

Pengaruh Suhu *Sintering* Terhadap Tingkat Kemurnian Fase Superkonduktor BPSCCO-2223 pada Kadar Ca 2,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah

Rizki Putri Surahman^{(1)*}, Suprihatin⁽¹⁾, dan Agus Riyanto⁽¹⁾

⁽¹⁾Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung Bandar Lampung 35145

*E-mail: srizkiputri@gmail.com

Diterima (07 Nopember 2018), direvisi (21 Nopember 2018)

Abstract. *Sintering temperature has an effect on the purity level BPSCCO-2223 superconductor phase. This study has been conducted using the wet-mixing method with the materials used are Bi₂O₃, PbO, SrCO₃, CaCO₃, CuO, NHO₃ and aquades. Synthesis carried out by slowly dissolving HNO₃ and aquades then gradually for 40 hours dried out at a temperature of 300, 400, 600 °C. The sample was analysed with calcination for 10 hours at 800 °C and sintering for 20 hours using variations of temperature on each 850, 855, 860, and 865 °C. The XRD results show that phase purity which increases with increasing sintering temperature. The relative high volume fraction of the BPSCCO-2223-865 sample is 87,20% while, the lowest volume fraction of BPSCCO-2223-850 is 58,25%. The relative high orientation degree of BPSCCO-2223-855 is 27,64% and the lowest orientation degree of BPSCCO-2223-860 is 21,16%. The SEM result shows that all samples have layers arranged (oriented) by empty spaces between relatively small plaque (void).*

Key words. *Superconductor, BPSCCO-2223, sintering, volume fraction, and degree of orientation.*

Abstrak. Suhu *sintering* berpengaruh terhadap tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223. Penelitian ini menggunakan metode pencampuran basah dengan bahan yang digunakan, yaitu Bi₂O₃, PbO, SrCO₃, CaCO₃, CuO, NHO₃ dan aquades. Sintesis dilakukan dengan melarutkan bahan menggunakan HNO₃ dan aquades secara perlahan. Kemudian, larutan dikeringkan dengan suhu 300, 400, dan 600 °C secara bertahap. Sampel dikalsinasi selama 10 jam pada suhu 800 °C dan di *sintering* selama 20 jam dengan variasi suhu 850, 855, 860, dan 865 °C. Hasil XRD menunjukkan kemurnian fase yang meningkat seiring bertambahnya suhu *sintering*. Fraksi volume yang relatif tinggi pada sampel BPSCCO-2223-865 sebesar 87,20 %. Sementara, fraksi volume terendah adalah BPSCCO-2223-850 sebesar 58,25%. Derajat orientasi yang relatif tinggi pada sampel BPSCCO-2223-855 sebesar 27,64 %. Sementara, derajat orientasi terendah BPSCCO-2223-860 sebesar 21,16 %. Hasil SEM menunjukkan bahwa semua sampel telah memiliki lapisan-lapisan yang tersusun (terorientasi) dengan ruang kosong antara lempengan (*void*) relatif kecil.

Kata kunci: Superkonduktor, BPSCCO-2223, *sintering*, fraksi volume, dan derajat orientasi.

PENDAHULUAN

Superkonduktor merupakan bahan yang mempunyai karakteristik dapat mengalirkan arus listrik tanpa mengalami hambatan, dimana resistivitas menjadi nol dan dapat menolak fluks magnet eksternal yang melewatinya atau mengalami diamagnetisme sempurna (efek Meissner) [1]. Berdasarkan suhu kritis (T_c)

superkonduktor dibagi menjadi dua, yaitu: superkonduktor suhu rendah dan superkonduktor suhu tinggi (SKST). Salah satu superkonduktor suhu tinggi yang penting adalah sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O [2].

Sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O mempunyai tiga fase superkonduktif diantaranya fase Bi₂Sr₂Ca₀Cu₁O₅ (Bi-2201) dengan T_c = 10 K, fase Bi₂Sr₂Ca₁Cu₂O₈ (Bi-2212) dengan T_c = 80 K, dan fase Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O₁₀ (Bi-

2223) dengan $T_c = 110$ K [3]. Fase BSCCO-2223 terbentuk melalui proses pengkristalan dan pembentukan fase BSCCO-2212. Pembentukan fase BSCCO-2223 terjadi pada suhu *sintering* 840-880 °C dengan periode antara 100-624 jam [4].

