

PERCOBAAN PEMBUATAN FASA INTERMETALIK Nb₃Sn DENGAN PROSES SINTERING LOGAM NIOBIUM (Nb) DAN TIMAH (Sn)

F. Firdiyono, Andika Widya Pramono, Pius Sebleku,
Nurhayati Indah Ciptasari, Anton Suryantoro

Pusat Penelitian Metalurgi LIPI
Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang

Intisari

Penentuan kondisi optimum meliputi waktu milling Nb dan Sn dengan HEM (High Energy Milling), perbandingan jumlah Nb dan Sn, waktu dan temperatur pemanasan campuran Nb dan Sn. Pengamatan karakterisasi Nb₃Sn yang terbentuk dilakukan dengan menggunakan DTA (Differential Thermal Analyzer), XRD (X-Ray Diffraction), SEM (Scanning Electron Microscope) dan EDS (Energy Dispersive x-ray Spectroscopy). Analisis dengan menggunakan SEM dan XRD menunjukkan waktu minimum yang diperlukan untuk milling campuran Nb dan Sn adalah 3 jam, sedangkan hasil dari analisis DTA menunjukkan pembentukan Nb₃Sn terjadi pada temperatur sekitar 700 °C. Analisis XRD terhadap campuran Nb dan Sn menunjukkan bahwa makin lama waktu pemanasan maka fasa intermetalik Nb₃Sn yang terbentuk akan semakin banyak.

Kata kunci : MRI, NMR, Maglev, Superkonduktor Cu-Nb-Sn, Nano dalam tabung, Superkonduktor temperatur rendah, Nb₃Sn

Abstract

Determination of optimum conditions include milling time of Nb and Sn with HEM, ratio of Nb and Sn, heating time and heating temperature of mixed Nb and Sn. Characterization of Nb₃Sn produced from the process was performed using DTA, XRD, SEM and EDS. The results of SEM and XRD analysis showed the minimum time needed for milling Nb and Sn are 3 hours, and the result of DTA analysis showed the intermetallic phase of Nb₃Sn was occurred at the temperature around 700 °C. The result of XRD analysis for mixed Nb and Sn showed that by the increasing of heating time will produced more intermetallic phase of Nb₃Sn.

Keywords : MRI, NMR, Maglev, Superkonduktor Cu-Nb-Sn, Nano-powder-in-tube, Low temperature superconductor, Nb₃Sn

PENDAHULUAN

Nb₃Sn merupakan bahan paduan utama dalam pembuatan kawat superkonduktor jenis Cu-Nb-Sn. Kawat superkonduktor jenis Cu-Nb-Sn ini dikategorikan sebagai superkonduktor suhu rendah. Aplikasi superkonduktor ini banyak digunakan dalam pembuatan alat MRI (*magnetic resonance imaging*), NMR (*nuclear Magnetic resonance*) dan Mag-lev (*magnetic levitation*)^[1-3]. Alat-alat tersebut sangat berguna bagi kehidupan manusia. Pemakaian MRI sangat membantu di bidang kesehatan karena alat ini dapat memindai dan mengobservasi otak, tulang belakang, daerah pelvis, bahkan pembuluh darah. NMR sangat membantu dalam

pengembangan ilmu pengetahuan karena NMR dapat menentukan struktur molekul, sedangkan Mag-lev sangat membantu dalam bidang transportasi.

LATAR BELAKANG

MRI, NMR dan Mag-lev adalah beberapa alat yang komponen utamanya adalah kawat superkonduktor. Salah satu bahan superkonduktor yang cocok untuk aplikasi alat-alat tersebut adalah paduan Cu-Nb-Sn, yang dikategorikan sebagai superkonduktor suhu rendah (*low temperature superconductor = LTS*)^[1]. LTS adalah tipe superkonduktor yang suhu kritisnya (T_c) berada di bawah -196 °C (77 K) atau setara dengan titik didih nitrogen

cair. Tc adalah suhu transisi, di mana pada kondisi lebih rendah dari suhu tersebut suatu material akan kehilangan tahanan listriknya, atau dengan kata lain menjadi superkonduktor^[2]. Karena duktilitas yang rendah serta harganya yang cukup tinggi, Cu-Nb-Sn lebih tidak populer dibandingkan dengan Cu-Nb-Ti (Ti = titanium). Akan tetapi Cu-Nb-Sn memiliki kepadatan arus listrik kritis tertinggi, yang merupakan aspek penting dalam implementasi superkonduktor.

