

Pengaruh waktu *sintering* Terhadap tingkat kemurnian fase Superkonduktor BPSCCO-2223 dengan Kadar Ca 2,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah

Isnaini Rahayu^{(1)*}, Suprihatin⁽¹⁾, dan Agus Riyanto⁽¹⁾

⁽¹⁾Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung Bandar Lampung 35145
E-mail: isnainirahayu2965.ir@gmail.com

Diterima (26 Nopember 2018), direvisi (10 Desember 2018)

Abstract. Research about the effect of sintering time on the phase purity level of superconductor BPSCCO-2223 at the level of Ca 2,10 has been synthesized using the wet-mixing method. 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 calcined for 10 hours at 800 °C and sintered using variations of time 10, 20, 30, and 40 hours at 865°C. Variations were carried out to determine the effect of sintering time on the purification of the superconductor. XRD result shows a decrease in phase purity with increasing the sintering time. Volume fraction that is relatively high at BPSCCO-2223/ts10 is 88,88%. While the lowest volume fraction of BPSCCO-2223/ts40 is 71,51%. The relative high orientation degree of BPSCCO-2223/ts30 is 33,76% and the lowest orientation degree of BPSCCO-2223/ts20 is 22,21%. The SEM result shows that all samples have layers arranged (oriented) by empty spaces between the plate (void) is relatively small.

Keywords. Superconductor, BPSCCO-2223, sintering, volume fraction, and orientation degree.

Abstrak. Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh waktu *sintering* terhadap tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223 pada kadar Ca 2,10 menggunakan metode pencampuran basah. Sintesis dilakukan dengan pelarutan HNO₃ dan aquades secara perlahan kemudian dilakukan pengeringan dengan suhu 300, 400, dan 600 °C secara bertahap. Sampel dikalsinasi selama 10 jam pada suhu 800 °C dan disintering dengan variasi waktu 10, 20, 30, dan 40 jam pada suhu 865°C. Variasi dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu *sintering* terhadap kemurnian fase superkonduktor. Hasil XRD menunjukkan penurunan kemurnian fase seiring bertambahnya waktu *sintering*. Fraksi volume yang relatif tinggi pada sampel BPSCCO-2223/ts10 sebesar 88,88%. Sedangkan fraksi volume terendah adalah BPSCCO-2223/ts40 sebesar 71,51%. Derajat orientasi yang relatif tinggi pada sampel BPSCCO-2223/ts30 sebesar 33,76%. Sementara, derajat orientasi terendah BPSCCO-2223/ts20 sebesar 22,21%. 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 dapat menghantarkan arus listrik tanpa hambatan, karena resistivitasnya nol ketika berada pada suhu yang sangat rendah. Superkonduktor dapat menghantarkan arus walaupun tanpa adanya sumber tegangan. Bahan ini juga dapat bertindak sebagai bahan diamagnetik sempurna, sehingga

dapat menolak medan magnet luar dengan sempurna selama medan magnet tersebut berada di bawah nilai kritisnya (H_c) [1].

Generasi awal superkonduktor dikenal dengan superkonduktor konvensional, ditemukan pada tahun 1911 oleh fisikawan Belanda bernama Heike Kamerlingh Onnes. Superkonduktor konvensional pada umumnya berupa senyawa atau paduan logam dan memiliki

suhu kritis (T_c) yang rendah, yaitu di bawah suhu nitrogen cair (77 K). Teknologi superkonduktor mulai berkembang pesat sejak ditemukan superkonduktor suhu kritis tinggi (SKST) yaitu superkonduktor oksida Bi-2223 dan Ti-2223 dengan suhu kritis 110 K dan 125 K [2].

Superkonduktor suhu tinggi berbasis bismuth disebut dengan sistem BSCCO. Sistem BSCCO memiliki tiga fase yang stabil yaitu Bi-2201 ($\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_x$), Bi-2212 ($\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$) dan Bi-2223 ($\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_z$). Suhu kritisnya berturut-turut yaitu 10 K, 80 K, dan 110 K [3]. Fase BSCCO-2223 terbentuk melalui proses pengkristalan dan pembentukan fase BSCCO-2212. Superkonduktor fase 2223 merupakan superkonduktor paling potensial untuk diaplikasikan dibandingkan fase lainnya karena suhu kritisnya yang tinggi [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 [5]. Selain penambahan *doping* Pb, penambahan kadar Ca juga dapat mempengaruhi pembentukan fase dalam sistem BPSCCO [6]. Penambahan kadar Ca dalam sampel dapat meningkatkan fraksi volume BPSCCO-2223 [7].