Penggunaan *doping* Pb dalam sintesis superkonduktor sistem bismuth dapat memudahkan senyawa bersangkutan dengan tingkat kemurnian fase yang tinggi, juga berperan menentukan sifat senyawa yang dihasilkan. Penambahan Pb sebagai *doping* menghasilkan substitusi atom Bi oleh atom Pb pada lapisan ganda BiO, karena atom Pb memiliki kemiripan ukuran ion dan valensi dengan atom Bi (Nurmalita, 2011). Selain *doping* Pb, penambahan kadar Ca dalam sistem BSCCO sangat berpengaruh terhadap pembentukan fase [5].

Beberapa metode sintesis superkonduktor antara lain metode *sol gel* [6], metode padatan [7], dan metode pencampuran basah. Metode pencampuran basah memiliki tingkat homogenitas yang tinggi karena bahan yang digunakan dilarutkan dengan HNO₃ dan aquades secara perlahan hingga larutan berwarna biru jernih yang menandakan bahwa larutan telah homogen [8].

Penelitian tentang superkonduktor BSCCO-2223 terus dilakukan untuk mendapatkan superkonduktor dengan kemurnian tinggi, diantaranya dengan atau tanpa *doping*, memvariasikan suhu kalsinasi dan *sintering*, memvariasikan waktu pelelehan, waktu penahanan dan sebagainya [9]. Suhu *sintering* merupakan salah satu faktor dalam sintesis superkonduktor. Untuk mempercepat pembentukan dan peningkatan fraksi volume perlu dilakukan penelitian tentang variasi suhu *sintering*.

Berdasarkan latar belakang tersebut, dilakukan penelitian tentang pengaruh suhu *sintering* terhadap tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223 pada kadar Ca 2,10 menggunakan metode pencampuran basah. Aspek yang dipelajari

dalam penelitian ini adalah tingkat kemurnian fase yang terbentuk dengan menghitung nilai fraksi volume, derajat orientasi dan impuritas. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan bahan dasar Bi₂O₃ (99,9 %) dari Strem Chemical; PbO (99,9 %) dari Aldrick; SrCO₃ (99,9 %) dari Strem Chemical; CaCO₃ (99,9 %) dari Strem Chemical; dan CuO (99,999 %) dari Merck, NHO₃ dan aquades. Bahan dasar tersebut ditimbang dan komposisi bahan dasar BPSCCO-2223 ditunjukkan pada **Tabel 1**.

Setelah bahan ditimbang, kemudian dilarutkan dengan asam nitrat (HNO₃) 68 % dan aquades secara perlahan. Bahan diletakkan di atas *hot plate* dengan suhu sekitar 70 °C [4], [10] sampai larutan tersebut berwarna biru jernih yang menandakan bahwa larutan tersebut sudah homogen dengan pH sebesar 1. Lalu, larutan didiamkan selama 24 jam sampai mengerak. Setelah bahan mengerak, kemudian dilakukan pengeringan pada suhu 300, 400, dan 600 °C secara bertahap.

Setelah pengeringan, dilakukan penggerusan dengan mortar dan pastel selama ±10 jam (bertahap) sampai bahan terasa halus. Sampel dikompaksi dengan alat *pressing* dengan kekuatan 8 ton.

Tabel 1. Komposisi bahan BPSCCO-2223

Bahan	Fraksi	Massa hitung untuk 3 gram bahan
Bi ₂ O ₃	1,6	0,9272
PbO	0,4	0,2220
SrCO ₃	2,0	0,7344
CaCO ₃	2,1	0,5228
CuO	3,0	0,5936
Total		3,0000

Setelah sampel berbentuk pelet, dilakukan kalsinasi pada suhu 800 °C selama 10 jam. Sampel hasil kalsinasi belum sempurna karena adanya porositas dan penangkapan gas sekitar, sehingga perlu penggerusan ulang sekitar ±10 jam. Selanjutnya sampel di *sintering* selama 20 jam dengan variasi suhu 850, 855, 860, dan 865 °C agar terbentuk fase yang diinginkan.

Hasil sintesis superkonduktor dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM. Karakterisasi bertujuan untuk mengetahui tingkat kemurnian fase dengan menghitung F_v , P , dan I menggunakan persamaan:

$$F_v = \frac{\Sigma I(2223)}{I_{total}} \times 100\% \quad (1)$$

$$P = \frac{\Sigma I(00l)}{\Sigma I(2223)} \times 100\% \quad (2)$$

$$I = 100\% - F_v \quad (3)$$

Dimana : F_v = Fraksi volume, P = Derajat orientasi, I = Impuritas, I_{total} =

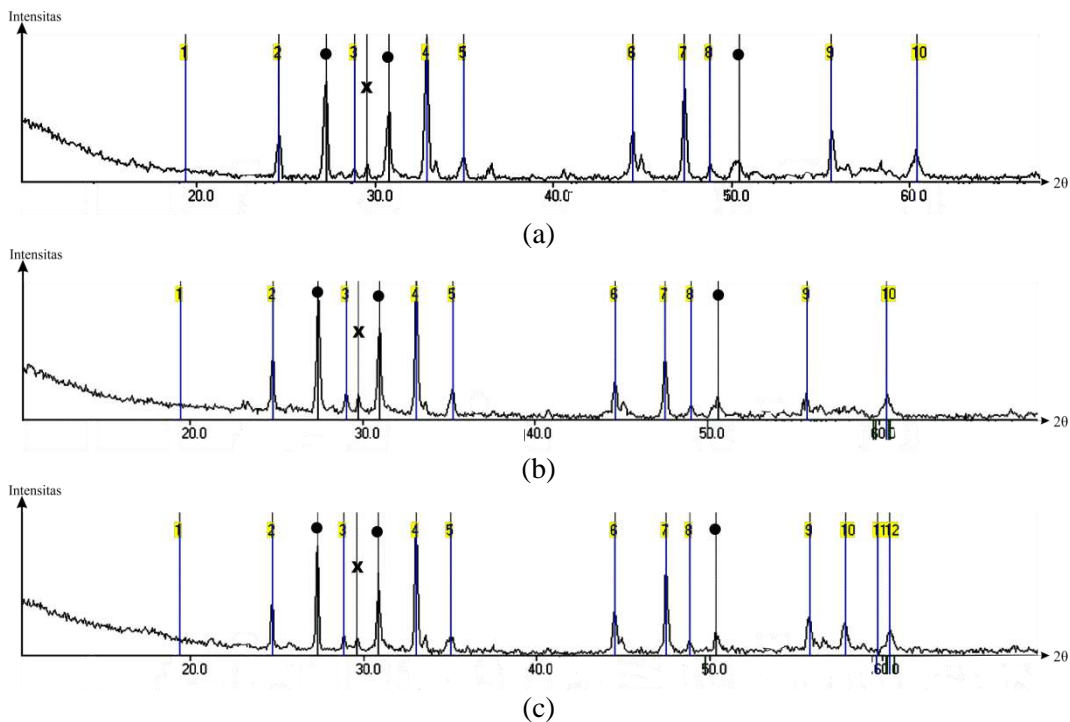
Intensitas total, I_{2223} = Intensitas fase 2223, $I_{(00l)}$ = intensitas $h = k = 0$ dan l bilangan genap

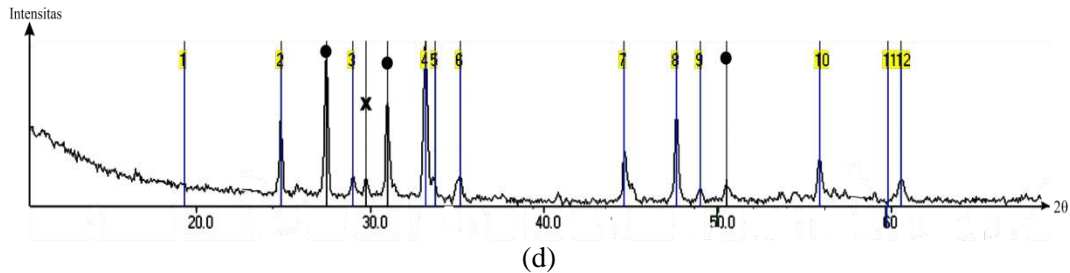
Analisis hasil XRD dilakukan dengan program *celref* versi ke 3 (*Celref V3*). Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui struktur mikro sampel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Analisis XRD

Hasil analisis XRD sampel BPSCCO-2223 ditunjukkan pada **Gambar 1** dengan puncak-puncak yang ditunjukkan pada **Tabel 2**. Sampel diberi kode dalam penyajian berdasarkan suhu *sintering*-nya. Sebagai contoh, sampel dengan kode BPSCCO-2223-850 menunjukkan sampel superkonduktor BPSCCO-2223 disintering pada suhu 850 °C.





Gambar 1. Hasil analisis XRD dengan program *celref* pada BPSCCO-2223 dengan variasi suhu *sintering*. (a) BPSCCO-2223-850, (b) BPSCCO-2223-855, (c) BPSCCO-2223-860, dan (d) BPSCCO-2223-865. Tanda (●) menunjukkan impuritas Bi-2212 dan tanda (✱) menunjukkan impuritas lain.

