

## BAB III

### METODE PENELITIAN

3.1. Pengambilan unsur Yttrium ( Y ) dari pasir xenotim dengan proses ekstraksi.

3.1.1. Bahan-bahan :

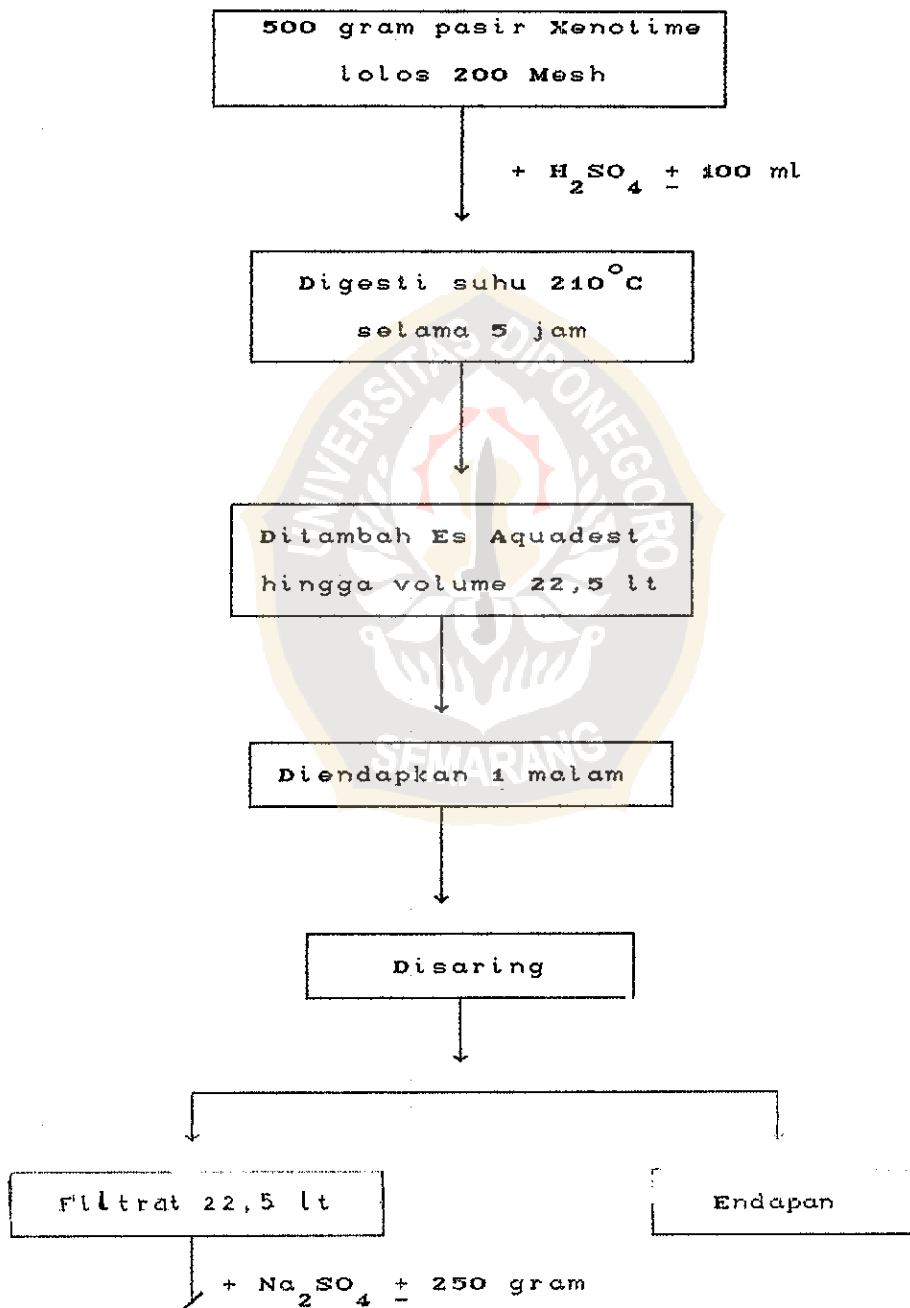
1. Pasir xenotim lolos 200 mesh
2.  $H_2SO_4$  teknis
3.  $Na_2SO_4$
4.  $NH_4OH$  ( amoniak )
5. NaOH
6.  $HNO_3$
7.  $Al(NO_3)_3$
8. HCl
9.  $C_2H_3O_2 \cdot 2H_2O$  ( asam asetat )
10. Etanol
11. Aquadest

