
KARAKTERISASI BAHAN PADUAN $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_7$ YANG DITUMBUHKAN DENGAN METODE REAKSI PADATAN**Raudah, Eko Hadi Sujiono, Subaer****Jurusan Fisika Universitas Negeri Makassar****Abstrak**

Telah berhasil dikembangkan bahan paduan oksida $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_7$ NdBaCuO yang ditumbuhkan dengan metode reaksi padatan pada variasi rasio molar $x=0$; $-0,1$; $-0,2$; dan $-0,3$. Campuran bahan padatan dalam bentuk serbuk dibuat homogen melalui proses penggerusan pada rute tertentu dan disintering pada suhu $950\text{ }^\circ\text{C}$. Untuk mengetahui tingkat kualitas suatu material maka dianalisis homogenitas campuran bahan dengan karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur Kristal suatu bahan dan SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengetahui morfologi permukaan suatu bahan paduan. Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa semakin kecil nilai rasio molar (x) maka jarak antar atomnya akan semakin kecil dan pada $x=0$ tumbuh *spiral growth*.

Kata kunci : NdBaCuO ; Metode reaksi padatan; Rasio molar ; Struktur kristal; morfologi permukaan

1. Pendahuluan

Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi saat ini semakin maju dan banyak peneliti telah menemukan material-material baru di alam yang bisa dimanfaatkan. Perkembangan material ini banyak diaplikasikan di dalam industri untuk meningkatkan kualitas produk mereka. Paduan bahan oksida juga banyak dipadukan untuk menghasilkan suatu paduan baru yang rumit dan kompleks. Bahan paduan ini bisa diaplikasikan di bidang tertentu. Misalkan bahan oksida Nd_2O_3 dicampur dengan bahan oksida lain seperti CuO dan BaCO_3 untuk menghasilkan bahan paduan yang lebih rumit. $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_7$ merupakan salah satu bahan superkonduktor T_c tinggi dan J_c tinggi (Z. Mori, dkk. 2000) Sehingga perlu dianalisis struktur kristal dan morfologi permukaannya dengan variasi molar untuk mendapatkan kualitas bahan yang lebih bagus.

Sintesis bahan paduan oksida 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 (Ismunandar, 2006).

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. Oksida rumit yang dimaksud adalah paduan dari beberapa bahan oksida yang menghasilkan oksida baru yang lebih kompleks. Misalnya bahan oksida $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_7$.

Dalam penelitian ini yang ingin dicapai adalah penentuan nilai rasio molar (x) yang menghasilkan sampel dengan kualitas paling baik, yang dilihat dari kehomogenan campuran, struktur kristal yang baik, dan ukuran matriks yang merata dengan cara membandingkan beberapa sampel dengan nilai rasio molar (x) yang telah disintesis dan dikarakterisasi.

Kristal NBCO dapat dibedakan dengan konstanta kisi sumbu c bahwa struktur kristalnya *orthorhombic* dengan fase $c = 11,80\text{--}11,85\text{\AA}$ dan tetragonal pada fase $c = 11,65\text{--}11,70\text{\AA}$ pada studi *bulk* (padatan). Sampel film dengan kandungan Ba yang banyak dapat ditentukan dengan fase *orthorhombic* sedangkan dengan kandungan Nd yang banyak dapat ditentukan fase tetragonal (Z.Mori dkk, 2000).

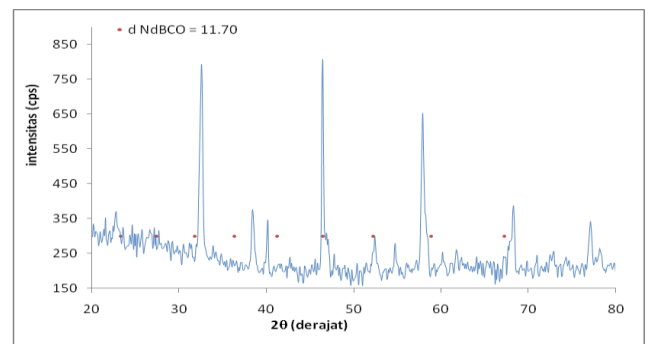
2. Metode Penelitian

Pembuatan sampel penelitian dilaksanakan pada bulan April sampai September 2009 di laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Makassar. Selanjutnya pada sampel yang telah dihasilkan dilakukan karakterisasi XRD dan SEM. Karakterisasi XRD dan SEM ini dilakukan di laboratorium Fisika FMIPA Institut Teknologi Bandung (ITB).