Sintesis superkonduktor BPSCCO dapat dilakukan dengan beberapa metode, salah satunya adalah metode pencampuran basah. Sintesis BPSCCO-2223 dengan metode pencampuran basah bertujuan agar semua bahan yang dicampur menjadi lebih bahan untuk membuat 3 gram sampel disajikan pada **Tabel 1**.

homogen [8] atau memiliki tingkat homogenitas yang tinggi, karena bahan yang digunakan dilarutkan dengan HNO_3 dan aquades hingga larutan berwarna biru jernih yang menandakan bahwa larutan telah homogen [9].

Hal yang harus diperhatikan untuk mendapatkan superkonduktor BSCCO yang baik adalah metode sintesis, jenis bahan yang digunakan, penggunaan *doping*, serta suhu dan waktu *sintering* [10]. Proses pertumbuhan kristal yang membentuk suatu fase terjadi selama *Sintering*, sehingga dalam rangkaian sintesis *sintering* memberikan bobot tersendiri dan sangat penting [11].

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu *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 Bi_2O_3 (99,9 %) dari Strem Chemical; PbO (99,9 %) dari Aldrick; SrCO_3 (99,9 %) dari Strem Chemical; CaCO_3 (99,9 %) dari Strem Chemical; dan CuO (99,999 %) dari Merck, NH_3 dan aquades. Komposisi

Tabel 1. Komposisi bahan BPSCCO-2223

Bahan	Fraksi	Massa hitung untuk 3 gram sampel
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

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini terlebih dahulu ditimbang untuk dibuat menjadi 4 sampel sesuai dengan perbandingan pada Tabel 1. Setelah bahan ditimbang, kemudian dilarutkan dengan asam nitrat (HNO₃) 68% dan aquades diaduk secara perlahan sampai larutan berwarna biru jernih. Bahan diletakkan di atas *hot plate* dengan suhu sekitar 70 °C [8]. Kemudian larutan didiamkan selama 24 jam sampai mengering. Setelah bahan mengering, kemudian dilakukan pengeringan pada suhu 300, 400, dan 600 °C secara bertahap sampai bahan benar-benar kering [12].

Setelah bahan dikeringkan dalam tungku, bahan dibagi menjadi 4 sampel dan dilakukan penggerusan dengan mortar dan pastel selama ±10 jam (bertahap) sampai bahan terasa halus. Sampel dikompaksi dengan alat *pressing* dengan kekuatan 8 ton. 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 *disintering* dengan variasi waktu 10, 20, 30, dan 40 jam pada suhu 865 °C agar terbentuk fase yang diinginkan.