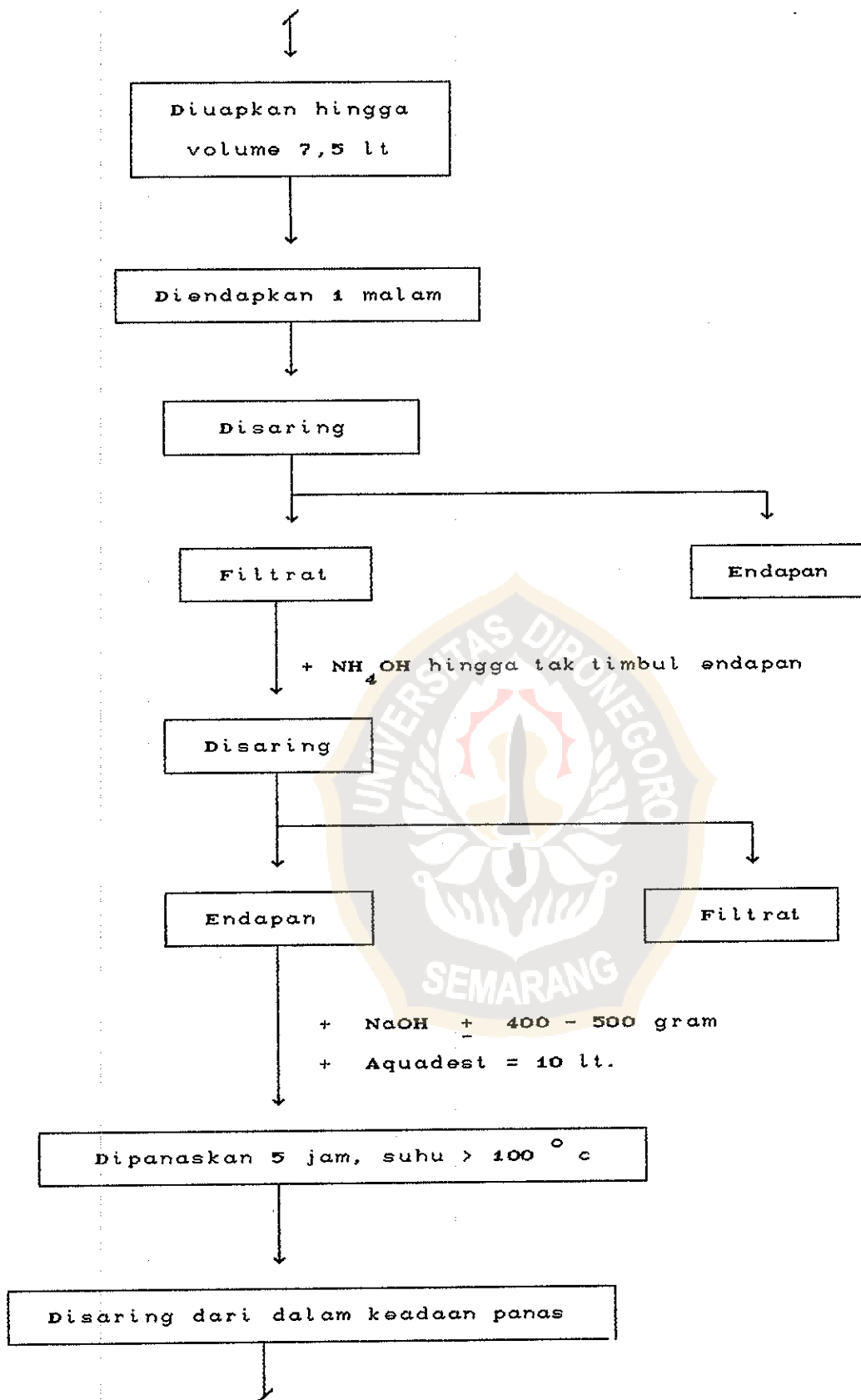
3.1.2. PERALATAN

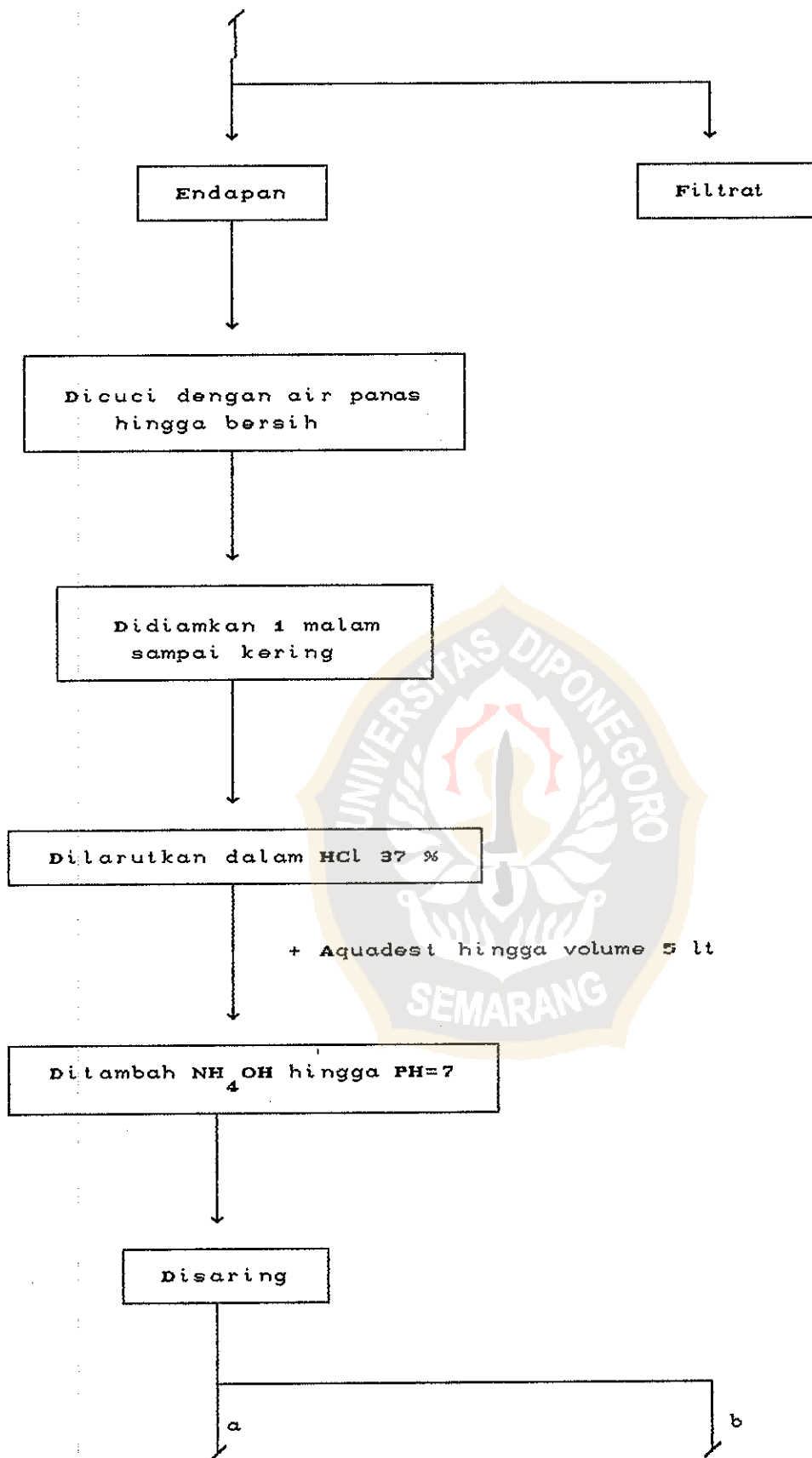
1. Alat-alat gelas laboratorium : gelas beker, gelas ukur, gelas labu, pipet dll.
2. Pemanas ( hotplate ) dan magnet pengaduk.
3. Kertas saring, saringan, pompa pengisap.
4. Termometer.
5. Kertas PH merk
6. Oven.