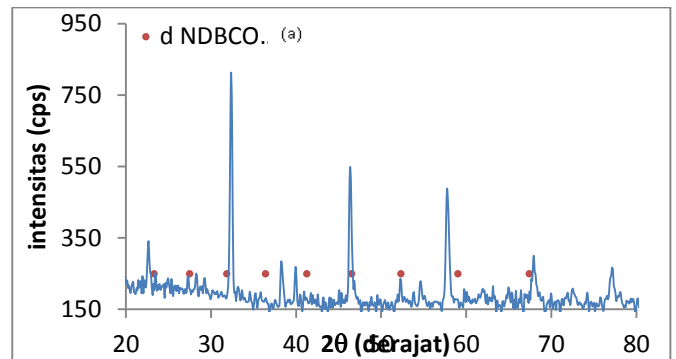
3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Hasil Karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction)

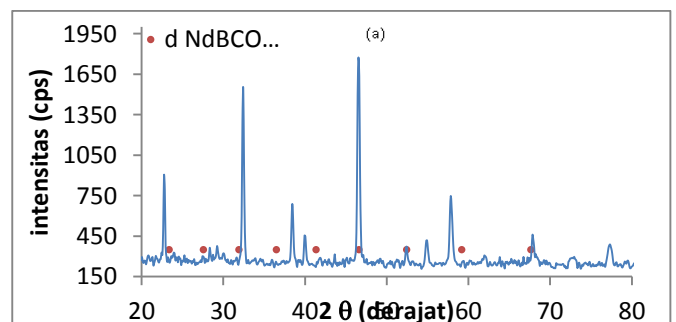
Hasil karakterisasi XRD dianalisis untuk mengetahui jarak antar atom, FWHM, dan puncak-puncak dominan pada setiap sampel, gambar 3.1; 3.2; 3.3; 3.4; dan 3.5 berturut-turut adalah grafik hasil XRD untuk sampel $x=0$; $x=-0,1$; $x=-0,2$; dan $x=-0,3$ dan grafik gabungan dari keempat variasi sampel.



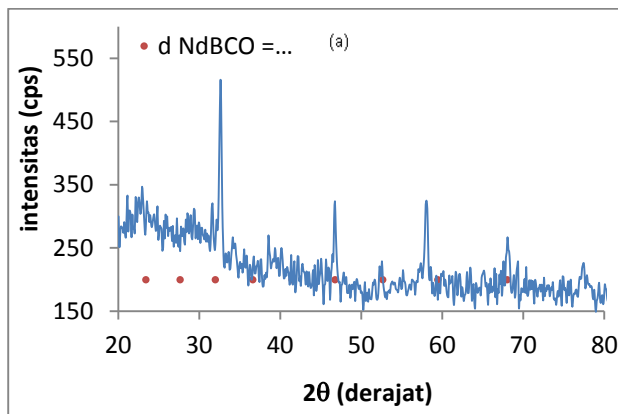
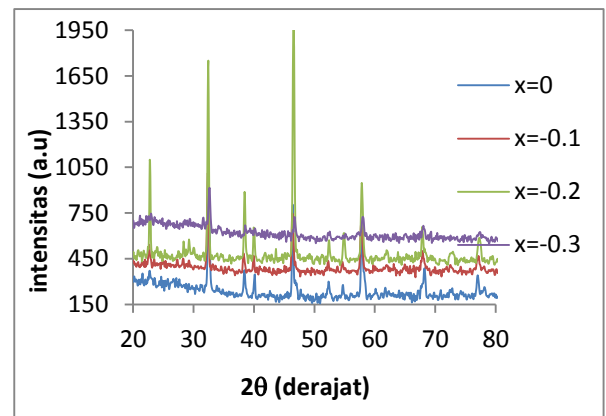
Gambar 3.1 hasil karakterisasi XRD untuk $x=0$



