

---

**ANALISIS FRAKSI RASIO MOLAR BAHAN PENYUSUN PADUAN OKSIDA  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$** 

Yonathan A.

**ABSTRAK**

Pada penelitian ini telah dikembangkan bahan paduan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$  (NBCO) yang di sintesis dengan metode reaksi padatan (solid state reaction) pada variasi  $x = 0,3$ ; sampai  $-0,3$ . Di mana campuran bahan padatan dalam bentuk serbuk (powder) ditempatkan pada mortar dan dilakukan penggerusan sedemikian sehingga diperoleh campuran bahan yang homogen. Kemudian di kalsinasi dan sintering pada suhu kamar  $30\text{ }^\circ\text{C}$  sampai  $950\text{ }^\circ\text{C}$ . Dengan mengetahui variasi fraksi rasio molar bahan penyusun paduan oksida tersebut sehingga homogenitas campuran bahan, stoikiometri paduan yang terbentuk berdasarkan hasil karakterisasi SEM (scanning electron microscopy) dan EDAX (energy dispersive x-ray) dapat diketahui tingkat kualitas suatu material.

Kata Kunci : NBCO, Solid state reaction, Kalsinasi, Sintering, SEM-EDAX.

**I. PENDAHULUAN**

Sejak ditemukan paduan oksida RBCO di bawah temperature kritis ( $T_c$ ) paduan tersebut bersifat superkonduktor oleh Bednorz dan Muller (E. H. Sujiono, 2001 dan 2002).

Penelitian dalam bidang ini mengalami peningkatan  $T_c$  lebih lanjut yang mendukung aplikasi dalam bidang teknologi yang luas (Roussy dkk, 2005). Fenomena baru ini menimbulkan tantangan bagi pengembangan gagasan dan rumusan baru juga peningkatan proses sintesis bahan untuk menghasilkan sampel bermutu.

$Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$  (NBCO) mempunyai suhu  $T_c$  tinggi, ketika mensubstitusi Nd dan Ba dengan konsentrasi pembawa yang rendah dan pengurangan temperature kritis ( $T_c$ ) dan rapat arus ( $J_c$ ) bergantung pada stoikiometri oksigen yang ditunjukkan pada struktur Kristal Orthohombik-Tetragonal pada fase transisi Kristal NBCO (Ismunandar, 2006)

**II. METODE PENELITIAN**

Sintesis bahan superkonduktor dalam penelitian ini menggunakan metode reaksi padatan (*solid state reaction*). Metode Reaksi

kimia padatan adalah cara yang dilakukan dengan mereaksikan padatan dengan padatan tertentu pada suhu tinggi. Metode ini merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk sintesis bahan anorganik dengan mengikuti rute yang hampir sama, yakni melibatkan pemanasan berbagai komponen pada temperatur tinggi selama periode yang relatif lama. Reaksi ini melibatkan pemanasan campuran dua atau lebih padatan untuk membentuk produk yang juga berupa padatan. Bahan anorganik yang penting dan sedang menjadi topik penelitian saat ini adalah jenis oksida yang rumit, yakni bahan yang mengandung lebih dari satu logam. Dengan menggunakan metode reaksi padatan, dapat dilakukan sintesis langsung pada temperatur tinggi dari komponen-komponen oksidanya yang dapat menghasilkan oksida rumit yang diinginkan.

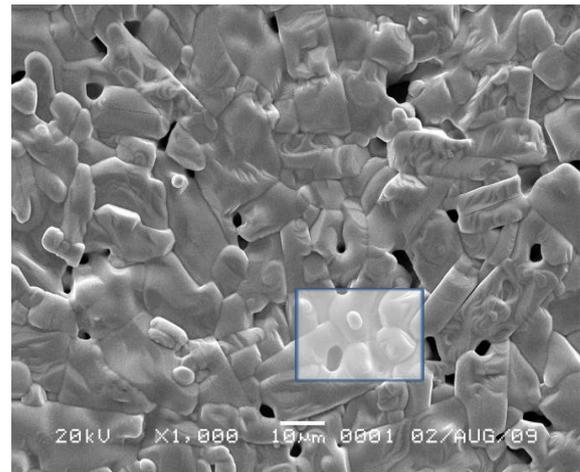
Metode reaksi kimia padatan digunakan menumbuhkan kristal tunggal yang lebih murni yang dibutuhkan untuk keperluan karakterisasi struktur dan sifat dari superkonduktor. Berdasarkan metode reaksi

kimia padatan ini, maka memungkinkan terjadinya perubahan komposisi atau fraksi molar bahan penyusun paduan oksida tersebut (Lavoisier dan Priestley, (2006).

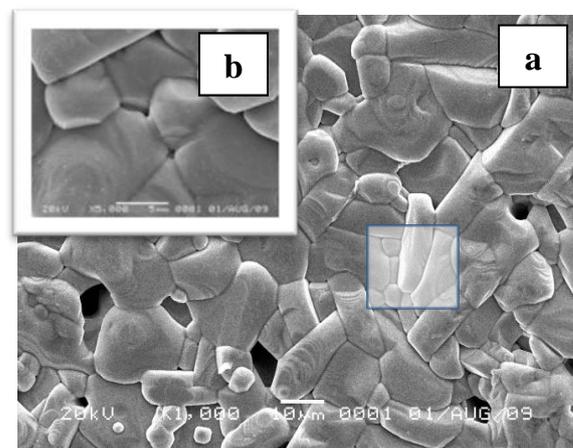
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  99,99 %;  $\text{BaCO}_3$  99,99 %; dan  $\text{CuO}$  99,9 %. Di campur menggunakan metode reaksi padatan yaitu semua bahan dicampur menjadi satu ke dalam mortar kemudian digerus sedemikian lalu di kalsinasi pada suhu kamar  $30^\circ\text{C}$  sampai suhu  $950^\circ\text{C}$  selama 50 jam kemudian dibuat pellet (bulk) berdiameter kurang lebih 1 mm, selanjutnya di sintering selama 84 jam. Perhitungan stokiometri rasio molarnya dihitung sebelum disintesis kemudian setelah sintesis dibandingkan dengan *Energy Dispersive X-Ray* (EDAX) berdasarkan bentuk morfologi permukaan *Scanning Electron Macroscopy* (SEM) untuk menghasilkan bahan paduan oksida yang bermutu tinggi.

### III. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

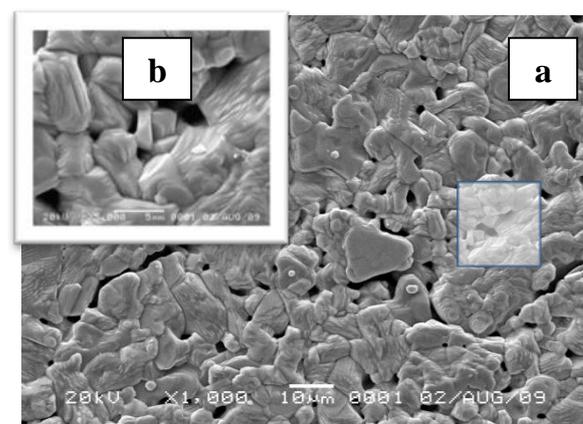
Fraksi rasio molar penyusun bahan paduan oksida  $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  dianalisis berdasarkan hasil foto SEM sampel material tersebut. Hasil foto SEM sampel ditunjukkan pada gambar berikut. Foto SEM dilakukan dengan menggunakan tegangan 20 KeV (diukur dengan perbesaran 1.000 kali untuk gambar bagian [a]. Ukuran butiran kristal ditunjukkan pada garis putih 5  $\mu\text{m}$ . Pada gambar bagian (b) merupakan hasil foto SEM dengan perbesaran 5.000 kali dengan ukuran butiran kristal yang ditunjukkan pada garis putih 10  $\mu\text{m}$ ).



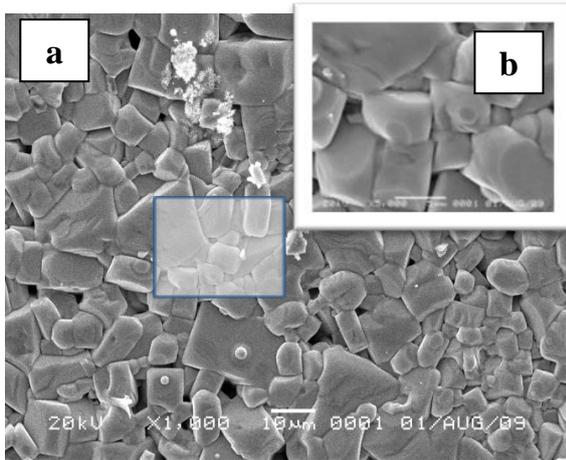
Gambar 1.1. Hasil foto SEM bahan  $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  untuk variasi  $x = 0$



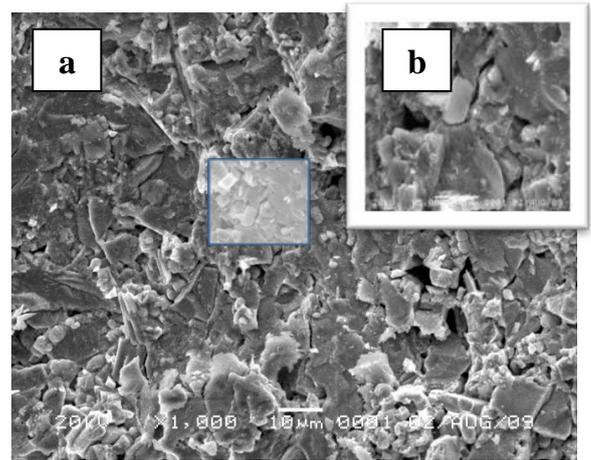
Gambar 1.2. Hasil foto SEM bahan  $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  untuk variasi  $x = 0,1$



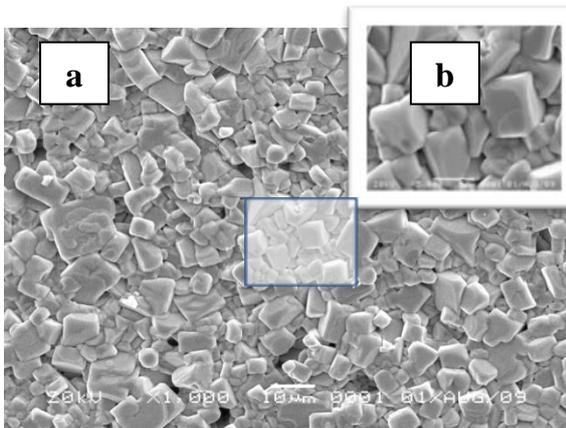
Gambar 1.3. Hasil foto SEM bahan  $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  untuk variasi  $x = 0,12$



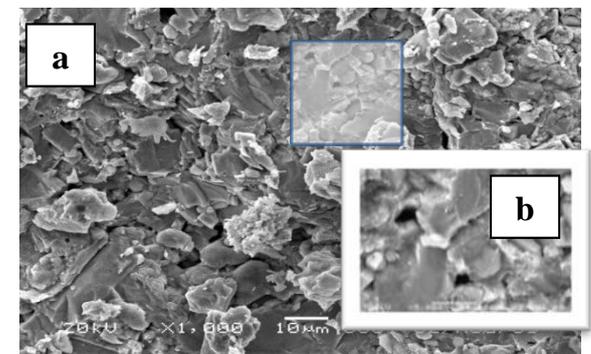
Gambar 1.4. Hasil foto SEM bahan  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$  untuk variasi  $x = 0,2$



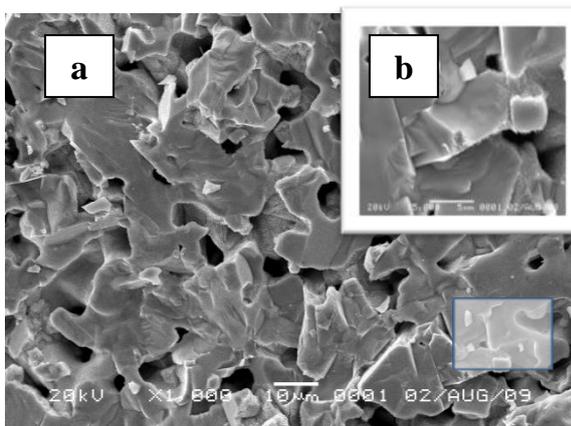
Gambar 1.7. Hasil foto SEM bahan  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$  untuk variasi  $x = -0,2$



Gambar 1.5. Hasil foto SEM bahan  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$  untuk variasi  $x = 0,3$



Gambar 1.8. Hasil foto SEM bahan  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$  untuk variasi  $x = -0,3$



Gambar 1.6. Hasil foto SEM bahan  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$  untuk variasi  $x = -0,1$

Berdasarkan hasil foto SEM, akan dibahas tentang struktur morfologi permukaan suatu sampel. Struktur morfologi permukaan ini meliputi bentuk, pori atau lubang (porositas) yang tampak, kecerahan warna, batas antara butiran (*grain boundaries*) dan penumbuhan spiral (*spiral growth*).

Bentuk *klaster* atau matriks yang butiran-butiran kristalnya satu dengan yang lain berikat-ikatan yang ditunjukkan pada gambar 1.1, gambar 1.2, dan gambar 1.3. Bentuk kotak-kotak yang ukurannya tidak beraturan satu dengan yang lain terlihat pada gambar 1.4 dan gambar 1.5 dan bentuk kembang-kembang

yang ukurannya tidak beraturan satu dengan yang lain terlihat pada gambar 1.6, gambar 1.7 dan gambar 1.8.

Pori (porositas) terlihat dengan jelas perubahannya secara konsisten dimana semakin besar variasi  $x$  positif maka porositasnya semakin kecil, dapat dilihat pada gambar 1.1, gambar 1.2, gambar 1.3, gambar 1.4 dan gambar 1.5. Sedangkan pada variasi  $x$  negatif yaitu semakin besar  $x$  negatif maka porositasnya semakin kecil, dapat dilihat pada gambar 1.6, gambar 1.7 dan gambar 1.8.

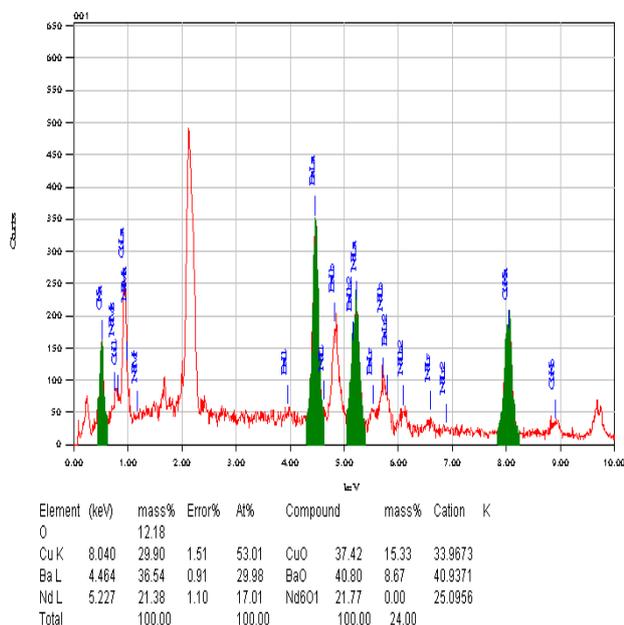
Kecerahan warna pada hasil foto SEM memperlihatkan perubahan cerahan secara konsisten dari variasi  $x$  yang paling kecil ke variasi  $x$  yang paling besar terlihat semakin cerah. Kecerahan warna tersebut mempunyai makna fisis yaitu menunjukkan bahwa pada bagian tersebut terdapat unsur dengan nomor atom yang lebih tinggi, nomor atom menunjukkan jumlah elektron terluar dari suatu unsur, sehingga semakin besar nomor atomnya semakin tinggi daya pantul unsur tersebut dan menyebabkan warna cerah pada gambar hasil karakterisasi SEM.

Batas antara butiran (*grain boundaries*) dari variasi  $x$  positif terlihat dengan jelas *grain boundaries* antara butiran kristal satu dengan yang lainnya. Sedangkan pada variasi  $x$  negatif, tidak terlihat dengan jelas *grain boundaries* antara butiran kristalnya.

Penumbuhan *spiral growth* dengan jelas dapat diamati pada gambar 1.1, gambar 1.2, gambar 1.3 dan gambar 1.4. Perubahannya dapat diamati dari gambar 1.1 ke gambar 1.2 dimana perubahannya tidak terlalu signifikan, dan yang sangat menarik untuk dikaji lebih dalam yaitu pada gambar 1.2 ke gambar 1.3 dan ke gambar 1.4 terjadi perubahan yang

sangat signifikan dari bentuk struktur morfologinya yang disertai dengan penumbuhan spiral yaitu yang dominan pada gambar 1.3. Penumbuhan spiral (*Spiral growth*) mengindikasikan, pertama, luasan morfologi sampel lebih luas dibandingkan sampel yang tidak terjadi penumbuhan spiral. Kedua, paduan komposisi sampelnya homogen. Ketiga, butiran-butiran kristal antara satu dengan yang lainnya lebih rapat atau manpat. Makna fisis yang dapat dijelaskan dari munculnya gejala spiral growth yaitu dengan semakin kompak dan manpatnya suatu sampel hal itu mengindikasikan semakin baik homogenitas sampel itu, semakin besar rapat arus yang dimiliki suatu sample sehingga resistivitasnya semakin kecil. Tujuan kedepannya sebagai aplikasi yaitu bahan paduan tersebut dapat dijadikan sebagai divais dalam rangkain elektronik. Keterangan tersebut diperkuat dengan hasil penelitian pada film tipis yang ditulis oleh Mitsumasa Suzuki<sup>a</sup>, Yogesh Soman<sup>b</sup>, Ed Tarte<sup>b</sup>, Peter Berghuis<sup>b</sup>, Jan Evetts<sup>b</sup>. dengan judul "*Preparation and properties of c-axis-oriented NdBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> films by dc sputtering*" dipublikasikan pada 7 Desember 1998 di *Jurnal Elsevier*. Dan hasil penelitian S. Bals dan G. Van Tendeloo, M. Salluzzo, I. Maggio-Aprile dengan judul "*Why are sputter deposited Nd<sub>1+x</sub>Ba<sub>2-x</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> thin films flatter than NdBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> films ?*" dipublikasikan pada 08 Oktober 2001 di *Jurnal Applied Physics Letters*. Sehingga keuntungan dari bahan bulk dibandingkan dengan bahan film tipis yaitu pertama, metode reaksinya sederhana solit state reaction, kedua, proses pengerjaan sampelnya tidak rumit, ketiga, biaya yang digunakan tidak mahal. Tetapi gejala spiral growth itu, juga dapat teramati.

Dibandingkan dengan bahan film tipis yang menggunakan alat yang sangat canggih, proses pengerjaannya sangat rumit dan biayanya yang sangat mahal.



Gambar 2. Hasil EDAX variasi  $x = 0,12$

Hasil karakterisasi EDAX seperti yang ditunjukkan dalam gambar-2 memperlihatkan intensitas setiap puncak (sumbu vertikal) dan energi foton sinar-X dalam KeV (sumbu horizontal) yang diberikan, menunjukkan energi tertentu yang kemudian berkorespondensi dengan unsur tertentu sehingga memperlihatkan komposisi unsur yang terkandung dalam bahan paduan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ . Intensitas grafik yang berwarna hijau menunjukkan banyaknya unsur yang dikandung dalam suatu bahan paduan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  dan diperjelas pada tabel komponen penyusun unsur-unsur bahan paduan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ .

Hasil analisis komposisi kimia bahan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  untuk setiap variasi yang dianalisis berdasarkan massa setiap *element* dengan menggunakan EDAX ditunjukkan dalam tabel-1. Persen massa unsur

penyusun senyawa paduan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ , mengalami kenaikan persen massa pada unsur Nd, Ba. Kecuali unsur Cu dan unsur O yang tetap.

Perubahan komposisi Hasil analisis % massa unsur  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  sebelum proses sintesis seperti pada tabel-2 dan hasil analisis % massa unsur  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  setelah proses sintesis (Tabel-3) menjadi indikator utamanya adalah reaksi kimia dari variasi  $x$  rasio molar unsur penyusun panduan tersebut. Mengingat proses reaksi kimia padatan pada bahan paduan oksida tersebut yang direaksikan melalui pemanasan dengan suhu yang tinggi yaitu  $950^{\circ}\text{C}$  melalui proses *kalsinasi* dan proses *sintering*. Pada proses *kalsinasi* dipanaskan mulai dari suhu kamar sampai  $950^{\circ}\text{C}$  selama 10 jam kemudian dipertahankan pada suhu  $950^{\circ}\text{C}$  selama 30 jam setelah itu suhu kembali diturunkan selama 10 jam sampai suhu kamar. Selanjutnya pada proses *sintering* dipanaskan mulai dari suhu kamar sampai  $950^{\circ}\text{C}$  selama 10 jam kemudian dipertahankan suhunya selama 30 jam. Setelah itu temperatur di turun sampai mencapai  $450^{\circ}\text{C}$  dalam waktu 10 jam. Temperatur  $450^{\circ}\text{C}$  dipertahankan selama 27 jam kemudian temperatur diturunkan selama 10 jam hingga mencapai temperatur kamar ( $30^{\circ}\text{C}$ ).

Dari proses *kalsinasi* dan *sintering* ini memungkinkan terbentuknya oksida baru dan sejumlah energi yang terbuang pada saat reaksi. Hasil analisis perbandingan rasio molar paduan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  sebelum proses sintesis ditunjukkan dalam table-4 dan hasil analisis perbandingan rasio molar paduan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  setelah proses sintesis yang diperlihatkan dalam tabel-5 menunjukkan telah terbentuk reaksi yang steokimetri pada element Nd, Ba dan Cu.

Tabel 1. Komposisi Nd dan Ba dengan penambahan variasi x yang berbeda pada  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_{7-\delta}$

Variasi X Element	0,3	0,2	0,12	0,1	0	-0,1	-0,2	-0,3
Nd	1,3	1,2	1,12	0,1	1	0,9	0,8	0,7
Ba	1,7	1,8	1,88	1,9	2	2,1	2,2	2,3
Cu	3	3	3	3	3	3	3	3
O	7	7	7	7	7	7	7	7

Tabel 2. Hasil analisis % massa unsur  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  sebelum proses sintesis

Variasi x Element	0	0,1	0,12	0,2	0,3	-0,1	-0,2	-0,3
Nd	17,99	20,54	20,24	19,21	23,65	16,14	14,29	12,46
Ba	34,27	33,79	32,35	32,65	29,45	35,85	37,42	38,98
Cu	23,79	24,69	23,89	25,18	24,05	23,70	23,61	23,53

Tabel 3. Hasil analisis % massa unsur  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  setelah proses sintesis

Variasi x Element	0	0,1	0,12	0,2	0,3	-0,1	-0,2	-0,3
Nd	19,68	23,47	25,29	25,30	25,49	16,62	17,25	12,10
Ba	38,91	36,29	35,39	34,16	33,61	40,51	45,62	54,94
Cu	29,17	28,43	27,74	28,84	29,17	30,23	25,17	21,04

Tabel 4. Hasil analisis perbandingan rasio molar paduan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  sebelum proses sintesis

Element x	Nd	Ba	Cu
0	1,00	2,00	3,00
0,1	1,10	1,90	3,00
0,12	1,12	1,88	3,00
0,2	1,20	1,80	3,00
0,3	1,30	1,70	3,00
-0,1	0,90	2,10	3,00
-0,2	0,80	2,20	3,00
-0,3	0,70	2,30	3,00

Tabel 5. Hasil analisis perbandingan rasio molar paduan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  setelah proses sintesis

Element x	Nd	Ba	Cu
0	0,91	1,57	3,00
0,1	1,07	1,73	3,00
0,12	0,96	1,72	3,00
0,2	1,20	1,67	3,00
0,3	1,17	1,57	3,00
-0,1	0,76	1,85	3,00
-0,2	0,90	2,47	3,00
-0,3	0,73	3,00	3,00

#### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan maka dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Fraksi rasio molar bahan penyusun paduan oksida  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  dengan variasi  $x = 0,3$  sampai  $x = -0,3$  sebelum proses sintesis tepat sama dan setelah proses sintesis juga tepat sama.
2. Pada variasi  $x = 0$ ,  $x = 0,1$ ,  $x = 0,12$  dan  $x = 0,2$  terlihat *spiral growth*, dominan di variasi  $x = 0,12$ .
3. Pada bahan yang sama dengan metode yang berbeda antara bulk dengan film tipis, ternyata gejala spiral growth itu dapat diamati.

#### DAFTAR PUSTAKA

- E. H. Sujiono, 2005, *Mengenal Bahan Superkonduktor*, State University of Makassar Press, Makassar.
- H. Sujatmoko, 2003, "Rahasia Dibalik Kehebatan Maglev", (online) [Pikiran Rakyat Cyber Media](#), (diakses pada tanggal 26 juni 2006).
- Ismunandar, 2006, *Padatan Oksida Logam (Struktur, Sintesis, dan Sifat-Sifatnya)*, ITB, Bandung.
- Ismunandar dan C. Sen, 2006, "Mengenal Superkonduktor", (Jurnal Online LIPI) <http://www.fisikanet.lipi.go.id/utma.cgi>, (diakses pada tanggal 19 Juli 2006).
- Lavoisier Antoine, 2006, Hukum Kekekalan Massa, [http://www.google.go.id/penurunan\\_massa.htm](http://www.google.go.id/penurunan_massa.htm), (diakses pada tanggal 11 november 2008).
- Masmuliadi, 2007, *Sintesis Bahan Superkonduktor Baru  $Nd_{1-x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  Melalui Metode Reaksi Padatan (Solid State Reaction)*, FMIPA UNM, Makassar.
- Nugroho Pratomo A.dkk, 2007, *Pembuatan Adsorben Dari Zeolit Alam Dengan Karakteristik Adsorption Properties untuk Kemurnian Bioetanol*, ITB, Bandung.
- Pryambodo Teguh, dkk, 2008, *Sintesis Reaksi Padat Dan Karakterisasi  $BaBiTi_4O_{15}$ ,  $Ba_2Bi_4Ti_5O_{18}$  Sebagai Material yang Berpotensi Untuk Menyimpan Memori*, Bandung.
- Sartono A. Arif, 2006, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, Universitas Indonesia, Jakarta.
- Subaer dan Abdul Haris, 2007, *Fisika Material I*, Badan Penerbit Universitas Negeri Makassar, Makassar.
- Sugiyarto Kristian H., 2001, *Kimia Anorganik II*, Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta.
- Suminar, 1999, *Kimia Dasar Prinsip Dan Terapan Modern*, Erlangga, Jakarta.
- Suprihatin, 2008, *Pengaruh Variasi Suhu Sintering Dalam Sintesis Superkonduktor Bi-2212 Dengan Doping Pb (Bpscoco-2212) Pada Suhu Kalsinasi 790°C*. Prosending Universitas Lampung.
- Yulianto Muhsin, 2006. *Tembaga*. [Redaksi chem-is-try.org](#). ([http://www.chem-is-try.org/tabel\\_periodik/tembaga/](http://www.chem-is-try.org/tabel_periodik/tembaga/)) diakses tanggal 19 Desember 2009.