

STRUKTUR MORFOLOGI DAN KOMPOSISI ATOM DALAM PADUAN $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$

Nur Aisyah Humairah^{1,a}, Munawir^{2,b}

¹Program Studi Pendidikan Fisika, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Sulawesi Barat

²Program Studi Teknik Informatika, Fakultas Teknik, Universitas Sulawesi Barat

e-mail: a_nuraisyah.humairah@unsulbar.ac.id ; b_munawir.ridwan@gmail.com

Abstrak

Bahan paduan oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ disintesis menggunakan metode reaksi padatan dengan total waktu pemanasan 18 jam. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui struktur kristal bahan paduan oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ dengan karakterisasi XRD (*x-ray diffraction*) dan mengetahui morfologi serta perbandingan jumlah atom dengan karakterisasi SEM-EDAX (*scanning electron microscopy- Energy dispersive x-ray analysis*). Bahan dasar yang digunakan adalah Nd_2O_3 99.99%; $BaCO_3$ 99.98%; CuO 99.99% dan Fe 99.99%. Bahan dasar tersebut dicampur dan digerus selama 3 jam kemudian dikalsinasi selama 6 jam. Hasil kalsinasi digerus ulang selama 3 jam kemudian disintering selama 6 jam dan dilanjutkan dengan annealing selama 6 jam. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan terbentuknya fasa $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$, selanjutnya hasil analisis refinement Rietveld dengan menggunakan software Rietika diperoleh nilai Gof 1,497% dan hasil refinement menunjukkan struktur kristal dari fasa $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ adalah ortorombik dengan ukuran kristal dan FWHM yang diperoleh sebesar 6,2 Å dan 0,21 [pada bidang kristal berapa] serta diperoleh parameter kisi yaitu $a = 3.9031\text{Å}$, $b = 3.9072\text{Å}$ dan $c = 11.6790\text{Å}$. Hasil SEM-EDAX menunjukkan bahan paduan oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ membentuk klaster-klaster dan perbandingan jumlah atom setelah sintesis yaitu $Nd: Fe: Ba: Cu = 1: 0,22 : 1,51 : 2,88$.

Kata kunci: kalsinasi, sintering, annealing, rietveld, Gof.

MORPHOLOGICAL STRUCTURE AND ATOM COMPOSITION IN ALLOY

$Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$

Abstract

This research has successfully synthesized $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ oxide alloy material which is carried out by using solid state reaction method with heating time of 18 hours totally. This research was conducted with the aim to know the crystal structure of oxide alloy material $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ with XRD characterization and to know the morphology and comparison of atomic number with SEM-EDAX characterization. The synthesized oxide alloy material is $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ using base material Nd_2O_3 99.99%; $BaCO_3$ 99.98%; CuO 99.99% and Fe_2O_3 99.99%, the basic ingredients are mixed and crushed for 3 hours then calcined for 6 hours. The result of calcination was repeated for 3 hours then sintered for 6 hours and continued with annealing for 6 hours. The result of XRD characterization showed the formation of $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$, then the result of Rietveld analysis using Rietika application obtained by Gof 1,497% and refinement result showed the crystalline structure of $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ is orthorhombic with crystal size and FWHM obtained by 6.2 Å and 0.21 and obtained by $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ phase gens $a = 3,9031\text{Å}$, $b = 3.9072\text{Å}$ and $c = 11.6790\text{Å}$. The result of SEM-EDAX showed that $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ oxide alloys were cluster-shaped and the ratio of atomic amounts after synthesis was $Nd: Fe: Ba: Cu = 1: 0.22: 1.51: 2,88$.

Keywords: kalsinasi, sintering, annealing, rietveld, Gof.

PENDAHULUAN

Pengaplikasian bahan superkonduktor diantaranya sebagai pembangkit medan magnet yang sangat besar, transportasi darat supercepat (kereta *maglev*) dan akselator partikel berukuran energi terra yang dapat digunakan untuk menyelidiki Teori Big Bang[1][2].

