

## Struktur Kristal dan Konduktivitas Paduan Oksida $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_7$ yang disintesis dengan Metode Reaksi Padatan

### *Crystal Structure and Conductivity of $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_7$ Oxide Alloy Which is synthesis by Solid State Reaction Method*

H. Husain<sup>1)</sup>, M. Risal<sup>2)</sup>, Eko Hadi Sujiono<sup>1)\*</sup>

<sup>1)</sup>Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Negeri Makassar. Jl. Dg. Tata Raya, Makassar

<sup>2)</sup>SMP Negeri 2 Takkalalla. Kabupaten Wajo, Makassar

*Received 1<sup>st</sup> October 2014 / Accepted 29<sup>th</sup> October 2014*

#### ABSTRAK

Telah berhasil dikembangkan dan dianalisis paduan oksida  $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_7$  ( $x = -0,2 - x = 0,2$ ) dalam bentuk bulk yang disintesis dengan metode reaksi padatan. Struktur kristal paduan diamati dengan menggunakan XRD (*x-ray Diffraction*) dan sifat listrik dianalisis dengan menggunakan I-V meter El-Kahfi 100. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa kristal  $\text{NdBaCuO}$  telah terbentuk dengan kualitas yang baik dengan nilai FWHM (*full width at half maximum*) yang kecil, sedangkan hasil pengukuran menggunakan I-V meter menunjukkan konduktivitas sampel berada pada rentang material semikonduktor. Sampel bulk dengan rasio molar  $x = -0,2$  memiliki nilai konduktivitas paling tinggi yaitu  $1,9327 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$  dan sampel dengan nilai konduktivitas paling rendah adalah variasi  $x = 0$  yaitu  $1,6295 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$ . Meningkatnya konsentrasi Ba ( $x$  bernilai minus) mengakibatkan peningkatan nilai konduktivitas dan penurunan FWHM berlawanan dengan konsentrasi Nd.

Kata kunci: Struktur Kristal, Konduktivitas, Rasio Molar, Metode Reaksi Padatan, FWHM

#### ABSTRACT

$\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_7$  ( $x = -0.2 - x = 0.2$ ) oxides alloy has been successfully developed in bulk form by solid state reaction method. Crystal structure of oxides alloys was observed using XRD (*x-ray Diffraction*) and electrical properties was analyzed by using the I-V meter El-Kahfi 100. XRD analysis results showed that crystals  $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_7$  has formed good quality with small FWHM (*full width at half maximum*), while the results of I-V meter measurement indicates the conductivity of the sample is at the range of semiconductor materials. Bulk sample with molar ratio  $x = -0.2$  has the highest conductivity values i.e.  $1.9327 \Omega^{-1} \text{m}^{-1}$  and the sample with the lowest conductivity values are variations

---

\*Korespondensi:

email: e.h.sujiono@unm.ac.id

of  $x = 0$  i.e.  $1.6295 \Omega^{-1} m^{-1}$ . The increasing of Ba concentration ( $x$  minus) indicate an increasing in conductivity and FWHM decreasing, this is opposite with the increasing of Nd concentration.

Key words: Crystal Structure, Conductivity, Molar Ratio, Solid State Reaction, FWHM

## PENDAHULUAN

Setiap perkembangan peradaban ditandai dengan penemuan material baru seperti jaman batu, besi, dan perak (Subaer, 2007). Para ilmuwan selalu berusaha menciptakan material baru yang mempunyai keunggulan dan lebih aplikatif dari sebelumnya. Sifat-sifat material yang berusaha untuk terus dikembangkan meliputi sifat mekanik dan kelistrikan. Sifat mekanik material sangat dipengaruhi oleh proses sintesis dan komposisi kimia penyusunnya. Perkembangan teknologi modern saat ini tidak lepas dari sains dan rekayasa material.

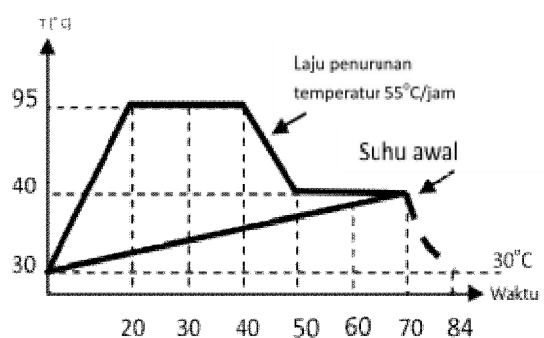
Informasi tentang kualitas material dapat diketahui dengan melakukan karakterisasi dan pengukuran yang sesuai dengan sifat yang ingin diketahui. Pengujian mekanik dilakukan untuk menginvestigasi sifat-sifat mekanik seperti kuat tekan, kelenturan, dan modulus young. I-V meter digunakan untuk mempelajari karakteristik arus (I) dan tegangan (V), dan analisis mikrostruktur dilakukan dengan menggunakan XRD, TEM, dan SEM. Pada suhu rendah paduan NdBaCuO bersifat superkonduktor dengan struktur kristal dan sifat kelistrikan yang baik (E. H. Sujiono, 2001), struktur kristal orthorombik (Ismunandar, 2006). Banyak penelitian yang telah mengkaji pengaruh rasio molar terhadap morfologi permukaan  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  (Husain, 2011), dan pemanfaatan bahan NdFeO sebagai sensor gas (Xinshu, 2003). Fokus kajian pada jurnal ini adalah

