

43607/4/11



**ITS**  
Institut  
Teknologi  
Sepuluh Nopember

RSFi  
537.623  
Hik  
11-1  
2011

TUGAS AKHIR - SF 091321

**NANOKRISTALISASI SUPERKONDUKTOR  
(Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> DENGAN METODE  
PENCAMPURAN BASAH DENGAN VARIASI  
SUHU DAN WAKTU KALSINASI DAN SINTER**

UTIYA HIKMAH  
NRP 1107.100.003

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

PERPUSTAKAAN ITS	
Tgl. Terima	15-8-2011
Terima Oleh	H
No. Agenda Ptp	-

Jurusan Fisika  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2011

**NANOKRISTALISASI SUPERKONDUKTOR  
(Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> DENGAN METODE  
PENCAMPURAN BASAH DENGAN VARIASI SUHU DAN  
WAKTU KALSINASI DAN SINTER**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan mata  
kuliah

SF 091321 "Tugas Akhir"

Jurusan Fisika

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

oleh :

**UTIYA HIKMAH**

Nrp. 1107 100 003

**JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2011**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**NANOKRISTALISASI SUPERKONDUKTOR  
(Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> DENGAN METODE  
PENCAMPURAN BASAH DENGAN VARIASI SUHU DAN  
WAKTUKALSINASI DAN SINTER**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains  
pada  
Program Sarjana Jurusan Fisika  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh :

**UTIYA HIKMAH**  
Nrp. 1107 100 003

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir:

**Prof. Dr. Darminto, M.Sc**  
NIP.19600303 198701.1.002

(Pembimbing I)

**Malik Anjelh Baqiya, M.Si**  
NIP.19821020 200812.1.003

(Pembimbing II)



**SURABAYA, JULI 2011**

**NANOKRISTALISASI SUPERKONDUKTOR  
(Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> DENGAN METODE  
PENCAMPURAN BASAH DENGAN VARIASI SUHU DAN  
WAKTU KALSINASI DAN SINTER**

**Nama** : Utiya Hikmah  
**Nrp** : 1107100003  
**Pembimbing** : 1. Prof.Dr. Darminto, M.Sc  
2. Malik Anjelh Baqiya, M.Si

**ABSTRAK**

Telah dilakukan sintesis nanokristalin superkonduktor Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> dan (Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> dengan menggunakan metode pencampuran basah dan menggunakan larutan HNO<sub>3</sub> sebagai pelarut. Hasil sintesis tersebut *dikalsinasi* dengan variasi suhu 760°C selama 4 jam dan 5 jam, 790°C selama 1 jam dan 2 jam dan 800°C selama 1 jam dan 2 jam. Selanjutnya *disinter* pada suhu 820°C selama 1-3 jam. Selain itu juga dilakukan variasi suhu *sintering* yaitu 830°C dan 840°C. Dari hasil uji XRD diketahui telah terbentuk fasa Bi-2212 dengan ukuran kristal ~84,6 nm dan fraksi volume 71,2% sedangkan (Bi,Pb)2212 dengan suhu *kalsinasi* 760°C selama 4 jam, 790°C selama 1 jam dan 2 jam, 800°C selama 2 jam dan suhu sinter 820°C selama 1-2 jam menghasilkan ukuran kristal ~76,3 nm dan fraksi volume 77% .

**Kata Kunci** : Superkonduktor, (Bi,Pb)-2212, pencampuran basah

**NANOCRYSTALLINE SUPERCONDUCTOR  
Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> WITH WET MIXING METHODS WITH  
VARIOUS TEMPERATURE AND HOLDING TIME OF  
CALCINATION AND SINTERING**

**Name** : Utiya Hikmah  
**Nrp** : 1107100003  
**Advisor Lecturer** : 1. Prof.Dr. Darminto, M.Sc  
2. Malik Anjelh Baqiya, M.Si

**ABSTRACT**

Synthesis of nanocrystalline undoped and Pb doped Bi-2212 superconductors were carried out using wet mixing method with HNO<sub>3</sub>. Starting material were calcinated at various temperature, 760°C for 4 hours and 5 hours, 790°C for 1 hour and 2 hours, 800°C for 1 hours and 2 hours. Futher sintering at 820°C with various time from 1 until 3 hours was conducted. The samples were characterized by X-ray diffraction (XRD). Final result shows that undoped Bi-2212 sample has crystal size with maximum value ~ 84,6 nm (sintered for 1 until 3 hours) and 71,2% volume fraction, and Pb doped Bi-2212 sample has crystal size with maximum value~ 76,3 nm (sintered 1 until 2 hours) and 77% volume fraction .

**Keyword** : Superconductor, (Bi,Pb)2212, wet mixing

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah SWT atas limpahan kasih sayang-Nya. Sholawat serta salam semoga senantiasa tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW. Hanya dengan karunia-Nya, penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir yang berjudul:

### NANOKRISTALISASI SUPERKONDUKTOR



### DENGAN METODE PENCAMPURAN BASAH DENGAN VARIASI SUHU DAN WAKTU KALSINASI DAN SINTER

Dengan terselesaikannya Tugas Akhir ini, penulis masih menyadari banyak kelemahan dan kekurangan di dalamnya. Seiring dengan ucap syukur, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ayah, ibu, paman serta segenap keluarga tercinta atas segala perhatian, semangat, do'a dan dukungan baik secara material maupun spiritual.
2. Bapak Prof. Dr. Darminto, M.Sc dan Bapak Malik Anjelh Baqiya M.Si selaku dosen pembimbing atas semangat, bimbingan, motivasi, dan masukan serta kesabarannya.
3. Bapak Drs. Heny Faisal, M.Si selaku ketua Jurusan Fisika, atas bantuan dan kebijakannya, semoga bermanfaat bagi kita semua.
4. Bapak Suminar Pratapa M.Sc selaku dosen wali, atas arahan, kritik, saran, dan bantuan selama ini.
5. Segenap Staf pengajar dan karyawan di Jurusan Fisika, atas didikan, arahan, dan motivasi.
6. Bapak Aqida di RC ITS, atas bantuannya selama uji XRD, Pak sholeh, yang telah menyiapkan bahan dan peralatan selama percobaan.
7. Teman-teman yang telah membantu selama proses percobaan, khususnya fifa, mas fajar, ayu, rina, linda, ninis, pras, mas herman, dan mbak chalim.
8. Teman-teman vektor yang telah berbagi tawa bersama khususnya yulia, aidha, fitri, najikh, wira, aghesti, ari.

Trimakasih atas keceriaan bersama yang telah dibagi, semoga kebersamaan ini akan terus berlanjut untuk selamanya.

9. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu, yang telah membantu dalam penelitian dan penyusunan Tugas Akhir ini.

Terimakasih atas semua kebaikan ini dan hanya Allah sajalah yang patut membalasnya. Kesempurnaan hanya milik Allah semata, sehingga dengan segala keterbatasan semoga karya ini dapat bermanfaat bagi kita semua. Amiin.

Surabaya, Juli 2011

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>Halaman Judul</b>	<b>i</b>
<b>Lembar Pengesahan</b>	<b>iii</b>
<b>Abstrak</b>	<b>iv</b>
<b>Kata Pengantar</b>	<b>vi</b>
<b>Daftar Isi</b>	<b>viii</b>
<b>Daftar Gambar</b>	<b>x</b>
<b>Daftar Tabel</b>	<b>xii</b>
<b>BAB 1 PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Tugas Akhir	2
1.5 Metodologi Penulisan	3
1.6 Manfaat Kegiatan Tugas Akhir	4
<b>BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Superkonduktor Suhu Kritis Tinggi (SKST)	5
2.2 Superkonduktor Bi-2212 dan (Bi,Pb) 2212	7
2.3 Ferromagnetisme pada Bahan Nanokristalin Superkonduktor	11
2.4 Metode Pencampuran Basah	13
<b>BAB 3 METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Peralatan dan Bahan	15
3.1.1 Peralatan	15
3.1.2 Bahan	15
3.2 Prosedur Kerja	15
3.2.1 Sintesis superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ dengan metode pencampuran basah	15
3.2.2 Karakterisasi Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212	17

<b>BAB 4 ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Identifikasi Fasa	19
4.2 Fraksi Volume	30
4.3 Ukuran Kristal	32
4.3.1 Analisis Rietveld Menggunakan Software Rietica	33
4.3.2 Analisis Rietveld Menggunakan Software MAUD	34
4.3.3 Program fityk	37
<b>BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan	43
5.2 Saran	43
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	45
<b>BIODATA PENULIS</b>	49
<b>LAMPIRAN A</b>	51
<b>LAMPIRAN B</b>	55
<b>LAMPIRAN C</b>	61
<b>LAMPIRAN D</b>	71
<b>LAMPIRAN E</b>	73

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Diagram alir metode penulisan penelitian	12
Gambar 2.1	Perkembangan penemuan superkonduktor, H. K. Onnes	13
Gambar 2.2	Skema diagram $H_c$ terhadap $T$ untuk superkonduktor tipe-II	13
Gambar 2.3	Struktur Kristal Superkonduktor Bi-2212	14
Gambar 2.4	Grafik hubungan antara temperature dan resistivitas beserta grafik turunan dari resistivitas $V_s$ temperature dari sampel	15
Gambar 2.5	Pola difraksi dari sampel yang telah dianneling selama 8 menit pada temperature $850^{\circ}\text{C}$	15
Gambar 2.6	Gambar SEM dari permukaan sampel glass-ceramic yang telah dianneling pada suhu $850^{\circ}\text{C}$ selama 8 menit	16
Gambar 2.7	Grafik $M(H)$ nanopartikel YBCO pada suhu 300K dan 91 K	16
Gambar 3.1	Kurva proses sintering superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$	37
Gambar 3.2	Skema sintesis dan karakterisasi bahan superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$	39
Gambar 4.1.1	Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi $760^{\circ}\text{C}$ selama 4 jam	40
Gambar 4.1.2	Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi $760^{\circ}\text{C}$ selama 5 jam	40
Gambar 4.1.4	Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi $790^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam	40
Gambar 4.1.5	Pola difraksi Bi-2212 dengan	



	suhu kalsinasi 790°C selama 2 jam	41
Gambar 4.1.6	Pola difraksi Bi-2212 dengan Suhu kalsinasi 800°C selama 1 jam	41
Gambar 4.1.7	Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 800°C selama 2 jam	42
Gambar 4.1.8	Pola difraksi (Bi,Pb) 2212 dengan suhu kalsinasi 760°C selama 4 jam	42
Gambar 4.1.9	Pola difraksi (Bi,Pb) 2212 dengan suhu kalsinasi 790°C selama 1 jam	43
Gambar 4.1.10	Pola difraksi (Bi,Pb) 2212 dengan suhu kalsinasi 790°C selama 2 jam	43
Gambar 4.1.11	Pola difraksi (Bi,Pb) 2212 dengan suhu kalsinasi 800°C selama 2 jam	43
Gambar 4.1.12	Pola difraksi Bi 2212 dengan suhu kalsinasi 760°C selama 5 jam dan variasi suhu sinter	44
Gambar 4.1.13	Pola difraksi Bi 2212 dengan suhu kalsinasi 790°C selama 2 jam dan variasi suhu sinter	44
Gambar 4.1.14	Pola difraksi Bi 2212 dengan suhu kalsinasi 800°C selama 2 jam dan variasi suhu sinter	50
Gambar 4.3.1	Hasil refinement dengan menggunakan Rietica	51
Gambar 4.3.2	Hasil refinement menggunakan software MAUD	52
Gambar 4.3.3	Grafik distribusi ukuran partikel	52
Gambar 4.3.1	Mencari nilai FWHM dengan program fityk	53

## DAFTAR TABEL

Table 4.2.1	Hasil Perhitungan Fraksi Volume Bi-2212	30
Table 4.2.2	Hasil Perhitungan Fraksi Volume (Bi,Pb) 2212	31
Table 4.2.3	Fraksi Volume Bi-2212 Variasi Suhu Sinter	32
Table 4.3.1	Data ukuran kristal $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ hasil Refinement dengan menggunakan software MAUD	36
Table 4.3.2	Data ukuran kristal $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ hasil Refinement dengan menggunakan software MAUD	41

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Sejak ditemukannya material superkonduktor oleh H.K Onnes pada tahun 1911, terus dilakukan penelitian tentang bahan superkonduktor. Dengan harapan mendapatkan material superkonduktor dengan sifat-sifat karakteristik yang lebih baik. Kemudian pada tahun 1988 ditemukan superkonduktor kuprat (CuO) berbasis Bi, yaitu Bi-Sr-Ca-Cu-O dengan suhu kritis 100 K. Superkonduktor sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O merupakan bahan superkonduktor suhu kritis tinggi (SKST) karena suhu kritisnya yang relatif tinggi (Darminto, 2009).

Superkonduktor BSCCO berfase  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  (Bi-2212) merupakan bahan superkonduktif yang memiliki suhu kritis ( $T_c$ ) sekitar 80 K. Senyawa ini mudah membentuk fase senyawa dalam padatan polikristal dan tersedia metoda yang tepat dalam menumbuhkan kristal tunggal. Oleh karena itu, senyawa Bi-2212 banyak dijadikan model studi untuk superkonduktor berbasis Bismuth (Darminto, 2002).

Ada beberapa metode dalam sintesis kristal superkonduktor Bi-2212, diantaranya adalah metode kopresipitasi dan metode pencampuran basah (Rahmawati, 2009). Dari metode pencampuran basah ini telah dihasilkan serbuk Bi-2212 dengan ukuran  $\sim 107$  nm dengan proses sintering selama 6 jam. Dalam penelitian ini akan dilakukan variasi suhu kalsinasi untuk mengetahui pertumbuhan fasa Bi-2212. Dengan upaya ini diharapkan akan diperoleh material nanokristal superkonduktor Bi-2212 dengan sifat ukuran kristal yang lebih kecil dan fraksi volume lebih besar.