Penelitian mengenai NBCO yang disubstitusi dengan Fe₂O₃ juga telah dilakukan oleh beberapa peneliti diantaranya yaitu *Effect of Molar Ratio on Crystal Structure and Surface Morphology of Nd₁(Fe)_xBa_{2-x}Cu₃O₇ Oxide Alloy by Solid-State Reaction Method* [3] dengan lama pemanasan 60 jam. Hasil analisis karakterisasi XRD dan SEM yang diperoleh menunjukkan bahwa variasi Fe berpengaruh pada struktur kristal dan morfologi bahan paduan oksida Nd₁(Fe)_xBa_{2-x}Cu₃O₇. Dapat dilihat pada nilai FWHM pada x=0,1; x=0,2; x=0,3 secara berturut-turut 0,12; 0,04 dan 0,03. Semakin besar nilai x, maka nilai FWHM semakin kecil dalam artian susunan kristalnya semakin bagus [butuh referensi].

NBCO mengalami pertumbuhan kristal yang sempurna dan memiliki struktur perovskit dengan parameter kisi a = b = 0,31nm dan c = 1,17nm[4].

[tidak jelas alasan melakukan penelitian ini]

METODE [diabstrak ditulis bahan dasarnya Fe, disini ditulis Fe2O3 mana yang benar]

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode reaksi padatan (*solid state reaction*), dengan pertimbangan proses yang lebih mudah dengan biaya yang cukup terjangkau jika dibandingkan dengan jenis metode yang lain. Dalam penelitian ini dilakukan rangkaian pembuatan bulk

superkonduktor [bagaimana kita tahu ini superkonduktor, Menurut saya sebut saja paduan oksida]. [Dengan beberapa peralatan di diantaranya: Neraca *sarthorius*, untuk penimbangan bahan dasar; Mortar, pastel dan spatula, untuk pencampuran bahan dasar; *Crucible*, sebagai tempat penyimpanan bahan dasar dan sampel; *Desicator*, untuk menyimpan sampel agar tetap dalam keadaan kering; *Furnace Naberthem*, untuk proses *annealing*, *sintering* dan kalsinasi]; XRD, digunakan untuk mengkarakterisasi suatu bahan yang dapat mengetahui atom-atom penyusun material yang dikandung oleh suatu bahan [menurut saya tidak perlu menyebutkan alat dan bahan, cukup sebutkan saja alat karakterisasinya]

Sedangkan untuk proses karakterisasi kami menggunakan SEM, untuk mengetahui struktur morfologi permukaan suatu bahan.

Bahan dasar paduan yang digunakan adalah:

Tabel 1. Bahan Dasar Paduan

No	Bahan Paduan	Kemurnian
1	Nd ₂ O ₃	99,99
2	BaCO ₃	99,99
3	Cuo	99,99
4	FeO ₃	99,99

Jenis Penelitian

Penelitian ini bersifat pengembangan dan laboratoris yang diarahkan pada pengembangan bahan dan karakterisasi bahan paduan oksida Nd₁(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu₃O₇.

Penelitian ini dilaksanakan di beberapa tempat, yaitu: Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Universitas Negeri Makassar, Laboratorium Fisika Material Universitas Malang, Laboratorium Fisika Material Departement Fisika Universitas

Gadjah Mada. Yang dimulai pada Nopember 2017 sampai dengan Juli 2018.

Prosedur

Prosedur penelitian ini dapat dilihat pada gambar 1.

Teknik Analisis Data

1. Match

Match merupakan aplikasi yang digunakan untuk menganalisis data hasil XRD. Dilakukan pencocokan pola XRD dari sampel dengan pola XRD dari *database*. Saat pencocokan pola XRD yang menjadi acuan adalah puncak dengan intensitas tertinggi dan komposisi yang sebelumnya diperoleh dari XRF atau EDS [5].

2. Rietica

Rietica merupakan *software* yang digunakan untuk melanjutkan proses analisis dari aplikasi *Match*. *Rietica* dapat mengidentifikasi data eksperimen dengan membandingkan data secara kuantitatif dengan *database* yang tersedia dan melakukan refinement dengan metode Rietveld [5], [6].

