

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 TEMPAT PENELITIAN

Penelitian dilakukan di Laboratorium Fisika Zat Padat, Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Diponegoro, Semarang.

#### 3.2 ALAT DAN BAHAN

##### 3.2.1 Alat Penelitian

1. Satu set piranti sinar X tipe Leybold Detatic GMBH

Berupa difraktometer sinar X dengan target Molybdenum. Alat ini telah dikembangkan dengan memberi perangkat tambahan berupa pengatur sudut detektor menggunakan motor langkah tipe unipolar permanen magnet 12 volt  $1,8^\circ$  per langkah yang dikendalikan dengan menggunakan sistem pengendali mikro 8031.

2. Rate meter

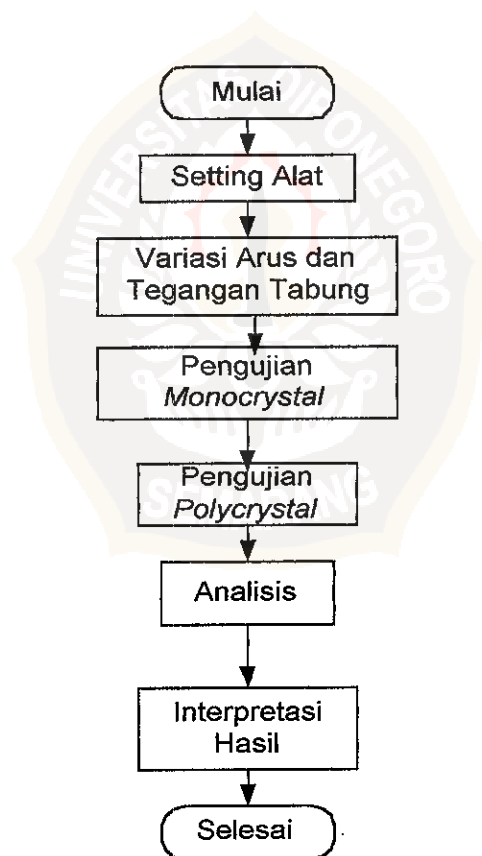
Alat yang digunakan untuk mengukur intensitas sinar X.

##### 3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah: *monocrystal* berupa *sodium chloride* (NaCl) dan *polycrystal* berupa *barium ferrite* [ $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ].

### 3.3 TAHAPAN PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen. Dimulai dengan mempersiapkan atau menyeting alat yaitu dengan menguji difraktometer sinar X dengan mengukur intensitas radiasi sinar X tanpa menggunakan bahan uji dengan memposisikan motor langkah pada sudut langkah tertentu. Sehingga dapat diketahui apakah motor langkah berjalan tepat pada posisi sudut yang telah ditentukan yaitu keluaran sudut yang tertera pada *keypad* adalah sama dengan pergerakan jarum pada difraktometer sinar X. Selanjutnya dilakukan tahapan seperti diperlihatkan pada gambar 3-1.



Gambar 3-1. Diagram blok penelitian

### 3.3.1 Pengujian terhadap tegangan dan arus tabung

Untuk mengetahui gambaran akurasi difraktometer sinar X dilakukan pengujian bahan yang pengoperasiannya dengan memvariasikan tegangan tabung dari 60 kV, 70 kV, dan 80 kV menggunakan arus emisi tetap 1 mA. Kemudian dilakukan pula pengujian dengan memvariasikan arus emisi dari 0,2 mA sampai 1 mA dengan menggunakan tegangan tabung yang tetap 60 kV. Tujuannya adalah untuk mengetahui tegangan dan arus tabung difraktometer sinar X Leybold Didactic GMBH dapat menghasilkan pola difraksi yang paling maksimal dengan bentuk spektrum yang terbaik dan dapat mencakup lebih banyak puncak difraksi dari bahan uji.

### 3.3.2 Pengujian terhadap bahan *monocrystal* dan *polycrystal*

Pengujian keakurasian difraktometer sinar X tipe Leybold Didactic GMBH dengan menggunakan bahan uji, dilakukan dengan *step counting* yaitu dengan mencatat intensitas tiap langkah sudutnya secara otomatis untuk setiap kenaikan sudut  $2\theta$  sebesar  $0,05^\circ$  dengan waktu pencacahan tiap langkahnya dipilih 10 detik. Pencacahan dimulai dari sudut  $2\theta = 5^\circ$  sampai  $60^\circ$ , tidak dimulai dari sudut  $2\theta = 0^\circ$  karena pada range sudut  $2\theta = 0^\circ$  sampai  $5^\circ$  ini intensitas lebih dipengaruhi oleh hamburan balik yaitu menunjukkan pola difraksi berupa *back-scattering* yang merupakan pola difraksi tidak sesungguhnya dari bahan uji itu sendiri. Sehingga dari sudut  $2\theta = 5^\circ$  ini yang merupakan sudut paling efisien untuk memulai dalam pengujian struktur kristal suatu bahan uji (Ardianto, 2002).

Langkah dalam pengujian bahan adalah pertama diuji bahan *monocrystal* berupa NaCl dengan melakukan variasi terhadap tegangan dan arus emisi tabung seperti yang telah dijelaskan sebelumnya. Selanjutnya dilakukan pengujian terhadap bahan *polycrystal* berupa *barium feritte* [BaO.6(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)], untuk bahan uji jenis ini hanya dilakukan pada arus tabung 0,8 mA dan 1 mA. Tidak dilakukan pengujian pada arus tabung yang lebih kecil karena pada arus tabung ini akan dihasilkan pola difraksi yang berimpit antara puncak maksimum satu dengan puncak maksimum lainnya sehingga sudut antar puncak yang satu dengan yang lain sulit untuk diamati.

Dipilihnya *polycrystal* berupa BaO.6(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) karena bahan jenis ini telah diuji sebelumnya, dan mempunyai pola difraksi yang banyak. Proses pembuatannya melalui tahap kompaksi dan sintering. Kompaksi dan sintering dilakukan di Laboratorium Ilmu dan Bahan Jurusan Teknik Mesin UNDIP. Kompaksi dilakukan menggunakan cetakan dengan diameter 1,8 cm tebal 0,8 cm dan tekanan kompaksi ± 2 ton gaya. Selanjutnya bahan disinter pada suhu 1180°C selama 15 menit, temperatur kemudian diturunkan menjadi 750°C yang ditahan selama 2 jam. Tujuannya adalah untuk *recovery* yaitu pemulihan kembali sehingga didapatkan butiran-butiran padat dengan ukuran besar. Dan temperatur diturunkan menjadi 450°C ditahan 10 menit dan diturunkan ke temperatur kamar kembali.

### 3.3.3 Pengujian terhadap perangkat difraksi lain

Setelah bahan uji baik berupa *monocrystal* maupun *polycrystal* diujikan pada difraktometer sinar X tipe Leybold Didactic GMBH, kemudian bahan diujikan kembali pada perangkat difraksi lain yang dianggap lebih baik dengan hasil yang dapat dipertanggungjawabkan. Pengujian ini dilakukan pada Pusat Penelitian Sains Materi - BATAN Serpong, menggunakan difraktometer sinar X merk Shimadzu tipe XD 610 dengan target yang digunakan adalah logam Cu. Pencacahan dimulai pada sudut  $2\theta = 5^\circ$  sampai  $70^\circ$ , dengan kenaikan sudut perlangkah adalah  $0,054^\circ$ , menggunakan arus tabung 30 mA dan tegangan tabung 20 kV. Pengujian ini dilakukan secara otomatis dengan waktu pencacahan perlangkah adalah 1 detik. Dalam pengujian ini sebelumnya dilakukan proses difraksi kontinu untuk mencari kira-kira posisi puncak yang akan diamati.

### 3.3.4 Analisis hasil pengujian

Analisis hasil dilakukan dengan membandingkan data hasil dari semua pengujian yaitu pola-pola difraksi dari bahan uji berupa puncak-puncak maksimum terhadap pergeseran sudut difraksinya. Karena pada pengujian bahan baik pada difraktometer sinar X tipe Leybold Didactic GMBH maupun pada difraktometer sinar X merk Shimadzu tipe XD-610 menggunakan sumber radiasi yang berbeda, maka data hasil pengujian dari perangkat difraksi sinar X merk Shimadzu tipe XD-610 dengan sumber radiasi Cu dikonversikan ke dalam data sumber radiasi Mo menggunakan persamaan (2-5).

Kemudian data hasil dari semua pengujian dan data hasil konversi dibandingkan juga dengan data yang ada pada JCPDS (*International Centre for Diffraction Data*). Pada JCPDS tidak tersedia data untuk *polycrystal*  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  dengan sumber radiasi Mo, maka data dikonversikan ke dalam data dengan sumber radiasi Mo menggunakan persamaan (2-5).

### 3.3.5 Analisis terhadap penentuan parameter kisi pada *monocrystal*

Penentuan atau pengukuran parameter kisi pada *monocrystal* yaitu dengan membuat grafik linier dari persamaan (2-9) dengan sumbu x adalah  $(h^2+k^2+l^2)$  dan sumbu y adalah  $\sin^2\theta$ . Parameter kisi dapat ditentukan dengan mencari gradien dari grafik linier tersebut.

Dari puncak-puncak difraksi juga dapat dianalisis dengan memprediksi ukuran ketebalan kristal yaitu pada *monocrystal*. Ukuran ketebalan kristal dapat ditentukan dengan menggunakan metode Debye Scherrer seperti yang diperlihatkan dalam persamaan (2-7). Dari kedua analisis ini dapat diketahui kemampuan difraktometer sinar X Leybold Didactic GMBH untuk analisis suatu bahan.