



## XRD ANALYSIS OF Bi-2212 SUPERCONDUCTORS: PREPARED BY THE *SELF-FLUX* METHOD

Nurmalita, Nailul Amani#, Fauzi

Jurusan Fisika FMIPA, Universitas Syiah Kuala

#Email: [nailul.usk@gmail.com](mailto:nailul.usk@gmail.com)

### ABSTRACT

**Abstract.** An experiment had been carried out on formation of Bi-2212 crystals with the self-flux method. Flux was used and derived from CuO and CaCO<sub>3</sub>. The process of synthesis was equipped with the melting process at temperature 890 °C with time variation of melting 35 minutes and 40 minutes, followed by slow cooling at a rate of 1°C/hour for 70 hours. The results were obtained and characterized by XRD test. This research aimed to produce superconducting materials with self-flux method, calculate the percentage of the value of the volume fraction, the percentage of oriented phase and impurities. Samples generated from XRD measurements were made to match with the XRD Strobell's pattern of the superconducting Bi-2212 standards. The results showed that the value of the volume fraction of 2212 phase and the phase of the highest oriented melting at 40 minutes were equal to 67.68% and 38.89%, while the smallest impurity phase of 32.32% were obtained at the same time melting .

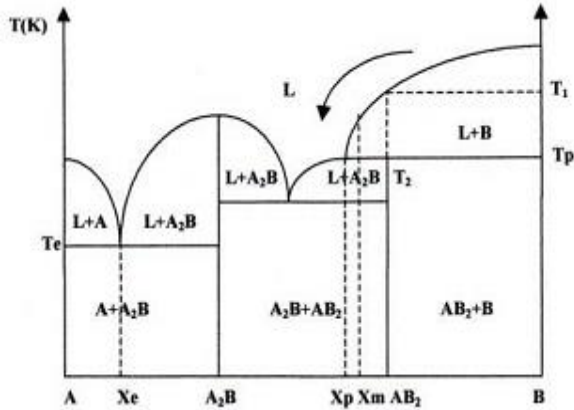
**Keywords:** XRD analysis, superconductor, self-flux method

### I. PENDAHULUAN

Superkonduktor adalah bahan yang dapat menghantarkan arus listrik tanpa hambatan karena sifat resistivitas nol ketika berada pada suhu yang sangat rendah. Bahan ini juga dapat melayang dalam medan magnet karena sifat diamagnetiknya. Teknologi superkonduktor mulai berkembang pesat sejak ditemukannya superkonduktor suhu kritis tinggi (SKST) pada tahun 1986. SKST adalah berupa bahan oksida atau keramik yang berinduk pada senyawa kuprat (Cu-O) dengan komposisi kimiawi yang multi komponen. Akibatnya bahan SKST bersifat multifase, struktur kristalnya berlapis, derajat anisotropinya tinggi dan panjang koherensinya yang pendek. Walau belum tuntas dalam pemahaman dasarnya, bahan SKST telah dikembangkan dalam aplikasi teknologi yang bervariasi luas, mulai dari aplikasi piranti elektronik, transmisi daya berkapasitas besar, peralatan yang menggunakan medan magnet berkekuatan tinggi, sampai dengan berbagai peralatan

teknik yang mengandalkan efek levitasi magnetik seperti misalnya SMES (*superconducting magnetic energy storage system*). Salah satu bahan SKST yang banyak dikaji adalah sistem Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O (BPSCCO) yang dikenal juga sebagai bahan superkonduktor berbasis Bi. Dalam sistem ini dikenal 3 fase superkonduktif yang berbeda yaitu fase Bi-2201, fase Bi-2212 dan fase Bi-2223. Sintesis sampel kristal superkonduktor berbasis Bi ini dapat dilakukan dengan beberapa metode berbeda antara lain metode *Traveling Solvent Floating Zone* (TSFZ), metode fluks Halida Alkali, metode fluks Carbonat Alkali, metode *Melt Textured Growth* dan metode *Self Flux* (Suprihatin,2008).

Metode *Self-Flux* ialah metode sintesis superkonduktor yang menggunakan kelebihan salah satu atau beberapa unsur pembentuk dari senyawa itu sendiri sebagai fluks (Yulianti,Nanik, 2002).

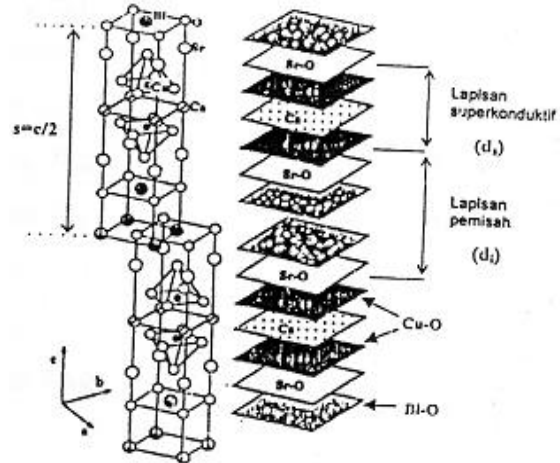


Gambar 1. Prinsip pertumbuhan kristal dengan metode *self-flux* (Strobel,dkk,1992).

Dari Gambar 1, bahan awal dengan komposisi kimia yang memenuhi stoikiometri  $A_2B$  dilelehkan sampai suhu diatas  $T_p$ . Sebagai akibatnya senyawa  $A_2B$  tersebut terurai menjadi campuran padatan  $A$  dan cairan yang jangkauan variasi komposisinya antaranya  $A_2B$  dan  $X_p$ . Apabila kemudian suhu diturunkan secara perlahan-lahan sehingga terjadi proses pendinginan lambat (*slow cooling*), maka akan terbentuk campuran kristal  $A_2B$  dan cairan dengan jangkauan variasi komposisi antara  $X_p$  dan  $X_e$  dalam jangkauan variasi suhu antara  $T_p$  dan  $T_e$ . Hal ini menunjukkan bahwa untuk menumbuhkan kristal tunggal  $A_2B$  maka variasi komposisi lelehan harus dipertahankan tetap berada antara  $X_p$  dan  $X_e$ . Untuk Bi-2212, maka berarti senyawa murninya hanya dapat ditumbuhkan dari lelehan yang variasi komposisinya berbeda dari komposisi Bi-2212.

Dopan berperan penting dalam pembentukan superkonduktor  $T_c$  tinggi. Dopan dapat berupa substitusi artinya mengganti atom asli didalam superkonduktor dengan atom dopan yang ukurannya tidak jauh berbeda dengan ukuran atom aslinya, atau dopan juga dapat berupa penambahan artinya menambahkan atom-atom dopan kedalam atom-atom asli

superkonduktor. Selain dopan oksigen, telah pula dilakukan penelitian-penelitian yang menggunakan dopan Pb. Dari hasil yang dilaporkan, penggunaan dopan Pb dalam sintesis polikristal sistem Bi selain memudahkan pembentukan senyawa bersangkutan, juga mempengaruhi sifat-sifat senyawa yang dihasilkannya. Karena kemiripan ukuran ion dan persyaratan valensi dari atom Pb maka telah diyakini bahwa penambahan Pb sebagai dopan menghasilkan substitusi atom Bi oleh atom Pb pada lapisan ganda Bi-O seperti terlihat pada Gambar 2.



Gambar2. Struktur berlapis kristal  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_y$

Kualitas kristal superkonduktor yang terbentuk dari proses sintesis dapat diketahui berdasarkan uji pola difraksi sinar X (XRD). Dari pola XRD tersebut akan diperoleh informasi mengenai nilai fraksi volume, impuritas, dan prosentase fasa terorientasi. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis sampel kristal superkonduktor Bi-2212 dengan metode *self-flux* dan selanjutnya sampel dikarakterisasi dengan uji pola XRD untuk mengetahui fraksi volume, impuritas, dan prosentase fasa terorientasi kristal yang terbentuk pada setiap variasi waktu pelelehan yang digunakan.

## II. METODELOGI

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Syiah Kuala.

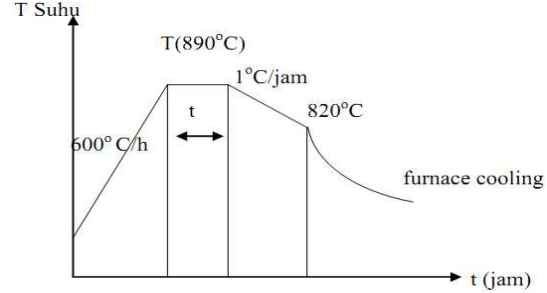
### Peralatan dan bahan yang digunakan

Peralatan yang digunakan adalah furnace tabung, spatula, magnetic stirrer, hotplate neraca sartorius, beker gelas, mortal dan pastel keramik, krucibel alumina, mesin press hidrolik, peralatan XRD, dan cetakan sampel. Bahan yang dipakai adalah  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (99.9%),  $\text{PbO}$  (99.9%),  $\text{SrCO}_3$  (99.995%),  $\text{CaCO}_3$  (99.99%),  $\text{CuO}$  (99.99%), aquades, dan  $\text{HNO}_3$  (65%)

### Proses Sintesis

Penelitian dimulai dengan menimbang bahan yang diperlukan yaitu  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{CuO}$  dengan komposisi  $\text{Bi}_{1,6} \text{Pb}_{0,4} \text{Sr}_2 \text{Ca}_{1,025} \text{Cu}_{2,025}$ . Berat masing-masing bahan disesuaikan dengan komposisi tersebut. Untuk memperoleh sampel yang lebih homogen, bahan tersebut dicampur dengan cara basah yaitu semua bahan awal berupa serbuk tersebut dilarutkan menggunakan campuran aquades dan asam nitrat. Selanjutnya larutan dikeringkan dalam tungku dan kemudian sampel digerus dengan menggunakan alat mortar sampai halus. Proses selanjutnya kalsinasi yaitu sampel dipanaskan dalam tungku selama 20 jam dengan temperatur  $810^\circ\text{C}$  untuk menghilangkan gugus karbonat. Untuk meningkatkan reaksi padatan maka sampel selanjutnya perlu dibuat dalam bentuk pelet, yakni dengan mengepres menggunakan alat pengepres sehingga dihasilkan diameter sample sekitar 13 mm dan tebal 2,5 mm. Selanjutnya sampel disintering dalam tungku, dengan

diagram sintering seperti terlihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Diagram sintering

Pada Gambar 3 pemanasan dilakukan dengan laju  $600^\circ\text{C}/\text{jam}$  mencapai suhu  $890^\circ\text{C}$  hingga terjadi pelelehan kemudian ditahan selama waktu (t) yang divariasikan antara 35 menit dan 40 menit, dan selanjutnya suhu diturunkan dengan laju  $1^\circ\text{C}/\text{jam}$  sampai suhu akhir  $820^\circ\text{C}$  kemudian sampel didinginkan dalam furnace. Selanjutnya sampel dikarakterisasi dengan pola difraksi sinar-X untuk mengetahui fase-fase yang terbentuk.

### Analisa Data

Untuk karakterisasi struktur kristal dilakukan pengukuran pola XRD. Untuk mengamati evolusi pertumbuhan fase 2212 dilakukan perhitungan fraksi volumenya berdasarkan spektrum XRD, dengan menggunakan rumus [Bredehoft,dkk, 1997]:

$$F_v = \frac{I(2212)}{I(\text{total})} \quad (\text{II.1})$$

Sedangkan fraksi volume fase 2212 yang terorientasi pada sumbu c dihitung dengan menggunakan rumus [Mao,dkk, 1996]:

$$P = \frac{I(00l)}{I(\text{total } 2212)} \quad (\text{II.2})$$

Dimana P = fraksi volume fase terorientasi

$I(2212)$  = intensitas fase 2212

$I(\text{total})$  = intensitas seluruh fase yang muncul

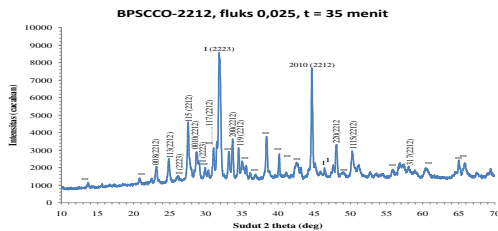
$I(00\ell)$  = intensitas fase dengan bidang  $\ell$  genap

Untuk impuritas yang terbentuk dapat diketahui sebagai selisih antara angka 100% dengan nilai fraksi volume.

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

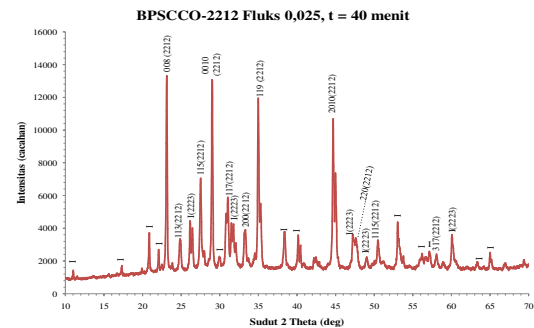
Dalam penelitian ini dilakukan analisis parameter proses yaitu waktu pelelehan terhadap karakteristik sampel yang dihasilkan, berdasarkan analisa pola XRD. Dari hasil analisa pola XRD sampel, dapat diidentifikasi kepemilikan setiap puncak – puncak yang terbentuk dengan memplot pola grafik yang terbentuk dengan grafik acuan BPSCCO-2212. Selanjutnya dapat dihitung nilai dari fraksi volume fase 2212, persentase fase terorientasi, dan impuritas yang terbentuk berdasarkan persamaan II.1 dan II.2.

Gambar 4 memperlihatkan spektrum XRD dengan waktu pelelehan 35 menit. Gambar tersebut menunjukkan puncak-puncak dari fasa 2212. Puncak yang nilai  $hkl$  adalah  $00\ell$  dengan  $\ell$  bilangan genap, dimana pada gambar ini bernilai 008 dan 0010 menunjukkan bidang-bidang kristal yang terorientasi. Selain itu juga muncul puncak fasa impuritas yang berasal dari non fasa 2212 dan impuritas lain. Berdasarkan perhitungan maka untuk sampel dengan waktu leleh 35 menit diperoleh fraksi volume Bi-2212 51.03%, fasa terorientasi 8.79%, dan impuritas 48.97%.



Gambar 4. Hasil pengukuran spektrum XRD sampel Bi-2212 dengan waktu leleh 35 menit (I = Impuritas)

Selanjutnya Gambar 5 memperlihatkan spektrum XRD dengan waktu pelelehan 40 menit. Pola tersebut juga menunjukkan puncak-puncak dari fasa 2212 dan juga masih adanya fasa impuritas. Untuk sampel ini bidang kristal yang terorientasi dalam arah sumbu c kristal juga memiliki nilai  $hkl$  008 dan 0010 namun dengan puncak yang cukup dominan. Berdasarkan perhitungan diperoleh fraksi volume 67.68%, fasa terorientasi 38.89%, dan impuritas 32.32%. Dari analisa pola XRD maka sample dengan waktu leleh 40 menit menunjukkan kualitas yang lebih baik dibandingkan sampel dengan waktu leleh 35 menit. Impuritasnya lebih sedikit, dan nilai prosentase fasa terorientasinya yang cukup baik memberikan kemungkinan rapat arus yang cukup tinggi. Penambahan waktu leleh menjadi 40 menit menyebabkan atom-atom bahan memiliki periode waktu yang cukup untuk menyusun formasi fasa 2212 selama proses pelelehannya. Rangkuman hasil karakterisasi sampel ditampilkan pada Tabel 1.



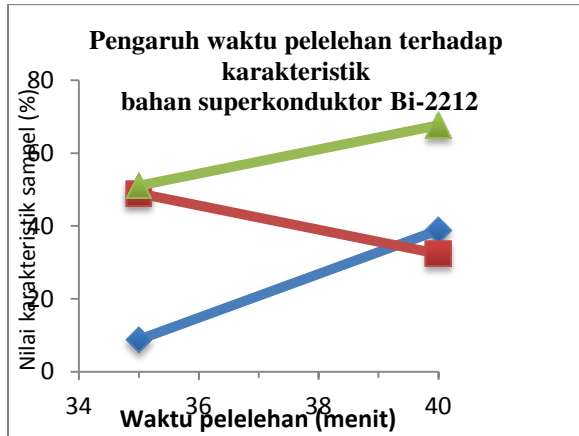
Gambar 5. Hasil pengukuran spektrum XRD sampel Bi-2212 dengansuhu leleh 890°C, waktu leleh 40 menit (I= impuritas)

Tabel 1. Rekapitulasi data hasil identifikasi

Suhu leleh (°C)	Kadar Fluks	Waktu leleh (mnit)	FV 2212 (%)	P (%)	Impuritas (%)
-----------------	-------------	--------------------	-------------	-------	---------------

890	0,025	35	51,03	8,79	48,97
890	0,025	40	67,68	38,89	32,32

Selanjutnya bagaimana pengaruh waktu leleh terhadap karakteristik sampel diperlihatkan pada Gambar 6.



Gambar 6. pengaruh waktu leleh terhadap karakteristik sampel

#### IV. KESIMPULAN

Telah dilakukan sistesis bahan superkonduktor Bi-2212 yang ditumbuhkan dengan metode *self-flux* dengan memvariasikan waktu leleh dan menganalisis pola XRD yang terbentuk. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Telah berhasil dibuat bahan superkonduktor Bi fasa 2212 dengan metode *self-flux*.
2. Waktu pelelehan berpengaruh pada fraksi volume, fasa terorientasi, dan impuritas fasa yang terbentuk. Penambahan waktu pelelehan meningkatkan prosentase fraksi volume dan fasa terorientasi, serta memperkecil fasa impuritas yang terbentuk.

3. Prosentase fraksi volume fasa 2212 dan fasa terorientasi tertinggi diperoleh pada waktu leleh 40 menit yaitu sebesar 67,68 % dan 38,89 %, sedangkan fasa impuritas paling rendah sebesar 32,32 % diperoleh pada waktu pelelehan yang sama.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Suprihatin. 2008. *Pengaruh Variasi Suhu Sintering Dalam Sintesis Superkonduktor Bi-2212 Dengan Doping Pb (BPSCCO) Pada Suhu Kalsinasi 970°C*. Seminar Nasional Sains dan Teknologi-II. Universitas Lampung.
2. Yulianti, Nanik. 2002. *Sintesis Kristal Superkonduktor Dengan Metode Self - Fluks*. Tesis (S2). KBK Fisika Material. ITB.
3. Strobel, P. dkk., 1992. *Phase Diagram of The System  $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2CuO_6-CaCuO_2$  Between 825°C and 1100°C*, *Physica C*, 201.
4. Bredehoft. S. Li, M, dkk, 1997. *The Effect Of Annealing And Mechanical Deformation on The Grain Aligment Of  $(Bi, Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_{3ox}$  Superconductor*. *Physica C* 275.
5. Mao. C.B., dkk, 1996. *The Effect of The Silver Layer on Texture Growth and Microstructure in Silver-sheathed  $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_x$  Superconductors Tape*, IOP Publishing Ltd.