## 1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan yang diangkat dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana proses sintesis bahan superkonduktor Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212 nanokristalin dengan menggunakan metode pencampuran basah
2. Bagaimana pengaruh penambahan Pb terhadap Bi-2212
3. Bagaimana pengaruh terhadap pembentukan fasa Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212 tanpa proses pengeringan pada suhu 400°C, 500°C dan 600°C masing-masing selama 1 jam
4. Bagaimana ukuran kristal dan kemurnian fasa Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212 yang terbentuk

## 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini antara lain :

1. Suhu kalsinasi untuk Bi-2212 adalah 760°C 4 dan 5 jam, 790°C 1 dan 2 jam, 800°C 1 dan 2 jam
2. Suhu Kalsinasi untuk (Bi-Pb)2212 adalah 760°C 4 jam, 790°C 1 dan 2 jam, 800°C 1 jam
3. Suhu sintering 820°C, untuk Bi-2212 suhu sinter divariasi 830°C dan 840°C untuk sampel dengan suhu kalsinasi 760°C selama 5 jam, 790°C selama 2 jam dan 800°C selama 2 jam
4. Menggunakan difraksi sinar-X untuk memperoleh pola difraksi
5. Analisis kuantitatif dilakukan dengan menggunakan metode searchmatch, fityk

## 1.4 Tujuan Tugas Akhir

Tujuan dari penelitian ini antara lain adalah :

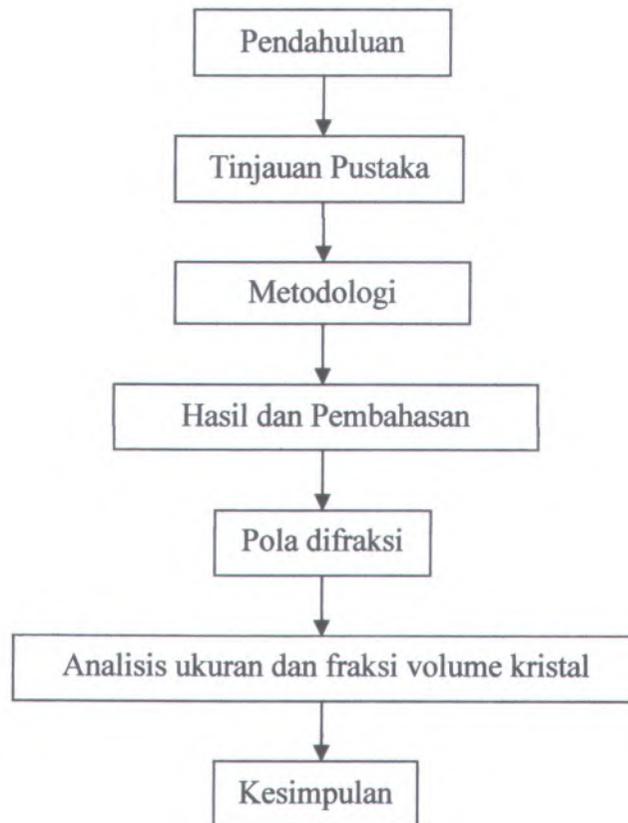
1. Mensintesis bahan superkonduktor Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212 dengan metode pencampuran basah
2. Mengetahui pengaruh terhadap pembentukan fasa Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212 tanpa proses pre-kalsinasi pada

suhu 400°C, 500°C dan 600°C masing-masing selama 1 jam dan pengaruh penambahan Pb terhadap Bi-2212

3. Memperoleh ukuran kristal  $\leq 150$  nm

### 1.5 Metodologi Penulisan

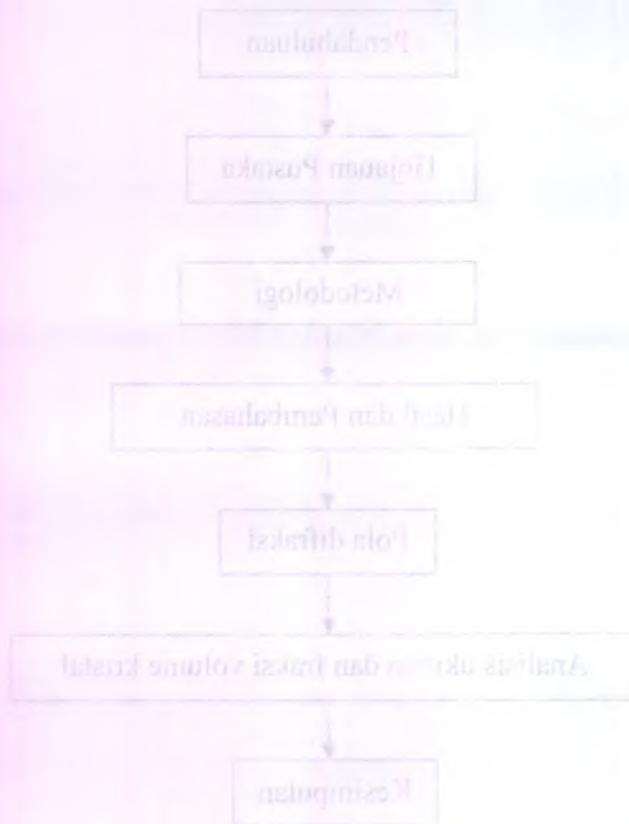
Metode penulisan dalam penelitian ini dapat dilihat dalam diagram alir berikut :



Gambar 1.1 Diagram alir metode penulisan penelitian

### 1.6 Manfaat Kegiatan Tugas Akhir

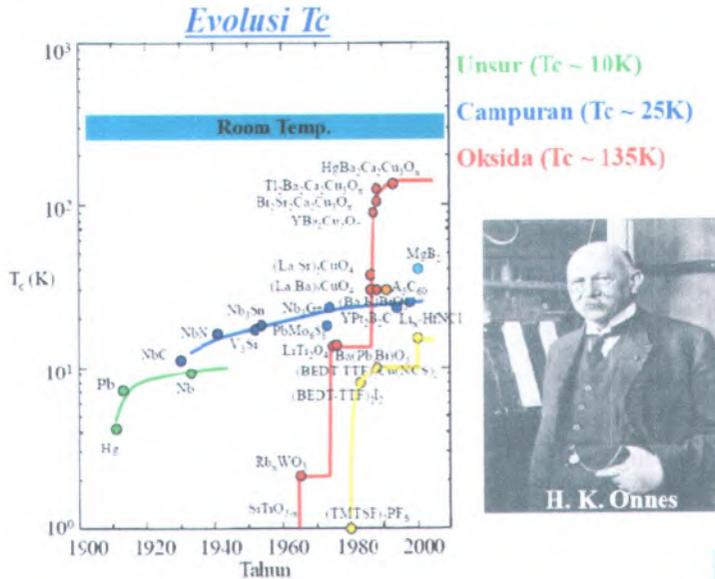
Manfaat dari penelitian ini adalah meningkatkan pengetahuan dalam hal sintesis superkonduktor dan menghasilkan metode yang efisien dalam sintesis superkonduktor dengan ukuran kristal  $\leq 150$  nm.



## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

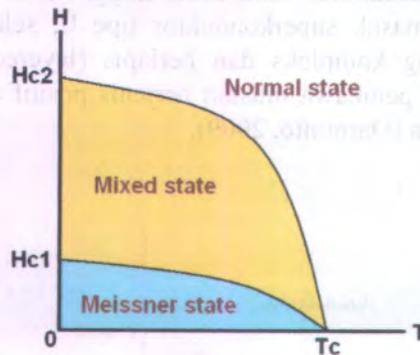
### 2.1 Superkonduktor Suhu Kritis Tinggi (SKST)

Pada tahun 1988 telah ditemukan superkonduktor kuprat (Cu-O) berbasis Bi dan Tl, yakni Bi-Sr-Ca-Cu-O dan Tl-Ba-Ca-Cu-O dengan suhu kritis ( $T_c$ ) berturut-turut 100 K dan 125 K. Superkonduktor dengan nilai  $T_c$  tinggi sering disebut sebagai superkonduktor suhu kritis tinggi (SKST). Material SKST ini termasuk superkonduktor tipe II, selain struktur kristalnya yang kompleks dan berlapis (layered structure) juga memiliki pembawa muatan berjenis positif atau lubang (holes) berbeda (Darminto, 2009).



Gambar 2.1 Perkembangan penemuan superkonduktor, H. K. Onnes, penemu gejala superkonduktivitas (kiri).

Superkonduktor suhu kritis 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  $\text{CuO}_2$  (kuprat) yang mendominasi struktur kristalnya. Sebagai superkonduktor yang termasuk dalam tipe-II, keberadaan daerah mixed state menjadi pembeda SKST dengan superkonduktor konvensional. Arus kritis pada SKST bergantung pada medan magnetnya (Cyrot, 1992).



Gambar 2.2 Skema diagram  $H_c$  terhadap  $T$  untuk superkonduktor tipe-II

Kuprat yang didoping dengan hole kemudian didinginkan, maka akan menjadi superkonduktif (Widodo, 2009). Suhu kritis kuprat dengan lapisan ganda  $\text{CuO}_2$  per sel satuan selalu besar daripada lapisan kuprat tunggal, dan kuprat dengan tiga lapis  $\text{CuO}_2$  memiliki  $T_c$  lebih tinggi dibanding lapisan ganda. Struktur Kristal kuprat merupakan tipe perovskite dan memiliki anisotropi yang cukup tinggi. Oksida-kuper perovskite struktur sederhana merupakan

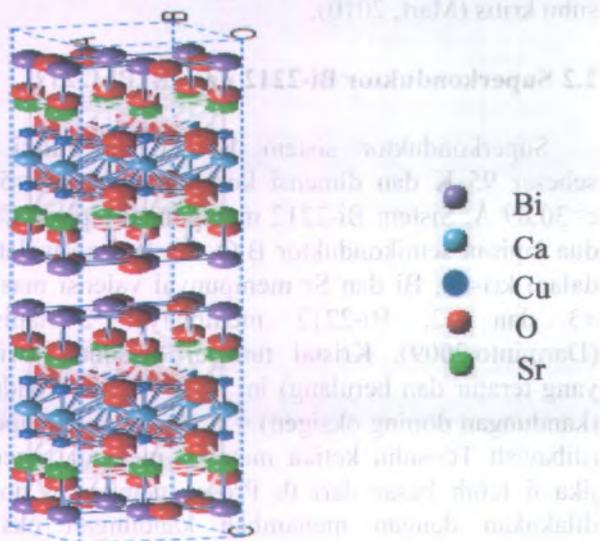
isolator. Untuk menjadi superkonduktif harus didopping dengan pembawa muatan. Efek dopping memiliki pengaruh paling besar pada sifat superkonduktif, karena pembawa muatan dalam bidang kuprat  $\text{CuO}_2$  menyebabkan kisinya menjadi tidak stabil, khususnya dalam suhu rendah. Superkonduktif dalam kuprat terjadi pada bidang oksida-kuper, parameter struktur bidang  $\text{CuO}_2$  berpengaruh terhadap suhu kritis (Mart, 2010).

## 2.2 Superkonduktor Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212

Superkonduktor sistem Bi-2212 memiliki harga  $T_c$  sebesar 95 K dan dimensi konstanta kisi  $a=b \approx 5,4 \text{ \AA}$  dan  $c \approx 30,89 \text{ \AA}$ . Sistem Bi-2212 mempunyai lapisan  $\text{CuO}_2$  ganda, dua lapisan semikonduktor BiO dan lapisan isolator SrO. Di dalam kristal, Bi dan Sr mempunyai valensi masing-masing +3 dan +2. Bi-2212 mempunyai 2 lapisan  $\text{CuO}_2$  (Darminto, 2009). Kristal tunggal (susunan kisi-kisi atom yang teratur dan berulang) ini tidak bersifat konduktif jika  $\delta$  (kandungan doping oksigen) = 0, dan bersifat superkonduktif (dibawah  $T_c$ ~suhu ketika material menjadi superkonduktif) jika  $\delta$  lebih besar dari 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-keadaan elektron-elektron pada bidang kuprat sehingga mengakibatkan ketidakseimbangan elektronik (Rahmawati, 2009).

Untuk menjaga kesetimbangan muatan, elektron akan berpindah dari bidang kuprat sehingga menyisakan lubang (hole), dan menimbulkan mobilitas pembawa muatan. Pada suhu dibawah  $T_c$ , peristiwa ini disertai pembentukan pasangan Cooper yang memunculkan gejala superkonduktivitas. Dari sini dapat dipahami bahwa konduktivitas "pembawa muatan" dari "reservoir" ke dalam

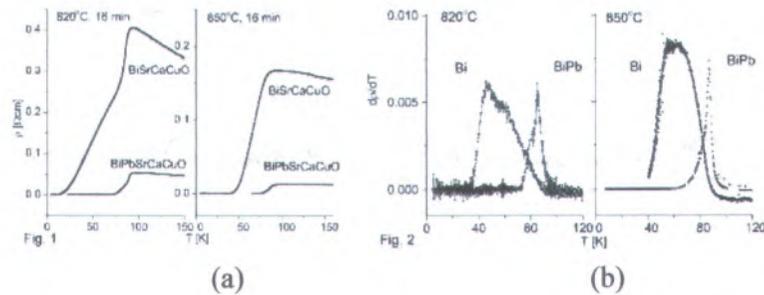
bidang  $\text{CuO}_2$  secara bertahap akan menaikkan konduktivitas dalam bidang ab. Konduktivitas bidang kuprat meningkat dengan penambahan pembawa muatan sehingga superkonduktivitasnya akan meningkat. Setelah mencapai batas tertentu (penambahan doping telah optimal), konduktivitasnya akan menurun, hingga akhirnya hilang, demikian pula suhu kritisnya (Purwanda, 2005).



**Gambar 2.3 Struktur kristal superkonduktor Bi-2212**

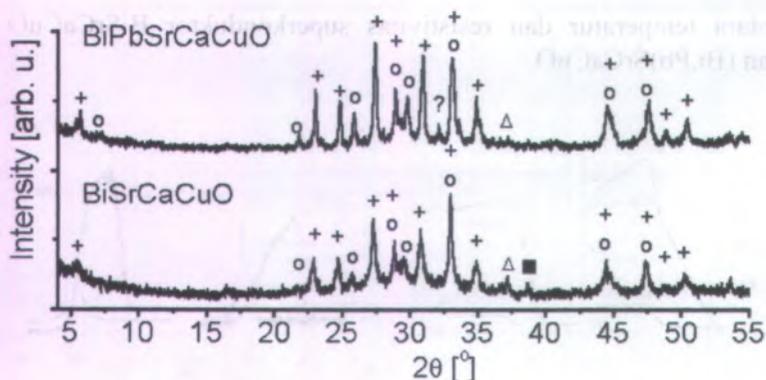
Superkonduktor  $\text{BiSrCaCuO}$  memiliki karakteristik suhu kritis yang lebih rendah dibanding  $(\text{Bi,Pb})\text{SrCaCuO}$ . Suhu transisi dari  $\text{BiSrCaCuO}$  adalah 61 K- 65 K (annealing  $820^\circ$  dan  $850^\circ\text{C}$ ), sedangkan untuk  $(\text{Bi,Pb})\text{SrCaCuO}$  adalah 86 K. Namun superkonduktor  $\text{BiSrCaCuO}$  memiliki resistivitas yang lebih besar dan nilai koefisien temperturnya juga lebih tinggi dibanding  $(\text{Bi,Pb})\text{SrCaCuO}$ . Suhu superkonduktor bergantung pada kekuatan bentuk granularitas dari bahan. Berikut grafik

antara temperatur dan resistivitas superkonduktor BiSrCaCuO dan (Bi,Pb)SrCaCuO.



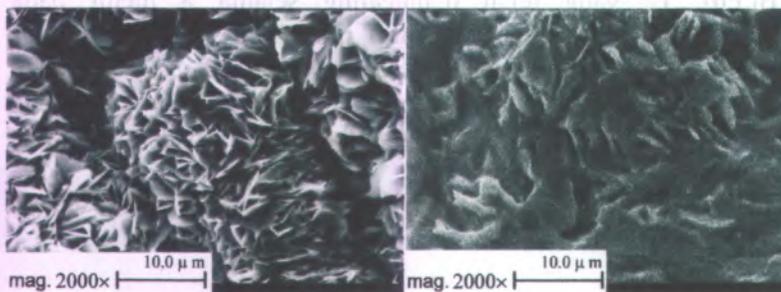
Gambar 2.4 (a) Grafik hubungan antara temperatur dan resistivitas pada sampel setelah proses anil 820°C dan 850°C selama 16 menit, (b) Grafik turunan dari resistivitas Vs temperatur dari sampel setelah diannealing selama 8 menit pada 820°C dan 850°C (Miller, 2005).

Gambar 2.5 adalah pola difraksi dari Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212 yang telah diannealing selama 8 menit pada temperatur 850°C. Terlihat bahwa jumlah fasa superkonduktor 2212 yang terbentuk sama besarnya antara BiSrCaCuO dan BiPbSrCaCuO. Namun, daerah dengan fase amorf pada BiSrCaCuO lebih luas dibanding BiPbSrCaCuO (pada teta 20 dan 40).



Gambar 2.5 Pola difraksi dari sampel yang telah diannealing selama 8 menit pada temperatur  $850^{\circ}\text{C}$ . Fasa 2201 (o), fasa 2212 (+), CuO (■), CaO (▲), tak terdefinisi (?) (Miller, 2005).

Dibawah ini adalah gambar SEM dari kedua sampel, kristalinitas pada fase 2212 lebih kecil dengan jumlah batas butir yang banyak. Dan terdapat fasa amorf diantara daerah batas butir tersebut yang menjadikan jaringan antar butir menjadi lemah.

