

91021/4/10



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

RSPi
537.623
Har

d-1
2010

TUGAS AKHIR - SF 091321

**DIFRAKSI KRISTAL SUPERKONDUKTOR
NdBa₂Cu₃O_{7-δ}, YBa₂Cu₃O_{7-δ}, DAN
(Nd_{0,5}Gd_{0,5}Ba₂Cu₃O_{7-δ})**

I MADE HARDIYASA
NRP 1106 100 055

Dosen Pembimbing
Dr. Darminto, M.Sc

JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA 2010

PERPUSTAKAAN ITS	
Tgl Tertarik	10 - 8 - 2010
Torisan Dari	H
No Agenda Prp.	-



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

FINAL PROJECT - SF 091321

**CRYSTAL DIFFRACTION OF
SUPERCONDUCTORS $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$,
 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, AND $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta})$**

**I MADE HARDIYASA
NRP 1106 100 055**

**Advisor Lecturer
Dr. Darminto, M.Sc**

**PHYSICS DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA 2010**

**DIFRAKSI KRISTAL SUPERKONDUKTOR $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$,
 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ DAN $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$**

TUGAS AKHIR

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

Disusun Oleh :

I Made Hardiyasa
NRP. 1106 100 055

**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2010**

LEMBAR PENGESAHAN TUGAS AKHIR

**DIFRAKSI KRISTAL SUPERKONDUKTOR $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$,
 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ DAN $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$**

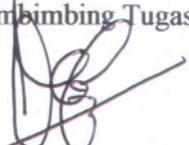
TUGAS AKHIR

Disusun Oleh :

I Made Hardiyasa
NRP. 1106 100 055

Surabaya, Juli 2010

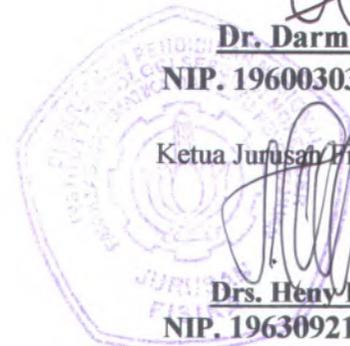
Menyetujui,
Dosen Pembimbing Tugas Akhir



Dr. Darminto, M.Sc

NIP. 19600303 198701.1.002

Ketua Jurusan Fisika FMIPA ITS



Drs. Heny Faisal, M.Si

NIP. 19630921 198903.1.002

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

2010

**DIFRAKSI KRISTAL SUPERKONDUKTOR $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$,
 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ DAN $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$**

Nama : I Made Hardiyasa
NRP : 1106 100 055
Pembimbing : Dr. Darminto, M.Sc

Abstrak

Telah dilakukan penelitian mengenai superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ secara pencampuran basah untuk mengetahui pola difraksi kristal dengan menggunakan sinar-X dan neutron. Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh kesimpulan bahwa ketiga superkonduktor memiliki struktur ortorombik, grup ruang $Pmmm$ No. 47. Fraksi volume yang dihasilkan untuk superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ adalah 98,53%, untuk superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ adalah 97,42% dan superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ adalah 99,89%. Terjadi pengisian tempat yang tidak penuh pada atom oksigen O2, O3, O4, dan O5. Penggantian Yttrium(Y) dengan Neodymium (Nd) dan Gadolinium (Gd) mengakibatkan panjang ikatan antar atom logam dengan oksigen menjadi lebih memanjang. Sedangkan untuk sudut ikatannya semakin mengecil. Jumlah oksigen dapat diketahui dengan pengukuran menggunakan neutron untuk sampel superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ nilai $\delta = 0,133$ berarti jumlah oksigen sebesar 6,867 maka dapat ditulis $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,867}$.

Kata kunci: $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

**CRYSTAL DIFFRACTION OF SUPERCONDUCTORS
NdBa₂Cu₃O_{7-δ}, YBa₂Cu₃O_{7-δ}, AND (Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba₂Cu₃O_{7-δ}**

Name : I Made Hardiyasa
NRP : 1106 100 055
Advisor Lecturer : Dr. Darminto, M.Sc

Abstract

Research on NdBa₂Cu₃O_{7-δ}, (Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba₂Cu₃O_{7-δ} and YBa₂Cu₃O_{7-δ} superconductors has been done by wet mixing method to explore crystal diffraction pattern by using X-ray diffraction and neutron. According to the result of this research, it can be concluded that all samples have Orthorhombic structure, and space group *Pmmm* No.47. Volume fraction of all samples NdBa₂Cu₃O_{7-δ}, (Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba₂Cu₃O_{7-δ} and YBa₂Cu₃O_{7-δ} is 98.53%, 97.42%, and 99.89% respectively. There were vacancies atom site of O2, O3, O4, dan O5. (Yttrium-Neodymium) substitution that lead ti the longer length of atomic bonding metal and oxygen, whereas angle bonding becomes smaller. Oxygen content can be known by neutron diffraction measurement, for NdBa₂Cu₃O_{7-δ} which is $\delta = 0.133$. That means he oxygen content of 6.867. So, it can be written as NdBa₂Cu₃O_{6.867}.

Keywords: NdBa₂Cu₃O_{7-δ}, (Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba₂Cu₃O_{7-δ}, YBa₂Cu₃O_{7-δ}

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa karena atas rahmat, karunia dan perkenan-Nya penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul “Difraksi Kristal Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ”. Dalam penyusunan Laporan Tugas Akhir ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Dr. Darminto, M.Sc selaku Dosen Pembimbing atas semua diskusi, saran, dan bimbingan yang telah diberikan serta ilmu yang bermanfaat selama penyelesaian Tugas Akhir.
2. Dr. Andika Fajar, M.Eng selaku pembimbing coop penelitian di Batan atas semua diskusi, saran, dan bimbingan yang telah diberikan serta ilmu yang bermanfaat selama penyelesaian Tugas Akhir.
3. Drs. Heny Faisal, M.Si selaku Ketua Jurusan Program S1 Jurusan Fisika FMIPA ITS.
4. Lila Yuwana, M.Si selaku Koordinator Tugas Akhir Program S1 Jurusan Fisika FMIPA ITS.
5. Drs. Ali Yunus Rohedi, MT selaku dosen wali.
6. Untuk memek yang tercinta semua ini ku persembahkan untuk mu.
7. Kakak, Bapak dan Keluarga besar atas segala doa, kepercayaan, dan dukungan yang tiada henti-hentinya.
8. Rekan-rekan tim superkonduktor Pak Wayan, Dian, Fera, dan Eri terimakasih atas segala bantuan dan dukungannya.
9. Untuk teman-teman kelompok nano- Fe_3O_4 Febie, Machida, Ghufron, Hamidah, dan Lia serta kelompok polimer Henyk, Andry dan Devi terimakasih atas segala doa dan bantuannya.
10. Rekan-rekan tugas akhir S1, S2, dan S3 Fisika ITS khususnya di Laboratorium karakteristik dan asam.
11. Sahabat dan teman-teman khususnya Fisika 2006.
12. Serta pihak-pihak lain yang telah membantu.



Setiap ada kelebihan pasti ada kekurangan. Oleh karena itu penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membangun terhadap Tugas Akhir ini. Semoga Tugas Akhir ini bisa memberikan manfaat dan inspirasi terutama bagi pihak-pihak yang menekuni bidang terkait dengan yang penulis kerjakan.

Surabaya, Juli 2010

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xviii
BAB I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan	3
1.5 Metode Penulisan	3
1.6 Manfaat	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Fenomena Superkonduktivitas	5
2.1.1 Efek Meissner	6
2.1.2 Tipe Superkonduktor	8
2.1.3. Superkonduktor $(RE)_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ dan $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$	11
2.1.3.1 Superkonduktor $(RE)_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$	11
2.1.3.2 Superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$	16
2.1.3.3. Diagram Fase Pembentukan Superkonduktor Suhu Tinggi	18
2.2 Sumber Radiasi	21
2.2.1 Neutron	22
2.2.2 Elektron	23
2.3 Difraksi Sinar-X	24

2.4 Metode Analisis <i>Rietveld</i>	28
2.4.1 Prinsip Dasar	28
2.4.2 Prinsip Analisis <i>Rietveld</i>	29
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Peralatan dan Bahan	33
3.1.1 Peralatan	33
3.1.2 Bahan	33
3.2 Proses Sintesis	33
3.2.1. Proses Sintesis Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	33
3.2.2. Proses Sintesis Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	37
3.2.3. Proses Sintesis Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	39
3.3 <i>High Resolution Powder Diffractometer</i> (HRPD)	43
3.3.1. Tata Kerja <i>High Resolution Powder Diffractometer</i> (HRPD).	46
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1. Pola Difraksi Sinar-X Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	51
4.2. Pola Difraksi Neutron Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	53
4.3. Pola Difraksi Neutron Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Eu}_{0,5})$ $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	54
4.4. Penentuan Fasa Menggunakan <i>Search Match</i> .	56
4.4.1. Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	56
4.4.2. Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	57
4.4.3. Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	58
4.5. <i>Refinement</i> Pola Difraksi Sinar-X.	60
4.5.1. <i>Refinement</i> Pola Difraksi Sinar-X Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	60
4.5.2. <i>Refinement</i> Pola Difraksi Sinar-X Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	62
4.5.3. <i>Refinement</i> Pola Difraksi Sinar-X Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	64
4.6. <i>Refinement</i> Pola Difraksi Neutron Superkonduktor	66

4.6.1. <i>Refinement</i> Pola Difraksi Neutron Superkonduktor NdBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ} .	67
4.6.2. <i>Refinement</i> Pola Difraksi Neutron Superkonduktor YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ} .	69
4.7. Struktur Kristal	71
4.7.1. Struktur Kristal Superkonduktor Superkonduktor NdBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ} .	71
4.7.2. Struktur Kristal Superkonduktor Superkonduktor (Nd _{0,5} Gd _{0,5})Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ} .	77
4.7.3. Struktur Kristal Superkonduktor Superkonduktor YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ} .	83
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	89
5.2 Saran	89
DAFTAR PUSTAKA	91
LAMPIRAN	93

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Diagram alir metodologi penyusunan tugas akhir	3
Gambar 2.1	a) Foto Heike Kammerlingh Onnes, b) Hilangnya resistivitas raksa (Hg) di bawah suhu 4,2°K	5
Gambar 2.2	a) Ketergantungan temperatur dari resistivitas listrik untuk superkonduktor, T_c maksimum terjadi pada transisi daerah superkonduktif. b) Fluks magnetik tidak dapat menembus material superkonduktor $T < T_c$	7
Gambar 2.3	Hubungan antara kuat medan magnet terpasang H terhadap T untuk Tipe I	9
Gambar 2.4	Hubungan antara kuat medan magnet terpasang H terhadap T untuk Tipe II	11
Gambar 2.5	Blok aktif dan blok reservoir muatan pada superkonduktor YBCO-123 atau (NEG)-123	14
Gambar 2.6	a). Pengukuran ρ_{ab} pada bahan superkonduktor b). Pengukuran ρ_c pada bahan superkonduktor	16
Gambar 2.7	Struktur kristal superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, a) Orthorombik, b) Tetragonal	17
Gambar 2.8	Diagram fase superkonduktor Y123	19
Gambar 2.9	Diagram fase dari $BaCuO_2$ - $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Y_2BaCuO_5	20
Gambar 2.10	Diagram fase dari $BaCuO_2$ - $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ Y_2BaCuO_5	21
Gambar 2.11	Difraksi sinar-X pada bidang atom A-A' dan B-B'	25
Gambar 3.1	a) Pelarutan HNO_3 dengan CuO , b) Pelarutan HNO_3 dengan $BaCO_3$, c) Pelarutan HNO_3 dengan Nd_2O_3 , d) Pencampuran keseluruhan larutan.	34
Gambar 3.2	Endapan biru yang dihasilkan dari proses pengendapan.	34



Gambar 3.3	Hasil dari pre-kalsinasi $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	35
Gambar 3.4	Kurva proses kalsinasi superkonduktor superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	36
Gambar 3.5	Kurva proses sintering superkonduktor superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	36
Gambar 3.6	Hasil dari Sintering $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	37
Gambar 3.7	Kurva proses kalsinasi superkonduktor superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	38
Gambar 3.8	Kurva proses sintering superkonduktor superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	39
Gambar 3.9	a) Pelarutan HNO_3 dengan CuO , b) Pelarutan HNO_3 dengan BaCO_3 , c) Pelarutan n HNO_3 dengan Nd_2O_3 , d) Pencampuran keseluruhan larutan.	40
Gambar 3.10	Hasil dari pre-kalsinasi $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	41
Gambar 3.11	Kurva proses kalsinasi superkonduktor superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	41
Gambar 3.12	Kurva proses sintering superkonduktor superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	42
Gambar 3.13	Hasil dari Sintering $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	42
Gambar 3.14	Skema alat <i>High Resolution Powder</i> <i>Diffractionmeter</i> (HRPD)	43
Gambar 3.15	<i>High Resolution Powder Diffractionmeter</i> (HRPD)	44
Gambar 4.1	Pola Difraksi Sinar-X Tiga Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	51
Gambar 4.2	Perbandingan pola difraksi serbuk sinar-X pada puncak yang sama untuk Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	52
Gambar 4.3	Pola difraksi neutron Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	53

Gambar 4.4	Pola difraksi neutron Superkonduktor	54
	$(\text{Nd}_{0,5}\text{Eu}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	
Gambar 4.5	Pola difraksi neutron Superkonduktor	55
	$(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	
Gambar 4.6	Hasil <i>search match</i> Superkonduktor	56
	$\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	
Gambar 4.7	Hasil <i>search match</i> Superkonduktor	57
	$(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	
Gambar 4.8	Hasil <i>search match</i> Superkonduktor	58
	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	
Gambar 4.9	<i>Refinement</i> Pola Difraksi Serbuk Sinar-X Superkonduktor	60
	$\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	
Gambar 4.10	<i>Refinement</i> Pola Difraksi Serbuk Sinar-X Superkonduktor	62
	$(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	
Gambar 4.11	<i>Refinement</i> Pola Difraksi Serbuk Sinar-X Superkonduktor	64
	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	
Gambar 4.12	<i>Refinement</i> Pola Difraksi Serbuk Neutron Superkonduktor	67
	$\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	
Gambar 4.13	<i>Refinement</i> Pola Difraksi Serbuk Neutron Superkonduktor	69
	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	
Gambar 4.14	a) Struktur Kristal Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ untuk Sinar-X, b) Struktur Kristal Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ untuk neutron.	71
Gambar 4.15	Koordinasi atom-atom logam dengan oksigen dalam sel satuan fasa $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$: (a) Nd-O, (b) Ba-O, (c) Cu(1)-O dan Cu(2)-O.	72
Gambar 4.16	Struktur Kristal Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	77
Gambar 4.17	Koordinasi atom-atom logam dengan oksigen dalam sel satuan fasa $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$: (a) Nd-O, (b) Ba-O, (c) Cu(1)-O dan Cu(2)-O.	78
Gambar 4.18	a) Struktur Kristal Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ untuk Sinar-X, b) Struktur Kristal Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ untuk neutron.	83

Gambar 4.19 Koordinasi atom-atom logam dengan oksigen 84
dalam sel satuan fasa $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$: (a) Nd-O,
(b) Ba-O, (c) Cu(1)-O dan Cu(2)-O.

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Beberapa logam murni (superkonduktor Tipe I)	9
Tabel 2.2	Superkonduktor Tipe II	10
Tabel 2.3	Suhu dekomposisi peritektik dari superkonduktor (RE)BCO	13
Tabel 2.4	Jenis-jenis bahan <i>filter</i> sesuai dengan spektrum K_{α}	22
Tabel 2.5	Hubungan karakter puncak difraksi dan parameter-parameter dalam model intensitas difraksi analisis <i>Rietveld</i> .	31
Tabel 3.1	Komponen utama dan parameter instrumen dari DN3	45
Tabel 4.1	Nilai fraksi volume dari fasa-fasa yang terkandung dalam superkonduktor $NdBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ dan $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ dengan menggunakan metode <i>Rietveld</i> menggunakan <i>FullProf</i> .	59
Tabel 4.2	Hasil penghalusan satu fasa pola difraksi sinar-X superkonduktor $NdBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. Struktur Ortorombik ;Grup ruang <i>Pmmm</i> ,No. 47 ; a = 3,8720(4) Å ; b = 3,9203(4) Å ; c = 11,7798 (1) Å ; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$; $R_p = 57,4$; $R_{wp} = 42,6$; $R_e = 26,3$; $\chi^2 = 2,623$.	61
Tabel 4.3	Hasil penghalusan satu fasa pola difraksi sinar-X superkonduktor $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$. Struktur Ortorombik ;Grup ruang <i>Pmmm</i> ,No. 47 ; a = 3,8562(3) Å ; b = 3,9102 (4) Å ; c = 11,7504(1) Å ; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$; $R_p = 51,2$; $R_{wp} = 39,2$; $R_e = 25,0$; $\chi^2 = 2,463$.	63
Tabel 4.4	Hasil penghalusan satu fasa pola difraksi sinar-X superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. Struktur Ortorombik ;Grup ruang <i>Pmmm</i> ,No. 47 ; a = 3,8262(3) Å ; b = 3,8886(4) Å ; c = 11,6921(1) Å ; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$; $R_p = 50,1$; $R_{wp} = 38,2$; $R_e =$	65

	23,0 ; $\chi^2 = 2,753$.	
Tabel 4.5	Hasil penghalusan satu fasa pola difraksi sinar-X superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Struktur Ortorombik ;Grup ruang <i>Pmmm</i> ,No. 47 ; a = 3,8639(1) Å ; b = 3,9166(1) Å ; c = 11,7551(4) Å ; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$; $R_p = 38,3$; $R_{wp} = 31,7$; $R_c = 25,6$; $\chi^2 = 1,542$.	68
Tabel 4.6	Hasil penghalusan satu fasa pola difraksi sinar-X superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Struktur Ortorombik ;Grup ruang <i>Pmmm</i> ,No. 47 ; a = 3,8179 Å ; b = 3,8801 Å ; c = 11,6655 Å ; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$.	70
Tabel 4.7	Jarak antar dua atom (X-O) pada superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	74
Tabel 4.8	Sudut antara tiga atom (O-X-O) pada superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	75
Tabel 4.9	Jarak antar dua atom (X-O) pada superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	80
Tabel 4.10	Sudut antara tiga atom (O-X-O) pada superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	81
Tabel 4.11	Jarak antar dua atom (X-O) pada superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	86
Tabel 4.12	Sudut antara tiga atom (O-X-O) pada superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.	87

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Skema Kerja	93
Lampiran B	Penentuan Komposisi Massa Sampel dan Jumlah HNO ₃	99
Lampiran C	Inorganic Crystal Structure Database (ICSD)	107
Lampiran D	Informasi untuk Grup Ruang No.47	111

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Penelitian mengenai superkonduktor semakin gencar dilakukan baik didalam negeri maupun diluar negeri. Penelitian dilakukan dalam skala besar untuk industri maupun skala kecil untuk laboratorium, baik dalam bentuk *bulk* maupun *film* tipis. Pada saat ini ilmuwan masih melakukan penelitian untuk mendapatkan bahan superkonduktor yang berada dalam suhu kamar karena temperatur kritis (T_c) superkonduktor yang baru ditemukan $Tl_2Ca_2Ba_2Cu_3O_{10}$ masih rendah sekitar 125°K. Untuk merealisasikan rencana besar ini ilmuwan masih mengalami banyak kendala-kendala yang diantaranya membuat bahan superkonduktor yang memiliki suhu kritis mendekati suhu ruang, mempunyai fasa murni, densitas tinggi, homogenitas tinggi, ukuran butir yang besar, rapat arus kritis tinggi (T_c), dan medan magnetik kritis tinggi (H_c), sehingga pengaplikasiannya tidak memerlukan biaya yang mahal. Sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap bahan-bahan baru yang berpotensi menghasilkan superkonduktor suhu ruang (Cyrot, 1992).

Superkonduktor $(RE)_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ($RE=Nd,Gd$) merupakan bahan superkonduktor pengembangan dari superkonduktor sistem Yttrium yaitu $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. Tujuan penggantian unsur Y dengan unsur tanah jarang *rare earth* adalah untuk meningkatkan medan magnetik kritis (H_c) bahan, karena diketahui bahwa unsur-unsur tanah jarang Nd dan Gd merupakan bahan magnetik dimana neodmium bersifat paramagnetik dan antiferromagnetik dibawah temperatur 20°K sedangkan gadolinium bersifat ferromagnetik atau paramagnetik pada transisi temperatur 292°K. Penelitian $(RE)_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ ($RE=Nd,Gd$) sudah banyak dilakukan, hanya saja konsentrasi penelitian masih berkisar pada pengamatan struktur mikro (*microstructure*), seperti perlakuan suatu parameter untuk memperbesar butiran, *magnetic trapped*, analisis

fluks *pinning*, dan pengamatan impuritas. Sedangkan penelitian mengenai struktur kristal superkonduktor $(RE)_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ($RE=\text{Nd},\text{Gd}$) sedang dilakukan pengembangan-pengembangan terbaru baik dengan menggunakan pengukuran XRD atau HRPD.

Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi bahan superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *High Resolution Powder Diffractometer* (HRPD). Penelitian ini dilakukan untuk membandingkan hasil keluaran pola difraksi sinar-X dengan pola difraksi neutron. Pengolahan data difraksi akan dilakukan dengan metode *Rietveld* menggunakan program *FullProf* (Rodriguez, 2001). Selain itu dilakukan analisis struktur kristal superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

1.2. Perumusan Masalah

Permasalahan dari penelitian difraksi kristal superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ini adalah:

1. Bagaimana menentukan fraksi volume dari superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.
2. Bagaimana menentukan distribusi oksigen pada superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan metode *Rietveld*.
3. Bagaimana pengaruh pergantian atom Y dengan Nd dan Gd.
4. Bagaimana menentukan dan menganalisis struktur kristal superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

1.3. Batasan Masalah

Batasan masalah yang dibahas dalam penelitian difraksi kristal superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ini adalah ditekankan pada penentuan fraksi volume dan distribusi oksigen dari bahan superkonduktor

$\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Serta penentuan struktur kristal superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

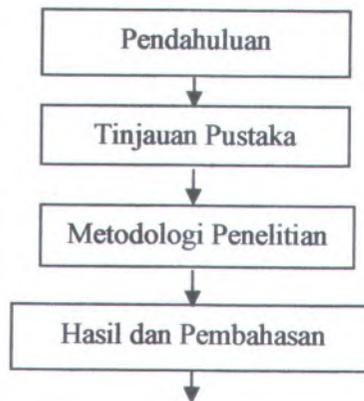
1.4. Tujuan

Tujuan dari penelitian difraksi kristal superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ini adalah:

1. Dapat menentukan fraksi volume dari superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.
2. Dapat menentukan distribusi oksigen pada superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan metode *Rietveld*.
3. Mengetahui pengaruh pergantian atom Y dengan Nd dan Gd.
4. Dapat menentukan dan menganalisis struktur kristal superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

1.5. Metode Penulisan

Metodologi penyusunan tugas akhir dapat dilihat dalam diagram alir pada Gambar 1.1.





Gambar 1.1. Diagram alir metodologi penyusunan tugas akhir

1.6. Manfaat

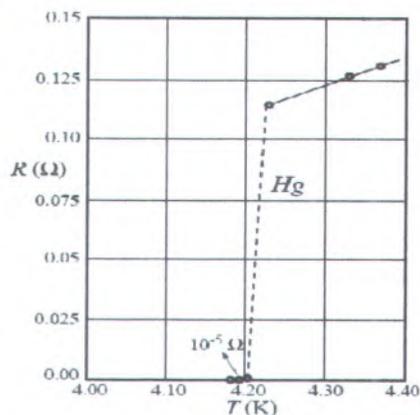
Manfaat dari penelitian ini adalah meningkatkan penguasaan dalam bidang superkonduktor terutama dalam proses sintesa dan mekanisme superkonduksinya. Dengan keberhasilan membuat bahan superkonduktor yang memiliki rapat arus tinggi, suhu kritis tinggi, dan medan magnetik tinggi, akan memberi peluang lebih besar kepada aplikasi teknologi dan segi ilmiah.

Kontribusi penelitian ini pada pengembangan ilmu pengetahuan, adalah menghasilkan paper ilmiah, yang mana dapat memberikan informasi yang lebih lengkap tentang superkonduktor sistem $RE_1Ba_2Cu_3O_{7.5}$ ($RE=Nd,Gd$) dan $YBa_2Cu_3O_{7.5}$, baik mengenai proses sintesa menggunakan metode *pencampuran basah*. Dengan penelitian ini, peneliti akan ikut berkiprah dalam dua aspek ilmiah dan potensi aplikasinya. Dengan berakhirnya penelitian ini, penelitian akan terus berlanjut untuk meningkatkan peran dalam skala laboratorium atau lingkup kampus yang selanjutnya meningkat ke lingkup yang lebih luas, bahkan dalam skala industri.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fenomena Superkonduktivitas

Fenomena superkonduktivitas listrik pertama kali ditemukan oleh Heike Kammerlingh Onnes di Leiden, Belanda tahun 1911 pada logam *Hg* murni dengan suhu kritis $T_c = 4,2^\circ\text{K}$. Semenjak itu berbagai penelitian untuk mendapatkan bahan superkonduktor dengan T_c yang lebih tinggi terus dilakukan oleh para ilmuwan. Perkembangan penelitian semakin pesat dengan ditelitinya beberapa bahan superkonduktor yang diantaranya logam murni, paduan (*alloy*), semikonduktor dan keramik oksida tembaga (Mourachkine, 2004).



Gambar 2.1 a) Foto Heike Kammerlingh Onnes, b) Hilangnya resistivitas raksa (*Hg*) di bawah suhu $4,2^\circ\text{K}$.

Data eksperimental menunjukkan bahwa pada suhu di bawah suhu transisi kritis T_c semua superkonduktor memiliki hambatan listrik $\rho = 0$ yang artinya titik suhu di mana logam berubah dari sifatnya yang biasa (*normal state*), $\rho > 0$ menjadi superkonduktif (*superconducting state*). Sifat dasar lain dari superkonduktor yaitu gejala diamagnetisme sempurna (*perfect*

diamagnetism). Hal ini menunjukkan fluks magnetik tidak dapat menembus bagian dalam suatu material superkonduktif pada suhu $T < T_c$. Material dalam keadaan superkonduktif menolak sama sekali medan magnet yang menembusnya (Mourachkine, 2004).

Perubahan tiba-tiba dari konduksi normal ke superkonduksi tidak hanya bergantung pada suhu, tetapi juga pada kuat medan magnet terpasang H dan rapat arus J . Ada kuat medan magnet kritis H_c yang bila dilampaui akan merusak superkonduktivitas. Rapat arus kritis J_c bila dialirkan pada bahan superkonduktor juga akan menghilangkan superkonduktivitas. Jadi ada tiga parameter yang mempengaruhi superkonduktivitas sebuah superkonduktor, yakni suhu, medan magnet, dan rapat arus. Fakta yang mendasar tentang superkonduktor adalah bahwa dalam keadaan superkonduksi :

- Fluks magnetik terdorong keluar dari bahan
- Medan listrik internal, $E = 0$.

