



Pengaruh Variasi Waktu Sintering Terhadap Pertumbuhan Fase Bahan Superkonduktor BSCCO-2212 dengan Kadar Ca=1,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah

Karlina Rahmah^a, Suprihatin^b, dan Pulung Karo Karo

Jurusan Fisika, Universitas Lampung, Bandar Lampung, Indonesia, 35141

Article Information

Article history:
Received 07 Maret 2020
Received in revised form 07
Maret 2020
Accepted 12 Maret 2020

Keywords:

Superconductors BSCCO-
2212, sintering time, volume
fraction, and degree of
orientation

Abstract

This research was conducted to determine the effect of sintering time on the formation of the superconducting phase BSCCO-2212 by calculating the level of purity of the phases formed and looking at the microstructure. The variation of sintering time was 10, 20, 30 and 40 hours using the wet mixing method. The sample was calcinated with 800 °C for 10 hours and sintered with 830 °C. The XRD's characterization result shows a decrease in phase purity with increasing the sintering time. The relative high volume fraction of the BSCCO-2212/ts10 sample is 90,48% while, the lowest volume fraction of BSCCO-2212/tc40 is 50,74%. The relative high orientation degree of BSCCO-2212/ts20 is 18,47% and the lowest orientation degree of BSCCO-2212/ts10 is 8,4%. The SEM's characterization result shows of all samples have been oriented and have relatively little space between slabs (voids).

Informasi Artikel

Proses artikel:
Diterima 07 Maret 2020
Diterima dan direvisi dari
07 Maret 2020
Accepted 12 Maret 2020

Kata kunci:

Superkonduktor BSCCO-
2212, waktu sintering,
fraksi volume, dan derajat
orientasi

Abstrak

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu sintering terhadap pertumbuhan fase superkonduktor BSCCO-2212 dengan menghitung tingkat kemurnian fase yang terbentuk dan melihat struktur mikronya. Variasi waktu sintering yang dilakukan adalah 10, 20, 30 dan 40 jam menggunakan metode pencampuran basah. Sampel dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 10 jam dan disintering pada suhu 830 °C. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan penurunan kemurnian fase seiring bertambahnya waktu sintering. Fraksi volume yang relatif tinggi pada sampel BSCCO-2212/ts10 sebesar 90,48%. Sementara, fraksi volume terendah adalah BSCCO-2212/ts40 sebesar 50,74%. Derajat orientasi yang relatif tinggi pada sampel BSCCO-2212/ts20 sebesar 18,47%. Sementara, derajat orientasi terendah pada sampel BSCCO-2212/ts10 sebesar 8,4%. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan semua sampel telah terorientasi serta memiliki ruang kosong antar lempengan (void) yang relatif sedikit.

1. 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) (Muis, 2017).

Berdasarkan Tc-nya superkonduktor dibagi menjadi 2, yaitu superkonduktor temperatur rendah dan superkonduktor temperatur tinggi (SKST). SKST merupakan golongan superkonduktor yang menarik untuk dikembangkan karena cenderung lebih aplikatif dibandingkan dengan superkonduktor temperatur rendah (Windartun, 2008).

Superkonduktor suhu tinggi berbasis bismuth disebut dengan sistem BSCCO. Sistem BSCCO memiliki tiga fase yang stabil yaitu $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CuO}_x$ (Bi-2201), $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ (Bi-2212) dan $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_z$ (Bi-2223) dengan suhu kritis masing-masing sebesar 10 K, 80 K dan 110 K (Sato, 2015).

* Corresponding author.

E-mail address: (a)karlinarahmah27@gmail.com; (b)suprihatin_itb@yahoo.com

Diantara superkonduktor berbasis bismuth, superkonduktor BSCCO-2212 merupakan bahan superkonduktor yang mudah membentuk senyawa dalam padatan polikristal dan tersedia metode yang tepat dalam menumbuhkan kristal tunggal. Oleh karena itu, BSCCO-2212 banyak dijadikan model studi untuk superkonduktor berbasis bismuth (Rohmawati & Darminto, 2012).

Beberapa metode sintesis superkonduktor antara lain metode *sol gel* (Fallah-Arani et al. 2017), metode padatan (Fauzi, 2017) dan metode pencampuran basah. Metode pencampuran basah memiliki tingkat homogenitas yang tinggi karena bahan yang digunakan dilarutkan dengan HNO_3 dan aquades secara perlahan hingga larutan berwarna biru jernih yang menandakan bahwa larutan telah homogen (Rohmawati & Darminto, 2012).

