr-O, dan dua lapisan Bi-O. Pada superkonduktor oksida cuprat, suhu kritis (T_c) tergantung pada jumlah bidang CuO. Hal ini dapat ditunjukkan dengan adanya hubungan antara T_c dan jumlah lapisan CuO_2 , menunjukkan penambahan T_c yaitu 30 K tiap penambahan satu lapisan CuO_2 . Suhu kritis superkonduktor BSCCO untuk masing-masing fasa 2201, 2212 dan 2223 berturut-turut adalah 10K, 80K dan 100 K (Afriyanti, 2010).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh H. Maeda pada tahun 1988 teridentifikasi bahwa superkonduktor BSCCO memiliki 3 fasa yaitu fasa 2201, fasa 2212, dan fasa 2223. Suhu kritis dari fasa 2201, fasa 2212, dan fasa 2223 secara berturut-turut adalah 10 K, 80 K, dan 110 K. BSCCO ini memiliki sifat mekanik yang bagus sehingga mudah dibentuk, tidak mudah patah, tidak beracun dan dapat dikembangkan untuk pembuatan lapisan tipis. Fasa 2223 paling berpotensi untuk aplikasi dibandingkan dengan fasa-fasa lainnya karena suhu kritisnya tinggi. Kendala yang dihadapi dalam mendapatkan fasa 2223 murni adalah ketika mensintesis fasa 2223 masih tercampuri dengan fasa lain yang tidak menguntungkan maupun pengotor seperti Ca_2PbO_4 (Purwati, 2002).

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. Superkonduktor sistem BSCCO memiliki beberapa keunggulan dan keistimewaan dibandingkan superkonduktor keramik yang lainnya karena suhu kritisnya (T_c)

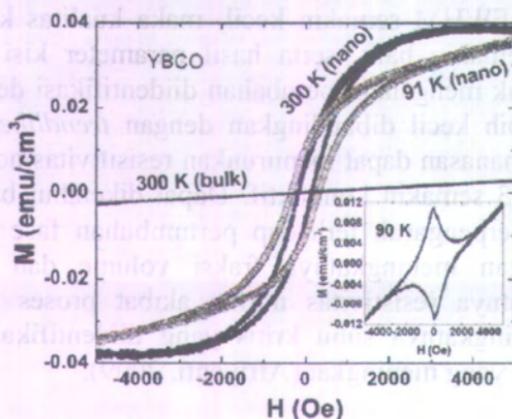
Berdasarkan hasil analisis dari penelitian ini di sintesis lima sampel yang masing-masing dipanaskan pada suhu 860°C dengan lama pemanasan 20, 30, 40, 50, dan 60 jam dengan metode *melt-textured*, peningkatan lama pemanasan menunjukkan adanya: (1) peningkatan fraksi volume Bi2223, (2) peningkatan suhu kritis superkonduktor BSCCO, (3) parameter kisi fase Bi2223 tidak mengalami perubahan secara signifikan, (4) kualitas kristal yang dihasilkan semakin baik dan, (5) menurunkan resistivitas normal dari Bi2223. Meningkatnya fraksi volume Bi2223 menunjukkan bahwa Bi2223 semakin murni. Meningkatnya suhu kritis BSCCO Bi2223 berarti jumlah atau fraksi superkonduktor 2223 semakin banyak. Jika nilai FWHM semakin kecil, maka kualitas kristal yang dihasilkan semakin baik, serta hasil parameter kisi fase Bi2223 tidak banyak mengalami perubahan diidentifikasi dengan *bar-error* yang lebih kecil dibandingkan dengan *trendline*-nya. Selain itu lama pemanasan dapat menurunkan resistivitas normal yang berarti Bi2223 semakin konduktif. Dapat diketahui bahwa lama pemanasan berpengaruh terhadap pertumbuhan fase yang diidentifikasi dengan meningkatnya fraksi volume dan nilai FWHM, meningkatnya resistivitas norma akibat proses *melt-textured*, dan meningkatnya suhu kritis yang diidentifikasi dengan jumlah fase yang meningkat (Afriyanti, 2009).

2.7 Ferromagnetisme Pada Bahan Nanokristalin Superkonduktor

Ferromagnetik menjadi ciri-ciri umum pada semua nanopartikel. Berdasarkan hasil kerja peneliti india, *Chintamani Rao Jawaharlal Nehru Centre for advance Scientific Research in Bangaloe* menemukan logam oksida dan nitrida menunjukkan gejala magnetik pada suhu kamar karena efek permukaan. Tim ini juga menemukan bahkan dalam nanopartikel superkonduktor suhu tinggi dapat menjadi ferromagnetik pada suhu kamar. Rao dan koleganya mempelajari gejala magnetik nanopartikel dari non-magnetik oksida, termasuk cerium-oksida dan aluminium oksida yang menunjukkan histeresis magnetik pada suhu kamar.

Asal ferromagnetik nanopartikel ini munculnya momen magnetik dari kekosongan oksigen pada permukaan partikel.

Penelitian terbaru, pada peneliti mensintesis nanopartikel oksida dengan jangkauan ukuran 2-150 nm dan dipanaskan pada suhu berbeda. kemudian diukur histeresis magnetik dari sampel tersebut dengan magnetometer. Hasilnya nanopartikel yang kecil pada suhu ruang menunjukkan gejala magnetik permukaan. Grup ini juga meneliti superkonduktor *Yttrium Barium Copper Oxide* (YBCO) yang menunjukkan pada suhu ruang dengan histeresis ditunjukkan pada Gambar 2.7



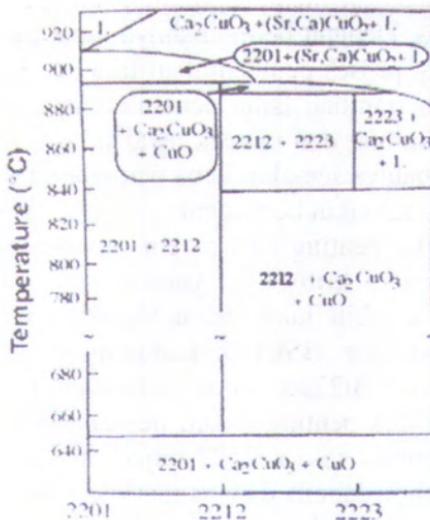
Gambar 2.7 Grafik $M(H)$ nanopartikel YBCO pada suhu 300 K dan 91 K (Rao dkk, 2007).

Berdasarkan Gambar 2.7 tampak bahwa nanopartikel YBCO pada suhu ruang (300 K) menunjukkan kurva histeresis dengan koersivitas -200 Oe, yang khas bagi bahan ferromagnetik. Observasi ini sesuai dengan prediksi bahwa semua nanopartikel oksida menunjukkan ferromagnetik. Asal ferromagnetik ini karena munculnya momen magnetik dari kekosongan oksigen pada permukaan partikel. Sedangkan YBCO *bulk* pada suhu ruang menunjukkan perilaku paramagnetik. Hasil ini semakin

relatif tinggi dan tidak mengandung unsur beracun. Dalam superkonduktor sistem BSCCO dikenal 3 fasa superkonduktif yaitu fasa 2201 dengan komposisi $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}$ memiliki suhu kritis (T_c) sebesar 10 K, fasa 2212 dengan komposisi $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}$ memiliki suhu kritis (T_c) sebesar 80 K dan fasa 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).

2.5 Diagram Fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$

Sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O mempunyai tiga fasa superkonduktif dengan $T_c = 9 - 22$ K, 80 K dan 110 K bersesuaian dengan komposisi nominal berturut-turut $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_0\text{Cu}_1\text{O}_5$ (fasa 2201), $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_8$ (fasa 2212), dan $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ (fasa 2223). Fasa 2223 terbentuk melalui proses pengintian dan penumbuhan fasa 2212. Penumbuhan fasa 2223 terjadi pada suhu sinte 840 °C hingga 880 °C dengan periode antara 100-624 jam.



Gambar 2.6 Diagram fasa superkonduktor sistem Bi-2201, Bi-2212, dan Bi-2223 (Widodo, 2009)

Superkonduktor sistem bismuth terdiri atas tiga fasa T_c -rendah 2201 (30K), fasa T_c -rendah 2212 (80K), dan fasa T_c -tinggi 2223 (110K). Sintesis fasa tunggal atau kristal tunggal superkonduktor sistem bismuth, khususnya fasa suhu tinggi (fasa 2223) mempunyai suhu kritis sekitar 110K dalam mendapatkan kualitas sempurna mungkin masih sangat susah. Hal ini disebabkan jangkauan suhu pembentukan superkonduktor fasa 2223 sangat pendek. Fasa 2223 memiliki T_c paling tinggi daripada fasa 2201 dan 2212, sehingga banyak penelitian dilakukan untuk mendapatkan fasa 2223 yang murni (Widodo, 2009).

2.6 Pengaruh Lama Pemanasan Pada Perubahan Fasa Bahan Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$

Lama pemanasan adalah lama waktu penahanan pada proses pemanasan sampel, waktu pemanasan menuju temperatur sinter dan pendinginan. Pada penelitian sebelumnya, telah diketahui bahwa lama pemanasan mempengaruhi pembentukan fasa 2223 dan suhu kritisnya. Dengan bertambahnya lama pemanasan maka akan mempercepat proses pembentukan fasa 2223. Hal ini terjadi karena semakin bertambah lama pemanasannya, impuritas yang muncul akan berkurang dan puncak awal fasa 2212 akan hilang. Dapat diketahui bahwa semakin lama pemanasan, fraksi senyawa baru yang tumbuh semakin bertambah.

Salah satu sifat penting dari sistem superkonduktor BSCCO adalah memiliki suhu kritis (T_c) yang tinggi, sehingga daerah superkonduktornya lebih luas dan aplikasinya lebih ekonomis. Sistem superkonduktor BSCCO mempunyai tiga fasa yaitu Bi2201, Bi2212, dan Bi2223. Lama pemanasan merupakan salah satu parameter proses penting dalam pembuatan superkonduktor Bi2223 karena formasi fasa Bi2223 terjadi melalui pembentukan fasa Bi2212 terlebih dahulu dan memerlukan waktu pemanasan yang cukup lama karena laju reaksinya sangat lambat, sehingga lama pemanasan mempengaruhi pembentukan komposisi superkonduktor Bi2223.

menarik dengan adanya ferromagnetik permukaan dalam superkonduktor nanopartikel. Untuk tujuan ini diukur transisi $M(H)$ pada suhu 91 K, histeresis ferromagnetik masih ada dengan peningkatan koersivitas. Kemudian pada suhu 90 K ditunjukkan pada Gambar 2.4, perilaku superkonduktor lebih baik daripada ferromagnetic. Dalam kenyataannya hal ini sulit menjaga ferromagnetik di bawah suhu kritis dari pengukuran magnetisasi (Rao dkk, 2007).

*** Halaman Ini Sengaja Dikosongkan ***

BAB III METODOLOGI

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

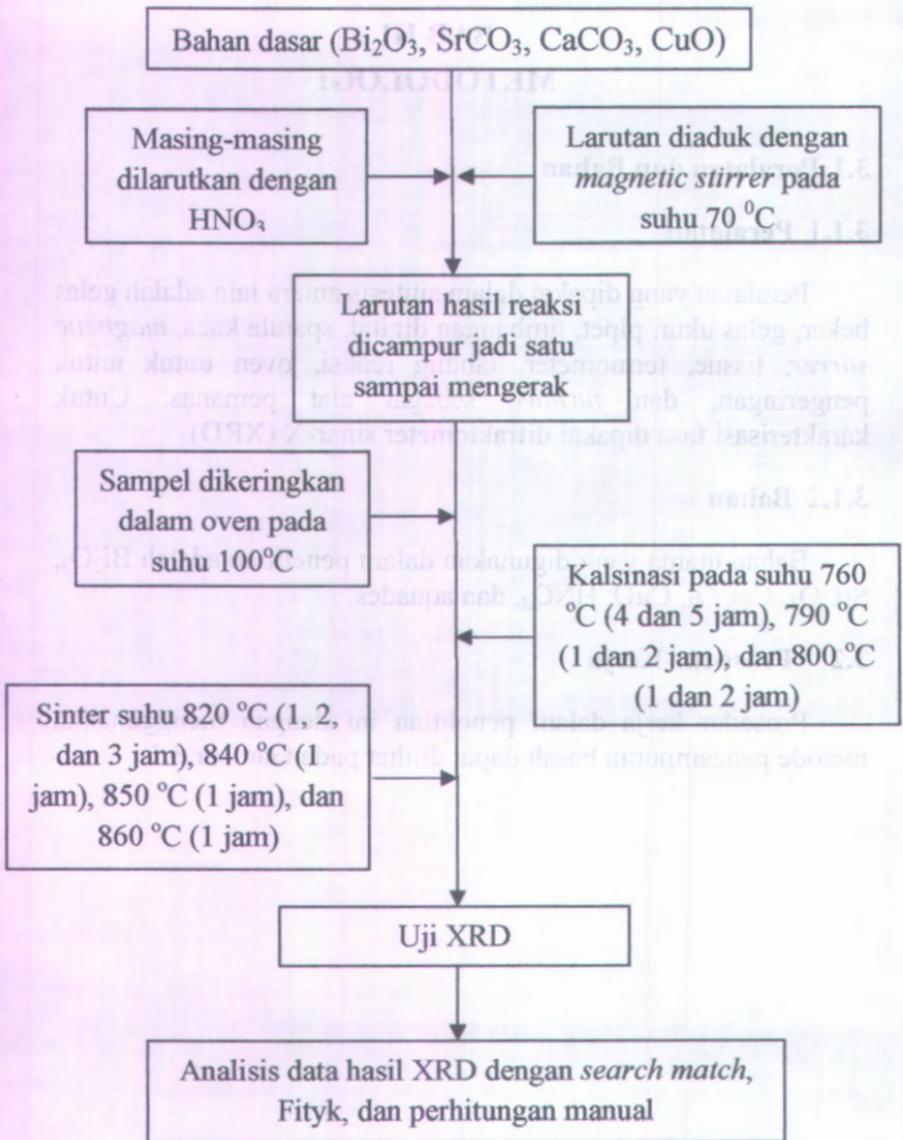
Peralatan yang dipakai dalam sintesis antara lain adalah gelas beker, gelas ukur, pipet, timbangan digital, spatula kaca, *magnetic stirrer*, tissue, termometer, tabung reaksi, oven untuk pengeringan, dan *furnace* sebagai alat pemanas. Untuk karakterisasi fasa dipakai difraktometer sinar-X (XRD).

3.1.2 Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian adalah Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO , HNO_3 , dan aquades.

3.2 Prosedur Kerja

Prosedur kerja dalam penelitian ini dengan menggunakan metode pencampuran basah dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Skema kerja sintesis superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$.

Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ disintesis dengan menggunakan metode pencampuran basah. Sintesis dimulai dengan menentukan perhitungan stokiometri untuk menentukan massa yang dibutuhkan oleh masing-masing bahan dasar. Masing-masing bahan dasar mempunyai titik kelarutan dalam HNO_3 yang berbeda-beda, sehingga dibutuhkan perhitungan stokiometri pelarutan yang tepat. Kemudian masing-masing bahan dasar dilarutkan satu persatu dengan HNO_3 . Sebelumnya, HNO_3 diencerkan dengan aquades terlebih dahulu sesuai kebutuhan molaritas masing-masing bahan dasar.