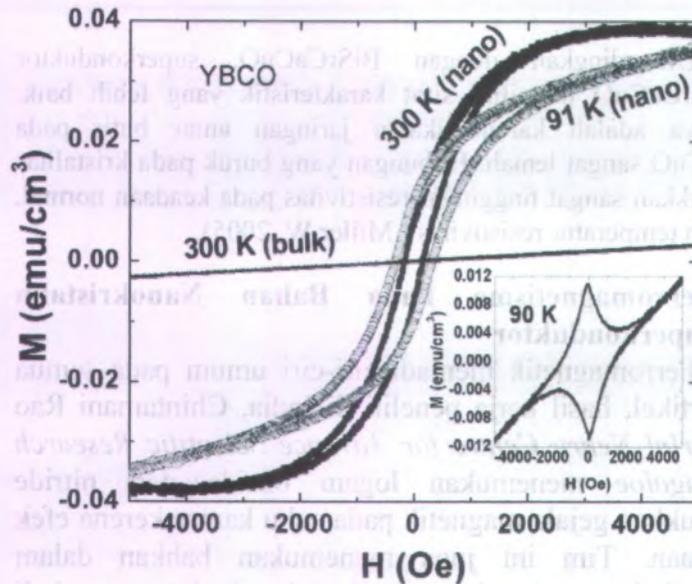


Gambar 2.6 Gambar SEM dari permukaan sampel glass-ceramic yang telah diannealing pada suhu  $850^{\circ}\text{C}$  selama 8menit, BiSrCaCuO (kiri), BiPbSrCaCuO (kanan) (Miller, 2005).

Dibandingkan dengan BiSrCaCuO, superkonduktor (Bi,Pb)SrCaCuO memiliki sifat karakteristik yang lebih baik. Alasannya adalah karena ikatan jaringan antar butir pada BiSrCaCuO sangat lemah. Hubungan yang buruk pada kristalinitas menunjukkan sangat tingginya resistivitas pada keadaan normal, koefisien temperatur resistivitas ( Miller W, 2005).

### **2.3 Ferromagnetisme Pada Bahan Nanokristalin Superkonduktor**

Ferromagnetik menjadi ciri-ciri umum pada semua nanopartikel, hasil kerja peneliti di India, Chintamani Rao *Jawaharlal Nehru Centre for Advance Scientific Research in Bangaloe* menemukan logam oksida dari nitride menunjukkan gejala magnetik pada suhu kamar kerana 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, termasi cerium-oksida dan aluminium oksida yang menunjukkan hysteresis magnetik pada suhu ruang. 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 hysteresis magnetik dari sampel tadi dengan magnetometer. Hasilnya nanopartikel yang kecil pada suhu ruang menunjukkan gejala magnetik permukaan. Grup ini juga meneliti pada superkonduktor Yttrium Barium Copper Oksida (YBCO) yang menunjukkan pada suhu ruang dengan hysteresis pada Gambar 2.7.



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

Pada Gambar 2.6 nanopartikel YBCO pada suhu ruang 300K menunjukkan kurva hysteresis dengan koersivitas -200 Oe, yang khas bagi bahan ferromagnetik. Observasi ini sesuai dengan prediksi bahwa semua nanopartikel oksida menunjukkan ferromagnetik. Asal ferromagnetic ini karena munculnya momen magnetik dari kekosongan oksigen pada permukaan partikel. Sedangkan YBCO bulk pada suhu ruang menunjukkan perilaku paramagnetik. Hasil ini semakin menguatkan ferromagnetik pada permukaan nanopartikel oksida. Hal ini semakin menarik dengan adanya ferromagnetik permukaan dalam superkonduktor nanopartikel. Untuk tujuan ini diukur transisi  $M(H)$  pada suhu 91K, hysteresisferromagnetik masih

ada dengan peningkatan koersivitas 300 Oe. Kemudian pada suhu 90 K ditunjukkan pada inset Gambar 2.6 perilaku superkonduktor lebih baik daripada ferromagnetik. Dalam realnya hal ini sulit menjaga ferromagnetik di bawah suhu kritis dari pengukuran magnetisasi (Rao dkk, 2007).

#### **2.4 Metode Pencampuran Basah**

Metode ini pada dasarnya melarutkan sampel serbuk dalam larutan asam seperti  $\text{HNO}_3$ . Kemudian dilakukan pemanasan sampai pelarut mencapai titik didih dan didapatkan endapan/kerak. Setelah itu dilakukan pengeringan pada suhu  $400^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$  dan  $600^\circ\text{C}$  selama satu jam dan kalsinasi  $780^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Selanjutnya bahan dilakukan proses sintering pada suhu  $825^\circ\text{C}$  selama  $\pm 3$  jam. Hasil dari proses pencampuran basah ini berupa material dengan ukuran partikel yang relatif kecil dengan tanpa memerlukan pemanasan yang relatif lama (Rahmawati, 2009).



## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Peralatan dan Bahan

#### 3.1.1 Peralatan

Peralatan yang dipakai dalam eksperimen ini antara lain adalah gelas beker, gelas ukur, pipet, timbangan digital, tissue, thermometer, crucible, mortar, oven untuk pengeringan, furnace sebagai alat pemanas dan pengaduk magnetik (hot plate dan magnetik stirrer). Untuk karakterisasi fasa dipakai difraktometer sinar-X (XRD).

#### 3.1.2 Bahan

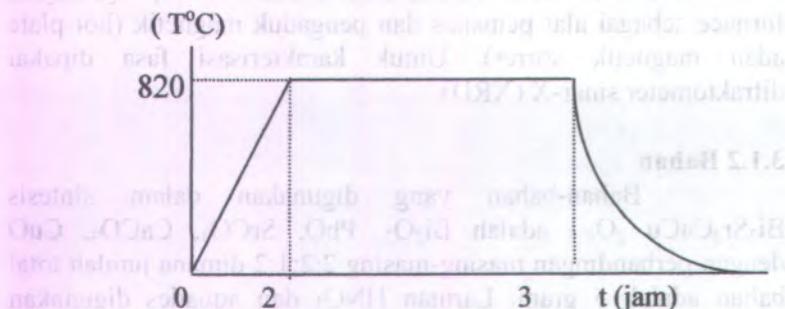
Bahan-bahan yang digunakan dalam sintesis  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  adalah  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CuO}$  dengan perbandingan masing-masing 2:2:1:2 dimana jumlah total bahan adalah 5 gram. Larutan  $\text{HNO}_3$  dan aquades digunakan sebagai pelarut.

### 3.2 Prosedur Kerja

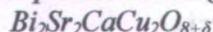
#### 3.2.1 Sintesis superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ dengan metode pencampuran basah

1. Bahan dasar  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CuO}$  masing-masing dilarutkan dengan  $\text{HNO}_3$  dan aquades sambil diaduk dengan menggunakan magnetic stirrer dengan suhu  $\pm 75^\circ\text{C}$  selama 30 menit.
2. Selanjutnya masing-masing bahan yang telah dicampur dengan  $\text{HNO}_3$  dan aquades dijadikan satu dan dilakukan pengadukan kembali dengan magnetic stirrer pada suhu  $\pm 100^\circ\text{C}$  sampai larutan tersebut homogen dan terbentuk endapan biru.
3. Endapan yang dihasilkan selanjutnya dikeringkan (di oven) pada suhu  $150^\circ\text{C}$ - $200^\circ\text{C}$  sampai membentuk kerak biru.

4. Kemudian dilakukan penggerusan dengan menggunakan mortar agar mendapat campuran yang homogen dan lebih halus.
5. Selanjutnya dilakukan kalsinasi pada suhu 760°C selama 4 dan 5 jam, 790°C selama 1 dan 2 jam, 800°C selama 1 dan 2 jam
6. Kemudian dilakukan proses sintering pada suhu 820°C dengan variasi suhu 1-3 jam untuk masing-masing sampel yang telah dikalsinasi



Gambar 3.1 Kurva proses sintering superkonduktor



Proses sintesis untuk  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  sama dengan proses di atas, komposisinya adalah  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ . Bahan dasar yang digunakan adalah  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CuO}$  dengan perbandingan 2:2:1:2 ( $(\text{Bi,Pb})2212$ ). Untuk  $(\text{Bi,Pb})2212$  kalsinasi yang dilakukan hanya pada suhu 760°C selama 4 jam, 790°C selama 1 dan 2 jam, 800°C selama 1 jam.

### 3.2.2 Karakterisasi Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212

Untuk mengetahui pola difraksi dari sampel yang telah disintesis maka dilakukan uji difraksi sinar-X (uji XRD). Selanjutnya pola difraksi yang telah diperoleh dianalisis dengan menggunakan Graphics Identify untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang muncul pada sampel (search match). Untuk mengetahui ukuran kristal dari sampel menggunakan program fityk untuk mengetahui nilai FWHM dari masing-masing puncak. Selanjutnya dilakukan perhitungan sesuai dengan persamaan Debye-Scherrer, yaitu :

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{(FWHM_{sm} - FWHM_{st}) \cdot \cos \theta}$$

Keterangan :

D = Ukuran kristal terkoreksi

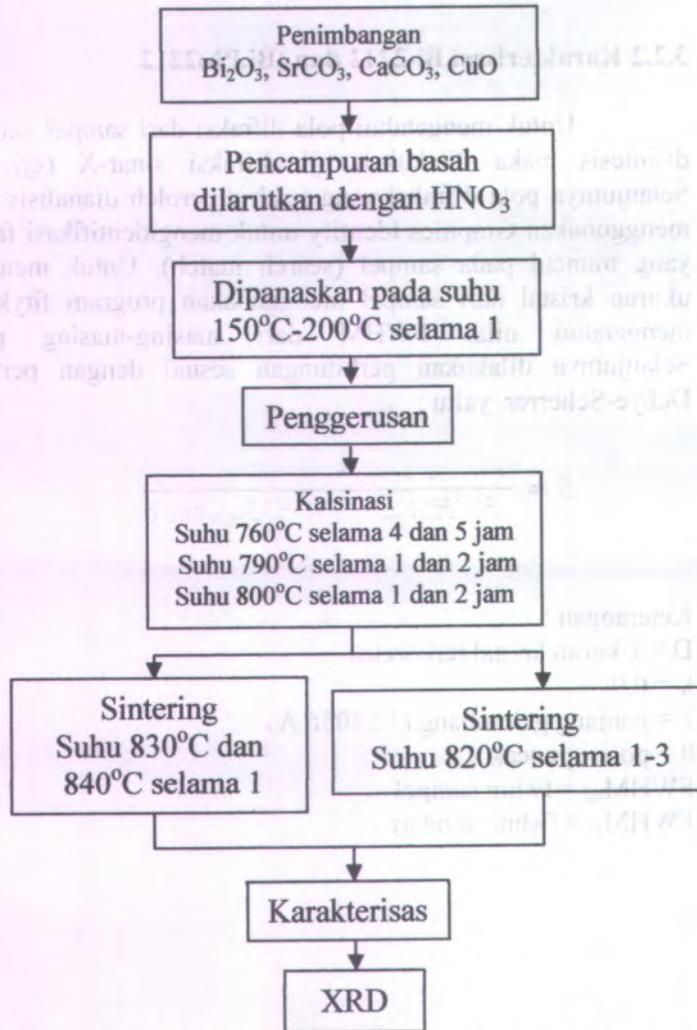
k = 0.9

$\lambda$  = panjang gelombang (1.54056 Å)

$\theta$  = posisi puncak

$FWHM_{sm}$  = fwhm sampel

$FWHM_{st}$  = fwhm standart

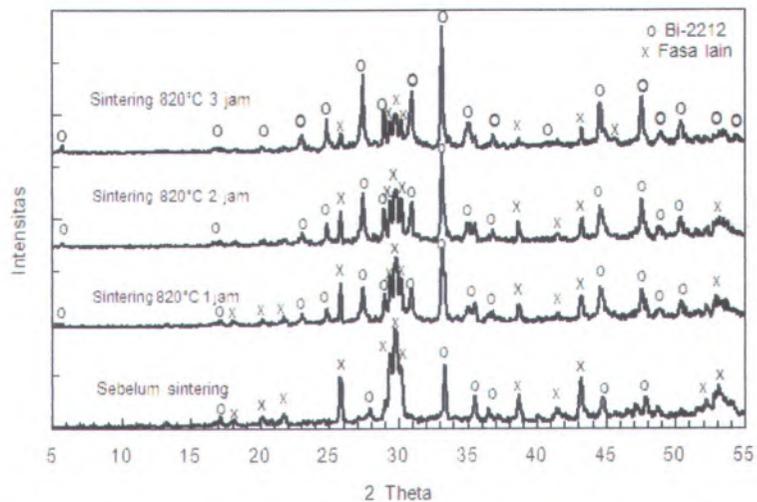
**SKEMA PENELITIAN**

Gambar 3.2 Skema sintesis dan karakterisasi bahan superkonduktor  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$

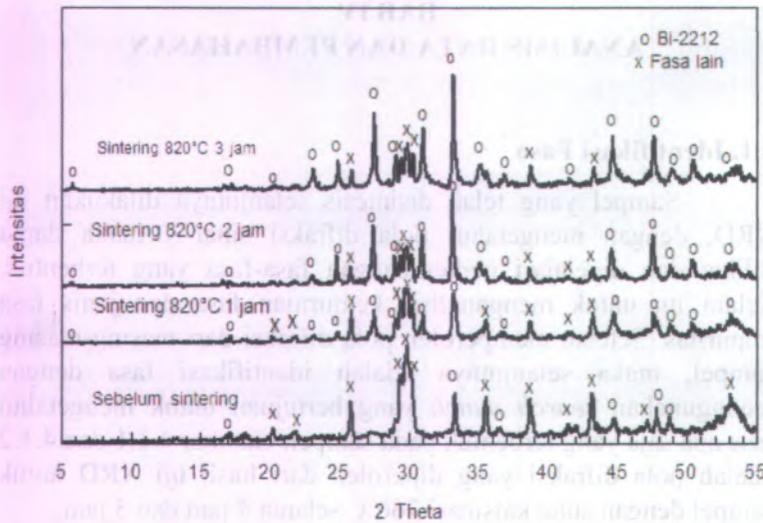
## BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

### 4.1. Identifikasi Fasa

Sampel yang telah disintesis selanjutnya dilakukan uji XRD, dengan mengetahui pola difraksi sinar-X maka dapat dilihat dan dipelajari perkembangan fasa-fasa yang terbentuk. Selain itu untuk menganalisis kemurnian fasa dan jenis fasa impuritas. Setelah memperoleh pola difraksi dari masing-masing sampel, maka selanjutnya adalah identifikasi fasa dengan menggunakan *search match* yang bertujuan untuk mengetahui fase apa saja yang terbentuk pada sampel. Gambar 4.1.1 dan 4.1.2 adalah pola difraksi yang diperoleh dari hasil uji XRD untuk sampel dengan suhu kalsinasi 760°C selama 4 jam dan 5 jam.



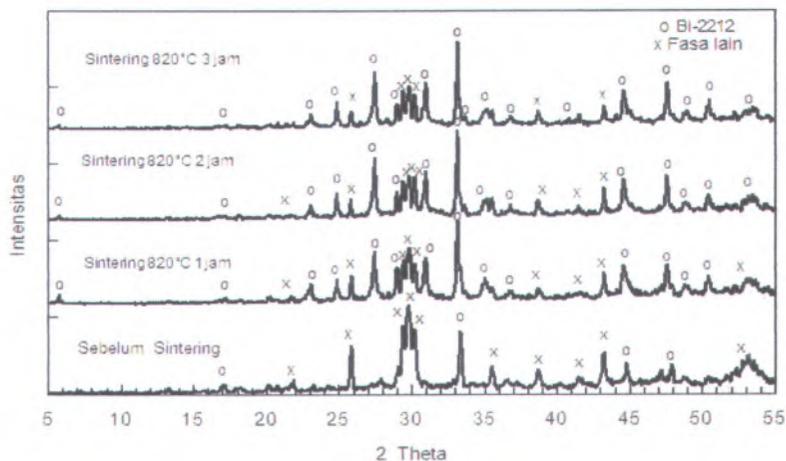
Gambar 4.1.1 Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 760°C selama 4 jam



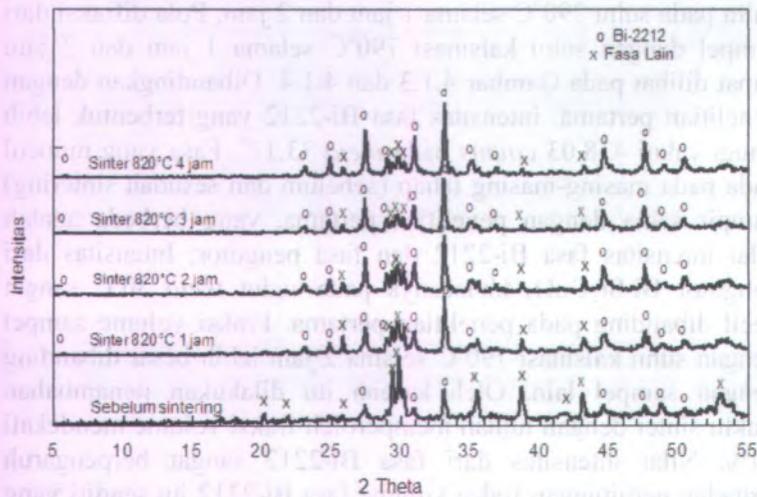
Gambar 4.1.2 Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi  $760^{\circ}\text{C}$  selama 5 jam

Pada Gambar 4.1.1 dan 4.1.2 diperlihatkan pola difraksi sampel setelah dikalsinasi (sebelum *sintering*) pada suhu  $760^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam dan 5 jam. Masih sedikit dari fase Bi-2212 yang telah terbentuk. Fasa yang dominan adalah  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_x$  dengan nomor PDF 39-0283, intensitas tertinggi terletak pada  $\theta$   $29,8^{\circ}$ . Fasa lain yang muncul setelah proses kalsinasi adalah  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_{7,24}$ ,  $\text{Bi}_{2,125}\text{Sr}_{1,8}\text{Cu}_{1,03}\text{O}_z$ ,  $\text{Bi}_{2,2}\text{Sr}_{1,8}\text{CuO}_{6,1}$ ,  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{CuO}$ . Namun setelah dilakukan *sintering* pada suhu  $820^{\circ}\text{C}$  selama satu jam, fasa Bi-2212 mulai banyak yang muncul, yakni dengan intensitas tertinggi pada  $\theta$   $33,17^{\circ}$ . Fasa Bi-2212 yang tumbuh setelah dilakukan sinter yaitu  $\text{Bi}_{2,1}\text{Sr}_{1,9}\text{CaCu}_2\text{O}_{8,21}$ ,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$  dan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1,5}\text{Ca}_{1,5}\text{Cu}_2\text{O}_8$ . Selain tumbuh fasa Bi-2212, juga masih ada fasa pengotor yaitu  $\text{CaCO}_3$  pada  $\theta$   $43,23^{\circ}$  dan  $\text{CuO}$  pada  $\theta$   $38,75^{\circ}$ . Intensitas pengotor semakin menurun setelah dilakukan sintering, sedangkan intensitas dari fasa Bi-2212 semakin tinggi setelah dilakukan sintering.

Penelitian selanjutnya dilakukan variasi suhu kalsinasi yaitu pada suhu 790°C selama 1 jam dan 2 jam. Pola difraksi dari sampel dengan suhu kalsinasi 790°C selama 1 jam dan 2 jam dapat dilihat pada Gambar 4.1.3 dan 4.1.4. Dibandingkan dengan penelitian pertama, intensitas fasa Bi-2212 yang terbentuk lebih tinggi yakni 438,03 *counts* pada *theta* 33,17°. Fasa yang muncul pada pada masing-masing tahap (sebelum dan sesudah sintering) hampir sama dengan penelitian pertama, yang berbeda adalah nilai intensitas fasa Bi-2212 dan fasa pengotor. Intensitas dari pengotor  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_x$  khususnya pada sudut *theta* 30° sangat kecil dibanding pada penelitian pertama. Fraksi volume sampel dengan suhu kalsinasi 790°C selama 2 jam lebih besar dibanding dengan sampel lain. Oleh karena itu dilakukan penambahan waktu sintier dengan tujuan memperoleh fraksi volume mendekati 90%. Nilai intensitas dari fasa Bi-2212 sangat berpengaruh terhadap perhitungan fraksi volume fasa Bi-2212 itu sendiri yang akan dibahas pada sub bab selanjutnya.



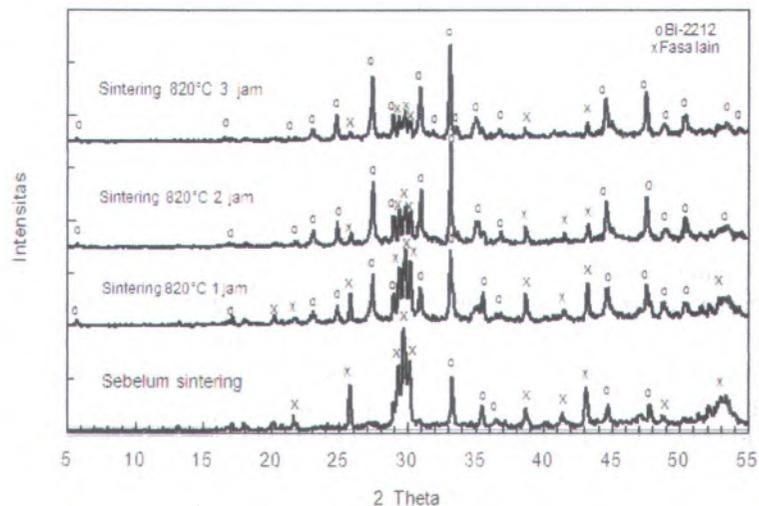
Gambar 4.1.3 Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 790°C selama 1 jam



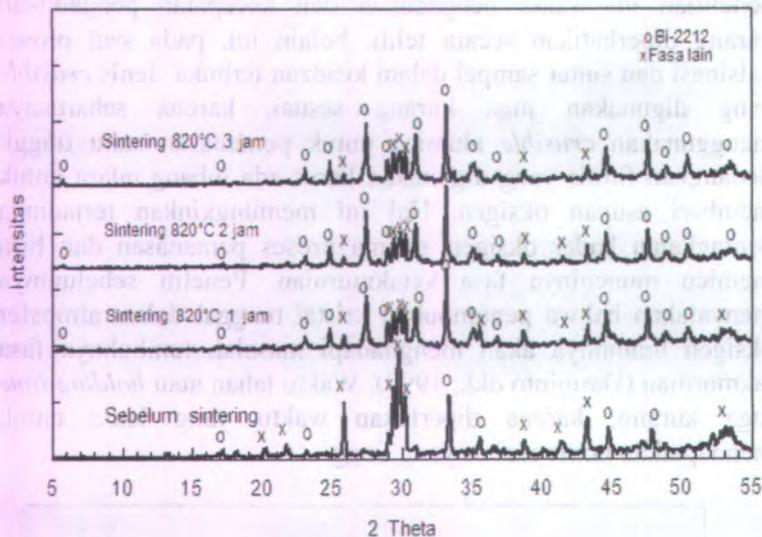
Gambar 4.1.4 Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 790°C selama 2 jam

Variasi suhu kalsinasi yang terakhir untuk sintesis Bi-2212 adalah suhu 800°C selama 1 jam dan 2 jam. Hampir sama dengan sampel sebelumnya, impuritas yang muncul adalah  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_x$ ,  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{CuO}$ . Gambar 4.1.5 dan gambar 4.1.6 memperlihatkan pola difraksi dari Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 800°C selama 1 jam dan 2 jam. Banyaknya impuritas yang terjadi pada sampel sangat besar kemungkinan dipengaruhi oleh proses pada saat pencampuran bahan-bahan yang kurang sempurna. Dimana faktor-faktor yang berpengaruh dalam proses *mixing* atau pencampuran adalah waktu pengadukan, temperatur, kecepatan pengadukan, tipe mixer dan jenis mixing (kering atau basah). Semakin lama waktu pengadukan maka homogenitas dari campuran akan semakin tinggi. Temperatur juga berpengaruh dalam proses pencampuran, adanya kenaikan temperatur akan mempercepat proses pencampuran. Karena pada saat kenaikan

temperatur itulah terjadi transformasi fasa. Sedangkan pada penelitian ini waktu pengadukan dan kecepatan pengadukan kurang diperhatikan secara teliti. Selain itu, pada saat proses kalsinasi dan sinter sampel dalam keadaan terbuka. Jenis *crusible* yang digunakan juga kurang sesuai, karena seharusnya menggunakan *crusible* alumina untuk pemanasan suhu tinggi. Sedangkan furnis yang digunakan harus ada lubang udara untuk memberi asupan oksigen. Hal ini memungkinkan terjadinya peningkatan kadar oksigen selama proses pemanasan dan bisa memicu munculnya fasa ketakmurnian. Peneliti sebelumnya menyatakan bahwa penumbuhan kristal tunggal dalam atmosfer oksigen umumnya akan menghadapi masalah tumbuhnya fasa takmurnian (Darminto dkk, 1999). Waktu tahan atau *holding time* juga kurang, karena diperlukan waktu yang lama untuk mendapatkan homogenitas yang tinggi.

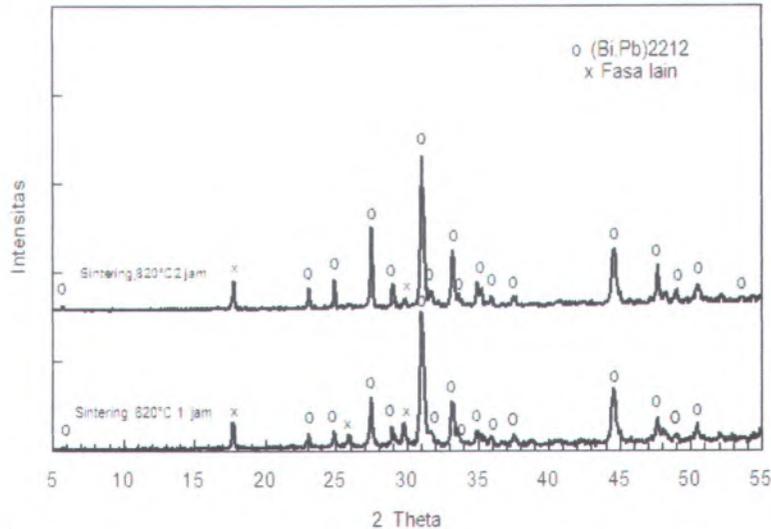


Gambar 4.1.5 Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 800°C selama 1 jam



*Gambar 4.1.6 Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 800°C selama 2 jam*

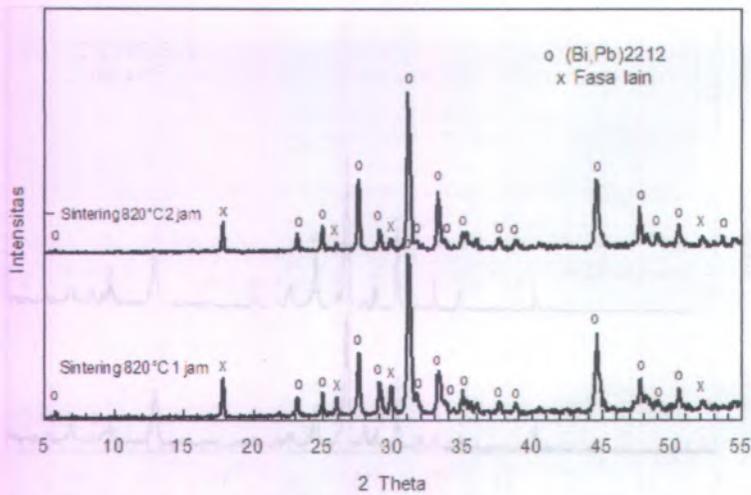
Penelitian selanjutnya adalah dengan melakukan doping Pb pada superkonduktor Bi-2212. Karena titik leleh Pb lebih rendah daripada titik leleh Sr, Ca dan Cu sehingga pada saat sintering terjadi pelelehan dan menyebabkan terjadinya difusi antar atom penyusun (Rahmawati, 2009). Dengan penambahan Pb pada Bi-2212 akan meningkatkan pinning strength, sehingga arus kritis ( $J_c$ ) akan mengalami peningkatan (Darminto, 2002). Variasi suhu kalsinasi yang dilakukan untuk (Bi,Pb)2212 hanya pada suhu 760°C selama 4 jam, 790°C selama 1 jam dan 2 jam, 800°C selama 2 jam. Gambar 4.1.7 merupakan pola difraksi dari (Bi,Pb)2212 dengan suhu kalsinasi 760°C selama 4 jam.



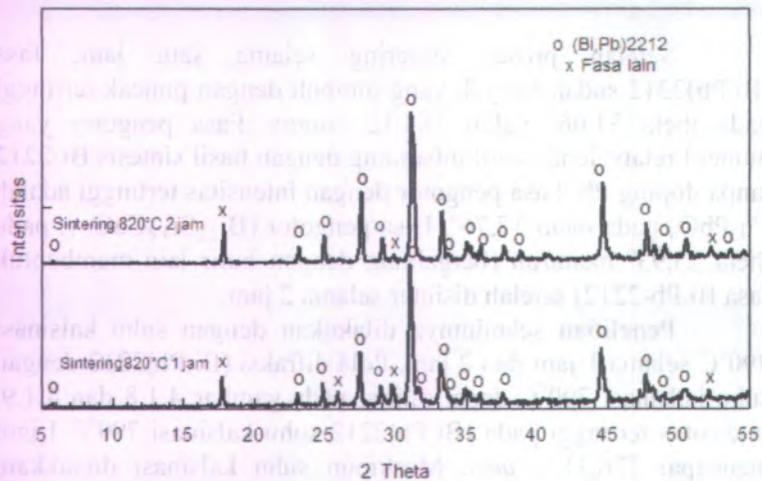
*Gambar 4.1.7 Pola difraksi (Bi,Pb)2212 dengan suhu kalsinasi 760°C selama 4 jam*

Setelah proses sintering selama satu jam, fasa (Bi,Pb)2212 sudah banyak yang tumbuh dengan puncak tertinggi pada theta 31,06° yakni 584,12 *counts*. Fasa pengotor yang muncul relatif lebih kecil dibanding dengan hasil sintesis Bi-2212 tanpa doping Pb. Fasa pengotor dengan intensitas tertinggi adalah  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  pada *theta* 17,76°. Fasa pengotor  $(\text{Bi}_{2,2}\text{Sr}_{1,8}\text{CuO}_{6,1})$  pada theta 25,93° menurun (bergabung dengan butir lain membentuk fasa Bi,Pb-2212) setelah disinter selama 2 jam.

Penelitian selanjutnya dilakukan dengan suhu kalsinasi 790°C selama 1 jam dan 2 jam. Pola difraksi (Bi,Pb)2212 dengan suhu kalsinasi 790°C dapat dilihat pada gambar 4.1.8 dan 4.1.9. Intensitas tertinggi pada (Bi,Pb)2212 suhu kalsinasi 790°C I jam mencapai 776,31 *counts*. Meskipun suhu kalsinasi dinaikkan, pengotor  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  masih tetap ada.

