

PENGARUH PROSES KALSINASI DAN ANNEALING PADA STRUKTUR DAN MORFOLOGI PADUAN OKSIDA NdBaCuO/Fe

Nur Aisyah Humairah

Universitas Sulawesi Barat
nuraisyah.humairah@unsulbar.ac.id

Abstrak – Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh pada proses kalsinasi dan annealing $Nd_1(Fe)_xBa_{2-x}Cu_3O_y$, dengan menggunakan metode reaksi padatan. Karakterisasi bahan untuk menentukan apakah bahan tersebut dibuat menjadi bahan superkonduktor, suhu kalsinasi dan annealing adalah 950 dan 450 masing-masing selama 20 jam. Metode efek Meissner digunakan dan untuk mengetahui fraksi volume bahan superkonduktor $Nd_1(Fe)_xBa_{2-x}Cu_3O_y$ menggunakan hasil XRD sebanyak 67%, ditemukan bahwa sampel N (Fe) BCO yang diambil sampel dalam penelitian ini memiliki kristal berorientasikan struktur kristal Tetragonal, parameter kisi yang diperoleh untuk semua puncak, berkisar antara 11,2828 Å sampai 11,7518 Å. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD sampel N (Fe) BCO menunjukkan bahwa bidang hkl sampel semua puncak berorientasi pada sumbu-c.

Kata kunci: NdBaCuO/Fe, kalsinasi dan annealing, Struktur kristal

I. PENDAHULUAN

Sains dan teknik material merupakan dasar pengembangan teknologi modern, baik untuk penerapan struktural, elektronik, termal, elektrokimia, lingkungan dan biomedis. Setiap era dicirikan oleh penemuan bahan baru. Sifat mekanik material terutama dipengaruhi oleh proses sintesis dan komposisi material [8].

Tantangan pertama yang dihadapi oleh para peneliti, baik untuk keperluan ilmiah maupun demi kepentingan aplikasinya, adalah masalah pengembangan cara sintesis yang menghasilkan sampel berkualitas tinggi, yaitu sampel berfase murni dan berkristal tunggal. Bagi superkonduktor T_c tinggi, tuntutan itu merupakan persoalan tersendiri karena jenis bahan yang berunsur majemuk dan berstruktur rumit ini memiliki beraneka ragam senyawa dan struktur yang mudah tercampur dalam proses pembentukannya. Masalah ini dipersulit lebih lanjut dengan sifat pelelehan yang bersifat inkongruen sehingga kristalisasi tidak dapat dilaksanakan langsung dari lelehan bersangkutan melalui pemanasan peritektik. Selain itu, pembentukannya pada suhu tinggi juga menimbulkan interaksi dengan *crusibel* yang berakibat pencemarannya dengan impuritas. Masalah-masalah tersebut akan relatif lebih mudah diatasi untuk sistem YBCO yang berunsur tiga [1], [2], namun tidak untuk bahan paduan oksida NdBCO memiliki karakteristik yang menarik dan berpotensi baik untuk aplikasi. Hal ini sebagai akibat adanya transisi order dari ion Ba^{+} dan Nd^{+} dalam proses pembentukannya. Sehingga dalam keadaan off-stoikiometrik (tidak berstruktur Re-123), paduan oksida ini pada temperatur di bawah T_c masih bersifat superkonduktor. Selain itu pengembangan superkonduktor NdBCO dalam penelitian ini, karena bahan ini memiliki stabilitas kimia yang lebih tinggi dibanding sistem YBCO. Sistem NdBCO memiliki struktur yang sama dengan sistem YBCO, namun NdBCO diketahui ber- J_c lebih tinggi dan memiliki fluks pinning yang lebih kuat. Dengan demikian memungkinkan untuk diadakan variasi doping impuritas, dalam penelitian yang akan dikembangkan adalah dengan doping Fe. Hal ini dengan pertimbangan doping Fe

diharapkan dapat meningkatkan sifat kemagnetan bahan paduan pada temperatur kamar. [6].

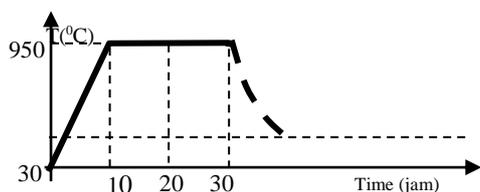
Metode reaksi kimia padat adalah cara yang dilakukan dengan mereaksikan padatan dengan padatan tertentu pada suhu tinggi. Merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk sintesa bahan anorganik dengan mengikuti rute yang hampir universal, yakni melibatkan pemanasan berbagai komponen pada temperatur tinggi selama periode yang relatif lama. Reaksi ini melibatkan pemanasan campuran dua atau lebih padatan untuk membentuk produk yang juga berupa padatan. Tidak seperti pada fasa cairan atau gas, faktor pembatas dalam reaksi kimia padat biasanya adalah difusi [6].