Pelarutan Bi_2O_3 dilakukan dengan menambahkan HNO_3 8 M dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* pada suhu 70°C selama 30 menit dan dengan kecepatan pengadukan 400 rpm. Tujuannya agar mempercepat pelarutan, tetapi Bi tidak menguap. Perubahan warna dari larutan terjadi dari warna putih keruh menjadi putih bening dan tidak dijumpai endapan di dasar beker gelas. Reaksi yang terjadi adalah



Pelarutan CaCO_3 dilakukan dengan menambahkan HNO_3 2 M dan dilakukan pengadukan yang sama dengan Bi_2O_3 . Perubahan warna larutan terjadi dari warna putih keruh menjadi putih bening dan tidak ada endapan. Ketika pada larutan belum terjadi perubahan warna, ditambahkan sekitar 20 tetes pipet HNO_3 . Reaksi yang terjadi adalah



Pelarutan CuO dilakukan dengan menambahkan HNO_3 8 M dan dilakukan pengadukan yang sama dengan Bi_2O_3 . Perubahan

warna larutan terjadi dari warna biru tua keruh menjadi biru muda bening dan tidak ada endapan. Reaksi yang terjadi adalah

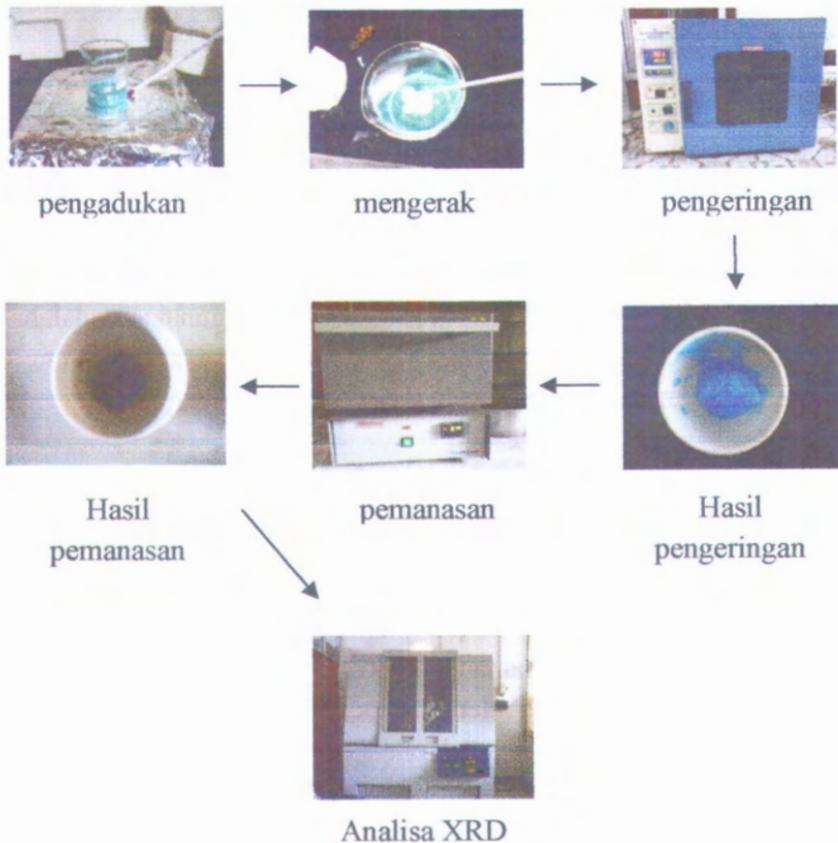


Pelarutan SrCO_3 dilakukan dengan menambahkan HNO_3 1 M dan dilakukan pengadukan yang sama dengan Bi_2O_3 . Perubahan warna larutan terjadi dari warna putih keruh menjadi putih bening dan tidak ada endapan. Reaksi yang terjadi adalah



Keempat bahan yang sudah dilarutkan masing-masing dengan asam nitrat dicampurkan jadi satu dalam satu gelas beker sehingga warna campuran menjadi biru muda bening seperti yang terlihat dalam Gambar 3.2. Pengadukan dilakukan kembali seperti semula sampai larutan menyusut dan kering berwarna biru muda kehijauan. Kemudian bahan dipindahkan ke *crucible* dan dikeringkan dengan oven selama 1 jam dengan suhu 100°C untuk menghilangkan kadar karbonat dan air dalam bahan. Kemudian didinginkan sampai pada suhu ruang.

Setelah benar-benar kering, sampel kemudian digerus dengan mortal sampai halus untuk kemudian dikalsinasi. Penggerusan dilakukan agar mempermudah dalam pembagian sampel menjadi beberapa bagian. Kalsinasi dilakukan dengan menggunakan *furnice* yang ada lubang sebagai sirkulasi udara sehingga memberikan pengaruh terhadap sifat konduktif superkonduktor menjadi lebih baik. Dari perlakuan ini diperoleh warna sampel menjadi hitam keabu-abuan dan mudah digerus.



Gambar 3.2 Sintesis superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$

Kemudian sampel digerus hanya dengan menggunakan spatula karena untuk mengurangi tekanan pada sampel. Proses selanjutnya adalah sinter yang dilakukan juga dengan menggunakan *furnice* yang mempunyai lubang sebagai sirkulasi udara. Dari hasil sinter diperoleh sampel berwarna hitam. Selanjutnya sampel siap untuk dikarakterisasi dengan *X-Ray Difraktometer (XRD)*.

3.3 Metode Analisis Data

Pengujian sampel dilakukan dengan menggunakan XRD untuk mengetahui karakterisasi fasa. Pola difraksi yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan metode Rietveld. Pencocokan pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung (penghalusan Rietveld) dilakukan dengan *Peak Shape Function (PSF) Voigt* menggunakan *software Fityk*. Asumsi yang digunakan adalah ukuran kristal yang berkontribusi pada komponen Gaussian yang dideskripsikan oleh persamaan *Scherer*, yaitu:

$$D = \frac{k \times \lambda}{(FWHM - FWHM_{sd}) \times \cos \theta} \quad (3.5)$$

dengan, D = ukuran kristal (nm),

λ = 0.154051 nm (panjang gelombang sinar - X),

k = konstanta (0,9),

FWHM = lebar puncak pada setengah tinggi puncak maksimum (radian).

FWHM sd = FWHM standart ITS

Berdasarkan hasil FWHM pada analisis menggunakan *Fityk* dapat diperoleh ukuran kristal dengan menggunakan rumus tersebut, sedangkan untuk fraksi volume dapat diperoleh dengan perhitungan manual dari perbandingan intensitas setiap fasa terhadap intensitas keseluruhan dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$\text{Fraksi Volume} = \frac{\text{intensitas fasa 2223}}{\text{intensitas keseluruhan}} \times 100 \% \quad (3.6)$$

Perhitungan fraksi volume juga dilakukan untuk fasa 2212 dengan menggunakan rumusan yang sama.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis nanokristalisasi Bi-2223 dengan metode pencampuran basah bertujuan agar diperoleh bahan superkonduktor yang mempunyai ukuran kristal kurang dari 100 nm dengan fraksi volume yang besar. Sintesis dilakukan dengan mencampurkan bahan-bahan dasar, yakni Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , dan CuO dengan bantuan HNO_3 membentuk ukuran kristal dalam orde nm. Reduksi dalam orde nano ini dapat terjadi dengan menjaga temperatur dan kecepatan pengadukan. Bahan dasar disiapkan dengan sejumlah gram yang sudah ditentukan dengan perhitungan stokiometri. Kemudian setiap bahan dilarutkan dalam asam nitrat dengan dipanaskan sambil diaduk sampai mengerak dengan tujuan agar meningkatkan homogenitas sampel. Bahan dioven selama 1 jam pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ untuk menghilangkan kadar air dalam sampel. Setelah kering, sampel digerus dengan mortar agar lebih halus dan mudah untuk dibagi menjadi beberapa bagian yang nantinya digunakan dalam proses selanjutnya. Kalsinasi dilakukan dengan enam variasi dengan suhu dan waktu yang berbeda, yakni pada suhu $760\text{ }^\circ\text{C}$ 4 jam dan 5 jam, $790\text{ }^\circ\text{C}$ 1 jam dan 2 jam, dan $800\text{ }^\circ\text{C}$ 1 jam dan 2 jam dengan tujuan menghilangkan nitrat yang ada pada sampel. Setelah sampel superkonduktor dikalsinasi, kemudian dilakukan pemanasan selanjutnya agar terbentuk fasa yang diinginkan yakni dengan sinter. Sinter dilakukan dengan dua variasi, yang pertama variasi waktu digunakan waktu 1, 2, dan 3 jam dan yang kedua variasi suhu digunakan suhu $820\text{ }^\circ\text{C}$, $840\text{ }^\circ\text{C}$, $850\text{ }^\circ\text{C}$, dan $860\text{ }^\circ\text{C}$. Pada tahap sinter ini terjadi pertumbuhan kristal Bi-2223, dimana terjadi reaksi zat padat. Atom-atom dari sampel yang dipanaskan pada suhu sinter mengalami pergerakan yang cepat karena

mendapat pasokan energi termal. Kemudian atom-atom berinteraksi satu sama lain dan berikatan membentuk fasa Bi-2223. Tujuan sinter secara bertahap ini yang pertama untuk dapat memperoleh pasokan oksigen sehingga terjadi doping *hole* yang membentuk fasa superkonduktor. Kemudian yang kedua bertujuan untuk mengontrol perubahan ukuran kristal agar masih dalam orde nano sehingga perubahan yang terjadi tidak drastis membesar ukurannya, dan yang ketiga untuk meningkatkan fraksi volume Bi-2223.

Hasil sintesis yang telah dilakukan dapat dianalisis dengan menggunakan hasil XRD. Untuk memperoleh fasa apa saja yang terdapat dalam sampel, dapat dianalisis dengan *search-match*. Kemudian untuk analisis ukuran dapat menggunakan *software Fityk* dikarenakan dari hasil *search-match* diperoleh masih banyak impuritas dalam sampel, sehingga harus menganalisis dengan menggunakan *software analisis single peak* salah satunya dengan *software Fityk*. Sedangkan untuk mengetahui fraksi volume dapat menggunakan perhitungan manual yakni dengan memasukan data FWHM yang diperoleh dari *software Fityk* (lampiran D) ke dalam Persamaan (3.6).

Penelitian sebelumnya dilakukan oleh Henry Widodo pada tahun 2009. Penelitian yang dilakukan adalah dengan menggunakan metode pencampuran basah pada suhu kalsinasi 780 °C dan suhu sinter 840 °C dengan lama sinter dari 1 jam pertama sampai 1 jam ke delapan. Henry menggunakan pengujian sudut panjang $2\theta = 5^\circ$ sampai $2\theta = 90^\circ$, akan tetapi puncak fasa Bi-2223 yang dihasilkan banyak terdapat antara $2\theta = 5^\circ$ sampai $2\theta = 55^\circ$. Volume terbesar diperoleh pada sampel yang mengalami sinter pada 1 jam kedelapan, tetapi dengan ukuran

kristal yang besar pula yakni fraksi volume 85,80 % dan ukuran 170,30 nm, sedangkan pada 1 jam pertama diperoleh fraksi volume 16,10 % dengan ukuran kristal 48 nm.

4.1 Pola Difraksi Hasil Pengukuran XRD

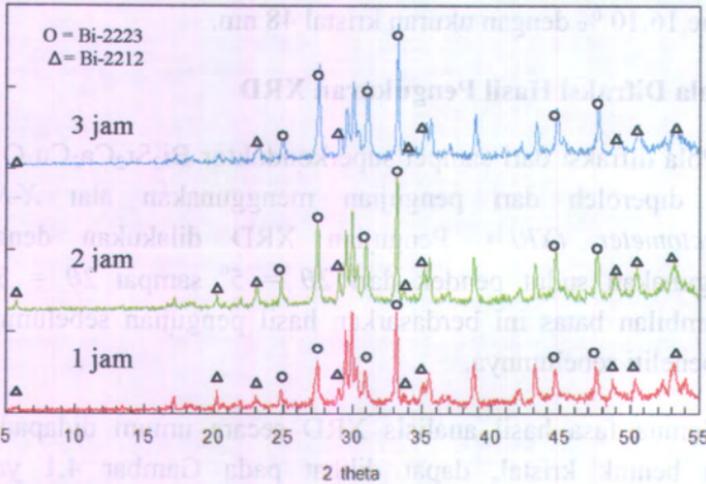
Pola difraksi dari sampel superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dapat diperoleh dari pengujian menggunakan alat *X-Ray Diffractometer (XRD)*. Pengujian XRD dilakukan dengan menggunakan sudut pendek dari $2\theta = 5^\circ$ sampai $2\theta = 55^\circ$. Pengambilan batas ini berdasarkan hasil pengujian sebelumnya oleh peneliti sebelumnya.

Semua fasa hasil analisis XRD secara umum didapatkan dalam bentuk kristal, dapat dilihat pada Gambar 4.1 yang diperoleh dimana puncak-puncak yang muncul berupa puncak yang tajam. Hal ini mengindikasikan bahwa metode pencampuran basah memang efektif untuk pembentukan fasa superkonduktor Bi-2223. Akan tetapi ada perubahan bentuk puncak dari setiap perlakuan sintesis dengan perbedaan suhu dan lama waktu sinter. Perubahan bentuk puncak tersebut dapat mempengaruhi banyaknya fasa yang terbentuk, ukuran kristal dan fraksi volume yang diperoleh dari setiap sampel.