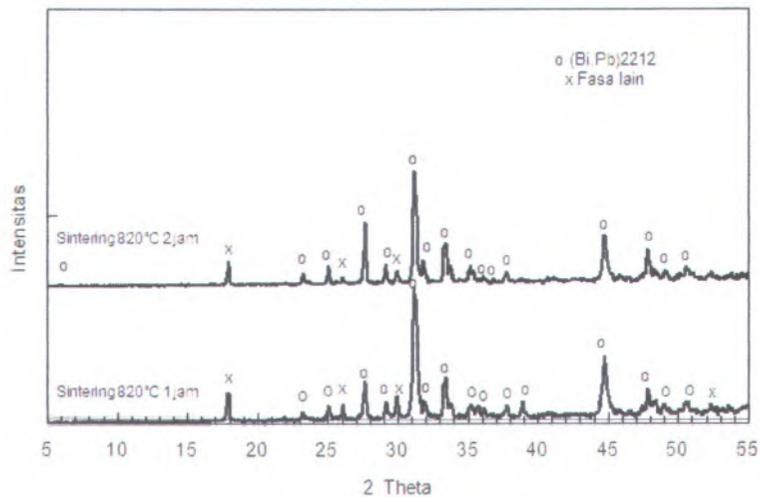


**Gambar 4.1.8** Pola difraksi (Bi,Pb)2212 dengan suhu kalsinasi 790°C selama 1 jam



**Gambar 4.1.9** Pola difraksi (Bi,Pb)2212 dengan suhu kalsinasi 790°C selama 2 jam

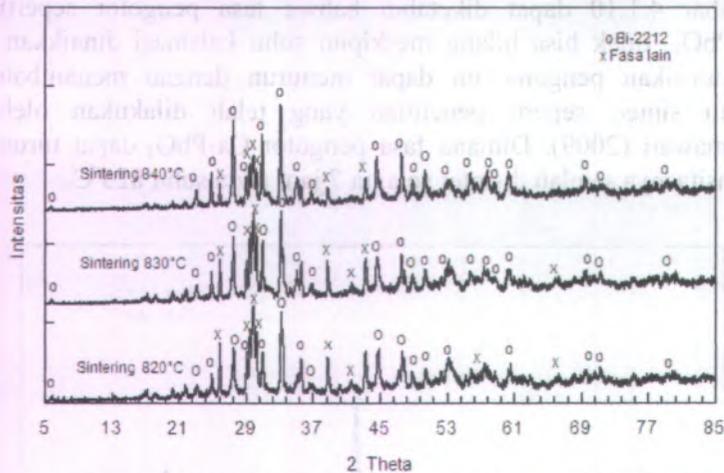
Variasi suhu kalsinasi yang terakhir adalah  $800^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Sampel ini hanya sempat disinter selama 1 jam. Dari Gambar 4.1.10 dapat diketahui bahwa fasa pengotor seperti  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  tidak bisa hilang meskipun suhu kalsinasi dinaikkan. Diasumsikan pengotor ini dapat menurun dengan menambah waktu sinter, seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Rahmawati (2009). Dimana fasa pengotor  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  dapat turun intensitasnya setelah disinter selama 7 jam pada suhu  $825^{\circ}\text{C}$ .



Gambar 4.1.10 Pola difraksi (Bi,Pb)2212 dengan suhu kalsinasi  $800^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam

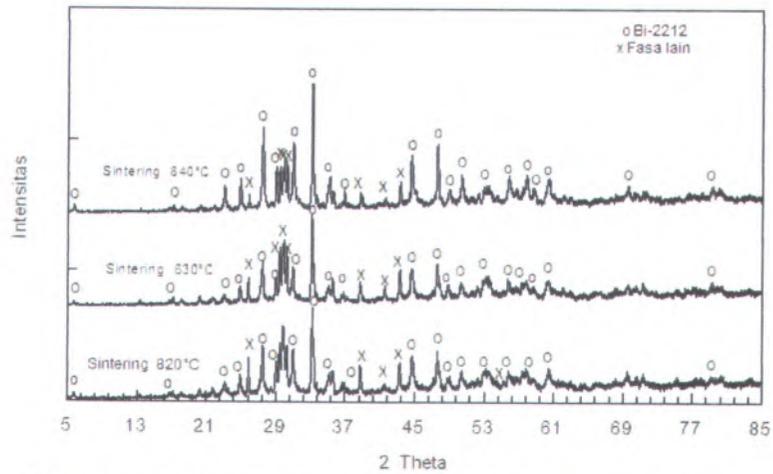
Dari seluruh penelitian yang telah dilakukan diatas, karena belum mendapatkan hasil yang maksimal maka dilakukan sintesis lagi dengan memvariasi suhu sintering. Namun variasi suhu sintering ini diambil hanya dilakukan untuk Bi-2212 dengan suhu kalsinasi  $760^{\circ}\text{C}$  selama 5 jam,  $790^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam dan

800°C selama 2 jam. Hasil sintesis Bi-2212 dengan variasi suhu sintering 760°C selama 5 jam dapat dilihat pada gambar 4.1.11.

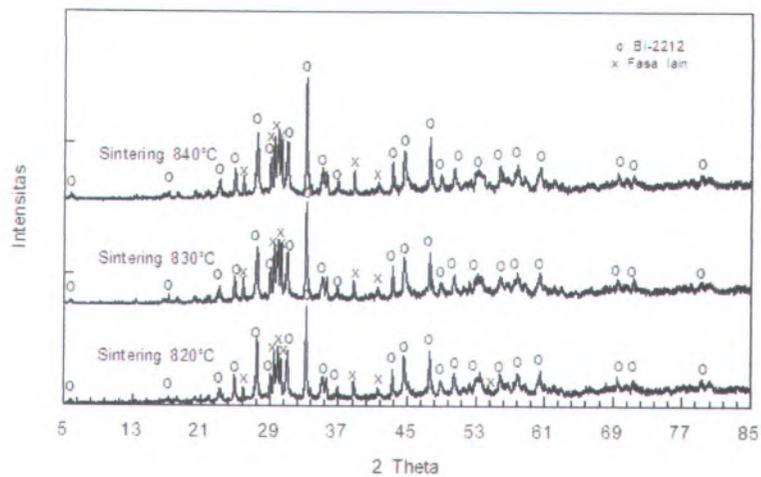


Gambar 4.1.11 Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 760°C selama 5 jam dan variasi suhu sinter

Gambar 4.1.11 menunjukkan adanya perbedaan intensitas fasa pengotor ketika diberi suhu sinter yang berbeda. Ketika sampel disinter dengan suhu 840°C, intensitas fasa pengotor lebih rendah (pada  $\theta$  30°). Namun demikian hasilnya masih belum maksimal. Untuk sampel Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 790°C 2 jam, ketika diberi suhu sinter yang berbeda menunjukkan hasil yang tidak jauh beda dengan Bi-2212 ketika suhu kalsinasi 760°C (Gambar 4.1.12). Fasa yang terbentuk untuk Bi-2212 dengan variasi suhu sinter adalah  $\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{1.9}\text{CaCu}_2\text{O}_{8.21}$ ,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$ ,  $\text{Bi}_2\text{Sr}_{1.5}\text{Ca}_{1.5}\text{Cu}_2\text{O}_{8+\delta}$ , sedangkan fasa pengotor yang masih ada antara lain  $\text{Bi}_{2.125}\text{Sr}_{1.875}\text{Cu}_{1.031}\text{O}_z$ ,  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{CuO}$ . Pada sampel dengan suhu kalsinasi 800°C hasilnya tidak jauh beda (Gambar 4.1.13).



Gambar 4.1.12 Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 790°C selama 2 jam dan variasi suhu sinter



Gambar 4.1.13 Pola difraksi Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 800°C selama 2 jam dan variasi suhu sinter

#### 4.2 Fraksi Volume

Dalam penelitian ini, nilai fraksi volume diperoleh dengan cara manual. Yakni dengan menghitung jumlah intensitas fasa (n) dibagi total intensitas seluruh fasa yang muncul. Dengan perhitungan tersebut maka diperoleh nilai fraksi volume untuk sampel dengan variasi suhu kalsinasi seperti pada Tabel 4.1 .

Tabel 4.2.1 Hasil Perhitungan Fraksi Volume Bi-2212

Suhu Kalsinasi (°C)	Waktu kalsinasi (Jam)	Waktu sintering (Jam)	Fraksi Volume (%)
760	4	1	46
		2	51,6
		3	61,8
	5	1	50
		2	54,8
		3	60
790	1	1	56,7
		2	58
		3	63,3
	2	1	57,1
		2	60,7
		3	64,3
800	1	4	71,2
		1	54,8
		2	56,3
	2	3	62,5
		1	56,3
		2	58,1
		3	61,3

Tabel 4.2.2 Hasil Perhitungan Fraksi Volume (Bi,Pb)2212

Suhu kalsinasi (°C)	Waktu kalsinasi (jam)	Waktu sinter (jam) (820°C)	Fraksi volume (%)
760	4	1	61,5
		2	68
790	1	1	64
		2	66,6
	2	1	69,5
		2	73,9
800	2	1	77,27
		2	70,8

Dari tabel 4.1 diketahui bahwa nilai fraksi volume mengalami kenaikan ketika suhu kalsinasi dinaikkan dari 760°C menjadi 790°C. Namun fraksi volume tidak mengalami kenaikan yang signifikan ketika diberi suhu kalsinasi 800°C. Ketika waktu sintering diperpanjang dari 1 jam, 2 jam dan 3 jam, fraksi volume Bi-2212 untuk masing-masing sampel mengalami kemajuan. Hal ini dikarenakan selama proses sintering, gaya kohesi antar partikel-partikel penyusun meningkat dan terjadi pemadatan yang ditandai dengan berkurangnya porositas. Eliminasi porositas terjadi melalui difusi batas antar butir dan pertumbuhan butir. Hasil ini sesuai dengan penelitian sebelumnya (Rahmawati, 2009) yang menyatakan bahwa meningkatnya waktu sintering memicu pertumbuhan fasa Bi-2212. Fraksi volume yang diperoleh pada

(Bi,Pb)2212 lebih besar dibandingkan Bi-2212. Hal ini membuktikan bahwa dengan penambahan Pb pada Bi-2212 akan memicu pertumbuhan fasa lebih cepat dibandingkan sampel tanpa doping Pb, seperti penelitian yang telah dilakukan Rahmawati (2009). Namun ada sedikit penyimpangan pada sampel (Bi,Pb)2212 dengan suhu kalsinasi 800°C, dimana fraksi volume mengalami penurunan ketika disinter 2 jam. Hal ini dikarenakan sampel terlalu lama didiamkan didalam furnis, sedangkan furnis ada lubang udara yang secara tidak langsung sampel berinteraksi dengan udara luar .

Tabel 4.2.3 Fraksi Volume Bi-2212 Variasi Suhu Sinter

Suhu Kalsinasi (°C)	Waktu Kalsinasi (jam)	Fraksi volume		
		Sintering 820°C	Sintering 830°C	Sintering 840°C
760	5	50	54,05	62,8
790	2	57,1	60	64,7
800	2	56,3	63,6	64

Tabel 4.2.3 adalah fraksi volume Bi-2212 dengan variasi suhu sinter yang dilakukan masing-masing selama satu jam. Fraksi volume terbesar diperoleh ketika sampel dikalsinasi pada suhu 790°C selama 2 jam dengan suhu sinter 830°C.

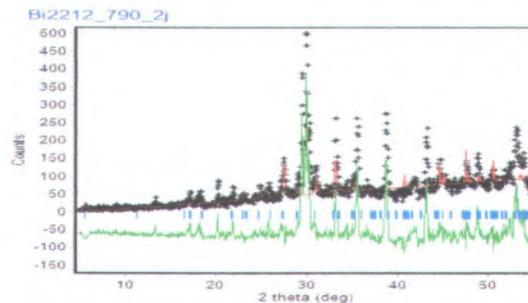
#### 4.3 Ukuran Kristal

Untuk mendapatkan ukuran kristal dapat menggunakan metode Rietveld. Analisis Rietveld adalah metode pencocokkan tak linier kurva pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur yang didasarkan pada data struktur kristal dengan menggunakan metode kuadrat terkecil (least squares). Analisis Rietveld dapat dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak

Rietica (Pratapa, 2009). Selain dapat menggunakan *software* Rietica, juga dapat menggunakan *software* MAUD. Oleh karena itu, dalam penelitian akan menggunakan kedua *software* tersebut untuk mendapatkan ukuran kristal.

#### 4.3.1 Analisis Rietveld Menggunakan Software Rietica

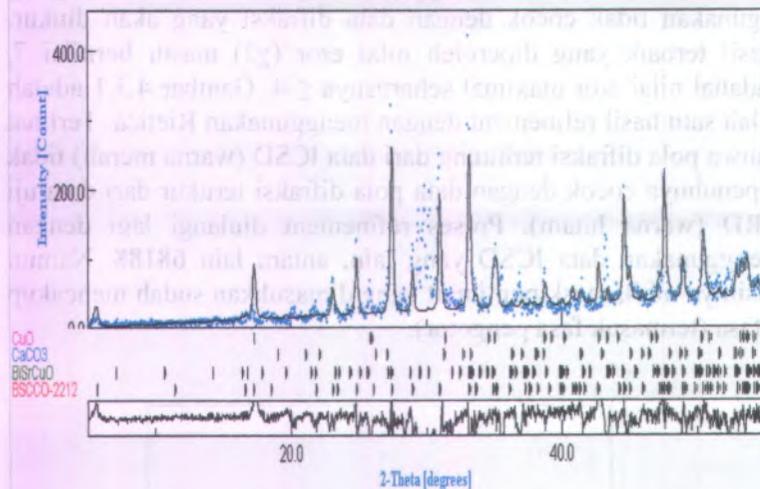
Untuk memperoleh ukuran kristal, maka saat pencocokan antara pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung menggunakan Peak Shape Function (PSF) Voight. Nomor ICSD yang digunakan adalah 65862. Namun pada saat *refinement* (penghalusan) sering terjadi *unstable refinement* yang menandakan data kristalografi Bi-2212 dari ICSD yang digunakan tidak cocok dengan data difraksi yang akan diukur. Hasil terbaik yang diperoleh nilai eror ( $\chi^2$ ) masih bernilai 7, padahal nilai eror maximal seharusnya  $\leq 4$ . Gambar 4.3.1 adalah salah satu hasil *refinement* dengan menggunakan Rietica. Terlihat bahwa pola difraksi terhitung dari data ICSD (warna merah) tidak sepenuhnya cocok dengan data pola difraksi terukur dari data uji XRD (warna hitam). Proses *refinement* diulangi lagi dengan menggunakan data ICSD yang lain, antara lain 68188. Namun hasilnya nihil, meskipun input yang dimasukkan sudah mencakup 4 fasa (termasuk fasa pengotor).



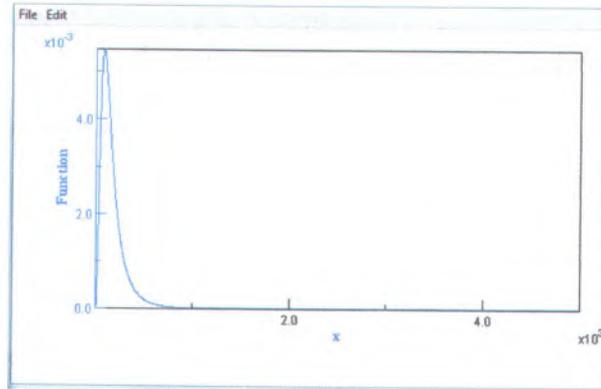
Gambar 4.3.1 Hasil *refinement* dengan menggunakan Rietica

### 4.3.2 Analisis Rietveld Menggunakan Software MAUD

Karena proses refinement dengan menggunakan software Rietica tidak berhasil, maka peneliti beralih menggunakan software MAUD. Menurut Lutterotti (2006), penghalusan dengan menggunakan software MAUD dapat diterima jika nilai *sigma value* < 2%. Gambar 4.3.2 merupakan salah satu hasil refinement Bi-2212 dengan menggunakan data ICSD 65862. Selain mendapat nilai ukuran kristal, dengan software MAUD dapat mengetahui grafik distribusi ukuran kristal pada sampel.



Gambar 4.3.2 Hasil refinement menggunakan software MAUD



*Gambar 4.3.3 Grafik distribusi ukuran partikel*

Dari hasil refinement yang dapat dilihat pada Tabel 4.3.1, diketahui bahwa ukuran sampel berkisar antara 99,9-100 nm. Hasil yang diperoleh diatas kurang sesuai dengan apa yang diharapkan, dimana tidak terlihat efek dari perbedaan perlakuan yang diberikan terhadap masing-masing sampel. Misalnya pada sampel dengan suhu sintering 820°C selama 1 jam dan 3 jam hampir sama bahkan tidak ada perbedaan. Meskipun plotting antara pola terukur (warna biru) dan pola terhitung (warna hitam) sudah ada kecocokan, dengan nilai sigma value 1,85%. Hal ini dimungkinkan karena masih banyaknya impuritas pada sampel dan data ICSD kurang cocok dengan sampel.

