

Variasi Doping Pb terhadap Pertumbuhan Fase Bahan Superkonduktor Bi-2212 pada Kadar Ca 1,10 dan Suhu Sintering 830°C

Suprihatin^{(1)*}, Riandini Pratiwi⁽¹⁾, Syafriadi⁽¹⁾

⁽¹⁾Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung, Bandar Lampung 35145

*E-mail korespondensi: suprihatin_itb@yahoo.com

Diterima (3 April 2017), direvisi (14 April 2017)

Absrtack. Absrtack. *Research on the effect of Pb doping is 0; 0.1; 0.2; 0.3 and 0.4 to the phase growth of the Bi-2212 Ca 1,10 superconducting material was carried out by the solid method at a calcination temperature of 800°C for 10 hours and sintering temperature of 830°C for 20 hours. The effect of Pb doping on the phase growth of superconducting material can be seen by volume fraction, impurity, and degree of orientation. The results showed that samples without doping Pb (Pb 0) had lower volume fraction values than samples with doping Pb (Pb 0.1-0.4). Addition of Pb doping (Pb 0.1-0.4) will increase the volume fraction. The highest volume fraction (Fv) in doping Pb 0.4 was 80.99%, whereas the lowest volume fraction on doping Pb 0.1 was 67.73%. Samples without doping Pb (Pb 0) had a lower orientation grade value than samples with doping Pb (Pb 0.1-0.4). The addition of Pb doping 0.1 and 0.4 has a higher orientation degree compared to Pb doping of 0.2 and 0.3. The sample with doping Pb 0,1 has the highest orientation degree value that is 24,87%. Based on the SEM results all the seals have shown layers arranged in a direction (oriented) with empty space between the slab (void) is relatively small.*

Key word : Superconductor Bi-2212, doping Pb, fraction volume, orientation degree

Abstrak. Penelitian tentang pengaruh doping Pb yaitu 0; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,4 terhadap pertumbuhan fase bahan superkonduktor Bi-2212 Ca1,10 telah dilakukan dengan metode padatan pada suhu kalsinasi 800°C selama 10 jam dan suhu sintering 830°C selama 20 jam. Pengaruh doping Pb terhadap pertumbuhan fase bahan superkonduktor dapat dilihat berdasarkan fraksi volume, impuritas, dan derajat orientasi. Hasil penelitian menunjukkan sampel tanpa doping Pb (Pb 0) mempunyai nilai fraksi volume yang lebih rendah dibandingkan sampel dengan doping Pb (Pb 0,1-0,4). Penambahan doping Pb (Pb 0,1-0,4) akan meningkatkan fraksi volume. Fraksi volume (Fv) tertinggi pada doping Pb 0,4 yaitu 80,99%, sedangkan fraksi volume terendah pada doping Pb 0,1 yaitu 67,73%. Sampel tanpa doping Pb (Pb 0) mempunyai nilai derajat orientasi yang lebih rendah dibandingkan sampel dengan doping Pb (Pb 0,1-0,4). Penambahan doping Pb 0,1 dan 0,4 mempunyai derajat orientasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan doping Pb 0,2 dan 0,3. . Sampel dengan doping Pb 0,1 memiliki nilai derajat orientasi tertinggi yaitu 24,87%. Berdasarkan hasil SEM semua sampel telah menunjukkan lapisan-lapisan yang tersusun searah (terorientasi) dengan ruang kosong antara lempengan (void) relatif kecil.

Kata Kunci : superkonduktor Bi-2212, doping Pb, fraksi volume, derajat orientasi

PENDAHULUAN

Superkonduktor adalah suatu material yang tidak memiliki hambatan di bawah suatu nilai suhu tertentu. Bahan superkonduktor pertama kali ditemukan pada tahun 1911 oleh seorang fisikawan Belanda dari Universitas Leiden yaitu Heike Kamerlingh Onnes. Pada tanggal 10 Juli 1908, Onnes mencairkan helium dengan cara mendinginkannya hingga suhu 4 K atau –

269°C. Kemudian pada tahun 1911, Onnes mulai mempelajari sifat-sifat listrik dari logam pada suhu yang sangat dingin. Pada saat itu diketahui bahwa hambatan dari suatu logam akan menurun ketika didinginkan di bawah suhu ruang [1]. Salah satu bahan superkonduktor suhu kritis tinggi adalah sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) [2].