Tabel 2. Puncak-puncak BPSCCO-2223 hasil analisis XRD dengan program *celref*

Suhu <i>Sintering</i> (°C)			
850	855	860	865
008	008	008	008
113	113	113	113
0012	0012	0012	0012
020	020	200	200
1111	1111	1111	0014
0012	0012	0012	1111
220	220	220	0012
2012	2012	2012	220
0218	0218	0218	2012
1131	0020	139	0218
-	-	0024	0024
-	-	2020	2020

Berdasarkan **Tabel 2** semua sampel sudah terbentuk puncak-puncak BPSCCO-2223. Disamping itu, semua sampel sudah terorientasi yang ditunjukkan adanya puncak-puncak yang memiliki fase $h = k = 0$ dan $l =$ bilangan genap. Hasil analisis program *celref* dan perhitungan menggunakan persamaan 1, 2, dan 3, diperoleh tingkat kemurnian fase yang meliputi nilai fraksi volume (F_v), impuritas (I), dan derajat orientasi (P) untuk masing-masing sampel. Hasil perhitungan tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223 dapat dilihat pada **Tabel 3**.

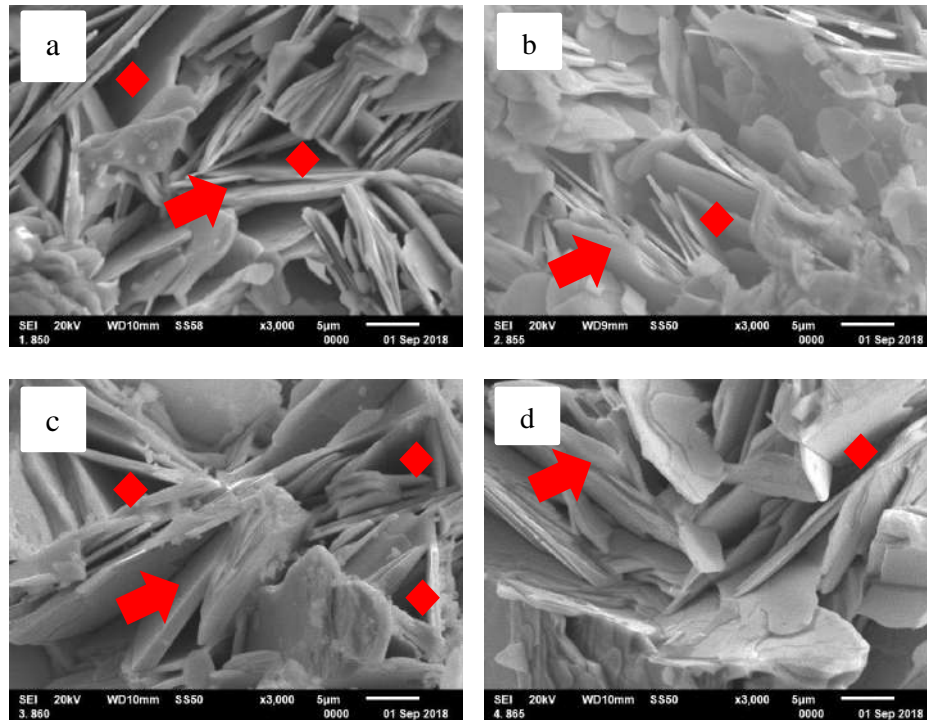
Tabel 3 menunjukkan bahwa variasi suhu *sintering* cukup berpengaruh pada pembentukan fase BPSCCO-2223 ditandai dengan nilai fraksi volume yang meningkat seiring meningkatnya suhu *sintering*. Suhu terendah yaitu 850 °C dengan fraksi volume

terendah sebesar 58,25 %. Rendahnya fraksi volume ini dimungkinkan karena suhu *sintering* masih tergolong rendah dan waktu penahanan yang kurang optimum, sehingga fase-fase pembentuk BPSCCO-2223 belum sempat bertransformasi.

Variasi suhu *sintering* dengan metode pencampuran basah menghasilkan puncak-puncak lebih jelas dibandingkan dengan metode padatan yang telah dilakukan oleh [11]. Hasil fraksi volume yang didapatkan pada penelitian Reviana (2013) sebesar 86,6 % dengan suhu *sintering* 855 °C sedangkan pada penelitian ini fraksi volume yang didapatkan sebesar 87,20 % dengan suhu *sintering* 865 °C. Hal ini menunjukkan bahwa menggunakan metode pencampuran basah dapat meningkatkan homogenitas yang tinggi sehingga mendapatkan kemurnian fase yang lebih tinggi juga.