3. Diamond

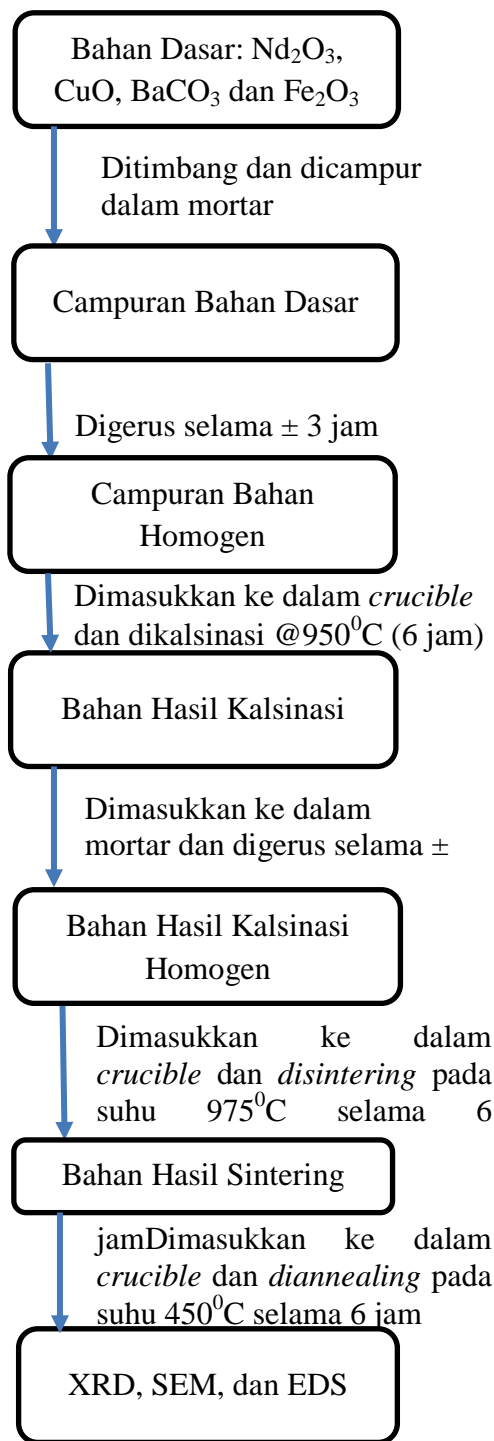
Diamond merupakan aplikasi penggambaran secara visualisasi struktur molekul dan kristal. Hasil tampilan visualisasinya, diamond dapat memudahkan para peneliti untuk memodelkan bagian dari struktur kristal dari parameter struktural (atomik) dari sebuah material [7].

HASIL DAN DISKUSI

1. Hasil Karakterisasi XRD

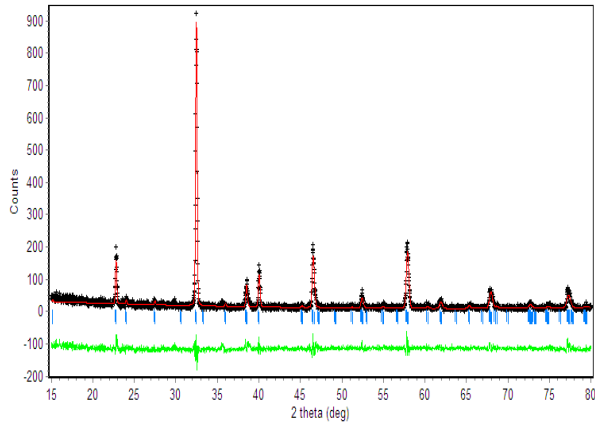
Hasil karakterisasi XRD diolah dengan menggunakan aplikasi *Match* dan *Rietica*. Analisis lanjut hasil XRD setelah dilakukan *Match* dilakukan penghalusan parameter-

parameter dengan menggunakan metode *Rietveld*. Aplikasi BBB, yang digunakan yaitu *Rietica* kemudian divisualisasikan dengan aplikasi *Diamond*