Hal yang harus diperhatikan untuk mendapatkan superkonduktor BSCCO yang baik adalah metode sintesis, jenis bahan yang digunakan, penggunaan doping, serta suhu dan waktu sintering (Siswayanti et al. 2015). Proses pertumbuhan kristal untuk membentuk suatu fase terjadi selama sintering. Sehingga pemilihan parameter sintering secara optimal (suhu dan waktu) memiliki peran tersendiri yang sangat penting dalam mempengaruhi keadaan mikrostruktur dan sifat bahan superkonduktor (Santoso, 2006).

Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu sintering terhadap tingkat kemurnian bahan dan untuk memperoleh waktu sintering yang relatif baik dalam pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2212 pada kadar Ca=1,10 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).

2. Metode Penelitian

Pada penelitian ini menggunakan bahan oksida dan karbonat dengan tingkat kemurnian yang tinggi, yaitu Bi_2O_3 (99,9%) dari Strem Chemical, $SrCO_3$ (99,9 %) dari Strem Chemical, $CaCO_3$ (99,9%) dari Strem Chemical, CuO (99,9%) dari Merck, HNO_3 , HCl dan aquades. Komposisi bahan untuk membuat 3 gram sampel disajikan pada **Tabel 1**.

Tabel 1. Komposisi bahan BSCCO-2212

| Bahan Awal | Fraksi | Massa Hitung 3gr sampel |
|------------|--------|-------------------------|
| Bi_2O_3 | 2,00 | 1,3566 |
| $SrCO_3$ | 2,00 | 0,8596 |
| $CaCO_3$ | 1,10 | 0,3205 |
| CuO | 2,00 | 0,4631 |
| Total | | 3,0000 |

Alat-alat yang digunakan yaitu: neraca sartorius digital dengan ketelitian 0,1 mg, pipet, spatula, alat penggerus (*paste* dan *mortar*), cetakan sampel (*die*), tungku pemanas (*furnace*), cawan (*crucible*), alat *pressing*, *X-Ray Diffraction* (XRD) tipe *X'Pert Powder Diffractometer*, dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) tipe Vega 3 Tescan.

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini terlebih dahulu ditimbang untuk menjadi 4 sampel sesuai dengan perbandingan pada **Tabel 1**. Setelah bahan ditimbang, kemudian dilarutkan dengan asam nitrat (HNO_3) 68% dan aquades diaduk secara perlahan sampai larutan berwarna biru jernih. Bahan diletakkan di atas *hot plate* dengan suhu 70 °C (Widodo & Darminto, 2010). Kemudian larutan didiamkan selama 24 jam sampai mengering, selanjutnya dilakukan pengeringan pada suhu 300, 400 dan 600 °C secara bertahap sampai bahan benar-benar kering.

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 ± 10 jam. Selanjutnya sampel disintering dengan variasi waktu 10, 20 30 dan 40 jam pada suhu 830 °C agar terbentuk fase yang diinginkan.

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

$$Fv = \frac{\sum I(2212)}{I_{total}} \times 100\% \quad (1)$$

$$P = \frac{\sum I(00\ell)}{\sum I(2212)} \times 100\% \quad (2)$$

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

Dimana

- Fv = Fraksi volume
- P = Derajat orientasi
- I = Impuritas
- I_{total} = Intensitas total
- $I(2212)$ = Intensitas fase Bi-2212
- $I(00\ell)$ = Intensitas h=k= 0 dan ℓ = genap