Hasil Analisis SEM

Hasil analisis SEM menunjukkan struktur mikro sampel BPSCCO-2223 dengan perbesaran 3000x. Berdasarkan **Gambar 2**, semua sampel telah menunjukkan keadaan struktur kristal yang tersusun searah (terorientasi) serta ruang kosong antar lempengan (*void*) juga relatif lebih sedikit. Pembentukan kristal terbaik terlihat pada BPSCCO-2223-855 dengan derajat orientasi (P) sebesar 27,64%.



Gambar 2. Hasil karakterisasi SEM pada sampel (a) BPSCCO-2223-850 (b) BPSCCO-2223-855(c) BPSCCO-2223-860 (d) BPSCCO-2223-865 dengan perbesaran masing-masing 3000x. Ket: tanda panah (↓) menunjukkan lempengan yang telah terorientasi, dan tanda (◆) menunjukkan void.

Tabel 3. Hasil perhitungan tingkat kemurnian fase BPSCCO-2223 dengan variasi suhu *sintering*

Kode Sampel	Fraksi Volume (F_v) (%)	Derajat Orientasi (P) (%)	Impuritas (I) (%)
BPSCCO-2223-850	58,25	24,64	41,75
BPSCCO-2223-855	62,67	27,64	37,33
BPSCCO-2223-860	80,20	21,16	19,8
BPSCCO-2223-865	87,20	26,28	12,8

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil XRD suhu *sintering* berpengaruh terhadap tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223. Nilai fraksi volume (F_v) semakin tinggi seiring bertambahnya suhu *sintering*. Tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223 terkecil dengan nilai fraksi volume (F_v) BPSCCO-2223-850 = 58,25% dan terbesar BPSCCO-2223-865 = 87,20 %. Hasil SEM

menunjukkan semua sampel superkonduktor BPSCCO-2223 telah terorientasi serta ruang kosong antar lempengan (*void*) juga relatif lebih sedikit. Akan tetapi, sampel yang memiliki nilai derajat orientasi lebih besar mempunyai bentuk kristal yang lebih baik. Hal ini bersesuaian dengan nilai derajat orientasi (P) terkecil pada sampel sampel BPSCCO-2223-860 = 21,16 %, sampel dan terbesar pada sampel BPSCCO-2223-855 = 27,64 %.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. Muis, *Fenomena Superkonduktor*. Jakarta: Teknosain, 2017.
- [2] M. Tinkham, *Introduction to Superconductivity (Second Edition)*, 2nd ed. Singapura: McGraw-Hill, Inc, 1996.
- [3] Luisana, "Proses pembuatan bahan superkonduktor BSCCO dengan metode padatan," *Maj. Metal.*, vol. 28, no. 2, pp. 73–78, 2013.
- [4] H. Widodo, Dan, and Darminto, "Nanokristalisasi Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{SrCa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dan $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah," *J. Ilmu Pengetah. dan Teknol. TELAAH*, vol. 28, pp. 6–19, 2010.
- [5] F. Afriani, "Variasi kadar CaCO_3 dalam pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2223 dengan doping Pb (BPSCCO-2223)," Universitas Lampung, 2013.
- [6] H. Fallah-Arani *et al.*, "The influence of heat treatment on the microstructure, flux pinning and magnetic properties of bulk BSCCO samples prepared by sol-gel route," *Ceram. Int.*, vol. 128, no. 12, pp. 1–25, 2018.
- [7] R. M. Fauzi, "Pertumbuhan fase superkonduktor Bi-2223 dengan variasi doping Pb (BPSCCO-2223) pada kadar Ca= 2,10 dan suhu sintering 855 °C," Universitas Lampung, 2017.
- [8] L. Rohmawati, Dan, and Darminto, "Nanokristalisasi Superkonduktor $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ dengan Metode Pencampuran Basah," *Berk. Fis.*, vol. 4, no. 1, pp. 22–26, 2012.
- [9] Y. Subarwati, "Sintesis superkonduktor Bi-2223 dengan dopan Pb (BPSCCO-2223) pada kadar Ca= 2,10 pada berbagai suhu sintering," Universitas Lampung, 2013.
- [10] K. Khafifah, "Nanokristalisasi superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}$ dengan variasi kalsinasi dan sintering melalui metode pencampuran basah," ITS, 2011.
- [11] S. Reviana, "Pembentukan fase superkonduktor Bi-2223 dengan doping Pb (BPSCCO-2223) pada kadar Ca = 2,10 dengan variasi suhu sintering," Universitas Lampung, 2013.