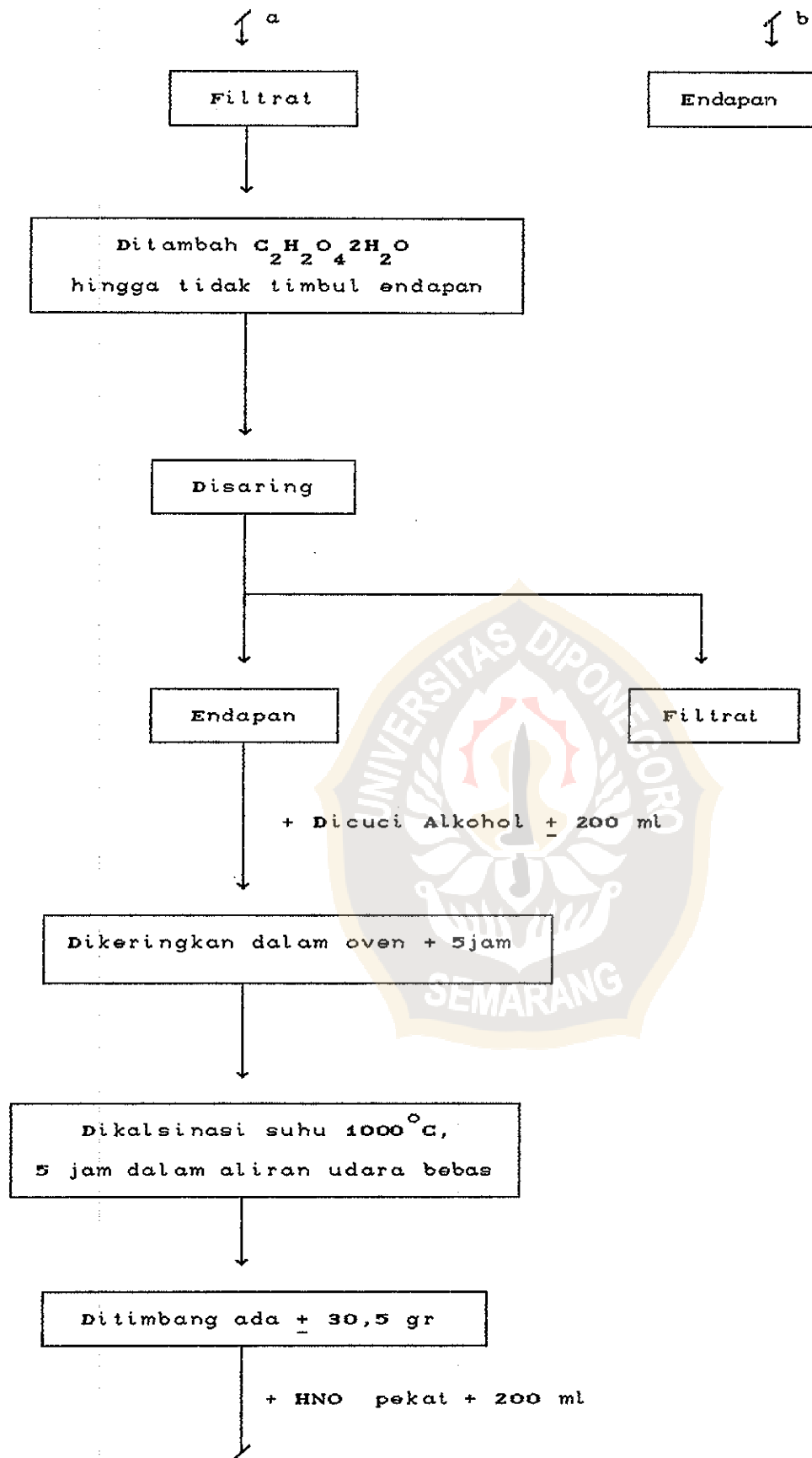
7. Pemanas furnace N3R.
8. Timbangan sartorius