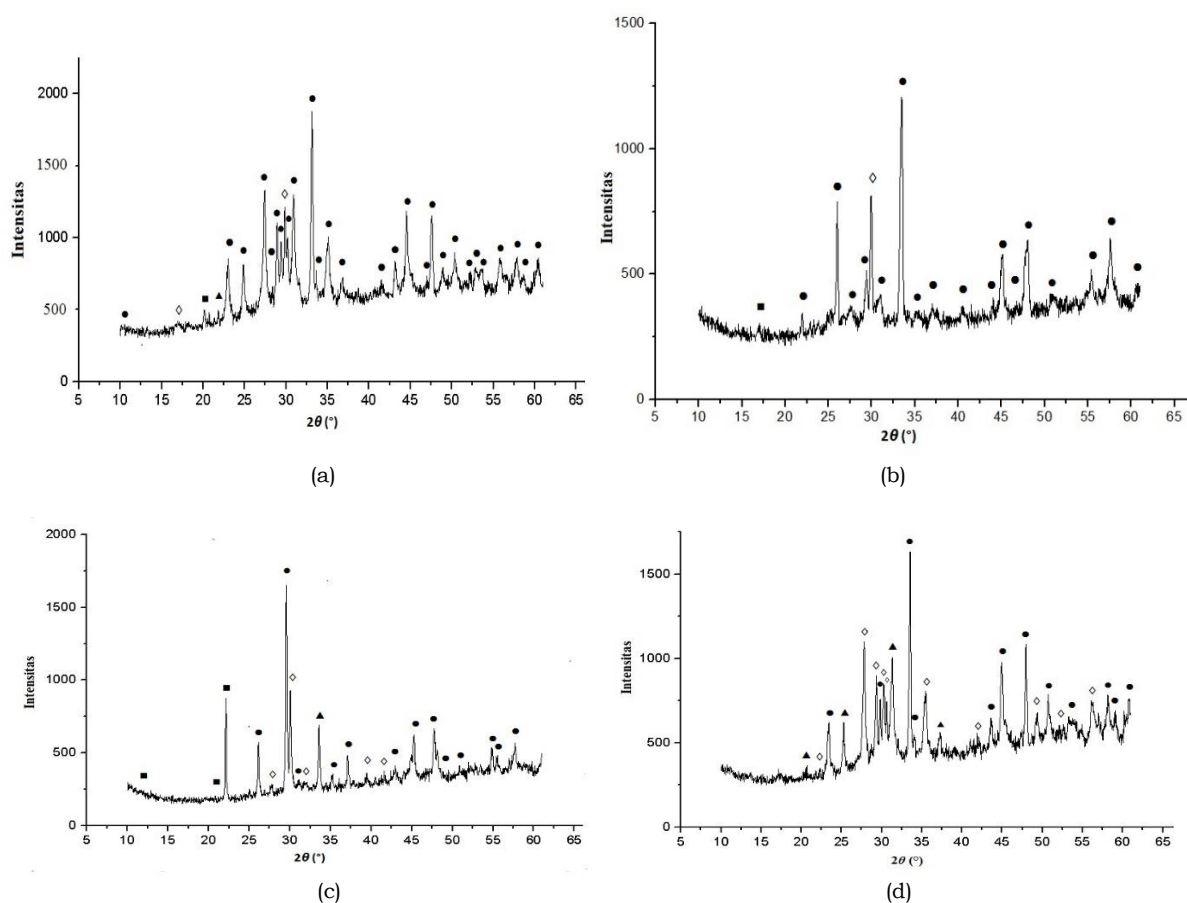
Analisis hasil XRD dilakukan dengan program *High ScorePlus*. Karakterisasi SEM bertujuan untuk menganalisis struktur mikro superkonduktor BSCCO-2212.

3. Hasil Dan Pembahasan

3.1 Hasil XRD

Sampel diberi kode dalam penyajian berdasarkan waktu sinternya. Sebagai contoh, sampel dengan kode BSCCO-2212/ts10 menunjukkan sampel superkonduktor BSCCO-2212 yang disintering dengan waktu 10 jam.

Hasil spektrum XRD sampel BSCCO-2212 ditunjukkan pada **Gambar 1**. Berdasarkan **Gambar 1** semua sampel sudah terbentuk puncak-puncak BSCCO-2212. Disamping itu, semua sampel sudah terorientasi yang ditunjukkan adanya puncak-puncak yang memiliki $h = k = 0$ dan $l =$ bilangan genap. Hasil analisis program *High ScorePlus* dan perhitungan menggunakan persamaan 1, 2 dan 3 diperoleh tingkat kemurnian fase yang meliputi fraksi volume (Fv), impuritas (I) dan derajat orientasi (P) untuk masing-masing sampel.



Gambar 1. Hasil analisis XRD dengan program *High ScorePlus* pada BSCCO-2212 dengan variasi waktu sintering (a) BSCCO-2212/ts10, (b) BSCCO-2212/ts20, (c) BSCCO-2212/ts30 dan (d) BSCCO-2212/ts40. Ket: (●) BSCCO-2212 (▲) BSCCO-2223 (■) BSCCO-2201 (◇) impuritas.

Hasil perhitungan tingkat kemurnian fase superkonduktor BSCCO-2212 dapat dilihat pada **Tabel 2**. **Tabel 2** menunjukkan bahwa variasi waktu sintering cukup berpengaruh pada pembentukan fase BSCCO-2212 ditandai dengan nilai kemurnian fase yang menurun seiring meningkatnya waktu sintering. Fraksi volume terendah diperoleh sebesar 50,74% pada waktu sintering 40 jam. Penurunan fraksi volume tersebut dikarenakan selama proses sintering terjadi pembentukan fase lain yang bukan merupakan fase BSCCO-2212. Waktu sintering akan mempengaruhi ukuran kristal bahan tersebut semakin membesar karena terjadinya proses pertumbuhan fase yang lebih lanjut, sehingga terjadi penggabungan antar butir dan butir yang berkembang menjadi besar (Rohmawati & Darminto, 2012). Selain itu, juga karena proses penggerusan yang kurang maksimal. Penggerusan berperan aktif terhadap homogenitas bahan karena dapat meningkatkan efektivitas reaksi pembentukan benih-benih senyawa atau prekursor (Rahayu, 2017).