2.1.1 Efek Meissner

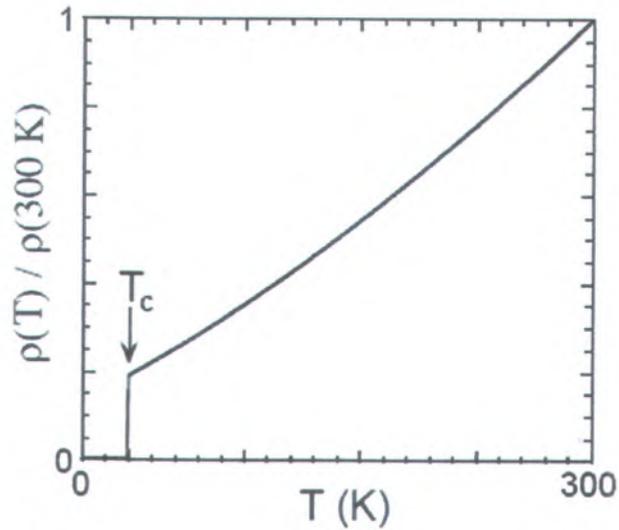
Bila cuplikan superkonduktor di tempatkan dalam medan magnet dan kemudian didinginkan hingga di bawah suhu transisi kritisnya, maka fluks magnetik (yang semula menembus bahan) terdorong ke luar dari bahan. Fenomena ini disebut efek Meissner. Efek Meissner diungkapkan secara teoritis dengan persamaan London.

$$\frac{dJ}{dt} = \left(\frac{ne^2}{m}\right) E \quad 2.1$$

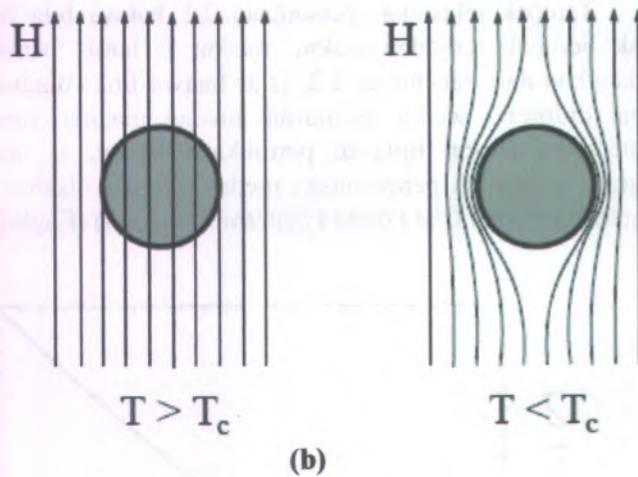
$$H = H_s e^{-z/\lambda_L} \quad 2.2$$

Pada persamaan-persamaan di atas : m = massa elektron, e = muatan elektron, E = kuat medan listrik internal, H_s = kuat medan magnet pada permukaan superkonduktor, H = kuat medan magnet pada kedalaman z dan n = tetapan = kerapatan elektron (Engkir, 1991).

Tampak jelas dari persamaan 2.1 bahwa bila rapat arus tidak berubah terhadap waktu, medan E harus berharga nol. Sedangkan dari persamaan 2.2, jelas bahwa fluks magnetik tidak dapat didorong secara sempurna, medan magnet masih dapat menembus lapisan tipis di permukaan bahan. λ_L merupakan ukuran kedalaman penembusan medan magnet disebut kedalaman penetrasi London (*the London penetration depth*) (Engkir, 1991).



(a)



Gambar 2.2 a) Ketergantungan temperatur dari resistivitas listrik untuk superkonduktor, T_c maksimum terjadi pada transisi daerah superkonduktif. b) Fluks magnetik tidak dapat menembus material superkonduktor $T < T_c$ (Mourachkine, 2004).

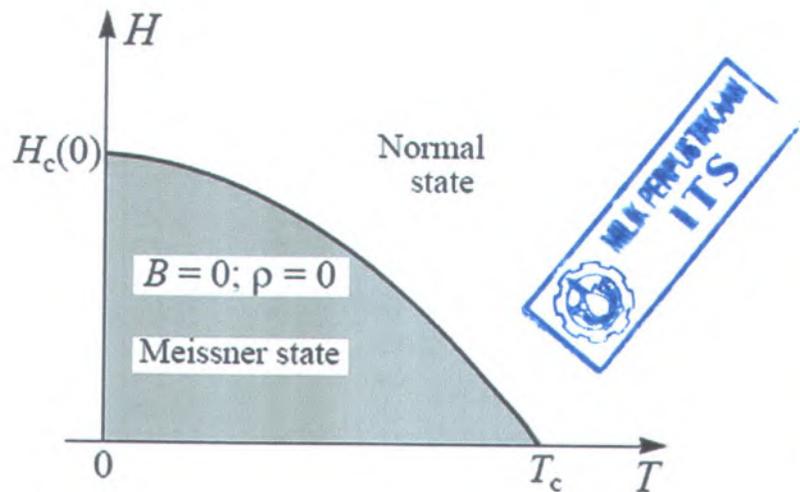
2.1.2 Tipe Superkonduktor

Superkonduktor pada umumnya terbagi ke dalam dua tipe, yang biasa disebut Tipe I dan Tipe II.

- a) Material yang tergolong superkonduktor Tipe I adalah bahan dari unsur-unsur logam murni seperti Hg, Pb, Sn, In dan sebagainya. Superkonduktor ini hanya mampu mempertahankan superkonduktivitasnya dalam medan magnet yang lebih kecil dari 1000 gauss. Agar tetap superkonduktif bahan tipe I harus menolak seluruh medan magnet internal. Untuk menghalau fluks magnetik tersebut diperlukan energi dan energi yang digunakan adalah energi bebas superkonduktor (*the superconductor's free energy*). Jika "budget" energi bebas habis terpakai /tidak mencukupi, bahan tidak lagi ada dalam keadaan superkonduksi (Darminto, 2009).

Tabel 2.1 Beberapa logam murni (superkonduktor Tipe I)

Element	T_c (K)	$\lambda(0)$ (\AA)	ξ_0 (\AA)	$H_c(T)$
Al	1.1	500	16000	0.01
Pb	7.2	390	830	0.08
Sn	3.7	510	2300	0.03
In	3.4	640	4400	0.03
Tl	2.4	920	-	0.02
Cd	0.56	1300	7600	0.003



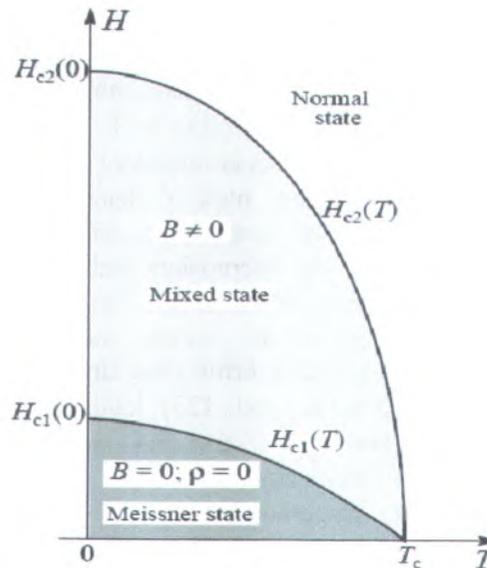
Gambar 2.3 Hubungan antara kuat medan magnet terpasang H terhadap T untuk Tipe I (Mourachkine, 2004).

- b) Bahan superkonduktor Tipe II biasanya adalah *alloy*, seperti Nb_3Sn , Nb_3Ge , Nb_3Al dan lain-lain. Superkonduktor Tipe II mampu mempertahankan superkonduktivitasnya dalam pengaruh medan magnet yang relatif kuat ($H_c > 500.000$)

gauss) dan dapat membawa rapat arus yang relatif besar ($J_c = 1 \times 10^6$ sampai 1×10^7 A/cm²). Dalam keadaan superkonduksi medan magnet internal B boleh tinggal di dalam bahan Tipe II ini, namun kehadirannya dibatasi dalam bentuk tabung-tabung fluks atau disebut juga "vortex" (pusaran arus). Dengan demikian "budget" energi dapat dihemat, karena tidak lagi dipakai untuk menghalau fluks magnet tersebut. Itulah sebabnya, superkonduktor Tipe II memiliki J_c dan H_c yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan J_c dan H_c pada superkonduktor Tipe I (Darminto, 2009).

Tabel 2.2 Superkonduktor Tipe II

Superconductor	T_c (K)	$\lambda(0)$ (Å)	$\xi(0)$ (Å)	H_{c2} (T)
Nb	9.2	450	380	0.2
NbTi	9.5	1600	50	14
NbN	16	2000	50	16
Nb ₃ Sn	18.4	800	35	24
Nb ₃ Ge	23	-	35	38
Ba _{0.6} K _{0.4} BiO ₃	31	2200	35	32
MgB ₂	39	850	37	39
UPt ₃	0.5	7800	200	2.8
UBe ₁₃	0.9	3600	170	8
URu ₂ Si ₂	1.2	-	130	8
CeIrIn ₅	0.4	5300	250	1.0
CeCoIn ₅	2.3	-	80	11.9
TmNi ₂ B ₂ C	11	800	150	10
LuNi ₂ B ₂ C	16	760	70	7
K ₃ C ₆₀	19.5	~4800	35	~30
Rb ₃ C ₆₀	30	~4200	30	~55
YBa ₂ Cu ₃ O ₇	93	1450	13	150
HgBa ₂ Ca ₂ Cu ₃ O ₁₀	135	1770	13	190



Gambar 2.4 Hubungan antara kuat medan magnet terpasang terhadap T untuk Tipe II (Mourachkine, 2004).

2.1.3 Superkonduktor $(RE)_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ dan $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$

2.1.3.1 Superkonduktor $(RE)_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$

Sifat-sifat superkonduktor keramik sistem RE-123 (RE = Nd, Eu, Gd) sangat dipengaruhi oleh kandungan oksigen yang terdapat dalam senyawa tersebut. Kandungan oksigen ditentukan oleh perlakuan pada proses pembuatannya. Superkonduktor sistem $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ mempunyai dua struktur yaitu struktur tetragonal ($0,5 < \delta < 1,0$) yang bersifat semikonduktor dan struktur orthorombik ($0 < \delta < 0,5$) yang bersifat superkonduktor. Secara mikroskopik, struktur kristal $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ adalah tri-Perovskite non-stoikiometrik dengan struktur idealnya adalah $YBa_2Cu_3O_7$. Ion-ion Ba^+ dan Y^+ teratur dalam deretan (Ba - Y - Ba) ke arah $[0\ 0\ 1]$. Bidang $z = \frac{1}{2}$ sama sekali tidak dihuni oleh atom oksigen, sedangkan pada bidang $z = 0$, posisi b ($\frac{1}{2}\ 0\ 0$) seluruhnya dihuni oleh oksigen. Posisi 1e ($0\ \frac{1}{2}\ 0$) sama sekali

kosong dan posisi $2r$ ($0 \frac{1}{2} z$) sebagian terisi oleh atom. Adanya kekosongan pada posisi $1e$ menyebabkan konstanta kisi $b < a$ sehingga sel satuannya berbentuk orthorombik (Poole dkk,2007).

Superkonduktor sistem $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ (Y-123) kemudian dikembangkan menjadi superkonduktor sistem $(RE)_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$, dengan mengganti blok Y dengan blok (RE) yang tersusun oleh ion-ion tanah jarang (*rare earth*) Nd, Eu dan Gd. Ion-ion Nd, Eu dan Gd merupakan bahan-bahan magnetik. Tujuan dari penggantian ion Y dengan ion-ion Nd, Eu dan Gd adalah untuk menghasilkan bahan superkonduktor yang mempunyai medan magnetik kritis yang tinggi. Superkonduktor sistem $(RE)_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$ (RE-123) lebih baik dibandingkan superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, dan bahkan diprediksi sebagai bahan yang paling berpeluang untuk dapat diaplikasikan dewasa ini. Keunggulan superkonduktor RE-123 dibandingkan superkonduktor suhu tinggi yang lain adalah karena mempunyai suhu kritis tinggi, medan magnetik kritis tinggi dan rapat arus kritis yang lebih besar, serta ketahanan terhadap lingkungan lebih baik. Pengukuran rapat arus kritis J_c pada medan rendah pada superkonduktor RE-123 tidak memberikan pengaruh yang berarti pada *flux pinning*, akan tetapi medan yang tinggi, pengaruhnya terhadap *flux pinning* sangat kuat (Lehndorff,2001).

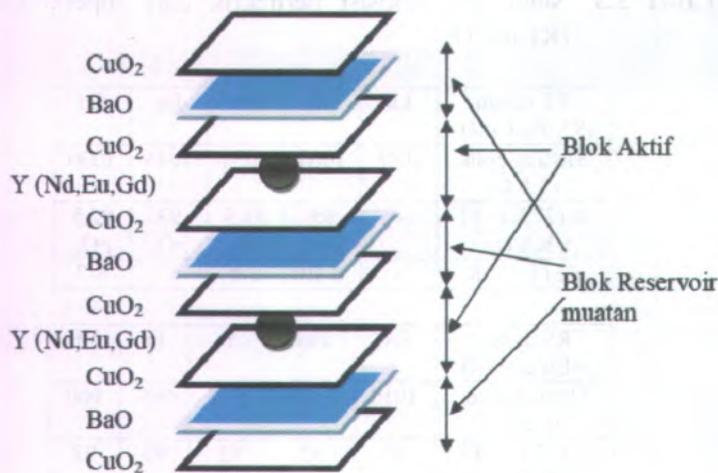
Suhu pembentukan superkonduktor YBC-123 tentu saja tidak sama dengan superkonduktor NEG-123. Suhu dekomposisi peritektik dari senyawa yang berbeda RE-123. Fase RE-123 dibentuk dari pendinginan *liquid* sampel (RE)BCO secara peritektik, dengan penambahan 40% fase RE-211 untuk mengatasi permasalahan yang berhubungan dengan pengurangan *liquid* selama terjadi pelelehan. Suhu dekomposisi peritektik dari beberapa ion RE diperlihatkan pada tabel 2.3.

Tabel 2.3. Suhu dekomposisi peritektik dari superkonduktor (RE)BCO.

RE dalam (RE)Ba ₂ Cu ₃ O ₇	La	Nd	Sm	Eu	Gd
Melting point (± 5°C)	1068	1068	1054	1046	1030
Jc (77 K) ; IT x KA/cm ²	-	95 <i>pO₂</i>	93,5 <i>pO₂</i>	93 <i>pO₂</i>	92,5 <i>pO₂</i>
Bc (T) 77 K	-	8-10	6-8	-	6-7

RE dalam (RE)Ba ₂ Cu ₃ O ₇	Dy	Ho	Y	Er	Yb
Melting point (± 5°C)	1010	1005	1005	990	960
Jc (77 K) ; IT x KA/cm ²	92 <i>air</i>	92 <i>air</i>	92 <i>air</i>	92 <i>air</i>	92 <i>air</i>
Bc (T) 77 K	-	-	5-6	-	-

Struktur berlapis dalam superkonduktor suhu tinggi menyebabkan adanya gaya *pinning* intrinsik. Ketidakhomogenan bahan yang diakibatkan oleh cacat kristal atau impuritas juga mengakibatkan munculnya gaya *pinning* yang akan menghalangi pergerakan vorteks. Dalam superkonduktor sistem YBC-123 maupun NEG-123, terdapat lapisan-lapisan yaitu blok reservoir muatan dan blok aktif (lapisan superkonduksi). Dari aspek mekanika fluksoid blok reservoir-muatan yang memisahkan dua blok aktif terdekat berperan sebagai faktor yang menentukan besar kecilnya efek *pinning* dalam bahan superkonduktor. Lemahnya mekanisme *pinning* akan berdampak buruk pada sifat-sifat *transport* dan magnetik bahan superkonduktor.



Gambar 2.5 Blok aktif dan blok reservoir muatan pada superkonduktor YBCO-123 atau (NEG)-123.

Besaran yang digunakan untuk menyatakan kemampuan bahan dalam mencegah pergerakan vorteks disebut gaya *pinning* (F_p), yaitu gaya Lorentz maksimum yang dapat ditahan oleh bahan tanpa menimbulkan disipasi atau gaya minimum yang diperlukan untuk menghalangi pergerakan garis fluks vorteks. Disipasi maksimum arus bebas atau yang dikenal dengan rapat arus kritis (J_c) didefinisikan sebagai :

$$J_c = \frac{F_p}{B} \quad 2.3$$

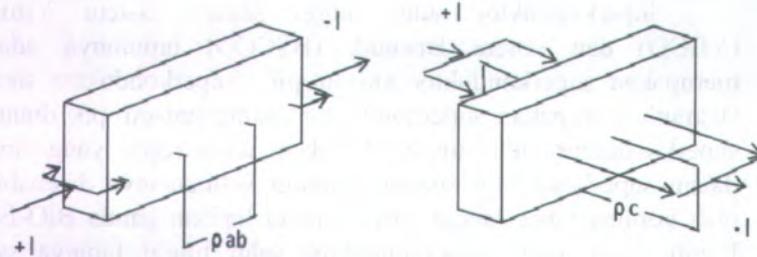
dimana B menyatakan besar induksi magnetik yang diberikan. Untuk menghindari terjadinya disipasi arus tersebut adalah dengan menghalangi pergerakan garis fluks vorteks yaitu dengan memperbanyak pusat-pusat *pinning* dalam bahan.

Superkonduktor suhu tinggi seperti sistem Yttrium (YBCO) dan sistem Bismuth (BSCCO) umumnya adalah merupakan superkonduktor anisotropik. Superkonduktor sistem Bismuth merupakan superkonduktor paling anisotropik diantara superkonduktor suhu tinggi. Keadaan anisotropik yang tinggi dalam superkonduktor sistem Bismuth kelihatannya disebabkan oleh kopling yang sangat lemah antara lapisan ganda BiO-BiO. Begitu juga untuk superkonduktor suhu tinggi lainnya yang memiliki struktur berlapis menjadikan bahan mempunyai sifat anisotropik. Keberadaan anisotropik yang tinggi dalam bahan superkonduktor mengakibatkan akan menimbulkan efek-efek baru terhadap perilaku vorteks dan mengakibatkan rentannya keadaan bahan superkonduktor terhadap pengaruh lingkungan. Tingkat anisotropik menimbulkan peralihan dimensi bahan yaitu perubahan dari situasi dimana sistem fluks yang seharusnya dapat diperlakukan sebagai garis-garis fluks dalam tiga dimensi berubah menjadi struktur berlapis dua dimensi. Peralihan dimensi ini terjadi ketika panjang koherensi superkonduktor seorde dengan jarak antar lapisan.

Parameter yang digunakan untuk mengukur besarnya anisotropi suatu bahan adalah anisotropi resistivitas (γ). Parameter anisotropi resistivitas tersebut merupakan akar dari perbandingan resistivitas bahan pada arah sumbu c (ρ_c) dengan resistivitas bahan pada bidang ab (ρ_{ab}) atau dapat dirumuskan sebagai :

$$\gamma = \sqrt{\frac{\rho_c}{\rho_{ab}}} \quad 2.4$$

Pada suhu ruang resistivitas bahan pada arah sumbu c lebih besar dibandingkan resistivitas bahan pada bidang ab. Pengukuran resistivitas bahan pada arah sumbu c dan resistivitas bahan pada bidang ab diperlihatkan pada gambar 2.6.

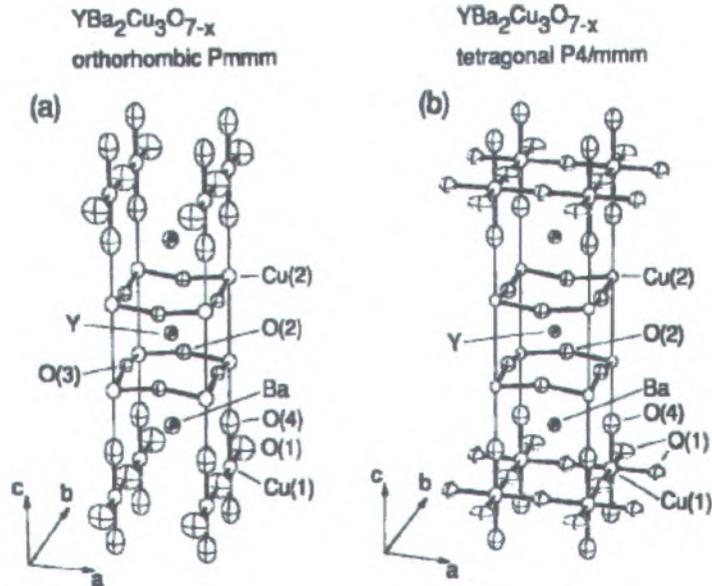


Gambar 2.6 a. Pengukuran ρ_{ab} pada bahan superkonduktor b. Pengukuran ρ_c pada bahan superkonduktor (Krabbes dkk, 2006).

2.1.3.2 Superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ termasuk ke dalam kelompok superkonduktor-Tipe II dengan medan magnet kritis $H_{c2} = 1860$ kOe dan rapat arus kritis $J_c \approx 500 - 120.000$ A/cm² pada suhu 77°K, tanpa pengaruh medan magnet. Superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-y}$ memiliki dua fase superkonduksi, yaitu fasa 60 K ($T_c \approx 60^\circ\text{K}$) dan fasa 90°K ($T_c \approx 90^\circ\text{K}$) berturut-turut pada kandungan oksigen $0,3 < x < 0,5$ dan $0 < x < 0,2$ (Engkir, 1991).

Transformasi fasa yang terjadi pada pembentukan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ terjadi dalam beberapa tahapan. Tahapan pertama ketika bahan ytrium nitrat, barium nitrat, tembaga oksida, asam oksalat, dan asam nitrat dilarutkan dalam air dengan komposisi tertentu akan melarut sehingga pada tahapan pencampuran semua reaktan dalam bentuk larutan. Penambahan asam oksalat, dan ammonia akan mengkondisikan tingkat keasaman yang sesuai untuk terjadinya pengendapan bersama (kopresipitasi) ytrium, barium, dan tembaga. Campuran berupa *slurry* berwarna biru muda kebiru berlin, hal ini menunjukkan terjadinya pengendapan. Hasil pengeringan bahan ini berupa gel dan dicuplik sebagai cuplikan prekursor dan dianalisis dengan difraksi sinar-X (XRD).



Gambar 2.7. Struktur kristal superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, a) Orthorombik, b) Tetragonal (Poole dkk, 2007).

Hasil analisis prekursor seperti diperlihatkan pada Gambar 2.5, yang menunjukkan bahwa hasil kopresipitasi merupakan campuran dari fasa YBCO-123, YBCO-211, $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$, BaCO_3 , dan CuCO_3 . Hal ini menunjukkan bahwa pada tahap kopresipitasi yang dilakukan dengan pH 7 telah terbentuk YBCO-123 meskipun dengan fraksi massa yang masih kecil. Adanya YBCO-211 menunjukkan bahwa sebagian Y, Ba, dan Cu membentuk fasa 211, sedangkan sisanya masih dalam bentuk nitrat dan karbonat. Proses pirolisis dilakukan dengan memanaskan prekursor pada suhu 350°C selama 2 jam di dalam tungku pemanas, tungku tersebut dilengkapi dengan instalasi pirolisis untuk menangani gas yang dihasilkan. Gas hasil pirolisis merupakan gas beracun, yang pada tahap awal berwarna kekuningan dan akhirnya tak berwarna. Proses pirolisis ini untuk

menghilangkan gas-gas yang tidak diharapkan. Hasil pirolisis berupa serbuk berwarna coklat kehitaman dan dianalisis menggunakan difraksi sinar-X (Yustinus, 2009).

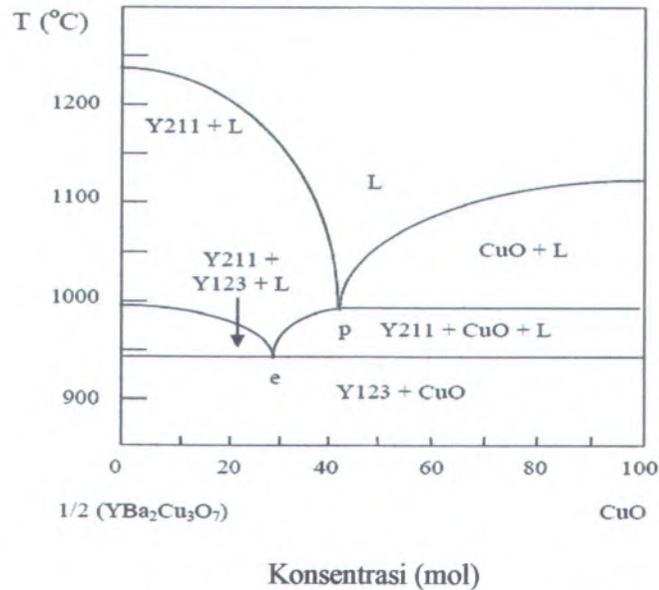
2.1.3.3 Diagram Fase Pembentukan Superkonduktor Suhu Tinggi.

Superkonduktor suhu tinggi umumnya merupakan senyawa yang mempunyai sifat lelehan inkongruen, yang mana terbentuk melalui route peritektik. Senyawa ini dapat diperoleh dengan reaksi peritektik dari padatan dan cairan dengan komposisi yang berbeda. Ukuran *grain* (butiran) tergantung pada perlakuan pemanasan sebelum reaksi peritektik terjadi. Sebagai contoh, pada pendinginan lambat sampai mencapai suhu peritektik, *grain* umumnya akan terbentuk.

Secara umum reaksi peritektik sangat lambat sebab difusinya kecil. Kemudian pertumbuhan kristal dari senyawa peritektik dengan mengontrol komposisi stoikiometri adalah tidak mungkin.

Pembentukan kristal awal yang sering disebut nukleasi merupakan peristiwa yang sangat penting dalam proses pembentukan kristal. Nukleasi yang diinduksi dengan kristal dari senyawa yang sama, seperti seeds, disebut nukleasi kedua.

Diagram fase Y-123 ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$) yang dilengkapi dengan pembentukan Y-211. Diperlihatkan gambar 2.7. Gambar tersebut memperlihatkan pengaruh penambahan CuO yang dinyatakan dalam prosen mol, ke dalam $1/2(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7)$ untuk pembentukan senyawa Y123 (Krabbes dkk, 2006)

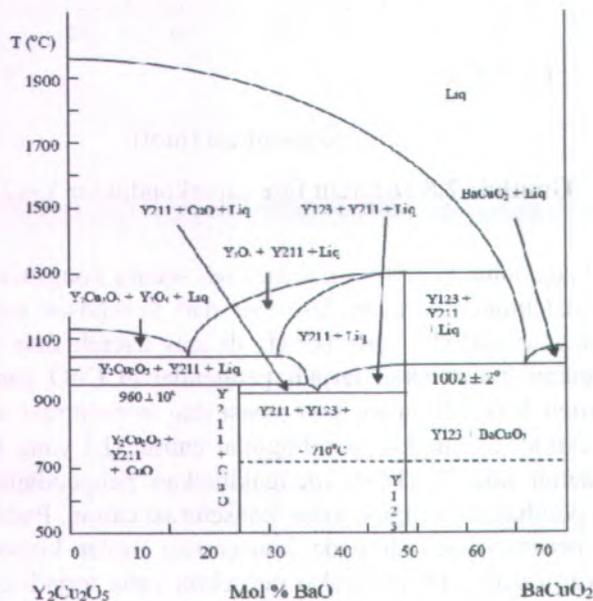


Gambar 2.8 Diagram fase superkonduktor Y-123

Pada suhu 1120°C , CuO meleleh secara kongruen, dimana fase padat muncul dengan fase cair dari komposisi yang sama. Apabila fase cair (L) yang berada di atas daerah fase $\text{CuO} + \text{L}$ didinginkan, maka akan terjadi pengendapan CuO yang secara konsekuen berubah dalam komposisi dan konsentrasi mengikuti kurva cairan. Sedangkan pendinginan cairan (L) yang berada di atas daerah fase $\text{Y-211} + \text{L}$ mengakibatkan pengendapan Y-211 diikuti perubahan komposisi dan konsentrasi cairan. Pada 1000°C , reaksi peritektik terjadi pada konsentrasi molar kira-kira 40% CuO , yaitu pada titik p. Reaksi peritektik yang terjadi di sebelah kanan titik p, adalah $\text{CuO} + \text{L}$ menjadi $\text{Y-211} + \text{CuO} + \text{L}$. Pada garis solidus (titik e), dalam kasus ini pada suhu 940°C , terjadi transformasi dari $\text{Y-211} + \text{L}$ ke $\text{Y-123} + \text{CuO}$. Pada suhu di bawah garis solidus, semuanya berbentuk padatan, yaitu padatan Y-123 dan CuO . Kesimpulan yang dapat diambil dari diagram

fase di atas, bahwa Y-123 tidak akan terbentuk dalam kesetimbangan tanpa melalui pembentukan Y-211(Krabbes dkk, 2006).

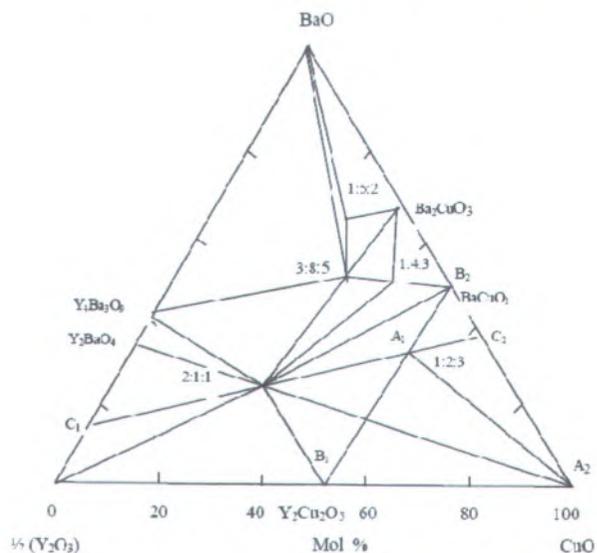
Pada gambar 2.8, memperlihatkan diagram fase pembentukan superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ dengan menggunakan bahan awal $Y_2Cu_2O_5$ dan $BaCuO_2$. Pembentukan superkonduktor Y-123 terjadi dengan penambahan 33 % BaO. Tiga transisi tipe peritektik terjadi pada 1258°C , 1002°C dan 960°C . Reaksi peritektik pada 1002°C adalah reaksi yang digunakan untuk pertumbuhan kristal melalui pelelehan. Pertumbuhan kristal Y-123 tersebut melalui daerah fase Y-211 + Liquid menjadi Y-123(Krabbe dkk, 2006).



Gambar 2.9 Diagram fase dari $BaCuO_2$ - $YBa_2Cu_3O_7$ - Y_2BaCuO_5

Diagram fase tiga dimensi pembentukan superkonduktor suhu tinggi $YBa_2Cu_2O_7$ diperlihatkan pada gambar 2.9. Diagram

fase memperlihatkan pembentukan senyawa dalam keadaan kesetimbangan pada suhu 950°C dengan variasi konsentrasi dari tiga komponen yaitu Y_2O_3 , BaO dan CuO pada tekanan normal. Dalam diagram fase sebagai fungsi temperatur-komposisi tersebut, terdapat tiga bagian yang perlu dicermati karena berhubungan langsung dengan pembentukan dan pertumbuhan kristal Y-123. Bagian tersebut yaitu yang dibatasi oleh garis A_1 - A_2 , B_1 - B_2 , dan C_1 - C_2 , seperti terlihat pada gambar. Ketika komposisi awal jatuh pada sebuah garis hubung, yaitu garis hubung Y-123-CuO, dua komponen terbentuk pada kesetimbangan. Pembentukan kristal Y-123 terjadi pada 33 % BaO , 25 % $\frac{1}{2} \text{Y}_2\text{O}_3$ dan 50 % CuO (Krabbes dkk, 2006).



Gambar 2.10 Diagram fase dari BaCuO_2 - $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ - Y_2BaCuO_5

2.2. Sumber Radiasi

Radiasi sinar-x dibangkitkan oleh *tabung sinar-x*. Spektrum keseluruhan dari sinar-x bersifat *polikromatis*

(spektrum malar dan karakteristik). Untuk keperluan difraksi digunakan *spektrum karakteristik* dengan intensitas yang terkuat, biasanya spektrum K_{α} . Selanjutnya, untuk menjamin agar berkas sinar-x benar-benar *monokromatis* diperlukan *filter*. Bahan filter bergantung pada panjang gelombang spektrum K_{α} yang akan dipakainya. Beberapa jenis bahan *filter* diberikan pada Tabel 2.4.

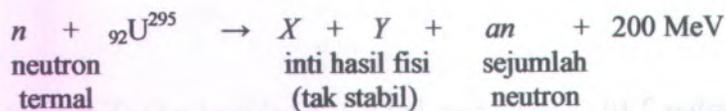
Tabel 2.4 Jenis-jenis bahan *filter* sesuai dengan spektrum K_{α}

Logam target (bahan anoda tabung)	Spektrum K_{α} λ (angstrom)	Bahan filter
Mo	0,711	Zr
Cu	1,542	Ni
Co	1,790	Fe
Cr	2,29	V

(Darminto,2009).

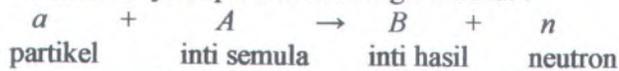
2.2.1. Neutron

Berkas neutron dihasilkan dari *reaksi inti*, yang dapat berlangsung di dalam reaktor atom (*melalui reaksi fisi*) dan dalam *generator neutron*. Dalam reaktor atom, reaksi fisi diawali dengan penembakan *neutron termal* yang diarahkan pada inti berat, misal uranium (${}_{92}\text{U}^{235}$), sehingga terjadi pembelahan inti (fisi) yang disertai dengan pemancaran neutron (dalam jumlah yang banyak) dan pembebasan energi sampai 200 MeV; menurut reaksi :



Dalam generator neutron, berkas neutron dapat dihasilkan melalui penembakan partikel cepat kearah inti atom dan

memberikan hasil reaksi berupa neutron dan inti hasil reaksi. Persamaannya dapat ditulis sebagai berikut :



atau dapat ditulis dengan notasi : $a (A, B) n$. Salah satu contoh reaksi tersebut misalnya : ${}_2\text{He}^4 ({}_4\text{Be}^9, {}_6\text{C}^{12}) {}_0\text{n}^1$.

Berkas neutron yang dihasilkan oleh reaksi inti umumnya memiliki energi yang tinggi (neutron cepat). Agar neutron tersebut memiliki panjang gelombang sekitar 1 \AA , maka energinya harus diturunkan menurut hubungan:

$$\lambda = h/p = 0,28 / \{E(\text{eV})\}^{1/2} \text{ \AA} \quad 2.5$$

dengan λ adalah panjang gelombang neutron de Broglie, h adalah tetapan Plank dan p adalah momentum neutron serta E merupakan energi neutron dalam eV. Agar panjang gelombang neutron sekitar 1 \AA , maka menurut persamaan diatas energi neutron haruslah sekitar $0,025 \text{ eV}$ (termasuk neutron termal). Adapun klasifikasi neutron menurut besarnya energi adalah :

- *Neutron termal* : berenergi $0,025 \text{ eV}$
- *Neutron lambat* : berenergi $0 - 1 \text{ keV}$
- *Neutron menengah* : berenergi $1 - 500 \text{ keV}$
- *Neutron cepat* : berenergi $0,5 - 10 \text{ MeV}$
- *Neutron ultra cepat* : berenergi $> 10 \text{ MeV}$

Untuk menurunkan energi neutron, perlu langkah termalisasi, dengan cara melewatkan berkas neutron pada moderator (air, grafit, air berat D_2O). Selanjutnya, neutron termal (λ sekitar 1 \AA) masih memerlukan upaya penyeleksian agar berkas neutron bersifat monokromatis dan sebagai monokromator umumnya dipakai kristal grafit (Darminto, 2009).

2.2.2. Elektron

Berkas elektron dihasilkan dari *bedil elektron (electron gun)*. Pemilihan panjang gelombang elektron dilakukan dengan

mengatur tegangan pemercepatnya (energi elektron), menurut persamaan :

$$\lambda = h/p = \frac{12}{\{E(eV)\}^{1/2}} \text{Å} \quad 2.6$$

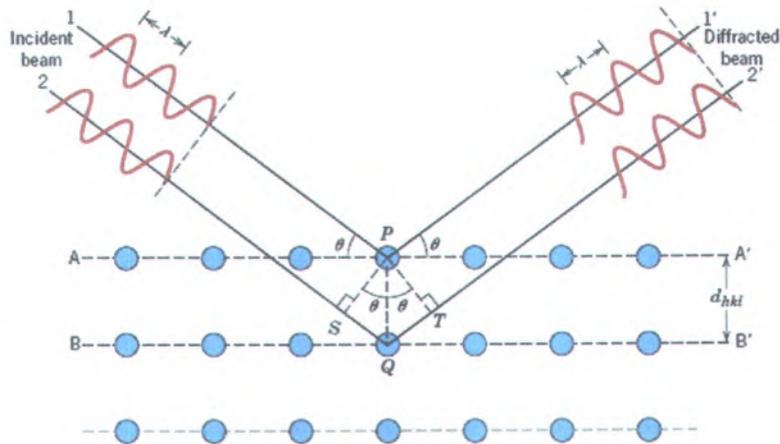
Salah satu kekurangan elektron sebagai sumber radiasi untuk difraksi kristal, adalah karena elektron merupakan partikel *bermuatan*. Sebagai partikel bermuatan, elektron mudah diserap oleh bahan, sehingga daya tembusnya kurang. Dengan demikian, difraksi elektron hanya memberikan informasi tentang *permukaan bahan* saja (Darminto,2009).

2.3. Difraksi Sinar-X

Difraksi adalah efek interferensi yang menyebabkan terjadinya hamburan dari berkas kuat radiasi pada arah tertentu dan mengikuti hukum Bragg. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dan akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada benda yang jarak antar atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang tersebut. Spektroskopi difraksi sinar-X (*X-Ray Diffractometer/XRD*) digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Pola difraksi mengandung informasi mengenai beberapa hal yang diantaranya adalah:

- Jumlah fasa kristalin yang ada pada sampel
- Simetri posisi atom-atom dari setiap fasa dalam sel satuan (*space group*).
- Perbedaan antara bahan kristalin dan amorf.
- Penentuan struktur kristal bahan (sumbu simetri, ukuran dan bentuk sel satuan, posisi atom-atom dalam sel satuan).

- Penentuan distribusi elektron dari seluruh atom dalam sel satuan.
- Penentuan orientasi sel tunggal.
- Penentuan tekstur bahan berbutir majemuk (*polycrystal*)
- Penentuan diagram fasa
- Detail atom yang menempati tempat tertentu dalam sel satuan dan deviasi dari kesempurnaan seperti regangan kisi, ukuran partikel, vibrasi termal, *order-disorder*, keteraturan statik dan cacat kristal(Hespariyanti, 2004).



Gambar 2.11 Difraksi sinar-x pada bidang atom A-A' dan B-B' (Callister, 2007).

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \quad 2.7$$

Dengan keterangan persamaan adalah :

λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan.

d_{hkl} adalah jarak antara dua bidang kisi.

θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal.

n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

Intensitas difraksi sinar-X dalam metode serbuk dipengaruhi oleh beberapa faktor yang diantaranya adalah:

- Faktor Multiplisitas

Didefinisikan sebagai jumlah bidang (hkl) yang berbeda dengan jarak yang sama tetapi orientasi yang berbeda. Pada sistem kubus pada bidang {001} memiliki enam orientasi yang berbeda tetapi terletak pada jarak yang sama, yakni {001}, {010}, {100}, {00 $\bar{1}$ }, {0 $\bar{1}$ 0}, { $\bar{1}$ 00}.

- Faktor Lorentz

Intensitas terintegrasi menyatakan karakteristik dari bahan merupakan hasil kali antara intensitas maksimum dan lebar kurva intensitas sebanding dengan faktor Lorentz sebesar:

$$\frac{1 - \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \quad 2.8$$

- Faktor Absorpsi

Suatu bahan memiliki tingkat absorpsivitas tertentu, begitu juga bahan berbentuk serbuk. Faktor absorpsi dalam hal ini adalah suatu konstanta positif yang sebanding dengan $\frac{1}{2\theta}$.

- Faktor Temperatur

Atom-atom yang menempati titik pada kisi mengalami vibrasi termal pada temperatur absolute nol, dan vibrasi amplitudo yang berkembang sesuai dengan berkembangnya temperatur. Dalam perhitungan intensitas, efek temperatur dikenal sebagai faktor temperatur e^{-2m} , dimana nilai intensitas terukur dikalikan vibrasi termal dari setiap atom.

- Faktor Struktur

Faktor struktur tidak bergantung pada ukuran dan bentuk sel satuan, tetapi bergantung dari posisi dan jenis kristal. Berikut ini adalah faktor struktur untuk *Simpel Cubic Body*, *Center Cubic* dan *Face Center Cubic*

-*Simpel Cubic*, dengan fraksi koordinat (0,0,0) mempunyai faktor struktur:

$$F = fe^{2\pi i} = F^2 = f^2 \quad 2.9$$

Dimana F tidak bergantung pada h , k dan l .

-*Body Center Cubic*, dengan fraksi koordinat $(0,0,0)$ dan $(1/2,1/2,0)$ mempunyai faktor struktur:

$$F = fe^{2\pi(0)} + fe^{2\pi i(h/2+k/2)} \quad 2.10$$

$$F = f[1 + e^{\pi i(h+k)}] \quad 2.11$$

Jika h dan k keduanya genap atau ganjil, dan harganya penjumlahan keduanya bernilai genap maka $e^{\pi i(h+k)}$ akan bernilai 1, sehingga faktor strukturnya menjadi $F=0$ sehingga $F^2=0$.

-*Body Center Cubic*, dengan fraksi koordinat $(0,0,0)$ dan $(1/2,1/2,1/2)$ mempunyai faktor struktur:

$$F = fe^{2\pi(0)} + fe^{2\pi i(h/2+k/2+l/2)} \quad 2.12$$

$$F = f[1 + e^{\pi i(h+k+l)}] \quad 2.13$$

-*Face Center Cubic*, dengan fraksi koordinat $(0,0,0)$, $(1/2,1/2,0)$, $(1/2,0,1/2)$, dan $(0,1/2,1/2)$ mempunyai faktor struktur:

$$F = fe^{2\pi(0)} + fe^{2\pi i(h/2+k/2)} + fe^{2\pi i(h/2+l/2)} + fe^{2\pi i(k/2+l/2)} \quad 2.14$$

$$F = f[1 + e^{\pi i(h+k)} + e^{\pi i(h+l)} + e^{\pi i(k+l)}] \quad 2.15$$

Persamaan untuk intensitas difraksi pada fasa tunggal dari sampel dalam difraktometer adalah:

$$I = \left(\frac{I_0 A \lambda^3}{32 \pi r} \right) \left[\left(\frac{\mu_0}{4\pi} \right)^2 \frac{e^4}{m^2} \right] \left(\frac{1}{v^2} \right) \left[|F|^2 P \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] \left(\frac{e^{-2M}}{2\mu} \right) \quad 2.16$$

Dengan keterangan permaannya adalah:

I = intensitas terintegrasi unit dari garis difraksi ($\text{joule sec}^{-1} \text{m}^{-2}$)

I_0 = intensitas berkas datang ($\text{joule sec}^{-1} \text{m}^{-2}$)

A = luas penampang lintang berkas datang (m^2)

λ = panjang gelombang berkas datang (m)

r = jari-jari lingkaran difraktometer

$\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ (m kg C^{-2})

e = muatan elektron (C)

m = massa elektron (kg)

v = volume sel satuan (m^3)

F = faktor struktur

P = faktor multiplisitas

θ = sudut Bragg.

e^{-2M} = faktor temperatur

2μ = koefisien serapan linier (m^{-1})

Intensitas difraksi sinar-X dalam metode serbuk dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu faktor polarisasi, faktor struktur, faktor multiplisitas, faktor Lorenz, faktor absorpsi dan faktor suhu (Cullity, 1978).

2.4. Metode Analisis *Rietveld*

2.4.1. Prinsip Dasar

Analisis *Rietveld* adalah sebuah metode pencocokan tak-linier kurva pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur yang didasarkan pada data struktur kristal dengan menggunakan metode kuadrat terkecil (*least squares*). Pada mulanya, metode ini digunakan untuk memecahkan struktur kristal dengan data difraksi serbuk neutron (*neutron powder diffraction data*). Dalam perkembangannya, metode *Rietveld*

dapat diaplikasikan pada data difraksi sinar-X. Perkembangan selanjutnya menunjukkan metode bahwa ini dapat digunakan sebagai alat bantu karakterisasi material kristalin guna mengekstrasi berbagai informasi kimiawi maupun struktur mikro. Berbagai pendekatan untuk analisis kematerialan pun turut berkembang seiring dengan kemajuantentang pemahaman mengenai metode ini. Sebagai contoh, analisis komposisi fasa menggunakan metode standar dalam dan metode standar luar. Sedangkan informasi struktur mikro ukuran kristal dengan ukuran kristal dan regangan tak-seragam diperoleh dari pelebaran puncak difraksi yang diindikasikan oleh parameter-parameter dalam fungsi profil yang digunakan dalam analisis *Rietveld*. Analisis *Rietveld* juga dapat digunakan secara khusus untuk menentukan parameter kisi secara akurat (Pratapa, 2009).

2.4.2. Prinsip Analisis *Rietveld*

Di dalam analisis *Rietveld* pola difraksi terhitung (model) dicocokkan dengan pola difraksi terukur. Parameter-parameter yang digunakan dalam penyusunan pola terhitung disimpan dalam sebuah *file*. Pola difraksi terukur disimpan dalam sebuah *file* yang lain. Pencocokkan dilakukan dengan mengubah parameter-parameter dalam model pola difraksi terhitung yang dinyatakan dalam ekspresi intensitas difraksi.

$$y_{cl} = s \sum_k L_k |F_k|^2 \Phi(2\theta_i - 2\theta_k) P_K A + y_{bl} \quad 2.21$$

Dengan i adalah indeks untuk sebuah titik yang sedang terhitung, s adalah faktor skala, K menyatakan indeks *Miller* h, k, l untuk sebuah puncak *Bragg*, L_K berisi faktor polarisasi *Lorentz* dan pelipatan, $|F_k|$ adalah faktor struktur untuk refleksi *Bragg* ke K , P_K adalah *preferred orientation*, A adalah faktor serapan dan y_{bl} adalah kontribusi latar.

Pengubahan (*adjustment*) parameter-parameter tersebut dilakukan untuk meminimalkan,

$$S = \sum w_i (y_i - y_{cl})^2 \quad 2.22$$

Dengan y_i adalah intensitas terukur pada titik data ke- i , y_{cl} adalah nilai terhitung, dan w_i adalah faktor bobot untuk titik i yang biasa ditetapkan sebagai nilai resiprok (kebalikan) variasi intensitas terhitung pada titik data ke- i atau $w_i = \frac{1}{\sigma^2}$.

Faktor struktur $|F_k|$ sebuah kristal ditentukan oleh struktur kristal yang bersangkutan. Faktor struktur merupakan bagian pokok yang menyebabkan berbeda dengan metode pencocokan kurva difraksi pola utuh (*whole-pattern fitting*) yang lain, karena di situlah terkandung informasi-informasi kristalografi utama yang dipakai dalam penyusunan model. Berbagai macam fungsi bentuk puncak ϕ_{ijk} dipakai pada berbagai perangkat lunak *Rietveld*. Salah satunya adalah gaussian dan Lorentzian. Pemakaian fungsi *Voigt* memudahkan estimasi ukuran kristal dan regangan kristal dari data terukur setelah pengamatan pelebaran puncak difraksi. Fungsi *Voigt* dinyatakan dengan,

$$\phi(2\theta_i - 2\theta_j) = \frac{C_1/\pi}{H_{Gj}} \operatorname{Re} \left[\sqrt{C_1} X_{ij} + i C_2 \frac{H_{Lj}}{H_{Gj}} \right] \quad 2.23$$

dengan $C_1 = 2 \ln 2$, $C_2 = \sqrt{\ln 2}$, H_{Gj} adalah FWHM dari komponen *Gaussian*, H_{Lj} adalah FWHM dari komponen *Lorentzian* (*Cauchy*), ω adalah fungsi error kompleks, $\omega(z) = e^{z^2} \operatorname{erfc}^{-iz}$ dan Re menyatakan bagian riil. Asumsi yang bahwa ukuran kristal dan regangan adalah bahwa ukuran kristal hanya berkontribusi pada komponen FWHM *gaussian* bervariasi terhadap sudut difraksi θ :

$$H_G^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W \quad 2.24$$

sedangkan FWHM *Lorentzian* :

$$H_{Lj} = \frac{180 \lambda}{\pi D} \sec \theta + \frac{180}{\pi} S \tan \theta \quad 2.25$$

Dengan suku $\sec \theta$ adalah suku *Scherrer* yang berhubungan dengan ukuran kristal D , dan suku $\tan \theta$ adalah suku yang gayut regangan. Asimetri puncak di modelkan menggunakan persamaan

$$A_{ij} = 1 - AS[\text{sign}(2\theta_i - 2\theta_j)](2\theta_i - 2\theta_j)^2 \cot \theta \quad 2.26$$

dengan AS adalah parameter yang dapat di perhalus (*refinable parameter*) (Pratapa,2009).

Bila diperhatikan dengan seksama, terlepas dari kontribusi latar, ada 3 karakter dasar pola difraksi yang dapat digunakan sebagai pegangan untuk mendapatkan kecocokan dua kurva yang dapat diterima. Ketiganya adalah **tinggi**, **posisi**, dan **lebar**, serta **bentuk** puncak difraksi. Hubungan ketiga karakter tersebut dengan parameter-parameter yang adapat diubah atau diperhalus ditunjukkan pada tabel 2.5.

Tabel 2.5. Hubungan karakter puncak difraksi dan parameter-parameter dalam model intensitas difraksi analisis *Rietveld*.

No	Karakter	Parameter Kristal	Parameter dari Instrumen
1	Posisi puncak	-Parameter Kisi -Asimetri	-Kesalahan $2\theta_0$ -Pergeseran spesimen
2	Tinggi puncak	-Faktor skala -Asimetri -Parameter termal - <i>Preferred-orientation</i> - <i>Extinction</i>	
3	Lebar dan bentuk puncak	-Parameter bentuk puncak (u, v, w, h_1)	

		dll) -Asimetri	
--	--	-------------------	--

Namun ketiga karakter itu hanya memiliki arti bila data kristalografi yang digunakan benar-benar sesuai dengan fasa-fasa yang ada di dalam material uji. Ini bisa dicapai dengan mengidentifikasi secara tepat fasa kristal yang ada dan menggunakan data kristalografi dari *database* yang dapat dipercaya (Pratapa, 2009).

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Peralatan dan Bahan

3.1.1. Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah beker glass, spatula, pipet, *magnetic stirrer*, mortal, cawan keramik, aluminium foil, tabung ukur, termometer, timbangan digital, oven, *furnace* silinder, *furnace* kotak, *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan *High Resolution Powder Diffractometer* (HRPD).

3.1.2. Bahan

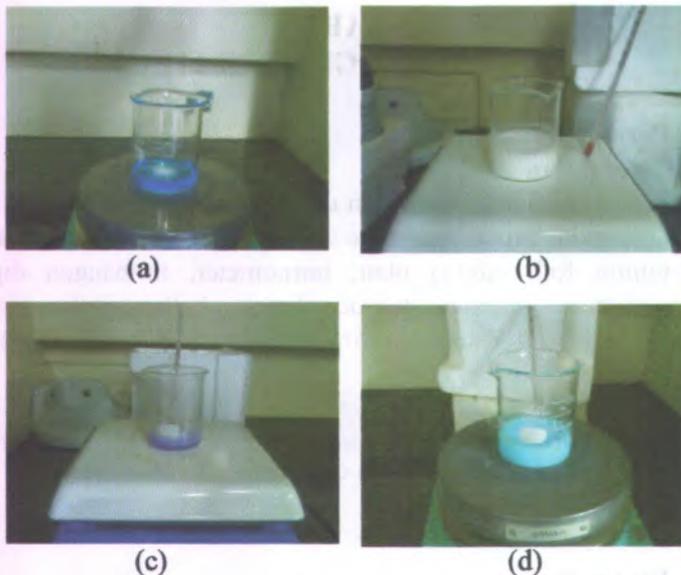
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Nd_2O_3 (99,999%), Gd_2O_3 (99,999%), Y_2O_3 (99+), BaCO_3 , CuO dan HNO_3 .

3.2. Proses Sintesis

3.2.1. Proses Sintesis Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Penelitian ini akan dilakukan dalam beberapa tahap yaitu:

1. Disiapkan tiga bahan powder Nd_2O_3 (99,999%), BaCO_3 dan CuO , setelah itu masing-masing ditimbang dengan penimbang digital.
2. Metode yang digunakan adalah *pencampuran basah* dengan bahan dasar Nd_2O_3 , BaCO_3 , dan CuO dilarutkan masing-masing dengan HNO_3 dan aquades sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 40 °C selama 10 menit, 50 °C selama 10 menit dan 60 °C selama 10 menit total waktu pengadukan 30 menit. Setelah itu masing-masing bahan yang telah dicampur dengan HNO_3 dicampur menjadi satu dan dilakukan pengadukan kembali dengan *magnetic stirrer* pada suhu bertahap dari 40 °C dinaikan sampai 65 °C hingga terbentuk endapan biru.



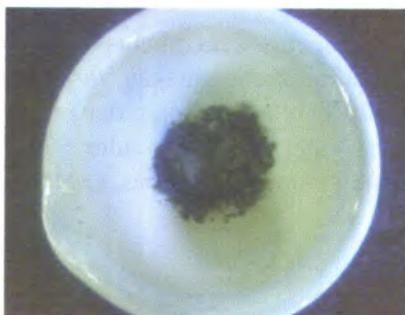
Gambar 3.1. a) Pelarutan CuO dengan HNO_3 , b) Pelarutan BaCO_3 dengan HNO_3 , c) Pelarutan Nd_2O_3 dengan HNO_3 , d) Pencampuran keseluruhan larutan.

3. Endapan biru diambil dengan spatula lalu letakan pada mortal seperti terlihat pada Gambar 3.2.



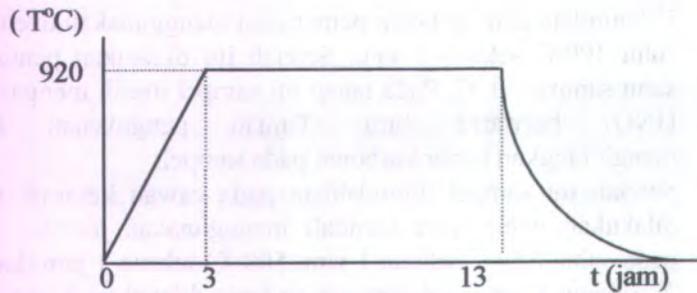
Gambar 3.2. Endapan biru yang dihasilkan dari proses pengendapan.

4. Dilanjutkan dengan tahap pemanasan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 1 jam. Setelah itu dilakukan penurunan suhu sampai 30°C . Pada tahap ini sampel masih mengandung HNO_3 berwarna biru. Tujuan pengovenan untuk menghilangkan kadar karbonat pada sampel.
5. Setelah itu sampel dipindahkan pada cawan keramik untuk dilakukan pemanasan kembali menggunakan *furnace kotak* pada suhu 400°C selama 1 jam, 500°C selama 1 jam dan 600°C selama 1 jam total pemanasan yang dilakukan 3 jam. Pada tahap ini akan dihasilkan sebuk berwarna hitam keabu-abuan.
6. Hasil pre-kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal.



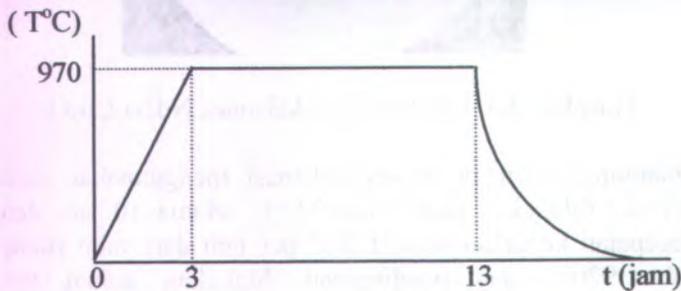
Gambar 3.3. Hasil dari pre-kalsinasi $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$.

7. Dilanjutkan dengan proses kalsinasi menggunakan *furnace silinder* dilakukan pada suhu 920°C selama 10 jam dengan kecepatan kenaikan suhu 130°C per jam dari suhu ruang ke suhu 920°C dan pendinginan dilakukan dalam tungku pemanas, seperti terlihat pada gambar 3.4.



Gambar 3.4 Kurva proses kalsinasi superkonduktor superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$.

9. Hasil kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal.
10. Proses sintering menggunakan *furnace silinder* dilakukan pada suhu 970°C selama 10 jam dengan kenaikan suhu 130°C per jam dari suhu ruang ke suhu 970°C dan pendinginan dilakukan dalam tungku pemanas, seperti terlihat pada gambar 3.5.



Gambar 3.5 Kurva proses sintering superkonduktor superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$.



Gambar 3.6. Hasil dari Sintering $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$.

11. Selanjutnya setelah preparasi dan sintesis sampel berakhir dilakukan karakterisasi sampel dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan *High Resolution Powder Diffractometer* (HRPD).

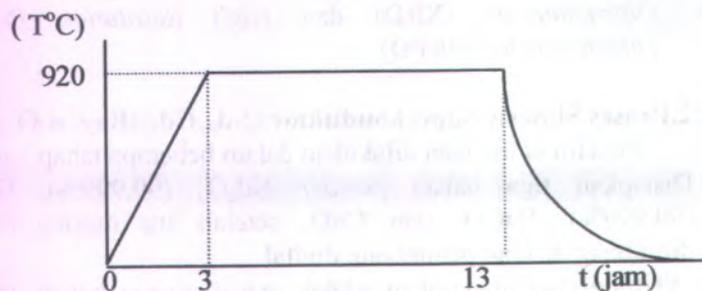
3.2.2. Proses Sintesis Superkonduktor $(\text{Nd}_{0.5}\text{Gd}_{0.5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$.

Penelitian ini akan dilakukan dalam beberapa tahap yaitu:

1. Disiapkan tiga bahan *powder* Nd_2O_3 (99,999%), Gd_2O_3 (99,999%), BaCO_3 dan CuO , setelah itu masing-masing ditimbang dengan penimbang digital.
2. Metode yang digunakan adalah *pencampuran basah* dengan bahan dasar Nd_2O_3 , Gd_2O_3 , BaCO_3 , dan CuO dilarutkan masing-masing dengan HNO_3 dan aquades sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 40°C selama 10 menit, 50°C selama 10 menit dan 60°C selama 10 menit total waktu pengadukan 30 menit. Setelah itu masing-masing bahan yang telah dicampur dengan HNO_3 dicampur menjadi satu dan dilakukan pengadukan kembali dengan *magnetic stirrer* pada suhu bertahap dari 40°C dinaikan sampai 65°C hingga terbentuk endapan.
3. Endapan biru diambil dengan spatula lalu letakan pada mortal.
4. Dilanjutkan dengan tahap pemanasan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 1 jam. Setelah itu dilakukan penurunan suhu sampai 30°C . Pada tahap ini sampel masih mengandung

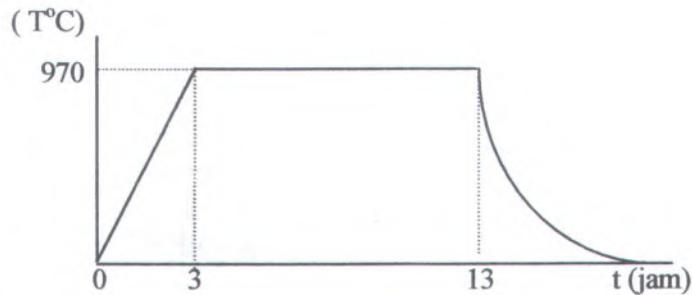
HNO_3 berwarna biru. Tujuan pengovenan untuk menghilangkan kadar karbonat pada sampel.

5. Setelah itu sampel dipindahkan pada cawan keramik untuk dilakukan pemanasan menggunakan *furnace kotak* pada suhu 400°C selama 1 jam, 500°C selama 1 jam dan 600°C selama 1 jam total pemanasan yang dilakukan 3 jam. Pada tahap ini akan dihasilkan sebuk berwarna hitam keabu-abuan.
6. Hasil pre-kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal.
7. Proses kalsinasi menggunakan *furnace silinder* dilakukan pada suhu 920°C selama 10 jam dengan kecepatan kenaikan suhu 130°C per jam dari suhu ruang ke suhu 920°C dan pendinginan dilakukan dalam tungku pemanas, seperti terlihat pada gambar 3.7.



Gambar 3.7 Kurva proses kalsinasi superkonduktor superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

9. Hasil kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal.
10. Proses sintering menggunakan *furnace silinder* dilakukan pada suhu 970°C selama 10 jam dengan kenaikan suhu 130°C per jam dari suhu ruang ke suhu 970°C dan pendinginan dilakukan dalam tungku pemanas, seperti terlihat pada gambar 3.8.



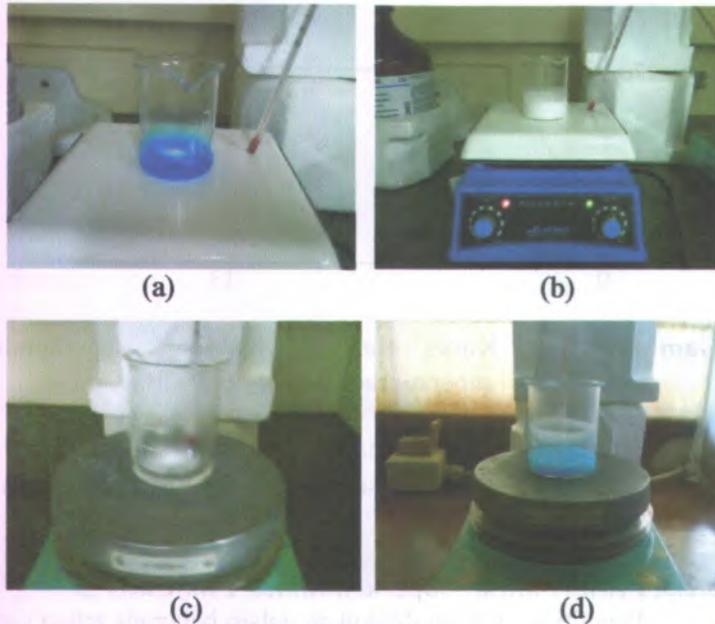
Gambar 3.8 Kurva proses sintering superkonduktor superkonduktor ($\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$).

11. Selanjutnya setelah preparasi dan sintesis sampel berakhir dilakukan karakterisasi sampel dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD).

3.2.3. Proses Sintesis Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

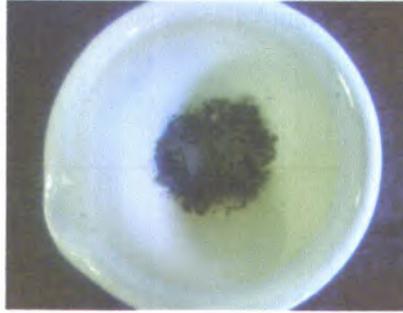
Penelitian ini akan dilakukan dalam beberapa tahap yaitu:

1. Disiapkan tiga bahan *powder* Y (99+), BaCO_3 dan CuO , setelah itu masing-masing ditimbang dengan penimbang digital.
2. Metode yang digunakan adalah *pencampuran basah* dengan bahan dasar Y_2O_3 , BaCO_3 , dan CuO dilarutkan masing-masing dengan HNO_3 dan aquades sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 40°C selama 10 menit, 50°C selama 10 menit dan 60°C selama 10 menit total waktu pengadukan 30 menit. Setelah itu masing-masing bahan yang telah dicampur dengan HNO_3 dicampur menjadi satu dan dilakukan pengadukan kembali dengan *magnetic stirrer* pada suhu bertahap dari 40°C dinaikan sampai 65°C hingga terbentuk endapan biru.



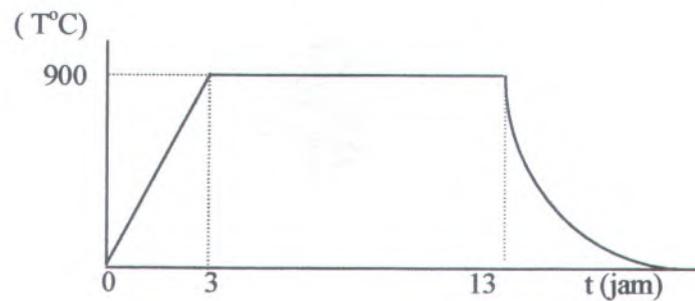
Gambar 3.9. a) Pelarutan CuO dengan HNO_3 , b) Pelarutan BaCO_3 dengan HNO_3 , c) Pelarutan Nd_2O_3 dengan HNO_3 , d) Pencampuran keseluruhan larutan.

3. Endapan biru diambil dengan spatula lalu letakan pada mortal.
4. Dilanjutkan dengan tahap pemanasan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 1 jam. Setelah itu dilakukan penurunan suhu sampai 30°C . Pada tahap ini sampel masih mengandung HNO_3 berwarna biru. Tujuan pengovenan untuk menghilangkan kadar karbonat pada sampel.
5. Setelah itu sampel dipindahkan pada cawan keramik untuk dilakukan pemanasan menggunakan *furnace kotak* pada suhu 400°C selama 1 jam, 500°C selama 1 jam dan 600°C selama 1 jam total pemanasan yang dilakukan 3 jam. Pada tahap ini akan dihasilkan sebuk berwarna hitam keabu-abuan.
6. Hasil pre-kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal.



Gambar 3.10. Hasil dari pre-kalsinasi $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

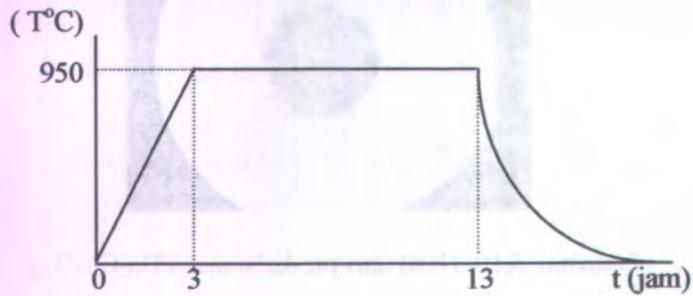
7. Proses kalsinasi menggunakan *furnace silinder* dilakukan pada suhu 900°C selama 10 jam dengan kecepatan kenaikan suhu 130°C per jam dari suhu ruang ke suhu 900°C dan pendinginan dilakukan dalam tungku pemanas, seperti terlihat pada gambar 3.5.



Gambar 3.11 Kurva proses kalsinasi superkonduktor superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

9. Hasil kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal.
 10. Proses sintering menggunakan *furnace silinder* dilakukan pada suhu 950°C selama 10 jam dengan kenaikan suhu 130°C per jam dari suhu ruang ke suhu 950°C dan pendinginan

dilakukan dalam tungku pemanas, seperti terlihat pada gambar 3.6.



Gambar 3.12 Kurva proses sintering superkonduktor superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$.

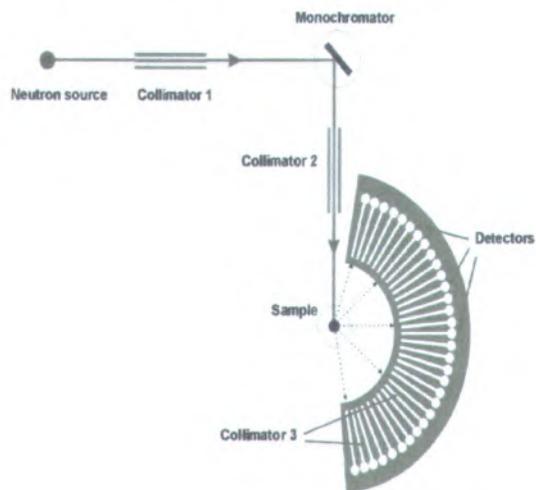


Gambar 3.13. Hasil dari Sintering $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$.

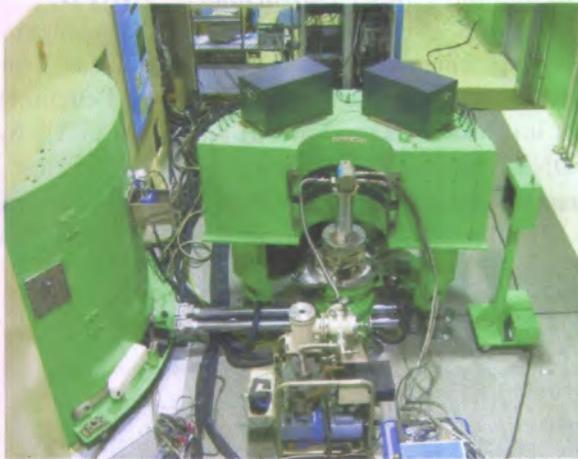
11. Selanjutnya setelah preparasi dan sintesis sampel berakhir dilakukan karakterisasi sampel dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD).

3.3. High Resolution Powder Diffractometer (HRPD)

Difraktometer Neutron Serbuk Resolusi Tinggi (DN3) selesai dipasang tahun 1992 di Balai Percobaan Hamburan Neutron Instalasi Spektrometri Neutron Pusat Penelitian Sains Materi (saat ini Pustek Bahan Industri Nuklir) BATAN Serpong. Peralatan DN3 memanfaatkan tabung pemandu neutron NGT-2 yang terbuat dari gelas Borkron berlapis Ni-58 dan berjarak 71 m dari teras reaktor. Pada Gambar 3.14 dan Gambar 2.15 diperlihatkan gambar skema dan peralatan DN3.



Gambar 3.14 Skema alat *High Resolution Powder Diffractometer* (HRPD).



Gambar 3.15. *High Resolution Powder Diffractometer (HRPD).*

Peralatan ini mempunyai beberapa komponen utama, yakni monokromator untuk mengubah berkas neutron polikromatis dari reaktor menjadi berkas neutron monokromatis, *goniometer* untuk mengatur posisi cuplikan dan 32 unit detektor untuk mencacah neutron yang dihamburkan oleh cuplikan, serta sistem kendali untuk menggerakkan motor. Selain itu terdapat 3 kolimator yakni sebelum (kolimator 1) dan sesudah monokromator (kolimator 2), dan sebelum setiap detektor (kolimator 3). Kolimator 1 merupakan tabung pemandu, kolimator 2 dan 3 terbuat dari film mylar tipis yang dilapisi gadolinium dengan sudut divergensi masing-masing $10'$ dan $6'$. Sistem detektor terdiri dari 32 unit detektor ^3He berjarak 5° satu sama lain sehingga dapat mencakup sudut hamburan 160 derajat. Drum detektor ini bergerak dengan memanfaatkan *air cushion*. Parameter instrumen dari DN3 saat ini dicantumkan pada Tabel 2.5

Pada awalnya DN3 menggunakan sistem monokromator *focussing Pyrolytic Graphite* PG(004) yang terdiri dari lima kristal tunggal PG(004) dan menghasilkan panjang gelombang $2,352 \text{ \AA}$. Kristal PG memiliki sistem heksagonal berpusat dasar

(*c-based center*) maka berkas refleksi tidak hanya dari bidang (004) namun juga dari bidang (002) dan (006) yang berkorespondensi dengan panjang gelombang $\frac{1}{2} \lambda$ dan $\frac{2}{3} \lambda$. Kontaminasi $\frac{1}{2}\lambda$ direduksi oleh pemasangan filter PG(004), dan untuk mereduksi kontaminasi panjang gelombang $\frac{2}{3} \lambda$ dipasang filter tambahan yang terbuat dari kristal tunggal PG(002) pada posisi tepat dibelakang monitor detektor. Pemasangan dua filter ini menyebabkan intensitas keseluruhan pola difraksi menjadi turun drastis. Untuk mengatasi problem ini, pada tahun 1994, dilakukan penggantian monokromator PG(004) dengan kristal tunggal *hot-pressed* Germanium Ge(331) berdasarkan rekomendasi dari kerjasama bilateral antara BATAN dan STA Jepang. Kristal tunggal Ge(331) ditekan hingga 70 kgcm^{-2} pada temperatur 850°C selama satu jam untuk memperoleh *mosaic spread* yang memadai. Meskipun tidak menggunakan sistem *focussing*, resolusi peralatan baik dan intensitasnya meningkat serta menghasilkan berkas monokromatis dengan panjang gelombang $1,82 \text{ \AA}$. Sejak itu, DN3 banyak digunakan untuk penelitian struktur dari berbagai jenis material seperti bahan magnetik, superkonduktor, oksida tipe Aurivillius dan lain-lain.

Tabel 3.1. Komponen utama dan parameter instrumen dari DN3.

Tabung berkas	:	NGT-2 pada <i>beam port</i> S5 (radial) – $33 \times 90 \text{ mm}^2$
Sudut <i>take-off</i> monokromator	:	$41,5^\circ$; 89° dan 130°
Monokromator	:	<i>hot-pressed</i> Ge (331) berukuran $10 \text{ cm} \times 4.5 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$
<i>Mosaic spread</i> monokromator	:	$\beta = 0,39^\circ$
Panjang gelombang	:	$\lambda = 1.822 \text{ \AA}$ ($2\theta_M = 89^\circ$)
Beam narrower	:	40 mm (horizontal) x 100 mm (vertikal)

Sudut divergensi horizontal kolimator	:	Kolimator-1, $\alpha_1 = 0,39^\circ$ (NGT-2) Kolimator-2, $\alpha_2 = 0,33^\circ$ (20') Kolimator-3, $\alpha_3 = 0,10^\circ$ (6')
Sudut hamburan	:	$-170^\circ < 2\theta_s < +10^\circ$
Detektor utama	:	32 unit detektor ^3He , XERAM 3ØNH15, berjarak 5° satu sama lain
Akuisisi data	:	PC IBM <i>compatible</i>
Aksesoris	:	<i>Cryostat</i> dan <i>furnace</i> , pemutar cuplikan

3.3.1. Tata Kerja *High Resolution Powder Diffractometer* (HRPD).

Kalibrasi dan karakterisasi DN3 ini dilakukan dengan kegiatan sebagai berikut:

- **Pengaturan monokromator**

Untuk mendapatkan jumlah berkas neutron terhambur maksimum pada posisi cuplikan diperlukan posisi optimum monokromator. Ada empat sumbu yang perlu diatur yakni rotasi (perputaran) sumbu M_ω , *tilting* (kemiringan) sumbu M_{R_x} , serta translasi (pergeseran) arah M_X dan M_Y . Hasil *scanning* pada sudut tertentu dari posisi goniometer monokromator dibuatkan kurva Gaussian, selanjutnya posisi puncak kurva Gaussian itu diambil sebagai nilai maksimum dan sumbu terkait ditempatkan pada posisi tersebut. Pertama-tama dilakukan pada sumbu M_ω selanjutnya secara berturut-turut untuk arah M_{R_x} , arah M_X , sumbu M_Y dan terakhir diulang kembali sumbu M_ω . Pada mulanya pengaturan monokromator dilakukan menggunakan detektor monitor. Dari hasil pengukuran cuplikan diketahui bahwa berkas neutron optimum yang diperoleh menggunakan detektor monitor ini tidak tepat melalui pusat cuplikan pada goniometer. Selanjutnya pengaturan monokromator dilakukan dengan menggunakan detektor utama dengan menempatkannya pada

sudut $2\theta_s$ nol menurut bacaan nonius. Perangkat lunak untuk menggerakkan motor-motor sumbu melalui modul RIGAKU telah dibuat untuk melakukan pengaturan monokromator ini.

- **Pengukuran efisiensi**

DN3 menggunakan 32 detektor utama yang memiliki efisiensi yang berbeda-beda. Di tambah lagi bahwa jarak antara pusat dua detektor tidak selalu pas 5° sebagaimana yang diharapkan. Untuk itu perlu dilakukan koreksi terhadap intensitas pola difraksi hasil pengukuran dan juga terhadap sudut $2\theta_s$ hasil bacaan satu *encoder* yang dipasang. Pengujian efisiensi detektor utama DN3 dilakukan dengan mencacah neutron pada berkas langsung (*direct beam*) masing-masing detektor secara bergantian pada sudut 2θ di sekitar pusat detektor. Intensitas cacahan maksimum tiap detektor akan terjadi pada pusat detektor. Kurva intensitas terhadap sudut hamburan dianalisis dengan persamaan Gaussian untuk mendapatkan posisi puncak dan intensitas terintegrasi. Pengukuran dilakukan dengan memasang kaca akrilik berketebalan sekitar 0,6 cm di depan *beam narrower* agar jumlah berkas neutron langsung yang sampai di detektor tidak mencapai nilai jenuhnya. Waktu pengukuran berkas langsung adalah 6 detik.

- **Kalibrasi panjang gelombang**

Kalibrasi panjang gelombang berkas neutron yang direfleksikan oleh monokromator dilakukan menggunakan cuplikan standar nikel. Penentuan panjang gelombang dilakukan dengan dua cara. Pertama adalah dengan memanfaatkan metode *Rietveld* menggunakan perangkat lunak *FullProf*. Dengan menggunakan program ini, parameter panjang gelombang dapat di-*refine* dan parameter kisi dari cuplikan nikel dibuat *fix*. Cara yang kedua adalah dengan melakukan rerata dari hasil perhitungan menggunakan persamaan Bragg dari masing-masing bidang difraksi kristal

(d_{hkl}) setelah dilakukan koreksi terhadap posisi sudut hamburan dengan metode *least square*.

- **Resolusi peralatan**

Resolusi peralatan DN3 dapat ditentukan secara teoritis menggunakan persamaan yang diturunkan oleh Caglioti sebagai berikut:

$$[FWHM]^2 = U \cdot \text{tg}^2 \theta_s + V \cdot \text{tg} \theta + W \quad 3.1$$

dimana :

$$U = \frac{4(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \beta^2 + \alpha_2^2 \beta^2)}{\text{tg}^2 \theta_M (\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)} \quad 3.2$$

$$V = \frac{-4\alpha_2^2(\alpha_1^2 + 2\beta^2)}{\text{tg} \theta_M (\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2)} \quad 3.3$$

$$W = \frac{\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + 4\beta^2(\alpha_2^2 + \alpha_3^2)}{\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + 4\beta^2} \quad 3.4$$

dengan menggunakan parameter $\alpha_1=0,39^\circ$, $\alpha_2=0,33^\circ$, $\alpha_3=0,10^\circ$, $\beta=0,39^\circ$ dan $\theta_M=44,5^\circ$. Sedangkan penentuan resolusi alat secara percobaan dilakukan dengan membuat suatu kurva antara FWHM (*full width half maximum*) puncak-puncak bidang difraksi dengan sudut hamburan 2-theta yang diperoleh dari hasil *refinement* struktur kristal beberapa cuplikan standar menggunakan perangkat lunak *FullProf*.

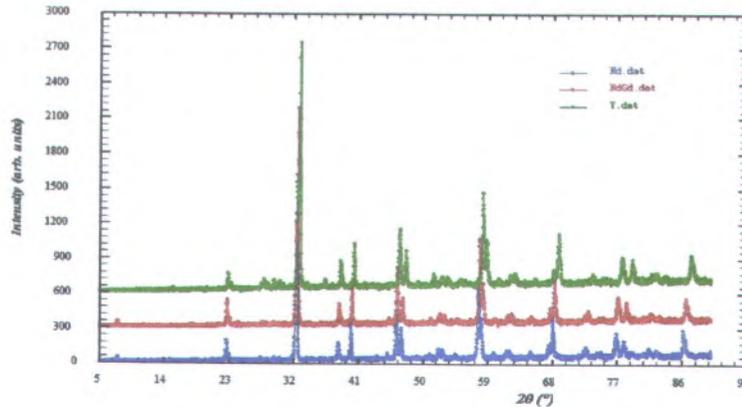
- **Sistem pemrosesan data**

Peralatan DN3 dioperasikan dengan sistem semi-otomatis menggunakan komputer IBM *compatible* yang memiliki *hard*

disk 40 GB. Perangkat lunak yang menggerakkan sistem adalah Windows XP dan Visual Basic, serta dilengkapi Origin untuk menampilkan data. Data hasil pengukuran DN3 yang diperoleh menggunakan perangkat lunak saat ini tidak dapat digunakan secara langsung. Data dikonversi terlebih dahulu menggunakan program sederhana dengan memasukkan faktor koreksi intensitas dan sudut hamburan yang diperoleh dari pengukuran efisiensi. Data hasil konversi ini yang kemudian digunakan dalam analisis memanfaatkan berbagai perangkat lunak yang ada seperti *Igor*, *RIETAN 2000* dan *FullProf* (Fajar dkk,2008).

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

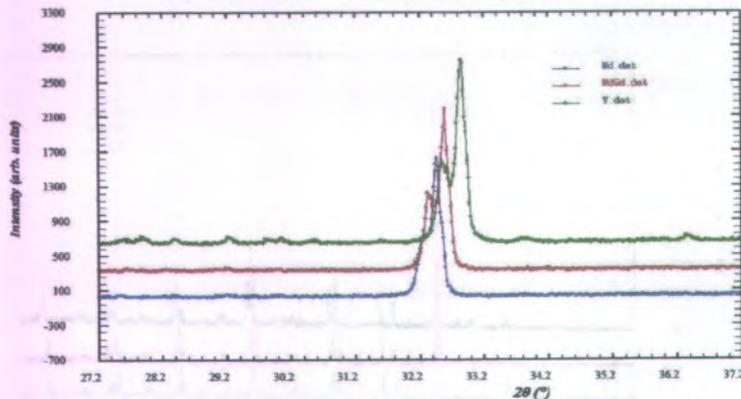
4.1. Pola Difraksi Sinar-X Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.



Gambar 4.1. Pola difraksi tiga superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$,
 $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Gambar 4.1 menunjukkan pola difraksi sinar-X yang dihasilkan dari bahan superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ yang terdiri dari puncak-puncak yang tajam, hal ini menunjukkan bahwa sampel tersebut telah mengkristal dengan baik. Metode pengukuran yang dilakukan pada sampel ini adalah *countinuous scan*. Analisis data difraksi dilakukan dengan asumsi bahwa sampel berfasa tunggal, sistem kristal orthorombik dengan grup ruang *Pmmm* No. 47. Terlihat pada pola difraksi sinar-X ini dibentuk dari intensitas (*I*) dan posisi (2θ). *Background* yang dihasilkan mengalami peningkatan dengan bertambahnya sudut hamburan 2θ , hal ini disebabkan oleh kontribusi dari alat *X-Ray Diffractometer (XRD)* itu sendiri. Nilai dari *zero detector* untuk XRD ITS -0,026. Dari

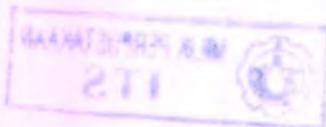
pola difraksi sinar-X ini dapat diidentifikasi apakah fasa yang kita inginkan dalam eksperimen tersebut sudah terbentuk atau tidak dengan menggunakan *search match*. Pola difraksi ini dihasilkan dari $K_{a1} = 1,54056 \text{ \AA}$ dan $K_{a2} = 1,54439 \text{ \AA}$.



Gambar 4.2. Perbandingan pola difraksi serbuk sinar-X pada puncak yang sama untuk superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$, $(\text{Nd}_{0.5}\text{Gd}_{0.5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$ dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$.

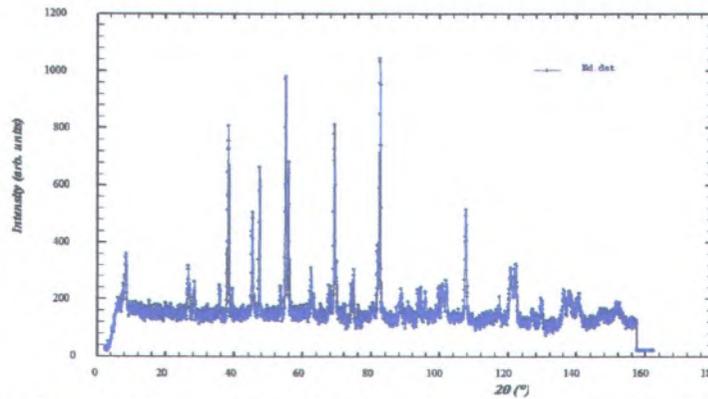
Gambar 4.1 menampilkan pola difraksi dari tiga buah superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$, $(\text{Nd}_{0.5}\text{Gd}_{0.5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$ dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$. Ternyata terdapat perbedaan yang sangat mendasar terkait pergeseran puncak-puncaknya hal ini disebabkan parameter kisi yang dihasilkan tidak sama. Ternyata pergantian atom utama Y dengan Nd dan NdGd berakibat sangat besar terhadap susunan atom-atomnya serta pola difraksi yang dihasilkan.

Gambar 4.2 menampilkan perbandingan pola difraksi pada posisi yang sama dengan intensitas yang tertinggi. Informasi refinement terkait parameter kisi $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$ adalah $a = 3,8722(3) \text{ \AA}$; $b = 3,9209(4) \text{ \AA}$; $c = 11,7786(1) \text{ \AA}$, $(\text{Nd}_{0.5}\text{Gd}_{0.5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$ adalah $a = 3,8547(9) \text{ \AA}$; $b = 3,9091(2) \text{ \AA}$



; $c = 11,7452(6) \text{ \AA}$, dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ adalah $a = 3,8228(1) \text{ \AA}$; $b = 3,8851(2) \text{ \AA}$; $c = 11,6809(6) \text{ \AA}$. Menyatakan bahwa parameter yang bernilai lebih kecil akan bergeser lebih kekanan sedangkan parameter kisi yang bernilai lebih besar akan bergeser lebih ke kiri. Disini juga terlihat bahwa terjadi penurunan besar intensitas yang dihasilkan dari penggantian Y dengan Nd dan NdGd yaitu 2104,88 couns/s menjadi 1596,30 couns/s dan 1856,13 couns/s.

4.2. Pola Difraksi Neutron Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

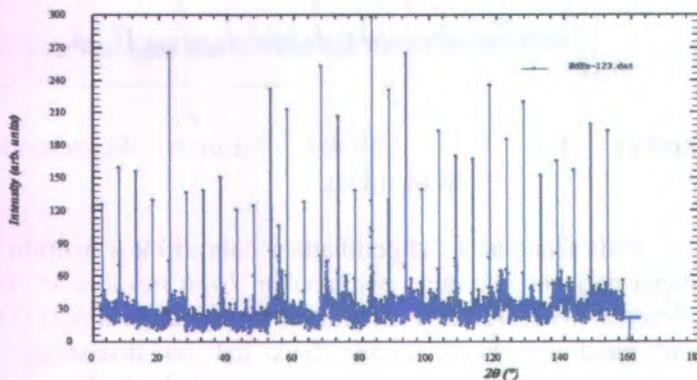


Gambar 4.3. Pola Difraksi Neutron Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Pada Gambar 4.3 diperlihatkan pola difraksi neutron yang didapat dari pengukuran menggunakan *High Resolution Powder Diffractometer* (HRPD). Dari gambar terlihat bahwa pola difraksi sudut hamburan kecil kurang baik hal ini disebabkan oleh absorbent yang dipasang untuk mencegah berkas neutron langsung datang ke detektor utama. Serta untuk sudut hamburan tinggi terjadi kerusakan detektor sehingga mendapatkan pola difraksi yang tidak baik. Puncak yang dihasilkan terlihat lebih banyak dan intensitasnya relatif tinggi pada sudut hamburan yang besar berbeda dengan puncak pada pola difraksi sinar-X yang intensitasnya menurun seiring membesarnya sudut hamburan. Hal

ini dapat dijelaskan bahwa panjang hamburan (*scattering length*) neutron dari keempat unsur penyusun bahan, yaitu Nd, Ba, Cu dan O adalah hampir sama dan tidak berubah terhadap perubahan sudut hamburan. Sedangkan panjang hamburan sinar-X dari atom O lebih kecil dibandingkan dengan panjang hamburan sinar-X dari logam berat seperti Nd dan Ba, oleh karena itu hamburan oksigen tertutupi oleh hamburan dari logam-logam berat tersebut dan panjang hamburannya menurun terhadap sudut hamburan. Dengan demikian pada sudut yang berbeda timbul puncak-puncak yang baru seperti terlihat pada Gambar 4.3. Sampel ini ukur selama 83 jam dengan *present count* 298800. Sedangkan untuk sampel $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ tidak didapat pola difraksi yang diinginkan hal diakibatkan oleh faktor absorpsi yang tinggi dari unsur Gd dan Eu.

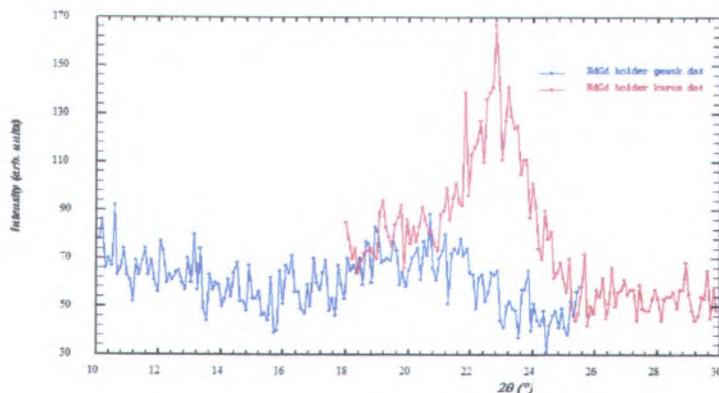
4.3. Pola Difraksi Neutron Superkonduktor ($\text{Nd}_{0,5}\text{Eu}_{0,5}$) $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan ($\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5}$) $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.



Gambar 4.4. Pola Difraksi Neutron Superkonduktor ($\text{Nd}_{0,5}\text{Eu}_{0,5}$) $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Gambar 4.4 diperlihatkan pola difraksi neutron yang didapat dari pengukuran menggunakan *High Resolution Powder*

Diffractometer (HRPD). Dari gambar terlihat bahwa pola difraksi yang dihasilkan kurang baik hal ini disebabkan karena atom Eu yang memiliki nilai absorpsi yang tinggi sehingga fluks neutron banyak yang terserap oleh bahan Eu. Maka neutron terhambur yang terbaca pada detektor intensitasnya sangat kecil sehingga didapatkan pola difraksi neutron yang terlihat pada Gambar 4.4.

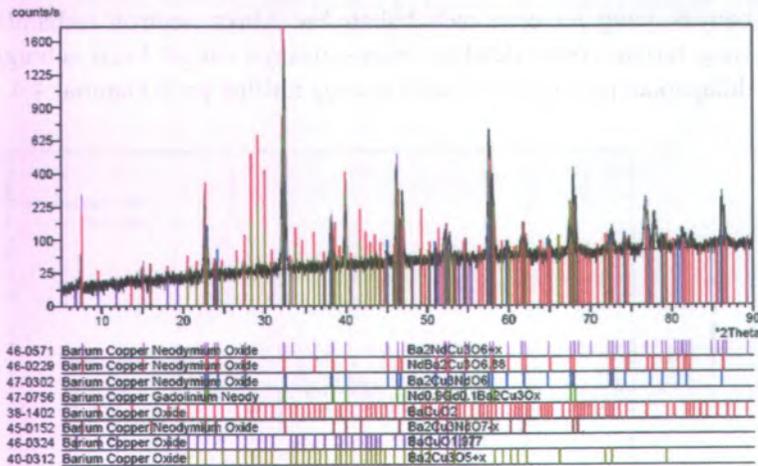


Gambar 4.5. Pola Difraksi Neutron Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Gambar 4.5 diperlihatkan pola difraksi neutron yang didapat dari pengukuran menggunakan *Triple Axis Spectrometer* (TAS). Sampel ini dilakukan pengukuran menggunakan alat ini bertujuan untuk mendapatkan pola difraksi yang lebih baik dari pada HRPD ternyata hasilnya sama. Ternyata pola difraksi yang dihasilkan kurang baik hal ini disebabkan nilai dari absorpsi dari atom Gd sangat besar. Sehingga fluks neutron banyak yang terserap oleh bahan Gd. Maka neutron terhambur yang terbaca pada detektor intensitasnya sangat kecil sehingga didapatkan pola difraksi neutron yang terlihat pada Gambar 4.5.

4.4. Penentuan Fraksi Volume dan Fasa.

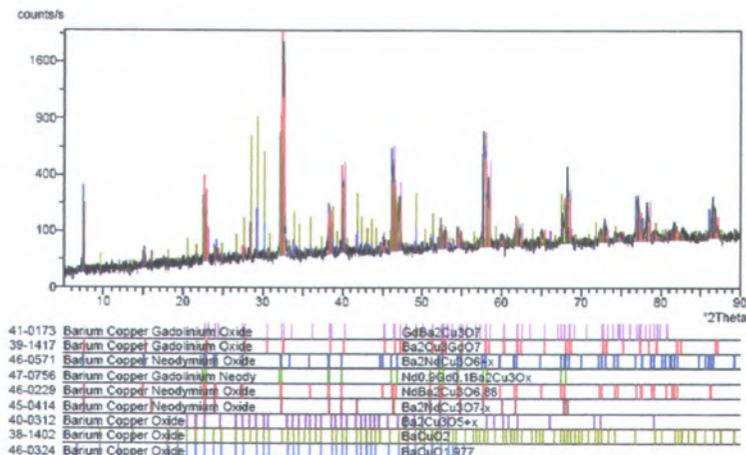
4.4.1. Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$



Gambar 4.6. Hasil *search match* Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Telah dilakukan pengolahan data pola difraksi sinar-X Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan menggunakan *search match* yang bertujuan untuk mengetahui puncak-puncak yang terbentuk dalam spesimen dan fasa apa yang terbentuk dari spesimen tersebut baik Nd-123 maupun impuritas. Dari olahan data yang dilakukan terdapat 39 puncak tajam yang terbentuk dengan baik. Nilai intensitas yang terbesar terdapat pada posisi $2\theta = 32,45779^\circ$ yang bernilai 1596,30 counts/s dengan real intensitasnya 100%. Posisi ini terindikasi sebagai fasa $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ yang dicari. Setelah dilakukan penetapan puncak pola difraksi lalu dilanjutkan dengan melakukan *search match* disini akan diketahui fasa apa saja yang muncul. Dari olahan data yang dilakukan terdapat 8 buah fasa terbentuk yang diantaranya adalah $\text{Ba}_2\text{NdCu}_3\text{O}_{6+x}$, $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.88}$, $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{NdO}_6$, $\text{Ba}_2\text{NdCu}_3\text{O}_{7-x}$, $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{NdO}_{7-x}$, BaCuO_2 , $\text{BaCuO}_{1.997}$, dan $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{5+x}$.

4.4.2. Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

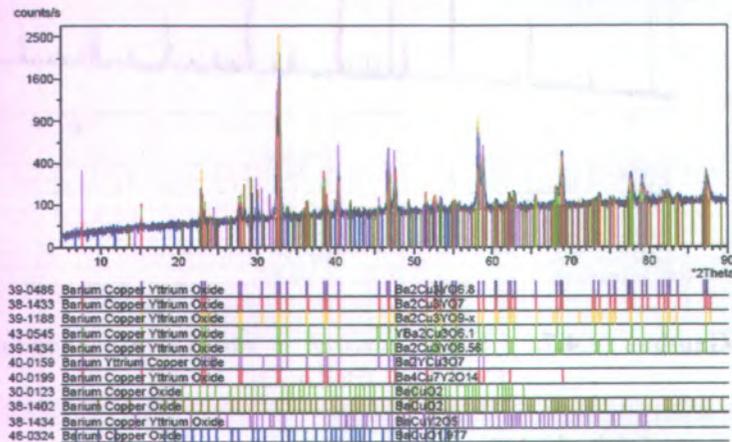


Gambar 4.7. Hasil *search match* Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Telah dilakukan pengolahan data pola difraksi sinar-X Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan menggunakan *search match* yang bertujuan untuk mengetahui puncak-puncak yang terbentuk dalam spesimen dan fasa apa yang terbentuk dari spesimen tersebut baik NdGd-123 maupun impuritas. Dari olahan data yang dilakukan terdapat 40 puncak tajam yang terbentuk dengan baik. Nilai intensitas yang terbesar terdapat pada posisi $2\theta = 32,58762^\circ$ yang bernilai 1856,13 counts/s dengan real intensitasnya 100%. Posisi ini terindikasi sebagai fasa $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ yang dicari. Setelah dilakukan penetapan puncak pola difraksi lalu dilanjutkan dengan melakukan *search match* disini akan diketahui fasa apa saja yang muncul. Dari olahan data yang dilakukan terdapat 8 buah fasa terbentuk yang diantaranya adalah $\text{Ba}_2\text{NdCu}_3\text{O}_{6+x}$, $\text{Nd}_{0,9}\text{Gd}_{0,1}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,88}$, $\text{Ba}_2\text{NdCu}_3\text{O}_{7-x}$, $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{NdO}_{7-x}$, $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{5+x}$, BaCuO_2 dan $\text{BaCuO}_{1,977}$. Pada pengolahan data ini tidak muncul

fasa $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ hal ini bukanya fasa tersebut tidak terbentuk melainkan data base atau pdf untuk fasa tersebut belum ada tetapi disini dapat disimpulkan fasa tersebut telah terbentuk dari terbentuknya fasa Nd-123 dan Gd-123.

4.4.3. Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.



Gambar 4.8. Hasil *search match* Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Telah dilakukan pengolahan data pola difraksi sinar-X Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan menggunakan *search match* yang bertujuan untuk mengetahui puncak-puncak yang terbentuk dalam spesimen dan fasa apa yang terbentuk dari spesimen tersebut baik Y-123 maupun impuritas. Dari olahan data yang dilakukan terdapat 40 puncak tajam yang terbentuk dengan baik. Nilai intensitas yang terbesar terdapat pada posisi $2\theta = 32,83972^\circ$ yang bernilai 2104,88 counts/s dengan real intensitasnya 100%. Posisi ini terindikasi sebagai fasa $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,8}$ yang dicari. Setelah dilakukan penetapan puncak pola difraksi lalu dilanjutkan dengan melakukan *search match* disini akan diketahui fasa apa saja yang muncul. Dari olahan data yang dilakukan terdapat 7

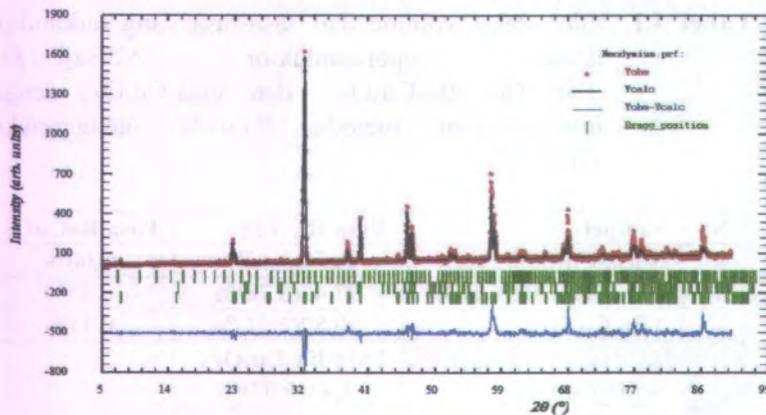
buah fasa terbentuk yang diantaranya adalah $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{YO}_{6,8}$, $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{YO}_7$, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,1}$, $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{YO}_{9-x}$, $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{YO}_{6,56}$, $\text{Ba}_2\text{YCu}_3\text{O}_7$, BaCuO_2 dan $\text{BaCuO}_{1,997}$.

Tabel 4.1. Nilai fraksi volume dari fasa-fasa yang terkandung dalam superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan menggunakan metode *Rietveld* menggunakan *FullProf*.

No	Sampel	Fasa RE-123	Fasa BaCuO_2
1	$\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	98,53(3,17)%	0,06%
2	$(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	97,42(2,70)%	0,15%
3	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	99,89(2,71)%	0,11%
		Fasa $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{5,9}$	
	$\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	1,41(0,03)%	
	$(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	2,43(0,05)%	
	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	-	

4.5. Refinement Pola Difraksi Sinar-X.

4.5.1. Refinement Pola Difraksi Sinar-X Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.



Gambar 4.9. Refinement Pola Difraksi Serbuk Sinar-X Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Gambar 4.9 menyatakan telah dilakukan *refinement* pola difraksi sinar-X untuk superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan menggunakan program *FullProf*. Didapat hasil penghalusan yang baik dengan χ^2 bernilai 2,623. Gambar 4.9 menampilkan beberapa parameter seperti data asli pola difraksi (merah), pencocokan program (hitam), kesembangan antara penghalusan data dan program (biru), dan posisi puncak Bragg (hijau). Pada kasus ini faktor hunian tidak dapat dihaluskan, hal ini dimungkinkan karena faktor hamburan sinar-X dari atom-atom ringan seperti oksigen lebih kecil dibandingkan dengan hamburan dari atom-atom logam, sehingga hamburan sinar-X dari atom-atom oksigen tersebut seakan-akan tertutup oleh hamburan dari atom-atom logam tetangganya. Oleh karena itu, parameter variabel atom-atom oksigen tersebut sulit untuk dianalisis secara lebih akurat. Untuk faktor suhu tidak dapat *dir refinement* karena

bila dilakukan *refinement* akan menghasilkan nilai yang negatif, dimana parameter suhu negatif tidak memiliki arti fisis.

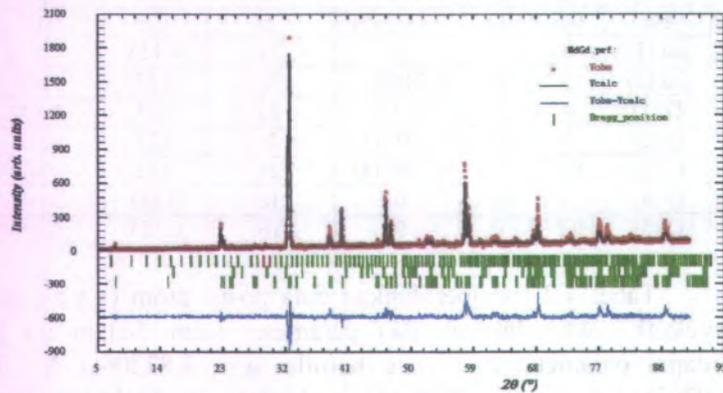
Tabel 4.2. Hasil penghalusan satu fasa pola difraksi sinar-X superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Struktur Ortorombik ;Grup ruang *Pmmm* ,No. 47 ; a = 3,8720(4) Å ; b = 3,9203(4) Å ; c = 11,7798 (1) Å ; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$; $R_p = 57,4$; $R_{wp} = 42,6$; $R_e = 26,3$; $\chi^2 = 2,623$.

Atom	x	y	z	Posisi Wyckoff	Faktor hunian (g)	Parameter Suhu Isotropis (\AA^2)
Nd	0,5	0,5	0,5	1h	0,125	0,01
Ba	0,5	0,5	0,1823(5)	2t	0,25	0,01
Cu (1)	0	0	0	1a	0,125	0,01
Cu (2)	0	0	0,3468(1)	2q	0,25	0,01
O (1)	0	0	0,1559	2q	0,25	0,01
O (2)	0	0,5	0,3357(5)	2r	0,25	0,01
O (3)	0,5	0	0,3867(4)	2s	0,25	0,01
O (4)	0	0,5	0	1e	0,125	0,01
O (5)	0,5	0	0	1b	0,125	0,01

Tabel 4.2 memperlihatkan data posisi atom (x,y,z), posisi wyckoff, faktor hunian, dan parameter suhu. Selain itu juga didapat parameter kisi yang bernilai a = 3,8720(4) Å ; b = 3,9203(4) Å ; c = 11,7798 (1) Å. Analisis ini dilakukan dengan asumsi cuplikan memiliki tiga fasa $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, BaCuO_2 dan $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{5,9}$ struktur kristal orthorombik dengan grup ruang *Pmmm* No.47. Data ini diperoleh dengan metode *Rietveld* menggunakan *FullProf*. Sebelumnya dilakukan penentuan fasa-fasa yang terdapat pada sampel menggunakan *searchmath*. Awal *refinement* dilakukan dengan memasukan data dari ICSD *Neodymium barium copper oxide 63428*. Hasil *refinement* ini menyatakan bahwa posisi khusus (x y z) tidak perlu dilakukan *refinement*, tetapi posisi z seperti atom Ba, Cu(2), O(1),O(2) dan O(3) dilakukan *refinement* hal ini dikarenakan karena posisi

husus (0 dan 0,5) tidak akan berubah tidak akan berubah bila dilakukan *refinement* sebaliknya posisi tidak khusus akan berubah dikarenakan berbagai faktor seperti pencocokan pola difraksi, pergeseran dan kesesuaian. Sedangkan untuk faktor hunian tidak *direfinement* karena bila dilakukan *refinement* akan melebihi posisi 100% nya hal tidak diperbolehkan maka ditetapkan semua atom dalam kondisi menempati kedudukannya secara maksimum. Hasil *refinement* menunjukkan parameter suhu (B) tidak dapat *direfine* karena saat dilakukan *refine* menghasilkan nilai negatif.

4.5.2. *Refinement* Pola Difraksi Sinar-X Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.



Gambar 4.10. *Refinement* Pola Difraksi Serbuk Sinar-X Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Gambar 4.10 menyatakan telah dilakukan *refinement* pola difraksi sinar-X untuk superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Pada sampel ini dilakukan substitusi 1 atom digantikan dengan dua atom dalam satu tempat (Y diganti dengan $\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5}$). Ternyata didapat pola difraksi yang mirip dengan hasil Nd-123. Untuk memastikan fasanya dilakukan analisis dengan menggunakan *search math*, ternyata setelah dianalisis muncul fasa yang

diinginkan yaitu $(\text{Nd}_{0,9}\text{Gd}_{0,1})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7,8}$. Langkah selanjutnya dilakukan *refinement* dengan metode *Rietveld* menggunakan *FullProf*. Terlihat pada gambar kecocokan pola difraksi dengan pencocokan program sudah baik. Awal *refinement* dilakukan dengan memasukan data dari ICSD *Neodymium barium copper oxide* 63428. Hasil *refinement* dapat dilihat pada tabel 4.3.

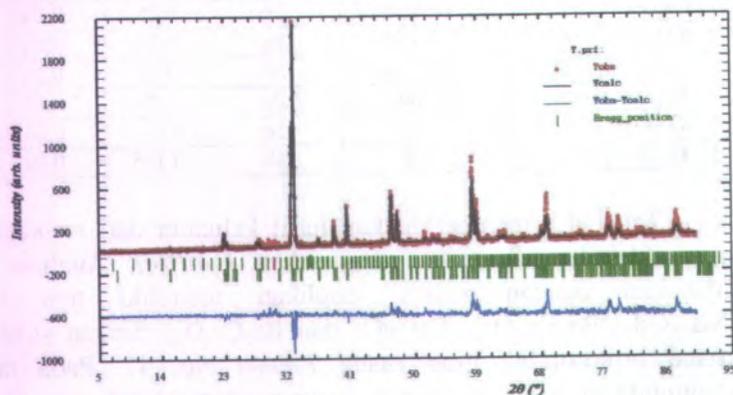
Tabel 4.3. Hasil penghalusan satu fasa pola difraksi sinar-X superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7,8}$. Struktur Ortorombik ;Grup ruang *Pmmm* ,No. 47 ; $a = 3,8562(3) \text{ \AA}$; $b = 3,9102(4) \text{ \AA}$; $c = 11,7504(1) \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$; $R_p = 51,2$; $R_{wp} = 39,2$; $R_e = 25,0$; $\chi^2 = 2,463$.

Atom	x	y	z	Posisi Wyckoff	Faktor hunian (g)	Parameter Suhu Isotropis (\AA^2)
Nd(0,5)	0,5	0,5	0,5	1h	0,0625	0,01
Gd(0,5)	0,5	0,5	0,5	1h	0,0625	0,01
Ba	0,5	0,5	0,1815(4)	2t	0,25	0,01
Cu (1)	0	0	0	1a	0,125	0,01
Cu (2)	0	0	0,3470(1)	2q	0,25	0,01
O (1)	0	0	0,1599	2q	0,25	0,01
O (2)	0	0,5	0,3584(4)	2r	0,25	0,01
O (3)	0,5	0	0,3892(3)	2s	0,25	0,01
O (4)	0	0,5	0	1e	0,125	0,01
O (5)	0,5	0	0	1b	0,125	0,01

Tabel 4.3 memperlihatkan hasil keluaran dari *refinement* yang dilakukan dengan menggunakan *FullProf*. Analisis ini dilakukan dengan asumsi cuplikan memiliki tiga fasa $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7,8}$, BaCuO_2 dan $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{5,9}$ dengan struktur kristal orthorombik grup ruang *Pmmm* No. 47. Pada tabel menunjukkan informasi berupa posisi masing-masing atom (x, y, z), posisi wyckoff, faktor hunian, dan parameter suhu. Hasil *refinement* menunjukkan posisi atom-atom yang khusus (0 dan

0,5) tidak *refinement* sedangkan yang dapat *refinement* hanya 5 posisi atom z dari atom-atom Ba, Cu(2), O(1), O(2), dan O(3) hasilnya menunjukkan terdapat perubahan nilai yang tidak begitu besar dari parameter awal yang diberikan. Untuk faktor hunian tidak dapat dihaluskan, hal ini dimungkinkan karena faktor hamburan sinar-X dari atom-atom ringan seperti oksigen lebih kecil dibandingkan dengan hamburan dari atom-atom logam, sehingga hamburan sinar-X dari atom-atom oksigen tersebut seakan-akan tertutup oleh hamburan dari atom-atom logam tetangganya. Oleh karena itu, parameter variabel atom-atom oksigen tersebut sulit untuk dianalisis secara lebih akurat. Untuk parameter suhu tidak dapat di *refinement* karena bila dilakukan *refinement* akan menghasilkan nilai yang negatif, dimana parameter suhu negatif tidak memiliki arti fisis. Hasil *refinement* mendapatkan parameter kisi yang bernilai $a = 3,8562(3) \text{ \AA}$; $b = 3,9102(4) \text{ \AA}$; $c = 11,7504(1) \text{ \AA}$ dengan nilai χ^2 yang cukup baik 2,463.

4.5.3. *Refinement* Pola Difraksi Sinar-X Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.



Gambar 4.11. *Refinement* Pola Difraksi Serbuk Sinar-X Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Gambar 4.11 menyatakan telah dilakukan *refinement* pola difraksi sinar-X untuk superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan menggunakan program *FullProf*. Didapat hasil penghalusan yang baik dengan χ^2 bernilai 2,753. Awal *refinement* dilakukan dengan memasukan data dari *Crystallography Open Database (COD)*, *Yttrium barium copper oxide 1001435.cif*. Data hasil penghalusan ini nantinya akan digunakan sebagai pembandingan dengan dua superkonduktor yaitu $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Disini ingin diketahui bagaimana dampak dari penggantian atom yttrium dengan Nd dan Gd terhadap sifat fisika maupun superkonduktivitasnya.

Tabel 4.4. Hasil penghalusan satu fasa pola difraksi sinar-X superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Struktur Ortorombik ;Grup ruang *Pmmm*, No. 47 ; $a = 3,8262(3) \text{ \AA}$; $b = 3,8886(4) \text{ \AA}$; $c = 11,6921(1) \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$; $R_p = 50,1$; $R_{wp} = 38,2$; $R_e = 23,0$; $\chi^2 = 2,753$.

Atom	x	y	z	Posisi Wyckoff	Faktor hunian (g)	Parameter Suhu Isotropis (\AA^2)
Y	0,5	0,5	0,5	1h	0,125	0,01
Ba	0,5	0,5	0,1815(4)	2t	0,25	0,01
Cu (1)	0	0	0	1a	0,125	0,01
Cu (2)	0	0	0,3533(7)	2q	0,25	0,01
O (1)	0	0	0,1609	2q	0,25	0,01
O (2)	0	0,5	0,3678(3)	2r	0,25	0,01
O (3)	0,5	0	0,3876(3)	2s	0,25	0,01
O (4)	0	0,5	0	1e	0,125	0,01
O (5)	0,5	0	0	1b	0,0818(8)	0,01

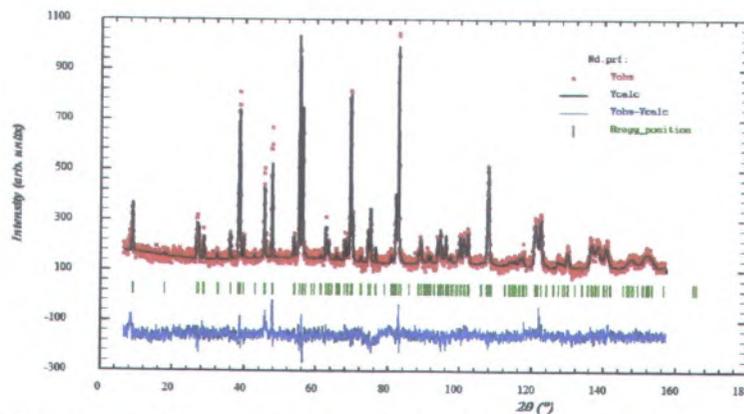
Tabel 4.4 memperlihatkan hasil keluaran dari penghalusan dengan menggunakan program *FullProf*. Data yang dilakukan *refinement* adalah beberapa posisi z, parameter kisi, background, serta parameter lainnya. Hasilnya didapatkan nilai parameter kisi ; $a = 3,8262(3) \text{ \AA}$; $b = 3,8886(4) \text{ \AA}$; $c = 11,6921(1) \text{ \AA}$. Hasil

refinement menunjukkan posisi atom-atom yang khusus (0 dan 0,5) tidak dapat *refinement* sedangkan yang dapat *refinement* hanya 5 posisi atom z dari atom-atom Ba, Cu(2), O(1), O(2), dan O(4) hasilnya menunjukkan terdapat perubahan nilai yang tidak begitu besar dari parameter awal yang diberikan. Untuk faktor hunian tidak dapat dihaluskan, hal ini dimungkinkan karena faktor hamburan sinar-X dari atom-atom ringan seperti oksigen lebih kecil dibandingkan dengan hamburan dari atom-atom logam, sehingga hamburan sinar-X dari atom-atom oksigen tersebut seakan-akan tertutup oleh hamburan dari atom-atom logam tetangganya. Oleh karena itu, parameter variabel atom-atom oksigen tersebut sulit untuk dianalisis secara lebih akurat. Untuk parameter suhu tidak dapat *refinement* karena bila dilakukan *refinement* akan menghasilkan nilai yang negatif, dimana parameter suhu negatif tidak memiliki arti fisis.

4.6. *Refinement* Pola Difraksi Neutron Superkonduktor

Teknik difraksi neutron memiliki keunggulan dibandingkan dengan teknik difraksi sinar-X. Pertama, karena amplitudo hamburan berkas neutron tidak bergantung pada jumlah elektron di dalam atom, tetapi berubah secara tidak beraturan dari elemen ke elemen dan dari isotop ke isotop yang lain yang berorde sama, yaitu antara 10^{-13} - 10^{-12} cm. sedangkan amplitudo hamburan sinar-X bergantung pada jumlah elektron di dalam atom dan berubah secara monoton dari satu elemen ke elemen dan dari isotop ke isotop yang lain. Kedua, amplitudo hamburan neutron adalah isotropik, sebab panjang gelombang neutron termal ($\approx 10^{-8}$ cm) jauh lebih besar daripada dimensi inti atom sebagai target penghambur ($\approx 10^{-13}$ cm). Sedangkan amplitudo hamburan sinar-X tidak isotropis dan berkurang dengan bertambahnya sudut hamburan, hal ini karena panjang gelombang sinar-X sebanding dengan dimensi awan elektron yang berperan sebagai target penghambur.

4.6.1. Refinement Pola Difraksi Neutron Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$



Gambar 4.12. Refinement Pola Difraksi Serbuk Neutron Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Gambar 4.12 menggambarkan hasil keluaran *refinement* dari *FullProf* untuk pola difraksi neutron superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Terlihat puncak yang dihasilkan hampir sejajar hal ini diakibatkan oleh panjang hamburan (*scattering length*) neutron dari keempat unsur penyusun bahan, yakni Nd, Ba, Cu dan O adalah hampir sama. Sedangkan panjang hamburan sinar-X dari atom O lebih kecil dibandingkan dengan panjang hamburan sinar-X dari logam berat seperti Nd dan Ba, oleh karena itu hamburan oksigen tertutupi oleh hamburan dari logam-logam berat tersebut. Dengan demikian, posisi atom-atom oksigen dan faktor hunian dapat ditentukan secara lebih teliti jika digunakan teknik difraksi neutron. Dari gambar terlihat bahwa pola difraksi sudut hamburan kecil kurang baik hal ini disebabkan oleh *absorbent* yang dipasang untuk mencegah berkas neutron langsung datang ke detektor utama. Serta untuk sudut hamburan tinggi terjadi kerusakan detektor sehingga mendapatkan pola difraksi yang tidak baik. Puncak yang dihasilkan terlihat lebih

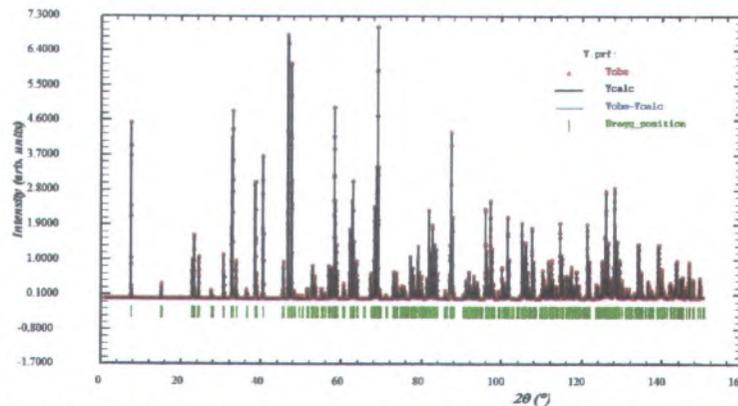
banyak dan intensitasnya relatif tinggi pada sudut hamburan yang besar berbeda dengan puncak pada pola difraksi sinar-X yang intensitasnya menurun seiring membesarnya sudut hamburan.

Tabel 4.5. Hasil penghalusan satu fasa pola difraksi sinar-X superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Struktur Ortorombik ;Grup ruang *Pmmm*, No. 47 ; $a = 3,8639(1) \text{ \AA}$; $b = 3,9166(1) \text{ \AA}$; $c = 11,7551(4) \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$; $R_p = 38,3$; $R_{wp} = 31,7$; $R_e = 25,6$; $\chi^2 = 1,542$.

Atom	x	y	z	Posisi Wyckoff	Faktor hunian (g)	Parameter Suhu Isotropis (\AA^2)
Nd	0,5	0,5	0,5	1h	0,125	0,1
Ba	0,5	0,5	0,1823(7)	2t	0,25	0,9
Cu (1)	0	0	0	1a	0,125	0,9551(2)
Cu (2)	0	0	0,3498(4)	2q	0,25	0,03
O (1)	0	0	0,1573(7)	2q	0,25	0,8851(2)
O (2)	0	0,5	0,3746(7)	2r	0,2388(7)	0,3635(2)
O (3)	0,5	0	0,3691(7)	2s	0,2488(6)	0,8124(2)
O (4)	0	0,5	0	1e	0,1080(5)	2,1643(5)
O (5)	0,5	0	0	1b	0,0127(9)	1,5000

Tabel 4.5 menyatakan data berupa posisi atom (x, y, z), posisi wyckoff, faktor hunian dan parameter suhu. Saat merefine sampel diasumsikan berfasa tunggal, struktur orthorombik, dengan grup ruang *Pmmm* No.47. Sumber data awalan yang dimasukkan berasal dari *ICSD Neodymium barium copper oxide 63248*. Posisi atom (x dan y) tidak direfine karena nilai ini merupakan angka khusus. Dilakukan *refine* pada posisi yang tidak khusus seperti posisi z pada atom Ba, Cu(2), O(1), O(2) dan O(3). Pada neutron faktor hunian dapat direfine pada atom-atom O(2) O(3), O(4) dan O(5) sehingga dapat diketahui berapa jumlah oksigen yang terkandung dalam sampel tersebut. Setelah dilakukan penghitungan nilai $\delta = 0,133$ berarti jumlah oksigen yang terkandung dalam sampel sebesar 6,867.

4.6.2. Refinement Pola Difraksi Neutron Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.



Gambar 4.13. Refinement Pola Difraksi Serbuk Neutron Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Gambar 4.13 menggambarkan hasil keluaran dari *Crystallography Open Database (COD)*, *Yttrium barium copper oxide 1001435.cif* untuk pola difraksi neutron superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Terlihat pola difraksi yang dihasilkan memiliki tinggi yang hampir sama hal ini disebabkan oleh panjang hamburan atom-atom Y, Ba, Cu, dan O nilainya hampir sama yaitu Ba = 0,5070 ; Y = 0,7750 ; Cu = 0,7718 ; O = 0,5803. Data ini digunakan sebagai pembanding dari data sinar-X yang telah ada. Karena kekosongan pada pengukuran menggunakan sinar-X sulit untuk diketahui sedangkan bila menggunakan neutron distribusi oksigen dalam bahan superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dapat ditentukan. Untuk hasil pengukuran referensi cif yang digunakan nilai oksigen dalam bahan tersebut adalah 6,92 dengan nilai $\delta = 0,08$.

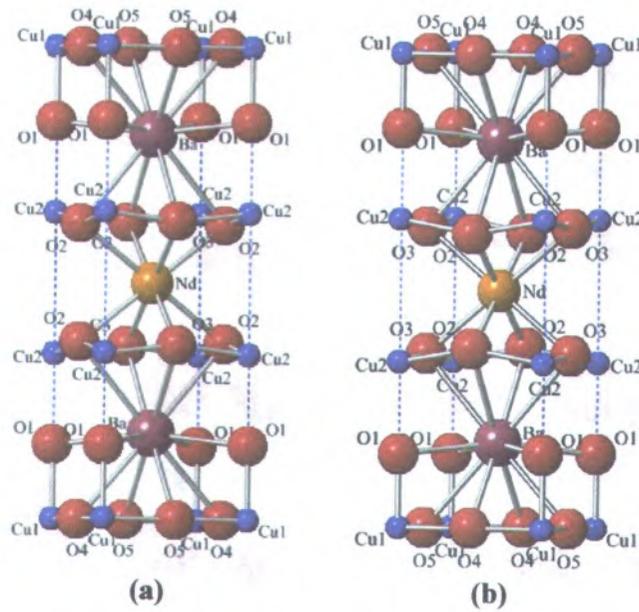
Tabel 4.6. Hasil penghalusan satu fasa pola difraksi sinar-X superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Struktur Ortorombik ;Grup ruang $Pmmm$, No. 47 ; $a = 3,8179 \text{ \AA}$; $b = 3,8801 \text{ \AA}$; $c = 11,6655 \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$.

Atom	x	y	z	Posisi Wyckoff	Faktor hunian (g)	Parameter Suhu Isotropis (\AA^2)
Y	0,5	0,5	0,5	1h	0,125	0
Ba	0,5	0,5	0,1847	2t	0,25	0
Cu (1)	0	0	0	1a	0,125	0
Cu (2)	0	0	0,3556	2q	0,25	0
O (1)	0	0	0,1586	2q	0,25	0
O (2)	0	0,5	0,3784	2r	0,25	0
O (3)	0,5	0	0,3782	2s	0,25	0
O (4)	0	0,5	0	1e	0,10875	0
O (5)	0,5	0	0	1b	0,00625	0

Tabel 4.6 menyatakan data berupa posisi atom (x, y, z), posisi wyckoff, faktor hunian dan parameter suhu. Terlihat pada tabel bahwa posisi atomnya sama dengan superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Tetapi nilai dari faktor huniannya yang mengalami perbedaan yang cukup mencolok yaitu kekosongan hanya terdapat pada atom O4 dan O5 saja. Ini menyatakan bahwa vibrasi atom pada posisi ini sangat kuat. Sedangkan untuk parameter suhu pada cif ini diberikan nilai nol.

4.7. Struktur Kristal

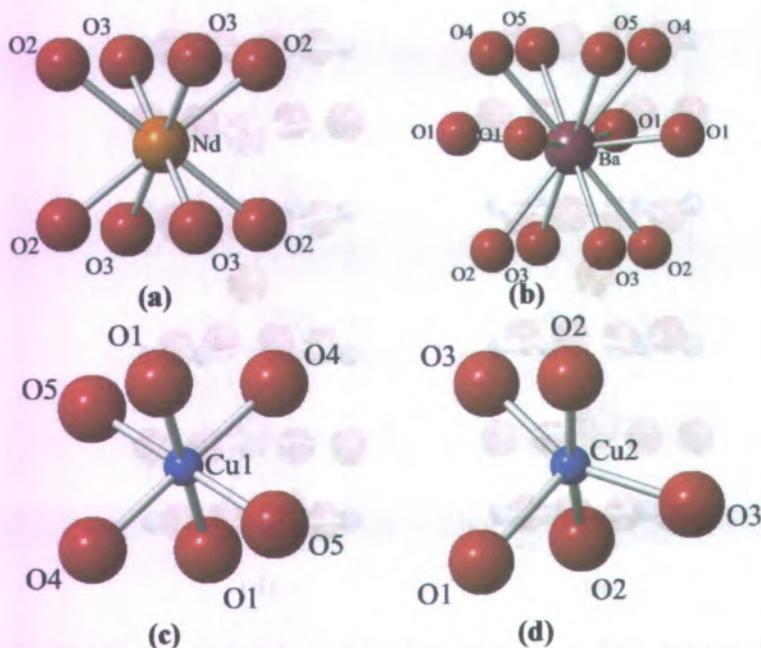
4.7.1. Struktur Kristal Superkonduktor Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$



Gambar 4.14. a) Struktur Kristal Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ untuk Sinar-X, b) Struktur Kristal Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ untuk neutron.

Gambar 4.13 menggambarkan telah berhasilnya pembentukan struktur kristal superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan menggunakan program *crystallmaker*. Sistem kristal ortorombik dengan group ruang $Pmmm$ No.47. Data ini diperoleh dari keluaran *refinement* yang telah dilakukan sebelumnya. Dua struktur kristal tersebut menggambarkan bahwa sampel yang sama dengan pengukuran yang berbeda menghasilkan hasil yang hampir sama. Perbedaannya terletak pada jumlah oksigen yang terdapat pada neutron. Hal ini terjadi karena HRPD memiliki

resolusi yang tinggi serta panjang hamburan atom berat dan atom ringan pada neutron hampir sama sehingga kelebihan oksigen dapat diketahui dengan pengukuran neutron.



Gambar 4.15. Koordinasi atom-atom logam dengan oksigen dalam sel satuan fasa $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$: (a) Nd-O, (b) Ba-O, (c) Cu(1)-O dan (d) Cu(2)-O.

Tabel 4.7 memperlihatkan data panjang ikatan antar atom pada superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$. Ikatan antar atom berat bersama oksigen menghasilkan jarak ikatan yang berbeda-beda. Gambar 4.15 menyatakan koordinasi atom-atom logam dengan oksigen. Analisis dilakukan pada struktur kristal yang dihasilkan dari sinar-X sedangkan untuk neutron sebagai pembanding.

Pada gambar 4.15a tampak bahwa Nd memiliki koordinasi *eighfold* (dikelilingi oleh 8 atom oksigen) yakni empat O(2) dan empat O(3). Garis yang menghubungkan Nd-O(2) dan Nd-O(3) membentuk cermin satu dengan yang lain. Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Nd-O(2) 2,73(5)Å dan Nd-O(3) 2,38(3)Å. Vibrasi termal akan terjadi sangat kuat antara atom hal ini disebabkan oleh kekosongan atom pada O(2), O(3), O(4) dan O(5). Harga parameter suhu untuk superkonduktor NdBa₂Cu₃O_{7-δ} pada atom-atomnya memiliki nilai yang sama hal ini disebabkan karena nilai parameter suhu untuk sinar-X tidak bisa *refine* karena bernilai negatif, sehingga diberikan nilai yang kecil. Sedangkan untuk parameter termal (B) pengukuran neutron nilainya dapat diketahui secara *refinement* yang ditunjukkan pada tabel 4.5.

Pada gambar 4.15b tampak bahwa Ba memiliki koordinasi *twelvefold* (dikelilingi oleh 12 atom oksigen) yakni empat O(1), dua O(2), dua O(3), dua O(4) dan dua O(5). Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Ba-O(1) 2,7724(8)Å, Ba-O(2) 2,65(5)Å, Ba-O(3) 3,10(4)Å, Ba-O(4) 2,889(5) dan Ba-O(5) 2,905(5). Vibrasi termal akan terjadi sangat kuat antara atom hal ini disebabkan oleh kekosongan atom pada O(2), O(3), O(4) dan O(5). Serta dikuatkan juga dengan kekosongan atom oksigen yang mengelilingi Ba. Dimana kekosongan O(2) sekitar 4,48%, O(3) 0,48%, O(4) 13,6% dan O(5) 89,84%.

Pada gambar 4.15c tampak bahwa Cu(1) memiliki koordinasi *sixfold* (dikelilingi oleh 6 atom oksigen) yakni dua O(1), dua O(4) dan dua O(5). Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Cu(1)-O(1) 1,83628 (19) Å, Cu(1)-O(4) 1,96045 (20) Å dan Cu(1)-O(5) 1,93610(15). Vibrasi termal akan terjadi sangat kuat antara atom hal ini disebabkan oleh kekosongan atom O(5) yang sangat besar sekitar 89,84%.

Pada gambar 4.15d tampak bahwa Cu(2) memiliki koordinasi *fivefold* (dikelilingi oleh 5 atom oksigen) yakni satu O(1), dua O(2) dan dua O(3). Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Cu(2)-O(1) 2,250(15), Cu(2)-O(2) 1,965(5)Å dan

Cu(2)-O(31,990(11)Å. Serta dikuatkan juga dengan kekosongan atom oksigen yang mengelilingi Nd. Dimana kekosongan O(2) sekitas 4,48% sedangkan O(3) 0,48%.

Tabel 4.7. Jarak antar dua atom (X-O) pada superkonduktor NdBa₂Cu₃O_{7.5}.

Atom	Ikatan Antar Atom	Jarak (Å)
Nd	Nd-O(2)	2,73(5)
	Nd-O(3)	2,38(3)
Ba	Ba-O(1)	2,7724(8)
	Ba-O(2)	2,65(5)
	Ba-O(3)	3,10(4)
	Ba-O(4)	2,889(5)
	Ba-O(5)	2,905(5)
Cu	Cu(1)-O(1)	1,83628 (19)
	Cu(1)-O(4)	1,96045 (20)
	Cu(1)-O(5)	1,93610(15)
	Cu(2)-O(1)	2,250(15)
	Cu(2)-O(2)	1,965(5)
O	Cu(2)-O(3)	1,990(11)
	O(1)-O(2)	2,89(5)
	O(1)-O(5)	2,66841(17)
	O(1)-O(4)	2,68613(19)
	O(2)-O(3)	2,818(18)
	O(3)-O(3)	2,69(7)
	O(4)-O(5)	2,75533(18)

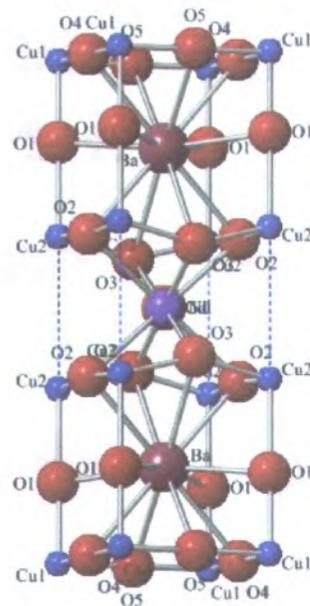
Tabel 4.8. Sudut antara tiga atom (O-X-O) pada superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.5}$.

Atom 1	Atom 2	Atom 3	Sudut ($^\circ$)	Posisi		
				Atom 1	Atom 2	Atom 3
O(2)	Nd	O(2)	90,1(15)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,5)	(1;0,5;0,336)
O(2)	Nd	O(2)	93,0(3)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,5)	(0;0,5;0,664)
O(2)	Nd	O(2)	180(3)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,5)	(1;0,5;0,664)
O(2)	Nd	O(3)	66,5(16)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;0;0,386)
O(2)	Nd	O(3)	114(3)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;0;0,614)
O(3)	Nd	O(3)	111,2(9)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;0;0,386)
O(3)	Nd	O(3)	69(2)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;0;0,614)
O(3)	Nd	O(3)	111,2(9)	(0,5;0;0,614)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;1;0,614)
O(1)	Ba	O(1)	90,0(3)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(0;1;0,1559)
O(1)	Ba	O(1)	88,59(3)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(1;0;0,1559)
O(1)	Ba	O(1)	167,27(3)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(1;1;0,1559)
O(1)	Ba	O(2)	64,3(16)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(0;0,5;0,336)
O(1)	Ba	O(2)	125,8(16)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(1;0,5;0,336)
O(1)	Ba	O(3)	68,8(11)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(0,5;0;0,386)
O(1)	Ba	O(3)	122,2(11)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(0,5;1;0,386)
O(1)	Ba	O(4)	56,61(11)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(0;0,5;0)
O(1)	Ba	O(4)	112,69(11)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(1;0,5;0)
O(1)	Ba	O(5)	56,01(10)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(0,5;0;0)
O(1)	Ba	O(5)	113,29(10)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,182)	(0,5;1;0)
O(2)	Ba	O(2)	93,7(15)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,182)	(1;0;0,1559)
O(2)	Ba	O(3)	58,0(13)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,182)	(1;0,5;0,336)
O(2)	Ba	O(4)	91(2)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,182)	(0;0,5;0)
O(2)	Ba	O(4)	175(2)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,182)	(1;0,5;0)
O(2)	Ba	O(5)	120(2)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,182)	(0,5;0;0)
O(3)	Ba	O(3)	78,4(10)	(0,5;0;0,336)	(0,5;0,5;0,182)	(0,5;1;0,386)
O(3)	Ba	O(4)	125,1(15)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,182)	(0;0,5;0)
O(3)	Ba	O(5)	98,3(15)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,182)	(0,5;0;0)

O(3)	Ba	O(5)	176,8(15)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,182)	(0,5;1;0)
O(4)	Ba	O(4)	84,17(15)	(0;0,5;0)	(0,5;0,5;0,182)	(1;0,5;0)
O(4)	Ba	O(5)	56,79(15)	(0;0,5;0)	(0,5;0,5;0,182)	(0,5;0;0)
O(5)	Ba	O(5)	84,89(15)	(0,5;0;0)	(0,5;0,5;0,182)	(0,5;1;0)
O(1)	Cu(1)	O(1)	180(2)	(0;0;0,1559)	(0;0;0)	(0;0;-0,1559)
O(1)	Cu(1)	O(4)	90(12)	(0;0; 0,1559)	(0;0;0)	(0;-0,5;0)
O(1)	Cu(1)	O(5)	90(10)	(0;0; 0,1559)	(0;0;0)	(-0,5;0;0)
O(4)	Cu(1)	O(4)	180(2)	(0;-0,5;0)	(0;0;0)	(0;0,5;0)
O(4)	Cu(1)	O(5)	90(10)	(0;-0,5;0)	(0;0;0)	(-0,5;0;0)
O(5)	Cu(1)	O(5)	180(19)	(-0,5;0;0)	(0;0;0)	(0,5;0;0)
O(1)	Cu(2)	O(2)	86,3(20)	(0;0;0,1559)	(0;0;0,3469)	(0;-0,5;0,336)
O(1)	Cu(2)	O(3)	87(3)	(0;0;0,1559)	(0;0;0,3469)	(-0,5;0;0,386)
O(2)	Cu(2)	O(2)	164,8(5)	(0;0,5;0,336)	(0;0;0,3469)	(0;0,5;0,336)
O(2)	Cu(2)	O(3)	89,6(5)	(0;0,5;0,336)	(0;0;0,3469)	(-0,5;0;0,386)
O(3)	Cu(2)	O(3)	173,59(17)	(-0,5;0;0,386)	(0;0;0,3469)	(0,5;0;0,386)

Tabel 4.8 menyatakan data besar sudut ikatan antar atom pada superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Ikatan antara atom berat bersama oksigen menghasilkan nilai yang beba-beda. Sudut ikatan ini digunakan untuk mengetahui dampak penggantian atom Y dengan Nd.

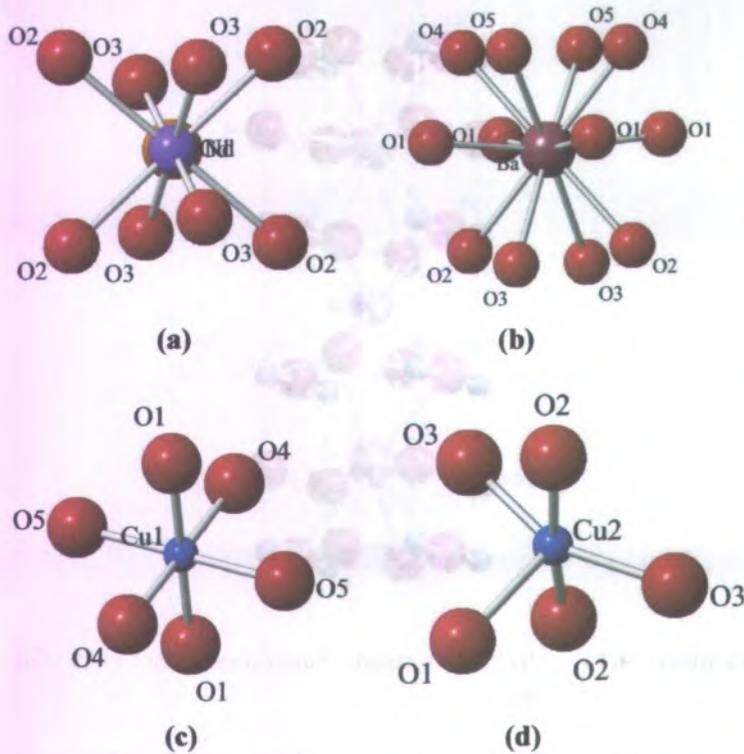
4.7.2. Struktur Kristal Superkonduktor Superkonduktor (Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba₂Cu₃O_{7-δ}



Gambar 4.16. Struktur Kristal Superkonduktor (Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba₂Cu₃O_{7-δ}.

Gambar 4.15 menggambarkan telah berhasilnya pembentukan struktur kristal superkonduktor (Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba₂Cu₃O_{7-δ} dengan menggunakan program *crystmaker*. Data ini diperoleh dari keluaran *refinement* yang telah dilakukan. Sistem kristal ortorombik dengan grup ruang *Pmmm* No.47. perbedaan yang terjadi adalah Y digantikan dengan (Nd_{0,5}Gd_{0,5}). Ternyata tidak banyak mengubah bentuk struktur kristalnya hanya terdapat perbedaan pada panjang ikatan dan sudut ikatan. Disini terlihat Nd dan Gd berada pada posisi yang sama seolah-olah tertumpuk padahal yang sebenarnya terjadi

adalah satu kisi akan ditempati oleh Nd dan kisi yang lain akan ditempati oleh Gd.



Gambar 4.17. Koordinasi atom-atom logam dengan oksigen dalam sel satuan fasa $(\text{Nd}_{0.5}\text{Gd}_{0.5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$: (a) Nd-O, (b) Ba-O, (c) Cu(1)-O dan (d) Cu(2)-O.

Tabel 4.9 memperlihatkan data panjang ikatan antar atom pada superkonduktor $(\text{Nd}_{0.5}\text{Gd}_{0.5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7.8}$. Ikatan antar atom berat bersama oksigen menghasilkan jarak ikatan yang berbeda-beda. Gambar 4.17 menyatakan koordinasi atom-atom logam dengan oksigen.

Pada gambar 4.17a tampak bahwa $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})$ memiliki koordinasi *eighfold* (dikelilingi oleh 8 atom oksigen) yakni empat O(2) dan empat O(3). Garis yang menghubungkan $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})$ - O(2) dan $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})$ -O(3) membentuk cermin satu dengan yang lain. Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})$ -O(2) 2,54(3)Å dan $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})$ -O(3) 2,36(3)Å. Vibrasi termal akan terjadi sangat kuat antara atom hal ini disebabkan oleh kekosongan atom pada O(2) dan O(3). Harga parameter suhu untuk $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})$ dibuat sama dan kecil karena bila dilakukan refinement bernilai negatif maka nilainya 0,01 Å². Ini berarti pada ketiga arah orientasi atom terjadi vibrasi yang sama kuat karena ada rongga yang memadai untuk pergeseran atom. Untuk faktor hunian ditetapkan 100% karena bila dilakukan refinement bernilai melebihi kedudukannya.

Pada gambar 4.17b tampak bahwa Ba memiliki koordinasi *twelvefold* (dikelilingi oleh 12 atom oksigen) yakni empat O(1), dua O(2), dua O(3), dua O(4) dan dua O(5). Garis yang menghubungkan $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})$ -O(2) dan $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})$ -O(4) membentuk cermin. Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Ba-O(1) 2,756(4)Å, Ba-O(2) 2,84(3)Å, Ba-O(3) 2,84(3)Å, Ba-O(4) 2,875(4) dan Ba-O(5) 2,893(4). Harga parameter suhu untuk atom Ba dibuat sama dan kecil karena bila dilakukan refinement bernilai negatif maka nilainya 0,01 Å². Ini berarti pada ketiga arah orientasi atom terjadi vibrasi yang sama kuat karena ada rongga yang memadai untuk pergeseran atom.

Pada gambar 4.17c tampak bahwa Cu(1) memiliki koordinasi *sixfold* (dikelilingi oleh 6 atom oksigen) yakni dua O(1), dua O4 dan dua O5. Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Cu(1)-O(1) 1,89(5)Å, Cu(1)-O(4) 1,95485(10)Å dan Cu(1)-O(5) 1,92739(5). Harga parameter suhu untuk atom Cu(1) dibuat sama dan kecil karena bila dilakukan refinement bernilai negatif maka nilainya 0,01 Å². Ini berarti pada ketiga arah orientasi atom terjadi vibrasi yang sama kuat karena ada rongga yang memadai untuk pergeseran atom.

Pada gambar 4.17d tampak bahwa Cu(2) memiliki koordinasi *fivefold* (dikelilingi oleh 5 atom oksigen) yakni satu O(1), dua O(2) dan dua O(3). Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Cu(2)-O(1) 2,19(5), Cu(2)-O(2) 1,960(3)Å dan Cu(2)-O(3) 1,983(11)Å. Harga parameter suhu untuk atom Cu(2) dibuat sama dan kecil karena bila dilakukan refinement bernilai negatif maka nilainya 0,01 Å². Ini berarti pada ketiga arah orientasi atom terjadi vibrasi yang sama kuat karena ada rongga yang memadai untuk pergeseran atom.

Tabel 4.9. Jarak antar dua atom (X-O) pada superkonduktor (Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba₂Cu₃O_{7-δ}.

Atom	Ikatan Antar Atom	Jarak (Å)
Nd(0,5)	Nd-O(2)	2,54(3)
	Nd-O(3)	2,36(3)
Gd(0,5)	Gd-O(2)	2,54(3)
	Gd-O(3)	2,36(3)
Ba	Ba-O(1)	2,756(4)
	Ba-O(2)	2,84(3)
	Ba-O(3)	2,84(3)
	Ba-O(4)	2,875(4)
	Ba-O(5)	2,893(4)
Cu	Cu(1)-O(1)	1,89(5)
	Cu(1)-O(4)	1,95460(10)
	Cu(1)-O(5)	1,92739(5)
	Cu(2)-O(1)	2,19(5)
	Cu(2)-O(2)	1,960(3)
	Cu(2)-O(3)	1,983(11)
O	O(1)-O(2)	3,04(5)
	O(1)-O(5)	2,70(3)
	O(1)-O(4)	2,72(3)
	O(2)-O(3)	2,765(8)

	O(3)-O(3)	2.65(7)
	O(4)-O(5)	2.74505(8)

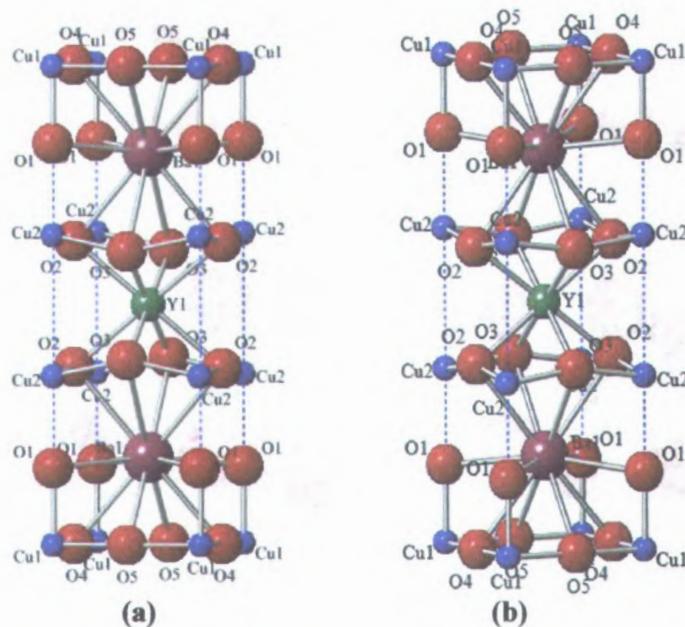
Tabel 4.10. Sudut antara tiga atom (O-X-O) pada superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7,5}$.

Atom 1	Atom 2	Atom 3	Sudut ($^\circ$)	Posisi		
				Atom 1	Atom 2	Atom 3
O(2)	Nd/Gd	O(2)	98,7(10)	(0;0,5;0,359)	(0,5;0,5;0,5)	(1;0,5;0,359)
O(2)	Nd/Gd	O(2)	81(14)	(0;0,5;0,359)	(0,5;0,5;0,5)	(0;0,5;0,641)
O(2)	Nd/Gd	O(2)	180(2)	(0;0,5;0,359)	(0,5;0,5;0,5)	(1;0,5;0,641)
O(2)	Nd/Gd	O(3)	68,5(10)	(0;0,5;0,359)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;0;0,387)
O(2)	Nd/Gd	O(3)	111(2)	(0;0,5;0,359)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;0;0,613)
O(3)	Nd/Gd	O(3)	68(2)	(0;0,5;0,387)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;0;0,613)
O(3)	Nd/Gd	O(3)	180(2)	(0;0,5;0,387)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;1;0,613)
O(1)	Ba	O(1)	90,36(12)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(0;1;0,161)
O(1)	Ba	O(1)	88,76(3)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0;0,161)
O(1)	Ba	O(1)	169,93(12)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;1;0,161)
O(1)	Ba	O(2)	65,8(13)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(0;0,5;0,359)
O(1)	Ba	O(2)	122,6(13)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0,5;0,359)
O(1)	Ba	O(3)	67,8(14)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;0;0,387)
O(1)	Ba	O(3)	121,0(14)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;1;0,387)
O(1)	Ba	O(4)	57,7(7)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(0;0,5;0)
O(1)	Ba	O(4)	113,8(7)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0,5;0)
O(1)	Ba	O(5)	57,0 (6)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;0;0)
O(1)	Ba	O(5)	114,5(7)	(0;0;0,1559)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;1;0)
O(2)	Ba	O(2)	85,5(10)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0;0,161)
O(2)	Ba	O(3)	55,2(10)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0,5;0,359)
O(2)	Ba	O(4)	95,1(16)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(0;0,5;0)
O(2)	Ba	O(4)	179,3(16)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0,5;0)

O(2)	Ba	O(5)	122,0(16)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;0;0)
O(3)	Ba	O(3)	78 (10)	(0,5;0;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;1;0,387)
O(3)	Ba	O(4)	125,2(15)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,1816)	(0;0,5;0)
O(3)	Ba	O(5)	98,5(15)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;0;0)
O(3)	Ba	O(5)	176,5(15)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;1;0)
O(4)	Ba	O(4)	84,20(12)	(0;0,5;0)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0,5;0)
O(4)	Ba	O(5)	56,84(12)	(0;0,5;0)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;0;0)
O(5)	Ba	O(5)	85,00(12)	(0,5;0;0)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;1;0)
O(1)	Cu(1)	O(1)	180(5)	(0;0;0,161)	(0;0;0)	(0;0;-0,161)
O(1)	Cu(1)	O(4)	90(20)	(0;0; 0,161)	(0;0;0)	(0;-0,5;0)
O(1)	Cu(1)	O(5)	90(20)	(0;0; 0,161)	(0;0;0)	(-0,5;0;0)
O(4)	Cu(1)	O(4)	180(12)	(0;-0,5;0)	(0;0;0)	(0;0,5;0)
O(4)	Cu(1)	O(5)	90(5)	(0;-0,5;0)	(0;0;0)	(-0,5;0;0)
O(5)	Cu(1)	O(5)	180(6)	(-0,5;0;0)	(0;0;0)	(0,5;0;0)
O(1)	Cu(2)	O(2)	94(2)	(0;0;0,161)	(0;0;0,3472)	(0;-0,5;0,359)
O(1)	Cu(2)	O(3)	104(3)	(0;0;0,161)	(0;0;0,3472)	(-0,5;0;0,387)
O(2)	Cu(2)	O(2)	171,89(14)	(0;0,5;0,359)	(0;0;0,3472)	(0;0,5;0,359)
O(2)	Cu(2)	O(3)	89,0(5)	(0;0,5;0,359)	(0;0;0,3472)	(-0,5;0;0,387)
O(3)	Cu(2)	O(3)	152,7(5)	(-0,5;0;0,387)	(0;0;0,3472)	(0,5;0;0,387)

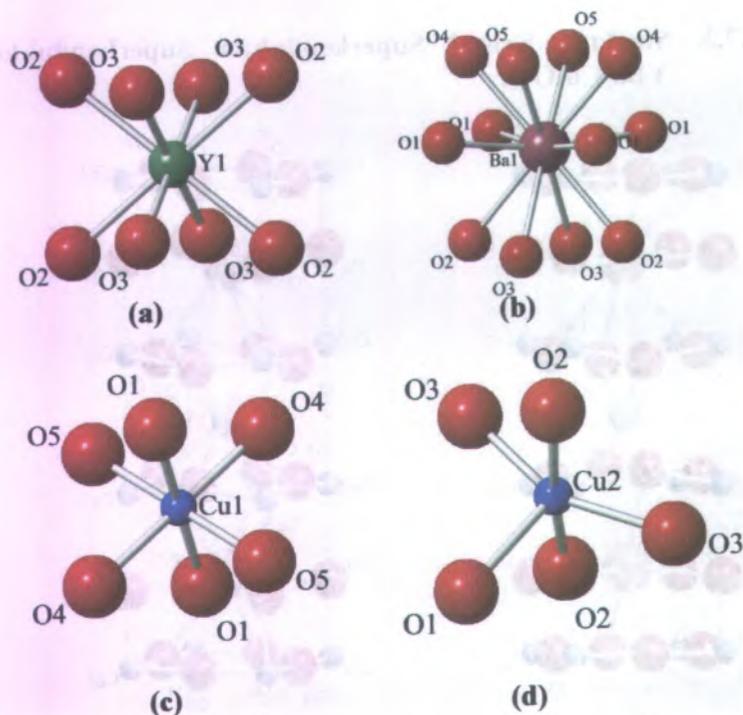
Tabel 4.10 menyatakan data besar sudut ikatan antar atom pada superkonduktor $(Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$. Ikatan antara atom berat bersama oksigen menghasilkan nilai yang beba-beda. Sudut ikatan ini digunakan untuk mengetahui dampak penggantian atom Y dengan Nd.

4.7.3. Struktur Kristal Superkonduktor Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$



Gambar 4.18. a) Struktur Kristal Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ untuk Sinar-X, b) Struktur Kristal Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ untuk neutron.

Gambar 4.18 menggambarkan telah berhasilnya pembentukan struktur kristal superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dengan menggunakan program *crystmaker*. Data ini diperoleh dari keluaran *refinement* yang telah dilakukan dan referensi cif $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ neutron yang digunakan sebagai pembandingan data sinar-X.



Gambar 4.19. Koordinasi atom-atom logam dengan oksigen dalam sel satuan fasa $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$: (a) Nd-O, (b) Ba-O, (c) Cu(1)-O dan Cu(2)-O.

Tabel 4.11 memperlihatkan data panjang ikatan antar atom pada superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Ikatan antar atom berat bersama oksigen menghasilkan jarak ikatan yang berbeda-beda. Gambar 4.19 menyatakan koordinasi atom-atom logam dengan oksigen.

Pada gambar 4.19a tampak bahwa Y memiliki koordinasi *eighfold* (dikelilingi oleh 8 atom oksigen) yakni empat O(2) dan empat O(4). Garis yang menghubungkan Y-O(2) dan Y-O(4) membentuk cermin satu dengan yang lain. Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Y-O(2) $2,45(2)\text{\AA}$ dan Y-O(3)

2,349(20)Å. Harga parameter suhu untuk atom Y dibuat sama dan kecil karena bila dilakukan refinement bernilai negatif maka nilainya 0,01 Å². Ini berarti pada ketiga arah orientasi atom terjadi vibrasi yang sama kuat karena ada rongga yang memadai untuk pergeseran atom.

Pada gambar 4.19b tampak bahwa Ba memiliki koordinasi *twelvefold* (dikelilingi oleh 12 atom oksigen) yakni empat O(1), dua O(2), dua O(3), dua O(4) dan dua O(5). Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Ba-O(1) 2,736(4)Å, Ba-O(2) 2,91(3)Å, Ba-O(3) 3,09(3)Å, Ba-O(4) 2,855(3)Å dan Ba-O5 2,876(3). Harga parameter suhu untuk atom Ba dibuat sama dan kecil karena bila dilakukan refinement bernilai negatif maka nilainya 0,01 Å². Ini berarti pada ketiga arah orientasi atom terjadi vibrasi yang sama kuat karena ada rongga yang memadai untuk pergeseran atom.

Pada gambar 4.19c tampak bahwa Cu(1) memiliki koordinasi *sixfold* (dikelilingi oleh 6 atom oksigen) yakni dua O(1), dua O4 dan dua O5. Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Cu(1)-O(1) 1,88(5)Å, Cu(1)-O(3) 1,94260(10)Å dan Cu(1)-O5 1,91144(8). Harga parameter suhu untuk atom Cu(1) dibuat sama dan kecil karena bila dilakukan refinement bernilai negatif maka nilainya 0,01 Å². Ini berarti pada ketiga arah orientasi atom terjadi vibrasi yang sama kuat karena ada rongga yang memadai untuk pergeseran atom.

Pada gambar 4.19d tampak bahwa Cu(2) memiliki koordinasi *fivefold* (dikelilingi oleh 5 atom oksigen) yakni satu O(1), dua O(2) dan dua O(3). Panjang ikatan antar atomnya pun berbeda untuk Cu(2)-O(1) 2,25(5), Cu(2)-O(2) 1,951(3)Å dan Cu(2)-O(3) 1,951(7)Å. Harga parameter suhu untuk atom Cu(2) dibuat sama dan kecil karena bila dilakukan refinement bernilai negatif maka nilainya 0,01 Å². Ini berarti pada ketiga arah orientasi atom terjadi vibrasi yang sama kuat karena ada rongga yang memadai untuk pergeseran atom.

Pada tabel 4.6 ditampilkan *cif* superkonduktor YBa₂Cu₃O_{7- δ} yang didapat dari *crystallography.net*. terlihat bahwa nilai faktor

hunan dapat direfine ini berarti distribusi oksigen dalam sampel tersebut dapat diketahui. Nilai oksigen dalam sampel tersebut adalah 6,92. Ini berarti nilai $\delta = 0,08$.

Tabel 4.11. Jarak antar dua atom (X-O) pada superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Atom	Ikatan Antar Atom	Jarak (Å)
Y	Y-O(2)	2,45(2)
	Y-O(3)	2,349(20)
Ba	Ba-O(1)	2,736(4)
	Ba-O(2)	2,91(3)
	Ba-O(3)	3,09(3)
	Ba-O(4)	2,855(3)
	Ba-O(5)	2,876(3)
Cu	Cu(1)-O(1)	1,88(5)
	Cu(1)-O(4)	1,94260(10)
	Cu(1)-O(5)	1,91144(8)
	Cu(2)-O(1)	2,25(5)
	Cu(2)-O(2)	1,951(3)
	Cu(2)-O(3)	1,951(7)
O	O(1)-O(2)	3,11(5)
	O(1)-O(5)	2,68(3)
	O(1)-O(4)	2,70(3)
	O(2)-O(3)	2,733(4)
	O(3)-O(3)	2,64(5)
	O(4)-O(5)	2,72530(9)

Tabel 4.12. Sudut antara tiga atom (O-X-O) pada superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Atom 1	Atom 2	Atom 3	Sudut ($^\circ$)	Posisi		
				Atom 1	Atom 2	Atom 3
O(2)	Y	O(2)	102,6(7)	(0;0,5;0,369)	(0,5;0,5;0,5)	(1;0,5;0,369)
O(2)	Y	O(2)	77,4(16)	(0;0,5;0,369)	(0,5;0,5;0,5)	(0;0,5;0,631)
O(2)	Y	O(2)	180(16)	(0;0,5;0,369)	(0,5;0,5;0,5)	(1;0,5;0,631)
O(2)	Y	O(3)	69,4(10)	(0;0,5;0,369)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;0;0,387)
O(2)	Y	O(3)	110,6(16)	(0;0,5;0,369)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;0;0,631)
O(3)	Y	O(3)	111,6(7)	(0;0,5;0,387)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;0;0,631)
O(3)	Y	O(3)	180(15)	(0;0,5;0,387)	(0,5;0,5;0,5)	(0,5;1;0,631)
O(1)	Ba	O(1)	90,48(12)	(0;0;0,161)	(0,5;0,5;0,1816)	(0;1;0,161)
O(1)	Ba	O(1)	88, 64(12)	(0;0;0,161)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0;0,161)
O(1)	Ba	O(1)	169,91(12)	(0;0;0,161)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;1;0,161)
O(1)	Ba	O(2)	66,8(12)	(0;0;0,161)	(0,5;0,5;0,1816)	(0;0,5;0,369)
O(1)	Ba	O(2)	121,7(12)	(0;0;0,161)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0,5;0,369)
O(1)	Ba	O(3)	67,8(12)	(0;0;0,161)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;0;0,387)
O(1)	Ba	O(3)	121,0(12)	(0;0;0,161)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;1;0,387)
O(1)	Ba	O(4)	57,8(7)	(0;0;0,161)	(0,5;0,5;0,1816)	(0;0,5;0)
O(1)	Ba	O(4)	113,7(7)	(0;0;0,161)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0,5;0)
O(1)	Ba	O(5)	114,5(7)	(0;0;0,161)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;1;0)
O(2)	Ba	O(2)	82,3(7)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0;0,161)
O(2)	Ba	O(3)	54,2(7)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0,5;0,369)
O(2)	Ba	O(4)	96,9(12)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(0;0,5;0)
O(2)	Ba	O(5)	123,7(12)	(0;0,5;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;0;0)
O(3)	Ba	O(3)	78 (7)	(0,5;0;0,336)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;1;0,387)
O(3)	Ba	O(4)	125,3(12)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,1816)	(0;0,5;0)
O(3)	Ba	O(5)	98,5(11)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;0;0)
O(3)	Ba	O(5)	176,5(11)	(0,5;0;0,386)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;1;0)

O(4)	Ba	O(4)	84,04(10)	(0;0,5;0)	(0,5;0,5;0,1816)	(1;0,5;0)
O(4)	Ba	O(5)	56,78(10)	(0;0,5;0)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;0;0)
O(5)	Ba	O(5)	84,97(10)	(0,5;0;0)	(0,5;0,5;0,1816)	(0,5;1;0)
O(1)	Cu(1)	O(1)	180(5)	(0;0;0,161)	(0;0;0)	(0;0;-0,161)
O(1)	Cu(1)	O(4)	90(20)	(0;0; 0,161)	(0;0;0)	(0;-0,5;0)
O(1)	Cu(1)	O(5)	90(20)	(0;0; 0,161)	(0;0;0)	(-0,5;0;0)
O(4)	Cu(1)	O(4)	180(12)	(0;-0,5;0)	(0;0;0)	(0;0,5;0)
O(4)	Cu(1)	O(5)	90(5)	(0;-0,5;0)	(0;0;0)	(-0,5;0;0)
O(5)	Cu(1)	O(5)	180(6)	(-0,5;0;0)	(0;0;0)	(0,5;0;0)
O(1)	Cu(2)	O(2)	94(2)	(0;0;0,161)	(0;0;0,3472)	(0;-0,5;0,359)
O(1)	Cu(2)	O(3)	104(3)	(0;0;0,161)	(0;0;0,3472)	(-0,5;0;0,387)
O(2)	Cu(2)	O(2)	171,89(14)	(0;0,5;0,359)	(0;0;0,3472)	(0;0,5;0,359)
O(2)	Cu(2)	O(3)	89,0(5)	(0;0,5;0,359)	(0;0;0,3472)	(-0,5;0;0,387)
O(3)	Cu(2)	O(3)	152,7(5)	(-0,5;0;0,387)	(0;0;0,3472)	(0,5;0;0,387)

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh kesimpulan bahwa superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ memiliki struktur ortorombik, grup ruang *Pmmm* No. 47. Fraksi volume yang dihasilkan untuk superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ adalah 98,53%, untuk superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ adalah 97,42% dan superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ adalah 99,89%. Terjadi pengisian tempat yang tidak penuh pada atom oksigen O2, O3, O4, dan O5. Penggantian Yttrium(Y) dengan Neodymium (Nd) dan Gadolinium (Gd) mengakibatkan panjang ikatan antar atom logam dengan oksigen menjadi lebih memanjang. Sedangkan untuk sudut ikatannya semakin mengecil. Jumlah oksigen dapat diketahui dengan pengukuran menggunakan neutron untuk sampel superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ nilai $\delta = 0,133$ berarti jumlah oksigen sebesar 6,867 maka dapat ditulis $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,867}$.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui pola difraksi neutron superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ serta mencari berapa nilai oksigen yang terkandung didalam sampel tersebut serta solusi terkait parameter termal yang bila *refinement* menghasilkan nilai yang negatif. Perlu dilakukan uji efek Meissner, pengukuran nilai resistifitas, penentuan temperatur kritisnya(T_c) dan magnetization.

DAFTAR PUSTAKA

- Callister, Jr, William D. (2007) *Materials Science and Engineering An Introduction Seven Edition*, John Wiley and Sons, Inc, United States of America.
- Cullity, B.D and Stock, S.R., (2001), *Elements of X-ray Diffraction*, Prentice Hall, New Jersey.
- Cyrot, Michel and Davor Pavuna, (1992) *Introduction To Superconductivity and High-Tc Material*, World Scientific Publishing, Tottridge, London.
- Darminto, (2009). *Handout Kuliah Fisika Zat Padat*, Surabaya.
- Fajar, Andika., H. Mugirahardjo, Bharoto, E. Santoso, dan Gunawan (2008) *Pengembangan Difraktometer Neutron Serbuk Resolusi Tinggi untuk Penelitian Struktur Bahan*, Pustek Bahan Industri Nuklir-BATAN
- Hespariyanti, Melvi., (2004), *Aplikasi Metode Rietveld dalam Penentuan Struktur Kristal Material Alumina dan Baja*. Skripsi, UNILA, Lampung.
- Krabbes, Gernot, Gunter Fuchs, Wolf-Rudiger Canders, Haro May, and Ryszard Palka (2006), *High Temperature Superconductor Bulk Materials*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- Lehndorff, B.R, (2001) *High-Tc Superconductors for Magnet and Energy Technology*, Springer Verlag, Berlin.
- M.N. Hasan, T. Kurokawa, M.Kiuchi, E.S. Otabe, T. Matsushita, N. Chikumoto, T. Machi, M. Muralidhar, M. Murakami, (2005), *Flux Pinning Property in a Single Crystal*

NdBa₂Cu₃O_y Superconductor, *Physica C Elsevier*, 426-431, 295-299.

Mourachkine, Andrei.(2004) *Room-Temperature Superconductivity*, Cambridge International Science Publishing, Chippenham, England.

Omar M. A., (1975), *Elementary Solid State Physics Principles and Application*, Addison Wesley Publishing Company, Filipina.

Poole, Jr., Charles P, Horacio A. Farach and Richard J. Creswick.(2007) *Superconductivity Second Edition*, Elsevier, Netherlands.

Pratapa, Suminar. (2009), *Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld*, Laboratorium Difraksi Sinar-X Fisika FMIPA ITS, Surabaya.

Rodriguez, Juan and Carvajal. (2001) *Introduction to The Program FullProf 2000 (version July 2001)*, Laboratoire Leon Brillouin (CEA-CNRS), France.

Sukirman, Engkir. (1991) *Pengaruh Distribusi Kekosongan Oksigen pada Superkonduktivitas YBa₂Cu₃O_{7-x}*, Fakultas Pascasarjana Universitas Indonesia, Jakarta.

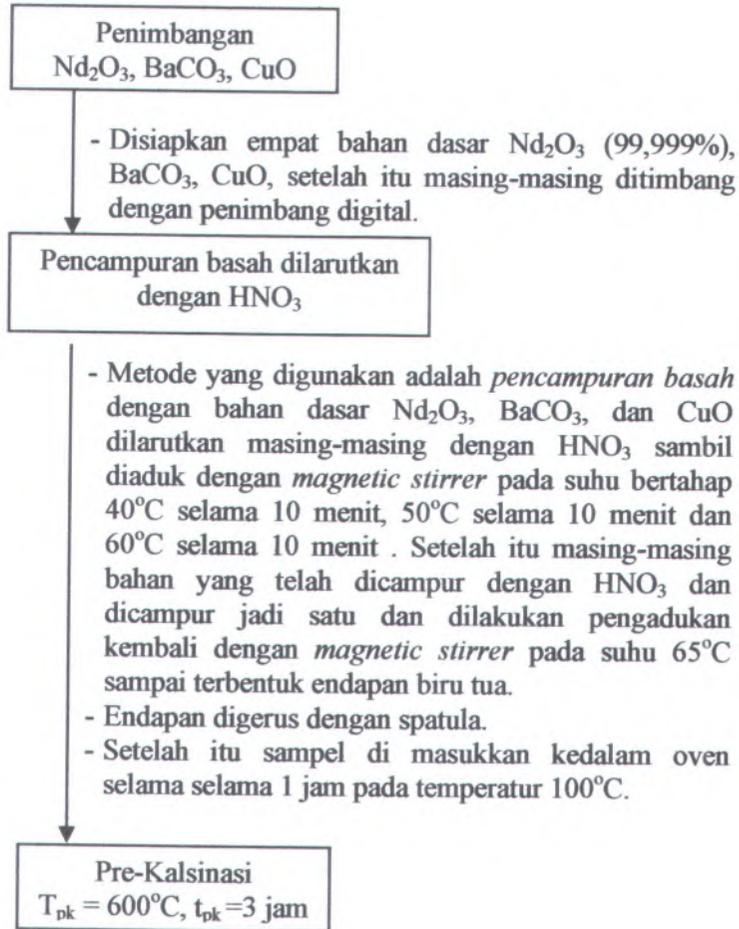
Sukirman, Engkir., W.Ari Adi., D. Sahidin Winatapura., Supandi Suminta., dan Refai Muslih, (2005) Studi Difraksi Neutron pada Fasa Hijau Y₂BaCuO₅, *Jurnal Sains Material Indonesia*, Vol. 6. No.2 hal:11-17.

Yustinus, Purwamargapratala (2009) Sintesis Superkonduktor YBa₂Cu₃O_{7-x} Secara Kopresipitasi untuk Aplikasi Industri Nuklir, *Urania*, Vol. 15 No. 4 : hal.171 – 232.

LAMPIRAN A

Skema Kerja

1. Pembuatan Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$



- Dilanjutkan dengan pemindahan sampel pada cawan keramik, dengan tujuan akan dilakukan pemanasan (*furnace*) pada temperatur 400°C selama 1 jam, 500°C selama 1 jam dan 600°C selama 1 jam dinaikan secara bertahap.
- Hasil pre-kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal

Kalsinasi
 $T_k = 920^\circ\text{C}$, $t_k = 10$ jam

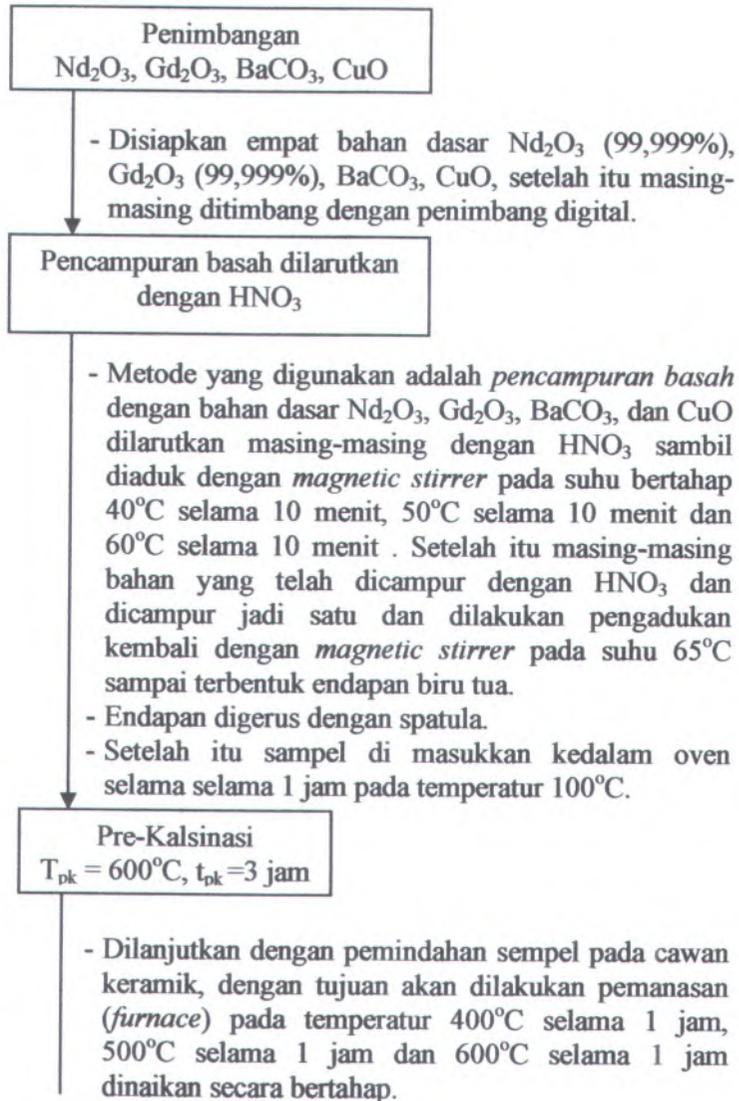
- Kalsinasi : Proses kalsinasi dilakukan pada suhu 920°C selama 10 jam dengan pendinginan dilakukan dalam tungku pemanas.
- Hasil kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal.

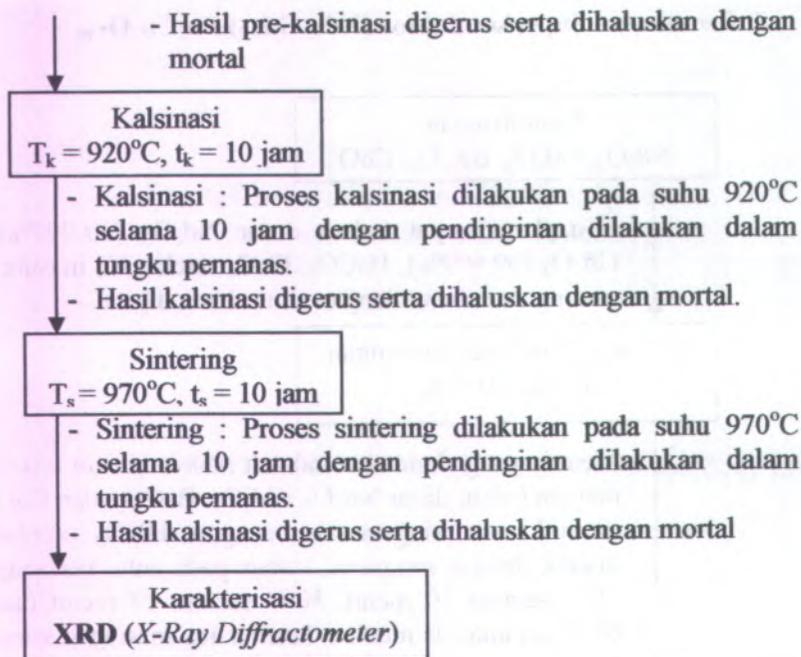
Sintering
 $T_s = 970^\circ\text{C}$, $t_s = 10$ jam

- Sintering : Proses sintering dilakukan pada suhu 970°C selama 10 jam dengan pendinginan dilakukan dalam tungku pemanas.
- Hasil kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal

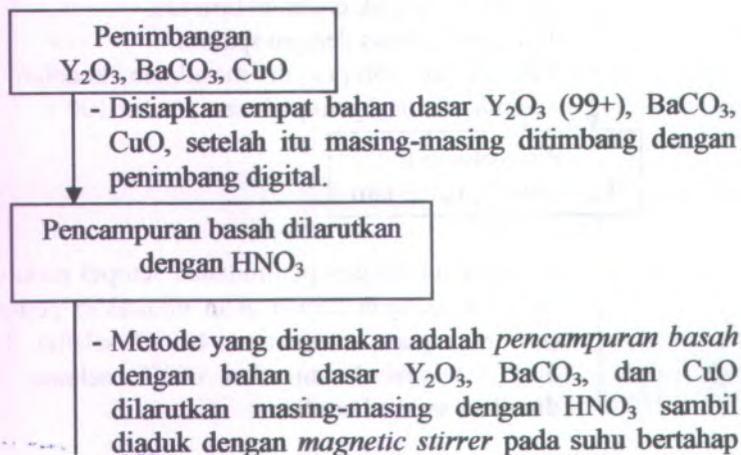
Karakterisasi
XRD (*X-Ray Diffractometer*) dan **HRPD** (*High Resolution Powder Diffractometer*)

2. Pembuatan Superkonduktor ($\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$).





3. Pembuatan Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.



40°C selama 10 menit, 50°C selama 10 menit dan 60°C selama 10 menit . Setelah itu masing-masing bahan yang telah dicampur dengan HNO₃ dan dicampur jadi satu dan dilakukan pengadukan kembali dengan *magnetic stirrer* pada suhu 65°C sampai terbentuk endapan biru tua.

- Endapan digerus dengan spatula.
- Setelah itu sampel di masukkan kedalam oven selama selama 1 jam pada temperatur 100°C.

Pre-Kalsinasi

$T_{pk} = 600^{\circ}\text{C}$, $t_{pk} = 3 \text{ jam}$

- Dilanjutkan dengan pemindahan sampel pada cawan keramik, dengan tujuan akan dilakukan pemanasan (*furnace*) pada temperatur 400°C selama 1 jam, 500°C selama 1 jam dan 600°C selama 1 jam dinaikan secara bertahap.
- Hasil pre-kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal

Kalsinasi

$T_k = 900^{\circ}\text{C}$, $t_k = 10 \text{ jam}$

- Kalsinasi : Proses kalsinasi dilakukan pada suhu 900°C selama 10 jam dengan pendinginan dilakukan dalam tungku pemanas.
- Hasil kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal.

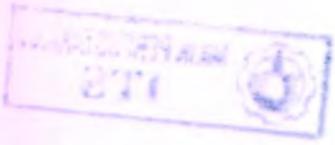
Sintering

$T_s = 950^{\circ}\text{C}$, $t_s = 10 \text{ jam}$

- Sintering : Proses sintering dilakukan pada suhu 950°C selama 10 jam dengan pendinginan dilakukan dalam tungku pemanas.
- Hasil kalsinasi digerus serta dihaluskan dengan mortal



**Karakterisasi
XRD (X-Ray Diffractometer)**



LAMPIRAN B

Penentuan Komposisi Massa Sampel dan Jumlah HNO₃

Diketahui atom relatif (Ar) :

$$\text{Gd} = 157,25 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Nd} = 144,24 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Y} = 88,90585 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Ba} = 137,34 \text{ gram/mol}$$

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

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

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

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

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

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

Dengan massa atom relatif (Mr) :

$$\text{BaCO}_3 = 197,34920 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Gd}_2\text{O}_3 = 362,49820 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Nd}_2\text{O}_3 = 336,47820 \text{ gram/mol}$$

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

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

1. Superkonduktor NdBa₂Cu₃O_{7-δ}

Perhitungan Massa :

$$\text{Nd}_2\text{O}_3 = \frac{1}{2} \times 336,4782 = 168,23910 \text{ gram/mol}$$

$$\text{BaCO}_3 = \frac{2}{1} \times 197,3492 = 394,6984 \text{ gram/mol}$$

$$\text{CuO} = \frac{3}{1} \times 79,5454 = \frac{238,6362 \text{ gram/mol} +}{801,5737 \text{ gram/mol}}$$

Pembuatan 10 gram Superkonduktor $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

$$\text{Nd}_2\text{O}_3 = \frac{10 \text{ gram}}{801,5737} \times 168,2391 = 2,09886 \text{ gram}$$

$$\text{BaCO}_3 = \frac{10 \text{ gram}}{801,5737} \times 394,6984 = 4,92404 \text{ gram}$$

$$\text{CuO} = \frac{10 \text{ gram}}{801,5737} \times 238,6362 = \frac{2,97710 \text{ gram}}{10,00000 \text{ gram}}$$

Perhitungan Volume HNO_3 :



$$\text{Mol Nd}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{2,09886}{336,4782} = 0,00624 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol HNO}_3 &= \frac{\text{Koefisien HNO}_3}{\text{Koefisien Nd}_2\text{O}_3} \times \text{mol Nd}_2\text{O}_3 \\ &= \frac{6}{1} \times 0,00624 \text{ mol} \\ &= 0,03743 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa HNO}_3 &= \text{mol HNO}_3 \times \text{Mr} \\ &= 0,03743 \text{ mol} \times 63,01288 \text{ gram/mol} \\ &= 2,35834 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume HNO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\rho} = \frac{2,35834 \text{ gram}}{1,42 \text{ gram/mL}} = 1,66081 \text{ mL}$$



$$\text{Mol BaCO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{4,92404}{197,3492} = 0,02495 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol HNO}_3 &= \frac{\text{Koefisien HNO}_3}{\text{Koefisien BaCO}_3} \times \text{mol BaCO}_3 \\ &= \frac{2}{1} \times 0,02495 \text{ mol} \\ &= 0,04990 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa HNO}_3 &= \text{mol HNO}_3 \times \text{Mr} \\ &= 0,04990 \text{ mol} \times 63,01288 \text{ gram/mol} \\ &= 3,14446 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume HNO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\rho} = \frac{3,14446 \text{ gram}}{1,42 \text{ gram/mL}} = 2,21441 \text{ mL}$$



$$\text{Mol CuO} = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{2,97710}{79,5454} = 0,03743 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol HNO}_3 &= \frac{\text{Koefisien HNO}_3}{\text{Koefisien CuO}} \times \text{mol CuO} \\ &= \frac{2}{1} \times 0,03743 \text{ mol} \\ &= 0,07485 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa HNO}_3 &= \text{mol HNO}_3 \times \text{Mr} \\ &= 0,07485 \text{ mol} \times 63,01288 \text{ gram/mol} \\ &= 4,71669 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume HNO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\rho} = \frac{4,71669 \text{ gram}}{1,42 \text{ gram/mL}} = 3,32161 \text{ mL}$$

2. Superkonduktor (Nd_{0,5}Gd_{0,5})Ba₂Cu₃O_{7-δ}.

Perhitungan Massa :

$$\text{Nd}_2\text{O}_3 = \frac{0,5}{2} \times 336,4782 = 84,11955 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Gd}_2\text{O}_3 = \frac{0,5}{2} \times 362,4982 = 90,62455 \text{ gram/mol}$$

$$\text{BaCO}_3 = \frac{2}{1} \times 197,3492 = 394,6984 \text{ gram/mol}$$

$$\text{CuO} = \frac{3}{1} \times 79,5454 = \frac{238,6362 \text{ gram/mol} + 808,0787 \text{ gram/mol}}$$

Pembuatan 10 gram Superkonduktor $(\text{Nd}_{0,5}\text{Gd}_{0,5})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7,5}$.

$$\text{Nd}_2\text{O}_3 = \frac{10 \text{ gram}}{808,0787} \times 84,11955 = 1,04098 \text{ gram}$$

$$\text{Gd}_2\text{O}_3 = \frac{10 \text{ gram}}{808,0787} \times 90,62455 = 1,12148 \text{ gram}$$

$$\text{BaCO}_3 = \frac{10 \text{ gram}}{808,0787} \times 394,6984 = 4,88441 \text{ gram}$$

$$\text{CuO} = \frac{10 \text{ gram}}{808,0787} \times 238,6362 = \frac{2,95313 \text{ gram} + 10,00000 \text{ gram}}$$

Perhitungan Volume HNO_3 :



$$\text{Mol Nd}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{1,04098}{336,4782} = 0,00309 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol HNO}_3 &= \frac{\text{Koefisien HNO}_3}{\text{Koefisien Nd}_2\text{O}_3} \times \text{mol Nd}_2\text{O}_3 \\ &= \frac{6}{1} \times 0,00624 \text{ mol} \\ &= 0,01856 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa HNO}_3 &= \text{mol HNO}_3 \times \text{Mr} \\ &= 0,01856 \text{ mol} \times 63,01288 \text{ gram/mol} \\ &= 1,16968 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume HNO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\rho} = \frac{1,16968 \text{ gram}}{1,42 \text{ gram/mL}} = 0,82372 \text{ mL}$$

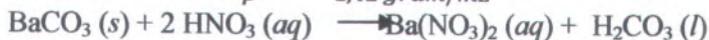


$$\text{Mol Nd}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{1,12148}{362,4982} = 0,00309 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol HNO}_3 &= \frac{\text{Koefisien HNO}_3}{\text{Koefisien Nd}_2\text{O}_3} \times \text{mol Gd}_2\text{O}_3 \\ &= \frac{6}{1} \times 0,00624 \text{ mol} \\ &= 0,01856 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa HNO}_3 &= \text{mol HNO}_3 \times \text{Mr} \\ &= 0,01856 \text{ mol} \times 63,01288 \text{ gram/mol} \\ &= 1,16968 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume HNO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\rho} = \frac{1,16968 \text{ gram}}{1,42 \text{ gram/mL}} = 0,82372 \text{ mL}$$



$$\text{Mol BaCO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{4,88441}{197,3492} = 0,02475 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol HNO}_3 &= \frac{\text{Koefisien HNO}_3}{\text{Koefisien BaCO}_3} \times \text{mol BaCO}_3 \\ &= \frac{2}{1} \times 0,02475 \text{ mol} \\ &= 0,04950 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\text{Massa HNO}_3 = \text{mol HNO}_3 \times \text{Mr}$$

$$= 0,04950 \text{ mol} \times 63,01288 \text{ gram/mol}$$

$$= 3,11915 \text{ gram}$$

$$\text{Volume HNO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\rho} = \frac{3,11915 \text{ gram}}{1,42 \text{ gram/mL}} = 2,19658 \text{ mL}$$



$$\text{Mol CuO} = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{2,95313}{79,5454} = 0,03713 \text{ mol}$$

$$\text{Mol HNO}_3 = \frac{\text{Koefisien HNO}_3}{\text{Koefisien CuO}} \times \text{mol CuO}$$

$$= \frac{2}{1} \times 0,03713 \text{ mol}$$

$$= 0,07425 \text{ mol}$$

$$\text{Massa HNO}_3 = \text{mol HNO}_3 \times \text{Mr}$$

$$= 0,07425 \text{ mol} \times 63,01288 \text{ gram/mol}$$

$$= 4,67872 \text{ gram}$$

$$\text{Volume HNO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\rho} = \frac{4,67872 \text{ gram}}{1,42 \text{ gram/mL}} = 3,29487 \text{ mL}$$

3. Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Perhitungan Massa :

$$\text{Y}_2\text{O}_3 = \frac{1}{2} \times 225,809 = 112,90495 \text{ gram/mol}$$

$$\text{BaCO}_3 = \frac{2}{1} \times 197,3492 = 394,69840 \text{ gram/mol}$$

$$\text{CuO} = \frac{3}{1} \times 79,5454 = \frac{238,6362 \text{ gram/mol} + 746,23955 \text{ gram/mol}}$$

Pembuatan 3 gram Superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

$$\text{Y}_2\text{O}_3 = \frac{3 \text{ gram}}{746,23955} \times 112,90495 = 0,4539 \text{ gram}$$

$$\text{BaCO}_3 = \frac{3 \text{ gram}}{746,23955} \times 394,6984 = 1,58675 \text{ gram}$$

$$\text{CuO} = \frac{3 \text{ gram}}{746,23955} \times 238,6362 = \frac{0,95935 \text{ gram}}{3,00000 \text{ gram}}$$

Perhitungan Volume HNO_3 :



$$\text{Mol } \text{Y}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{0,4539}{225,809} = 0,00201 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol } \text{HNO}_3 &= \frac{\text{Koefisien } \text{HNO}_3}{\text{Koefisien } \text{Y}_2\text{O}_3} \times \text{mol } \text{Y}_2\text{O}_3 \\ &= \frac{6}{1} \times 0,00201 \text{ mol} \\ &= 0,01206 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } \text{HNO}_3 &= \text{mol } \text{HNO}_3 \times \text{Mr} \\ &= 0,01206 \text{ mol} \times 63,01288 \text{ gram/mol} \\ &= 0,75996 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume } \text{HNO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\rho} = \frac{0,75996 \text{ gram}}{1,42 \text{ gram/mL}} = 0,53519 \text{ mL}$$



$$\text{Mol } \text{BaCO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{1,58675}{197,3492} = 0,00804 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol HNO}_3 &= \frac{\text{Koefisien HNO}_3}{\text{Koefisien BaCO}_3} \times \text{mol BaCO}_3 \\ &= \frac{2}{1} \times 0,00804 \text{ mol} \\ &= 0,01608 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa HNO}_3 &= \text{mol HNO}_3 \times \text{Mr} \\ &= 0,01608 \text{ mol} \times 63,01288 \text{ gram/mol} \\ &= 1,01329 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\text{Volume HNO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\rho} = \frac{1,01329 \text{ gram}}{1,42 \text{ gram/mL}} = 0,71358 \text{ mL}$$



$$\text{Mol CuO} = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} = \frac{0,95935}{79,5454} = 0,01206 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol HNO}_3 &= \frac{\text{Koefisien HNO}_3}{\text{Koefisien CuO}} \times \text{mol CuO} \\ &= \frac{2}{1} \times 0,01206 \text{ mol} \\ &= 0,02412 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa HNO}_3 &= \text{mol HNO}_3 \times \text{Mr} \\ &= 0,02412 \text{ mol} \times 63,01288 \text{ gram/mol} \\ &= 1,51993 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\text{Volume HNO}_3 = \frac{\text{Massa}}{\rho} = \frac{1,51993 \text{ gram}}{1,42 \text{ gram/mL}} = 1,07037 \text{ mL}$$

LAMPIRAN C

Inorganic Crystal Structure Database (ICSD)

COL ICSD Collection Code 63428
 DATE Recorded Jan 20, 1992; updated Jan 24, 1992
 NAME Neodymium barium copper oxide (1/2/3/6.9)
 FORM Nd Ba2 Cu3 O6.85
 = Ba2 Cu3 Nd O6.85
 TITL Structure-Property Relationships for RBa2Cu3Ox
 Phases
 REF American Chemical Society: Symposium Series
 ACSMC 351 (1987) 152-163
 AUT Torardi C C, McCarron E M, Subramanian M A,
 Horowitz H S,
 Michel J B, Sleight A W, Cox D E
 CELL a=3.869(0) b=3.915(0) c=11.748(1) $\alpha=90.0$ $\beta=90.0$
 $\gamma=90.0$
 V=450.6 Z=1
 SGR P m m m (47) - orthorhombic
 CLAS mmm (Hermann-Mauguin) - D2h (Schoenflies)
 PRS oP13
 ANX AB2C3X7
 PARM Atom No OxStat Wyck -----X-----Y-----Z-----
 ---Z----- -SOF-
 Ba 1 2.000 2t 1/2 1/2
 0.1846(5)
 Nd 1 3.000 1h 1/2 1/2
 1/2
 Cu 1 2.230 1a 0. 0.
 0.
 Cu 2 2.230 2q 0. 0.
 0.3505(4)
 O 1 -2.000 2q 0. 0.
 0.1559(6)
 O 2 -2.000 2r 0. 1/2
 0.3721(7)
 O 3 -2.000 2s 1/2 0.
 0.3715(6)
 O 4 -2.000 1e 0. 1/2
 0.
 0.71(4)

```

O      5 -2.000   1b  1/2      0.30(1/2)
0.
  0.14(2)
WYCK t s r q2 h e b a
ITF Ba  1   B=0.9(2)
ITF Nd  1   B=0.1(1)
ITF Cu  1   B=1.1(2)
ITF Cu  2   B=0.3(1)
ITF O   1   B=1.1(2)
ITF O   2   B=0.8(2)
ITF O   3   B=0.5(1)
ITF O   4   B=1.9(7)
ITF O   5   B=1.50(7)
REM NDP (neutron diffraction from a powder)
REM RVP
RVAL 0.037
TEST At least one temperature factor is implausible
or meaningless

```

Crystallography Open Database (COD)

```

#-----
#$Date: 2008-01-26 13:05:32 +0000 (Sat, 26 Jan
2008) $
#$Revision: 19 $
#$URL: svn://cod.ibt.lt/cod/cif/1/1001435.cif $
#-----

```

```

#
# This file is available in the Crystallography
Open Database (COD),
# http://www.crystallography.net/
#
# All data on this site have been placed in the
public domain by the
# contributors.
#

```

```

data_1001435
  chemical_name systematic      'Yttrium
barium copper oxide (1/2/3/6.9) '

```

```

_chemical_formula_structural      'Y Ba2 Cu3
06.92'
_chemical_formula_sum            'Ba2 Cu3
06.92 Y'
_publ_section_title
;
Structure-Property Relationships for
RBa~2~Cu~3~O~x~ Phases
;
loop_
  _publ_author_name
    'Torardi, C C'
    'McCarron, E M'
    'Subramanian, M A'
    'Horowitz, H S'
    'Michel, J B'
    'Sleight, A W'
    'Cox, D E'
  _journal_name_full              'American
Chemical Society: Symposium Series'
  _journal_codens ASTM           ACSMC8
  _journal_volume                 351
  _journal_year                   1987
  _journal_page_first            152
  _journal_page_last             163
  _cell_length_a                  3.8179(1)
  _cell_length_b                  3.8801(2)
  _cell_length_c                  11.6655(6)
  _cell_angle_alpha               90
  _cell_angle_beta                90
  _cell_angle_gamma               90
  _cell_volume                    172.8
  _cell_formula_units_Z           1
  _symmetry_space_group_name_H-M  'P m m m'
  _symmetry_Int_Tables_number     47
  _symmetry_cell_setting          orthorhombic
loop_
  _symmetry_equiv_pos_as_xyz
    'x, y, z'
    '-x, -y, z'

```

```

'x,-y,-z'
'-x,y,-z'
'-x,-y,-z'
'x,y,-z'
'-x,y,z'
'x,-y,z'
loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_oxidation_number
Ba2+ 2.000
Y3+ 3.000
Cu2+ 2.280
O2- -2.000
loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_Wyckoff_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_occupancy
_atom_site_attached_hydrogens
_atom_site_calc_flag
Ba1 Ba2+ 2 t 0.5 0.5 0.1847(4) 1. 0 d
Y1 Y3+ 1 h 0.5 0.5 0.5 1. 0 d
Cu1 Cu2+ 1 a 0. 0. 0. 1. 0 d
Cu2 Cu2+ 2 q 0. 0. 0.3556(3) 1. 0 d
O1 O2- 2 q 0. 0. 0.1586(4) 1. 0 d
O2 O2- 2 r 0. 0.5 0.3784(5) 1. 0 d
O3 O2- 2 s 0.5 0. 0.3782(4) 1. 0 d
O4 O2- 1 e 0. 0.5 0. 0.87(3) 0 d
O5 O2- 1 b 0.5 0. 0. 0.05(1) 0 d
_refine_ls_R_factor_all 0.022

```

LAMPIRAN D**Informasi untuk Grup Ruang No. 47**

- => Number of Space group: 47
=> Hermann-Mauguin Symbol: P M M M
=> Hall Symbol: -P 2 2
=> Table Setting Choice:
=> Setting Type: Generated from Hall symbol
=> Crystal System: Orthorhombic
=> Laue Class: mmm
=> Point Group: mmm
=> Bravais Lattice: P
=> Lattice Symbol: oP
=> Reduced Number of S.O.: 4
=> General multiplicity: 8
=> Centrosymmetry: Centric (-1 at origin)
=> Generators (exc. -1&L): 2
=> Asymmetric unit: 0.000 <= x <= 0.500
 0.000 <= y <= 0.500
 0.000 <= z <= 0.500
=> Centring vectors: 0
- => List of all Symmetry Operators and Symmetry Symbols
- | | |
|-----------------------|------------------|
| => SYMM(1): x,y,z | Symbol: 1 |
| => SYMM(2): -x,-y,z | Symbol: 2 0,0,z |
| => SYMM(3): x,-y,-z | Symbol: 2 x,0,0 |
| => SYMM(4): -x,y,-z | Symbol: 2 0,y,0 |
| => SYMM(5): -x,-y,-z | Symbol: -1 0,0,0 |
| => SYMM(6): x,y,-z | Symbol: m x,y,0 |
| => SYMM(7): -x,y,z | Symbol: m 0,y,z |
| => SYMM(8): x,-y,z | Symbol: m x,0,z |
- => Special Wyckoff Positions for P M M M

Multiplicity	Site	Representative Coordinates (centring translations excluded)		
4	z	x,y,1/2	-x,-y,1/2	x,-y,1/2
		-x,y,1/2		
4	y	x,y,0	-x,-y,0	x,-y,0
		-x,y,0		
4	x	x,1/2,z	-x,1/2,z	x,1/2,-z
		-x,y,0		
4	x	x,1/2,z	-x,1/2,z	x,1/2,-z
		-x,1/2,-z		
4	w	x,0,z	-x,0,z	x,0,-z
		-x,0,-z		
4	v	1/2,y,z	1/2,-y,z	1/2,-y,-z
		1/2,y,-z		
4	u	0,y,z	0,-y,z	0,-y,-z
		0,y,-z		
2	t	1/2,1/2,z	1/2,1/2,-z	
2	s	1/2,0,z	1/2,0,-z	
2	r	0,1/2,z	0,1/2,-z	
2	q	0,0,z	0,0,-z	
2	p	1/2,y,1/2	1/2,-y,1/2	
2	o	1/2,y,0	1/2,-y,0	
2	n	0,y,1/2	0,-	
2	k	x,1/2,0	-x,1/2,0	
2	j	x,0,1/2	-x,0,1/2	
2	i	x,0,0	-x,0,0	
1	h	1/2,1/2,1/2		
1	g	0,1/2,1/2		
1	f	1/2,1/2,0		
1	e	0,1/2,0		
1	d	1/2,0,1/2		
1	c	0,0,1/2		
1	b	1/2,0,0		
1	a	0,0,0		

BIOGRAFI PENULIS



Penulis dilahirkan di Denpasar pada tanggal 8 Juni 1988, sebagai anak kedua dari dua bersaudara. Penulis dilahirkan dari kedua orang tua yang bernama I Wayang Klungkung dan Ni Nengah Warni. Penulis adalah alumnus dari TK Udayana Tuban, SD Negeri 4 Tuban, SLTP Negeri 1 Kuta dan SMA Negeri 5 Denpasar. 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 2006. Selama menempuh pendidikan tinggi di ITS, penulis pernah aktif dan berpartisipasi dalam organisasi HIMASIKA-ITS dan LM-ITS. Penulis juga aktif mengikuti beberapa pelatihan, seminar dan *study tour* diantaranya pernah mengikuti seminar nasional Teknik Fisika dan seminar Fisika dan Aplikasinya 2009, *Study Tour* pada Indofood Tbk. Menjadi ketua pelaksana dibeberapa kegiatan seperti PKTI Fisika 2007. Penulis sempat berprestasi dalam ajang karya tulis ilmiah yang diantaranya juara 2 KKTm bidang IPS mahasiswa baru, juara 2 KKTm bidang IPS Fakultas FMIPA, juara 1 LKTm bidang pendidikan Fakultas FMIPA. Penulis sempat menempuh Kerja Praktek di BATAN. Penulis pernah menjadi koordinator asisten praktikum Fisika Dasar. Penulis menamatkan studi di Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya dengan mengambil Tugas Akhir pada bidang Fisika Bahan.