



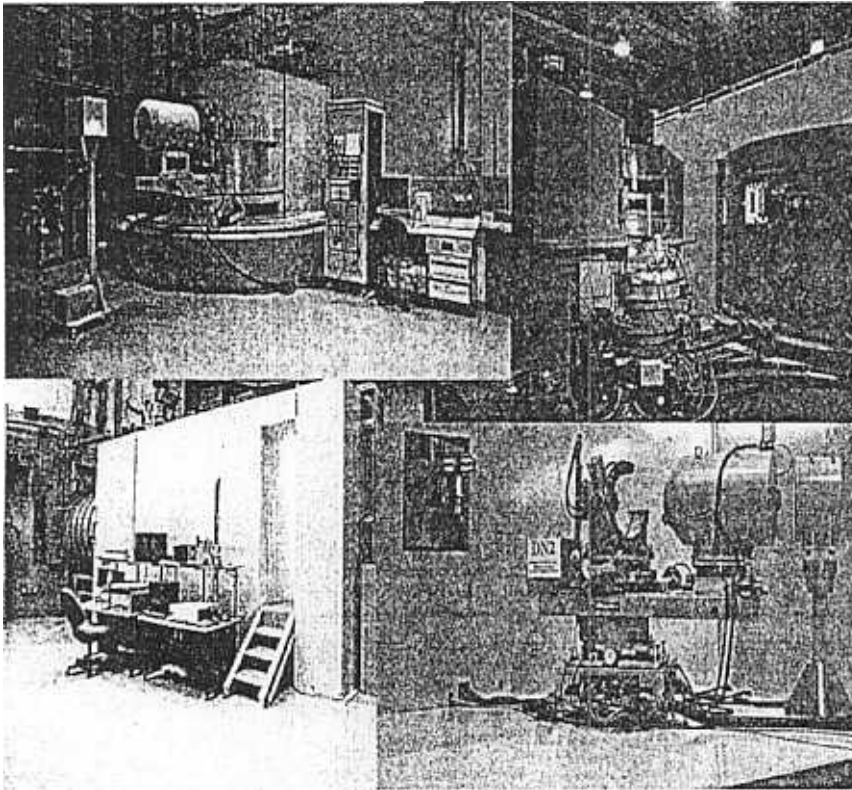
Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar X

Serpong, 13 Mei 1998

454101

Prosiding

ISSN 1410-7686



Penyunting :

Prof. Dr. Marsongkohadi

Dr. Abarrul Ikram

Dr. Agus Purwanto

Drs. Mohtar, M.T.

Bharoto, M.Eng.

Suyatno

Yatno

instalasi Spektrometri Neutron

Badan Tenaga Atom Nasional

Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang 15314

Telp. (021) 756-0926 (langsung), 756-0562 ext.2052, 2053

Fax. (021) 756-0926, E-mail. nslbatan@centrin.net.id, mhtr@hotmail.com

<http://www.geocities.com/ResearchTriangle/Lab/7137/proc.html>



Daftar Isi

Organisasi Penyelenggaraan Seminar	ii
Daftar Isi	iii
Perkembangan Hamburan Neutron pada Masa Lalu, Masa Sekarang dan Masa Depan Marsongkohadi	
Pemberdayaan Fasilitas Hamburan Neutron Batan - Serpong Abarrul Ikram	5
Struktur Magnetik Senyawa Logam Tanah Jarang $TbMn_2Ge_2$: Hasil Studi dengan Hamburan Neutron Resolusi Tinggi Setyo Purwanto	11
Difraksi Magnetik sebagai Konsekuensi Struktur Kristal Agus Purwanto	15
Pengamatan Lapisan Titanium Nitrida Menggunakan Difraksi Sinar X Suryanto	21
Pengaruh Pembungkus pada Sintesa $RbAg_4I_5$ Arie Widowati, Nurdin Efendi, Safei Purnama	24
Peningkatan Kualitas Data HRSANS dengan Penggantian Kristal Si(311) Alan Maulana, Abarrul Ikram, Wahyu Hagono dan Andon Insani	27
Unjuk Kerja Difraktometer Neutron Resolusi Tinggi (DN3) pada <i>Take Off Angle</i> $41,5^\circ$ (<i>Current Status</i>) Tri Hardi P, E. Kartini, A. Ikram, Supandi, Epung S.B., Hery Mugi R., S.J.Kenedy	
Penerapan Teknik Tomografi pada Radiografi Neutron Bharoto, Mohtar, Eko Yudho, Junaedi	
Analisis Struktur Kristal Fluorapatit dengan Rietan'97 Supandi, Ellyza Herda	38
Perubahan Mekanisme Buka-tutup Penutup Utama Tabung Berkas S5 Reaktor Serba Guna Edie Santoso, Yohanes A.M., Wahyu Hagono, Yatno	44
Studi Difraksi Senyawa-senyawa Aurivillius Ismunandar	47

Karakterisasi Difraktometer Neutron DN1-M Iwan Sumirat, Rifai M., Andika Fajar, Sairun, A. Ikram	53
Dosimeter Film Jejak Etsa untuk Neutron Adolf Asis A.	58
Perancangan dan Pembuatan Sistem Manajemen <i>Database</i> untuk Mengidentifikasi Suatu Bahan Berdasarkan Data Difraksi Sinar X Tatang Mulyana	62
Peningkatan Mutu Citra Radiografi Neutron dengan Koreksi Latar Belakang Bharoto, Mohtar, Eko Yudho, Setiawan	66
Karakterisasi Difraktometer Tekstur Empat Lingkaran (FCD/TD, DN2) Adolf Asih S, Mohtar, Bambang Sugeng, Yatno	69
Metoda Eksperimen dan Reduksi Data Hamburan Neutron Sudut Kecil Gunawan, Epung S.B., S.M. Prasetyo, A. Ikram, Indarto P.	74
Komposit Karet Alam B ₄ C dengan Akselerator Berlebih untuk Proteksi Radiasi Neutron Sri Mulyono At., Tri Harjanto, Sunardi	80
Modifikasi Pemutar dan Perubahan Letak Sample Untuk Tomografi Neutron Radiografi Sunardi	83



PENGARUH PEMBUNGKUS PADA SINTESIS $RbAg_4I_5$

Arie Widowati*, Nurdin Effendi**, Safei P

*Pusat Penelitian Teknik Nuklir, Jl. Tamansari 71 Bandung, Indonesia
Pusat Penelitian Sains Materi, Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang, Indonesia

ABSTRAK

PENGARUH PEMBUNGKUS PADA SINTESA $RbAg_4I_5$. Telah dibuat bahan elektrolit padat konduktor superionik $RbAg_4I_5$, dengan metode reaksi padat dari sistem AgI-RbI dengan menggunakan tiga jenis pembungkus yaitu ampul kaca, petridish, dan ampul logam berbasis Cu. Setelah kuantitas dari masing-masing komponen ditimbang dan kompaksi menjadi pelet, lalu dipanaskan pada temperatur sekitar 215 °C. Setelah ditahan lebih dari satu jam, bahan didinginkan secara cepat pada air es. Hasil pemeriksaan dengan difraksi sinar-X menunjukkan bahwa terdapat tiga fasa dominan yaitu $RbAg_4I_5$, RbI dan AgI dengan persentase kemurnian $RbAg_4I_5$ masing-masing adalah 98,25% untuk pembungkus ampul kaca, 90,88% untuk pembungkus petridish dan 99,99% untuk ampul logam berbasis Cu.

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF COVER ON $RbAg_4I_5$ SYNTHESIS. The synthesis of $RbAg_4I_5$ superionic conductor had been carried out by solid state reaction method, in the AgI-RbI system by using three sample covers, namely glass ampoule, petridish, and Cu base metal ampoule. The quantity of the respective material components were determined, and then the sample was formed by compacting to pellet and heated to 215 °C for up to more than one hour, and quenched into ice water. The investigation by X-ray diffraction showed that, in general, there were three dominant phases; $RbAg_4I_5$, RbI and AgI with the purity of $RbAg_4I_5$ respectively 98,25% for glass ampoule, 90,88% for petridish cover and 99,99% Cu base metal ampoule.

PENDAHULUAN

Penemuan senyawa isostruktur MAg_4I_5 (M= Rb, K, Na) yang mempunyai konduktivitas ionik perak tinggi pada temperatur ruang merupakan suatu kejadian yang penting bagi perkembangan baterai padat perak selanjutnya. Dalam suatu sel batere padat, $Ag/RbAg_4I_5/I_2$, Iodium akan bereaksi dengan elektrolit melalui reaksi kimia :



Akibatnya aktivitas elektrode positifnya akan berkurang. Walaupun senyawa MAg_4I_5 merupakan konduktor ionik yang sangat baik, namun keadaannya tidak stabil secara termodinamik karena reaksi ketidak-seimbangan,



Untuk $RbAg_4I_5$ reaksi tersebut terjadi di bawah temperatur 27°C [3].

Pembuatan bahan $RbAg_4I_5$ ini dilakukan dengan cara mencampurkan bahan dengan sistem AgI-RbI dengan perbandingan stoikiometris RbI : AgI = 75%mol:25%mol dengan menggunakan tiga sistem pembungkus untuk pendinginan cepat, yaitu ampul kaca, petridish, dan sistem ampul logam berbasis Cu. Kondisi ini dibuat sesuai dengan perhitungan yang didasarkan pada diagram fasa seperti tersebut dalam Gambar-1.

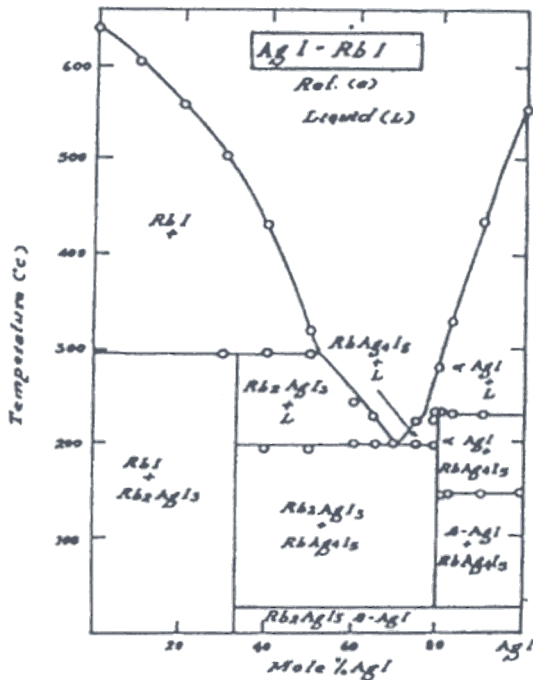
Selanjutnya, prosedur pembuatan yang dilakukan dalam pembuatan cuplikan ini adalah metode reaksi padat. Hasil pemeriksaan dengan difraksi sinar-X menunjukkan bahwa pada pembuatan dengan cara tersebut dengan sistem AgI-RbI, umumnya memberikan tiga fasa dominan, yaitu $RbAg_4I_5$, RbI, dan AgI, persentase kemurnian $RbAg_4I_5$ masing-masing adalah 98,25% untuk pembungkus ampul kaca, 90,88% untuk

pembungkus petridish dan 99,99% untuk ampul logam berbasis Cu. Tetapi kondisi sempurna ini sukar dicapai, sehingga ketika berlangsungnya proses pendinginan cepat ini pada bahan masih sempat terjadi segregasi.

Berdasarkan rumus perbandingan diatas dapat disusun Tabel-1 sebagai berikut:

Tabel-1. Perbandingan berat (gram)

No	RbI(g)	AgI (g)
1	1	3,316
2	2	6,632
3	3	9,948
4	5	16,58
5	10	33,16
6	15	49,74
7	20	66,32
8	25	82,90
9	30	99,48



Gambar 1. Diagram Fasa AgI-RbI (Sumbu Utama AgI) Titik Etektik : 70% mol AgI.

TATA KERJA

Dalam pembuatan $RbAg_4I_5$ dengan reaksi padatan, mula-mula bahan dengan sistem AgI-RbI ditentukan kuantitas komposisinya masing-masing, berdasarkan diagram fasa seperti tersebut dalam Gambar-1. Seperti terlihat pada tersebut, letak titik etektik dalam diagram fasa sistem AgI dan RbI adalah pada 70 % mol AgI dan 30 % mol. RbI. Sedang daerah fasa $RbAg_4I_5 + Liquid$ berada pada komposisi 75 % mol AgI berbanding 25 % mol RbI [1], yaitu tepat disebelah kanan titik etektiknya. Karena itu perlu dilakukan perhitungan konversi berat. Berat molekul AgI adalah 234,77 dan berat molekul RbI adalah 212,37 maka untuk memudahkan perhitungan, bentuk perbandingan molekul diatas perlu dikonversi dalam % berat. Hasil perhitungan konversi ini berupa rumus perbandingan komposisi (lampiran 1):

$$\begin{aligned} AgI : RbI &= 1 : 0,301 \quad \text{atau} \\ RbI : AgI &= 1 : 3,3216 \quad (3) \end{aligned}$$

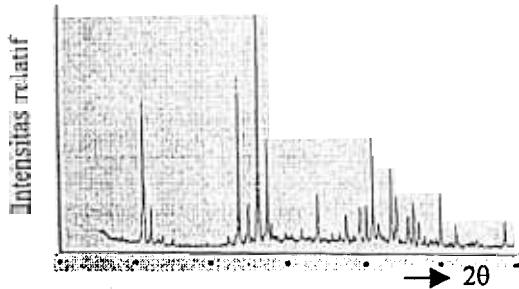
Selanjutnya kedua bahan tersebut diatas dicampur dengan mengaduk secara homogen dan kemudian dikompaksi, lalu dipanaskan pada 215°C (lihat diagram fasa). Setelah pemanasan ini berlangsung hingga lebih dari satu jam, didinginkan dengan cepat dengan air dingin dan cuplikan cepat-cepat diangkat dan disimpan pada temperatur ruang.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan bahan $RbAg_4I_5$ ini menggunakan tiga sistem pembungkus untuk pendinginan cepat, yaitu ampul kaca, petridish, dan sistem ampul logam berbasis Cu. Secara teoritis, maka dapat diharapkan terjadi 100% $RbAg_4I_5$. Tetapi persoalan yang timbul adalah teknik pendinginan cepat dan penjagaan temperatur agar tetap stabil pada temperatur kamar (25-27°C). Ini disebabkan karena sistem pendinginan cepat yang tidak baik (atau kurang cepat), sehingga ketika berlangsungnya proses pendinginan cepat ini pada bahan masih sempat terjadi difusi, yang menyebabkan terjadinya segregasi. Kendala lain adalah bahwa dibawah temperatur 27°C [1] material dapat terurai seperti pada persamaan reaksi (2), sehingga material harus disimpan pada tempat yang temperaturnya diatas atau sama dengan 27°C.

Hasil-hasil pemeriksaan dengan difraksi sinar-X dan pengolahan data dengan analisis profil Rietveld menunjukkan, bahwa pada pembuatan dengan cara tersebut dengan sistem AgI-RbI masih terdapat sisa fasa-fasa lain, utamanya fasa penyusun dari bahan yang bersangkutan yang untuk masing-masing sistem pembungkus hasilnya tidak sama. Hal ini karena adanya pengaruh kecepatan konduksi panas dari masing-masing bahan pembungkus yang sifat termalnya tidak sama.

Pada umumnya terdapat tiga fasa dominan, yaitu RbAg₄I₅, RbI, dan AgI. Untuk pembungkusan dengan ampul kaca terdapat sekitar 98,25% fasa RbAg₄I₅, sekitar 0,45% fasa RbI, dan sekitar 1,3% fasa AgI. Sedang untuk pembungkusan dengan ampul logam berbasis Cu, terdapat tiga fasa dominan serupa, dengan perbandingan yang memberikan kuantitas RbAg₄I₅ lebih baik. Perhitungan fasa-fasa ini dilakukan dengan analisis Rietveld tiga fasa.



Gambar 2. Pola difraksi Salah Satu Cuplikan RbAg₄I₅

Hasil selengkapnya dari percobaan awal pembuatan bahan ini dapat dilihat pada Tabel-2 sebagai berikut :

Tabel-2. Prosentase Fasa bahan RbAg₄I₅ berkaitan dengan sistem pembungkusnya. (Error ± 0,01%)

No	Sistem Pembungkus	RbAg ₄ I ₅	RbI	AgI
1	Ampul Kaca	98,25%	0,45%	1,3%
2	Petridish	90,88 %	0,17 %	8,95 %
3	Ampul Logam	99,99%	-	-

Dari hasil eksperimen diatas tampak bahwa diantara tiga pembungkus bahan tersebut diatas maka pembungkus ampul logam memberikan hasil yang paling baik. Hal ini kemungkinan adalah, karena pada ampul logam karena kecepatan pendinginan logam lebih baik dari pada bahan-bahan berbasis kaca. Namun hal ini akan lebih baik lagi bila pada pembuatan bahan dengan ampul logam berikutnya dilakukan dalam kondisi vakum.

KESIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan hasil-hasil yang diperoleh diatas, maka dapat disimpulkan bahwa pembuatan bahan dengan cara reaksi padatan, maka pengaruh kapsul atau pembungkus bahan ketika dilakukannya pemanasan sangat dominan. Dari hasil eksperimen

diatas juga diperoleh kesimpulan bahwa diantara tiga pembungkus bahan tersebut diatas maka pembungkus ampul logam memberikan hasil yang paling baik. Disini disarankan bahwa cuplikan hendaknya dibuat dalam kondisi vakum, misalnya dalam glove-box yang divakumkan sehingga kondisi vakum pada pembungkus dapat dicapai.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini terlaksana atas biaya Riset Unggulan Terpadu Ke-V (RUT-V) a.n. Kelompok Superionik PPSM-BATAN.

DAFTAR PUSTAKA

- 1 CHANDRA, S., Superionic Solids, Principles and Applications, North Holland Publishing Co., Amsterdam, New York, Oxford, 1981.
- 2 R.V.G.K. SARMA cs., "Preparation and Chracterization of Silver Boromolybdate Solid State Batteries, Recent Advances in Fast Ionic Conducting Materials and Devices", Proceeding of the 2nd Asian Conference on Solid State Ionics, Beijing, 28 Oktober - 1 Nopember 1990.
- 3 MUNSHI, M.Z.A., "Silver Solid State Battereis" Handbook of Solidstate Batteries & Capacitors, World Scientific, Singapore, New Jersey, London, Hong Kong, 1995, p 79-128.
- 4 BRAUER G., Handbook of Preparative Inorganic Chemistry, vol.2, Academic Press, New York, London, 1995, p. 163-165.

Lampiran

Karena BM AgI = 234,77 dan BM RbI = 212,37, maka untuk memudahkan perhitungan dalam penimbangan, perlu dikonversi dalam % berat. Untuk sistem AgI-RbI dengan perbandingan AgI : RbI = 75% mol : 25% mol, maka

$$\begin{aligned} \text{AgI} : \text{RbI} &= 75\% \text{ mol} : 25\% \text{ mol} = 3 \text{ mol} : 1 \text{ mol} \\ &= (3 \times 237,77) : 212,37 \\ &= 704,31 : 212,37 \\ &= 3,3216 : 1 \end{aligned}$$

Jadi diperoleh rumus perbandingan massa (dalam satuan massa) :

$$\begin{aligned} \text{AgI} : \text{RbI} &= 1 : 0,301 \quad \text{atau} \\ \text{RbI} : \text{AgI} &= 1 : 3,3216 \end{aligned}$$

Berdasarkan rumusan tersebut, maka dapat disusun Tabel-1 diatas.