(1) Bagaimana pengaruh rasio molar ( $x$ ) terhadap struktur kristal dan konduktivitas bahan NdBaCuO dan (2) Nilai ratio molar yang menghasilkan sampel dengan kualitas terbaik, ditinjau dari konduktivitas dan kualitas struktur kristal.

## METODE

### Preparasi sampel bulk $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$

Paduan  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  ( $x = -0.2 - x = 0.2$ ) disintesis dengan metode reaksi padatan. Proses sintesis dimulai dengan tahap pencampuran bubuk  $BaCO_3$  (99.99%),  $Nd_2O_3$  (99.99%), dan  $CuO$  (99.99%), dengan cara digerus selama 3 jam sampai paduan homogen. Selanjutnya, sampel yang telah homogen dikalsinasi selama 50 jam pada temperatur  $950^\circ C$ . Bahan paduan kemudian *dipellet* untuk memperoleh sampel dalam bentuk *bulk* dengan diameter dan tinggi berturut-turut adalah 1 cm dan 5 mm. sampel dalam bentuk *bulk* kemudian di *sintering* dan *annealing* pada suhu  $950^\circ C$  dan  $400^\circ C$  (gambar 1).

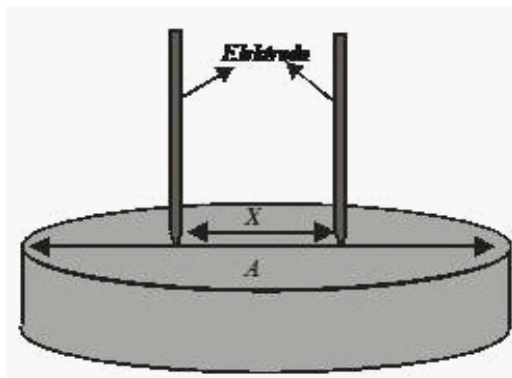


Gambar 1. Grafik *sintering* and *annealing* (Sujiono, 2011)

Struktur kristal bahan dianalisis berdasarkan hasil karakterisasi XRD, yang meliputi nilai FWHM (*Full Widht at Half Maximum*). Software Microsoft Excel digunakan untuk memplot grafik hubungan intensitas dan sudut  $2\theta$ . Pada pola difraksi XRD ketajaman puncak menunjukkan pertumbuhan kristal yang baik dari senyawa atau mineral penyusun material (Khalil, 2012).

**Pengukuran Konduktivitas:**

Nilai konduktivitas ditentukan berdasarkan analisis data dari I-V meter. Program Microsoft Excel digunakan untuk memperoleh nilai resistansi yang kemudian dikonversi menjadi konduktivitas menggunakan persamaan 1 dan 2. Pemasangan elektroda pada sampel *bulk* pada dua titik seperti ditunjukkan pada gambar 2.



Gambar 2. Sampel dengan elektroda

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \dots\dots\dots 1)$$

$$\rho = \frac{R A}{x} \dots\dots\dots 2)$$

Dengan:

$\sigma$  = konduktivitas,

$\rho$  = hambatan jenis,

R = hambatan,

A = luas permukaan, dan

x = jarak antara elektroda

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Karakterisasi XRD**

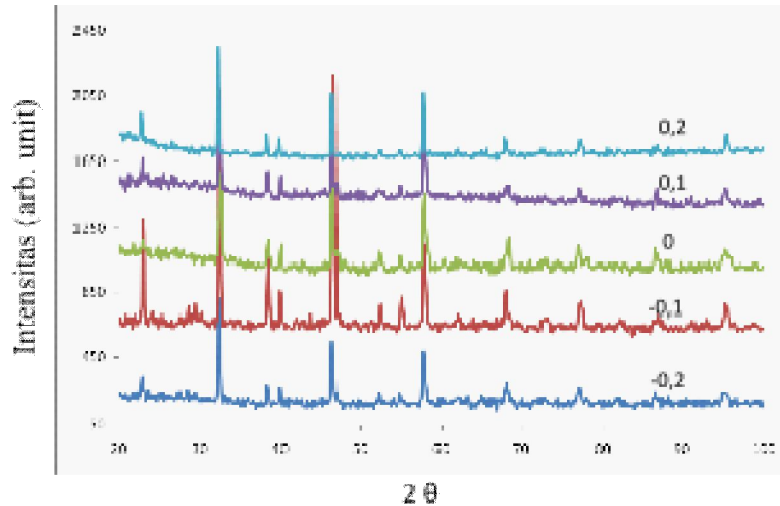
Pola difraksi sinar x pada permukaan sampel ditunjukkan pada gambar 3. Terdapat 3 puncak dominan yang muncul untuk setiap variasi sampel. Terbentuknya puncak-puncak dominan pada spektrum sinar x menunjukkan bahwa kristal paduan  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  telah terbentuk. Perbedaan intensitas dan FWHM terjadi akibat adanya perbedaan rasio molar untuk setiap variasi sampel. Pada film tipis kualitas kekristalan dan kelistrikan bahan dapat diketahui berdasarkan nilai FWHM (*Full Widht at Half Maximum*) (Wickedden, 1994 dan E. H Sujiono, 2005). Nilai FWHM untuk setiap variasi sampel dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. FWHM untuk setiap variasi sampel

Rasio Molar (x)	sudut $2\theta$	Intensitas (cps)	FWHM ( $^{\circ}$ )
-0,2	$32^{\circ}$	1300	0,253
-0,1	$32^{\circ}$	611	0,299
0	$32^{\circ}$	545	0,389
0,1	$32^{\circ}$	889	0,300
0,2	$32^{\circ}$	746	0,240

Tabel 1. Menunjukkan perbedaan FWHM dan intensitas puncak untuk setiap sampel. Sampel dengan nilai FWHM terkecil adalah variasi  $x=0.2$ , menunjukkan bahwa sampel memiliki susunan kristal yang paling baik dan seragam. Semakin kecil nilai FWHM sampel semakin

homogen dan memiliki susunan kristal yang baik, yang berimplikasi pada sifat kelistrikan bahan. Sampel dengan nilai FWHM lebih kecil dari  $0.5^\circ$  memiliki kualitas Kristal yang baik (Wickedden, 1994).



Gambar 3. Pola XRD *bulk*  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$

Pola difraksi sinar x menunjukkan puncak yang paling dominan berada pada sudut  $2\theta=32.45^\circ$  (Gambar 3) dengan intensitas 1300 cps. Semakin tinggi intensitas pantulan difraksi sinar x menunjukkan semakin kuat ikatan dan semakin kecil *grain boundary* antara partikel penyusun sampel. Semakin kuat ikatan dan kecil *grain boundary* berimplikasi pada kekerasan bahan dan kemampuan bahan dalam menghantarkan listrik dan panas.

**Karakteristik I-V:**

Tabel 2 menunjukkan variasi nilai konduktivitas terhadap nilai rasio molar pada sampel *bulk*  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  yang diukur pada suhu kamar. Dapat dilihat bahwa semua nilai konduktivitas sampel berada pada rentang material semikonduktor. Hubungan antara

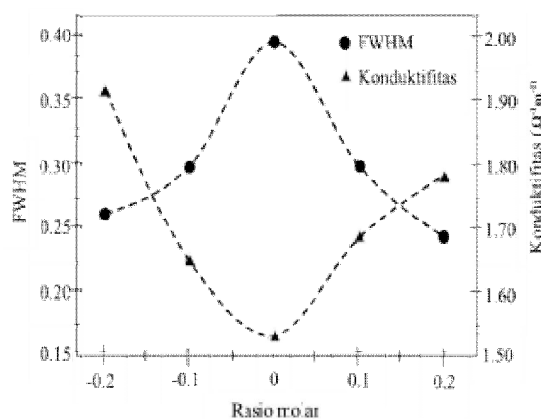
konduktivitas dan rasio molar x pada suhu kamar di tunjukkan pada gambar 4. Konduktivitas sampel menurun sampai minimum pada variasi -0.2 sampai 0, kemudian meningkat pada variasi 0,1 dan 0,2. Hal ini telah dilaporkan sebelumnya bahwa terdapat pengaruh nilai rasio molar terhadap konduktivitas bahan paduan  $NdFe_{1-x}Co_xO_3$  (Zhang Ru, 2010), fenomena ini juga dapat dijelaskan dengan *hopping mechanism* (Ling, 1997).