4.2 Identifikasi Fasa Hasil Pengukuran XRD

Penentuan fasa yang terbentuk dalam setiap sampel superkonduktor dilakukan dengan menggunakan program *Philips Expert Identify*. Dalam program ini dapat dilakukan *search-match* untuk memperoleh fasa apa saja yang terbentuk dalam setiap sampel. Hasil *search-match* dari sampel yang mengalami

perbedaan waktu sinter pada suhu kalsinasi 760 °C selama 4 jam dapat dilihat pada Gambar 4.1

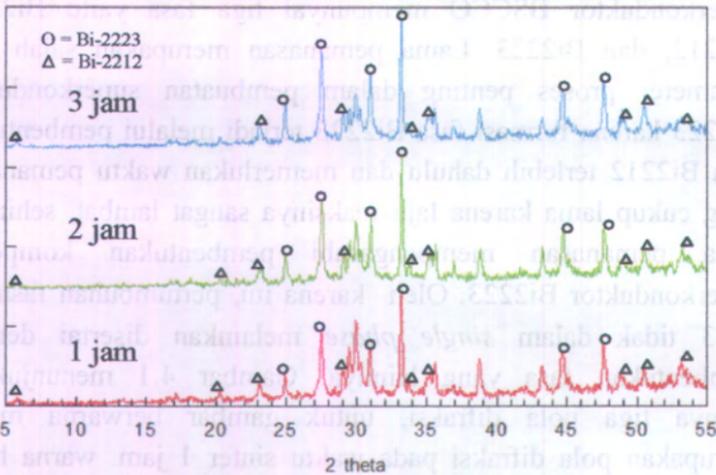


Gambar 4.1 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu kalsinasi 760 °C waktu 4 jam dan suhu sinter 820°C

Fasa yang terbentuk (Gambar 4.1) secara keseluruhan adalah Bi-2223, Bi-2212, CaCO_3 , CuO dan beberapa impuritas. Impuritas dalam sampel merupakan fasa pembentuk dari fasa Bi-2223 yang belum sempurna terbentuk fasa Bi-2223 dengan intensitas yang rendah, yakni fasa Bi-2201 dan fasa Bi-2202. Hasil analisis ini menyatakan bahwa masih terdapat beberapa fasa yang belum terbentuk secara sempurna, sehingga perlu dilakukan pemanasan lebih lanjut dengan meningkatkan suhu kalsinasi maupun suhu sinter agar terbentuk fasa Bi-2223 yang dominan. Puncak - puncak pada fasa Bi-2223 terbentuk dalam enam puncak, yakni $2\theta = 24,8^\circ$, $2\theta = 27,5^\circ$, $2\theta = 30,95^\circ$, $2\theta = 33,1^\circ$, $2\theta = 44,6^\circ$, dan $2\theta = 47,6^\circ$. Sedangkan untuk fasa Bi-2212 terdapat di puncak lainnya dengan intensitas yang lebih rendah. Sistem

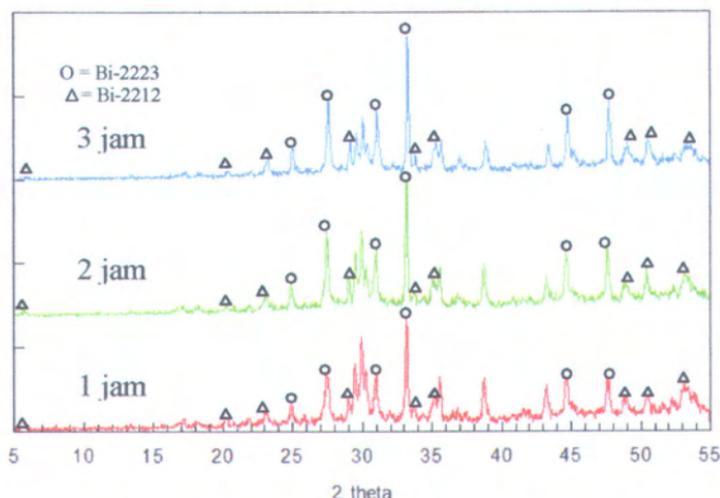
superkonduktor BSCCO mempunyai tiga fasa yaitu Bi2201, Bi2212, dan Bi2223. Lama pemanasan merupakan salah satu parameter proses penting dalam pembuatan superkonduktor Bi2223 karena formasi fasa Bi2223 terjadi melalui pembentukan fasa Bi2212 terlebih dahulu dan memerlukan waktu pemanasan yang cukup lama karena laju reaksinya sangat lambat, sehingga lama pemanasan mempengaruhi pembentukan komposisi superkonduktor Bi2223. Oleh karena itu, pertumbuhan fasa Bi-2223 tidak dalam *single phase* melainkan disertai dengan pembentukan fasa yang lainnya. Gambar 4.1 menunjukkan adanya tiga pola difraksi, untuk gambar berwarna merah merupakan pola difraksi pada waktu sinter 1 jam, warna hijau selama 2 jam dan warna biru selaman 3 jam. Dari tiga gambar tersebut dapat dilihat kenaikan intensitas dari puncak fasa Bi-2223 dan fasa Bi-2212, sedangkan impuritas mengalami penurunan ketinggian intensitas seiring dengan pertambahan waktu sinter. Hal ini dikarenakan sebagian dari impuritas sudah mulai terbentuk menjadi fasa Bi-2223 maupun fasa Bi-2212.

Pada Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi sampel superkonduktor yang mengalami kalsinasi suhu 760 °C selama 5 jam dan sinter suhu 820 °C selama 1, 2, dan 3 jam. Setelah dianalisis secara kualitatif terdapat fasa yang terbentuk dalam sampel adalah fasa - fasa yang masih sama dengan sampel sebelumnya, yakni terdapat fasa Bi-2223, Bi-2212, CaCO_3 , CuO dan impuritas. Akan tetapi pada sampel ini mengalami kenaikan intensitas pada fasa Bi-2223 dan Bi-2212, dan mengalami penurunan untuk impuritas. Hal ini dapat diartikan bahwa sebagian impuritas sudah mulai terbentuk menjadi fasa Bi-2223 maupun fasa Bi-2212.



Gambar 4.2 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu kalsinasi 760 °C waktu 5 jam dan suhu sinter 820°C.

Gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi hasil pengujian XRD dari sampel superkonduktor Bi-2223 yang mengalami kalsinasi suhu 790 °C dengan waktu 1 jam dan suhu sinter 820 °C dengan variasi waktu 1, 2, dan 3 jam. Berdasarkan hasil *search-match* dapat disimpulkan bahwa dalam sampel terdapat fasa Bi-2223, fasa Bi-2212, CaCO_3 , CuO , dan diperoleh impuritas yang masih sama dengan sampel sebelumnya. Akan tetapi, dapat terlihat bahwa puncak fasa Bi-2223 dan Bi-2212 semakin tinggi dan yang lainnya semakin turun.



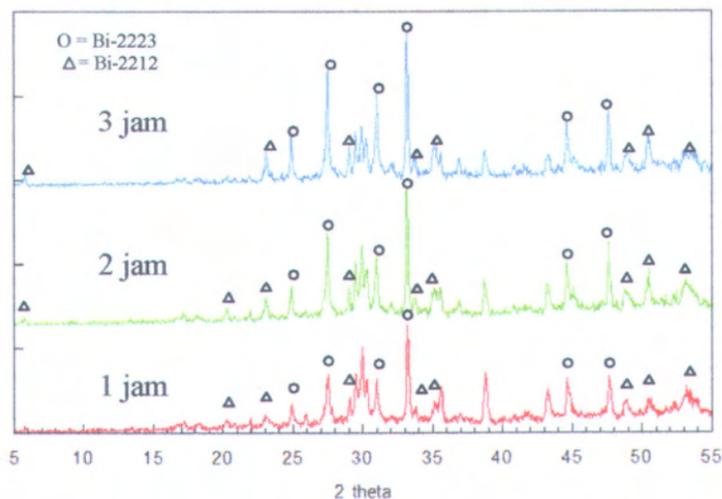
Gambar 4.3 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu kalsinasi 790 °C waktu 1 jam dan suhu sinter 820°C.

Hal serupa juga tampak pada Gambar 4.4 pada suhu kalsinasi 790 °C dengan penambahan waktu menjadi 2 jam pada suhu dan waktu sinter yang sama yakni 1, 2, dan 3 jam. Fasa yang terbentuk masih sama yakni fasa Bi-2223, Bi-2212, CaCO_3 , CuO , dan impuritas. Berdasarkan Gambar 4.4 didapatkan penurunan intensitas impuritas dan penambahan intensitas dari fasa Bi-2223 dan Bi-2212. Penambahan waktu sinter dari 1 jam pertama hingga 1 jam ke tiga berpengaruh terhadap puncak yang dihasilkan dari tiap sampel. Puncak yang dihasilkan oleh sampel yang mengalami kalsinasi 1 jam ke tiga lebih tinggi dari pada 1 jam sebelumnya, dan 1 jam kedua juga lebih tinggi dari sampel 1 jam pertama.

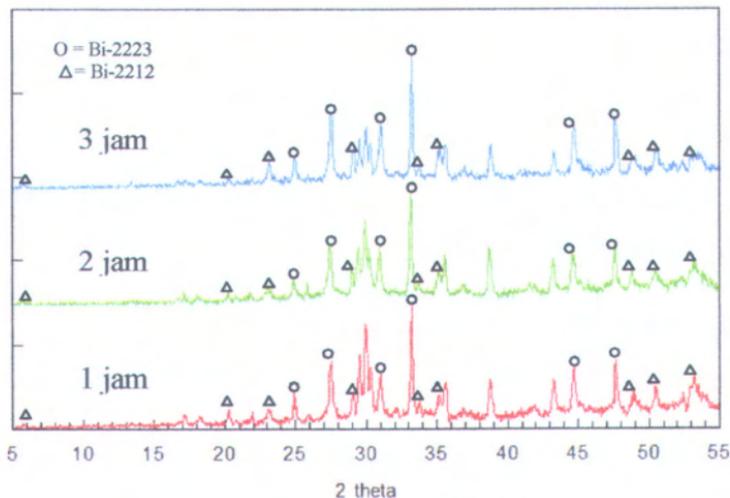
Setelah mengetahui hasil pola difraksi pada keempat sampel sebelumnya, dilakukan pemanasan dengan menaikkan suhu kalsinasi menjadi 800 °C. Hal ini dilakukan agar impuritas yang

terdapat dalam sampel bisa menjadi fasa Bi-2223 atau Bi-2212 dengan bantuan penambahan energi termal pada sampel. Akan tetapi untuk suhu dan waktu sinter masih tetap, karena diharapkan ukuran kristal pada sampel kurang dari 100 nm. Berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan Widodo H. (2009), sampel superkonduktor Bi-2223 akan meningkat ukurannya dengan kenaikan waktu sinter. Hasil pola difraksi untuk suhu kalsinasi 800 °C dapat dilihat pada Gambar 4.5 dan 4.6. Pada Gambar 4.5 menunjukkan pola difraksi pada kalsinasi 1 jam, sedangkan Gambar 4.6 menunjukkan pola difraksi pada kalsinasi 2 jam. Penurunan puncak intensitas terbanyak terdapat pada sampel yang mengalami sinter selama 3 jam pada sampel kalsinasi 1 jam maupun 2 jam. Jika dibandingkan antara hasil XRD pada Gambar 4.5 dan Gambar 4.6 tidak begitu terlihat. Hal ini dikarenakan perbandingan waktu kalsinasinya sangat sedikit, yakni 1 jam dan 2 jam. Perbandingan perubahan puncak akan terlihat jelas dengan menaikkan waktu kalsinasi maupun waktu sinter, tetapi hal ini akan mengakibatkan perbesaran ukuran kristal. Semakin lama dilakukan sinter, ukuran kristal sampel tersebut semakin membesar, dikarenakan terjadinya proses pertumbuhan fasa lebih lanjut sehingga terjadi penggabungan antar butir dan butir akan berkembang menjadi besar.

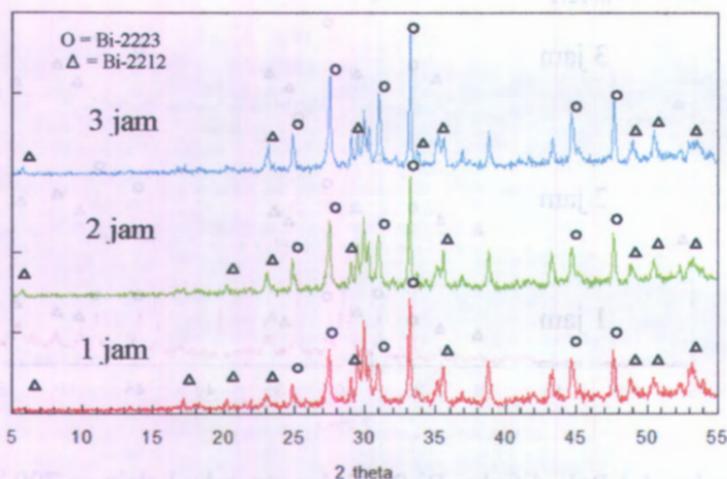




Gambar 4.4 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu kalsinasi 790 °C waktu 2 jam dan suhu sinter 820°C.



Gambar 4.5 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu kalsinasi 800 °C waktu 1 jam dan suhu sinter 820°C.



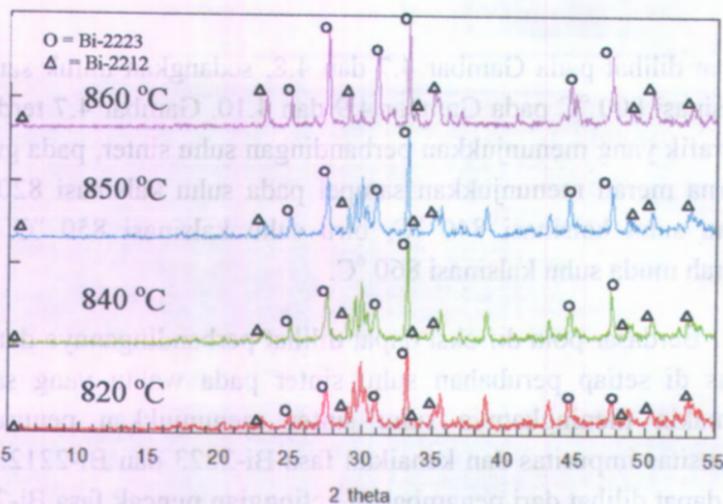
Gambar 4.6 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu kalsinasi 800 °C waktu 2 jam dan suhu sinter 820°C.

Selain melakukan variasi waktu sinter, juga dilakukan variasi kenaikan suhu. Variasi kenaikan suhu dilakukan pada suhu sinter, dari suhu awal sinter 820 °C divariasikan menjadi 840 °C, 850 °C, dan 860 °C. Hal ini dilakukan agar impuritas bisa berkembang menjadi fasa Bi-2223 ataupun Bi-2212, sehingga memperbesar fraksi volume dari fasa Bi-2223 maupun fasa Bi-2212. Akan tetapi lama waktu sinter yang digunakan hanya 1 jam saja untuk mencegah perolehan ukuran kristal yang lebih besar. Sampel yang mengalami variasi suhu sinter hanya sampel pada kalsinasi 790 °C dan 800 °C, sedangkan untuk sampel kalsinasi 760 °C tidak mengalami variasi suhu sinter karena dari hasil pola difraksinya menunjukkan lebih banyak impuritas yang muncul dan dimungkinkan dengan variasi suhu sinter masih terdapat banyak impuritas. Hasil pengujian XRD untuk sampel kalsinasi 790 °C

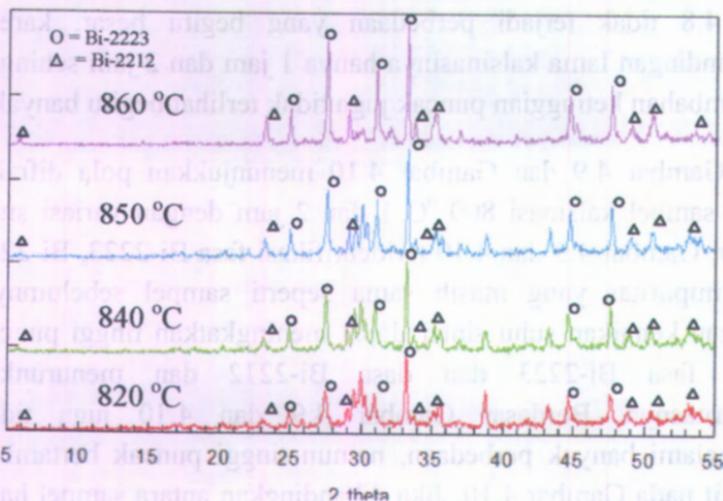
dapat dilihat pada Gambar 4.7 dan 4.8, sedangkan untuk sampel kalsinasi 800 °C pada Gambar 4.9 dan 4.10. Gambar 4.7 terdapat 4 grafik yang menunjukkan perbandingan suhu sinter, pada grafik warna merah menunjukkan sampel pada suhu kalsinasi 820 °C, hijau suhu kalsinasi 840 °C, biru suhu kalsinasi 850 °C, dan merah muda suhu kalsinasi 860 °C.

Berdasar pola difraksi dapat dilihat perbandingannya dengan jelas di setiap perubahan suhu sinter pada waktu yang sama. Semakin meningkatnya suhu sinter menunjukkan penurunan intensitas impuritas dan kenaikan fasa Bi-2223 dan Bi-2212. Hal ini dapat dilihat dari penambahan ketinggian puncak fasa Bi-2223 dan Bi-2212 dan berkurangnya atau menghilangnya puncak impuritas yang sebelumnya teridentifikasi. Berdasar Gambar 4.7 dan 4.8 tidak terjadi perbedaan yang begitu besar, karena perbandingan lama kalsinasinya hanya 1 jam dan 2 jam sehingga penambahan ketinggian puncak juga tidak terlihat begitu banyak.

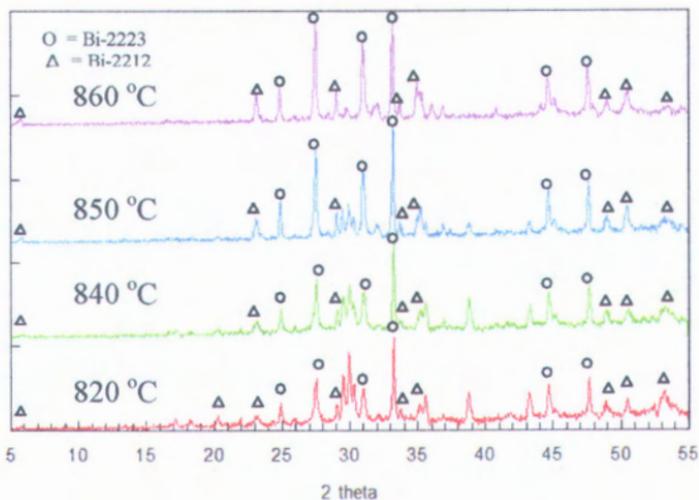
Gambar 4.9 dan Gambar 4.10 menunjukkan pola difraksi hasil sampel kalsinasi 800 °C 1 dan 2 jam dengan variasi suhu sinter. Gambar 4.9 dan 4.10 teridentifikasi fasa Bi-2223, Bi-2212 dan impuritas yang masih sama seperti sampel sebelumnya. Dengan kenaikan suhu sinter dapat meningkatkan tinggi puncak pada fasa Bi-2223 dan fasa Bi-2212 dan menurunkan impuritasnya. Berdasar Gambar 4.9 dan 4.10 juga tidak mengalami banyak perbedaan, namun tinggi puncak bertambah sedikit pada Gambar 4.10. Jika dibandingkan antara sampel hasil kalsinasi 790 °C dan 800 °C dengan variasi kenaikan suhu sinter mengalami perubahan ketinggian puncak dengan semakin naiknya suhu dan waktu kalsinasi dan sinter.



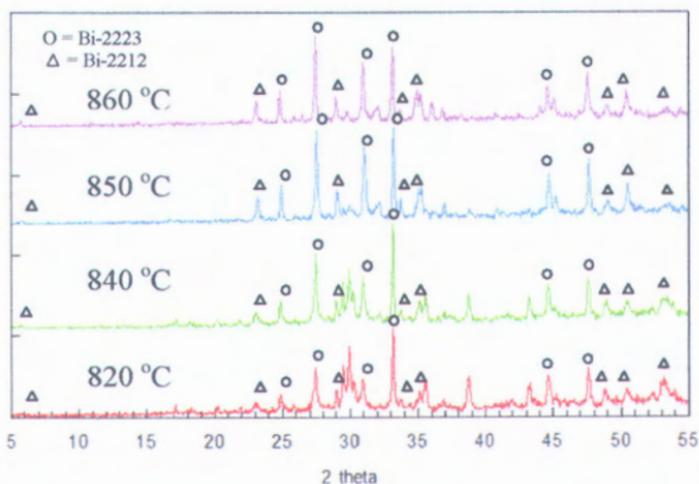
Gambar 4.7 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu kalsinasi 790 °C waktu 1 jam dan waktu sinter 1 jam.



Gambar 4.8 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu kalsinasi 790 °C waktu 2 jam dan waktu sinter 2 jam.



Gambar 4.9 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu kalsinasi 800 °C waktu 1 jam dan waktu sinter 1 jam.



Gambar 4.10 Pola difraksi Bi-2223 dengan suhu kalsinasi 800 °C waktu 1 jam dan waktu sinter 1 jam.

Semua sintesis bahan superkonduktor Bi-2223 yang telah dilakukan, dengan variasi waktu sinter maupun variasi suhu sinter dapat disimpulkan bahwa fasa yang terbentuk di semua sampel adalah fasa Bi-2223, fasa Bi-2212, fasa CaCO_3 , fasa CuO , fasa $\text{Bi}_{0.5}\text{Sr}_{1.5}\text{O}_{2.75}$ dan fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_{7.24}$. Pada sampel yang mengalami variasi waktu sinter dari 1 jam pertama, 1 jam kedua, dan 1 jam ketiga, diperoleh kenaikan tinggi puncak dari fasa Bi-2223 dan Bi-2212, sedangkan fasa yang lainnya semakin turun seiring dengan kenaikan waktu sinternya. Hal yang sama juga terjadi pada variasi suhu sinter, fasa yang terbentuk yakni fasa Bi-2223, fasa Bi-2212, fasa CaCO_3 , fasa CuO , fasa $\text{Bi}_{0.5}\text{Sr}_{1.5}\text{O}_{2.75}$ dan fasa $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_{7.24}$ dengan kenaikan tinggi puncak fasa Bi-2223 dan Bi-2212 dari suhu terendah ke suhu tertinggi dan penurunan tinggi puncak dari fasa impuritasnya. Kenaikan tinggi puncak fasa Bi-2223 maupun fasa Bi-2212 disebabkan adanya pasokan energi termal pada sampel sehingga mengalami pertumbuhan kristal dan puncak yang dihasilkan meningkat. Transformasi dapat langsung dari kristal 2212 yang terbentuk terlebih dahulu menjadi struktur kristal 2223 melalui *insertion* lapisan pelengkap Ca dan Cu-O atau fasa 2212 yang sudah terbentuk, dalam kondisi sinter yang tepat, fasa 2212 akan terdekomposisi menjadi fasa 2201 dan 2223.

Fasa yang terbentuk dari semua sintesis masih banyak yang disebut impuritas. Impuritas merupakan fasa selain fasa Bi-2223 dan Bi-2212. Banyaknya impuritas ini disebabkan beberapa factor. Faktor pertama pada saat pencampuran dari semua bahan dasar diperkirakan tidak terjadi kehomogenan yang tinggi. Hal ini disebabkan pemakaian stirrer yang tidak konsisten di setiap pencampurannya sehingga kecepatan pengadukan menjadi tidak stabil. Faktor kedua adalah penentuan penggunaan suhu sinter,

suhu sinter yang akan digunakan seharusnya berdasarkan hasil uji DTA (*Diferensial Termal Analysis*) dari tiap sampel. Hasil dari DTA akan menunjukkan pada suhu sinter tertentu akan terbentuk fasa yang diinginkan. Setiap sampel bahan mempunyai karakteristik yang berbeda, sehingga perlu dilakukan uji DTA untuk mengetahui kapan bahan bisa melebur dan bertransformasi fasa. Penentuan penggunaan suhu sinter juga bisa dilakukan dengan melihat diagram fasa. Diagram fasa merupakan hasil dari penelitian pembuatan bahan superkonduktor fasa Bi-2223 oleh peneliti-peneliti sebelumnya, sehingga dapat dijadikan acuan dalam penentuan suhu sinter. Dalam diagram fasa fasa Bi-2223 dapat terbentuk di atas suhu 840 °C sampai suhu 880 °C sesuai dengan Gambar 2.6, sedangkan dalam sintesis variasi waktu sinter menggunakan suhu 820 °C sehingga didapatkan banyak impuritas di dalam sampel.

4.3 Fraksi Volume dan Ukuran Kristal

Identifikasi fasa pada sampel superkonduktor telah dilakukan dengan menggunakan metode *search-match*. Setelah diperoleh semua fasa kemudian dilakukan analisis selanjutnya untuk mendapatkan fraksi volume dan ukuran kristal. Fraksi volume dapat diperoleh dengan perhitungan manual, sedangkan ukuran kristal dapat diperoleh dengan menggunakan *software Fityk*.

Perhitungan manual dilakukan dengan cara mengukur semua intensitas dari semua puncak yang terdeteksi. Semua intensitas dari fasa Bi-2223 diukur dan dijumlah kemudian dibagi dengan jumlah total intensitas keseluruhan sesuai dengan Persamaan 3.6. Pengukuran ukuran kristal diperoleh dengan *software Fityk* dan didapatkan nilai Fwhm dari setiap puncak. Kemudian ukuran

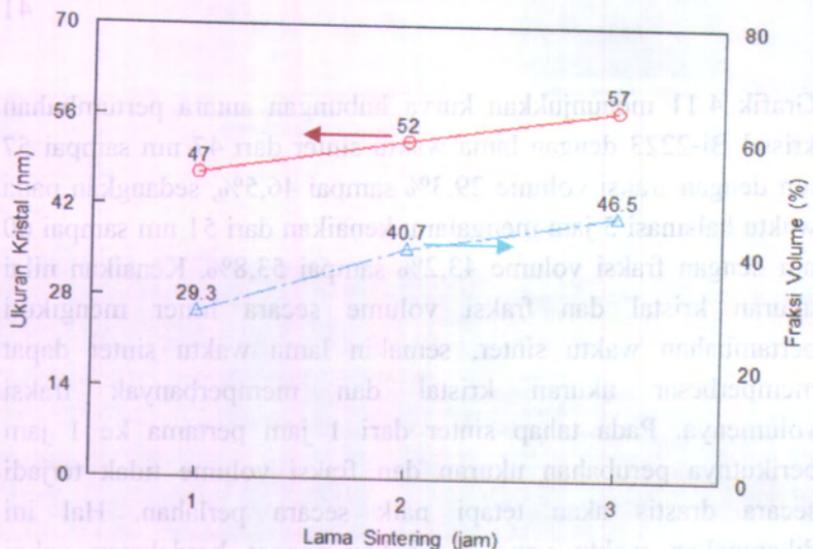
kristal dihitung dengan menggunakan Persamaan 3.5 dan didapatkan ukuran kristal dalam satuan nanometer (nm).

Ukuran kristal secara fisis dipengaruhi oleh beberapa faktor, pertama pada tahap perlakuan awal yaitu pada saat pengadukan bahan dalam *magnetic stirrer*. Kecepatan pengadukan, lama pengadukan dan suhu yang digunakan sangat mempengaruhi ukuran kristal, semakin lama dan semakin cepat putaran menyebabkan kristal senyawa terpecah menjadi atom-atom dengan ukuran yang semakin kecil.

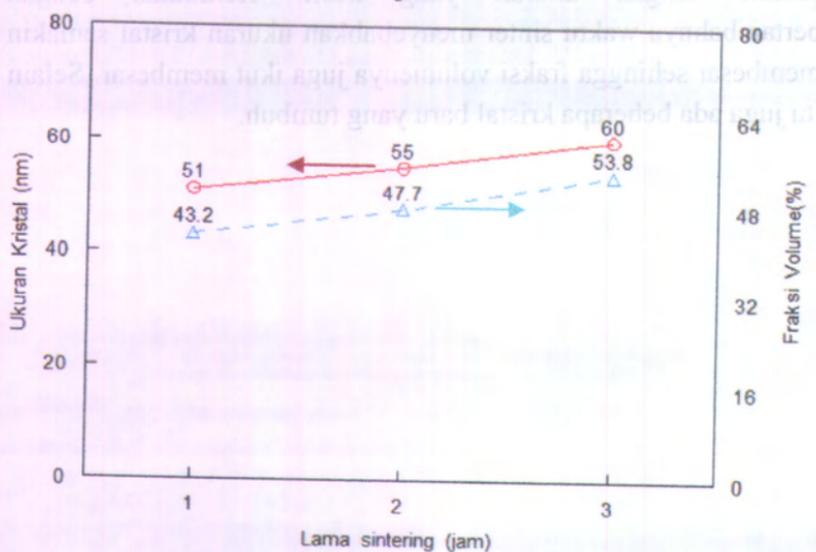
Faktor lainnya yang mempengaruhi ukuran kristal adalah besarnya suhu dan lamanya waktu pemanasan, baik pemanasan pada waktu kalsinasi maupun pada waktu sinter. Pada saat dipanaskan, butir kristal mengalami proses pertumbuhan butir (*grain growth*) dimana ukuran butir menjadi lebih besar dari sebelumnya. Apabila suhu yang digunakan melebihi dari suhu optimumnya, maka dapat diperkirakan ukuran kristal akan lebih atau sangat besar, dan sebaliknya apabila suhu yang digunakan belum mencapai suhu tercapainya fasa yang diinginkan, maka diperkirakan fasa yang diinginkan belum terbentuk atau terbentuk tetapi masih banyak impuritas. Pada saat waktu penahanan (*holding time*), butir-butir mengalami masa pemulihan (*recovery*) untuk menyusun diri dan menghindari terbentuknya cacat kristal dengan membentuk struktur yang lebih rapat. Pada saat itu pula batas-batas butir saling berdekatan dan tidak menutup kemungkinan untuk terpadu satu sama lain, sehingga lamanya waktu penahanan juga mempengaruhi besar kecilnya ukuran kristal.

Sampel Bi-2223 (Gambar 4. 11 dan 4.12) menunjukkan hasil sampel yang mengalami kalsinasi suhu 760 °C waktu 4 dan 5 jam.

Grafik 4.11 menunjukkan kurva hubungan antara pertumbuhan kristal Bi-2223 dengan lama waktu sinter dari 47 nm sampai 57 nm dengan fraksi volume 29,3% sampai 46,5%, sedangkan pada waktu kalsinasi 5 jam mengalami kenaikan dari 51 nm sampai 60 nm dengan fraksi volume 43,2% sampai 53,8%. Kenaikan nilai ukuran kristal dan fraksi volume secara linier mengikuti pertambahan waktu sinter, semakin lama waktu sinter dapat memperbesar ukuran kristal dan memperbanyak fraksi volumenya. Pada tahap sinter dari 1 jam pertama ke 1 jam berikutnya perubahan ukuran dan fraksi volume tidak terjadi secara drastis akan tetapi naik secara perlahan. Hal ini dikarenakan waktu yang digunakan sangat berdekatan yakni hanya selisih 1 jam. Pada waktu sinter 1 jam pertama fasa Bi-2223 hanya tumbuh beberapa saja sehingga fraksi volumenya sedikit dengan ukuran yang kecil. Kemudian dengan bertambahnya waktu sinter menyebabkan ukuran kristal semakin membesar sehingga fraksi volumenya juga ikut membesar. Selain itu juga ada beberapa kristal baru yang tumbuh.



Gambar 4.11 Kurva lama sinter terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 760 °C selama 4 jam.

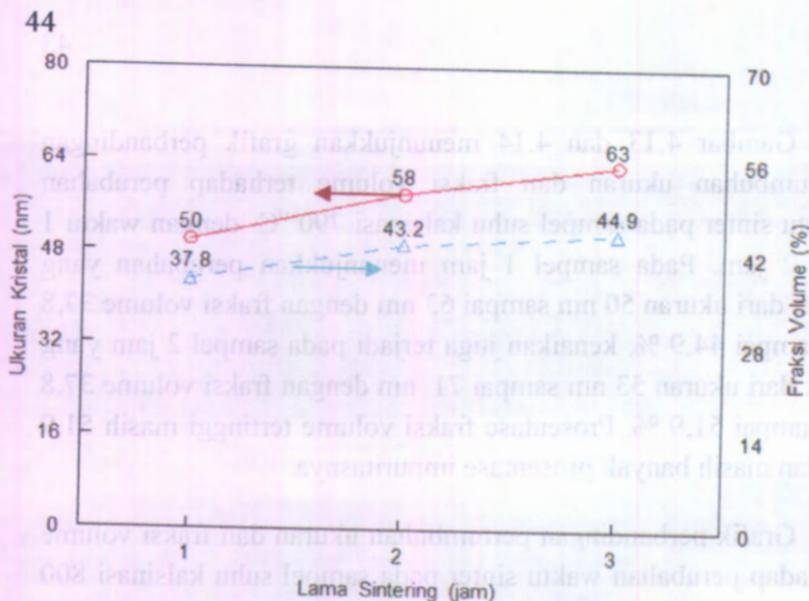


Gambar 4.12 Kurva lama sinter terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 760 °C selama 5 jam.