Ada beberapa cara pemrosesan $Nd_1(Fe)_xBa_{2-x}Cu_3O_y$ yaitu metode sol-gel, metode pembakaran, metode hidrotermal, metode reaksi solid state, dan seterusnya [8]. Keuntungan menggunakan reaksi padatan karena metode ini murah dan mudah untuk menyelesaikannya. Juga Produk reaksi memiliki kemurnian tinggi dan kristalinitas yang sangat baik. Hasil yang diharapkan dari penggunaan. Pendekatan ini adalah untuk mendapatkan ukuran yang lebih besar, kristalinitas lebih baik, dan kemurnian yang lebih tinggi daripada metode lainnya. Namun, dalam metode reaksi padatan, ada banyak sifat yang mempengaruhi struktur kristal

II. METODE EKSPERIMEN

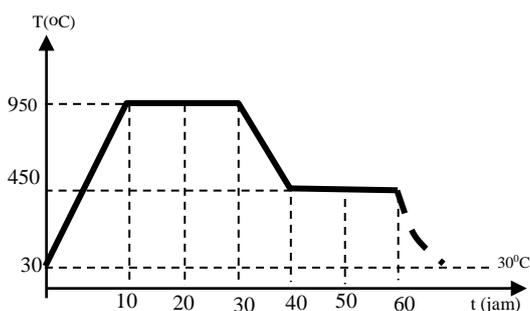
Paduan oksida $Nd_1(Fe)_xBa_{2-x}Cu_3O_y$ disintesis dengan metode reaksi padatan. Proses sintering dimulai dengan mencampurkan bubuk Nd_2O_3 99,99 %; CuO 99,99 %; $BaCO_3$ 99,99 % and Fe_2O_3 99,9 % dengan cara digerus sampai 3 jam sampai paduan menjadi homogen.

Sampel yang telah homogen kemudian dikalsinasi selama 10 jam pertama untuk menaikkan suhunya sampai dengan 950°C, selanjutnya dipertahankan pada suhu tersebut selama 20 jam, dan akhirnya kembali ke suhu kamar dengan sendirinya, seperti tergambar pada **gambar 1**.



Gambar 1. Grafik proses Kalsinasi

Setelah proses dikalsinasi, dilanjut dengan proses sintering annealing selama 10 jam pertama untuk menaikkan suhunya sampai dengan 950°C, selanjutnya dipertahankan pada suhu tersebut selama 20 jam, lalu dibiarkan suhunya sampai dengan 450°C dan dipertahankan lagi pada suhu tersebut untuk prosos annealing selama 20 jam dan akhirnya kembali ke suhu kamar dengan sendirinya, seperti tergambar pada gambar 2 berikut.



Gambar 2. Garfik proses sintering dan annealing

Untuk pengukuran struktur kristal dengan XRD (*X-Rays Diffraction*), dan pengukuran struktur morfologi permukaan bahan dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Sedangkan pengukuran komposisi elemen bahan dengan EDAX (*Energy Dispersive X-rays*).^[1]

Struktur kristal bahan dianalisis berdasarkan hasil karakterisasi XRD, yang terdiri nilai FWHM (*Full Widht at Half Maximun*). Software microsoft Excel digunakan untuk memplot hubungan antara intensitas dan 2θ. Pada pola difraksi XRD ketajaman puncaknya menunjukkan pertumbuhan kristal yang baik dari senyawa atau mineral penyusun [9].

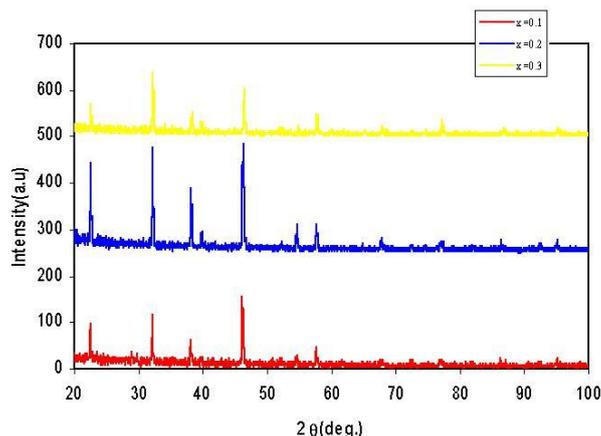
Teknik SEM pada hakekatnya merupakan pemeriksaan dan analisis permukaan. Data atau tampilan yang diperoleh adalah data dari permukaan yang diperoleh merupakan gambar topografi dengan segala tonjolan dan lakukan permukaan. Gambar topografi diperoleh dari penangkapan pengolahan elektron sekunder (*secondary elektron*) yang dipancarkan oleh specimen. Kata kunci dari SEM adalah *scanning* yang berarti bahwa berkas elektron “menyapu” permukaan specimen [10].

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 3 menunjukkan pola difraksi sinar-x dari sampel Nd1 + xFeO3 dengan variasi rasio molar masing-masing x = 0,1, 0,2 dan 0,3 setelah proses kalsinasi. Dimana menunjukkan bahwa bidang hkl dari sampel tersebut semua puncak berorientasi pada sumbu-c yakni puncak I (003), puncak II (004), puncak III (005), dimana puncak yang

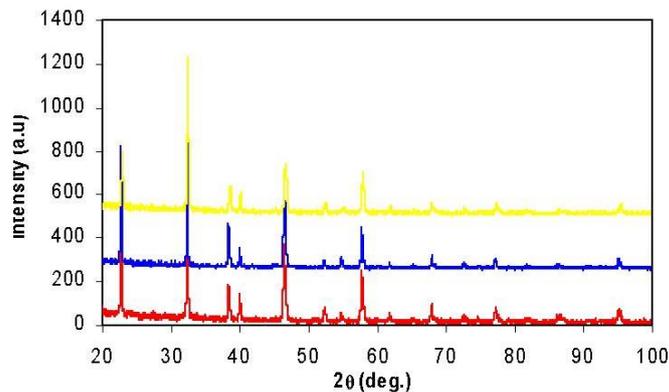
paling dominan adalah puncak II (004) untuk sampel x = 0.3 dan puncak IV (006) untuk sampel x = 0.2 dan x = 0.1.

Sampel serbuk hasil kalsinasi



Gambar 3. Grafik hasil XRD setelah dikalsinasi untuk ketiga sampel

Gambar 4 menunjukkan pola difraksi sinar-x dari sampel Nd1 + xFeO3 dengan variasi rasio molar masing-masing x = 0,1, 0,2 dan 0,3 setelah proses kalsinasi, yang menunjukkan bahwa bidang hkl dari sampel tersebut semua puncak berorientasi pada sumbu-c yakni puncak I(003); puncak II (004), dan puncak III (005), dimana puncak yang paling dominan adalah puncak IV (006) untus semua sampel variabel x (0.1; 0.2; dan 0.3).



Gambar 4. Grafik hasil XRD setelah Annealing untuk ketiga sampel

Puncak intensitas untuk sampel setelah dikalsinasi dan setelah diannealing di atas cenderung meningkat, hal ini menginformasikan bahwa sampel yang dibuat semakin lebih baik (mengalami peningkatan kualitas).

Untuk menentukan parameter kisi digunakan rumus yang berasal dari hukum Bragg sebagai berikut:

$$2 \sin \theta = \lambda \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}} \dots\dots\dots (1)$$

Dengan λ adalah panjang gelombang sinar-x, a,b,c adalah sisi-sisi dari struktur kristal dalam bidang hkl, dan θ adalah sudut difraksi.

Tabel 1. Parameter kisi sesudah kalsinasi dan sesudah annealing

Puncak	Sampel (x=.....)	Parameter kisi (Å) (setelah dikalsinasi)	Parameter kisi (Å) (setelah diannealing)
[006]	0.1	11.7384	11.7518
	0.2	11.7997	11.7518
	0.3	11.8148	11.7518
[005]	0.1	-	11.2614
	0.2	11.3325	11.2708
	0.3	11.3375	11.2828

Berdasarkan hasil karakterisasi tersebut, diperoleh bahwa sampel N(Fe)BCO yang dijadikan sampel pada penelitian ini memiliki struktur kristal Tetragonal yang berorientasi pada sumbu-c, parameter kisi yang diperoleh untuk semua puncak, yakni berkisar antara 11.2828 Å sampai 11.7518 Å, seperti yang diperlihatkan pada tabel 1.