Berdasarkan sifat magnetiknya superkonduktor terdiri dari 2 tipe yaitu tipe I

dan tipe II. Superkonduktor tipe I secara fisik ditandai dengan efek Meissner, yaitu gejala penolakan medan magnet luar (gejala levitasi) oleh superkonduktor. Sifat superkonduktivitas akan hilang apabila kuat medan magnetnya melebihi batas kritis. Sehingga superkonduktor tipe I akan terus menolak medan magnet yang diberikan sampai mencapai medan magnet kritis. Kemudian dengan tiba-tiba bahan akan berubah kembali ke keadaan normal. Superkonduktor tipe II mempunyai dua nilai medan magnet kritis H_{c1} (di bawah) dan H_{c2} (di atas) [3].

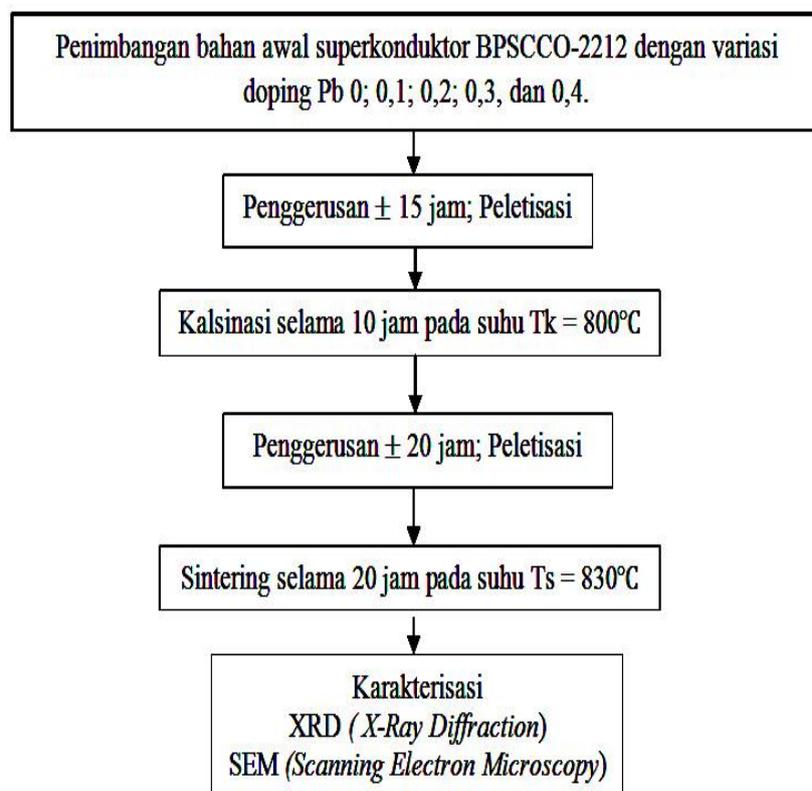
Atom asli di dalam superkonduktor dapat digantikan dengan atom doping yang ukurannya tidak jauh berbeda dengan atom aslinya. Doping dapat berupa penambahan, atom-atom doping ke dalam atom-atom asli superkonduktor. Doping sangat berperan penting pada pembentukan superkonduktor T_c tinggi. Selain itu, penggunaan doping Pb dalam sintesis polikristal sistem Bi memudahkan pembentukan senyawa bersangkutan, dan mempengaruhi sifat-sifat senyawa yang dihasilkan. Penambahan Pb sebagai doping telah diyakini akan menghasilkan substitusi atom Bi oleh atom Pb pada lapisan ganda Bi-O

karena kemiripan ukuran ion dan persyaratan valensi dari atom Pb [4].