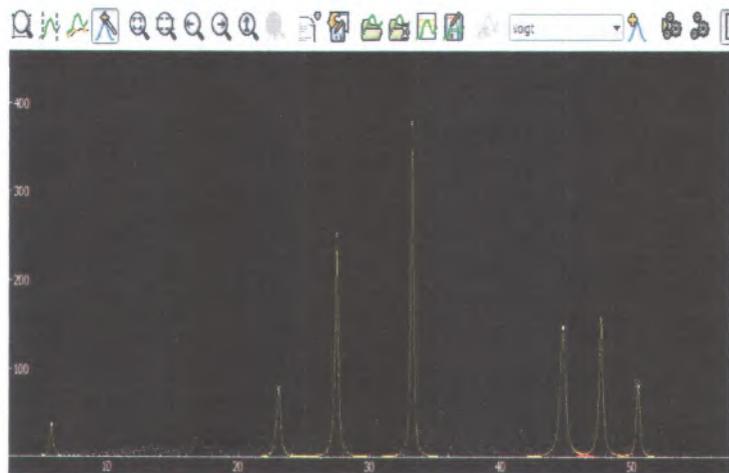
Secara teoritis ukuran kristal akan semakin besar karena adanya pertumbuhan fase lebih lanjut, sehingga terjadi penggabungan antar butir dan butir berkembang menjadi lebih besar jika bahan dilakukan pemanasan secara terus-menerus.

Tabel 4.3.1 Data ukuran kristal  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  hasil refinement dengan menggunakan software MAUD

Suhu Kalsinasi (°C)	Waktu Kalsinasi (jam)	Waktu Sinter (jam)	Ukuran (nm)
760	4	1	99,9
		2	99,97
		3	100
	5	1	99,907
		2	99,89
		3	99,998
790	1	1	100,43
		2	99,959
		3	100,002
	2	1	100
		2	99,99
		3	99,98
800	1	1	99,99
		2	99,9
		3	99,99
	2	1	99,9
		2	99,9
		3	99,9

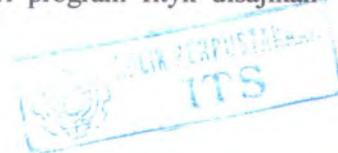
### 4.3.3 Program fityk

Untuk memperoleh ukuran kristal yang lebih akurat, selanjutnya menggunakan program fityk. Fityk adalah program untuk pencocokan analisis fungsi nonlinier (khususnya bentuk puncak). Jadi pada penelitian ini hasil akhir untuk ukuran kristal **tidak menggunakan program Rietika dan Maud, tetapi menggunakan program Fityk**. Pada prinsipnya, program ini sama dengan analisis single peak. Dimana, plotting puncak dilakukan secara manual. Untuk mencari nilai FWHM ditentukan terlebih dahulu peak yang akan dicari nilai FWHMnya. Dengan menggunakan Peak Shape Function (PSF) Voight, selanjutnya di run dan akan muncul nilai FWHM yang dicari. Setelah mendapatkan nilai FWHM, selanjutnya dilakukan perhitungan secara manual. Plotting peak dengan menggunakan program fityk dapat dilihat pada gambar 4.3.1.

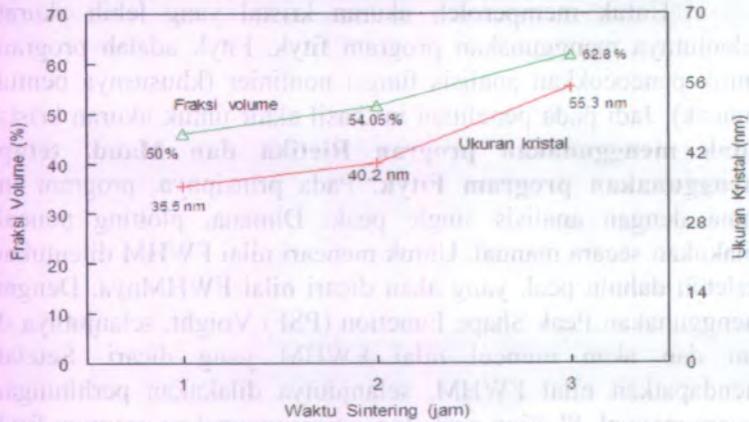


Gambar 4.3.5 Mencari nilai FWHM dengan program fityk

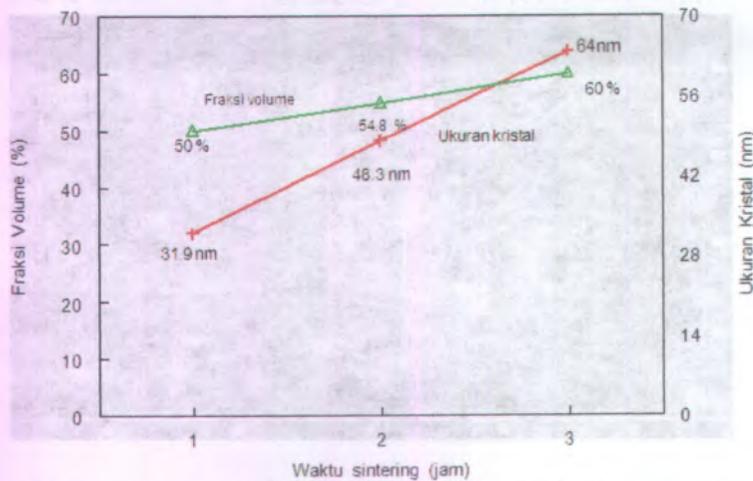
Ukuran kristal Bi-2212 yang diperoleh dari hasil perhitungan dengan nilai FWHM dari program fityk disajikan



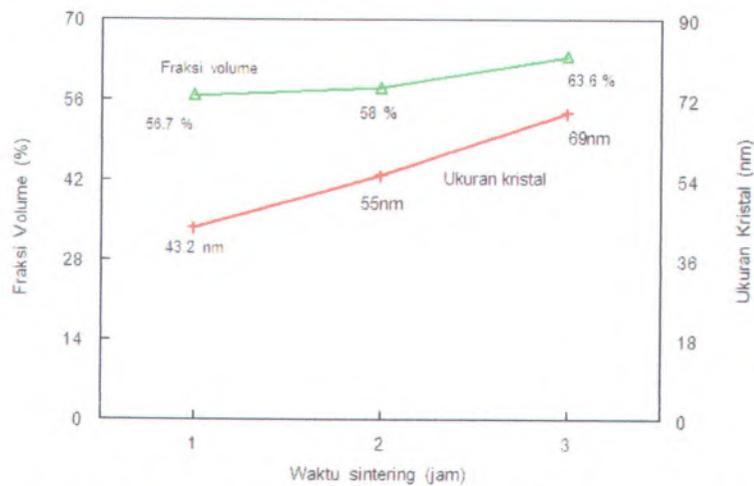
dalam bentuk grafik hubungan antara fraksi volume dan ukuran kristal pada gambar 4.3.6 sampai Gambar 4.3.11.



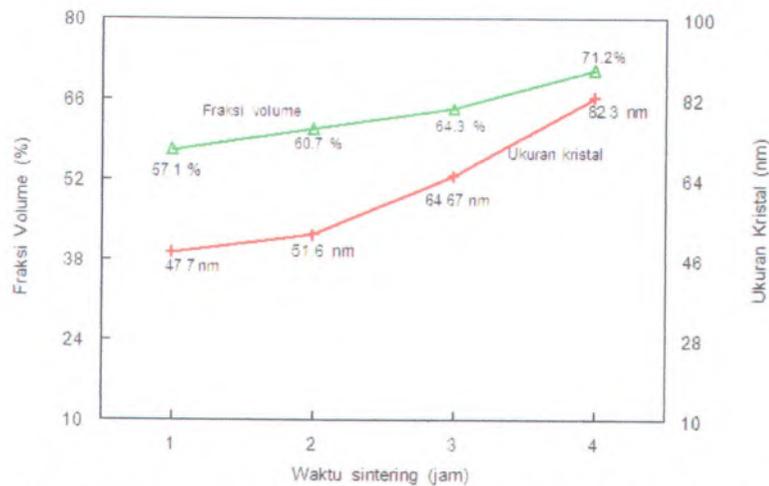
Gambar 4.3.6 Grafik hubungan antara fraksi volume dan ukuran kristal pada Bi-2212 dengan suhu kalsinasi  $760^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam



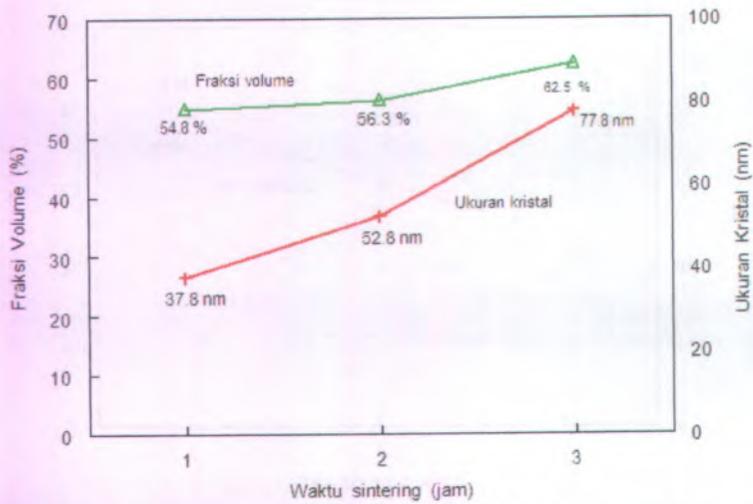
Gambar 4.3.7 Grafik hubungan antara fraksi volume dan ukuran kristal pada Bi-2212 dengan suhu kalsinasi  $760^{\circ}\text{C}$  selama 5 jam



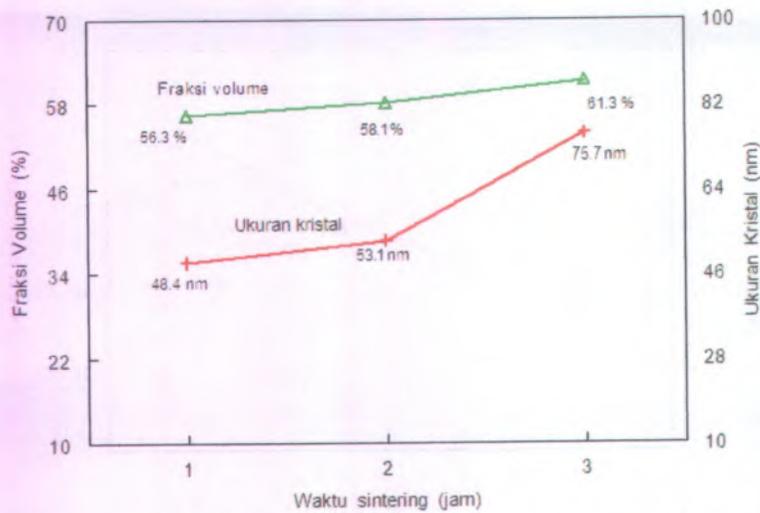
*Gambar 4.3.8 Grafik antarafaksi volume dan ukuran kristal pada Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 790°C selama 1 jam*



*Gambar 4.3.9 Grafik antarafaksi volume dan ukuran kristal pada Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 790°C selama 2 jam*



*Gambar 4.3.10 Grafik antarfraksi volume dan ukuran kristal pada Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 800°C selama 1 jam*



*Gambar 4.3.11 Grafik antarfraksi volume dan ukuran kristal pada Bi-2212 dengan suhu kalsinasi 800°C selama 2 jam*

Secara keseluruhan terlihat bahwa hubungan antara fraksi volume dan ukuran kristal Bi-2212 berbanding lurus. Dimana semakin besar fraksi volumenya, maka semakin besar pula ukuran kristalnya. Sebagaimana telah dijelaskan di atas bahwa semakin lama waktu sintering maka akan terjadi pertumbuhan fasa lebih lanjut dan terjadi penggabungan antar butir dan terjadi *grain growth* sehingga ukuran butir menjadi lebih besar dan fraksi volume meningkat.

Tabel 4.3.2 Ukuran Kristal (Bi,Pb)2212 Suhu Sintering 820°C

Suhu kalsinasi (°C)	Waktu kalsinasi (jam)	Waktu sinter (jam)	Ukuran Kristal (nm)
760	4	1	56,5
		2	70,4
790	1	1	61,5
		2	74,8
	2	1	63,5
		2	76,3
800	2	1	67,9
		2	70,5

Tabel 4.3.2 menunjukkan bahwa ukuran kristal (Bi,Pb)2212 relatif lebih besar dibanding dengan Bi-2212 tanpa doping Pb. Hal ini karena dengan adanya doping Pb akan

mempercepat pertumbuhan fasa Bi-2212, sehingga ukuran butir menjadi lebih besar.

Tabel 4.3.3 Ukuran Kristal Bi-2212 Variasi suhu Sintering

Suhu Kalsinasi (°C)	Waktu Kalsinasi (jam)	Ukuran Kristal (nm)		
		Sintering 820°C	Sintering 830°C	Sintering 840°C
760	5	31,9	50,5	76
790	2	47,7	56,4	78,2
800	2	48,8	77,1	84,6

Pada Tabel 4.3.3 ditunjukkan bahwa selain dipengaruhi oleh waktu tahan, ukuran kristal juga dipengaruhi oleh suhu sinter. Dimana semakin tinggi suhu sinter, ukuran kristal secara umum akan membesar.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Telah berhasil disintesis bahan superkonduktor Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212 dengan metode pencampuran basah
2. Fasa Bi-2212 dan (Bi,Pb)2212 telah terbentuk meskipun tanpa proses pengeringan pada suhu 400°C, 500°C, dan 600°C masing-masing selama 1 jam
3. Penambahan Pb pada Bi-2212 mempercepat pembentukan dan penumbuhan kristal Bi-2212, hal ini ditunjukkan dengan makin besarnya fraksi volume (Bi,Pb)2212 yakni 77% (dengan suhu kalsinasi 800°C selama 2 jam) sedangkan untuk bahan Bi-2212 fraksi volumenya hanya mencapai 71,2% ketika suhu kalsinasi 790°C selama 2 jam sinter 4 jam
4. Diperoleh ukuran kristal Bi-2212 ~85 nm (dengan lama sinter 1-3 jam), Untuk (Bi,Pb)2212 diperoleh ukuran kristal ~76,3nm (dengan lama sinter 1-2 jam)

#### **5.2 Saran**

Penelitian ini hendaknya dilanjutkan dengan mengukur nilai  $T_c$  pada masing-masing sampel untuk mengetahui sifat superkonduktifnya dan sifat magnetisasinya. Sebaiknya menambah waktu tahan saat proses kalsinasi, karena pertumbuhan fasa Bi-2212 yang lambat. Serta dikaji lebih jauh berkaitan dengan potensi aplikasi superkonduktor dalam kehidupan sehari-hari.

## DAFTAR PUSTAKA

- Callister, Jr, William D. (2007). *Materials Science and Engineering An Introduction Seven Edition*, John Wiley and Sons, Inc, United States of America.
- Cyrot, Michel and Davor Pavuna, (1992). *Introduction To Superconductivity and High-Tc Material*, World Scientific Publishing, Tottrridge, London.
- Darminto dkk, (1999). *Variasi Tekanan Oksigen Dalam Penumbuhan Kristal Tunggal Superkonduktor Bi-2212 Dan Pengaruhnya*. Proc. ITB, Vol 31, No 3
- Darminto, (2009). *Handout Kuliah Fisika Zat Padat*, Fisika MIPA ITS, Surabaya.
- Darminto dan Rahmawati, L. (2008). *Nanokristalisasi Superkonduktor  $(Bi,Pb)_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$  dengan metode pencampuran basa*, Fisika FMIPA ITS, Surabaya.
- Hespariyanti, Melvi., (2004). *Aplikasi Metode Rietveld dalam Penentuan Struktur Kristal Material Alumina dan Baja*. Skripsi, UNILA, Lampung.
- Miller. W, Borowko. K, Gazda. M, Stizza. S dan Natali. R. (2005). *Superconducting Properties of BiPbSrCsCuO and BiSrCaCuO Glass-Ceramics*, Acta Physica Polonica A, INFM, Italia
- Pratapa, Suminar. (2009). *Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld*, Laboratorium Difraksi Sinar-X Fisika FMIPA ITS, Surabaya.