Pada tabel 1 juga ditunjukkan parameter kisi untuk puncak [006] yang merupakan puncak yang paling dominan, sedangkan puncak [006] dapat dikatakan sebagai puncak *fantastic* dalam penelitian ini, karena jika dibandingkan dengan puncak yang lain yang sangat konsisten, maka puncak [006] ini dari variabel x=0.3 puncak ini nampak, namun pada x=0.2 mulai mengecil dan bahkan pada variabel x=0.1 puncak ini telah menghilang. Puncak *fantastic* ini didapatkan pada hasil setelah kalsinasi dan setelah annealing namun, pada tahapan setelah kalasinasi saja puncak [006] ini menghilang.

Jika dibandingkan nilai parameter kisi NBCO yang bernilai 11.77-11.81 Å maka nilai konstanta kisi di atas yang rata-rata bernilai ≈11 Å, dapat menginformasikan bahwa dari variabel x = 0.1 sampai x = 0.3 saja, menghasilkan nilai kontanta kisi yang mendekati dari nilai NBCO yang telah akriditasi sebelumnya, dan bahan yang dihasilkan dalam penelitian ini dapat dikatakan berkualitas bagus sebagai bahan superkonduktor.

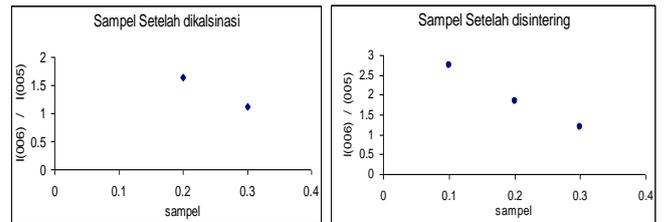
Dilihat dari setelah kalsinasi dan setelah diannealing, maka nilai parameter kisi ini tidak mengalami perubahan yang sangat jauh.

Selanjutnya dilakukan perbandingan intensitas difraksi antara intensitas puncak dominan (006) dengan puncak intensitas yang lain (005) untuk sampel setelah dikalsinasi, seperti diperlihatkan pada table 2 berikut:

Tabel 2. Intesitas sesudah kalsinasi dan sesudah annealing

Sampel (x =)	Perbandingan Intensitas Difraksi (setelah dikalsinasi)	Perbandingan Intensitas Difraksi (setelah diannealing)
0.1	1.306	2.452
0.2	1.093	4.478
0.3	1.116	1.644

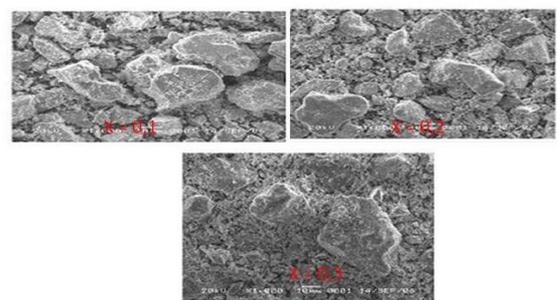
Intensitas difraksi setelah dikalsinasi dan diannealing dapat dilihat pada gambar 5.



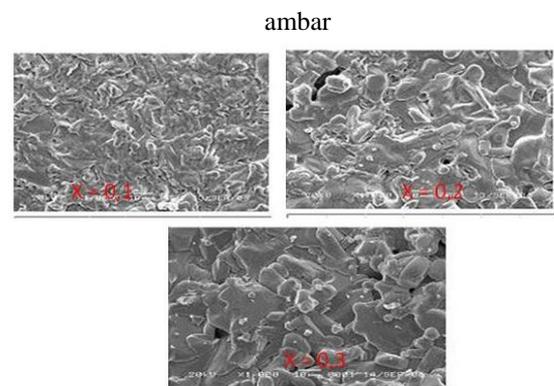
Gambar 5. Grafik intensitas difraksi setelah kalsinasi dan setelah annealing.

Nilai intensitas puncak (006) yang melemah, dan bahkan untuk sampel x=0.1 menghilang, namun pada saat diannealing selama 40 jam (grafik b) puncak intensitas (006) mengalami peningkatan. Berbeda dengan puncak yang lain yang cenderung lebih stabil dimana puncaknya makin meningkat seiring dengan peningkatan suhu pada saat dikalsinasi maupun pada saat diannealing. Hal ini mengindikasikan bahwa rentang waktu kalsinasi dan annealing mempengaruhi karakteristik/komposisi suatu sampel dalam hal ini NFBCO

Karakterisasi dengan SEM untuk menentukan morfologi, struktur dan ukuran partikel dari paduan oksida Nd₁(Fe)_xBa_{2-x}Cu₃O_y seperti yang ditunjukkan pada gambar 6 dan gambar 7.