Jepang merupakan satu-satunya negara Asia yang mengembangkan superkonduktor Cu-Nb-Sn dan secara komersial memproduksinya. Nb₃Sn merupakan bahan paduan kunci dalam kawat superkonduktor Cu-Nb-Sn.

Bertahun-tahun, Indonesia telah menjadi salah satu produsen timah besar dunia melalui cadangan timah di Pulau Bangka. Tidak seperti tembaga dari Papua, timah Bangka belum sepenuhnya diimplementasikan menjadi berbagai produk komoditas. Sejauh ini, bijih timah dari Pulau Bangka utamanya diproses menjadi balok-balok timah sebelum dijual dan diekspor. Dengan datangnya era pasar bebas, sangat penting untuk memberi nilai tambah kepada sumber daya timah ini dengan cara mengembangkan produk berbasis timah yang terdiversifikasi. Kegiatan ini mendukung aspek tersebut dengan mengembangkan superkonduktor Cu-Nb-Sn berbasis cadangan timah yang melimpah di Pulau Bangka.

Penelitian dan pengembangan kawat superkonduktor Cu-Nb-Sn, yang merupakan infrastruktur utama dari alat-alat maju diatas, dengan biaya rendah tetapi tetap memiliki fitur superkonduktivitas yang baik dan optimal akan dapat menurunkan harga peralatan-peralatan tersebut. Hal ini dilakukan dengan meningkatkan kadar dan kemurnian timah serta menurunkan kadar niobium di dalam kawat superkonduktor tersebut. Timah yang dipakai adalah hasil olahan dari Pulau Bangka sehingga dapat

memberi nilai tambah sekaligus diversifikasi komoditas timah Indonesia.

Fenomena superkonduktivitas pertama kali diamati pada tahun 1912 di Laboratorium Heike Kamerlingh Onnes, Universitas Leiden – Belanda^[3,5]. Saat itu beberapa jenis material secara tiba-tiba kehilangan ketahanan mereka terhadap aliran listrik saat didinginkan (pada suhu yang sangat rendah). Fenomena tersebut tetap menjadi curiositas sampai tahun 1954, ketika G. B. Yntema dari Universitas Illinois, Chicago – USA dengan sukses membuat magnet superkonduktor pertama di dunia, di mana pada saat itu sifat-sifat magnet biasa masih berada jauh dari sifat-sifat superkonduktor yang diinginkan.

Kemajuan riset dan pengembangan superkonduktor setelah itu cukup lambat akibat:

- Kesulitan dalam menyediakan kebutuhan suhu yang sangat rendah (*cryogenic condition*)
- Kurangnya pengetahuan perihal bagaimana membuat kabel yang stabil dari bahan superkonduktor.

Bahan-bahan superkonduktor awal seperti timbal (Pb), indium (In), dan merkuri (Hg) dikategorikan sebagai superkonduktor tipe I^[3-5]. Pada superkonduktor tipe I ini:

- Fluks magnet (*magnetic flux*) tidak dapat menembus bulk material.
- Kepadatan arus listrik kritis (*critical current density*) terbatas hanya berada pada permukaan material dengan kedalaman sekitar 1/10 mikron (10^{-7} meter).
- Medan magnet maksimum (*maximum magnetic field*) yang dapat beroperasi pada jenis superkonduktor ini biasanya kurang dari 0,1 T (0,1 tesla), yang setara dengan kepadatan fluks antara dua kutub dari magnet permanen tapal kuda yang kita kenal.

Superkonduktor yang siap difabrikasi menjadi kawat, kumparan dan kabel untuk aplikasi arus listrik tinggi disebut superkonduktor tipe II^[3-5].