Pada penelitian ini dilakukan variasi doping Pb pada sintesis superkonduktor BPSCCO-2212 dengan kadar Ca 1,10, suhu sintering 830°C. Variasi doping Pb 0; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,4. 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

Sintesis bahan superkonduktor menggunakan reaksi padatan (*solid state reaction method*) yang terdiri dari penggerusan, peletisasi (*pressing*) dan pemanasan (kalsinasi dan sintering). Prosedur kerja pada **Gambar 1**. Komposisi bahan awal untuk membuat 3 gram sampel superkonduktor BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb : 0; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,4 dapat dilihat pada **Tabel 1, 2, 3, 4, dan 5**.



Gambar 1. Diagram alir penelitian

Tabel 1. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb 0($\text{Bi}_2\text{Pb}_0\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung setiap 3 gr sampel
Bi_2O_3	2	1,3566
PbO	0	0
SrCO_3	2	0,8596
CaCO_3	1,1	0,3205
CuO	2	0,4632
Total		3,000

Tabel 2. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb 0,1($\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,1}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung setiap 3 gr sampel
Bi_2O_3	1,9	1,2900
PbO	0,1	0,0650
SrCO_3	2	0,8605
CaCO_3	1,1	0,3208
CuO	2	0,4636
Total		3,0000

Tabel 3. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb 0,2($\text{Bi}_{1,8}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung setiap 3 gr sampel
Bi_2O_3	1,8	1,2233
PbO	0,2	0,1302
SrCO_3	2	0,8613
CaCO_3	1,1	0,3215
CuO	2	0,4641
Total		3,0000

Tabel 4. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb 0,3($\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung setiap 3 gr sampel
Bi_2O_3	1,7	1,1564
PbO	0,3	0,1955
SrCO_3	2	0,8621
CaCO_3	1,1	0,3215
CuO	2	0,4645
Total		3,0000

Tabel 5. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb 0,4($\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung setiap 3 gr sampel
Bi_2O_3	1,6	1,0894
PbO	0,4	0,3265
SrCO_3	2	0,8637
CaCO_3	1,1	0,3221
CuO	2	0,4654
Total		3,0000

Bahan dasar yang digunakan Bi_2O_3 (99,9%) dari Strem Chemical, PbO (99%) dari Aldrick, SrCO_3 (99,9%) dari Strem Chemical, CaCO_3 (99,95%) dari Strem Chemical, dan CuO (99,999%) dari Merck. Bahan ditimbang sesuai dengan takaran yang telah ditentukan (Tabel 1-5) dan ditempatkan pada wadah tersendiri. Selanjutnya, bahan dicampur dan digerus dengan *mortar* dan *pastle* secara

manual selama ± 15 jam, dipelet dan dikalsinasi selama 10 jam pada suhu 800°C . Setelah dikalsinasi pelet digerus dan dipelet lagi. Kemudian pelet disintering selama 20 jam pada suhu 830°C (**Gambar 1**). Penggerusan bertujuan untuk meningkatkan homogenitas bahan dan memperluas permukaan kontak agar reaksi dapat berlangsung secara stoikiometrik. Peletisasi adalah pemadatan serbuk dari bahan

yang telah digerus dengan alat *pressing*. Pada penelitian ini bahan dipelet dengan kekuatan 8 ton agar reaksi padatan lebih optimal.

Sampel yang telah disintesis, dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (*X-Ray Diffraction*) bertujuan untuk mengetahui jenis fase yang terbentuk, tingkat kemurnian, dan jenis impuritas yang terdapat pada sampel. Pola difraksi sinar-X diperoleh dengan menembak sampel menggunakan sumber Cu-K α yang mempunyai panjang gelombang 1,54Å. Data difraksi diambil dalam rentang $2\theta = 5^\circ$ sampai 80° , dengan modus *scanning continue*, dan *step size* sebesar $2\theta = 0,05$ serta waktu 2 detik *per step*.

Pola difraksi sinar-X sampel dibandingkan dengan pola difraksi sinar-X BPSCCO fase 2212 yang dihasilkan oleh C. Mannabe (1988) (gambar2) dengan bantuan program *celref*. Selanjutnya, tingkat kemurnian fase ditentukan dengan menghitung fraksi volume (Fv), impuritas (I) dan derajat orientasi (P) menggunakan persamaan 1, 2 dan 3.

$$Fv = \frac{\sum I_{(2212)}}{I_{total}} \quad (1)$$

$$P = \frac{\sum I_{(001)}}{I_{(2212)}} \quad (2)$$

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

dengan, Fv = Fraksi Volume fase BPSCCO-2212, P = Derajat Orientasi, I = Impuritas, I_{total} = Intensitas Total, $I_{(2212)}$ = Intensitas fase 2212 $I_{(001)}$ = Intensitas fase $h = k = 0$ dan l bilangan genap.

Struktur mikro sampel dianalisis dengan SEM pada perbesaran 3000x. Hasil perekaman SEM digunakan untuk melihat ukuran dan bentuk *grain* sampel. Bahan superkonduktor mempunyai konduktivitas yang cukup besar, sehingga sampel tidak perlu di *coating* dengan Au atau C, tetapi sampel cukup ditempelkan pada *holder* menggunakan pasta perak.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pertumbuhan fase bahan superkonduktor BPSCCO-2212 yang terbentuk, diketahui dari

pola difraksi sinar-X. Pola difraksi sinar-X setiap sampel (**Gambar 3A-E**) dibandingkan dengan pola difraksi sinar-X atau spektrum XRD superkonduktor BPSCCO fase 2212 (**Gambar 2**) dengan program *Celref*. Selanjutnya, nilai fraksi volume (Fv), derajat orientasi (P), dan impuritas (I) dari masing-masing sampel BPSCCO-2212 dihitung dengan persamaan 1, 2, dan 3 untuk mengetahui tingkat kemurnian fase dari setiap sampel. Pola difraksi sinar-X diberi nomor puncak dan nilai dari *hkl* puncak tersebut, sebagai contoh puncak 1 (002) berarti nomor puncak 1 dengan $h = 0$, $k = 0$, dan $l = 2$.

Berdasarkan analisis pola difraksi sinar-X dengan program *Celref*, sampel tanpa doping Pb (Pb 0) (Gambar 3A) sudah membentuk fase BPSCCO-2212 yang ditandai munculnya puncak nomor 1(008), 2(113), 3(115), 4(0010), 5(117), 6(200), 7(119), 8(2010), 9(220), 10(1115) dan 12(317). Sampel juga sudah terorientasi yang ditandai munculnya puncak dengan $h = k = 0$, l bilangan genap, yaitu 1(008) dan 4(0010). Selain itu, muncul puncak impuritas ber-*hkl* yang tidak termasuk dalam fase Bi-2212, yaitu nomor 11(135) dan 13(319). Muncul lima puncak impuritas tidak ber-*hkl* (tanda panah).

Sampel dengan doping Pb 0,1 (Gambar 3B) sudah membentuk fase BPSCCO-2212 yang ditandai dengan munculnya puncak nomor 1(002), 2(008), 3(113), 4(115), 5(0010), 6(117), 7(200), 8(119), 9(2010), 10(220), 12(1115) dan 15(317). Sampel juga sudah terorientasi yang ditandai munculnya puncak dengan $h = k = 0$, l bilangan genap, yaitu 1(002), 2(008) dan 5(0010). Selain itu, muncul puncak impuritas ber-*hkl* yang tidak termasuk dalam fase Bi-2212, yaitu nomor 11(224), 13(131), 14(315) dan 16(319). Muncul tiga puncak impuritas tidak ber-*hkl* (tanda panah).

Sampel dengan doping Pb 0,2 (**Gambar 3C**) sudah membentuk fase BPSCCO-2212 yang ditandai dengan munculnya puncak nomor 1(002), 2(008), 3(113), 4(115), 5(0010), 6(117), 7(200), 8(119), 9(2010), 10(220), 12(1115) dan 15(317). Sampel juga sudah terorientasi yang ditandai munculnya puncak dengan $h = k = 0$, l bilangan genap, yaitu 1(002), 2(008) dan 5(0010). Selain itu, muncul puncak impuritas ber-*hkl* yang tidak termasuk dalam fase Bi-2212, yaitu nomor 11(224), 13(135), 14(2210)

dan 16(139). Muncul tiga puncak impuritas tidak ber-hkl (tanda panah).

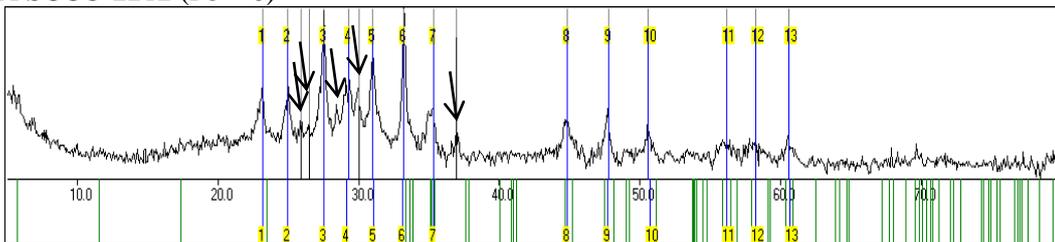
Sampel dengan doping Pb 0,3 (**Gambar 3D**) sudah membentuk fase BPSCCO-2212 yang ditandai dengan munculnya puncak nomor 1(002), 3(008), 4(113), 5(115), 6(0010), 7(117), 8(200), 9(119), 10(2010), 11(220) dan 15(317). Sampel juga sudah terorientasi yang ditandai munculnya puncak dengan $h = k = 0, l$ bilangan genap, yaitu 1(002), 3(008) dan 6(0010). Selain itu, muncul puncak impuritas ber-hkl yang tidak termasuk dalam fase Bi-2212, yaitu nomor 2(006), 12(2012), 13(1115), 14(315) dan 16(319). Muncul dua puncak impuritas tidak ber-hkl (tanda panah).

Sampel dengan doping Pb 0,4 (**Gambar 3E**) sudah membentuk fase BPSCCO-2212 yang ditandai dengan munculnya puncak nomor 1(002), 3(008), 4(113), 5(115), 6(0010), 7(117), 8(200), 9(119), 10(2010), 11(220), 13(1115) dan 15(317). Sampel juga sudah

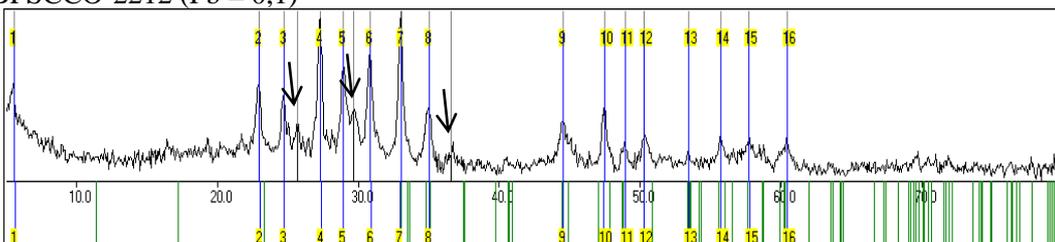
terorientasi yang ditandai munculnya puncak dengan $h = k = 0, l$ bilangan genap, yaitu 1(002), 3(008) dan 6(0010). Selain itu, muncul puncak impuritas ber-hkl yang tidak termasuk dalam fase Bi-2212, yaitu nomor 2(006), 12(2012), 14(315) dan 16(319). Muncul dua puncak impuritas tidak ber-hkl (tanda panah).

Hubungan antara variasi doping Pb dengan pertumbuhan fase sampel BPSCCO-2212 yang meliputi nilai fraksi volume (Fv), derajat orientasi (P) dan impuritas (I) ditunjukkan pada **Gambar 4**. Sampel tanpa doping Pb (Pb 0) mempunyai nilai fraksi volume yang lebih rendah dibandingkan sampel dengan doping Pb (Pb 0,1-0,4). Penambahan doping Pb (Pb 0,1-0,4) akan meningkatkan fraksi volume. Hal ini terjadi karena atom Pb memiliki nilai atom lebih besar dibanding atom Bi, dimana, atom Pb yang memiliki ion Pb^{4+} akan mensubstitusikan pada atom Bi yang memiliki ion Bi^{3+} [5].

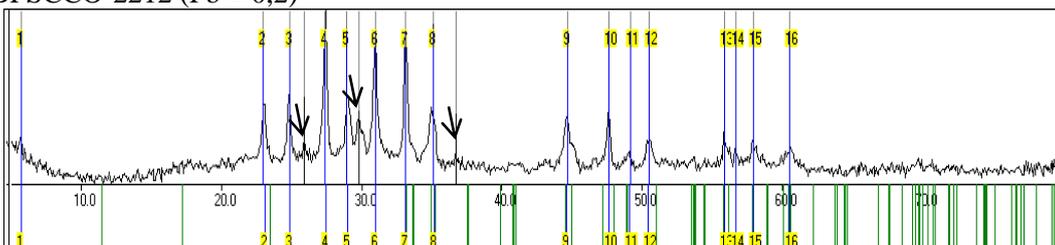
A. BPSCCO-2212 (Pb = 0)



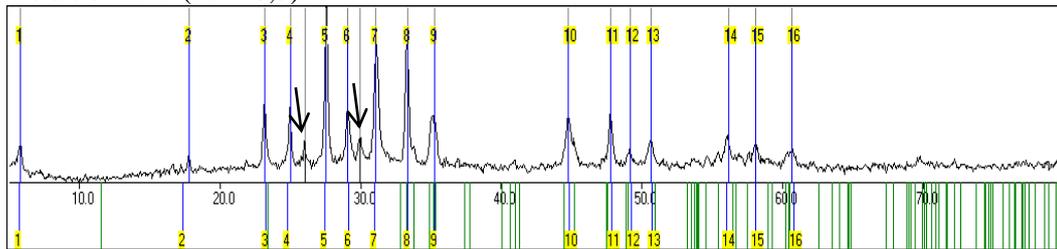
B. BPSCCO-2212 (Pb = 0,1)



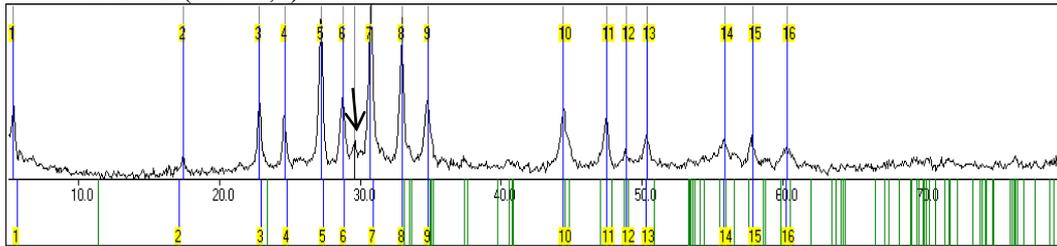
C. BPSCCO-2212 (Pb = 0,2)



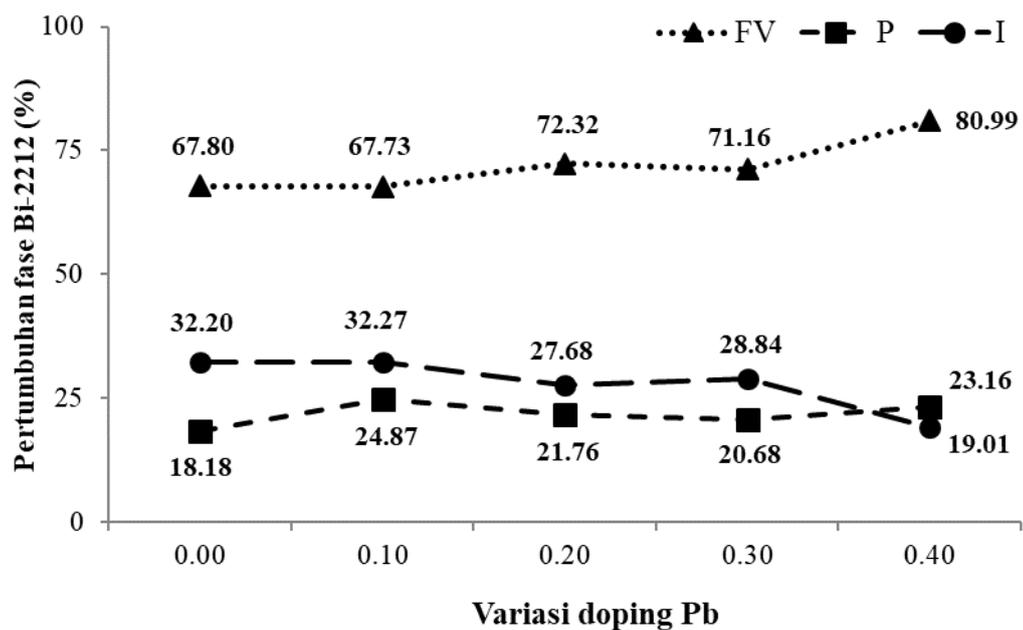
D. BPSCCO-2212 (Pb = 0,3)



E. BPSCCO-2212 (Pb = 0,4)



Gambar 3. Hasil analisis *Celref* dari pola difraksi sinar-X pada sampel dengan variasi doping Pb. Nomor menunjukkan puncak dengan *hkl* tertentu. Tanda panah (impuritas tidak ber-*hkl*). A (Pb = 0), B (Pb = 0,1), C (Pb = 0,2), D (Pb = 0,3), dan E (Pb = 0,4)



Gambar 4. Hubungan antara variasi doping Pb dengan pertumbuhan fase sampel BPSCCO-2212 yang meliputi nilai fraksi volume (Fv), derajat orientasi (P) dan impuritas (I)

Sampel tanpa doping Pb (Pb 0) mempunyai nilai derajat orientasi yang lebih rendah dibandingkan sampel dengan doping Pb (Pb 0,1-0,4). Penambahan doping Pb 0,1 dan 0,4 mempunyai derajat orientasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan doping Pb 0,2 dan 0,3. Hal ini struktur kristal yang tidak stabil akibat tingginya derajat ketidakteraturan pada lapisan BiO, SrO, Ca dan CuO sehingga

penambahan doping Pb dapat meningkatkan struktur kristal dan kristal lebih terarah [3].

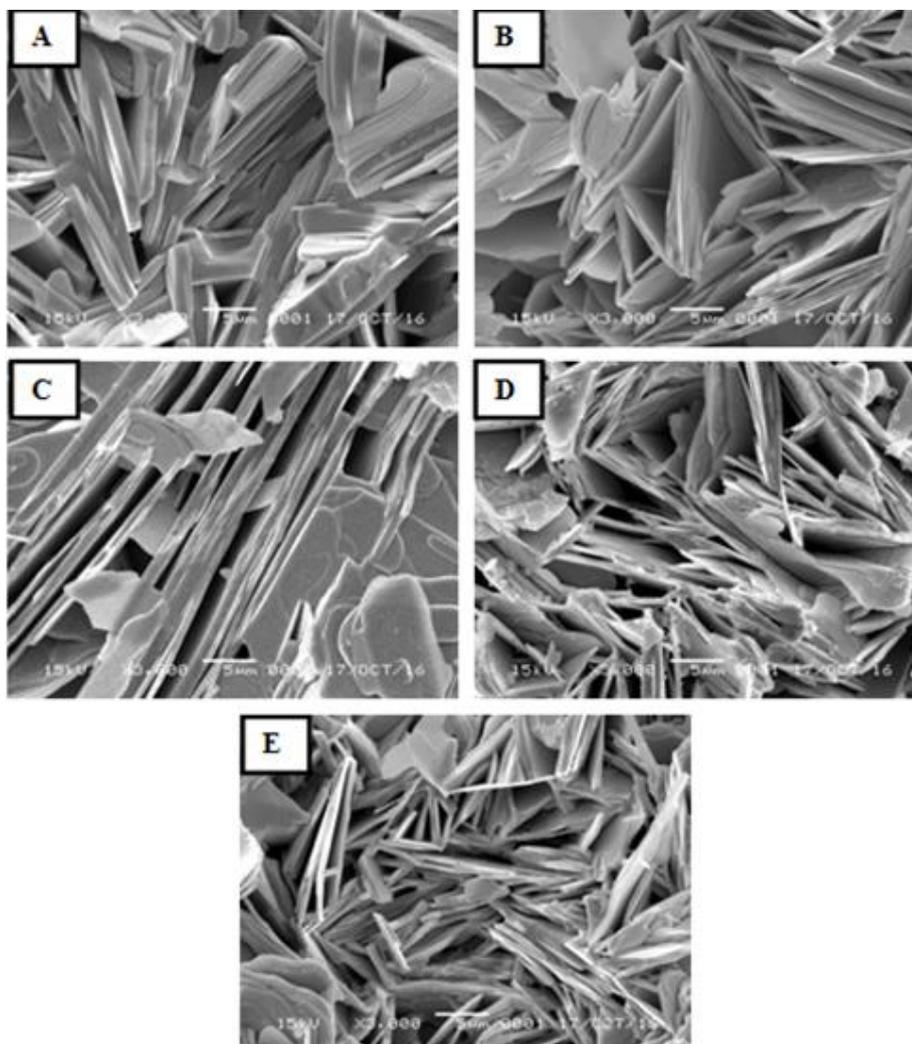
Nilai impuritas pada sampel berlawanan dengan nilai fraksi volume (Fv), semakin besar nilai fraksi volume (Fv) maka nilai impuritas semakin kecil. Dengan kata lain, penambahan doping Pb menurunkan nilai impuritas (I). Di samping itu, tidak ada

impuritas fase Bi-2223, sehingga fase yang terbentuk yaitu fase tunggal.

Pengujian struktur mikro dengan SEM dilakukan pada semua sampel superkonduktor BPSCCO-2212. Setiap sampel direkam dengan perbesaran 3000x (**Gambar 5**). Secara umum, semua sampel telah menunjukkan lapisan-lapisan yang tersusun searah (terorientasi), pembentuk kristal yang relatif baik dengan susunan kristal yang lebih searah serta ruang kosong antar lempengan relatif lebih sedikit.

KESIMPULAN

Sampel tanpa doping Pb (Pb 0) mempunyai nilai fraksi volume yang lebih rendah dibandingkan sampel dengan doping Pb (Pb 0,1-0,4). Penambahan doping Pb (Pb 0,1-0,4) akan meningkatkan fraksi volume. Sampel tanpa doping Pb (Pb 0) mempunyai nilai derajat orientasi yang lebih rendah dibandingkan sampel dengan doping Pb (Pb 0,1-0,4). Penambahan doping Pb 0,1 dan 0,4 mempunyai derajat orientasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan doping Pb 0,2 dan 0,3.



Gambar 5. Hasil perekaman foto SEM. (A) BPSCCO-2212 (Pb = 0); (B) BPSCCO-2212 (Pb = 0,1); (C) BPSCCO-2212 (Pb = 0,2); (D) BPSCCO-2212 (Pb = 0,3) dan (E) BPSCCO-2212 (Pb = 0,4) dengan perbesaran masing-masing 3000x.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] F. Anwar, *Sejarah dan Pengertian Superkonduktor*. Semarang, 2010.
- [2] Suprihatin, "Pengaruh Variasi Suhu Sintering dalam Sintesis Superkonduktor Bi-2212 dengan Doping Pb (BPSCCO-2212) pada Suhu Kalsinasi 790C," in *Proseding Seminar Nasional Sains dan Teknologi-II*, 2008, pp. 67–73.
- [3] Nurmalita, "The Effect of Pb Dopant on The Critical Temperature of BSCC)-2212 Superconducting Crystal," in *Prosceedings of The 2Annual International Conference*, 2012, vol. 2, no. 2, pp. 22–24.
- [4] Nurmalita, "The Effect Of Pb Dopant On The Volume Fraction Of BSCCO-2212 Superconducting," vol. 11, no. 2, pp. 1–6, 2011.
- [5] Darminto. Rohmawati, "Nanokristalisasi Superkonduktor (Bi,Pb)₂Sr₂CaCu₂O_{8+δ} Dengan Metode Pencampuran Basah," vol. 4, pp. 22–26, 2012.