Gambar 3.2 hasil karakterisasi XRD untuk $x=-0,1$



Gambar 3.3 hasil karakterisasi XRD untuk $x=-0,2$

Gambar 3.4 hasil karakterisasi XRD untuk $x = -0,3$ Gambar 3.5 pola karakterisasi XRD untuk semua variasi x

Pola *X-ray diffraction* (XRD) dari permukaan bahan paduan NdBaCuO untuk variasi rasio molar $x=0$; $x=-0,1$; $x=-0,2$; dan $x=-0,3$ menunjukkan adanya puncak yang paling dominan untuk tiap variasi x (gambar 3.1; 3.2; 3.3; 3.4; dan 3.5). Untuk membandingkan puncak yang terbentuk dapat dilihat dengan jelas pada penggabungan semua pola XRD pada setiap sampel (gambar 3.5). Dengan terbentuknya puncak-puncak ini menunjukkan bahwa bahan paduan NdBaCuO yang disintesis telah membentuk struktur kristal. Hasil karakterisasi XRD dari keempat sampel menunjukkan pola keseragaman puncak, hal itu menandakan bahwa kristal terbentuk pada sudut sekitar 32° dan 46° karena pada sudut tersebut terdapat puncak yang dominan untuk setiap sampel dan dapat diamati pada gambar 3.5.

Pola spektrum XRD menunjukkan tingkat intensitas (sumbu Y) dan sudut bidang pemantul 2θ (sumbu X). Pada gambar 3.1 menunjukkan pola XRD terbentuk beberapa puncak dan puncak dominan berada pada sudut $2\theta = 46,4502^\circ$ dengan intensitas 804 cps.

Lebar puncak tidak terlalu besar, hal ini menandakan bahwa jarak antar atomnya semakin kecil dan bisa diamati dalam hasil foto SEM (gambar 3.6). Ukuran butiran kristal cukup besar dan jarang terdapat pori antara butiran yang satu dengan yang lainnya (gambar 3.6). Pada gambar 3.3 menunjukkan posisi puncak dominan berada pada sudut $2\theta = 46,5502^\circ$ dengan 1775 cps. Bentuk susunan kristalnya bisa diamati pada karakterisasi SEM. Berdasarkan analisis XRD, puncak-puncak yang nampak adalah kristal.

Berdasarkan persamaan Bragg $n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$, dapat diperoleh nilai d (jarak antar atom) dengan simulasi pada program Microsoft Excell. Pada tabel 3.1 dapat dilihat hubungan antara rasio molar (x) dengan jarak antar atom (d) dimana kristal NdBaCuO terbentuk pada $2\theta = 46^\circ$.

Tabel 3.1. Hubungan antara Rasio molar (x) dengan Jarak antar atom

Rasio Molar (x)	Jarak antar atom (\AA)
0	11.70
-0.1	11.68
-0.2	11.66
-0.3	11.63

Penentuan nilai d dalam hal ini nilai konstanta kisi-c diperoleh berdasarkan riset "K.Takita et al" yang ditulis oleh Z. Mori, T. Inoue, N. Yokoyama, S. Koba, T. Doi, dan Y. Hakuraku" dalam risetnya yang berjudul "*Effects of Nd-Ba Substitution in sputter deposited $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ (NBCO) thin film*". Dalam risetnya menyatakan bahwa "Kristal NBCO dapat dibedakan dengan konstanta kisi sumbu c bahwa struktur kristalnya *orthorhombic* dengan fase c = 11,80-11,85 \AA dan tetragonal pada fase c = 11,65-11,70 \AA pada studi *bulk* (padatan)". Dengan metode simulasi dengan program Microsoft excel, nilai d yang cocok pada puncak kedua (sudut pantul $2\theta = 46^\circ$).