Gambar 6. Grafik hasil XRD setelah Karakterisasi untuk ketiga sampel



Gambar 6. Grafik hasil SEM setelah Annealing untuk ketiga sampel

Berdasarkan gambar 6 dan gambar 7 di atas, dapat dilihat bahwa semua sampel mempunyai ketidak homogenan morfologi. Masih banyak agromerat yang nampak yang kemungkinan karen pengaruh suhu dan pada saat penggerusan. Ukuran partikel yang terlihat pada sampel sekitar 1 µm. Namun hasil ini mengidentifikasi bahwa sampel seperti ini cocok sebagai material sensor gas. Hal ini

senada yang dituliskan oleh V. Zharvan dkk [9] dan Xinshu N [3].

Hasil analisis morfologi sampel yang menunjukkan pengaruh doping Fe pada senyawa paduan NdFeBaCuO menyebabkan perubahan bentuk butiran dari pola memanjang segi empat menjadi pola segiempat pendek. Pada hasil karakterisasi $x = 0.3$ nampak kumpulan butiran segi empat pendek yang menunjukkan adanya pembentukan Fe_2O_3 nampak jelas morfologi permukaan sampel hasil SEM, yang senada diutarakan oleh Zhang R [4].

IV. KESIMPULAN

Hasil analisis struktur kristal dengan menggunakan pengukuran XRD menunjukkan telah terjadi ikatan senyawa dengan kristalinitas yang tinggi, yang dapat dilihat pola pertumbuhan kristalnya dengan sangat konsisten mulai dari hasil sampel serbuk.

Diperoleh bahwa sampel N(Fe)BCO yang dijadikan sampel pada penelitian ini memiliki struktur kristal Tetragonal yang berorientasi pada *sumbu-c*, parameter kisi yang diperoleh untuk semua puncak, yakni berkisar antara 11.2828 Å sampai 11.7518 Å.

Hal ini mengindikasikan bahwa rentang waktu kalsinasi dan annealing mempengaruhi karakteristik/komposisi suatu sampel dalam hal ini NdBaCuO/Fe.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih yang tak terhingga untuk krue dan asisten Laboratorium Material Superkonduktor Lt. 3 Kampus Parang tambung Makassar, terkhusus untuk Bapak Prof. DR. H. Eko Hadi Sujiono, M.Si.

PUSTAKA

- [1] E. H. Sujiono, R.A. Sani, T. Saragi, dan P. Arifin, Yba₂Cu₃O_{7-δ} Thin Films Deposited by MOCVD Vertical Reactor with a Flow Guide, *phyys stat. Sol (a)*187. No. 2, 2001, pp. 471-479
- [2] E. H. Sujiono, Optimization of Surface Smoothness of Nd_{1,12}Ba_{1,88}Cu₃O_{7-δ} Thin Films. *Indonesian Journal of Physics*. Vol 18 No. 4, Oktober 2007. Pp.107-110
- [3] Xinshu N, Preparation and Gas Sensing Properties of NdFeO₃ Nanocrystalline. *Journal of rare Earth* 21.2003 Pp.630-632
- [4] Zhang R et all. Electrical and CO-Sensing properties of NdFe_{1-x}CoO₃ perovskite system. *Journal of rare* 28. 2010.
- [5] E. H. Sujiono, Mengenal Bahan Superkonduktor, State University of Makassar Press, Makassar. 2005
- [6] Ismunandar. Paduan Oksida logam (struktur, sintesi dan sifat-sifatnya). ITB Bandung. 2006. Pp. 45-48
- [7] Subaer dan Abdul H. Fisika Material 1 Makassar. Badan Penerbit UNM. 2007. Pp. 10-12
- [8] V. Zharvan, YNI Kamaruddin, S.Samnur, E.H. Sujiono. The effect of Moral Rasio on Cristal Structure dan Morphology of Nd₁(Fe)_xBa_{2-x}Cu₃O_y Oxida Alloy Material Synthesized by Solid State Reaction.
- [9] Khalil MN, Saad EE, Wahsa, FWHM in XRD. 3rd International conference on cemical Engineering IPCBEE. Singapore. Vol 38. Pp. 82-87
- [10] N.A. Humairah, Sintesis bahan Nd₁(Fe)_xBa_{2-x}Cu₃O_y dengan metode reaksi padatan (*Solid State Reaction*), Skripsi Fisika Sains. Univeristas Negeri Makassar. 2006