Gambar 4 menunjukkan nilai konduktivitas dan FWHM terhadap variasi nilai x. terdapat perbedaan nilai konduktivitas dan FWHM untuk setiap variasi x. Meningkatnya konsentrasi Ba (x bernilai minus) menunjukkan peningkatan nilai konduktivitas dan menurunnya FWHM, berlawanan dengan peningkatan konsentrasi Nd. Hal ini mengindikasikan

bahwa unsur Ba membuat sampel *bulk* dan memiliki kekristalan yang baik.  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  menjadi lebih konduktif

Tabel 2. Konduktivitas untuk setiap variasi sampel

Rasio Molar (x)	Jarak probe ( $10^{-3}$ m)	Luas permukaan ( $10^{-5}$ m <sup>2</sup> )	Resistivitas ( $\Omega$ m)	Konduktivitas ( $\Omega^{-1}$ m <sup>-1</sup> )
-0,2	3,800	8,830	0.5174	1.9327
-0,1	3,800	8,340	0.6050	1.6529
0	3,800	8,830	0.6137	1.6295
0,1	3,800	8,500	0.5901	1.6946
0,2	3,800	8,090	0.5556	1.7999



Gambar 4. FWHM dan konduktivitas  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$

### KESIMPULAN

Telah berhasil dikembangkan bahan paduan  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  ( $x = -0.2 - x = 0.2$ ) yang disintesis dengan metode reaksi padatan pada suhu sintering dan annealing 950°C dan 400°C. Hasil XRD menunjukkan adanya pengaruh rasio molar terhadap kualitas struktur kristal yang ditandai dengan perubahan nilai FWHM dan intensitas puncak difraksi sinar x. Konduktivitas sampel berada pada rentang nilai untuk material semikonduktor. Hasil pengukuran sifat listrik menunjukkan rasio molar juga berpengaruh terhadap sifat

kelistrikan bahan utamanya pada nilai konduktivitas. Meningkatnya konsentrasi Ba (x bernilai minus) menunjukkan peningkatan nilai konduktivitas dan peningkatan FWHM berlawanan dengan peningkatan konsentrasi Nd.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini adalah penelitian riset strategis nasional yang didanai dari DIPA Universitas Negeri Makassar No. 0220/023-04.2/XXXIII/2009, berdasarkan Surat Keputusan Rektor Universitas Negeri Makassar No. 2624/H36/PL/2009.

### DAFTAR PUSTAKA

- Sujiono EH, Husain, Samnur, Fiskia R. 2011. *Crystal Structure and Morphology Analysis of  $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$  Oxide Alloy Surface Developed by Solid State Reaction Method*. Jurnal teknologi dan aplikasi. 7(1).
- Sujiono EH, Oomen I, Karthikeyan S, Brinkman A, Rijnders G, Rogalla H. 2005. *Optimization of surface smoothness of  $Nd_{1.12}Ba_{1.88}Cu_3O_{7-\delta}$  thin films*. EUCAS 2003 Conference. Sorrento, Italy.

- Sujiono EH, Sani RA, Saragi T, Arifin P, Barmawi M. 2001. *YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> thin films by MOCVD method using a vertical reactor with a flow guide*. Physica Status Solidi. 187(2): 471-479.
- Ismunandar. 2006. *Padatan oksida logam (Struktur, sintesis, dan sifat-sifatnya)*. Bandung: ITB.
- Ling BK dan Yu SS. 1997. *Preparation and characterization of gas sensing materials M<sub>x</sub>La<sub>1-x</sub>FeO<sub>3</sub>*. J. Func. Mater. 28:399.
- Khalil MN, Saad EE, Wahsa. 2012. 3<sup>rd</sup> International conference on chemistry and chemical Engineering IPCBEE. Vol.38. Singapore, p. 82-87.
- Subaer dan Abdul H. 2007. *Fisika material 1*. Makassar: Badan penerbit Universitas Negeri Makassar.
- Wickenden AEDK dan Kisthemnacer TJ. 1994. *The Effect Of Thermal Annealing on GaN Nucleation Layers Deposited on (0001) Shapphire by Metalorgic and Chemical Vapour Deposition*. J. Apply. Phyc. 75: 5376
- Xinshu N. 2003. *Preparation and Gas Sensing Properties of NdFeO<sub>3</sub> Nanocrystalline*. Journal of Rare Earth. 21:630-632.
- Zhang R, Jifan H, Zhouxiang H, Zhao M, Zhanlei WU, Zhang Y, Qing H. 2010. *Electrical and CO-Sensing properties of NdFe<sub>1-x</sub>CoO<sub>3</sub> perovskite system*. Journal of rare earth. 28.