Berdasarkan tabel 3.1 dapat diketahui bahwa semakin kecil nilai x maka jarak antar atom d NdBaCuO akan semakin kecil. Namun berbanding terbalik dengan riset temuan Mitsumasa Suzuki^a, Yogesh Soman^b, Ed Tarte^b, Peter Berghuis^b, Jan Evetts^b. dengan judul "*Preparation and properties of c-axis-oriented $NdBa_2Cu_3O_7$ films by dc sputtering*" dipublikasikan pada 7 Desember 1998 di *Jurnal Elsevier*. Menyatakan bahwa konstanta kisi-c menurun secara perlahan dengan peningkatan parameter x pada solusi padatan $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$. Konstanta kisi-c yang cocok untuk x=0 diharapkan menjadi 1,173 nm atau 11,73 \AA yang sesuai dengan nilai pada film dengan T_c yang tinggi. Hal ini juga diperkuat oleh Y. Hakuraku,

Z. Mori, S. Koba, N. Yokoyama, T. Doi and T. Inoue dalam risetnya yang berjudul "*Critical parameters in the sputter-deposition of $NdBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ thin films*" menyatakan bahwa sedikit perbandingan mol pada sputtering akan memberikan perbedaan mol Nd-Ba pada sputtering dapat disimpulkan bahwa akan mencapai optimal pada stoikiometrik 1:2.

Pada hasil penelian ini diperoleh konstanta kisi-c 11,70 untuk x=0. Hasilnya menghampiri hasil yang diperoleh dari Z.Mori dkk. Hal ini juga diperkuat oleh hasil SEM x=0 pada gambar 3.6 yang menunjukkan bahwa masih terdapat *spiral growth*. Penumbuhan spiral (*Spiral growth*) mengindikasikan semakin kompak dan mampatnya suatu sampel hal itu mengindikasikan semakin baik homogenitas sampel itu, semakin besar rapat arus yang dimiliki suatu sampel 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^a, Yogesh Soman^b, Ed Tarte^b, Peter Berghuis^b, Jan Evetts^b. dengan judul "*Preparation and properties of c-axis-oriented $NdBa_2Cu_3O_7$ films by dc sputtering*" dipublikasikan pada 7 Desember 1998 di *Jurnal Elsevier*.

Berdasarkan dari nilai d NdBaCuO yang tumbuh pada puncak 2 dengan sudut pantul $2\theta = 46^\circ$, maka FWHM dihitung pada puncak tersebut untuk setiap sampel dan dapat dilihat pada tabel 3.2 berikut:

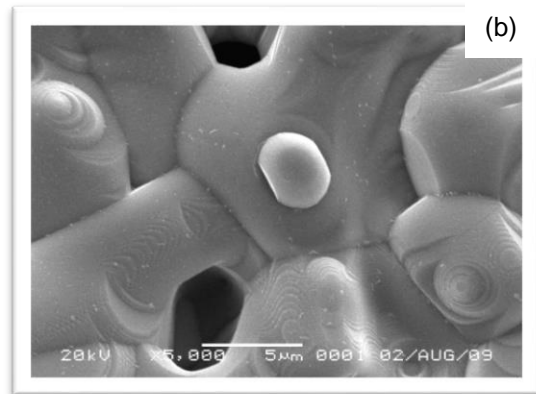
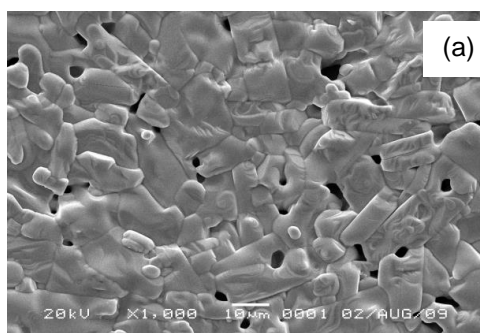
Tabel 3.2 Hubungan antara rasio molar dengan FWHM