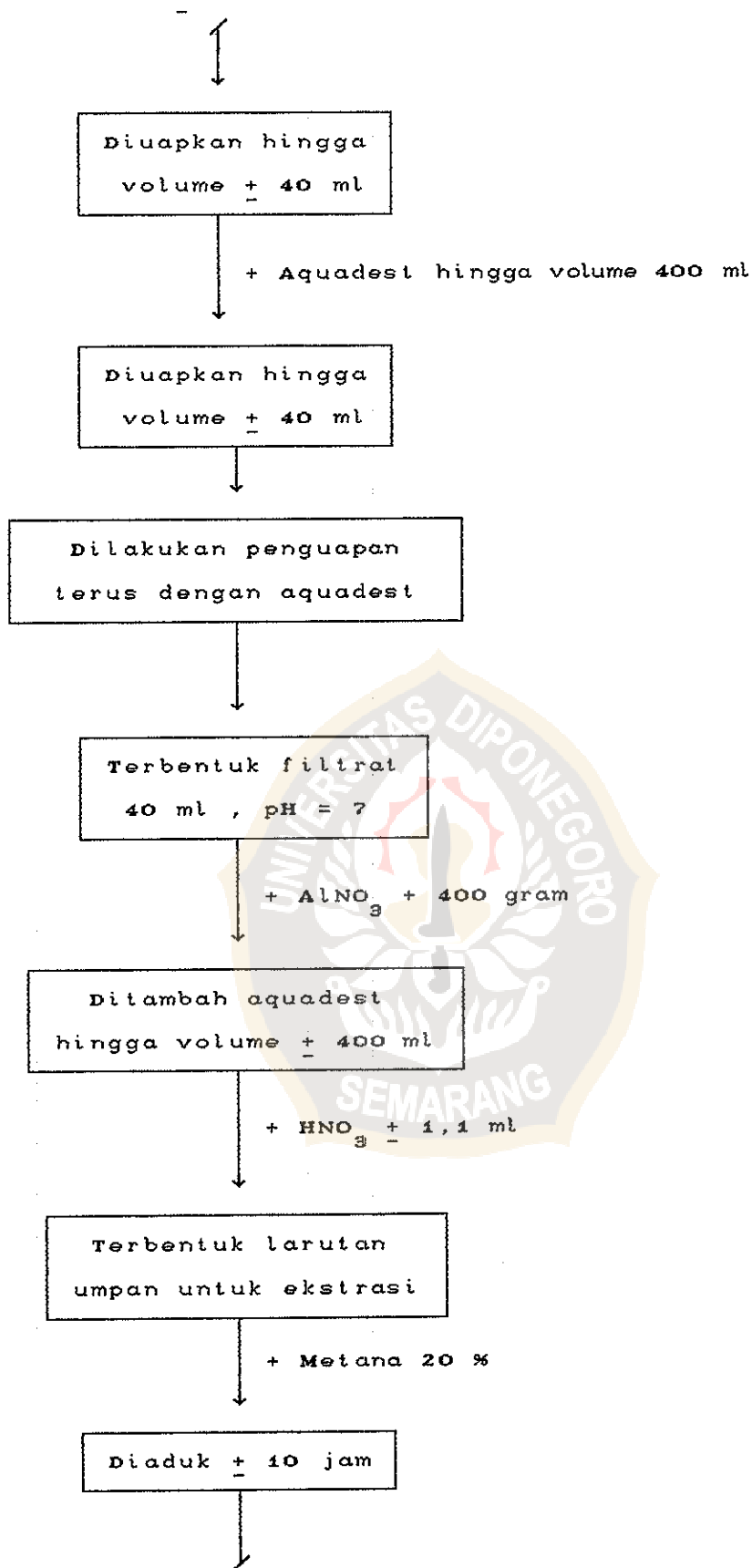
### 3.1.3 Diagram alir pengambilan yitrium dari pasir xenotim dengan proses ekstraksi.