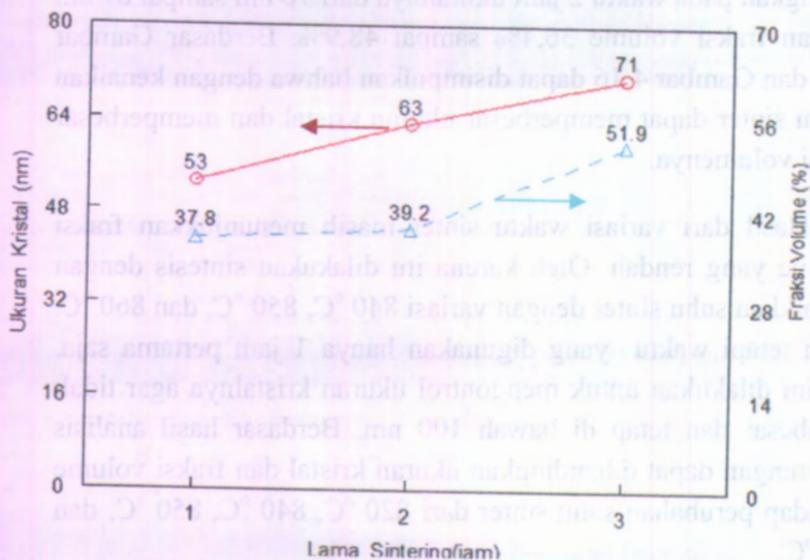
Gambar 4.13 dan 4.14 menunjukkan grafik perbandingan pertumbuhan ukuran dan fraksi volume terhadap perubahan waktu sinter pada sampel suhu kalsinasi 790 °C dengan waktu 1 dan 2 jam. Pada sampel 1 jam menunjukkan perubahan yang linier dari ukuran 50 nm sampai 63 nm dengan fraksi volume 37,8 % sampai 44,9 %, kenaikan juga terjadi pada sampel 2 jam yang naik dari ukuran 53 nm sampai 71 nm dengan fraksi volume 37,8 % sampai 51,9 %. Prosentase fraksi volume tertinggi masih 51,9 % dan masih banyak prosentase impuritiesnya.

Grafik perbandingan pertumbuhan ukuran dan fraksi volume terhadap perubahan waktu sinter pada sampel suhu kalsinasi 800 °C dengan waktu 1 dan 2 jam dapat dilihat pada Gambar 4.15 dan 4.16. Berdasar Gambar 4.15 diperoleh kenaikan ukuran dari 64 nm sampai 80 nm dan fraksi volume 38,3% sampai 48,0%, sedangkan pada waktu 2 jam ukurannya dari 76 nm sampai 87 nm dengan fraksi volume 36,4% sampai 48,9%. Berdasar Gambar 4.15 dan Gambar 4.16 dapat disimpulkan bahwa dengan kenaikan waktu sinter dapat memperbesar ukuran kristal dan memperbesar fraksi volumenya.

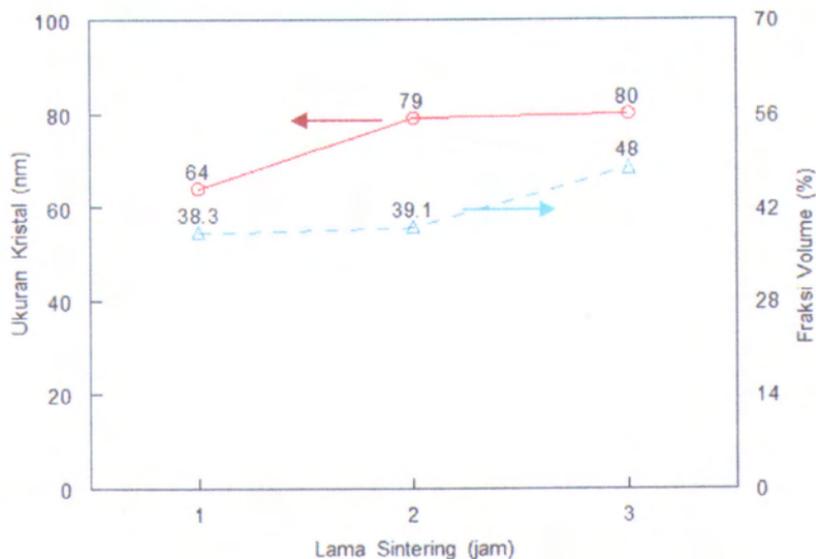
Hasil dari variasi waktu sinter masih menunjukkan fraksi volume yang rendah. Oleh karena itu dilakukan sintesis dengan menaikkan suhu sinter dengan variasi 840 °C, 850 °C, dan 860 °C. Akan tetapi waktu yang digunakan hanya 1 jam pertama saja. Hal ini dilakukan untuk mengontrol ukuran kristalnya agar tidak membesar dan tetap di bawah 100 nm. Berdasar hasil analisis perhitungan dapat dibandingkan ukuran kristal dan fraksi volume terhadap perubahan suhu sinter dari 820 °C, 840 °C, 850 °C, dan 860 °C.



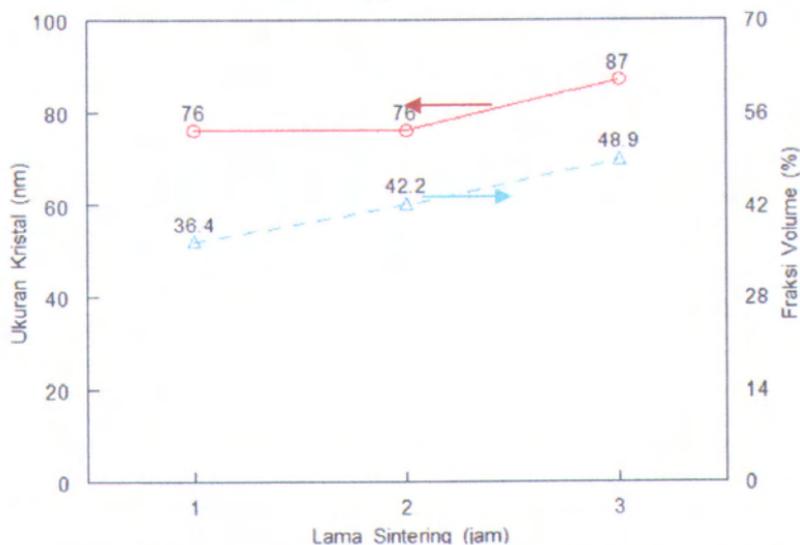
Gambar 4.13 Kurva lama sinter terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 790 °C selama 1 jam.



Gambar 4.14 Kurva lama sinter terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 790 °C selama 2 jam.



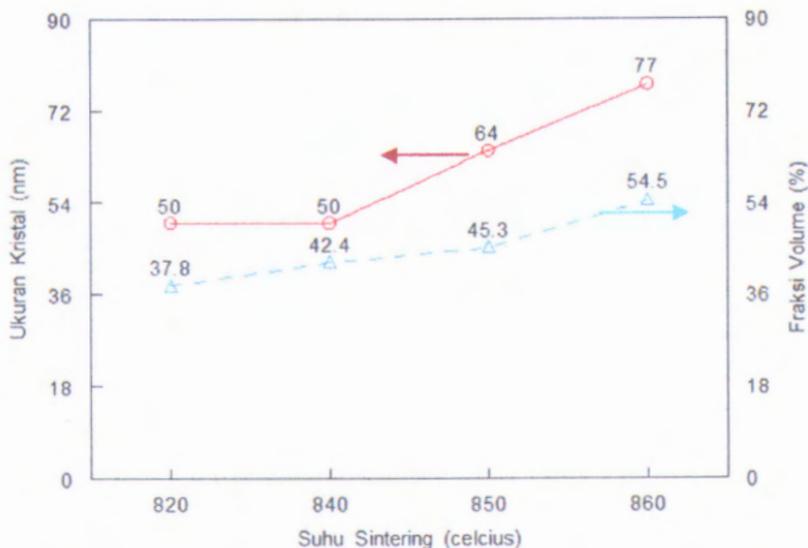
Gambar 4.15 Kurva lama sinter terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 800 °C selama 1 jam.



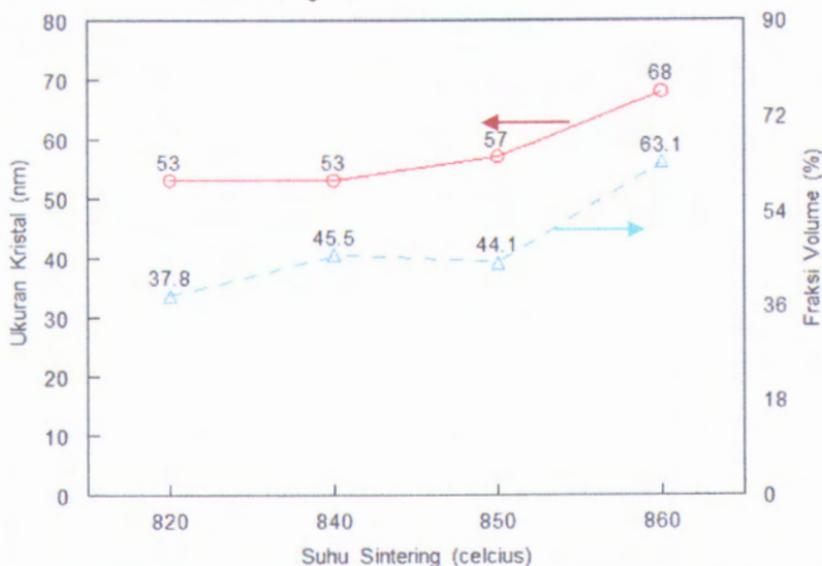
Gambar 4.16 Kurva lama sinter terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 800 °C selama 2 jam.

Gambar 4.17 dan 4.18 menunjukkan grafik untuk sampel yang mengalami kalsinasi 790 °C selama 1 jam, sedangkan Gambar 4.18 untuk kalsinasi 790 °C selama 2 jam. Gambar 4.17 menunjukkan peningkatan ukuran kristal dari 50 nm sampai 77 nm dengan fraksi volume 37,8% sampai 54,5%. Gambar 4.18 juga menunjukkan kenaikan ukuran dari 53 nm sampai 68 nm dengan fraksi volume 37,8% sampai 63,1%. Peningkatan ukuran dan fraksi volume ini dikarenakan suhu yang digunakan juga semakin tinggi meskipun waktu yang digunakan dalam sinter hanya 1 jam pertama. Dari Gambar 4.17 dan 4.18 dapat disimpulkan untuk pemanasan 1 jam berikutnya ukuran dan fraksi volumenya juga akan meningkat, tetapi hal ini tidak diinginkan karena ukurannya bisa di atas 100 nm.

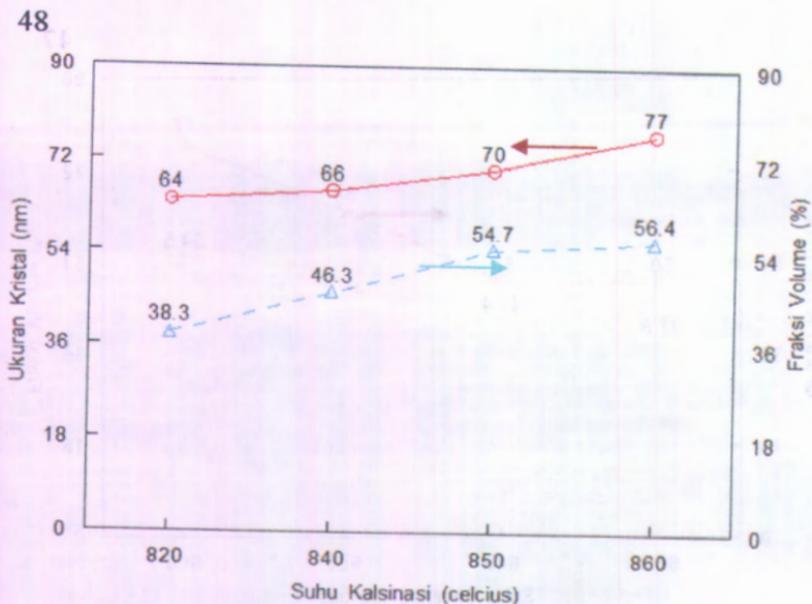
Sampel Bi-2223 yang mengalami kalsinasi pada suhu 800 °C selama 1 dan 2 jam dapat dilihat pada Gambar 4.19 dan 4.20. Kenaikan ukuran yang terjadi pada Gambar 4.19 mulai dari 64 nm sampai 77 nm dengan fraksi volume dari 38,3% sampai 56,4%. Gambar 4.20 menunjukkan kenaikan ukuran dari 76 nm sampai 81 nm dengan fraksi volume 36,4% sampai 65,9%. Secara keseluruhan dari sampel pertama sampai yang ke-30 dengan kenaikan suhu maupun kenaikan waktu sinter dapat meningkatkan ukuran kristal dan fraksi volume. Fraksi volume terbesar didapatkan oleh sampel yang mengalami kalsinasi pada suhu 800 °C selama 2 jam dan sinter 1 jam dengan ukuran 81 nm.



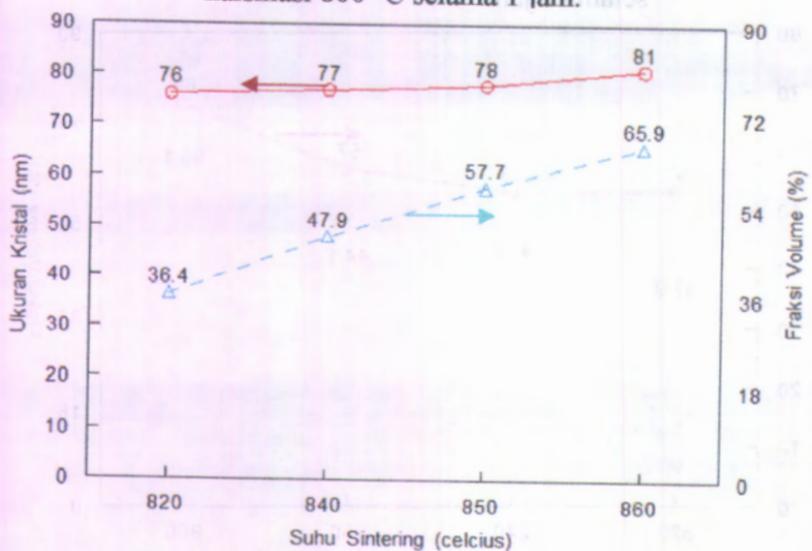
Gambar 4.17 Kurva suhu sinter terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 790 °C selama 1 jam.



Gambar 4.18 Kurva suhu sinter terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 790 °C selama 2 jam.