Rasio Molar (x)	2 θ ($^{\circ}$)	Intensitas (cps)	Fwhm ($^{\circ}$)
0	46.4502	804	0.230
-0.1	46.3502	548	0.306
-0.2	46.5502	1775	0.320
-0.3	46.7502	324	0.271

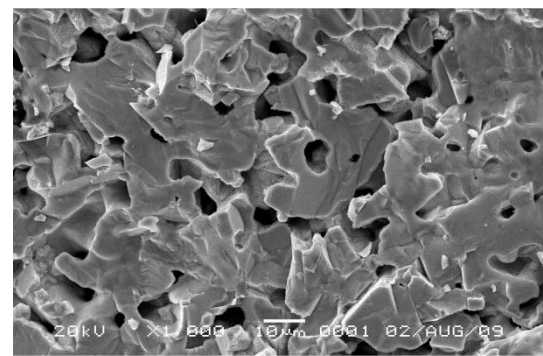
Dari gambar 3.5) terlihat bahwa lebar puncak tidak terlalu besar, hal ini menandakan bahwa jarak antar atomnya semakin kecil atau susunan atomnya lebih rapat. Kualitas kristal dari suatu film tipis dapat diketahui dari besarnya FWHM (*full width at half maximum*) dari puncak bidang fraksi. FWHM menyatakan tingkat *strain* pada film, semakin sempit FWHM maka *strain* yang terbentuk semakin kecil (suryanarayana, 1998). Berdasarkan analisis XRD diperoleh nilai FWHM yang paling kecil yaitu $0,230^{\circ}$ pada sampel $x=0$. Karena nilai FWHM besar, maka kisinya tak homogen dan menandakan bahwa susunan kristalnya tidak teratur. Hal ini disebabkan karena penggerusan yang tidak konstan sehingga homogenitas partikelnya kecil (Suprihatin, 2008). Bentuk susunan kristalnya bisa diamati pada karakterisasi SEM.

3.2 Hasil Karakterisasi SEM (*Scanning Electron Microscope*)

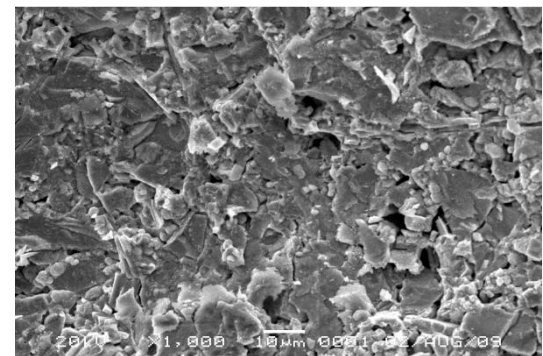
Hasil karakterisasi sampel dengan menggunakan SEM ditunjukkan pada gambar berikut ini.



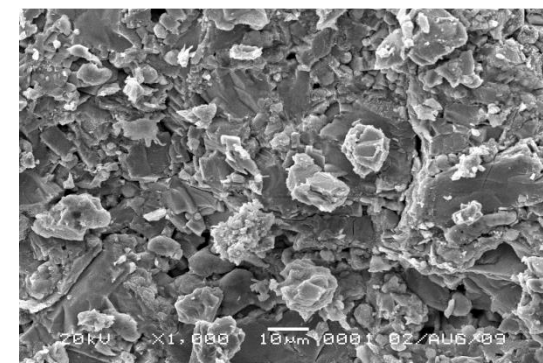
Gambar 3.6 hasil SEM $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ dengan $x=0$ (a) perbesaran 1000x (b) perbesaran 5000x



Gambar 3.7 hasil SEM $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ dengan $x=-0,1$



Gambar 3.8 hasil SEM $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ dengan $x=-0,2$



Gambar 3.9 hasil SEM $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ dengan $x=0$

Pada keseluruhan foto SEM di atas dengan menggunakan tegangan 20 KeV (diukur dengan perbesaran (a) 1.000 kali dengan ukuran butiran kristalnya yang ditunjukkan pada garis putih 5 μm dan (b) 5.000 kali dengan ukuran butiran kristalnya yang ditunjukkan pada garis putih 10 μm).

Terlihat dari variasi molar dengan $x=0$ sampai $x=-0,3$ ukuran butirannya berbeda-beda dan tidak teratur. Pada gambar 3.6 masih terlihat bentuk butiran dan sekat antar butir. Partikel mulai saling melepaskan ikatan (gambar 3.6(b)) seiring dengan berkurangnya nilai x . Sehingga struktur butiran tidak teratur. Hal itu dapat diamati pada gambar 3.7 untuk sampel $x=-0,1$, bentuk butirannya besar berkisar 2 μm sampai 4 μm yang bisa diukur serta ada butiran besar yang tidak bisa diukur karena tidak jelas. Terdapat juga bagian-bagian yang terang pada tepi butiran disebabkan karena nomor atomnya tinggi (gambar 3.7). Terdapat pori yang banyak dan bentuk butiran tidak teratur. Hal ini disebabkan karena penggerusan yang tidak konstan sehingga homogenitas partikelnya kecil (Suprihatin, 2008).

Pada gambar 3.7 dan gambar 3.8, batas antara butiran (*grain boundaries*) tidak terlihat dengan jelas dan struktur kristalnya tidak jelas. Berdasarkan penelitian Z. Mori, T. Inoue, N. Yokoyama, S. Koba, T. Doi, dan Y. Hakuraku^a dalam risetnya yang berjudul “*Effects of Nd-Ba Substitution in sputter deposited $\text{Nd}_{1+x}\text{Ba}_{2-x}\text{Cu}_3\text{O}_7$ (NBCO) thin film*”. Dalam risetnya menyatakan bahwa sampel film dengan Ba yang banyak menunjukkan phase *orthorhombic* sedangkan Nd yang banyak menunjukkan phase *tetragonal*”. Namun struktur *orthorhombic* tidak bisa diamati dengan jelas pada foto SEM karena disebabkan oleh sampel yang dikarakterisasi tidak dipoles. Sehingga

permukaan sampel yang dikarakterisasi tidak halus dan menyebabkan hasil foto SEM yang tidak halus (gambar 3.8 dan 3.9).

Pada gambar 3.6(b), memperlihatkan bahwa masih terdapat penumbuhan spiral (*Spiral growth*). 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 sampel sehingga resistivitasnya semakin kecil. Tujuan kedepannya sebagai aplikasi yaitu bahan paduan tersebut dapat dijadikan sebagai divais dalam rangkaian elektronik. Keterangan tersebut diperkuat dengan hasil penelitian pada film tipis yang ditulis oleh Mitsumasa Suzuki^a, Yogesh Soman^b, Ed Tarte^b, Peter Berghuis^b, Jan Evetts^b. dengan judul “*Preparation and properties of c-axis-oriented $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ films by dc sputtering*” dipublikasikan pada 7 Desember 1998 di *Jurnal Elsevier*.

Pada penelitian ini, yang membedakan dengan riset dari Mitsumasa Suzuki^a, Yogesh Soman^b, Ed Tarte^b, Peter Berghuis^b, Jan Evetts^b dalam judul “*Preparation and properties of c-axis-oriented $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ films by dc sputtering*” adalah metode yang digunakan. Pada penelitian Mitsumasa Suzuki, menggunakan metode *sputtering-dc* sedangkan pada penelitian ini dilakukan dengan metode reaksi padatan yang membutuhkan biaya yang relatif murah dibandingkan dengan metode sputtering. Dalam

penelitian Mitsumasa Suzuki, mereka menganalisis T_c (Temperatur kritis) dari bahan tersebut yang bisa diaplikasikan sebagai divais dalam rangkaian elektronik dengan superkonduktivitas yang dimiliki dari bahan dan penelitian ini bisa ditindaklanjuti dengan menguji temperatur kritisnya agar bisa diaplikasikan juga sebagai divais dalam rangkaian elektronik yang memiliki resistivitas yang kecil atau bahkan hampir tidak ada hambatan. Namun, peneliti hanya membandingkan dengan penelitian sebelumnya dengan mengamati kesamaan sifat dari bahan yang sama.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil di atas dapat disimpulkan sebagai berikut.