Pada superkonduktor tipe II, fluks magnet dapat mempenetrasi material. Contoh superkonduktor tipe II yang populer:

1. Nb-Ti (niobium – titanium)
 - Medan magnet maksimum: 13 T (tesla)
 - Kepadatan arus listrik maksimum: $> 1000 \text{ Ampere/mm}^2$
 - Suhu kritis (*critical temperature*): 10 K (-263°C)
2. Nb₃Sn (niobium – timah)
 - Medan magnet maksimum: 27 T (tesla)
 - Kepadatan arus listrik maksimum: $> 1000 \text{ Ampere/mm}^2$
 - Suhu kritis (*critical temperature*): 18 K (-255 °C)

Pada superkonduktor, kendala utama dari fenomena superkonduktivitas tidak hanya pada suhu yang sangat rendah, tetapi juga pada kepadatan arus listrik dan medan magnet yang terbatas.

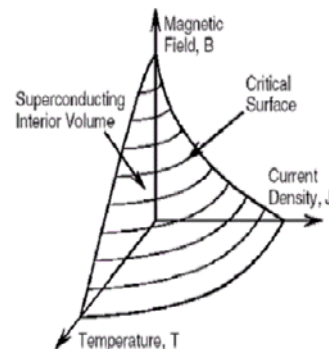
Di sini, nilai maksimum dari suhu (T), kepadatan arus listrik (J), dan kuat medan magnet (B) saling ber-ketergantungan satu sama lain apabila mereka diplot pada sumbu 3-dimensi, seperti terlihat pada Gambar 1. Gambar 2 menunjukkan interdependensi antara kepadatan arus listrik kritis dan medan magnet.

BEBERAPA TEKNIK PEMBUATAN KAWAT SUPERKONDUKTOR

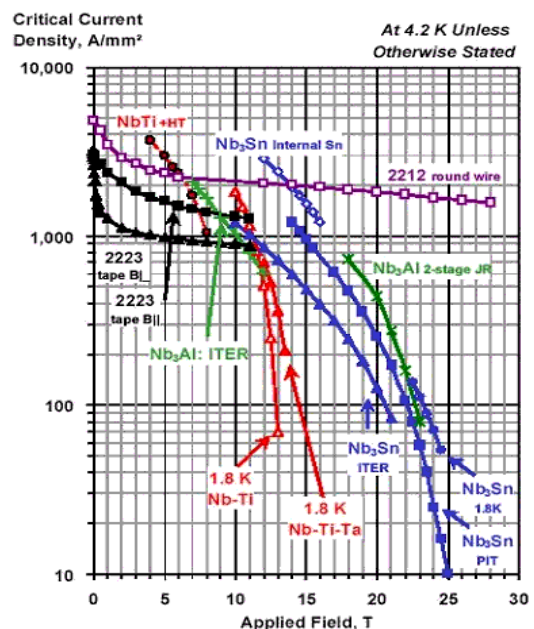
Pembuatan Kawat Superkonduktor dengan Proses Perunggu (*Bronze Process*)

Niobium (Nb) rod pertama di *cladding* ke dalam paduan perunggu (Cu-Sn) murni untuk membentuk *sub-element assembly*. Beberapa *sub-element assembly* kemudian disusun kembali dalam tabung perunggu (Cu-Sn). Kumpulan sub-element assembly dalam perunggu ini kemudian di *cladding* dengan Nb atau Ta (tantalum), yang berfungsi sebagai penahan proses difusi

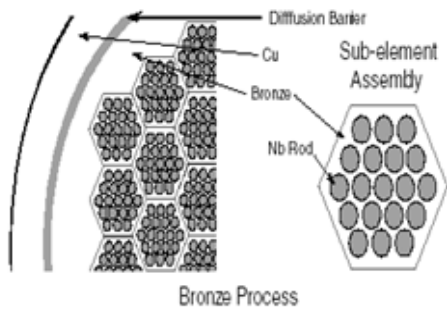
dari timah di perunggu ke lapisan tembaga di sisi paling luar. Lapisan tembaga (Cu) paling luar berfungsi untuk menghantar panas dan listrik, sehingga harus murni dan tidak boleh terkontaminasi timah dari perunggu di bagian dalam. Material kemudian di-heat treatment pada suhu 650 – 700 °C agar terjadi interdifusi antara Nb dengan Sn (di perunggu) untuk membentuk Nb₃Sn (superkonduktor). Bentuk potongan penampang lintang kawat superkonduktor ini dapat dilihat pada Gambar 3



