

51 Juli 2005



PAMLERAN

SELESAI

LAPORAN PENELITIAN DOSEN MUDA
TAHUN ANGGARAN 2002

ANALISIS RIETVELD HASIL DATA DIFRAKTOMETER SINAR-X UNTUK SAMPEL BSCCO FASE 1212

Peneliti:

Drs. BAMBANG SUPRIYANTO, M.Si.
DYAH HIKMAWATI, S.Si., M.Si.

LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA

Dibiayai Oleh Bagian Proyek Peningkatan Kualitas Sumber Daya Manusia

DIP Nomor : 003/XXIII/1/-/2002 Tanggal 1 Januari 2002

Kontrak Nomor : 023/LIT/BPPK-SDM/IV/2002

Ditjen Dikti, Depdiknas

Nomor Urut : 70

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS AIRLANGGA

September, 2002

SUPERCONDUCTORS.

KFC

KK

537.623

Sup

a



LAPORAN PENELITIAN DOSEN MUDA
TAHUN ANGGARAN 2002

ANALISIS RIETVELD HASIL DATA DIFRAKTOMETER SINAR-X UNTUK SAMPEL BSCCO FASE 1212

Peneliti:

Drs. BAMBANG SUPRIYANTO, M.Si.
DYAH HIKMAWATI, S.Si., M.Si.



022103141

MILIK
PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA

3000221033141

LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA

Dibiayai Oleh Bagian Proyek Peningkatan Kualitas Sumber Daya Manusia
DIP Nomor : 003/XXIII/1/--/2002 Tanggal 1 Januari 2002
Kontrak Nomor : 023/LIT/BPPK-SDM/IV/2002
Ditjen Dikti, Depdiknas
Nomor Urut : 70

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS AIRLANGGA

September, 2002



DEPARTEMEN PENDIDIKAN NASIONAL
UNIVERSITAS AIRLANGGA
LEMBAGA PENELITIAN

- | | | |
|--|---------------------------------------|--|
| 1. Puslit Pembangunan Regional | 5. Puslit Pengembangan Gizi (5995720) | 9. Puslit Kependudukan dan Pembangunan (5995719) |
| 2. Puslit Obat Tradisional | 6. Puslit/Studi Wanita (5995722) | 10. Puslit/ Kesehatan Reproduksi |
| 3. Puslit Pengembangan Hukum (5923584) | 7. Puslit Olah Raga | |
| 4. Puslit Lingkungan Hidup (5995718) | 8. Puslit Bioenergi | |

Kampus C Unair, Jl. Mulyorejo Surabaya 60115 Telp. (031) 5995246, 5995248, 5995247 Fax. (031) 596206
E-mail : lpunair@rad.net.id - http://www.geocities.com/Athens/Olympus/6223

IDENTITAS DAN PENGESAHAN
LAPORAN AKHIR HASIL PENELITIAN DOSEN MUDA

1. a. Judul Penelitian:

Analisis Rietveld Hasil Data Difraktometer Sinar-X untuk Sampel BSCCO Fase 1212

b. Macam Penelitian:

2. Kepala Proyek :

- | | |
|-----------------------------|--|
| a. Nama Lengkap dan gelar | : Drs. Bambang Supriyanto, MSc |
| b. Jenis Kelamin | : Laki-laki |
| c. Pangkat/Golongan/NIP | : Penata Muda Tk I/IIIc/ 131 999 643 |
| d. Jabatan sekarang | : Asisten Ahli |
| e. Fakultas/Puslit/Jurusan | : MIPA/Fisika |
| f. Univ./Ins./Akademi | : Universitas Airlangga |
| g. Bidang Ilmu | : Fisika Material |
| 3. Jumlah Tim Peneliti | : 1 orang |
| 4. Lokasi Penelitian | : Laboratorium Fisika Material FMIPA UNAIR |
| 5. Kerjasama Institusi lain | : |
| a. Nama Instansi | : |
| b. Alamat | : |
| 6. Jangka Waktu Penelitian | : 6 bulan |
| 7. Biaya yang diperlukan | : Rp. 6.000.000,00 (enam juta rupiah) |

Surabaya, Oktober 2002

Mengetahui,
Dekan Fak./Puslit MIPA
Universitas Airlangga

Kepala Peneliti,

Drs. Latief Burhan, MSc
NIP. 131 355 371

Drs. Bambang Supriyanto, MSc
NIP. 131 999 643

Menyetujui,
Kepala Lembaga Penelitian UNAIR

Prof. Dr. H. Sarmanu, M.S.
NIP 130 701 125

RINGKASAN PENELITIAN

ANALISIS RIETVELD HASIL DATA DIFRAKTOMETER SINAR-X UNTUK SAMPEL BSCCO FASE 1212

(Bambang Supriyanto, Dyah Hikmawati, 2002, 37 hal.)

Analisis Rietveld dengan bantuan program GSAS dapat digunakan untuk menganalisis struktur kristal bahan hasil data Difraktometer Sinar-X (XRD). Di bidang superkonduktor analisis struktur ini sangat penting karena berkait erat dengan superkonduktivitas

Tujuan penelitian ini adalah menganalisis struktur kristal bahan superkonduktor fase tunggal BSCCO-1212 menggunakan metode Reitveld dengan bantuan perangkat lunak GSAS. Hasilnya akan diperoleh parameter struktur meliputi posisi atom, konstanta kisi, volume sel satuan sudut kristal, grup ruang dan sebagainya, yang akan menjelaskan sifat fisis yang terukur.

Penelitian ini dimulai dengan sintesis bahan superkonduktor BSCCO-1212 dengan komposisi $[(\text{Bi}_{1-x}\text{Mo}_x)_{0,33}\text{Cu}_{0,67}]\text{Sr}_2\text{YCu}_2\text{O}_y$ dengan $x = 0,7$ disinter 40 dan 80 jam, dan $x = 1$ disinter selama 20 jam dan 60 jam. Sintesis dilakukan melalui reaksi padatan dengan proses pencampuran basah. Proses sintesis meliputi penimbangan, pencampuran basah, pengeringan uap air, pengeringan furnace, kalsinasi, sintering aniling oksigen. Bahan yang dicampur Bi_2O_3 (99,99%), SrCO_3 (99%), CuO (99,99%), MoO_3 (99,99%), Y_2O_3 (99,99%) dengan pelarut HNO_3 65% dan aquades. Suhu sintering 990°C . Hasilnya dikarakterisasi dengan XRD, SEM/EDAX, pengukuran ρ -T.

Hasil sintesis berupa fase tunggal-1212 dengan fraksi volume 94-100%. Hasil pengukuran ρ -T menunjukkan adanya gejala awal superkonduktivitas dengan munculnya temperatur *on set*, $T_{c,on}=40\text{K}$. Hasil foto SEM menunjukkan ukuran butir $2\text{-}6\mu\text{m}$ dengan distribusi butir kurang merata. Hasil perhitungan EDAX menunjukkan komposisi yang masih ada kelebihan (Bi,Mo,Cu) sebesar 1%, Sr 30%, Y 45%. Sampel $x = 1$ juga ada kelebihan (Mo,Cu) 8%, Sr 45% dan Y 80%. Hasil Refinement spektrum menunjukkan kecocokan dengan data yang dimasukkan. Hasil refinement posisi atom, dan konstanta kisi menghasilkan nilai



reliabilitas yang dengan harga $< 20\%$ yaitu 0,1705 (18%) dan 0,1779 (18%) serta 0,1997 (19%).

Hasil analisis Rietveld tidak memunculkan posisi O(4) pada sampel $x=0,7$, Bahan superkonduktor okupansi O(4) harus lebih dari 0,5 dan arak O(2) ke Cu(2) antara 2,15Å sampai 2,21Å Pada $x=0,7$ O(4) tidak muncul dan jarak O(2) ke Cu(2)nya hanya 0,2552Å dan 0,21622Å. Pada $x=1$ okupansi O(4) hanya 0,2 dan 0,3 jaraknya 1,23073Å dan 1,93229Å, karena itulah T_{c0} -nya tak terukur.

Pada penelitian selanjutnya perlu sering latihan menganalisis dengan GSAS. Sintesis sampel ini perlu penganilan oksigen lebih lama dari 20 jam agar superkonduktivitasnya lebih baik.

(L.P. Universitas Airlangga. Kontrak Nomor023/LIT/BPPK-SDM/IV/2002 tanggal 1 Januari 2002)

SUMMARY

**Title: RIETVELD ANALYSIS OF X-RAY POWDER DIFFRACTION
PATTERNS OF PHASE-1212 BSCCO SYSTEM**

Bambang Supriyanto, Dyah Hikmawati

Departement of Physics

Faculty of Mathematics and Sciences, Airlangga University

Rietveld Analysis with GSAS Program very useful to analyze materials crystal structure. The analysis is very important in materials superconductor because there's relationship with superconductivity.

The aims of this study is analysis of superconductivity of BSCCO-1212 system crystal structure analyze by Rietveld method and GSAS software. The result obtained structure parameters like atoms position lattice constants, cell volume, space group and reliability factor. The parameters will explained superconductivities.

The started by synthesise via solid solution samples of BSCCO-1212 phase with nominal composition of BSCCO-1212 $[(\text{Bi}_{1-x}\text{Mo}_x)_{0,33}\text{Cu}_{0,67}]\text{Sr}_2\text{YCu}_2\text{O}_y$ with $x = 0,7$ sintering 40h and 80h and $x = 1$ sintering 20h and 60h. The samples prepared from Bi_2O_3 (99,99%), SrCO_3 (99%), CaCO_3 (99,99%), CuO (99,99%), MoO_3 (99,99%), Y_2O_3 (99,99%) solved in HNO_3 65% and aqua by conventional mixing technique and processing samples is heating, calcining, sintering on 990°C and oxygen annealing. The samples characterized by XRD, SEM/EDAX., ρ -T measurement and refinement XRD patterns analyzed by GSAS.

The result of synthesise the samples is single phase-1212 about 94-100%. The transition temperature on set of 40 K is observed in sample $x=0,7$ and the mikro structure observed about $2\text{-}6\mu\text{m}$ and the SEM photo showed inhomogeneities grains distribution. From EDAX data, sample composition of $x= 0,7$ calculated get to much (Bi,Mo,Cu) 1%, Sr 30% and Y 45% and $x=1$ sample too much (Mo,Cu) 8%, Sr 45% and Y 80%. All samples measuring by XRD and the XRD patterns refinement by GSAS and obtained lattice constant, atom position, cell

dimensions, space group The factor reliability is 17%-19%, this value match enough with input parameters crystal BSCCO-1212 standard, and the reliability factor of refinement atom position $<20\%$.

Occupancy of O(4) $<0,5$ and distance O(2) to Cu(2) $<2,15$, explain superconductivity, so transition temperature of superconductor, $T_{c,0}$ is absent.

In the next study we usually exercise analysis by GSAS and for this samples need investigate influence annealing O_2 to increase it in crystal structure so development of superconductivity.

(L.P Universitas Airlangga, Kontrak Nomor 023/LIT/BPPK-SDM/IV/2002
tanggal 1 Januari 2002)

KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah yang telah melimpahkan Rahmat dan HidayahNya sehingga penelitian dengan judul :

**“ANALISIS RIETVELD HASIL DATA DIFRAKTOMETER SINAR-X
UNTUK SAMPEL BSCCO FASE 1212”**

ini dapat diselesaikan.

Kami mengucapkan banyak terima kasih kepada Dirjen Dikti yang telah menyediakan dana sehingga penelitian ini dapat terlaksana, rekan-rekan dan karyawan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Terima kasih juga kami ucapkan kepada Bapak Darminto dan Bapak Agung Nugroho atas bantuan pengukuran kurva p - T di cryogenic dan diskusi-diskusinya. Semoga segala amal diterima oleh Allah Subhanahu wa ta'ala.

Penelitian ini masih jauh dari sempurna, karena itu kritik dan saran sangat kami harapkan untuk kesempurnaan penulisan berikutnya.

Surabaya, Oktober 2002

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN.....	ii
RINGKASAN DAN SUMMARY.....	iii
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR GAMBAR / ILUSTRASI.....	x
I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Penelitian.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
II. TINJAUAN PUSTAKA.....	3
2.1 Pendahuluan.....	3
2.2 Struktur kristal sistem BSCCO fase 1212.....	4
2.3 Analisis Rietveld.....	5
2.4 Program GSAS.....	9
III. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN.....	11
3.1 Tujuan Penelitian.....	11
3.2 Manfaat penelitian.....	12
IV. METODE PENELITIAN.....	13
4.1 Bahan dan Peralatan sintesis.....	13
4.2 Proses Sintesis.....	14
4.3 Karakterisasi.....	16
V. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	20
5.1. Hasil Karakterisasi Pola Difraksi Sinar X.....	20
5.2 Hasil Pengukuran Resistivitas Fungsi Suhu.....	23
5.3. Hasil Perekaman Foto SEM dan EDAX.....	25
5.4. Hasil Refinement Data XRD.....	27
5.5. Hasil Refinement Posisi Atom dan Parameter kisi.....	30
5.6 Pembahasan.....	32
VI. KESIMPULAN DAN SARAN.....	35
6.1 Kesimpulan	35
6.2 Saran	36
DAFTAR PUSTAKA.....	37
LAMPIRAN.....	38

DAFTAR TABEL

Tabel 5.1a Fraksi volume fase-1212 sampel $x=0,7$ disinter selama 40 jam dan 80 jam.....	23
Tabel 5.1b Fraksi volume fase-1212 sampel $x=1$ disinter selama 20 jam dan 60 jam.....	23
Tabel 5.2 Perhitungan komposisi dengan EDAX dari sampel $x=0,7$ disinter selama 40 jam dan $x=1$ disinter selama 60 jam.....	26
Table 5.3 Konstanta kisi , volume sel satuan dan R_{wp} , R_p sampel hasil analisis Rietveld.....	32

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Kristal BSCCO-1212	5
Gambar 4.1 Diagram sintesis sampel dengan metode reaksi padatan melalui proses pecampuran basah.....	15
Gambar 5.1a Hasil karakterisasi XRD sampel $x = 0,7$ sintering 40 jam.....	21
Gambar 5.1b Hasil karakterisasi XRD sampel $x = 0,7$ sintering 80 jam	21
Gambar 5.1c Hasil karakterisasi XRD sampel $x = 1$ sintering 20 jam	22
Gambar 5.1d Hasil karakterisasi XRD sampel $x = 1$ sintering 60.....	22
Gambar 5.2 kurva p -T sampel $x=0,7$ sintering 20 jam.....	24
Gambar 5.3a Hasil foto SEM dari sampel dengan $x = 0,7$ sintering 40 jam.....	25
Gambar 5.3b Hasil foto SEM dari sampel dengan $x = 1$ sintering 60 jam.....	25
Gambar 5.4 Hasil pengukuran EDAX sampel $Pb=0,7$ sintering 40 jam.....	26
Gambar 5.5a Hasil Refinement spectrum XRD sampel $x = 0,7$ sintering 40 jam...	28
Gambar 5.5b Hasil Refinement spectrum XRD sampel $x = 0,7$ sintering 80 jam..	28
Gambar 5.5c Hasil Refinement spectrum XRD sampel $x = 1$ sintering 20 jam....	29
Gambar 5.5d Hasil Refinement spectrum XRD sampel $x = 1$ sintering 60 jam.....	29
Gambar 5.6a Hasil Refinement posisi atom dan konstanta kisi sampel $x = 0,7$ sintering 40	30
Gambar 5.6b Hasil Refinement posisi atom dan konstanta kisi sampel $x = 0,7$ sintering 80 jam.....	30
Gambar 5.6c Hasil Refinement posisi atom dan konstanta kisi sampel $x = 1$ sintering 20 jam.....	31
Gambar 5.6c Hasil Refinement posisi atom dan konstanta kisi sampel $x = 1$ sintering 60 jam.....	31