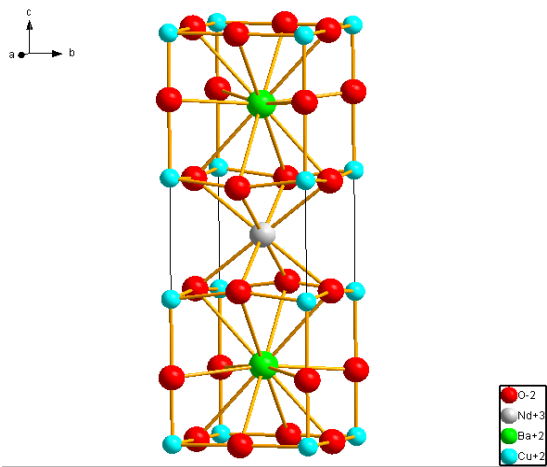
Gambar 1. Skema Prosedur Penelitian

Adapun hasil karakterisasi XRD menggunakan analisis *Rietveld* dapat dilihat pada Gambar 2. dibawah ini



Gambar 2 Plot Hasil Penghalusan *Rietveld* Menggunakan *Rietica* Pada $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$.

Jangkauan $15-80^\circ 2\theta$ Penggambaran struktur atom dari fasa $NdBaCuO$ dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar 3 Visualisasi Struktur Atom $NdBa_2Cu_3O_{(z=7)}$ ($a=3.8966$, $b=3.9084$, dan $c=11.7186$)[8].

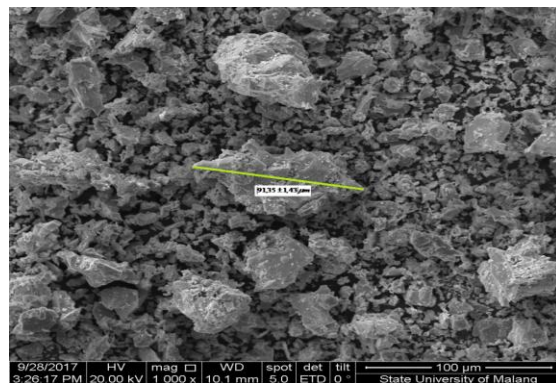
Dari visualisasi struktur atom tersebut dapat diketahui jarak antar atom pusat dengan atom *ligand* dapat dilihat sebagai berikut

Tabel 3 di atas [tidak ada table 3 dalam teks] memperlihatkan perubahan jarak antar atom antara $NdBa_2Cu_3O_{(z=7)}$ [8] dan bahan paduan $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ yang semakin besar, hal ini dikarenakan adanya

pengaruh substitusi Fe.

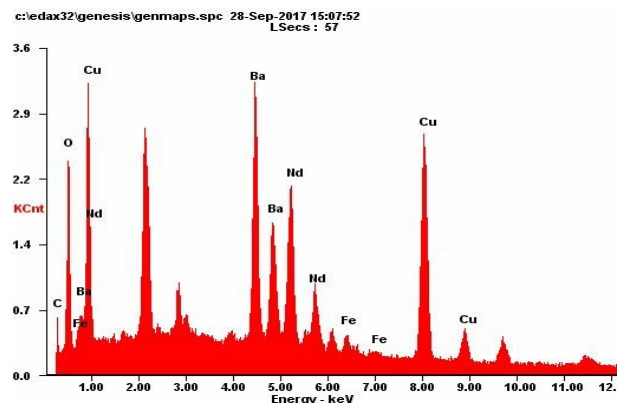
2. Hasil Karakterisasi SEM-EDAX

Sampel yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi SEM-EDAX untuk mengetahui morfologi permukaan dan komposisi pada bahan paduan oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$. Adapun hasil karakterisasi SEM dapat dilihat pada Gambar 4

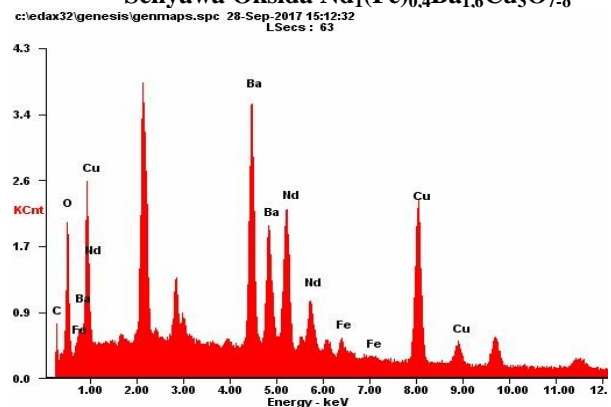


Gambar 4. Citra SEM Bahan Paduan Oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ dengan Pembesaran 1000 Kali

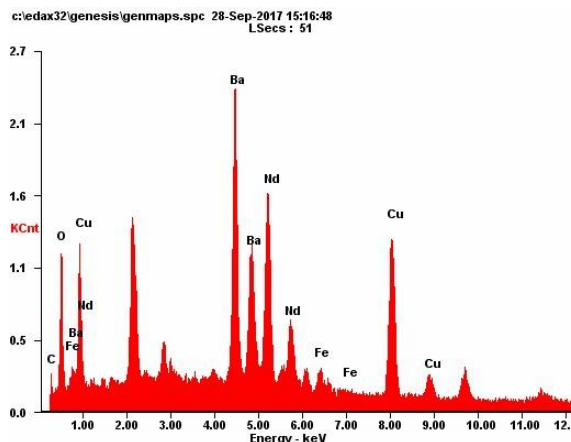
berikut:



Gambar 5 Hasil Karakterisasi EDAX Senyawa Oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$



Gambar 6 Hasil karakterisasi EDAX senyawa oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$



Gambar 7 Hasil Karakterisasi EDAX Senyawa Oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$

3. Pembahasan

Hasil karakterisasi bahan paduan oksida fasa $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ dengan analisis metode *Rietveld* menunjukkan bahwa struktur kristal yang terbentuk fasa $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ adalah ortorombik pernyataan ini diperkuat dengan hasil penelitian NBCO yang ditulis oleh [9]. dengan judul “*Effect of Nd-Ba Substitution in sputter deposited $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O$ (NBCO) thin film*”, dengan group ruang: $Pmmm(47)$, $a \neq b \neq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90$

Pada gambar 2 dapat dilihat hasil penghalusan *Rietveld* menggunakan *Rietica* pada bahan paduan oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ pada jangkauan $15-80^\circ 2\theta$. Hasil pencocokan dapat dilihat pada Tabel 4.8 hasil *refinement* bahan paduan $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$. Pada tampilan grafik *Rietica* ada tiga warna, untuk warna merah sebagai data terhitung warna hitam sebagai data terukur dan warna hijau merupakan selisih antara data terhitung dan data terukur. Tingkat kecocokan antara data terhitung dengan data terukur pada penelitian ini sangat cocok, mengapa dikatakan cocok menurut

(Kisi,1994) penghalusan *Rietveld* dapat diterima ketika $R_p < 20\%$, $R_{wp} < 20\%$ dan $GoF < 4\%$.

Nilai FWHM menunjukkan tingkat homogenitas antar atom dalam kristal dimana semakin kecil nilai FWHM berarti kisinya semakin homogen atau susunan kristalnya lebih teratur dalam artian tingkat kualitas material juga semakin baik. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh [1] mengenai analisis bahan paduan $NdBaCuO$ dengan variasi molar $x = 0.1, 0.2$ dan 0.3 diperoleh nilai FWHM berturut-turut pada $0,3, 0,24, 0,28$. Perbandingan nilai FWHM menunjukkan bahwa bahan paduan oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ yang didapatkan pada Tabel 4.9 memiliki kualitas yang lebih baik berdasarkan pada hasil analisis yang diperoleh [tidak ada table 4.9 dalam teks].

Gambar 5 memperlihatkan citra SEM sampel $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ yang telah dikalsinasi selama ± 6 jam pada temperatur $950^\circ C$, disintering selama ± 6 jam pada temperatur $975^\circ C$ dan diannealing selama ± 6 jam pada temperatur $450^\circ C$. Pada perbesaran 1000 kali memperlihatkan morfologi partikel $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ nampak butiran-butiran dan tersusun rapat yang membentuk klaster dengan nilai $|91,35 \pm 1,43| \mu m$ [saya sama sekali tidak melihat cluster di gambar SEM]. Dari bentuk citra SEM pada gambar 5 dapat dikatakan bahwa senyawa paduan $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$ tidak homogen. Dari warna citra SEM nampak warna yang lebih cerah menunjukkan bahwa pada bagian tersebut terdapat unsur dengan nomor atom yang tinggi yaitu Nd.

Pada Gambar 5, 6 dan 7 ditunjukkan hasil karakterisasi EDAX pada bahan paduan oksida $Nd_1(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_3O_{7-\delta}$. Untuk sumbu vertikal memperlihatkan intensitas

setiap puncak dan sumbu horizontal menunjukkan energi foton sinar-x. [konsisten apakah mau menggunakan kata EDAX atau EDS]

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan pada bahan paduan oksida $Nd_{1}(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_{3}O_{7-\delta}$ dapat disimpulkan bahwa hasil analisis XRD menggunakan metode *Rietveld* terbentuk 1 fasa yaitu $Nd(Fe)BaCuO$ dengan struktur kristal ortorombik dengan nilai FWHM yaitu 0,21 dan ukuran kristal $6,27\text{\AA}$. Sedangkan hasil analisis karakterisasi SEM-EDAX menunjukkan bahwa morfologi dari bahan paduan oksida $Nd_{1}(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_{3}O_{7-\delta}$ berbentuk klaster pada perbesaran 1000 kali dan nilai rasio molar bahan paduan oksida $Nd_{1}(Fe)_{0,4}Ba_{1,6}Cu_{3}O_{7-\delta}$ yang diperoleh setelah sintesis yaitu $Nd:Fe:Ba:Cu = 1:0,2:1,5:2,8$.

Saran

Untuk eksperimen selanjutnya disarankan agar pada saat pencampuran lebih teliti. Disamping itu perlu juga diperhatikan agar menggunakan data terhitung dan data terukur yang sama.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini tidak akan terlaksana tanpa bantuan dari berbagai pihak. Terutama dari segi pendanaan. Oleh karena itu ucapan Terima kasih tak terhingga kepada Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi yang memberikan pembiayaan full dalam skema penelitian Penelitian Kerja Sama Perguruan Tinggi (PEKERTI).

DAFTAR PUSTAKA

[1] E. H. Sujiono, H. Ahmad, F. Rera,

and S. Samnur, "Crystal Structure and Morphology Analysis of $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ Oxide Alloy Surface Developed by Solid State Reaction Method," *J. Fis. dan Apl.*, vol. 7, no. 1, p. 110101, Jan. 2011.

- [2] N. Humairah, "Sintesis Bahan $Nd_{1}(Fe)_xBa_{2-x}Cu_3O_y$ dengan Metode Reaksi Padatan (Solid State Reaction)," vol. 104519, pp. 1–13, 2016.
- [3] N. A. Humairah, D. Sartika, Muris, and E. H. Sujiono, "Effect of Molar Ratio on Crystal Structure and Surface Morphology of $Nd_{1}(Fe)_xBa_{2-x}Cu_3O_7$ Oxide Alloy by Solid-State Reaction Method," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 367, no. 1, 2018.
- [4] R. Desmicht, A. Sacuto, and J. Jegoudez, "Determination of the a and b crystalline axes in $YBa_2Cu_3O_7$ single crystal by a polarizing light set up," *Phys. C Supercond.*, vol. 282–287, pp. 471–472, Aug. 1997.
- [5] "Match! - Phase Identification from Powder Diffraction." .
- [6] J. H. Poehls and M. Anna, "XRD Refinement using Rietica." Dalhousie University, 2013.
- [7] "Diamond - Crystal and Molecular Structure Visualization." .
- [8] V. V. Petrykin *et al.*, "Structural disorder and superconductivity suppression in $NdBa_2Cu_3O_z$ ($z \sim 7$)," *Phys. C Supercond.*, vol. 340, no. 1, pp. 16–32, Nov. 2000.
- [9] Z. Mori, T. Inoue, N. Yokoyama, T. koba, and Y. hakura, "Effects of Nd-Ba Substitution in sputter deposited $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O$ (NBCO) thin film," *Phys. B*, 2000.