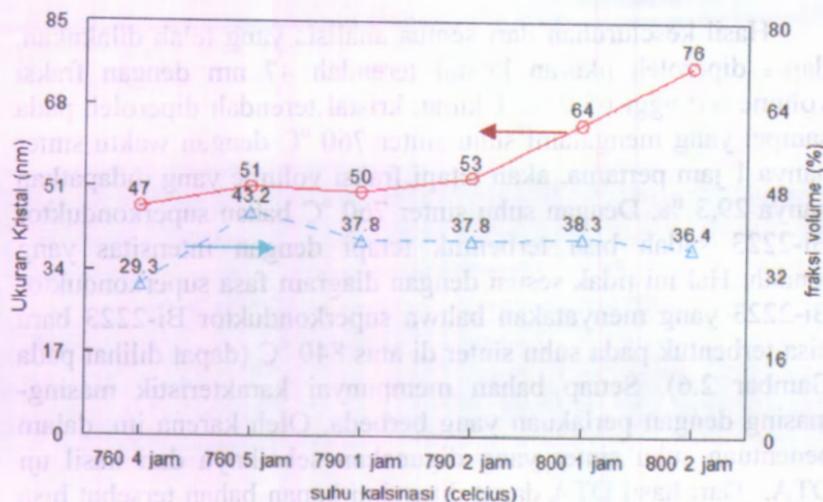
Gambar 4.19 Kurva suhu sinter terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 800 °C selama 1 jam.



Gambar 4.20 Kurva suhu sinter terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan kalsinasi 800 °C selama 2 jam.

Hasil keseluruhan dari semua analisis yang telah dilakukan, dapat diperoleh ukuran kristal terendah 47 nm dengan fraksi volume tertinggi 65,9 %. Ukuran kristal terendah diperoleh pada sampel yang mengalami suhu sinter 760 °C dengan waktu sinter hanya 1 jam pertama, akan tetapi fraksi volume yang didapatkan hanya 29,3 %. Dengan suhu sinter 760 °C bahan superkonduktor Bi-2223 sudah bisa terbentuk tetapi dengan intensitas yang rendah. Hal ini tidak sesuai dengan diagram fasa superkonduktor Bi-2223 yang menyatakan bahwa superkonduktor Bi-2223 baru bisa terbentuk pada suhu sinter di atas 840 °C (dapat dilihat pada Gambar 2.6). Setiap bahan mempunyai karakteristik masing-masing dengan perlakuan yang berbeda. Oleh karena itu, dalam penentuan suhu sinter yang digunakan sebaiknya dari hasil uji DTA. Dari hasil DTA dapat diketahui kapan bahan tersebut bisa melebur dan bertransformasi fasa. Fraksi volume tertinggi diperoleh pada sampel yang mengalami suhu sinter 860 °C dengan lama sinter 1 jam pertama, tetapi ukurannya sudah mencapai 81 nm.

Pada saat sinter, bahan tidak sepenuhnya rapat sehingga masih terdapat pori. Pori pada struktur mikro bahan merupakan komponen bahan yang terkadang berperan sebagai butir pada bahan yang berbeda. Proses sinter pada umumnya melibatkan butir yang padat. Selama sinter atau sesudahnya terjadi pertumbuhan butir dan butir-butir yang tumbuh akan memakan butir yang lainnya. Lamanya waktu sinter dan suhu yang digunakan akan berpengaruh kepada ukuran butir bahan yang dihasilkan. Pada saat proses sinter berlangsung terjadi difusi kristal melewati batas butir (*grain boundaries*) dan perluasan area singgungan antar kristal sehingga akan memperbesar ukuran butir. Pada proses sinter sampel mengalami pengurangan luas total permukaan, volume bahan berkurang, terjadi proses rekristalisasi dan pertumbuhan butir, kristal bersentuhan satu sama lain dan kontak antar kristal terjadi karena proses difusi atom-atom yang menghasilkan penyusutan sampel yang diiringi pengurangan porositas. Pada proses ini kekuatan bahan bertambah.



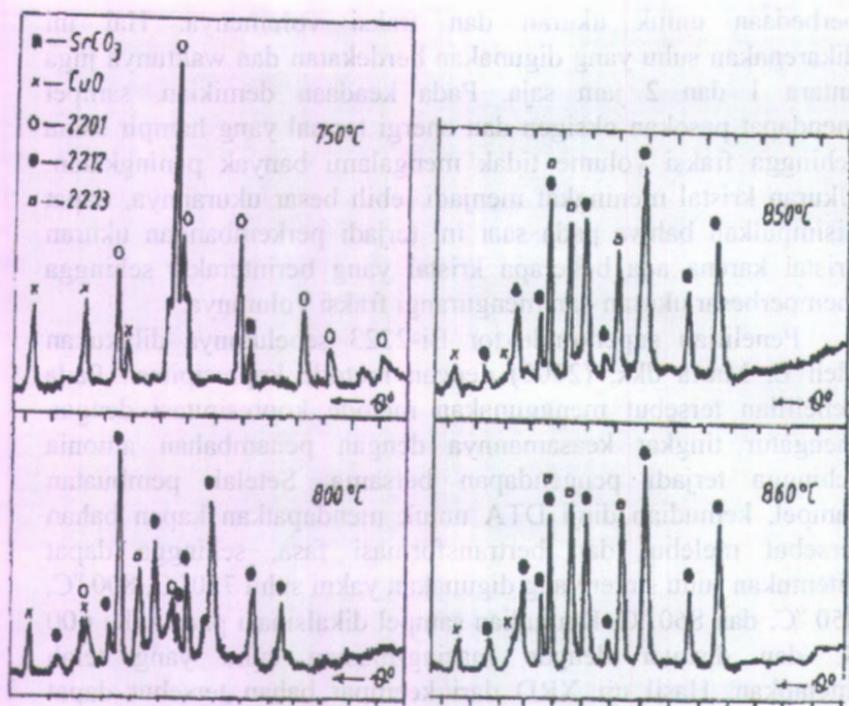
Gambar 4.21 Kurva suhu kalsinasi terhadap ukuran kristal dan fraksi volume untuk fasa Bi-2223 dengan suhu sinter 820 °C pada 1 jam pertama.

Gambar 4.21 menunjukkan perbandingan ukuran kristal dan fraksi volume pada setiap perlakuan suhu kalsinasi dengan suhu sinter 820 °C pada 1 jam pertama. Kalsinasi dilakukan untuk memperoleh campuran dalam bentuk bongkahan kristal baru. Pada proses ini sudah mulai terbentuk butir-butir superkonduktor tetapi masih sangat kecil. Kenaikan suhu kalsinasi juga dapat meningkatkan fraksi volume dan memperbesar ukuran kristal. Pada suhu kalsinasi 4 jam diperoleh fraksi volume 29,3 % dan ukuran kristal 47 nm, sedangkan ketika waktunya dinaikkan menjadi 5 jam dengan suhu yang sama didapatkan fraksi volume yang semakin tinggi yakni 43,2 %. Pada suhu kalsinasi 790 °C 1 jam dan 2 jam dan 800 1 jam dan 2 jam fraksi volume mengalami penurunan dikarenakan waktu yang digunakan pada kalsinasi tersebut hanya 1 jam dan 2 jam, sedangkan pada suhu 760 °C menggunakan waktu 4 jam dan 5 jam. Hasil yang diperoleh dari suhu kalsinasi 790 °C 1 jam sampai 800 °C tidak begitu banyak

perbedaan untuk ukuran dan fraksi volumenya. Hal ini dikarenakan suhu yang digunakan berdekatan dan waktunya juga antara 1 dan 2 jam saja. Pada keadaan demikian, sampel mendapat pasokan oksigen dan energi termal yang hampir sama sehingga fraksi volume tidak mengalami banyak peningkatan. Ukuran kristal meningkat menjadi lebih besar ukurannya, dapat disimpulkan bahwa pada saat ini terjadi perkembangan ukuran kristal karena ada beberapa kristal yang berinteraksi sehingga memperbesar ukuran dan mengurangi fraksi volumenya.

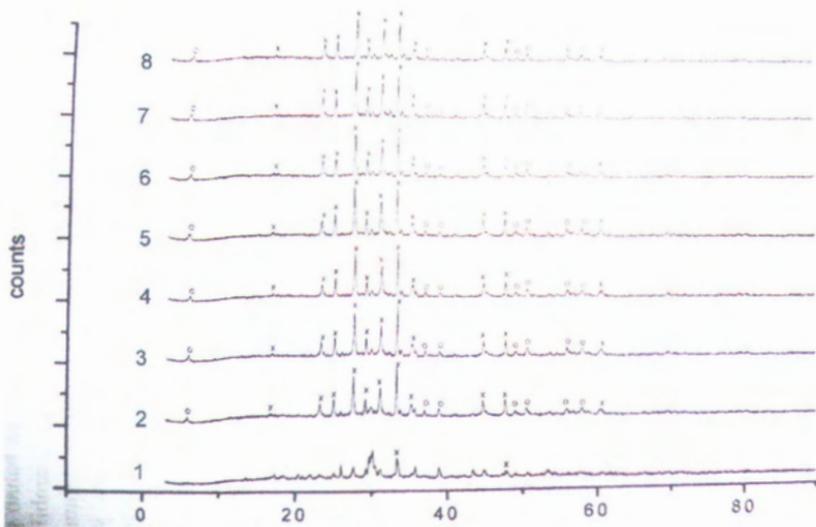
Penelitian superkonduktor Bi-2223 sebelumnya dilakukan oleh L. Marta dkk, (2000) dengan metode kopresipitasi. Pada penelitian tersebut menggunakan metode kopresipitasi dengan mengatur tingkat keasamannya dengan penambahan amonia sehingga terjadi pengendapan bersama. Setelah pembuatan sampel, kemudian diuji DTA untuk mendapatkan kapan bahan tersebut melebur dan bertransformasi fasa, sehingga dapat ditentukan suhu sinter yang digunakan yakni suhu 750 °C, 800 °C, 850 °C, dan 860 °C. Kemudian sampel dikalsinasi pada suhu 600 °C dan disinter dengan masing-masing suhu yang telah ditetapkan. Hasil uji XRD dari keempat bahan tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.22. Berdasar hasil XRD dapat diperoleh fasa yang terbentuk adalah Bi-2223, Bi-2212, Bi-2201, CuO, dan SrCO₃. Pada suhu sinter 750 °C fasa Bi-2223 belum terbentuk, pada suhu 800 °C sudah mulai muncul fasa Bi-2223 sampai suhu 860 °C fasa Bi-2223 semakin banyak.

Berdasar penelitian tersebut dapat dibandingkan dengan hasil analisis yang telah diperoleh. Berdasar hasil penelitian L.Marta dkk, fasa Bi-2223 terbentuk pada suhu antara 800 °C sampai 860 °C. Hasil tersebut bersesuaian dengan hasil analisis yang telah dilakukan yakni fasa Bi-2223 juga muncul pada suhu sinter 820 °C sampai 860 °C.



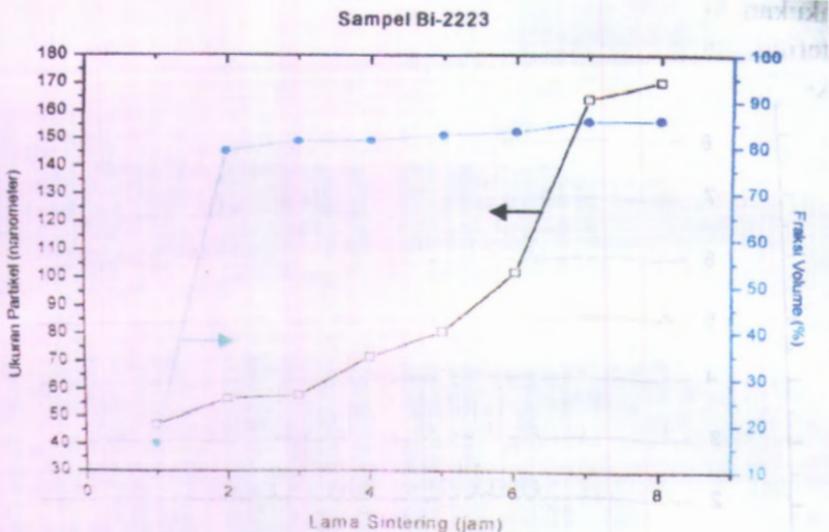
Gambar 4.22 Hasil XRD pada suhu kalsinasi 600 °C dengan metode kopresipitasi (Marta dkk, (2000).

Penelitian superkonduktor bi-2223 sebelumnya dilakukan oleh Widodo. H (2009) dengan metode pencampuran basah. Pada penelitian tersebut menggunakan metode pencampuran basah dengan tiga tahap pemanasan, yaitu pengeringan 600 °C selama 3 jam, kalsinasi 780 °C (4 jam), dan sinter 840 °C selama 1 jam sampai 8 jam. Hasil pola difraksi dari kedelapan sampel dapat dilihat pada Gambar 4.23.



Gambar 4.23 Hasil XRD pada suhu kalsinasi 780 °C dan sinter 840 °C dengan metode pencampuran basah (Widodo H, (2009).

Berdasar Gambar 4.23 dapat dilihat fasa Bi-2223 mulai terbentuk pada 1 jam kedua dan sedikit terlihat fasa impuritas. Jika dibandingkan dengan hasil analisis yang telah dilakukan, pada suhu sinter 840 °C masih ada puncak impuritas. Hal ini dikarenakan pada sintesis yang dilakukan Widodo H. (2009) terdapat proses pengeringan 600 °C selama 3 jam sehingga waktu pemanasan lebih lama dan fasa Bi-2223 lebih banyak terbentuk.



Gambar 4.24 Hasil ukuran kristal dan fraksi volume dengan metode pencampuran basah (Widodo H, (2009).

Berdasar Gambar 4.24 dapat dilihat ukuran kristal dan fraksi volume dari kedelapan sampel. Pertumbuhan kristal mengalami kenaikan dari 47,09 nm hingga 170,30 nm. Sedangkan fraksi volumenya juga naik linier hingga mencapai 85,80%. Pada tahap sinter dari 1 jam pertama menuju 1 jam kedua fraksi volumenya meningkat drastis dari 16,10% mencapai 79,03%. Jika dibandingkan dengan hasil analisis yang telah dilakukan, terlihat perbedaan yang signifikan. Hasil analisis menunjukkan fraksi volume terbesar 65,9% dan ukuran 81 nm diperoleh pada kalsinasi 800 °C (2 jam) dan sinter 860 °C (1 jam). Sedangkan pada penelitian Widodo, fraksi volume 65% diperoleh pada 1 jam ketujuh. Berdasar perbandingan tersebut, dapat disimpulkan penghilangan proses pengeringan 600 °C selama 3 jam pada metode pencampuran basah, dapat memperkecil ukuran kristal.

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis data dan perhitungan pada sampel superkonduktor Bi-2223 , diperoleh kesimpulan bahwa :

1. Mengkonfirmasi penelitian sebelumnya oleh Widodo H.(2009) bahwa superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dapat disintesis dengan menggunakan metode pencampuran basah.
2. Semakin lama waktu sinter dan semakin besar suhu yang digunakan dapat diperoleh ukuran kristal yang semakin besar dengan fraksi volume yang besar.
3. Fraksi volume terbesar 65,9% dan ukuran 81 nm diperoleh pada kalsinasi 800 °C (2 jam) dan sinter 860 °C (1 jam).

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menaikkan waktu sinter pada suhu 840 °C, 850 °C, dan 860 °C. Untuk mengetahui bentuk morfologi dan ukuran dari sampel dapat dilakukan uji TEM, dan untuk menentukan sifat superkonduktif dapat dilakukan uji terkait dengan resistivitas, efek meissner dan temperatur kritis.

***** Halaman Ini Sengaja Dikosongkan *****

KESIMPULAN

2.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis data dan perhitungan pada sampel superkonduktor Bi-2223, diperoleh kesimpulan bahwa :

1. Mengkonfirmasi penelitian sebelumnya oleh Widodo (H (2009)) bahwa superkonduktor Bi-2223 (Cu_2O_8) dapat diemis dengan menggunakan metode pencampuran basah.
2. Semakin lama waktu sintesis semakin besar suhu yang digunakan dapat diperoleh ukuran kristal yang semakin besar dengan fraksi volume yang besar.
3. Fraksi volume terbesar 62,9% dan ukuran 81 nm diperoleh pada kalsinasi 800 °C (2 jam) dan sintesis 800 °C (1 jam).

2.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya disarankan lebih lanjut dengan menggunakan waktu sintesis pada suhu 800 °C, 450 °C, dan 600 °C. Untuk mengetahui bentuk morfologi dan ukuran dari sampel dapat dilakukan uji TEM dan untuk menentukan nilai superkonduktivitas dapat dilakukan uji tahanan dengan resistansi, suhu kritis dan temperatur kritis.

DAFTAR PUSTAKA

- Afriyanti, Herlyn. (2009), "*Pengaruh Lama Pemanasan terhadap Pembentukan Fase, Resistivitas Normal, dan Suhu Kritis pada Superkonduktor Overdoped Pb (Bi-Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O₁₀ dengan Metode Melt-Textured*". Skripsi Program Studi Fisika Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Malang, Malang.
- Darminto. (2002), "*Karakteristik Fase Gelas Vorteks dalam Kristal Tunggal Superkonduktor (Bi,Pb)₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ}*". Jurnal ilmu dasar, 3, 66-73.
- Marlianto, Eddy.(2008), "*Studi ultrasonic pada bahan Superkonduktor suhu tinggi*", Universitas Sumatra Utara, Medan.
- Mart, S.D.(2010), "*Pembentukan nanokristal YBa₂Cu₃O_{7-δ} dengan variasi waktu sinter*", Tugas Akhir ITS, Surabaya.
- Purwati. (2002), "*Sintesis Superkonduktor Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O dengan Variasi Bi dan Pb*". Skripsi S-1 Fisika FMIPA UNS.
- Rao, dkk.(2007), "*Room-temperature ferromagnetism in nanoparticles of superconducting materials*". Solid State Commun, 142, 685.
- Ridwan,(2005), "*Workshop nanomaterial karakterisasi dan aplikasi di bidang nuklir*", kawasan PUSPITEK Serpong, Tangerang.
- Rusdi, Ariwan.(2010), "*Superkonduktor*", Universitas Udayana, Bali.
- Siswanto. (1999), "*Sintesis Superkonduktor Keramik BSCCO Fase Tc Tinggi (2223) Melalui Route Sol-Gel Sitrat*". Faculty

of Mathematics and Natural Science Airlangga University: Surabaya.

- Tinkham, Michael.(2004),”*Introduction to Superconductivity*”,(2nd ed.), Books on Physics, ISBN 0-486-43503-2.
- Yulianti, Tatik.(2010),”*Sintesis Superkonduktor BPSCCO/Ag Menggunakan Metode padatan*” Skripsi S-1 Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret:Surakarta.
- Yustinus, Purwamargapratala.(2009),”*Sintesis Superkonduktor YBCO 123 dengan metode kopresipitasi*”, kawasan PUSPITEK Serpong, Tangerang.
- Widodo, Henry.(2009),”*Nanokristalisasi Superkonduktor $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$ dan $Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\delta}$ dengan metode kopresipitasi dan pencampuran basah*”, Tugas Akhir ITS, Surabaya.

LAMPIRAN A
PENENTUAN KOMPOSISI MASSA SAMPEL
DAN JUMLAH HNO₃

Diketahui atom relatif (Ar) :

$$\text{Bi} = 209 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Sr} = 87,63 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Ca} = 40 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Cu} = 63,546 \text{ gram/mol}$$

$$\text{O} = 15,9994 \text{ gram/mol}$$

$$\text{H} = 1,00794 \text{ gram/mol}$$

$$\text{N} = 14,00674 \text{ gram/mol}$$

$$\text{C} = 12,011 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Massa jenis HNO}_3 = 1,42 \text{ gram/ml}$$

Dengan massa atom relatif (Mr) :

$$\text{Bi}_2\text{O}_3 = 466 \text{ gram/mol}$$

$$\text{SrCO}_3 = 147,63 \text{ gram/mol}$$

$$\text{CaCO}_3 = 100 \text{ gram/mol}$$

$$\text{CuO} = 79,54540 \text{ gram/mol}$$

$$\text{HNO}_3 = 63,01288 \text{ gram/mol}$$

1. Superkonduktor Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O_{10+δ}

Perhitungan Massa :

$$\text{Bi}_2\text{O}_3 = \frac{2}{2} \times 466 = 466 \text{ gram/mol}$$

$$\text{SrCO}_3 = \frac{2}{1} \times 147,63 = 295,26 \text{ gram/mol}$$

$$\text{CaCO}_3 = \frac{2}{1} \times 100 = 200,1754 \text{ gram/mol}$$

$$\text{CuO} = \frac{3}{1} \times 79,5454 = \frac{238,6362 \text{ gram/mol} +}{1200,03 \text{ gram/mol}}$$

Pembuatan 10 gram Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10-8}$

$$\text{Bi}_2\text{O}_3 = \frac{10 \text{ gram}}{1200,03} \times 466 = 3,88289 \text{ gram}$$

$$\text{SrCO}_3 = \frac{10 \text{ gram}}{1200,03} \times 295,26 = 2,46043 \text{ gram}$$

$$\text{CaCO}_3 = \frac{10 \text{ gram}}{1200,03} \times 200,1754 = 1,66809 \text{ gram}$$

$$\text{CuO} = \frac{10 \text{ gram}}{1200,03} \times 238,6362 = \frac{1,98859 \text{ gram} +}{10,00000 \text{ gram}}$$

Perhitungan Volume HNO_3 :



Pembuatan 8 M HNO_3 :

Volume HNO_3 (V1) = 10 ml

$$\begin{aligned} \text{Volume Campuran} &= \frac{M1 \times V1}{M2} \\ &= \frac{14,7}{8} \times 10 \text{ ml} \\ &= 18,375 \text{ ml} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume Aquades} &= \text{Volume campuran} - \text{Volume } \text{HNO}_3 \\ &= 18,375 \text{ ml} - 10 \text{ ml} \\ &= 8,375 \text{ ml} \end{aligned}$$



Pembuatan 2 M HNO₃ :

$$\text{Volume HNO}_3 (V_1) = 2 \text{ ml}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume Campuran} &= \frac{M_1 \times V_1}{M_2} \\ &= \frac{14,7}{2} \times 2 \text{ ml} \\ &= 14,7 \text{ ml} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume Aquades} &= \text{Volume campuran} - \text{Volume HNO}_3 \\ &= 14,7 \text{ ml} - 2 \text{ ml} \\ &= 12,7 \text{ ml} \end{aligned}$$



Pembuatan 8 M HNO₃ :

$$\text{Volume HNO}_3 (V_1) = 10 \text{ ml}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume Campuran} &= \frac{M_1 \times V_1}{M_2} \\ &= \frac{14,7}{8} \times 10 \text{ ml} \\ &= 18,375 \text{ ml} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume Aquades} &= \text{Volume campuran} - \text{Volume HNO}_3 \\ &= 18,375 \text{ ml} - 10 \text{ ml} \\ &= 8,4 \text{ ml} \end{aligned}$$





Pembuatan 1 M HNO₃ :

$$\text{Volume HNO}_3 (V_1) = 2 \text{ ml}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume Campuran} &= \frac{M_1 \times V_1}{M_2} \\ &= \frac{14,7}{1} \times 2 \text{ ml} \\ &= 29,4 \text{ ml} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume Aquades} &= \text{Volume campuran} - \text{Volume HNO}_3 \\ &= 29,4 \text{ ml} - 2 \text{ ml} \\ &= 27,4 \text{ ml} \end{aligned}$$

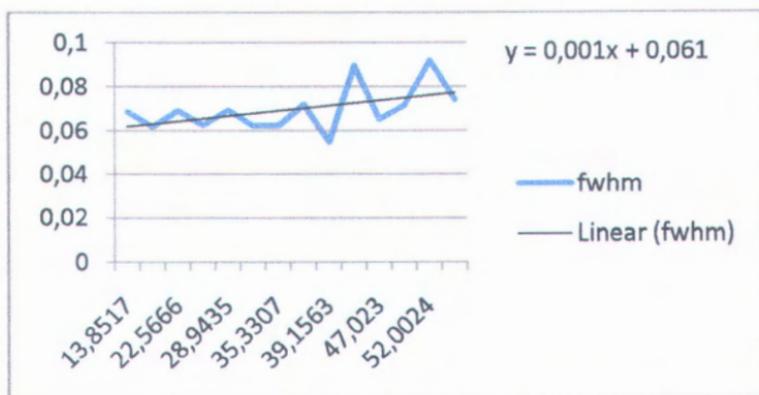


LAMPIRAN B

PERHITUNGAN UKURAN KRISTAL

Tabel sampel standart Yittria

no	2 teta	fwhm
1	13.8517	0.068817
2	19.5397	0.061828
3	22.5666	0.069357
4	26.5615	0.062668
5	28.9435	0.069553
6	32.2416	0.062482
7	35.3307	0.062406
8	38.2165	0.0721
9	39.1563	0.054859
10	40.0577	0.09
11	47.023	0.06549
12	49.5082	0.071741
13	52.0024	0.0923
14	53.5656	0.07422



Contoh perhitungan :

Diketahui :

$$2\theta = 24,84^\circ$$

$$\theta = 0,216831 \text{ rad}$$

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 0,154056 \text{ nm}$$

$$FWHM = 0,211898^\circ = 0,003696 \text{ rad}$$

FWHM sd = y (regresi linier sampel standart Yittria)

$$= 0,0012^\circ x + 0,061^\circ$$

$$= (0,0012^\circ \times 2\theta) + 0,061^\circ$$

$$= (0,0012^\circ \times 24,84^\circ) + 0,061^\circ$$

$$= 0,06152^\circ$$

$$= 0,001069 \text{ rad}$$

Ditanya : D = ukuran kristal ?

Jawab :

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{k \times \lambda}{(FWHM - FWHM \text{ sd}) \times \cos \theta} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,154056}{(0,003696 - 0,001069) \times \cos 0,216831} \\
 &= \frac{0,13865}{(0,002066) \times 0,9765} \\
 &= 67 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

LAMPIRAN C
TABEL HASIL PENGOLAHAN FITYK FASA 2223 VARIASI WAKTU SINTER

NO	Kalsinasi		Sintering		2θ	Fwhm gaussian	Fwhm lorentzian	Fwhm	ukuran (nm)	rata-rata (nm)
	suhu	waktu	suhu	waktu						
1	760°C	4 jam	820°C	1 jam	24,8488	0,211512	0,000721315	0,211898	54	47
					27,4201	0,264745	0,66E-01	0,314073	32	
					30,9403	0,33983	0,70E-04	0,33981	29	
					33,1349	0,0893289	0,0777177	0,137922	108	
					44,6429	0,311409	0,000218858	0,311292	34	
					47,6028	0,377713	0,0001661	0,377801	27	
2	760°C	4 jam	820°C	2 jam	24,8769	0,034972	0,203862	0,210103	54	52
					27,4711	0,220977	0,00113092	0,221582	51	
					30,9679	0,157898	0,127179	0,236618	47	
					33,1632	0,101075	0,137217	0,192915	63	
					44,6317	0,128877	0,16361	0,237157	48	
					47,6484	0,136387	0,157421	0,238977	48	
3	760°C	4 jam	820°C	3 jam	24,8624	0,08908	0,128983	0,176373	70	57
					27,461	0,166251	0,137092	0,251363	43	

					30,9578	0,266246	0,27E-04	0,266202	40	
					33,1768	0,190566	0,000111695	0,190626	64	
					44,6453	0,170393	0,129876	0,250228	45	
					47,5847	0,171087	0,000174312	0,17118	79	
4	76°C	5 jam	820°C	1 jam	24,8823	0,18158	0,000700735	0,181206	67	51
					27,4492	0,293343	0,0387803	0,291275	35	
					30,9709	0,0370573	0,205551	0,212478	54	
					33,1665	0,119732	0,111611	0,190182	64	
					44,6444	0,220573	0,0711823	0,261101	43	
					47,6268	0,263581	0,13E-04	0,263619	42	
5	760°C	5 jam	820°C	2 jam	24,885	0,185653	0,0272546	0,200656	58	55
					27,4825	0,215118	0,71E-04	0,215093	53	
					31,0018	0,226964	0,54E-04	0,226993	49	
					33,1808	0,0900217	0,105157	0,158682	85	
					44,7363	0,101882	0,32023	0,351727	29	
					47,605	0,214328	0,000267544	0,214185	56	
6	760°C	5 jam	820°C	3 jam	24,8962	0,0761376	0,0946979	0,138599	105	60
					27,5088	0,151696	0,129864	0,232717	47	
					30,9681	0,237121	0,39E-00	0,237103	46	

					33,1938	0,134301	0,0854122	0,185722	66	
					44,6717	0,161315	0,136092	0,246059	46	
					47,6365	0,239719	0,04E-04	0,239757	48	
7	790°C	1 jam	820°C	1 jam	24,8709	0,0378002	0,175502	0,183825	66	50
					27,4511	0,290272	0,0183218	0,300192	34	
					30,9712	0,180886	0,14901	0,273384	38	
					33,1633	0,153993	0,0408609	0,177007	71	
					44,6584	0,0902444	0,200326	0,236849	48	
					47,6192	0,205522	0,0999686	0,264166	42	
8	790°C	1 jam	820°C	2 jam	24,873	0,176762	0,0018138	0,177734	69	58
					27,462	0,185685	0,0434689	0,210022	55	
					30,9968	0,0143398	0,260489	0,261335	41	
					33,1681	0,0324958	0,158474	0,165316	79	
					44,6293	0,0199021	0,253942	0,255606	44	
					47,6005	0,121971	0,12039	0,198585	63	
9	790°C	1 jam	820°C	3 jam	24,869	0,14814	0,046037	0,174292	72	63
					27,472	0,195618	0,00021698	0,195734	60	
					30,9875	0,0819405	0,195979	0,227381	49	
					33,1748	0,0404188	0,167071	0,176949	71	

					44,7011	0,0428706	0,176287	0,186813	68	
					47,6187	0,206396	0,04E-05	0,20638	59	
10	790°C	2 jam	820°C	1 jam	24,8606	0,0452209	0,164962	0,177291	70	53
					27,4525	0,246536	0,00617342	0,249853	43	
					30,9521	0,0982494	0,243072	0,279781	37	
					33,168	0,185647	0,00539819	0,18855	65	
					44,6217	0,269549	-0,00423517	0,267292	41	
					47,6037	0,202444	0,000981393	0,202969	61	
11	790°C	2 jam	820°C	2 jam	24,9235	0,076589	0,170222	0,201192	58	63
					27,4994	0,276095	4,16E-06	0,276097	38	
					31,0195	0,103116	0,166994	0,2184	52	
					33,214	0,305916	0,152183	0,158508	85	
					44,6653	0,0177434	0,197793	0,199488	62	
					47,6572	0,114138	0,086262	0,167108	82	
12	790°C	2 jam	820°C	3 jam	24,9368	0,11811	0,125662	0,198976	59	71
					27,52	0,103607	0,114917	0,178031	70	
					31,0379	0,0439002	0,1369	0,150561	92	
					33,2288	0,050561	0,147733	0,164323	80	
					44,6658	0,0112832	0,170772	0,171569	78	

					47,6605	0,243889	2,14E-05	0,2439	47	
13	800°C	1 jam	820°C	1 jam	24,9541	0,0883072	0,166955	0,206879	55	64
					27,5336	0,194928	0,0768517	0,239267	45	
					31,0607	0,201235	0,0539344	0,231628	48	
					33,2398	0,0818449	0,110165	0,155473	88	
					44,6823	0,108162	0,16847	0,223656	52	
					47,6486	0,149503	0,00851127	0,154106	93	
14	800°C	1 jam	820°C	2 jam	24,8883	0,0230422	0,175101	0,178297	69	79
					27,4678	0,102996	0,188518	0,236081	46	
					30,9276	0,117035	0,000361415	0,117229	147	
					33,1856	0,132477	0,0661692	0,171383	75	
					44,6262	0,0538074	0,135384	0,155233	91	
					47,6309	0,24764	9,63E-06	0,247645	46	
15	800°C	1 jam	820°C	3 jam	24,9969	0,0285818	0,125246	0,131877	115	80
					27,5891	0,206333	0,13E-04	0,206355	56	
					31,0892	0,152146	0,000163209	0,152059	90	
					33,2864	0,0935149	0,0885956	0,149565	94	
					44,7422	0,143024	0,0763621	0,188197	67	
					47,7218	0,21407	0,000239798	0,213942	57	

16	800°C	2 jam	820°C	1 jam	24,8251	0,0308997	0,0882008	0,098531	218	76
					27,4852	0,238771	0,0022565	0,23998	45	
					30,9885	0,113373	0,147032	0,211027	55	
					33,198	0,204178	0,000531861	0,204462	57	
					44,6879	0,174143	0,169463	0,281765	39	
					47,6461	0,262567	0,00059724	0,262887	43	
17	800°C	2 jam	820°C	2 jam	24,8965	0,0723349	0,0769659	0,121864	134	76
					27,5017	0,196427	0,42E-04	0,196398	60	
					31,0226	0,0602892	0,181369	0,200689	59	
					33,1966	0,119627	0,0764209	0,165657	79	
					44,6336	0,0613	0,213083	0,2305	50	
					47,6256	0,0826002	0,134755	0,175751	76	
18	800°C	2 jam	820°C	3 jam	24,9428	0,0685474	0,127152	0,158533	83	87
					27,5416	0,0342369	0,143877	0,152122	90	
					31,0533	0,245983	0,87E-05	0,245987	44	
					33,2367	0,0459927	0,0959147	0,115369	153	
					44,7171	0,114097	0,172086	0,231397	50	
					47,7029	0,04363	0,131974	0,145893	102	

LAMPIRAN D
TABEL HASIL PENGOLAHAN FITYK FASA 2223 VARIASI SUHU SINTER

NO	Kalsinasi		Sintering		2θ	Fwhm gaussian	Fwhm lorentzian	Fwhm	ukuran (nm)	rata-rata (nm)
	suhu	waktu	suhu	waktu						
1	790°C	1 jam	840°C	1 jam	24,9102	0,00820198	0,218767	0,219098	51	50
					27,4822	0,266224	0,014426	0,274021	38	
					30,985	0,0401322	0,213982	0,221765	51	
					33,1879	0,19984	0,00832022	0,195429	61	
					44,6737	0,0746841	0,227367	0,251069	45	
					47,6272	0,211961	0,0234418	0,224773	53	
2	790°C	1 jam	850°C	1 jam	24,8692	0,226385	0,76E-04	0,22641	49	64
					27,4643	0,238374	0,000110249	0,238433	46	
					30,9722	0,281344	0,000150728	0,281425	37	
					33,1607	0,149647	0,04356	0,174301	73	
					44,6138	0,0442961	0,145218	0,158441	88	
					47,5828	0,154992	0,35E-04	0,15501	92	
3	790°C	1 jam	860°C	1 jam	24,8754	0,016686	0,167709	0,169473	75	77
					27,4875	0,187921	0,17E-04	0,187872	64	

					30,9733	0,279615	0,46E-04	0,279591	37	
					33,1646	0,0242701	0,152374	0,156413	87	
					44,6292	0,0911287	0,165201	0,207546	58	
					47,564	0,0509062	0,100914	0,123211	140	
4	790°C	2 jam	840°C	1 jam	24,8819	0,21646	0,00672637	0,212887	53	53
					27,4512	0,262959	0,0215243	0,274657	38	
					30,9633	0,235499	0,000398514	0,235286	47	
					33,164	0,182873	0,00718853	0,186747	66	
					44,6196	0,148901	0,123485	0,225622	52	
					47,5983	0,199638	0,00377189	0,201662	61	
5	790°C	2 jam	850°C	1 jam	24,9175	0,0774012	0,197921	0,226124	49	57
					27,5182	0,208784	0,000375714	0,208583	55	
					31,0281	0,0426131	0,248054	0,255669	42	
					33,2094	0,0783166	0,11625	0,157335	86	
					44,6804	0,0983945	0,19213	0,235668	49	
					47,6439	0,208589	0,00116219	0,207968	59	
6	790°C	2 jam	860°C	1 jam	24,8651	0,0781112	0,11163	0,153488	88	68
					27,4745	0,192612	0,96E-05	0,192614	62	
					31,0072	0,172188	0,0449591	0,19749	60	

					33,1574	0,077348	0,121347	0,160643	83	
					44,6273	0,0975202	0,179553	0,224415	52	
					47,5933	0,0985455	0,140483	0,193365	65	
7	800°C	1 jam	840°C	1 jam	24,9396	0,0126305	0,205614	0,206445	56	66
					27,5275	0,0231143	0,208795	0,211507	54	
					31,0455	0,216544	0,0565796	0,248386	44	
					33,2212	0,16939	0,0309188	0,153471	90	
					44,6816	0,0270545	0,19331	0,19729	63	
					47,6517	0,123108	0,10941	0,191714	66	
8	800°C	1 jam	850°C	1 jam	24,8629	0,163653	0,00131169	0,162953	80	70
					27,4713	0,195835	0,00151898	0,196649	60	
					31,0065	0,199458	0,00223643	0,198265	60	
					33,157	0,143146	0,0785616	0,189741	64	
					44,6399	0,169761	0,11126	0,236962	48	
					47,5658	0,188282	0,000129975	0,188351	68	
9	800°C	1 jam	860°C	1 jam	24,8935	0,0884119	0,111391	0,162039	80	77
					27,4845	0,134991	0,102875	0,198227	59	
					31,0054	0,168322	0,0331799	0,186767	65	
					33,1787	0,091865	0,0924801	0,150888	92	

					44,6358	0,0148811	0,162541	0,163991	83	
					47,5969	0,172388	0,0036247	0,170458	79	
10	800°C	2 jam	840°C	1 jam	24,9395	0,0870933	0,0904202	0,145066	97	77
					27,5438	0,0959972	0,139042	0,190103	63	
					31,0806	0,0474788	0,194906	0,206581	56	
					33,2274	0,177912	0,0195113	0,188575	65	
					44,6973	0,168082	0,35E-05	0,168085	80	
					47,6439	0,197626	0,22E-05	0,197625	63	
11	800°C	2 jam	850°C	1 jam	24,861	0,130304	0,0300505	0,114988	151	78
					27,467	0,181589	0,0071362	0,185434	65	
					30,996	0,216703	0,030508	0,200858	59	
					33,1493	0,18868	0,0119392	0,195145	61	
					44,5983	0,0859788	0,124203	0,170002	79	
					47,5626	0,206307	0,0358071	0,226121	52	
12	800°C	2 jam	860°C	1 jam	24,8767	0,138977	0,0384624	0,160687	81	81
					27,4815	0,0661771	0,165561	0,130612	118	
					30,9886	0,212826	0,000999508	0,212292	54	
					33,1751	0,026627	0,13649	0,141845	103	
					44,6393	0,107828	0,197334	0,1361434	50	

LAMPIRAN E
TABEL HASIL PERHITUNGAN MANUAL VARIASI WAKTU SINTER

NO	Kalsinasi		Sintering		Fraksi Volume			
	suhu	waktu	suhu	waktu	2223 (%)	2212 (%)	total (%)	pengotor (%)
1	760°C	4 jam	820°C	1 jam	29,31	21,58	50,89	49,11
				2 jam	40,75	20,81	61,56	38,44
				3 jam	46,59	20,75	67,34	32,66
2	760°C	5 jam	820°C	1 jam	43,28	20,07	63,35	36,65
				2 jam	47,72	20,95	68,67	31,33
				3 jam	53,87	21,85	75,72	24,28
3	790°C	1 jam	820°C	1 jam	37,87	19,53	57,4	42,6
				2 jam	43,27	21,08	64,35	35,65
				3 jam	44,99	27,23	72,22	27,78
4	790°C	2 jam	820°C	1 jam	37,84	19,43	57,27	42,73
				2 jam	39,21	25,91	65,12	34,88
				3 jam	51,92	25,5	77,42	22,58
5	800°C	1 jam	820°C	1 jam	38,35	19,92	58,27	41,73
				2 jam	39,16	26,06	65,22	34,78

				3 jam	48,03	26,86	74,89	25,11
6	800°C	2 jam	820°C	1 jam	36,47	24,25	60,72	39,28
				2 jam	42,21	23,6	65,81	34,19
				3 jam	48,93	30,52	79,45	20,55

				3 jam	30,31	32,01	02,15	31,38
4	300°C	3 jam	850°C	1 jam	33,84	16,83	23,53	43,33
				2 jam	41,80	33,71	35,53	33,38
				3 jam	47,53	51,08	04,72	32,92
5	300°C	1 jam	850°C	1 jam	23,72	19,27	23,4	45,0
				2 jam	24,43	31,82	12,15	34,58
				3 jam	33,17	30,02	08,13	31,23
7	300°C	2 jam	850°C	1 jam	43,70	30,03	03,76	24,02
				2 jam	49,40	30,32	03,24	23,00
				3 jam	46,32	30,81	01,70	28,14
1	300°C	4 jam	850°C	1 jam	50,74	31,28	20,80	40,11
NO	Temp (°C)	Time (jam)	Temp (°C)	Time (jam)	NO (%)	NO (%)	NO (%)	NO (%)
	Temperature		Temperature		NO (%)	NO (%)	NO (%)	NO (%)

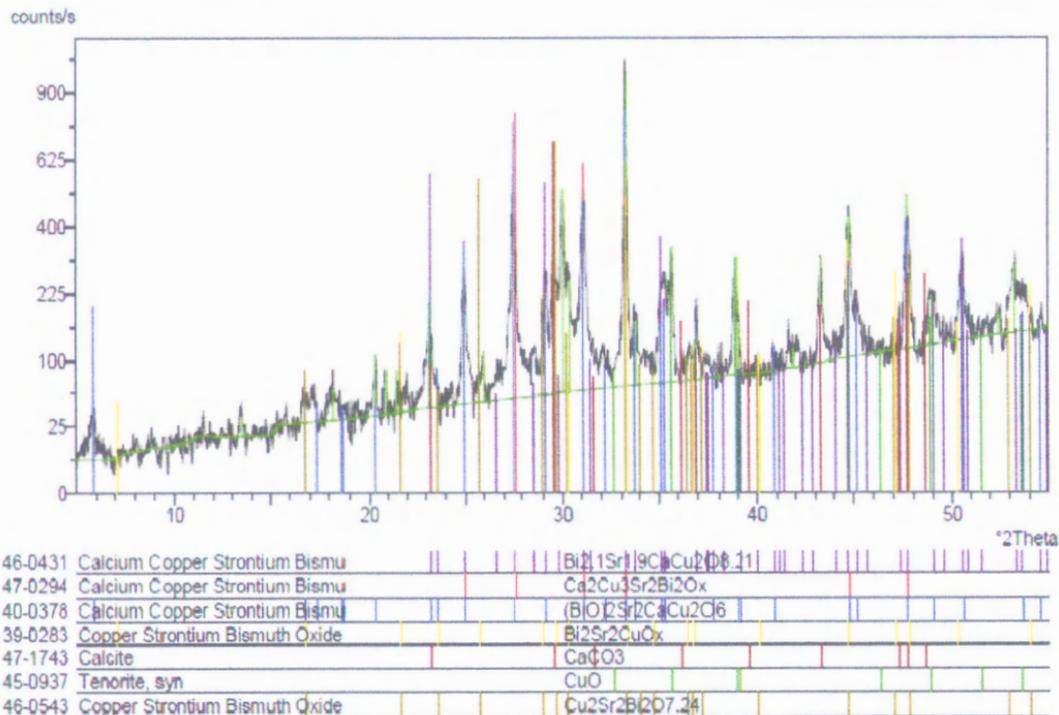
LABORATORIUM TEKNOLOGI MANUFAKTUR
 UNIVERSITAS BINA NUSANTARA

LAMPIRAN F
TABEL HASIL PERHITUNGAN MANUAL VARIASI SUHU SINTER

NO	Kalsinasi		Sintering		Fraksi Volume			
	suhu	waktu	suhu	waktu	2223 (%)	2212 (%)	total (%)	pengotor (%)
1	790°C	1 jam	840°C	1 jam	42,44	20,36	62,8	37,2
			850°C		45,36	21,45	66,81	33,19
			860°C		54,56	26,68	81,24	18,76
2	790°C	2 jam	840°C	1 jam	45,54	20,85	66,39	33,61
			850°C		44,16	22,75	66,91	33,09
			860°C		63,17	23,77	86,94	13,06
3	800°C	1 jam	840°C	1 jam	46,32	18,54	64,86	35,14
			850°C		54,75	19,37	74,12	25,88
			860°C		56,46	24,33	80,79	19,21
4	800°C	2 jam	840°C	1 jam	47,92	18,81	66,73	33,27
			850°C		57,74	23,34	81,08	18,92
			860°C		65,97	23,44	89,41	10,59

LAMPIRAN G

GAMBAR HASIL SEARCH MATCH



*** Halaman Ini Sengaja Dikosongkan ***



UJIAN AKHIR SEMESTER II
TAHUN 2011/2012

BIODATA PENULIS



Khamilatun Khafifah (fifa), dilahirkan di Lamongan pada tanggal 27 Juli 1989 sebagai anak pertama dari pasangan Bapak Samin dan ibu sriannah. Penulis menempuh pendidikan di TK ABA 3 Lamongan, MI Al-Khoiriyah Lamongan, setelah lulus pada tahun 2001 penulis melanjutkan ke MTs. Maskumambang Gresik dan melanjutkan ke pendidikan tingkat

atas di MAN 1 Malang pada tahun 2004. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di jurusan Fisika FMIPA-ITS melalui jalur Penulusuran Minat Bakat dan Kemampuan (PMDK) Reguler dan tercatat sebagai mahasiswa angkatan 2007 dengan NRP. 1107100005. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif dalam organisasi HIMASIKA-ITS sebagai wakil sekretaris pada tahun 2008 dan sebagai bendahara umum pada tahun 2009, dan juga aktif menjadi Asisten Laboratorium Dasar. Selain aktif di kegiatan intra kampus, penulis juga aktif di kegiatan non formal di luar kampus. Penulis mengambil Tugas Akhir di Bidang Material khususnya mengenai Superkonduktor karena penulis sangat tertarik pada penelitian dan yang menantang. Penulis berpedoman hidup pada Al-Qur'an dan Sunnah Rasulullah yang menjadi penerang dalam setiap langkah dalam kehidupan. Apabila ada saran atau pertanyaan mengenai Tugas Akhir, penulis dapat dihubungi di e-mail kh.fifah@yahoo.com