- a. Besarnya rasio molar (x) yang diberikan dalam stoikiometri bahan paduan $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ sangat mempengaruhi struktur kristal dilihat dari perubahan lebar dan tinggi puncak hasil spectrum *XRD* serta perubahan jarak antar atom. Semakin kecil nilai rasio molar (x) maka jarak antar atomnya akan semakin kecil dan lebar puncak semakin besar. Struktur kristal $NdBaCuO$ terbentuk pada $2\theta = 46^\circ$ dengan fase tetragonal.
- b. Besarnya rasio molar (x) yang diberikan dalam stoikiometri bahan paduan $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_7$ sangat mempengaruhi morfologi permukaan bahan. Semakin kecil nilai rasio molar (x) maka ukuran butiran semakin tidak merata dan susunannya tidak teratur. Serta penumbuhan *spiral growth* semakin tidak jelas

DAFTAR PUSTAKA

- Darminto. (2008). *Pengantar Kristalografi dan Difraksi Kristal*. Surabaya: Jurusan Fisika FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS).
- Ismunandar. (2004). *Padatan Oksida Logam (Struktur, Sintesis, dan Sifat-Sifatnya)*. Bandung: ITB.
- Ismunandar dan C. Sen. (2006). *Mengenal Superkonduktor*. (Jurnal Online LIPI). November 2, 2009. <http://www.fisikanet.lipi.go.id/utma.cgi>.
- Muhsin, Yulianto. (2006). *Barium*. Desember 19, 2009. Redaksi [chem-is-try.org](http://www.chem-is-try.org). (http://www.chem-is-try.org/tabel_periodik/Barium/).
- Muhsin, Yulianto. (2006). *Tembaga*. Desember 19, 2009. Redaksi [chem-is-try.org](http://www.chem-is-try.org). (http://www.chem-is-try.org/tabel_periodik/tembaga/).
- Muhsin, Yulianto. (2006). *Neodinium*. Desember 19, 2009. Redaksi [chem-is-try.org](http://www.chem-is-try.org). (http://www.chem-is-try.org/tabel_periodik/neodinium/).
- Mori, Z, dkk. (2000). *Effects of Nd-Ba Substitution in sputter deposited $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O$ (NBCO) thin film*. Jurnal of Physica B, 1037-1038.
- Pratapa, S. (2008). *Teori Difraksi dan Identifikasi Fase*. Surabaya: Laboratorium Difraksi Sinar-X, Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat ITS.
- Sartono, Arif. (2006). *X-Ray Diffraction (XRD)*. Jakarta: Departemen Fisika FMIPA Universitas Indonesia.
- Sartono, Arif. (2006). *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. Jakarta: Departemen Fisika FMIPA Universitas Indonesia.
- Scott. *Basics of X-Ray Diffraction*. Juni 30, 2009. (<http://prism.mit.edu/xray>).
- Subaer & Abdul Haris. (2007). *Fisika Material*. Makassar: Badan Penerbit Universitas Negeri Makassar.

- Sugiyarto, K. H. (2001). *Kimia Organik I*. Makassar: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Makassar.
- Sujiono, E. H. (2005). *Mengenal Bahan Superkonduktor*. Makassar: State University of Makassar Press.
- Yaman, Ikhman. (2004). *Efek Perlakuan Temperatur Terhadap Struktur Kristal dan Perubahan Sampel LaAlO₃*. Skripsi UNM. Makassar: Tidak diterbitkan.
- Yundra F, Erfin, dkk. (2000). *Pengaruh Suhu Pembakaran Terhadap Sifat-Sifat Komposit Keramik Alumina-Zirkonia*. Prosiding Simposium Fisika Nasional XVIII, 226- 233.