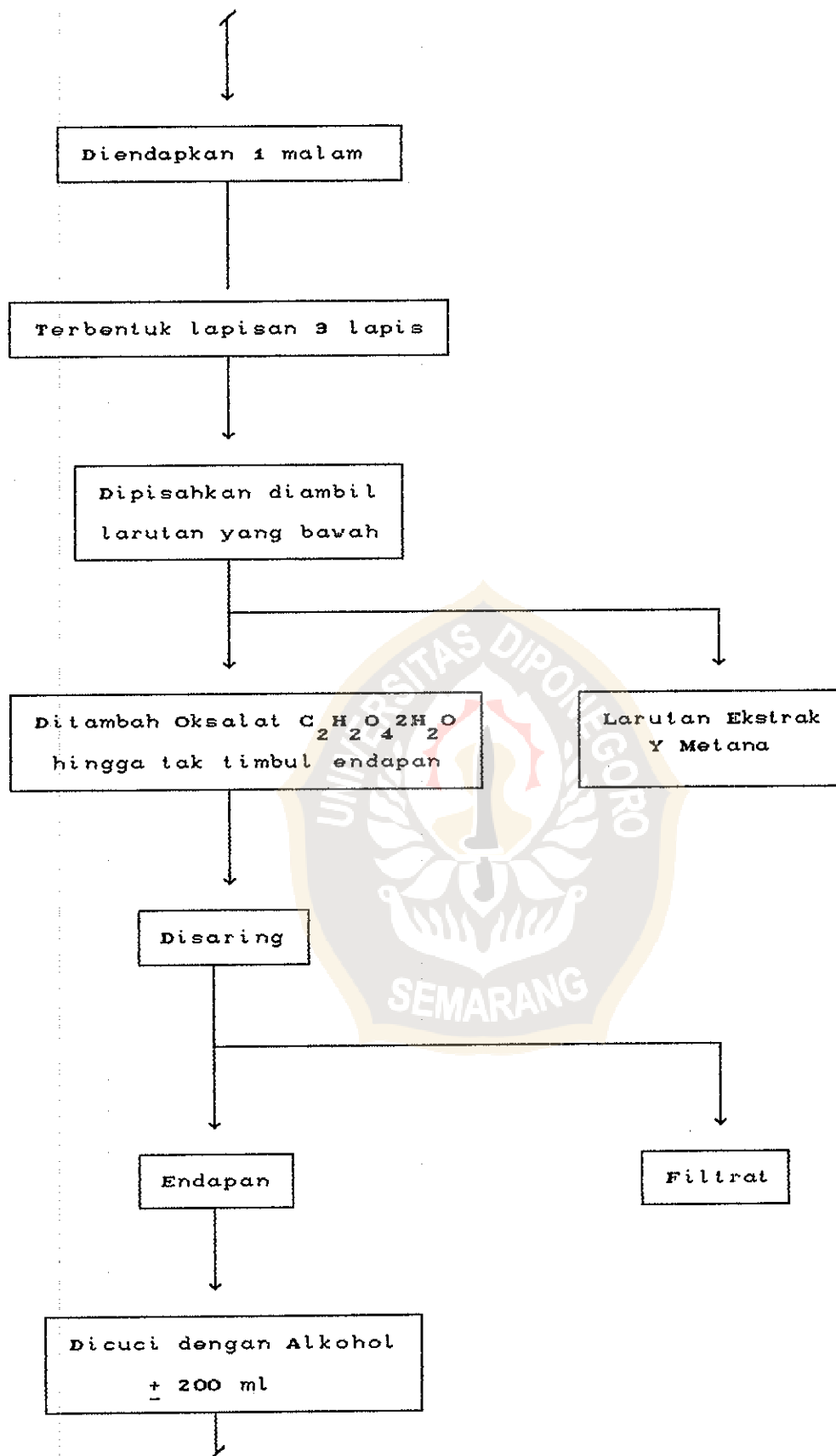


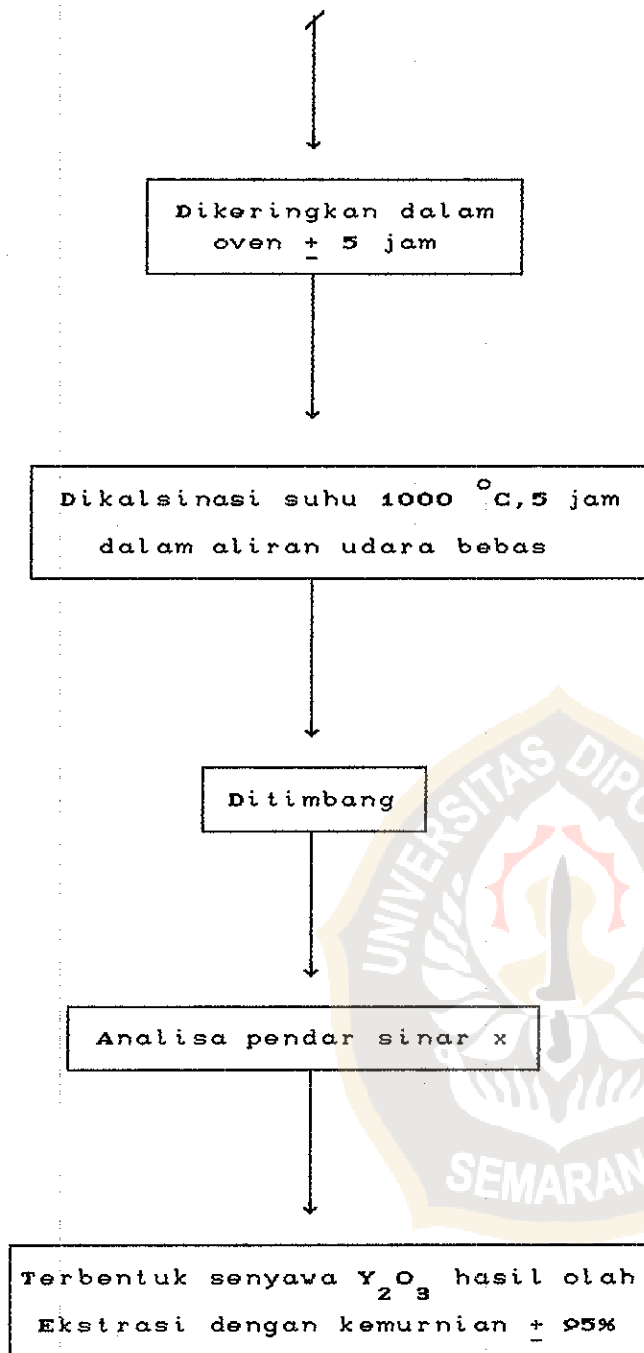












Gambar 2.1 Diagram Alir Pembuatan Senyawa Yttrium Oksida ( $Y_2O_3$ ) Dari Pasir Xenotime Dengan Proses Ekstraksi.



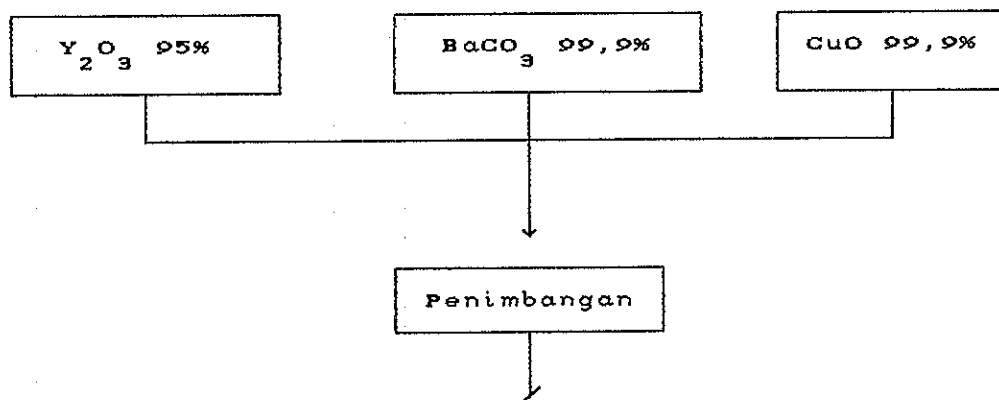
### 3.2. Sintesa Senyawa Superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

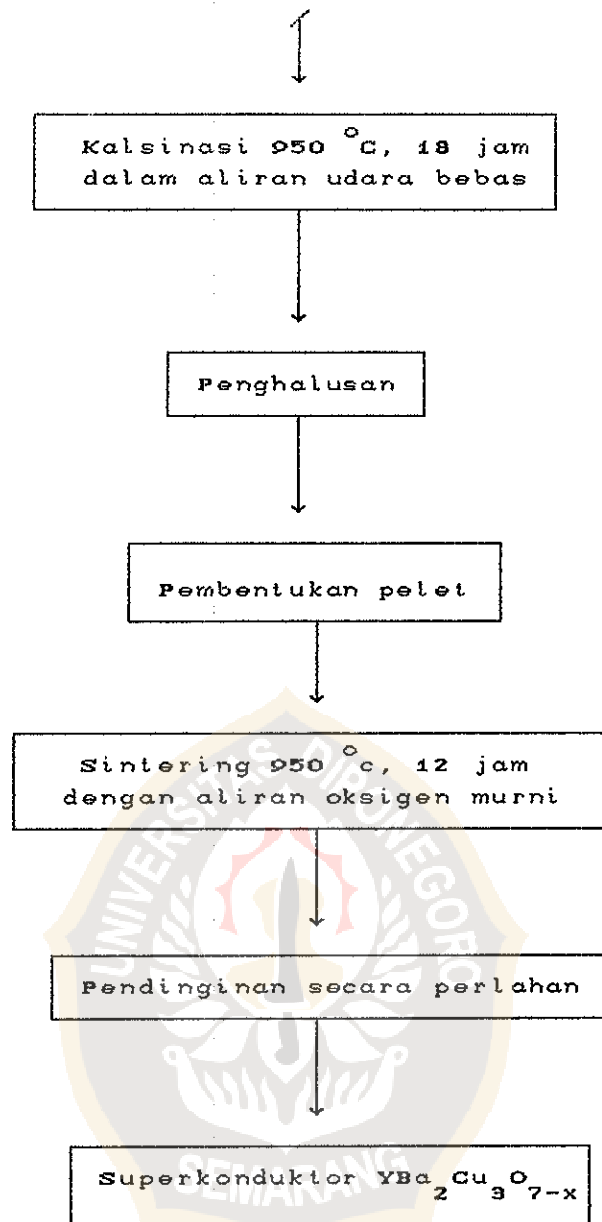
#### 3.2.1. Alat Dan Bahan

1. Magnetik stirrer dan hotplate
2. Alat-alat gelas laboratorium : gelas beker, gelas ukur dll.
3. Pemanas furnace naber N3R
4. Alat cetak pelet perkin elmer kbr die
5. Serbuk  $Y_2O_3$  dari hasil olah ekstraksi (95 % ) ,  
 $BaCO_3$  ( 99,9 % ),  $CuO$  ( 99,9 % )
6. Etanol

#### 3.2.2. Preparasi sampel superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

Pembuatan sampel superkonduktor  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  terdiri dari beberapa tahapan yaitu penimbangan bahan baku, pencampuran, kalsinasi, penghalusan, pembuatan pelet, sintering dan pendinginan secara perlahan-lahan. Adapun tahapan-tahapan tersebut terlihat pada diagram alir dibawah ini.





Gambar 3.2. Diagram alir pembuatan senyawa superkonduktor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

### 3.2.2.a Penimbangan bahan baku.

Senyawa superkonduktor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  yang terbentuk merupakan sintesa kimia dengan bahan dasar terdiri dari  $\text{Y}_2\text{O}_3$  dari hasil olah ekstraksi dengan kemurnian ( 95% ),

$\text{BaCO}_3$  ( 99,9% ) dan  $\text{CuO}$  ( 99,9% ). Reaksi pembentukannya adalah



Dalam penelitian ini akan dibuat 40 gram  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  sehingga perbandingan mol bahan adalah sebagai berikut :

Mol $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$	=	$\frac{\text{gram}}{\text{BM}}$	=	$\frac{40 \text{ gram}}{658,1939}$	=	0,0608
Mol $\text{Y}_2\text{O}_3$	=	$\frac{1}{2} \times$		0,0608	=	0,0304
Mol $\text{BaCO}_3$	=	$2 \times$		0,0608	=	0,1215
Mol $\text{CuO}$	=	$3 \times$		0,0608	=	0,1823

Dengan rumus

$$\text{Berat} = \text{mol} \times \text{BM}$$

Berat $\text{Y}_2\text{O}_3$	=	0,0304	x	225,8099	=	6,8263 gram
Berat $\text{BaCO}_3$	=	0,1215	x	195,3362	=	23,7412 gram
Berat $\text{CuO}$	=	0,1823	x	79,5542	=	14,5035 gram

### 3.2.2.b Pencampuran

Ketiga bahan dasar itu dicampur dengan etanol ( ethyl alcohol ). Etanol ini tidak akan bereaksi dengan ketiga bahan dasar tersebut karena etanol mempunyai ikatan yang kuat antara R-OH. Disamping itu juga alkohol mempunyai sifat mudah menguap. Jadi etanol disini berfungsi sebagai media pencampur ketiga bahan dasar tersebut. Pencampuran

dilakukan dengan pengadukan selama 20 jam agar dapat bercampur sehomogen mungkin sehingga struktur perovskite terbentuk. Struktur perovskite adalah struktur dasar dari senyawa superkonduktor. Pada tahap selanjutnya adalah pengeringan dilakukan untuk menguapkan etanol. Pada tahap pengirangan ini bahan dimasukkan dalam oven dengan suhu  $+80^{\circ}\text{C}$ .

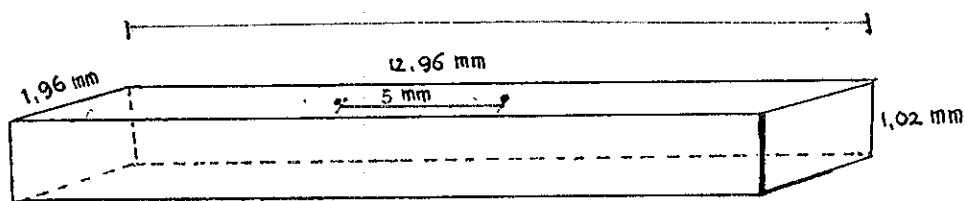
### 3.2.2.c Kalsinasi

Setelah kering bahan tersebut dikalsinasi. Kalsinasi adalah proses pemanasan pada suhu tinggi. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan senyawa-senyawa karbonat, air, nitrat yang diuraikan menjadi fase gas. Proses kalsinasi dilakukan pada suhu  $950^{\circ}\text{C}$  dengan aliran udara bebas selama 18 jam ( Sukirman, E., 1991 ). Diharapkan bahan dasar membentuk senyawa  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  tetragonal. Kemudian bahan dasar tersebut didinginkan secara perlahan-lahan. Bahan diambil dari pemanas ketika telah mencapai suhu kamar.

### 3.2.2.d Penghalusan dan pembentukan pelet

Setelah serbuk dikalsinasi, terlihat serbuk yang menggumpal, serbuk yang menggumpal ini harus diratakan dengan cara menggerus kembali, ini dilakukan agar sampel yang dibuat memiliki kerapatan yang tinggi. Langkah selanjutnya adalah pembuatan pelet, serbuk dimasukkan ke dalam cetakan elmer KBr die dengan diameter 1,3 cm tebal  $\pm$

2 mm lalu ditekan. Besarnya tekanan harus diperhitungkan secara cermat karena tekanan yang terlalu kecil mengakibatkan kerapatan sampel kurang, tekanan yang terlalu besar mengakibatkan sampel pecah. Pada percobaan ini sampel ditekan dengan tekanan 10 ton.



Gambar 3.3. Sampel/pelet Superkonduktor

### 3.2.2.e Sintering

Setelah pelet superkonduktor terbentuk proses selanjutnya adalah proses sintering yaitu pemanasan pada suhu tinggi pada pelet superkonduktor dengan aliran Oksigen murni  $\frac{1}{8}$  liter per menit. Suhu pada proses sintering ini adalah  $950^{\circ}\text{C}$  selama 12 jam. Setelah selama 12 jam suhu diturunkan perlahan-lahan di dalam pemanas dan dijaga tetap pada suhu  $750^{\circ}\text{C}$  dan  $500^{\circ}\text{C}$  selama masing-masing 1 jam, kemudian suhu diturunkan terus secara perlahan-lahan. Pada proses sintering ini oksigen pada bahan banyak yang hilang sehingga terbentuk struktur kristal tetragonal. Pada penurunan suhu perlahan-lahan dengan aliran oksigen, kandungan oksigen dalam bahan mulai meningkat sehingga pada suhu sekitar  $750^{\circ}\text{C}$  terjadi transisi dari fase tetragonal ke fase ortorombik ( Sukirman, E., 1991 ).

### 3.3. Pengamatan gejala superkonduktivitas.

#### 3.3.1. Pengamatan terjadinya efek Meissner.

Suatu bahan memasuki keadaan superkonduktivitas bila bahan itu memberikan tolakan terhadap fluk magnetik. Fenomena tersebut dikenal dengan efek Meissner. Efek Meissner adalah pertanda yang sangat kuat akan adanya keadaan superkonduktor. Cara yang dilakukan untuk mengamati adanya keadaan efek meissner pada bahan superkonduktor yaitu dengan meletakkan sampel diatas medan magnet permanen. Kedua bahan dicelupkan dalam nitrogen cair yang mempunyai titik didih 77 K. Bila superkonduktor yang diletakkan diatas medan magnet permanen diletakkan pada pelet superkonduktor itu melayang diatas magnet permanen tersebut, maka pelet tersebut adalah superkonduktor.

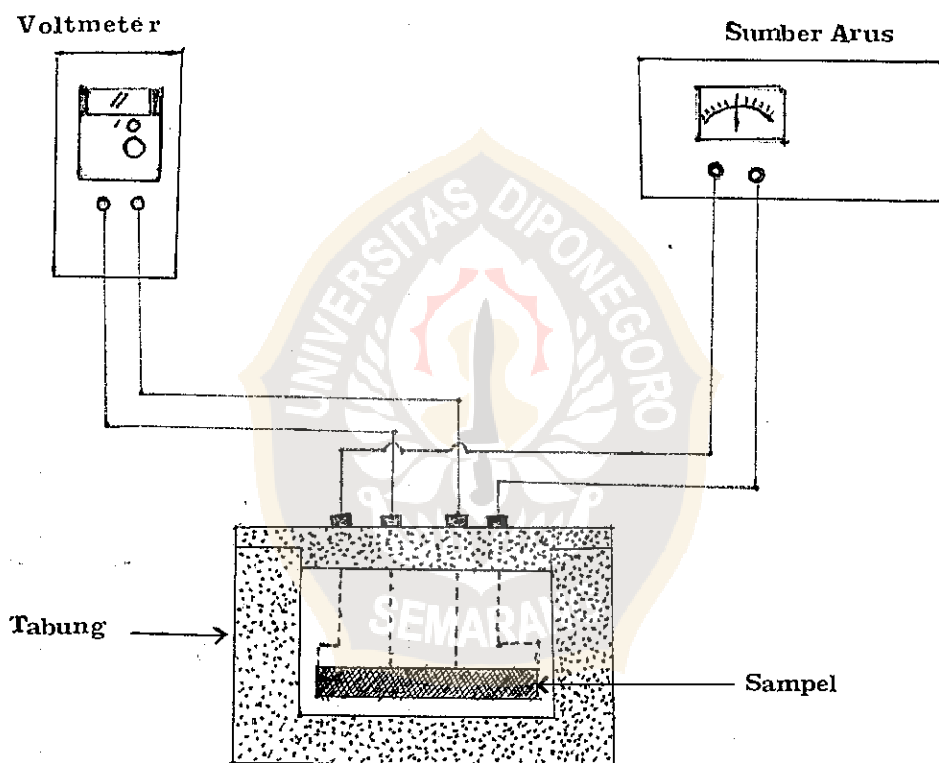
#### 3.3.2. Pengamatan timbulnya hambatan listrik nol.

Bila suatu bahan memasuki fase superkonduktivitas maka hambatan listrik pada bahan tersebut adalah nol. Cara yang dilakukan untuk mengamati adanya hambatan listrik nol adalah dengan sistem probe empat titik. Sampel dipasang empat buah probe, sepasang dihubungkan dengan sumber arus tetap sedangkan sepasang dihubungkan dengan voltmeter untuk diukur tegangannya. Sesuai dengan hukum Ohm tegangan adalah hasil kali antara arus dan hambatan,  $V = I \times R$ , maka jika bahan dialiri arus tetap dan tidak ada

tegangan pada bahan superkonduktor dapat disimpulkan bahwa hambatan listrik dari bahan adalah nol.

### 3.3.3. Pengamatan arus kritis superkonduktor.

Pengukuran diawali dengan merangkai peralatan seperti pada gambar 3.4 :



Gambar 3.4 Rangkaian alat pengukuran rapat arus kritis

Adapun langkah-langkah pengukuran rapat arus kritis adalah sebagai berikut :

1. Sampel superkonduktor yang akan diukur rapat arus kritisnya diberi silver kontak. Hal ini dilakukan agar kontak antara sumber arus dan sampel terjadi dengan baik.
2. Dua kontak terluar dihubungkan dengan arus melalui konektor sedangkan kontak yang dibagian tengah dihubungkan dengan voltmeter melalui konektor. Semua konektor dipasang pada tabung nitrogen cair.
3. Sumber arus dinyalakan dan tegangan diamati pada voltmeter.
4. Sumber arus diset pada arus 0,5 Ampere, maka pada voltmeter akan terbaca beda tegangan.
5. Sampel dimasukkan dalam tabung nitrogen cair secara perlahan-lahan beda tegangan yang terbaca pada voltmeter tiba-tiba nol, dengan demikian sampel sudah memasuki fase superkonduktor.
6. Setelah sampel dimasukkan dalam nitrogen cair tabung ditutup dan diisolasi.
7. Arus dinaikkan perlahan-lahan setiap arus dan tegangan yang terbaca dicatat. Arus dinaikkan terus sampai suatu saat beda tegangan secara tiba-tiba naik kesuatu harga tertentu. Harga arus saat itulah yang ditentukan sebagai arus kritis, dan apabila dibagi dengan luas permukaan tegak lurus yang dilalui arus didapat harga rapat arus kritis. Harga rapat arus



kritis diamati dan dicatat secara cermat.

- 8 Arus dinaikkan terus secara perlahan-lahan untuk mendapatkan karakteristik arus dan tegangan.

