

Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Pembentukan Fase Superkonduktor BSCCO-2223 dengan Kadar Ca = 2,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah

Komala Dewi^a, Suprihatin^b, Syafriadi^c

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Lampung, Bandar Lampung 35141

^akomaladewikomala@gmail.com, ^bsuprihatin_itb@yahoo.com, ^cssyafriadi155@gmail.com

Diterima (29 April 2019), Direvisi (17 Mei 2019)

Abstract. This study was conducted to determine the effect of sintering temperature on the formation of BSCCO-2223 superconductor phase with levels of Ca = 2,10 using the wet mixing method. The materials used were Bi₂O₃, SrCO₃, CaCO₃, CuO, HNO₃ and aquades. Synthesis is carried out by dissolving the materials using HNO₃ and aquades slowly then the solution is dried for 40 hours at a temperature of 300, 400 and 600 °C gradually. The samples were calcined at 800 °C for 10 hours and each was sintered with temperature variations of 850, 855, 860 and 865 °C for 20 hours. The XRD result shows that the sintering temperature has an effect on the formation of BSCCO-2223 superconductor phase, with volume fraction value which tends to increase with increasing sintering temperature. The highest volume fraction was obtained in the BSCCO-2223 sample with sintering temperature of 865 °C which is 79,49%. SEM result shows that all samples have arranged layers (oriented) with relatively small empty space between the plaques (void). The highest orientation degree is in the BSCCO-2223 sample with sintering temperature of 860 °C which is 23,77%.

Keywords. BSCCO-2223, orientation degree, sintering, superconductor, volume fraction

Abstrak. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh suhu sintering terhadap pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2223 dengan kadar Ca = 2,10 menggunakan metode pencampuran basah. Bahan yang digunakan yaitu Bi₂O₃, SrCO₃, CaCO₃, CuO, HNO₃ dan aquades. Sintesis dilakukan dengan melarutkan bahan menggunakan HNO₃ dan aquades secara perlahan kemudian larutan dikeringkan selama 40 jam dengan suhu 300, 400 dan 600 °C secara bertahap. Sampel dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 10 jam dan disintering dengan variasi suhu 850, 855, 860 dan 865 °C selama 20 jam. Hasil XRD menunjukkan bahwa suhu sintering berpengaruh terhadap pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2223, dengan nilai fraksi volume yang cenderung meningkat seiring meningkatnya suhu sintering. Fraksi volume tertinggi diperoleh pada sampel BSCCO-2223 dengan suhu sintering 865 °C yaitu 79,49 %. Hasil SEM menunjukkan bahwa semua sampel telah memiliki lapisan-lapisan yang tersusun (terorientasi) dengan ruang kosong antara lempengan (*void*) relatif kecil. Derajat orientasi yang tertinggi yaitu pada sampel BSCCO-2223 dengan suhu sintering 860 °C yaitu 23,77 %.

Kata kunci: BSCCO-2223, derajat orientasi, fraksi volume, sintering, superkonduktor

PENDAHULUAN

Superkonduktor telah banyak digunakan di berbagai bidang, diantaranya bidang transportasi, kesehatan dan kelistrikan seiring perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi dewasa ini. Penggunaan superkonduktor di bidang transportasi misalnya kereta supercepat yang dikenal dengan *Magnetic Levitation*

(Maglev) [1], di bidang kesehatan yaitu alat pencitraan resonansi magnetik [2] dan di bidang kelistrikan yaitu kabel daya yang dibuat dengan pita superkonduktor [3]. Penelitian mengenai superkonduktor semakin gencar dilakukan, baik di dalam maupun di luar negeri mengingat manfaatnya yang luar biasa untuk masa sekarang dan mendatang.

Superkonduktor merupakan suatu 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 [4]. Superkonduktor dapat dibedakan berdasarkan suhu kritisnya (T_c), yaitu superkonduktor suhu kritis rendah dan tinggi [5]. Salah satu superkonduktor suhu kritis tinggi (SKST) yang banyak dikaji adalah sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) yang dikenal juga sebagai superkonduktor berbasis Bi [6]. Pada superkonduktor ini, lapisan kuprat dalam struktur kristalnya dipercaya sebagai lapisan paling berperan dalam gejala superkonduktor [7]. Superkonduktor BSCCO memiliki 3 fase yaitu 2201, 2212 dan 2223, dimana T_c dari fase-fase tersebut berturut-turut adalah 10, 80 dan 110 K [8].