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

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

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

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

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

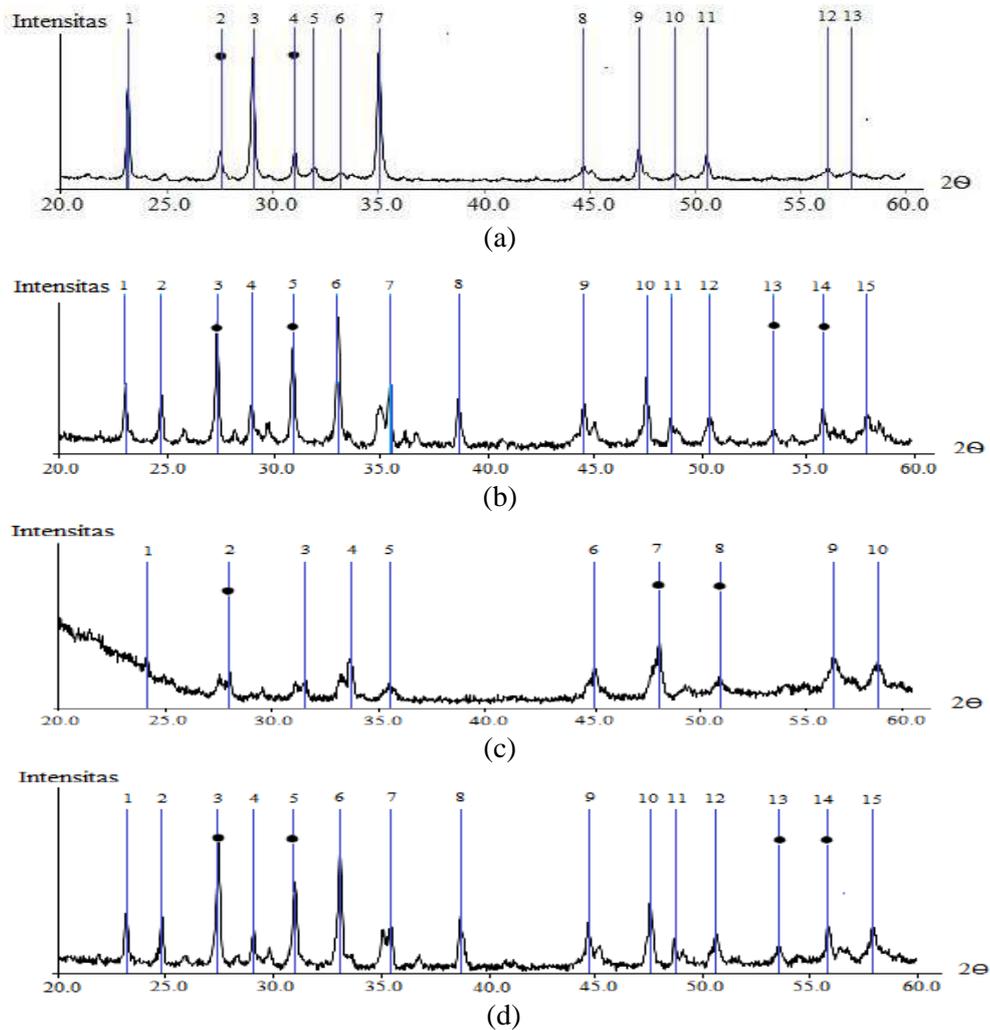
Analisis hasil XRD dilakukan dengan program *celref* versi ke 3 (*Celref V3*). Karakterisasi SEM bertujuan untuk menganalisis struktur mikro superkonduktor BPSCCO-2223.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil XRD

Sampel diberi kode dalam penyajian berdasarkan waktu *sintering*-nya. Sebagai contoh, sampel dengan kode BPSCCO-2223/ts10 menunjukkan sampel superkonduktor BPSCCO-2223 *disintering* pada waktu 10 jam. Hasil spektrum XRD sampel BPSCCO-2223 ditunjukkan pada **Gambar 1** dengan puncak-puncak yang ditunjukkan pada **Tabel 2**.

Rahayu, dkk: Pengaruh waktu *Sintering* terhadap Tingkat Kemurnian Fase Superkonduktor BPSCCO-2223 dengan Kadar Ca 2,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah



Gambar 1. Hasil analisis XRD dengan program *celref* pada BPSCCO-2223 dengan variasi waktu *sintering*. (a) BPSCCO-2223/ts10, (b) BPSCCO-2223/ts20, (c) BPSCCO-2223/ts30, dan (d) BPSCCO-2223/ts40. Ket: (●) menunjukkan impuritas Bi-2212.

Tabel 2. Hasil analisis XRD yang ditunjukkan dengan puncak-puncak ber-*hkl*.

Waktu <i>Sintering</i> (jam)			
10	20	30	40
111	111	113	111
0012	113	119	113
119	0012	0014	0012
200	200	1111	200
1111	1111	2014	1111
0012	0016	2212	0016
220	2012	319	2012
0020	220	-	220
2212	0020	-	0020
1121	311	-	311
-	0218	-	0218
-	139	-	139

Tabel 3. Hasil perhitungan fase BPSCCO-2223 dengan variasi waktu *sintering*

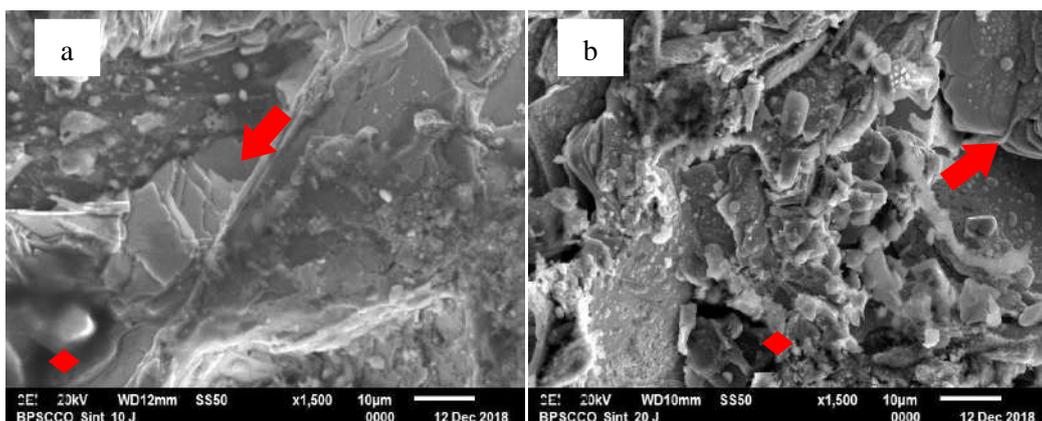
No	Kode Sampel	Fraksi Volume (Fv) (%)	Derajat Orientasi (P) (%)	Impuritas (I) (%)
1	BPSCCO-2223/ts10	88,88	29,54	11,12
2	BPSCCO-2223/ts20	77,37	22,21	22,62
3	BPSCCO-2223/ts30	73,75	33,76	26,24
4	BPSCCO-2223/ts40	71,51	23,32	28,48