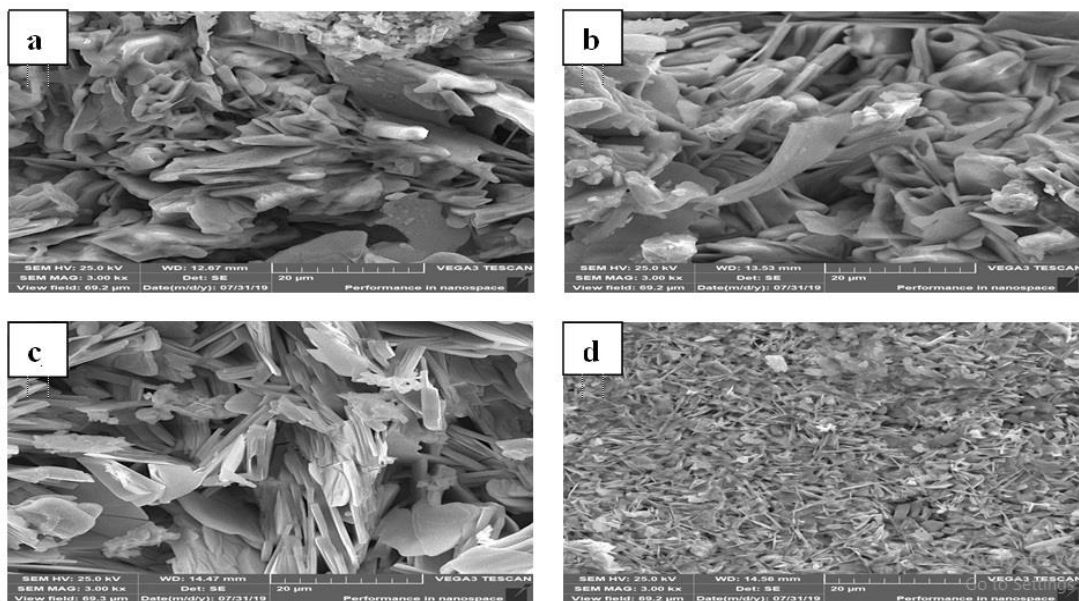
Penelitian dengan metode pencampuran basah ini menghasilkan puncak-puncak yang lebih jelas dibandingkan dengan metode padatan yang telah dilakukan oleh (Pratiwi, 2017). Hasil fraksi volume yang didapatkan pada penelitian Pratiwi (2017) sebesar 67,80% pada waktu sintering 20 jam. Sedangkan pada penelitian ini fraksi volume yang didapatkan pada waktu sintering 20 jam sebesar 88,73% dan fraksi volume tertingginya diperoleh pada waktu sintering 10 jam sebesar 90,48%. Hal ini menunjukkan bahwa menggunakan metode pencampuran basah dapat meningkatkan homogenitas yang tinggi sehingga mendapatkan kemurnian fase yang lebih tinggi juga.

Tabel 2. Hasil perhitungan fase BSCCO-2212 dengan variasi waktu sintering

| Waktu Sintering | Fraksi Volume (%) | Impuritas (%) | | | | | | Derajat orientasi (%) |
|-----------------|-------------------|---------------|------------|--------------------------------|---|----------------------------------|------|-----------------------|
| | | BSCCO-2201 | BSCCO-2223 | Bi ₂ O ₃ | Bi ₆ Ca ₄ O ₁₃ | Ca ₂ CuO ₃ | CuO | |
| BSCCO-2212/ts10 | 90,48 | 1,82 | 1,76 | 1,48 | 4,44 | - | - | 8,40 |
| BSCCO-2212/ts20 | 88,73 | 2,92 | - | 8,34 | - | - | - | 18,47 |
| BSCCO-2212/ts30 | 63 | 11,80 | 6,02 | 2,25 | 13,76 | 3,14 | - | 13,91 |
| BSCCO-2212/ts40 | 50,74 | - | 12,51 | 32,69 | - | - | 4,03 | 13,78 |

3.2 Hasil SEM

Berdasarkan hasil karakterisasi SEM, secara umum struktur mikro sampel BSCCO-2212 telah menunjukkan lapisan-lapisan yang tersusun searah (terorientasi). Selain itu, semua sampel telah menunjukkan pembentukan kristal yang relatif baik dengan susunan kristal yang lebih searah, serta ruang kosong antar lempengan relatif lebih sedikit. Masing-masing sampel direkam dengan perbesaran 3500x. Hasil karakterisasi SEM dapat dilihat pada **Gambar 2**.



Gambar 2. Hasil karakterisasi SEM BSCCO-2212 dengan waktu sintering (a) BSCCO-2212/ts10, (b) BSCCO-2212/ts20, (c) BSCCO-2212/ts30, dan (d) BSCCO-2212/ts40.

Gambar 2 (a), (c) dan (d) BSCCO-2212 dengan waktu sintering 10, 30 dan 40 jam memiliki derajat orientasi rendah yaitu 8,4%, 13,91% dan 13,78%, terlihat bahwa pertumbuhan kristal pada sampel relatif baik, sudah membentuk lempengan-lempengan serta memiliki sedikit ruang kosong. Sedangkan pada **Gambar 2(b)** BSCCO-2212 dengan waktu sintering 20 jam memiliki derajat orientasi sebesar 18,47% dengan terlihatnya pertumbuhan kristal yang lebih baik dan membentuk lempengan-lempengan yang saling rapat satu sama lain.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD, Fraksi volume tertinggi diperoleh sebesar 90,48% pada waktu sintering 10 jam. Sedangkan fraksi volume terendah diperoleh sebesar 50,74% pada waktu sintering 40 jam.

Selain fase BSCCO-2212, diperoleh juga fase lain, yaitu BSCCO-2201 pada waktu sintering 10, 20 dan 30 jam. Kemudian diperoleh juga fase BSCCO-2223 pada waktu sintering 10, 30 dan 40 jam.

Berdasarkan hasil karakterisasi SEM, struktur mikro bahan superkonduktor BSCCO-2212 telah terorientasi serta memiliki ruang kosong antar lempengan (*void*) yang relatif sedikit. Nilai derajat orientasi tertinggi diperoleh pada waktu sintering 20 jam sebesar 18,47%.

Rahmah C, Suprihatin, dan Karo karo P, 2020, Pengaruh Variasi Waktu Sintering Terhadap Pertumbuhan Fase Bahan Superkonduktor BSCCO-2212 pada Kadar Ca=1,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah, *Journal of Energy Material and Instrumentation Technology*, Vol 1. No. 1, 2020

5. Daftar Pustaka

- Fallah-Arani, H et al. 2018, '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.
- Fauzi, RM 2017, Pertumbuhan Fase Superkonduktor BI-2223 dengan Variasi Doping Pb (BPSCCO-2223) pada Kadar Ca=2,10 dan Suhu Sintering 855 °C, Universitas Lampung.
- Muis, S 2017, Fenomena Superkonduktor, Teknosain, Jakarta.
- Pratiwi, R 2017, Pengaruh Doping Pb Terhadap Pertumbuhan Fase Bahan Superkonduktor Bi-2212 pada Kadar Ca 1,10 dan Suhu Sintering 830 °C. Universitas Lampung.
- Sato, K 2015, 'Bismuth-Based Oxide (BSCCO) High-Temperature Superconducting Wires for Power Grid Applications: Properties and Fabrication', *Superconductors in the Power Grid: Materials and Applications*.
- Rahayu, I 2019, 'Pengaruh Waktu Sintering Terhadap Tingkat Kemurnian Fase Superkonduktor BPSCCO-2223 dengan Kadar Ca 2,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah', *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, Universitas Lampung, vol. 07, no. 01. pp. 91-98.
- Rohmawati, L & Darminto 2012, 'Nanokristalisasi Superkonduktor $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ dengan Metode Pencampuran Basah', *Berkala Fisika*, vol. 4, no. 1, pp. 22-26.
- Santoso, H 2006, Variasi Suhu Kalsinasi dan Sintering pada Sintesis Superkonduktor Bi-2223 Tanpa Doping Pb, Universitas Lampung.
- Siswayanti, S., Agung, B., Amirul, L., Ikhlusal, MA., Hendrik, & Pius 2015, Sintesis Pelet Bi-Sr-Ca-Cu-O dengan Suhu Sintering Rendah dan Analisa Sifat Superkonduktivitasnya, *Prosiding Seminar Material Metalurgi*, pp. 227-231.
- Widodo, H & Darminto 2010, '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*, vol. 28, pp. 6-19.
- Windartun 2008, Superkonduktor, Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung.