

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Tangerang Selatan. Sintesis superkonduktor MgB_2 dilakukan di beberapa laboratorium yang berlokasi di LIPI, yang pertama adalah Laboratorium korosi untuk proses penimbangan dan pencampuran serbuk Mg, B, dan GO, serta Laboratorium Pembentukan Logam untuk proses sintering bahan.

Proses karakterisasi sampel juga dilakukan di area LIPI yaitu di Laboratorium *Cryogenic*, Laboratorium *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan Laboratorium XRD di Gedung fisika. Laboratorium *Cryogenic* digunakan untuk mengetahui suhu kritis (T_c) pada sampel. Laboratorium SEM digunakan untuk melakukan karakterisasi morfologi permukaan sampel. Sedangkan pada Laboratorium XRD yang berada di Gedung fisika, dilakukan proses pengujian untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk dalam sampel MgB_2 .

3.2. Alat dan Bahan

Adapun alat dan bahan yang akan digunakan dalam pembuatan dan Analisa kawat superkonduktor berbasis MgB_2 dengan penambahan GO sebagai penelitian ini adalah sebagai berikut

3.2.1. Alat-alat yang digunakan

1. Mesin Potong
Digunakan untuk memotong sampel dan *tube* SS316L
2. Gerinda Tangan
Digunakan untuk memotong dan merapihkan sampel
3. Jangka Sorong
Digunakan untuk mengukur diameter sampel
4. Neraca Digital
Berfungsi untuk mengukur massa sampel
5. *Mortar Agate*

Merupakan wadah yang digunakan untuk proses pencampuran Mg, B, dan GO

6. *Wire Rolling Machine*

Alat yang digunakan untuk proses pengerolan sampel *Wire*

7. *Press Pellet Machine*

Alat yang digunakan untuk menutup ujung *tube*

8. Penggaris

Digunakan untuk mengukur panjang dan dimensi sampel

9. XRD (*X-Ray Diffractometer*) Rigaku MiniFlex 600

Alat yang digunakan untuk menganalisa struktur fasa yang terbentuk pada sampel

10. SEM

Digunakan sebagai alat untuk menganalisa struktur mikro sampel

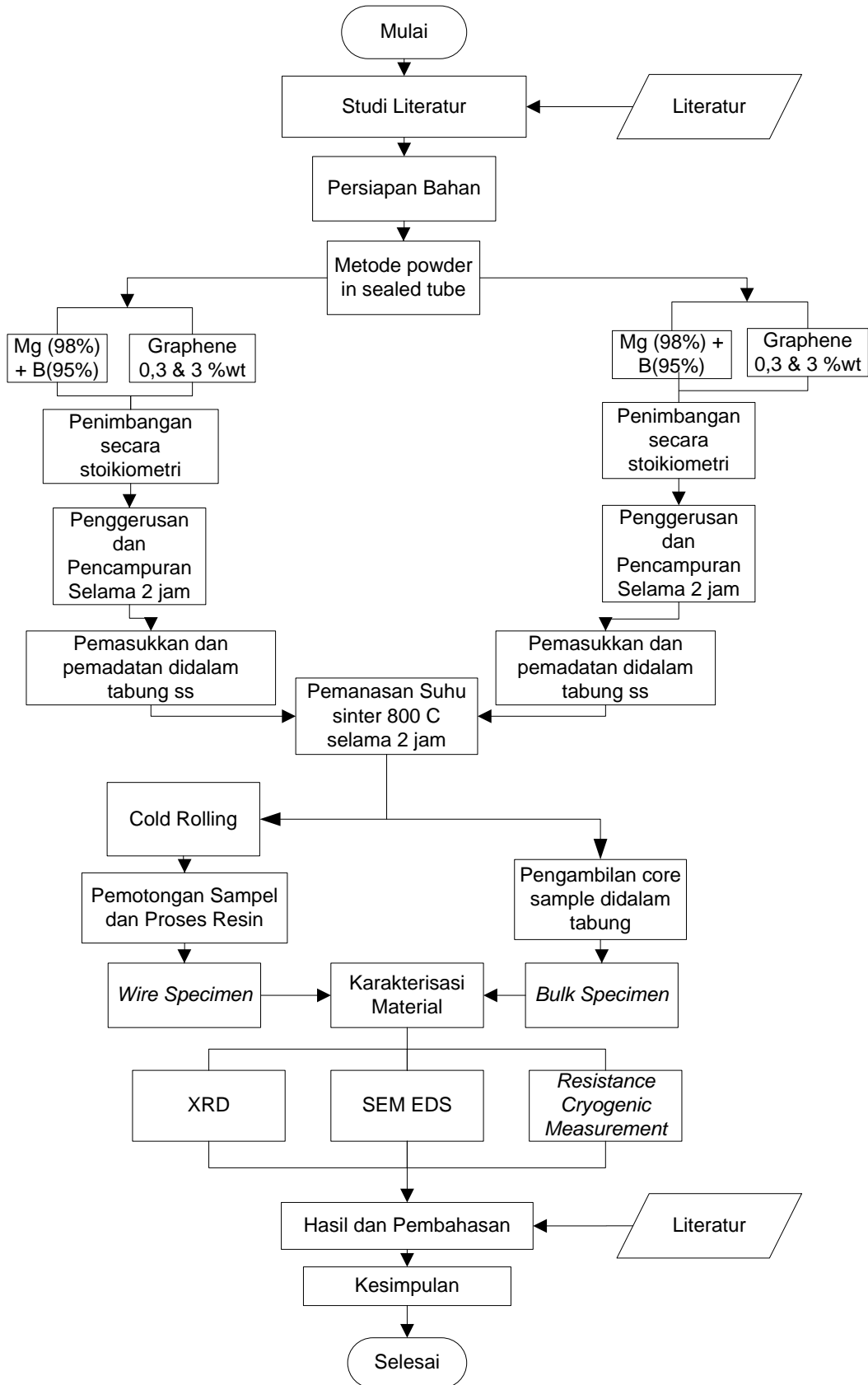
11. *Cryogenic Magnetic – Cryotron FR* Oxford

Berfungsi sebagai alat untuk menganalisa sifat superkonduktivitas yaitu suhu kritis dan nilai resistivitas.

3.2.2. Bahan-bahan yang digunakan

1. Magnesium (Mg) di produksi oleh KANTO CHEMICAL CO., INC. dengan tingkat kemurnian 98%
2. Boron di produksi oleh PT LUO YANG CHINA dengan tingkat kemurnian 98%
3. *Graphene Oxide*
4. Ethanol
5. Tabung *Stainless Steel* (SS316L)

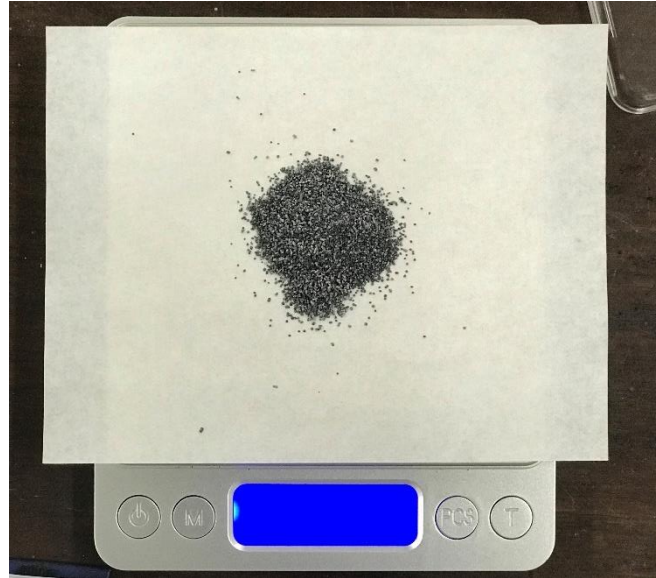
3.3. Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Prosedur Penelitian

3.3.1. Tahap Penimbangan dan Pecampuran

Mg dan B dicampur menggunakan perbandingan 1:2 yang dihitung secara stoikiometri dengan total massa 3 gram dengan doping GO sebesar 0, 0,3 dan 3 % wt, bahan yang akan dicampur ditimbang menggunakan Neraca digital



Gambar 3.2 Neraca Digital

Tabel 3.1 Massa Sampel

No	Nama Sampel	Mg _x B ₂	Penambahan	Mg (gr)	B (gr)	GO (gr)
1	MgB ₂ Non-Doping PIST	1	-	1,588	1,412	0
2	MgB ₂ PIST 0,3%wt GO	1	GO 0,3%wt	1,588	1,412	0,018
3	MgB ₂ PIST 3%wt GO	1	GO 3%wt	1,588	1,412	0,18
4	MgB ₂ Non-Doping Wire	1	-	1,588	1,412	0
5	MgB ₂ Wire 0,3%wt GO	1	GO 0,3%wt	1,588	1,412	0,018
6	MgB ₂ Wire 3%wt GO	1	GO 3%wt	1,588	1,412	0,18

Pencampuran atau *Mixing* dilakukan selama 2 jam menggunakan *mortar agate* dengan tujuan agar serbuk Mg, B maupun GO tercampur dengan baik dan merata



Gambar 3.3 Proses Pencampuran Menggunakan *Morgar Gaate*

3.3.2. Tahap Pemasukan Serbuk ke Dalam Tabung dan Proses Sintering

Serbuk yang sudah ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam tabung yang dimana tabung tersebut salah satu sisinya sudah ditutup, bahan dimasukkan ke dalam tabung dengan cara dituang menggunakan spatula kemudian dipadatkan menggunakan stik pemadat dengan cara ditekan-tekan, cara tersebut dilakukan berulang samapi setiap tabung terisi penuh dan padat oleh bahan.



Gambar 3.4 Tabung yang akan di isi oleh bahan dan kemudian di sintering

Kemudian setelah semua tabung penuh terisi, sisi tabung yang digunakan untuk memasukkan bahan kita tutup dengan cara di tekan menggunakan mesin *hydraulic press* agar tidak terjadi kebocoran saat proses sintering dilakukan.



Gambar 3.5 Sampel saat akan dilakukan sintering

Proses sintering dilakukan di P2MM LIPI tepatnya di Laboratorium Pembentukan Logam, mesin *furnance* yang digunakan mampu mencapai suhu 1300°C . Proses sintering ini dilakukan dengan suhu 800°C selama 2 jam waktu tunggu, yaitu sampel diletakkan di dalam mesin *furnance* dan dipanaskan dengan suhu 800°C selama 2 jam. Kemudian setelah 2 jam mesin dimatikan agar kembali ke suhu normal dan sampel dibiarkan mencapai suhu normal di dalam mesin *furnance*, baru kemudian sampel dikeluarkan untuk proses selanjutnya.



Gambar 3.6 Proses sintering dengan suhu 800°C dan waktu tunggu 2 jam



Gambar 3.7 Sampel PIST setelah sintering



Gambar 3.8 Sampel Wire setelah sintering

3.3.3. Tahap Proses Pengerollan

Proses *roll* dilakukan untuk sampel *Wire*, proses ini dilakukan setelah sampel mencapai suhu ruangan setelah dilakukannya proses sintering yang dinamakan *Cold Rolling*. Proses *rolling* dilakukan menggunakan satu set roll yang berputar serta menekan benda kerja supaya terjadi perubahan bentuk dimana diameter awal tabung adalah 4 mm yang kemudian terdeformasi menjadi 2,5 mm.

Diameter tidak dihapus, tambah rata-rata

Tabel 3.2 Perubahan ukuran sampel *Wire*

Nama	Jumlah Roll ke	Diameter (mm)			Panjang (cm)
	0	5,93	5,97	5,92	17,8
	1	5,89	5,87	5,83	18,9

MgB ₂ Wire Non- Doping	2	4,66	4,72	4,70	24,5
	3	3,58	3,55	3,56	34,4
	4	2,69	2,60	2,68	49,4
MgB ₂ Wire 0,3% wt GO	0	5,93	5,96	5,95	18
	1	5,78	5,74	5,79	19,5
	2	4,60	4,65	4,64	25,1
	3	3,41	3,48	3,58	35,3
	4	2,58	2,61	2,69	51
MgB ₂ Wire 3% wt GO	0	6,03	6,08	6,01	18,8
	1	5,88	5,91	5,85	19,8
	2	4,62	4,65	4,60	27
	3	3,45	3,58	3,53	38,2
	4	2,63	2,75	2,59	55,1



Gambar 3.9 Sampel Wire sebelum *rolling*

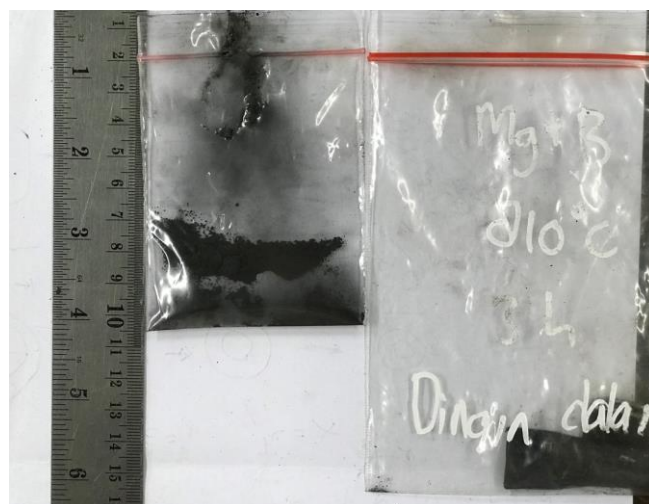


Gambar 3.10 Sampel *wire* setelah proses *rolling*

Hasil pengerollan dingin tersebut dapat mereduksi diameter kawat sebesar 43-45% dari ukuran kawat sebelumnya, dan dapat memperpanjang kawat sebesar 31-36 cm.

3.3.4. Tahap Persiapan Sampel untuk Pengujian

Setelah melalui proses sintering dan pengerollan, sampel selanjutnya disiapkan untuk proses pengujian. Ada beberapa hal yang harus disiapkan yang pertama adalah untuk sampel PIST, sampel tersebut dibongkar untuk diambil bongkahannya yang akan seterusnya dilakukan pengujian XRD, SEM, dan *Cryogenic*.



Gambar 3.11 Contoh sampel PIST

Kemudian untuk sampel *Wire* kita potong menjadi 2,5cm yang selanjutnya akan dilakukan proses *mounting*, dimana proses ini bertujuan untuk mempermudah

pada saat proses grinding dan pemolesan sampel. Proses grinding dilakukan sampai sampel kawat terbuka setengah untuk dilakukan pengujian, kemudian dilakukan pemolesan agar didapatkan permukaan yang rata dan halus.



Gambar 3.12 Proses *Mounting*



Gambar 3.13 Proses *Grinding*



Gambar 3.14 Hasil dari *Mounting* dan *Grinding*

3.3.5. Karakterisasi Sampel

Beberapa pengujian akan dilakukan untuk mengetahui sifat-sifat bahan, yaitu:

1. Analisa Fasa Sampel, menggunakan alat uji XRD (*X-Ray Diffractometer*) Rigaku cu k alpha sudut difraksi 2theta 10-90 selanjutnya diolah melakukan software highscoreplus
2. Pengamatan Mikrostruktur Sampel, menggunakan uji SEM-EDS (*Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive Spectroscopy*) JEOL-6390A dengan metode secondary electron dan backscatter. Dan karakterisasi pemetaan unsur yang data2 tersebut diolah menggunakan imagej
3. Resistivitas dan Tempertur Kritis , menggunakan uji *Resistivity Measurent Cryogeni*

Mencapai 5 kelvin