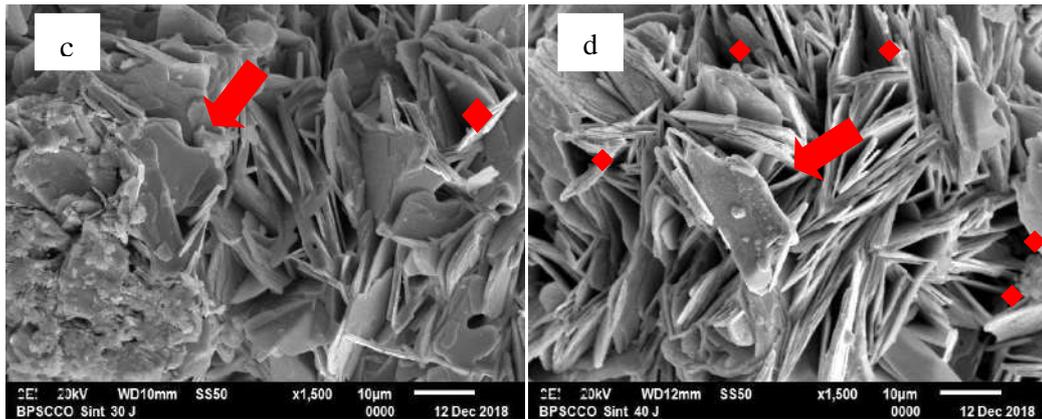
Berdasarkan **Tabel 2** semua sampel sudah terbentuk puncak-puncak BPSCCO-2223. Disamping itu, semua sampel sudah terorientasi yang ditunjukkan adanya puncak-puncak yang memiliki $h = k = 0$ dan $l =$ bilangan genap. Hasil analisis program *celref* dan perhitungan menggunakan persamaan 1, 2, dan 3, diperoleh 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 waktu *sintering* cukup berpengaruh pada pembentukan fase BPSCCO-2223 ditandai dengan nilai kemurnian fase yang menurun seiring meningkatnya waktu *sintering*. Fraksi volume terendah diperoleh pada waktu *sintering* selama 40 jam, yaitu sebesar 71,51%. Penurunan fraksi volume tersebut dikarenakan selama *sintering* terjadi pembentukan fase lain yang bukan

merupakan fase BPSCCO-2223 yaitu fase 2212. Selain itu, juga karena preparasi sampel dan penggerusan yang kurang maksimal, karena preparasi sampel dan penggerusan juga berperan aktif terhadap homogenitas bahan dan peningkatan efektivitas terjadinya reaksi pembentukan benih-benih senyawa atau prekursor [13].

Hasil SEM

Hasil SEM menunjukkan struktur mikro sampel BPSCCO-2223 yang dilakukan pada semua sampel. Secara umum semua sampel telah menunjukkan keadaan mikrostruktur yang berbentuk seperti lempengan-lempengan yang merupakan ciri dari mikrostruktur sistem BSCCO. Mikrostruktur juga menunjukkan bahwa sampel BPSCCO yang terbentuk sudah relatif baik, yaitu ditunjukkan dengan sedikitnya ruang kosong (*void*) antar lempengannya. Masing-masing sampel direkam dengan perbesaran 1500x.





Gambar 2. Hasil karakterisasi SEM pada BPSCCO-2223. (a) BPSCCO-2223/ts10, (b) BPSCCO-2223/ts20, (c) BPSCCO-2223/ts30, dan (d) BPSCCO-2223/ts40. Ket: (↓) menunjukkan lempengan yang telah terorientasi, dan (◆) menunjukkan void.

Berdasarkan **Gambar 2** (a dan b) terlihat mikrostruktur yang terbentuk ada yang berupa lempengan dan sebagian masih berupa gumpalan. Sampel BPSCCO-2223/ts10 memiliki derajat orientasi (P) sebesar 29,54%, dan sampel BPSCCO-2223/ts20 memiliki derajat orientasi (P) terendah yaitu sebesar 22,62%. **Gambar 2** (c dan d) terlihat mikrostruktur yang terbentuk berupa lempengan-lempengan. Sampel BPSCCO-2223/ts30 memiliki derajat orientasi (P) yang relatif tinggi yaitu sebesar 33,76%, pada sampel tersebut terlihat susunan lempengan yang lebih teratur dan memiliki sedikit ruang kosong antar lempengan, sedangkan sampel BPSCCO-2223/ts40 memiliki derajat orientasi (P) sebesar 23,32% terlihat bahwa ruang kosong yang dimiliki lebih banyak dibandingkan sampel lainnya.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil XRD, waktu *sintering* berpengaruh terhadap tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223, ditunjukkan dengan nilai fraksi volume (F_v) yang semakin rendah seiring bertambahnya waktu *sintering*. Tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223 terendah dengan nilai fraksi volume (F_v) BPSCCO-2223/ts40 =

71,51% dan tertinggi BPSCCO-2223/ts10 = 88,88%. Hasil SEM menunjukkan semua sampel superkonduktor BPSCCO-2223 telah terorientasi serta ruang kosong antar lempengan (*void*) juga relatif lebih sedikit.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. Nurmalita, Nailul, Dan, and Fauzi, "XRD analysis of Bi-2212 superconductors: prepared by the self-flux method," *J. Nat.*, vol. 13, no. 1, pp. 23–27, 2013.
- [2] G. C. Sukirman, E., Adi, W. A., Winatapura, D. S., Sulungbudi, "Review Kegiatan Litbang Superkonduktor Tc Tinggi di P3IB-BATAN," *J. Sains Mater. Indones.*, vol. 4, no. 2, pp. 30–39, 2003.
- [3] K. Sato, "Bismuth-based oxide (BSCCO) high-temperature superconducting wires for power grid applications: Properties and fabrication," in *Superconductors in the Power Grid: Materials and Applications*, 2015.
- [4] S. Reviana, "Pembentukan fase superkonduktor Bi-2223 dengan doping Pb (BPSCCO-2223) pada kadar Ca = 2,10 dengan variasi suhu *sintering*," Universitas

- Lampung, 2013.
- [5] Luisana, "Proses pembuatan bahan superkonduktor BSCCO dengan metode padatan," *Maj. Metal.*, vol. 28, no. 2, pp. 73–78, 2013.
- [6] and F. Ginley, D. S., Taylor, D., *Handbook of Superconducting Materials*. United Kingdom: IOP Publishing, 2002.
- [7] F. Afriani, "Variasi kadar CaCO_3 dalam pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2223 dengan doping Pb (BPSCCO-2223)," Universitas Lampung, 2013.
- [8] 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 Kopersipitasi dan Pencampuran Basah," *J. Ilmu Pengetah. dan Teknol. TELAAH*, vol. 28, pp. 6–19, 2010.
- [9] 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.
- [10] S. Siswayanti, B., Agung, I., Amirul, H., Ikhlusal, M. A., Hendrik, dan Pius, "Sintesis Pelet Bi-Sr-Ca-Cu-O dengan Suhu Sintering Rendah dan Analisa Sifat Superkonduktivitasnya," in *Prosiding Seminar Material Metalurgi*, 2015, pp. 227–231.
- [11] Parikin, "Penelitian pengaruh waktu sintering terhadap pertumbuhan fasa 2223 superkonduktor Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O dengan metode rietveld," in *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah*, 1996, pp. 127–132.
- [12] I. Marhaendrajaya, "Eksperimen pembentukan kristal BPSCCO-2223 dengan metode lelehan," *Berk. Fis.*, vol. 4, no. 2, pp. 33–40, 2001.
- [13] M. Diantoro, "Studi kinetika pembentukan superkonduktor sistem $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ (2223) melalui prekursor fase (Bi,Pb)-2212," Institut Teknologi Bandung, 1997.

Rahayu, dkk: Pengaruh waktu *Sintering* terhadap Tingkat Kemurnian Fase Superkonduktor BPSCCO-2223 dengan Kadar Ca 2,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah