

Sintesis Superkonduktor BSCCO-2223 dengan Variasi Waktu Sintering pada Kadar Ca=2,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah

Siti Istikomah^a, Suprihatin^b, Agus Riyanto^c

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung, Bandar Lampung 35144

^asistikomah17@gmail.com, ^bsuprihatin_itb@yahoo.com, ^carfi2208@gmail.com.

Diterima (07 Mei 2019), Direvisi (15 Agustus 2019)

Abstract. Research about the effect of sintering time on the phase purity level of superconductor BSCCO-2223 at the level of Ca 2,10 has been synthesized using the wet-mixing method. Sample dissolved is slowly with HNO₃ and aquades, then drying gradually 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 results show that sintering time has an effect on the volume fraction value of BSCCO-2223. Volume fraction that is relatively high at 30 hours sintering time is 79,17 % with an orientation degree value of 37.94%. While the lowest was obtained at the time of sintering for 10 hours with the volume fraction of 38.47% with a degree of orientation of 15.27%. the SEM results show that all samples have layers oriented and have relatively little space between the plates (voids).

Keywords: BSCCO-2223, orientation degree, sintering, Superconductor, volume fraction

Abstrak. Telah dilakukan penelitian tentang sintesis superkonduktor BSCCO-2223 dengan variasi waktu sintering pada kadar Ca=2,10 menggunakan metode pencampuran basah. Sampel dilarutkan dengan HNO₃ dan aquades secara perlahan, kemudian dilakukan pengeringan pada 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 waktu sintering cukup berpengaruh terhadap nilai fraksi volume BSCCO-2223. Fraksi volume tertinggi diperoleh pada waktu sintering 30 jam sebesar 79,17 % dengan nilai derajat orientasi sebesar 37,94 %. Sedangkan terendah diperoleh pada waktu sintering selama 10 jam dengan fraksi volume sebesar 38,47 % dengan derajat orientasi sebesar 15,27 %. Hasil SEM menunjukkan bahwa semua sampel telah terorientasi serta memiliki ruang kosong antar lempengan (*void*) yang relatif sedikit.

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

PENDAHULUAN

Superkonduktor pertama kali ditemukan oleh fisikawan Belanda Heike Kamerlingh Onnes pada tahun 1911 [1]. Teknologi superkonduktor mulai berkembang sejak ditemukan superkonduktor suhu kritis tinggi (SKST) pada tahun 1986 [1].

mudah dibentuk, tidak mudah patah, tidak beracun, dan dapat dikembangkan sebagai lapisan tipis [1].

Sintesis superkonduktor BSCCO-2223 dapat memunculkan fase-fase lain yang masih dalam sistem Bi, yaitu fase BSCCO-2212 atau fase BSCCO-2201. Sintesis superkonduktor BSCCO-2223 umumnya terdapat fraksi impuritas sebagai hasil reaksi padatan yang tidak terbentuk secara merata dan sempurna [5].

Lama waktu sintering sangat berpengaruh pada pembentukan fase 2223 [6]. Lama waktu sintering berpengaruh terhadap pertumbuhan fase yang diidentifikasi dengan meningkatnya fraksi volume dan kualitas kristal yang dihasilkan semakin baik [1].

Pada penelitian ini dilakukan variasi waktu sintering pada kadar Ca = 2,10 menggunakan metode pencampuran basah

Superkonduktor suhu kritis tinggi (SKST) yang banyak dikaji adalah sistem BSCCO atau bahan superkonduktor berbasis bismut. Dalam sistem BSCCO dikenal 3 fase superkonduktif yang berbeda yaitu fase 2201, fase 2212 dan fase 2223^[2], dengan suhu kritis berturut-turut adalah 10 K, 80 K, dan 110 K [1].

Kelebihan dari superkonduktor sistem BSCCO adalah suhu kritisnya tinggi, untuk mendapatkan waktu sintering terbaik dalam pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2223. Variasi waktu sintering yang digunakan yaitu 10, 20, 30, dan 40 jam pada suhu sintering 865 °C. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui tingkat kemurnian fase yang terbentuk dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur mikro dari sampel.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan bahan dasar Bi₂O₃ (99,9 %) dari Strem Chemical; SrCO₃ (99,9 %) dari Strem Chemical; CaCO₃ (99,99 %) dari Strem Chemical; dan CuO (99,999 %) dari Merck, NHO₃ dan aquades. Komposisi bahan untuk membuat 3 gram sampel disajikan pada **Tabel 1**.

Bahan dasar yang digunakan terlebih dahulu ditimbang untuk dibuat 4 sampel sesuai dengan perbandingan pada **Tabel 1**. Setelah bahan ditimbang, lalu dilarutkan dengan HNO₃ 68% dan aquades diaduk secara perlahan sampai larutan berwarna

Tabel 1. Komposisi bahan BSCCO- 2223

Bahan	Fraksi	Massa hitung untuk 3 gram sampel
Bi ₂ O ₃	2,00	1,1552
SrCO ₃	2,00	0,7320
CaCO ₃	2,10	0,5211
CuO	3,00	0,5916
Total		3,0000

biru jernih. Bahan diletakkan di atas *hot plate* dengan suhu sekitar 70 °C [1].

Kemudian, larutan didiamkan selama 24 jam sampai mengeras. Selanjutnya dilakukan pengeringan pada suhu 300, 400, dan 600 °C secara bertahap sampai bahan kering [1].

Setelah bahan dikeringkan dalam tungku, bahan dibagi menjadi 4 sampel dan dilakukan penggerusan dengan mortar dan pastel selama ±10 jam (bertahap) sampai total, $I(2223)$ = Intensitas fase 2223, $I(00l)$ = Intensitas $h = k = 0$ dan l bilangan genap. Karakterisasi SEM bertujuan untuk menganalisis struktur mikro superkonduktor BSCCO-2223.

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.

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:

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

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

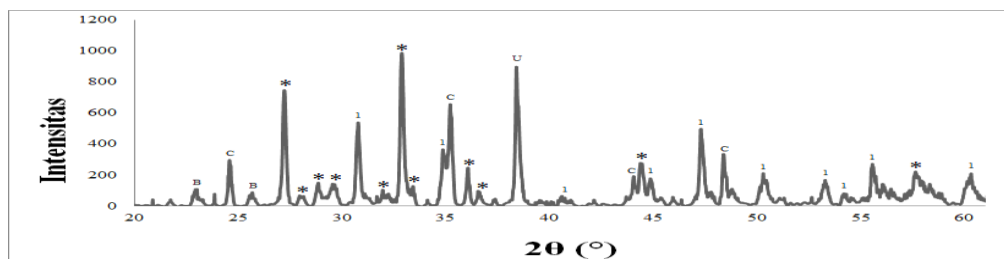
$$I = 100\% - F_v \tag{3}$$

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

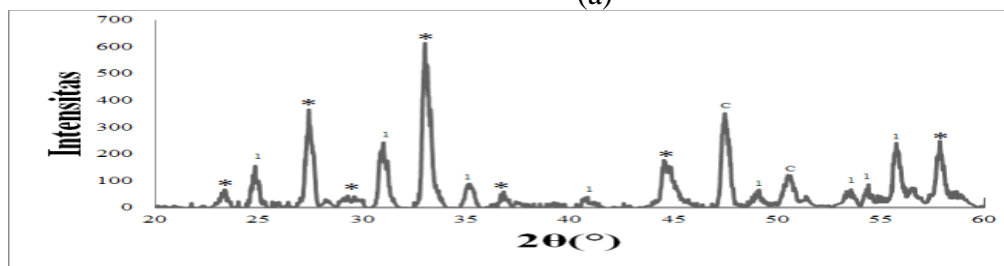
HASIL DAN PEMBAHASAN

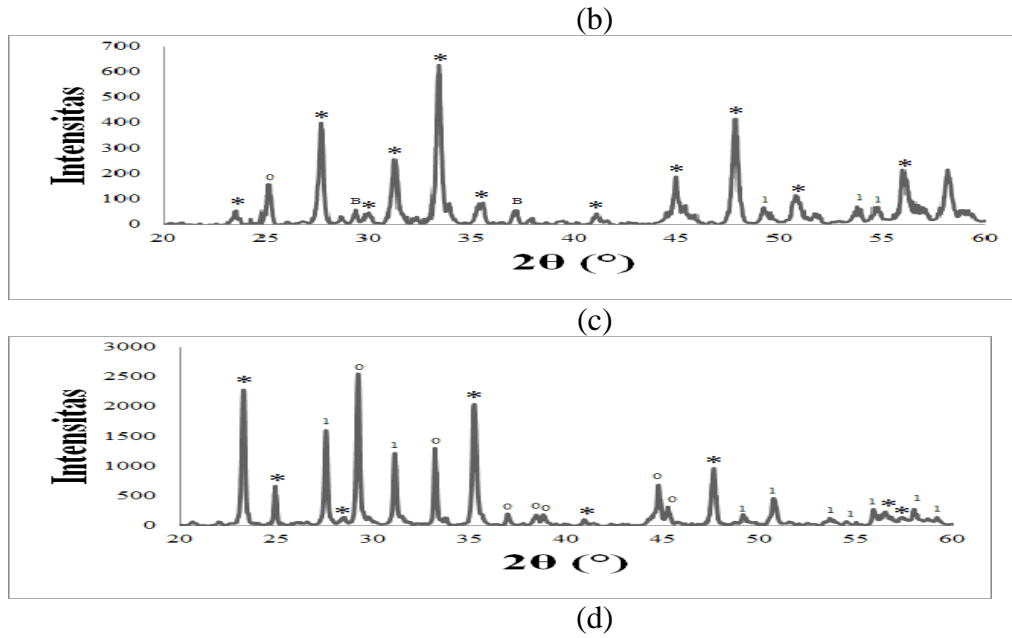
Hasil XRD

Hasil spektrum XRD sampel BSCCO-2223 ditunjukkan pada **Gambar 1**.



(a)





(d)

Gambar 1. Hasil analisis XRD pada BSCCO-2223 dengan variasi waktu sintering. (a) 10 jam, (b) 20 jam, (c) 30 jam, dan (d) 40 jam. (* : BSCCO-2223, 1 : BSCCO-2212, 0 : BSCCO-2201, B : Bi₂O₃, C : Ca₂CuO₃, U : CuO).

Sampel pada waktu sintering 10 jam terbentuk fase CuO, fase Ca_2CuO_3 , dan fase Bi_2O_3 , sedangkan pada waktu sintering 20 jam sudah terbentuk fase BSCCO-2212 dan fase BSCCO-2223. Fraksi volume mengalami peningkatan dan impuritas mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya waktu sintering. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa impuritas mengalami penurunan dikarenakan sebagian dari impuritas sudah mulai membentuk fase BSCCO-2223 maupun fase BSCCO-2212 [1].

Pada waktu sintering 20 jam terbentuk fase BSCCO-2212, sedangkan pada waktu sintering 30 jam sudah terbentuk fase BSCCO-2223. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa formasi fase BSCCO-2223 terjadi melalui pembentukan fase BSCCO-2212 terlebih dahulu dan memerlukan waktu sintering yang cukup lama karena laju reaksinya sangat lambat, sehingga lama pemanasan sangat mempengaruhi pembentukan fase BSCCO-2223 [1].

Pada waktu sintering 20 jam terbentuk fase Ca_2CuO_3 , sedangkan pada waktu sintering 30 jam sudah terbentuk fase BSCCO-2223. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa impuritas mengalami penurunan dikarenakan sebagian dari impuritas sudah mulai membentuk fase BSCCO-2223 maupun fase BSCCO-2212 [1].

Pada waktu sintering 30 jam terbentuk fase BSCCO-2201 dan BSCCO-2223, sedangkan pada waktu sintering 40 jam sudah terbentuk fase BSCCO-2212 dan fase BSCCO-2201. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa fase BSCCO-2223 telah bertransformasi menjadi fase BSCCO-2201 dan fase BSCCO-2212 [1], dan menurut penelitian sebelumnya hal ini dikarenakan semakin lama waktu sintering semakin merubah struktur dan susunan fase BSCCO-2223 membentuk susunan baru yang bukan merupakan BSCCO-2223 [1].

Tabel 2. Hasil perhitungan fase BSCCO-2223 dengan variasi waktu sintering

Waktu sintering	Fraksi volume (%)	Impuritas (%)	Derajat orientasi(%)
10 jam	38,47	61,53	15,27
20 jam	55,15	44,85	16,10
30 jam	79,17	20,83	37,94
40 jam	40,54	59,55	37,15

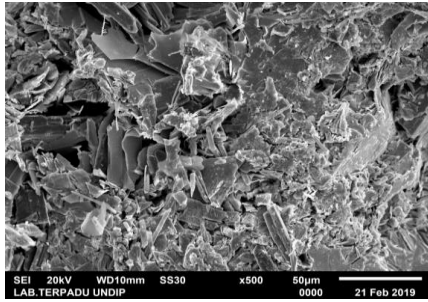
Berdasarkan **Tabel 2.** fraksi volume tertinggi diperoleh pada waktu sintering 30 jam sebesar 79,17 % dan fraksi volume terendah diperoleh pada waktu sintering 10 jam sebesar 38,47 %. Kemudian pada waktu sintering 20 dan 40 jam masing-masing diperoleh 55,15 % dan 40,54 %. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa variasi waktu sintering cukup berpengaruh terhadap nilai fraksi volume BSCCO-2223 [1]

Hasil SEM

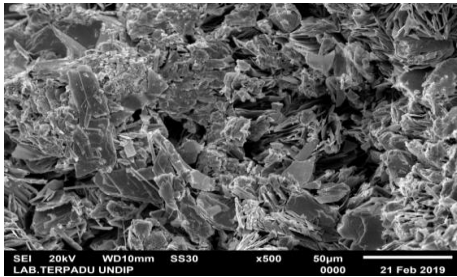
Berdasarkan **Gambar 2,** secara umum sampel telah menunjukkan keadaan struktur kristal yang sudah tersusun searah (terorientasi) serta ruang kosong antar lempengan (*void*) juga relatif lebih sedikit.

Gambar 2(a) dan **Gambar 2(b)** sampel BSCCO-2223 dengan waktu sintering 10 dan 20 jam diperoleh derajat orientasi sebesar 15,27 dan 16,10 %, gambar terlihat bahwa pertumbuhan kristal pada sampel relatif baik, sudah membentuk lempengan-lempengan serta memiliki sedikit ruang kosong.

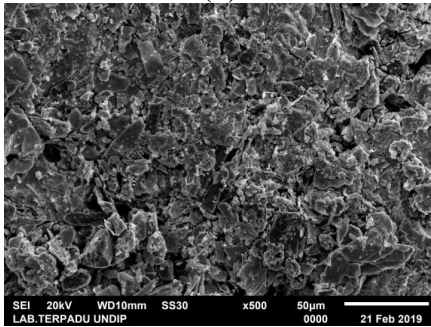
Gambar 2(c) dan **Gambar 2(d)** sampel BSCCO-2223 dengan waktu sintering 30 dan 40 jam diperoleh derajat orientasi sebesar 37,94 dan 37,15 %, gambar terlihat bahwa pertumbuhan kristal pada sampel semakin baik, membentuk lempengan-lempengan yang saling merapat satu sama lain. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa bertambahnya waktu sintering dapat menurunkan jumlah ruang kosong antar lempengan (*void*) [1].



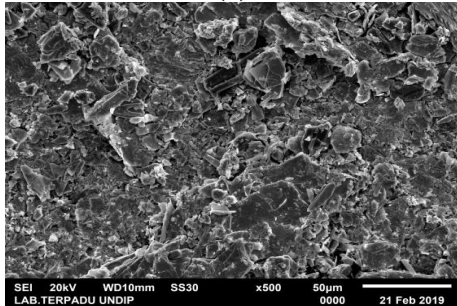
(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 12. Hasil perekaman foto SEM pada sampel 10 jam, (b) 20 jam, (c) 30 jam (d) 40 jam dengan perbesaran masing-masing 500x

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan tingkat kemurnian fase bahan superkonduktor BSCCO-2223 terbaik diperoleh pada waktu sintering selama 30 jam dengan fraksi volume sebesar 79,17 % dan derajat orientasi sebesar 37,94 %. Sedangkan terendah diperoleh pada waktu sintering selama 10 jam dengan fraksi volume sebesar 38,47 % dan derajat orientasi sebesar 15,27 %. Berdasarkan hasil karakterisasi SEM, struktur mikro bahan superkonduktor BSCCO 2223 telah terorientasi serta memiliki ruang kosong antar lempengan (*void*) yang relatif sedikit

DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. H. Qureshi, H. Nazar, K. D. Shahid, W. H. and A. M. "Microstructural Development of Superconducting Phases in Pb-BSCCO System Derived from Sol-Gel Technique," *J.Chem.Sok.Pak*, vol. 32, no. 6, pp. 761–766, 2010.
- [2] Nurmalita, "The effect of Pb dopant on the volume fraction of BSCCO-2212 superconducting crystal," *J. Nat.*, vol. 11, no. 2, pp. 52–57, 2011.
- [3] S. W. Sembiring, Motlan dan H. S. Abid, "Kristalisasi Superkonduktor BSCCO (2212) dan Pengaruh Penambahan Doping Pb dengan Metode Padatan," *Jurnal Einstein*, vol. 4, no. 1, pp. 39–43, 2016.
- [4] Darminto, A. A. Nugroho, A. Rusydi, A. A. M. dan W. L. "Variasi Tekanan Oksigen Dalam Penumbuhan Kristal Tunggal Superkonduktor Bi₂Sr₂CaCu₂O₈-X dan Pengaruhnya," *Pros. ITB*, vol. 4, no. 1, pp. 121–127, 1999.
- [5] D. T. Rahardjo, dan Surantoro, "Optimasi Komposisi Molar Awal Off-Stoikiometri pada Sintesis Superkonduktor Sistem Bi-2223,"

- Berk. Fis. Indones.*, vol. 8, no. 1, pp. 1–9, 2016.
- [6] E. yufita, dan Nurmalita, “The Effect of Sintering Time on Surface Morphology of Pb-Doped Bi-2223 Oxides Superkonduktors Prepared by the Solid State Reaction Methods at 840 °C,” *J. Aceh Phys. Soc.*, vol. 5, no. 1, pp. 1–5, 2016.
- [7] H. Afriyanti, “*Pengaruh Lama Pemanasan Terhadap Pembentukan Fase, Resistivitas Normal, dan Suhu Kritis pada Superkonduktor Overdoped Pb (BiPb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O₁₀* dengan Metode Melt-Textured. Skripsi,” Malang, 2009.
- [8] H. Darminto dan Widodo, “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,” *J. Ilmu Pengetah. dan Teknol. TELAAH*, vol. 28, pp. 6–9, 2010.
- [9] I. Marhaendrajaya, “Eksperimen pembentukan kristal BPSCCO-2223 dengan metode lelehan,” *Berk. Fis.*, vol. 4, no. 2, pp. 33–40, 2001
- [10] K. Khafifah, “Nanokristalisasi Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$ dengan Variasi Kalsinasi dan Sinter Melalui Metode Pencampuran Basah. Skripsi,” Surabaya, 2010
- [11] V. Garnier, I. Monot-Laffez, and G. Desgardin, “Optimization of sintering conditions on the Bi-2223 formation and grain size,” *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.*, vol. 83, no. 1–3, pp. 48–54, 2001.