- Purwanda, A. (2005). *Resistivitas pada Fasa Vorteks Cair dari Kristal Tunggal Superkonduktor (Bi, Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> dengan Tingkat doping Berbeda*, Tugas akhir S1, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Rao, C.N.R., Shipra, A. Gomathi, and A. Sundaresan, (2008). *Room-temperature ferromagnetism in nanoparticles of Superconducting materials*, *Physica C*.
- Widodo, Henry. 2009. *Nanokristalisasi superkonduktor Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>10+δ</sub> dan Bi<sub>1,6</sub>Pb<sub>0,4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>10+δ</sub> dengan Metode Kopersipitasi dan Pencampurn Basah*. ITS. Surabaya

## LAMPIRAN A

### Penentuan Komposisi Massa bahan Bi-2212

Massa (gram)			
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SrCO <sub>3</sub>	CaCO <sub>3</sub>	CuO
2.28322	1.44679	0.49044	0.77955

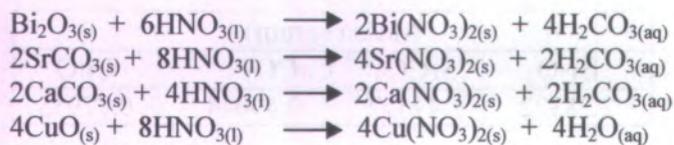
### Penentuan Komposisi Massa bahan (Bi,Pb)-2212

Massa (gram)				
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	PbO	SrCO <sub>3</sub>	CaCO <sub>3</sub>	CuO
1.826576	0.456644	1.44679	0.49044	0.77955

Mr Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	465.95900	gr/mol
Mr SrCO <sub>3</sub>	147.62970	gr/mol
Mr CaCO <sub>3</sub>	100.08770	gr/mol
Mr CuO	79.54540	gr/mol
Mr Bi(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	394.99510	gr/mol
Mr Sr(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	211.62980	gr/mol
Mr Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	164.08780	gr/mol
Mr Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	187.55580	gr/mol
Mr H <sub>2</sub> O	18.01528	gr/mol
Mr H <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	62.02558	gr/mol
Mr HNO <sub>3</sub>	63.01284	gr/mol

### Gambar Percobaan

Masing-masing bahan dilarutkan dengan  $\text{HNO}_3$

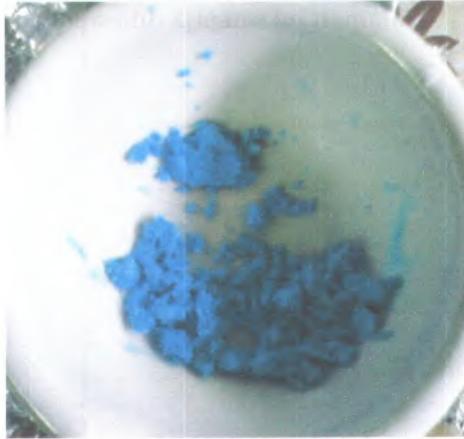


Kemudian semua bahan yang telah dilarutkan dicampur menjadi satu membentuk larutan homogen berwarna biru jernih.



Gambar 1. Larutan Homogen

Dilakukan pengadukan hingga terbentuk kerak berwarna biru.



Gambar 2. Larutan homogen yang telah mengendap dan membentuk kerak berwarna biru

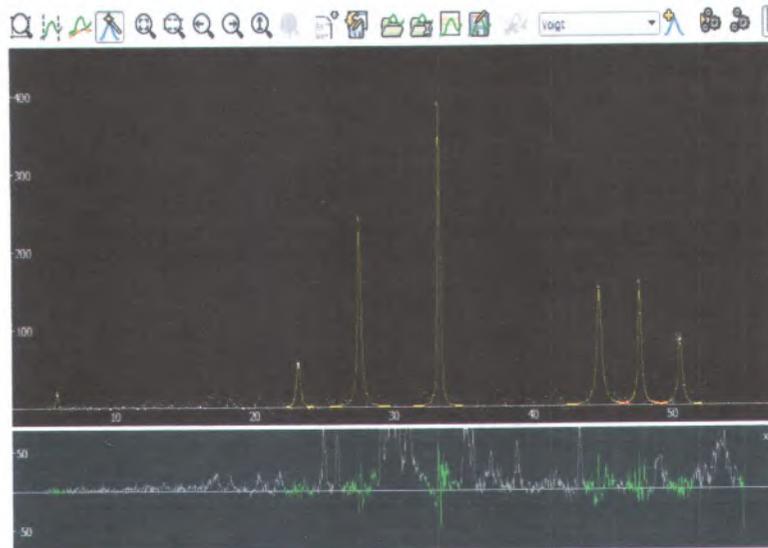
Bahan dikeringkan dan dikalsinasi hingga berbentuk serbuk berwarna hitam legam.



Gambar 3. Serbuk Bi-2212

## LAMPIRAN B

## Program fityk



Output :

```
%_1 = Voigt($__1, $__2, $__3, $__4)
Voigt(height, center, gwidth=fwhm*0.4, shape=0.1) =
convolution of Gaussian and Lorentzian #
height = $__1 = ~19.4777 = 19.4777 [auto]
center = $__2 = ~5.76156 = 5.76156 [auto]
gwidth = $__3 = ~0.130007 = 0.130007 [auto]
shape = $__4 = ~0.00282506 = 0.00282506 [auto]
FWHM: 0.216869
Area: 4.5026
GaussianFWHM: 0.216476
LorentzianFWHM: 0.000734557
```

```
%_2 = Voigt($_5, $_6, $_7, $_8)
Voigt(height, center, gwidth=fwhm*0.4, shape=0.1) =
convolution of Gaussian and Lorentzian #
height = $_5 = ~59.5521 = 59.5521 [auto]
center = $_6 = ~23.0791 = 23.0791 [auto]
gwidth = $_7 = ~0.102235 = 0.102235 [auto]
shape = $_8 = ~1.1243 = 1.1243 [auto]
FWHM: 0.323959
Area: 27.26
GaussianFWHM: 0.170233
LorentzianFWHM: 0.229886
```

```
%_3 = Voigt($_9, $_10, $_11, $_12)
Voigt(height, center, gwidth=fwhm*0.4, shape=0.1) =
convolution of Gaussian and Lorentzian #
height = $_9 = ~239.805 = 239.805 [auto]
center = $_10 = ~27.4667 = 27.4667 [auto]
gwidth = $_11 = ~0.0410698 = 0.0410698 [auto]
shape = $_12 = ~3.0735 = 3.0735 [auto]
FWHM: 0.270909
Area: 99.7005
GaussianFWHM: 0.0683858
LorentzianFWHM: 0.252456
```

```
%_4 = Voigt($_13, $_14, $_15, $_16)
Voigt(height, center, gwidth=fwhm*0.4, shape=0.1) =
convolution of Gaussian and Lorentzian #
height = $_13 = ~388.442 = 388.442 [auto]
center = $_14 = ~33.1855 = 33.1855 [auto]
gwidth = $_15 = ~0.0780912 = 0.0780912 [auto]
shape = $_16 = ~0.916693 = 0.916693 [auto]
FWHM: 0.222648
Area: 119.092
GaussianFWHM: 0.13003
LorentzianFWHM: 0.143171
```

%\_5 = Voigt(\$\_17, \$\_18, \$\_19, \$\_20)  
 Voigt(height, center, gwidth=fwhm\*0.4, shape=0.1) =  
 convolution of Gaussian and Lorentzian #  
 height = \$\_17 = ~148.238 = 148.238 [auto]  
 center = \$\_18 = ~44.711 = 44.711 [auto]  
 gwidth = \$\_19 = ~-0.0292173 = -0.0292173 [auto]  
 shape = \$\_20 = ~6.88131 = 6.88131 [auto]  
 FWHM: 0.408329  
 Area: 94.5998  
 GaussianFWHM: 0.04865  
 LorentzianFWHM: 0.402107

%\_6 = Voigt(\$\_21, \$\_22, \$\_23, \$\_24)  
 Voigt(height, center, gwidth=fwhm\*0.4, shape=0.1) =  
 convolution of Gaussian and Lorentzian #  
 height = \$\_21 = ~153.249 = 153.249 [auto]  
 center = \$\_22 = ~47.6146 = 47.6146 [auto]  
 gwidth = \$\_23 = ~-0.0528145 = 0.0528145 [auto]  
 shape = \$\_24 = ~2.35775 = 2.35775 [auto]  
 FWHM: 0.278633  
 Area: 64.6466  
 GaussianFWHM: 0.0879419  
 LorentzianFWHM: 0.249047

Ukuran kristal dihitung berdasarkan persamaan Debye-Scerrer :

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{(FWHM_{sm} - FWHM_{st}) \cdot \cos \theta}$$

D = Ukuran kristal terkoreksi  
 K = Konstanta (0,9)  
 $\lambda$  = panjang gelombang (1,54056 Å)  
 $\theta$  = posisi puncak

$FWHM_{sm} = FWHM$  sampel

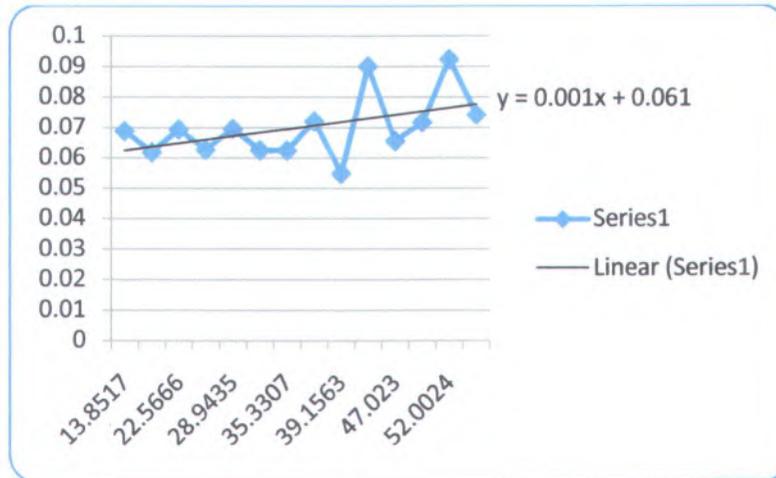
$FWHM_{st} = FWHM$  standart

FWHM standart yang digunakan adalah sampel Yitria ( $Y_2O_3$ ) murni. Dengan mencari regresi linier antara fwhm dan 2 theta sampel standart terlebih dahulu. Berikut adalah hasil refine nilai fwhm sampel standart :

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

Diperoleh regresi linier dengan persamaan  $y = 0.001x + 0.061$

Selanjutnya nilai regresi linier ini akan digunakan untuk mencari nilai fwhm standart untuk masing-masing posisi puncak sampel dengan mensubstitusi nilai 2 theta dari sampel.



Contoh perhitungan :

Diket :

$$\text{FWHM}_{\text{sm}} = 0,216476 = 0,00377 \text{ rad}$$

$$2\theta = 5,76156^\circ$$

$$K = 0,9$$

$$\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$$

$$D = \dots??$$

$$\text{FWHM}_{\text{st}} = (0,001 \cdot 5,76156^\circ + 0,061)$$

$$= 0,06676$$

$$\text{FWHM}_{\text{st}} = 0,0011651 \text{ rad}$$

$$D = \frac{0,9 \times 1,54056}{(0,00377 - 0,0011651) \cdot 0,9987}$$

$$D = \frac{1,386504}{0,0026049 \cdot 0,9987}$$

$$D = 532,96 \text{ \AA} = 53,296 \text{ nm}$$

**Halaman ini sengaja dikosongkan**

### LAMPIRAN C

Perhitungan ukuran Kristal Bi-2212 Variasi suhu kalsinasi dengan menggunakan Program fityk

Suhu Kalsinasi	Waktu Sinter	Posisi puncak	FWHM sampel	FWHM standar	Ukuran Kristal	D rata-rata (nm)
760 4 jam	1 jam	5.71275	0.22115	0.0678553	519.2303851	35.5
		27.4406	0.313128	0.09392872	373.3174767	
		33.2146	0.266812	0.10085752	499.91276	
		44.699	0.491993	0.1146388	227.7644203	
		47.637	0.602955	0.1181644	179.2320249	
		48.9045	0.515984	0.1196854	220.3487742	
		50.4247	0.309328	0.12150964	467.8711306	
	2 jam	27.4303	0.28935	0.09391636	418.7148812	40.2
		33.169	0.223157	0.1008028	678.0371923	
		44.6781	0.481828	0.11461372	234.0369978	
		47.6064	0.320391	0.11812768	429.6012864	
		48.9066	0.379228	0.11968792	336.4823823	
		50.3902	0.365501	0.12146824	360.0199151	

Suhu Kalsinasi	Waktu Sinter	Posisi puncak	FWHM sampel	FWHM standar	Ukuran Kristal	D rata-rata (nm)
760 4 jam		5.70194	0.281003	0.067842328	373.1698376	55.3
		23.0151	0.460441	0.08861812	218.0512491	
		27.4325	0.188286	0.093919	866.6043849	
		33.1524	0.196233	0.10078288	868.4279896	
		44.6352	0.357266	0.11456224	353.845597	
		47.5915	0.236345	0.1181098	734.3664053	
		3 jam	50.4275	0.311029	0.121513	
760 5 jam		5.69522	0.589931	0.067834264	152.4312694	31.9
		21.7446	0.201437	0.08709352	708.0475116	
		27.4547	0.333064	0.09394564	342.2243155	
		33.2384	0.327284	0.10088608	366.4436085	
		44.7298	0.501503	0.11467576	222.2105373	
		47.6556	0.579263	0.11818672	188.4649162	
		1 jam	50.4805	0.467671	0.1215766	

Suhu Kalsinasi	Waktu Sinter	Posisi puncak	FWHM sampel	FWHM standar	Ukuran Kristal	D rata-rata (nm)
760 5 jam	2 jam	5.6629	0.587097	0.06439774	152.1788809	48.3
		23.0499	0.28155	0.07482994	392.2283121	
		27.406	0.21447	0.0774436	596.7772819	
		33.119	0.172512	0.0808714	904.4503022	
		44.632	0.379676	0.0877792	294.2090234	
		47.5544	0.245312	0.08953264	557.2982779	
		50.3969	0.270886	0.09123814	488.7453018	
	3 jam	5.78876	0.13022	0.067946512	1277.400065	64
		23.0958	0.265784	0.08871496	457.9461751	
		27.4824	0.215251	0.09397888	674.4135131	
		44.6883	0.467965	0.11462596	243.0979739	
		47.6163	0.239575	0.11813956	715.0815936	
		50.4581	0.306763	0.12154972	474.1783635	

Suhu Kalsinasi	Waktu Sinter	Posisi puncak	FWHM sampel	FWHM standar	Ukuran Kristal	D rata-rata (nm)
790 1 jam	1 jam	5.72363	0.271815	0.067868356	390.2582076	43.27
		23.0262	0.336239	0.08863144	327.6385456	
		27.4381	0.253145	0.09392572	513.9843218	
		33.1759	0.220766	0.10081108	691.6163297	
		44.68	0.475462	0.114616	238.1695202	
		47.5856	0.317811	0.11810272	435.0641036	
	2 jam	5.70842	0.445078	0.067850104	210.9252439	55
		27.4414	0.23243	0.09392968	591.1826541	
		33.1584	0.182568	0.10079008	1015.066567	
		44.6517	0.354646	0.11458204	358.0017572	
		47.5916	0.240156	0.11810992	712.0349262	
		48.9	0.567354	0.11968	195.124164	
		50.4289	0.234964	0.12151468	774.4889309	

Suhu Kalsinasi	Waktu Sinter	Posisi puncak	FWHM sampel	FWHM standar	Ukuran Kristal	D rata-rata (nm)
790 1 jam	3 jam	5.72591	0.164815	0.067871092	820.5359714	69
		23.0752	0.189376	0.08869024	805.3285051	
		27.4558	0.213256	0.09394696	685.4712467	
		33.1651	0.184526	0.10079812	990.0440684	
		44.6678	0.359882	0.11460136	350.1690573	
		47.6179	0.244665	0.11814148	686.3291736	
		50.5229	0.297891	0.12162748	498.3875896	
790 2 jam	1jam	5.72977	0.530262	0.067875724	172.0338641	51.6
		23.0667	0.431999	0.08868004	236.1765427	
		24.8941	0.205116	0.09087292	712.1566745	
		27.4616	0.262139	0.09395392	486.2733824	
		33.1976	0.177592	0.10083712	1080.078501	
		44.7229	0.403424	0.11466748	297.5055603	
		47.6202	0.256157	0.11814424	629.199445	

Suhu Kalsinasi	Waktu Sinter	Posisi puncak	FWHM sampel	FWHM standar	Ukuran Kristal	D rata-rata (nm)	
790 2 jam		5.76213	0.161812	0.067914556	847.1713575		
		23.0864	0.361889	0.08870368	296.8195026		
		24.8895	0.198712	0.0908674	754.4026417		
		27.4666	0.26405	0.09395992	480.8322728		
		33.1826	0.184303	0.10081912	992.9828585		
		44.7117	0.4202675	0.11465404	281.0845331		
		47.6139	0.270845	0.11813668	568.6359822		
	2 jam	50.4931	0.35893	0.12159172	370.0910579	57.4	
	3 jam		5.71705	0.112801	0.06786046	1770.02004	
			23.0126	0.382615	0.08861512	275.7691035	
			27.4273	0.221435	0.09391276	641.2838288	
			33.1426	0.224285	0.10077112	671.0941804	
			44.63	0.320003	0.114556	418.0058957	
			47.5688	0.233551	0.11808256	751.897025	
3 jam			50.422	0.192524	0.1215064	1236.469549	

Suhu Kalsinasi	Waktu Sinter	Posisi puncak	FWHM sampel	FWHM standar	Ukuran Kristal	D rata-rata (nm)
800 1 jam	1jam	5.69445	0.472486	0.06783334	196.6751996	27.4
		23.0772	0.44195	0.08869264	229.6608462	
		27.4188	0.326927	0.09390256	351.1486476	
		33.1896	0.276758	0.10082752	471.5278466	
		44.6902	0.452352	0.11462824	254.4874976	
		47.6044	0.502141	0.11812528	226.2446427	
		50.4524	0.587861	0.12154288	188.4337528	
	2 jam	5.71977	0.345733	0.067863724	286.2704068	47.7
		23.0679	0.349342	0.08868148	311.0714975	
		27.4473	0.255089	0.09393676	507.4793542	
		33.1594	0.171956	0.10079128	1164.805584	
		44.7034	0.600814	0.11464408	176.6885497	
		47.5889	0.279694	0.11810668	537.3385121	
		50.4613	0.364854	0.12155356	360.9746273	

Suhu Kalsinasi	Waktu Sinter	Posisi puncak	FWHM sampel	FWHM standar	Ukuran Kristal	D rata-rata (nm)
800 1 jam		5.65341	0.165531	0.067784092	813.7696067	77.8
		23.0345	0.335636	0.0886414	328.2632055	
		24.8046	0.186325	0.09076552	851.2496443	
		27.4026	0.221244	0.09388312	642.0625468	
		33.1069	0.16244	0.10072828	1343.047424	
		44.5952	0.336927	0.11451424	386.0720867	
		47.5313	0.183296	0.11803756	1330.216614	
	3 jam	50.4095	0.285165	0.1214914	536.4737562	
800 2 jam		5.72625	0.28975	0.0678715	358.7144095	48.4
		23.0881	0.285252	0.08870572	412.8188267	
		27.4509	0.22749	0.09394108	612.8276747	
		33.1654	0.183851	0.10079848	999.0539598	
		44.6712	0.563812	0.11460544	191.30949	
		47.5847	0.286283	0.11810164	516.6433406	
		1jam	50.4622	0.41717	0.12155464	

Suhu Kalsinasi	Waktu Sinter	Posisi puncak	FWHM sampel	FWHM standar	Ukuran Kristal	D rata-rata (nm)
800 2 jam	2 jam	5.65912	0.405835	0.067790944	235.3055978	53.1
		27.4492	0.233764	0.09393904	584.8867459	
		23.0818	0.321069	0.08869816	348.9511252	
		33.1507	0.165861	0.10078084	1273.678334	
		44.6789	0.49632	0.11461468	225.0246576	
		47.5953	0.242378	0.11811436	698.7500813	
		50.4523	0.367675	0.12154276	356.8083388	
	3 jam	5.7471	0.124299	0.06789652	1410.34048	75.7
		23.0752	0.310613	0.08869024	365.3753792	
		24.8734	0.197099	0.09084808	765.694353	
		27.4526	0.209467	0.09394312	707.9260021	
		33.1645	0.164685	0.1007974	1297.500011	
		44.6547	0.415957	0.11458564	284.9828114	
		47.5929	0.228737	0.11811148	784.8860425	
50.4321	0.320749	0.12151852	440.769626			

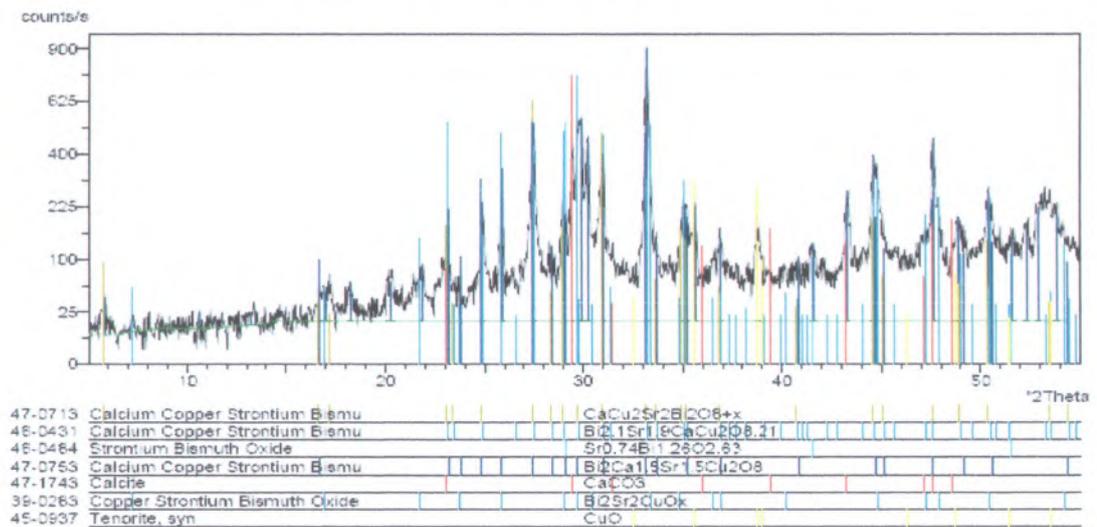


11a

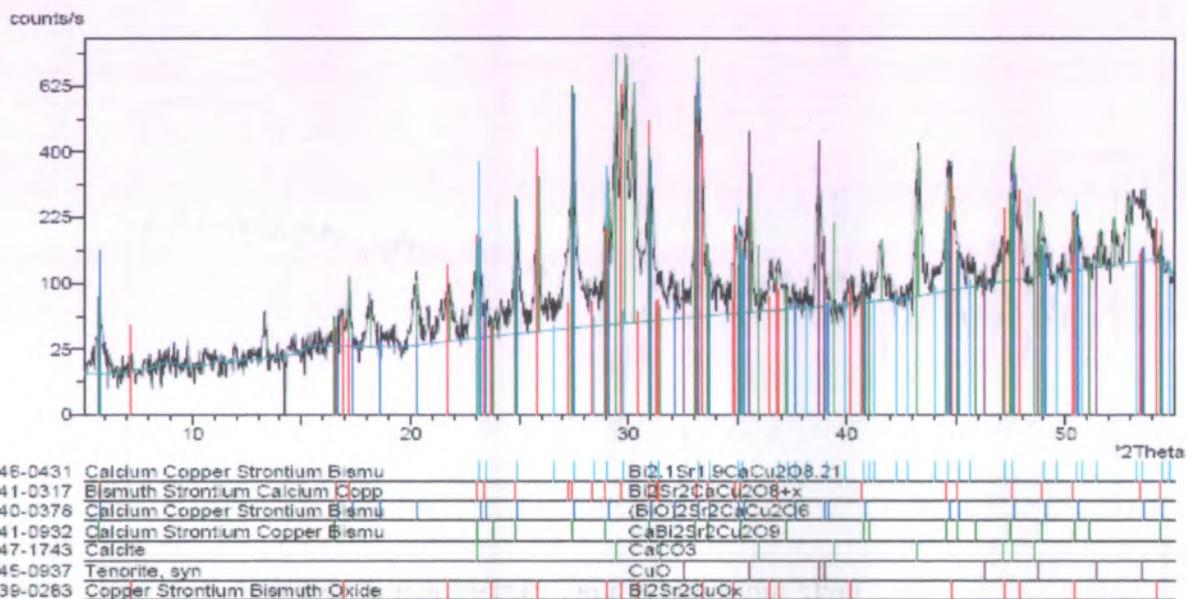
OooHalaman ini sengaja dikosongkanooO

## LAMPIRAN E

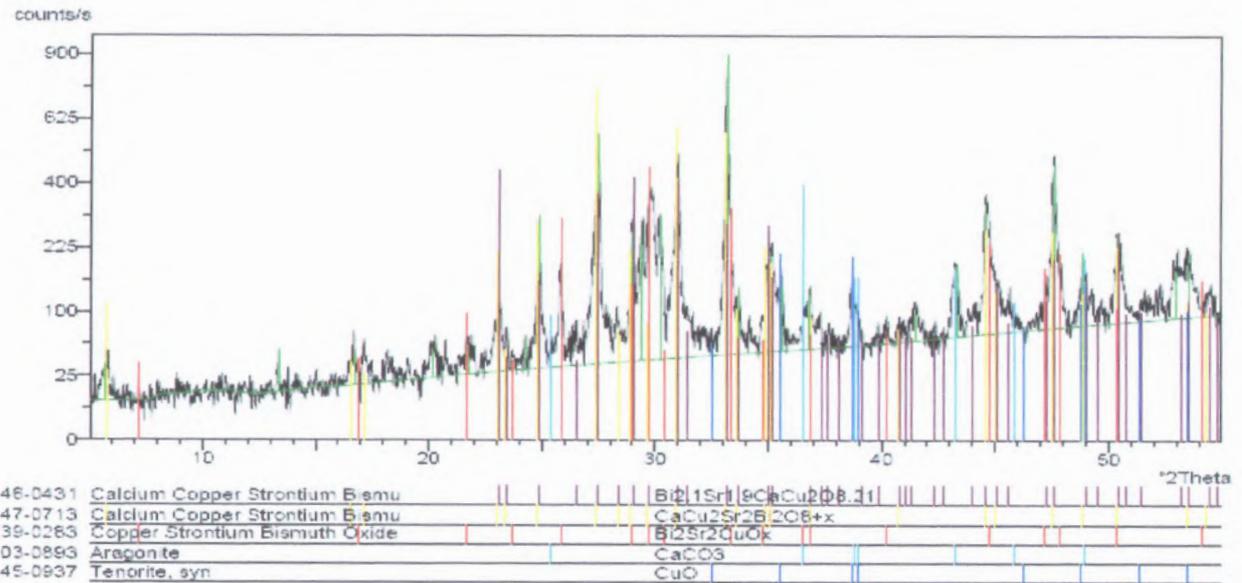
### Search Match Bi-2212 760°C 4 jam sinter 2jam



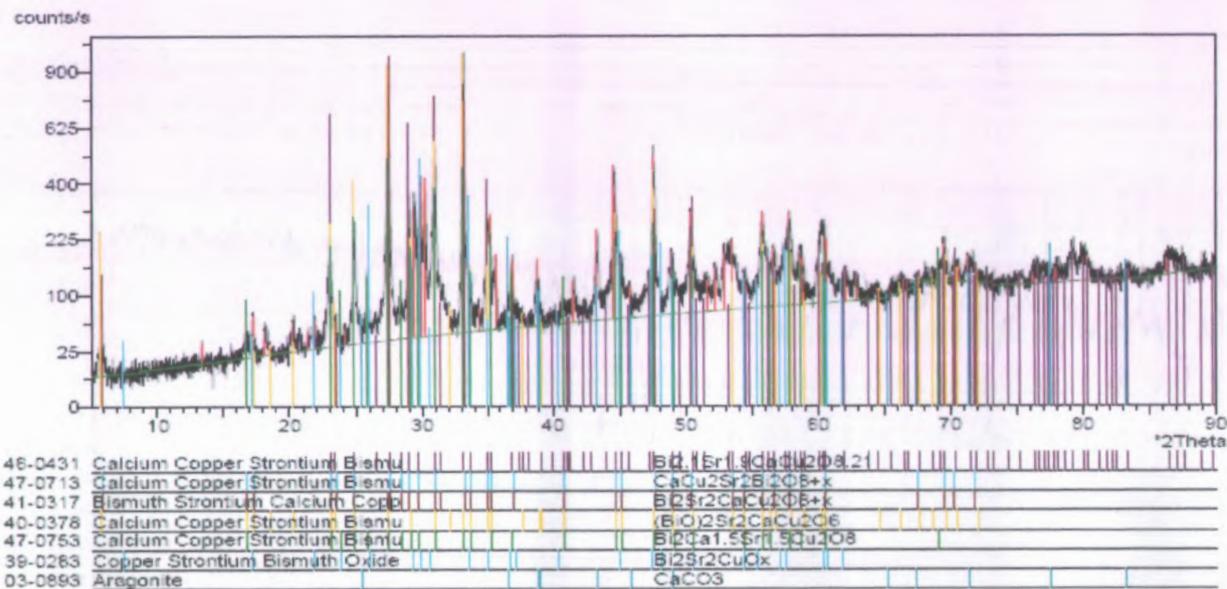
### Search Match Bi-2212 800°C 1jam sinter 1 jam




Search Match Bi-2212 760°C 5jam sinter 1jam




Search Match Bi-2212 790°C 2jam sinter 840°C



Search Match Bi-2212 790°C 2jam sinter 830°C



Search Match (Bi,pb)2212 760°C 4jam



45-0876	Calcium Copper Lead Strontium	$\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_{1.2}\text{CaCu}_2\text{O}_x$
46-0431	Calcium Copper Strontium Bismu	$\text{Bi}_{2.1}\text{Sr}_{1.9}\text{CaCu}_2\text{O}_{8.21}$
47-0713	Calcium Copper Strontium Bismu	$\text{CaCu}_2\text{Sr}_2\text{Bi}_{1.2}\text{O}_8+x$

## BIOGRAFI PENULIS



Penulis dilahirkan di Kediri pada tanggal 5 Juni 1988, sebagai anak pertama dari dua bersaudara. Penulis dilahirkan dari kedua orang tua yang bernama Masduqi Zen (Alm) dan Siti Sofiyah. Penulis adalah alumnus dari Mi Al-Fatah Badas, MTs Al-Fatah Badas dan SMA Negeri 2 Pare. Selama masa sekolah, penulis aktif dalam beberapa kegiatan ekstrakurikuler antara lain OSIS, KOPSIS, dan Study Club.

Setelah lulus menempuh Pendidikan Menengah atas, penulis melanjutkan Pendidikan Tinggi di Jurusan Fisika Fakultas MIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya melalui Seleksi Penerimaan Mahasiswa Baru (SPMB) pada bulan Juli 2007. Selama menempuh pendidikan tinggi di ITS, penulis aktif dalam organisasi HIMASIKA ITS yaitu sebagai anggota pengurus DIVEN (Divisi Enterpreneur) dan Sekdep KESMA (Kesejahteraan Mahasiswa). Penulis juga aktif mengikuti beberapa pelatihan, diantaranya pernah mengikuti Pelatihan enterpreneur di Depok oleh Bumi Arasyi kerjasama dengan PT Telkom, Pelatihan TWB (Team Work Building) oleh HIMASIKA ITS. Penulis sempat melakukan Coop Penelitian di PT Pakarti Riken Indonesia dan pernah menjadi asisten praktikum Fisika Dasar. Penulis menyelesaikan studi di Jurusan Fisika FMIPA ITS dengan mengambil Tugas Akhir pada bidang Fisika Bahan dengan judul **"Nanokristalisasi Superkonduktor  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  Dengan metode Pencampuran Basah Dengan Variasi Suhu Dan Waktu Kalsinasi Dan Sinter"**.