BSCCO-2223 adalah fase yang paling potensial untuk aplikasi dibandingkan dengan fase-fase lainnya karena suhu kritisnya tinggi. Selain itu, BSCCO-2223 mempunyai sifat fisis yang mudah dibentuk, tidak mudah patah dan dapat dikembangkan untuk pembuatan lapisan tipis [8]. BSCCO-2223 terbentuk dari pertumbuhan fase BSCCO-2212. Pertumbuhan fase BSCCO-2223 terjadi pada suhu sintering 840-880 °C dengan periode antara 100-624 jam [9].

Metode yang bisa digunakan untuk menyintesis superkonduktor BSCCO-2223 diantaranya metode lelehan [10], pencampuran basah [11], dan padatan [12]. Metode yang sering digunakan dalam sintesis superkonduktor BSCCO-2223 adalah metode padatan (*solid state reaction*). Tetapi, metode padatan ini memiliki kelemahan, yaitu tingkat kemurnian atau homogenitas dari superkonduktor yang dihasilkan rendah karena masih ada fase pengotornya [8]. Sintesis superkonduktor BSCCO-2223 dapat dilakukan menggunakan metode pencampuran basah

dengan hasil fraksi volume yang lebih tinggi [9].

Penelitian tentang superkonduktor BSCCO-2223 terus dilakukan untuk mendapatkan superkonduktor dengan kemurnian tinggi, diantaranya dengan penambahan *doping*, memvariasikan suhu kalsinasi dan sintering, waktu pelelehan, penahanan dan sebagainya [12]. Suhu sintering merupakan salah satu faktor dalam sintesis superkonduktor yang dapat mempercepat pertumbuhan fase dan meningkatkan nilai fraksi volumenya.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis superkonduktor BSCCO-2223 dengan kadar Ca = 2,10 menggunakan metode pencampuran basah. Variasi suhu sintering yang dilakukan adalah 850, 855, 860 dan 865 °C. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui tingkat kemurnian fase yang terbentuk dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur mikro dari sampel. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui suhu sintering terbaik yang dapat menghasilkan superkonduktor BSCCO-2223 dengan tingkat kemurnian fase yang tinggi.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan bahan dasar berupa bahan oksida dan karbonat dengan tingkat kemurnian yang tinggi yaitu: Bi₂O₃ (99,9 %), SrCO₃ (99 %) dan CaCO₃ (99,995 %) dari *Strem Chemical*, CuO (99 %) dari Merck, HNO₃ (68 %) dan aquades. Komposisi ditimbang sesuai dengan takaran yang telah ditentukan seperti pada **Tabel 1**.

Tabel 1. Komposisi bahan BSCCO-2223

Bahan	Fraksi	Massa Bahan (g)
Bi ₂ O ₃	2,00	1,1552
SrCO ₃	2,00	0,7320
CaCO ₃	2,10	0,5211
CuO	3,00	0,5917
Total		3,0000

Setelah bahan ditimbang, semua bahan dilarutkan dengan HNO₃ (68 %) dan aquades. Kemudian bahan diaduk perlahan sambil dipanaskan pada suhu ± 70 °C sampai larutan tersebut berwarna biru jernih yang menandakan bahwa larutan sudah homogen dengan pH = 1, lalu diamkan selama 24 jam sampai mengerak [8,10]. Bahan yang mengerak digerus terlebih dahulu dan dimasukkan ke dalam *crucibel* alumina, kemudian dikeringkan di dalam *furnace* pada suhu 300, 400 dan 600 °C secara bertahap [10].

Setelah pengeringan, dilakukan penggerusan secara bertahap dengan mortar dan pastel selama ±10 jam sampai bahan terasa halus. Sampel dikompaksi menggunakan alat *pressing* dengan kekuatan 8 ton dan *die* yang berdiameter 10 mm. Setelah itu, sampel dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 10 jam. Sampel hasil kalsinasi belum sempurna karena adanya porositas dan penangkapan gas sekitar, sehingga perlu penggerusan ulang ±10 jam. Selanjutnya sampel disintering 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 untuk menganalisis tingkat kemurnian fase superkonduktor BSCCO-2223, dilakukan dengan menghitung *F_v*, *P*, dan *I* menggunakan persamaan:

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

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

$$I = 100\% - F_v \tag{3}$$

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.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Karakterisasi XRD

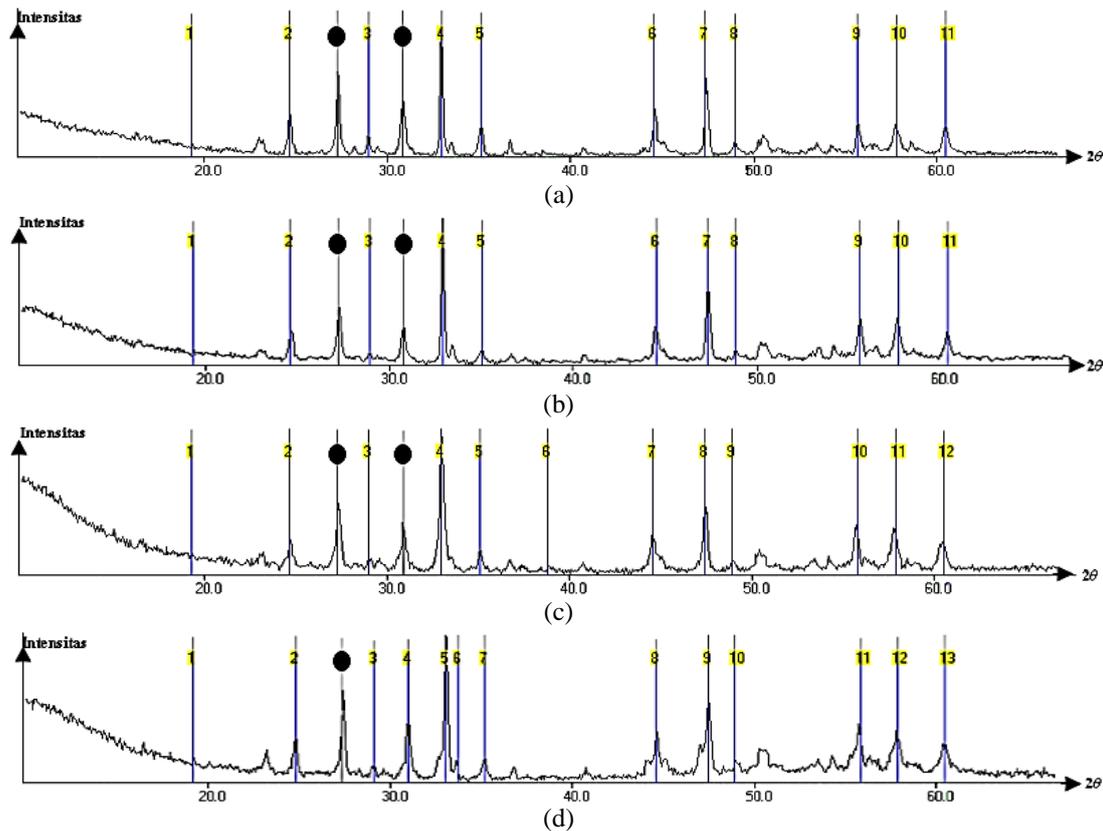
Hasil analisis XRD sampel BSCCO-2223 ditunjukkan pada **Gambar 1** dengan puncak-puncak yang ditunjukkan pada **Tabel 2**. Sampel diberi kode dalam penyajian berdasarkan suhu sinteringnya. Sebagai contoh, sampel dengan kode BSCCO-2223-850 menunjukkan sampel superkonduktor BSCCO-2223 yang disintering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

Berdasarkan **Tabel 2** seluruh sampel telah membentuk BSCCO-2223. Sampel-sampel tersebut juga telah terorientasi dengan adanya puncak-puncak yang memiliki *h = k = 0* dan *l = bilangan genap* sesuai dengan penelitian pada tahun 2016 [13]. Berdasarkan hasil analisis program *celref* dan perhitungan menggunakan **persamaan 1, 2 dan 3**, diperoleh tingkat kemurnian fase yang meliputi nilai *F_v*, *P* dan *I* untuk masing-masing sampel. Hasil perhitungan tingkat kemurnian fase superkonduktor BSCCO-2223 dapat dilihat pada **Tabel 3**.

Tabel 3 menunjukkan bahwa variasi suhu sintering cukup berpengaruh pada pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2223 ditandai dengan nilai *F_v* yang cenderung meningkat seiring meningkatnya suhu sintering. Nilai *F_v* tertinggi diperoleh

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

Suhu Sintering (°C)			
850	855	860	865
008	008	008	008
113	113	113	113
<u>0012</u>	<u>0012</u>	<u>0012</u>	<u>0012</u>
200	200	200	119
<u>1111</u>	<u>1111</u>	<u>1111</u>	200
<u>2012</u>	<u>2012</u>	<u>0016</u>	<u>0014</u>
220	220	<u>2012</u>	<u>1111</u>
<u>0020</u>	<u>0020</u>	220	<u>2012</u>
<u>0218</u>	<u>0218</u>	<u>0020</u>	220
139	139	<u>0218</u>	<u>0020</u>
<u>2020</u>	<u>2020</u>	139	<u>0218</u>
-	-	<u>3111</u>	139
-	-	-	<u>2020</u>



Gambar 1. Hasil analisis XRD dengan program *celref* ; (a) BSCCO-2223-850, (b) BSCCO-2223-855, (c) BSCCO-2223-860 dan (d) BSCCO-2223-865. Tanda (●) menunjukkan impuritas BSCCO-2212.

pada sampel BSCCO-2223-865 yaitu sebesar 79,49 % dan nilai F_v terendah diperoleh pada sampel BSCCO-2223-855 sebesar 75,79 %. Rendahnya nilai F_v diduga karena proses preparasi bahan yang kurang maksimal terutama pada proses penggerusan dan kompaksi.

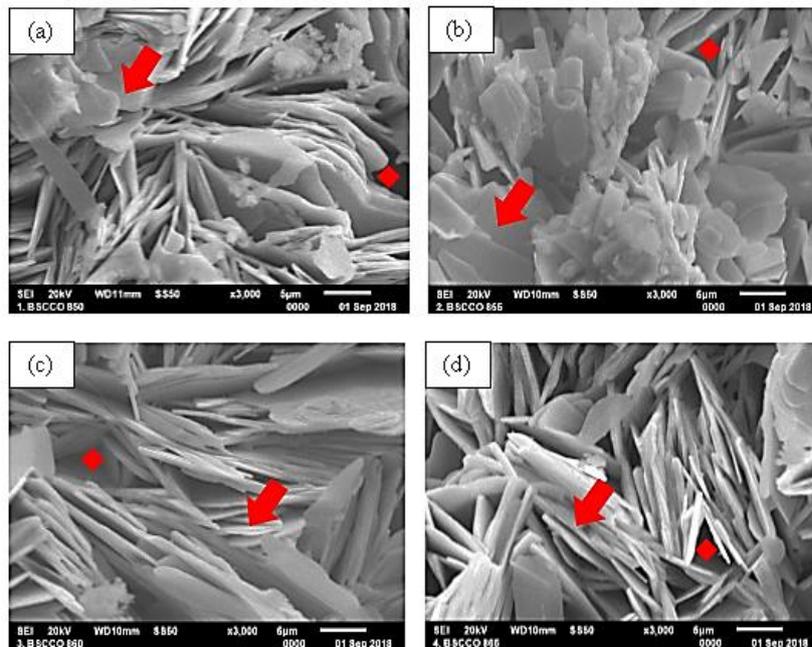
Nilai F_v yang diperoleh pada penelitian ini relatif lebih tinggi dibandingkan penelitian sebelumnya. Sintesis superkonduktor BSCCO-2223 yang dilakukan menggunakan metode pencampuran basah dengan variasi suhu sintering 820, 840, 850 dan 860 °C, nilai F_v tertinggi yang diperoleh sebesar 65,9 % pada suhu sintering 860 °C [11].

Sintesis superkonduktor BSCCO-2223 menggunakan metode pencampuran basah menghasilkan puncak-puncak yang relatif lebih baik dibandingkan menggunakan

metode padatan yang dilakukan oleh Subarwanti pada tahun 2013. Puncak-puncak yang dihasilkan memiliki nilai intensitas yang lebih tinggi sehingga puncak-puncak lebih terlihat jelas. Nilai F_v tertinggi yang diperoleh pada penelitian ini tidak jauh berbeda dengan nilai F_v tertinggi yang diperoleh pada penelitian sebelumnya, yaitu sebesar 80,43 % pada suhu sintering 855 °C [12].

Hasil Karakterisasi SEM

Berdasarkan **Gambar 2**, semua sampel telah menunjukkan keadaan struktur kristal yang terorientasi dengan *void* yang relatif sedikit. Pembentukan kristal terbaik terlihat pada BSCCO-2223-860 dengan P sebesar 23,77%.



Gambar 2. Hasil karakterisasi SEM pada sampel; (a) BSCCO-2223-850, (b) BSCCO-2223-855, (c) BSCCO-2223-860 dan (d) BSCCO-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 BSCCO-2223 dengan variasi suhu sintering.

Kode Sampel	F_v (%)	P (%)	I (%)
BSCCO-2223-850	77,81	19,82	22,19
BSCCO-2223-855	75,79	18,33	24,21
BSCCO-2223-860	78,49	23,77	21,51
BSCCO-2223-865	79,49	21,70	20,51

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil XRD suhu sintering cukup berpengaruh terhadap pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2223, ditunjukkan dengan nilai F_v yang cenderung meningkat seiring meningkatnya suhu sintering. Fraksi volume tertinggi diperoleh pada sampel BSCCO-2223-865 yaitu 79,49 %. Hasil SEM menunjukkan bahwa semua sampel BSCCO-2223 telah memiliki lapisan-lapisan yang terorientasi dengan void yang relatif sedikit. Sampel yang memiliki nilai P lebih tinggi mempunyai bentuk kristal yang lebih baik. Hal ini bersesuaian dengan nilai P tertinggi yaitu pada sampel BSCCO-2223-860 = 23,77 %.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] E. Marlianto, “Studi ultrasonik pada bahan superkonduktor suhu tinggi,” *Skripsi*, Universitas Sumatera Utara, Medan, 2008.
- [2] B. A. Albiss, I. M. Obaidat, M. Gharaibeh, H. Ghamlouche, and S. M. Obeidat, “Impact of addition of magnetic nanoparticles on vortex pinning and microstructure properties of BiSrCaCuO superconductor,” *Solid State Commun.*, vol. 150, no. 33–34, pp. 1542–547, 2010.
- [3] L. Masur, D. Parker, M. Tanner, E. Podtburg, D. Buczek, J. Scudiere, P.

- Caracino, S. Spreafico, P. Corsaro, and M. Nassi, "Long length manufacturing of high performance BSCCO-2223 tape for the Detroit Edison Power Cable Project," *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, vol. 11, no. 1 III, pp. 3256–3260, 2001.
- [4] J. A. Hcamargo, D. Espitia, and R. Baquero, "First principles study of electronic structure of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$," *Rev. Mex. Fis.*, vol. 6, pp. 39–45, 2014.
- [5] Windartun, *Superkonduktor*. Bandung: Universitas Pendidikan Indonesia, 2008.
- [6] Nurmalita, "The effect of Pb dopant on the volume fraction of BSCCO-2212 superconducting," *Jurnal Natural*, vol. 11, no. 2, pp. 1–6, 2011.
- [7] Nurmalita, "The dc electrical resistivity curves of bismuth-2212 ceramic superconductors: evaluation of the hole-carrier concentrations per-Cu ion," *J. Aceh Phys. Soc.*, vol. 5, no. 1, pp. 9–13, 2016.
- [8] Lusiana, "Proses pembuatan material superkonduktor BSCCO dengan metoda padatan," *Maj. Metal.*, vol. 28, pp. 73–82, 2013.
- [9] H. Widodo dan Darminto, "Nanokristalisasi superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ 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," *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*, vol. 28, pp. 6-19, 2010.
- [10] I. Marhaendrajaya, "Eksperimen pembentukan kristal BPSCCO-2223 dengan metoda lelehan," *Jurnal Berkala Fisika*, vol. 4, no. 2, 2001.
- [11] K. Khafifah, M. A. Baqiya, and Darminto, "Nanokristalisasi superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$ dengan variasi kalsinasi dan sinter melalui metode pencampuran basah," *Skripsi*, ITS, Surabaya, 2010.
- [12] Y. Subarwanti, "Sintesis superkonduktor Bi-2223 tanpa doping Pb (BPSCCO-2223) dengan kadar Ca = 2.10 pada berbagai suhu sintering," *Skripsi*, Universitas Lampung, Bandar Lampung, 2013.
- [13] E. Yufita dan Nurmalita, "The effect of sintering time on surface morphology of Pb-doped Bi-2223 oxydes superconductors prepared by the solid state reaction methods at 840 °C," *J. Aceh Phys. Soc.*, vol. 5, no. 1, pp. 1–5, 2016.