Gambar 1. Interdependensi dari suhu (T), medan magnet (B), dan kepadatan arus listrik (J) [3-5]



Gambar 2. Perbandingan kepadatan arus listrik kritis pada suhu 4,2 K (-268,8 °C) dari berbagai jenis Nb-Ti dan Nb₃Sn dalam bentuk helaian (*strands*) dan *tapes* [4]



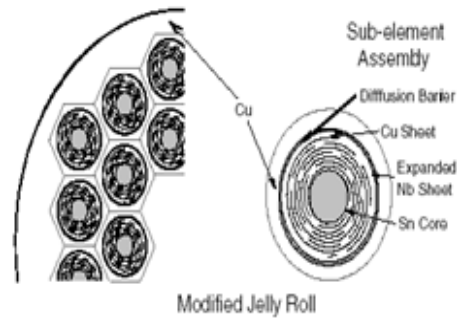
Gambar 3. Skema proses perunggu

Pembuatan Kawat Superkonduktor dengan Proses Timah Internal (*Internal Sn*)

Prinsip dari proses ini yaitu meningkatkan kepadatan arus listrik kritis, dengan meningkatkan kandungan Sn dan membuat Sn terpisah dari Cu selama fabrikasi helaian. Rod Sn dibungkus dengan lembaran selang-seling antara Cu dan Nb (seperti sosis di dalam dadar gulung) untuk membentuk *sub-element assembly*. Sub-element assembly ini kemudian *dicladding* dengan Nb atau Ta sebagai penahan proses difusi (*diffusion barrier*). Kumpulan *sub-element assembly* yang telah *dicladding* Nb atau Ta ini kemudian disusun dan *dicladding* ke dalam tabung Cu murni. Material kemudian di-heat treatment pada suhu 650 - 700°C agar terjadi interdifusi antara Nb dengan Sn (di perunggu) untuk membentuk Nb₃Sn (superkonduktor). Karena kandungan Sn meningkat dan Sn mudah mengalami pengerasan kerja, maka material harus secukupnya dianil. Bentuk potongan penampang lintang kawat superkonduktor ini dapat dilihat pada Gambar 4.

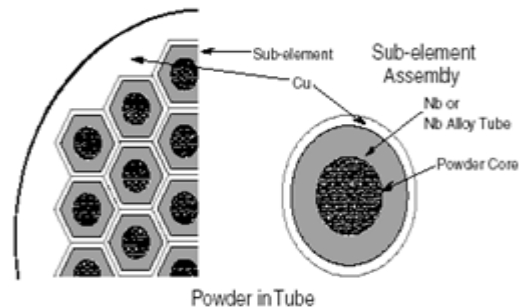
Pembuatan Kawat Superkonduktor dengan Proses Serbuk dalam Tabung (*Powder in Tube*)

Serbuk intermetalik Nb₆Sn₅ atau NbSn₂ yang memiliki kadar Sn lebih tinggi dimasukkan ke dalam tabung Nb dan dipanaskan pada 650 °C sampai 700 °C untuk membentuk Nb₃Sn. Setelah



Gambar 4. Skema proses internal Sn

dipanaskan, kemudian *dicladding* ke dalam tabung Cu. Bentuk potongan penampang lintang kawat superkonduktor ini dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Skema proses serbuk dalam tabung

PERMASALAHAN

Percobaan pembuatan paduan Nb₃Sn akan dilakukan dengan menggunakan campuran serbuk logam niobium dan timah. Metoda ini dipilih karena dengan menggunakan bubuk Sn dan Nb maka luas permukaan unsur-unsur tersebut menjadi sangat luas sehingga luas permukaan kontak antara Nb dan Sn juga sangat besar yang mengakibatkan kesempatan pembentukan fasa intermetalik Nb₃Sn menjadi besar pula. Faktor-faktor yang mempengaruhi pembentukan fasa intermetalik Nb₃Sn antara lain : temperatur pemanasan, waktu pemanasan dan besar butir unsur. Keseluruhan faktor tersebut akan menambah kecepatan reaksi penetrasi unsur Sn ke dalam unsur Nb dan sebaliknya. Metoda-metoda ini perlu dilakukan karena tantangan dalam pembuatan kawat superkonduktor ini

adalah mendapatkan fasa intermetalik Nb_3Sn yang merupakan bahan yang sangat rapuh dan mudah hancur.

Kegiatan penelitian akan memfokuskan pada karakterisasi material campuran serbuk Nb-Sn untuk melihat optimalisasi temperatur dan waktu pembentukan fasa intermetalik Nb_3Sn yang menjadi dasar utama pembuatan kawat superkonduktor. Semua cara tersebut diatas dilakukan dengan tujuan untuk memperoleh fasa intermetalik Nb_3Sn dengan cara yang efisien, yaitu paling mudah, paling banyak diperoleh fasa intermetalik Nb_3Sn dan paling cepat prosesnya. Sehingga dari proses tersebut dapat diperoleh kawat superkonduktor Nb_3Sn yang murah tetapi tetap berkualitas tinggi.

PROSEDUR DAN METODOLOGI

Persiapan bahan yang utama adalah bubuk logam niobium (Nb) murni dengan ukuran butir -325 mesh. Bahan ini harus diimpor karena Indonesia tidak memproduksi logam niobium ini. Untuk keperluan percobaan bahan bubuk niobium ini telah diimpor dari China dengan kondisi sebagai berikut: Ukuran bijih -325 mesh, tingkat kemurnian : 99.9% dengan kandungan unsur pengotor seperti terlihat pada Tabel 1.

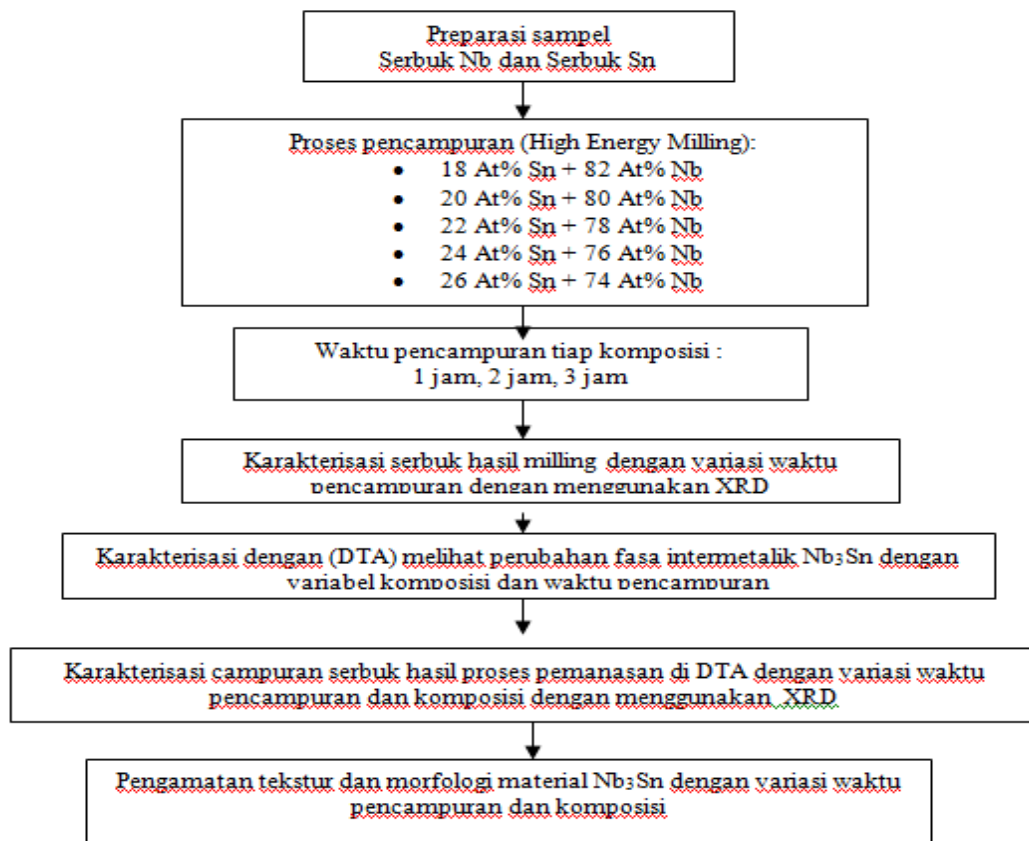
Bubuk logam timah (Sn) yang digunakan dalam percobaan ini berasal dari dalam negeri yaitu produksi PT. Timah dengan kemurnian 99,92 % Sn. Bubuk logam Sn yang digunakan dalam percobaan ini dibuat dari balok timah dengan cara 2 tahap, yaitu pembuatan bubuk Sn dengan ukuran masih kasar dan selanjutnya bubuk hasil pengerjaan pada tahap pertama dilanjutkan ketahap pengecilan ukuran hingga -325 mesh dengan menggunakan alat planetary grinding. Selanjutnya bubuk Sn dan bubuk Nb dengan komposisi tertentu digerus dalam HEM untuk waktu tertentu yang disesuaikan dengan kondisi/variabel percobaan.

Penelitian ini dilakukan untuk menentukan temperatur optimum pembentukan Nb_3Sn yang merupakan bahan utama pembuatan kawat superkonduktor melalui karakterisasi material campuran serbuk Nb-Sn. Pada penelitian ini, yang dilakukan adalah pembuatan komposisi campuran bahan baku Nb dan Sn, selanjutnya karakterisasi sampel hasil pencampuran dengan menggunakan XRD. Pengamatan temperatur pembentukan fasa intermetalik terhadap serbuk hasil pencampuran dilakukan dengan menggunakan DTA dan karakterisasi serbuk hasil pemanasan dengan menggunakan XRD. Pengamatan tekstur dan morfologi material Nb_3Sn dilakukan dengan SEM dan EDS. Penelitian yang dilakukan dapat dilihat dalam diagram alir penelitian pada Gambar 6.

Tabel 1. Komposisi kimia bubuk logam niobium

| Nama unsur | Kadar, ppm | Nama unsur | Kadar, ppm |
|------------|------------|------------|------------|
| O | 500 | Mn | 30 |
| Si | 50 | Mo | 20 |
| H | 36 | Ni | 50 |
| C | 170 | Ta | < 500 |
| Cr | 50 | Ti | 20 |
| Cu | 30 | W | 50 |
| Fe | 100 | | |

Preparasi sampel bubuk Nb dan Sn, proses pencampuran bubuk Nb dan Sn dengan perbandingan tertentu dilakukan dengan HEM dengan variabel waktu pencampuran tertentu. Pengerjaan karakterisasi serbuk hasil milling tersebut dilakukan dengan menggunakan XRD dan DTA untuk melihat temperatur terjadinya perubahan fasa intermetalik campuran Nb dan Sn. Campuran serbuk hasil pemanasan pada temperatur perubahan fasa intermetalik selanjutnya akan dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk melihat fasa-fasa yang terbentuk akibat pemanasan tersebut. Selain itu akan dilakukan kegiatan pengamatan tekstur dan morfologi fasa-fasa intermetalik yang terbentuk dengan menggunakan SEM dan EDS.



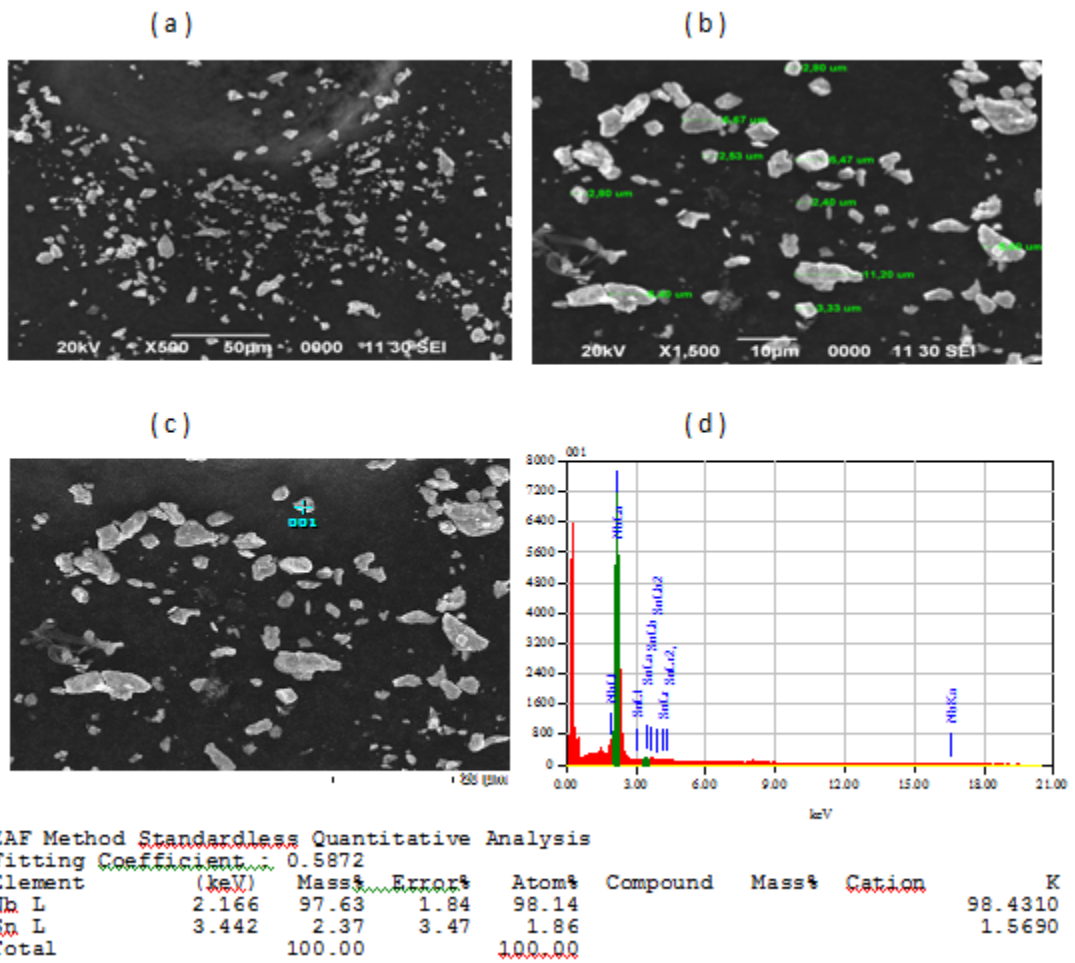
Gambar 6. Diagram alir kegiatan penelitian

HASIL DAN PEMBAHASAN

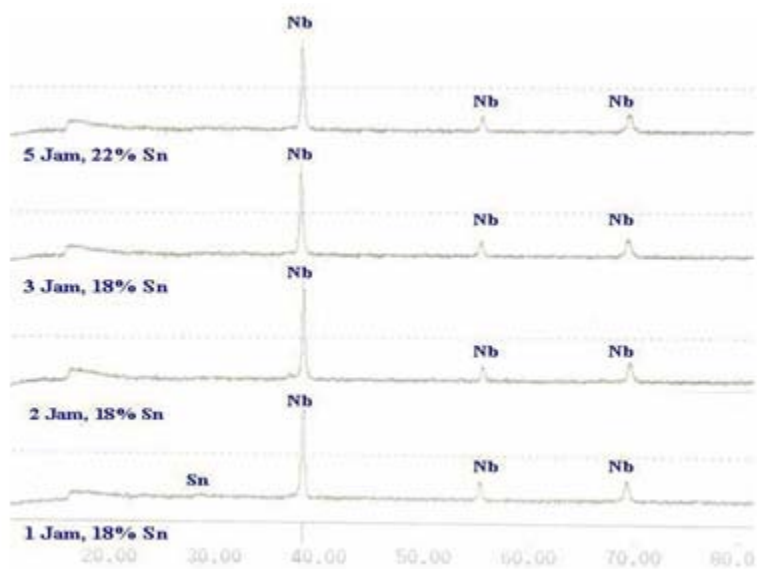
Hasil pengamatan SEM dan XRD terhadap hasil milling paduan Nb dan Sn dapat dilihat masing-masing pada Gambar 7 dan Gambar 8. Dari hasil pengamatan dengan SEM dan XRD terhadap hasil proses milling dapat dilihat bahwa proses milling tersebut selain mengakibatkan pengecilan ukuran juga membuat permukaan Sn akan terselimuti oleh Nb, hal ini terjadi karena Nb mempunyai struktur BCC dan lebih getas daripada Sn, sehingga selama milling, Nb yang getas ini akan lebih mudah hancur daripada Sn, dan akan melapisi permukaan Sn yang lebih lunak [7]. Kondisi ini akan membantu pembentukan paduan Nb-Sn sehingga akan mempermudah terjadinya proses substitusi antara Nb dan Sn untuk membentuk fasa intermetalik Nb₃Sn.

Gambar 7a memperlihatkan sampel hasil milling pada perbesaran 500 kali,

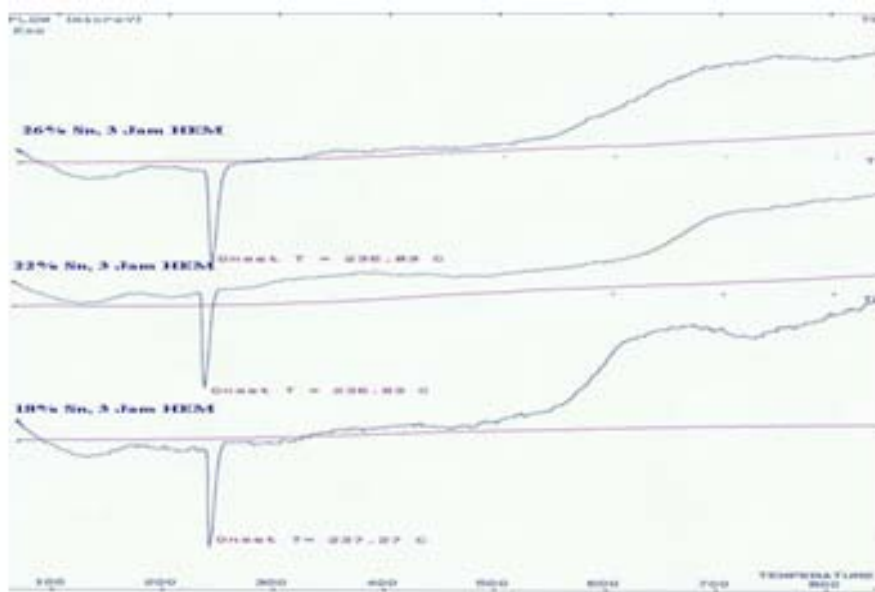
Gambar 7b memperlihatkan besaran rata-rata ukuran butir sampel hasil milling, sedangkan Gambar 7c memperlihatkan posisi sampel yang dianalisis dengan EDS. Gambar 7d memperlihatkan grafik hasil analisis EDS dan tabel di bawahnya memperlihatkan besarnya persentase unsur Nb dan Sn, yaitu sebesar 97,63 % untuk Nb dan 2,37% untuk Sn. Hal ini menunjukkan bahwa unsur Nb secara sempurna dapat melapisi seluruh permukaan unsur Sn. Keadaan ini diperkuat dengan hasil analisis XRD yang dilakukan terhadap sampel hasil milling dengan variabel waktu dari 1 hingga 5 jam. Gambar XRD memperlihatkan bahwa makin lama waktu milling maka grafik unsur Sn makin tidak terlihat. Dari hasil kedua pengamatan tersebut terlihat bahwa waktu milling yang diperlukan minimal 3 jam.



Gambar 7. Analisis dengan SEM terhadap sampel hasil milling selama 3 jam



Gambar 8. Analisis dengan XRD terhadap sampel hasil milling selama 1 hingga 5 jam



Gambar 9. Kurva DTA terhadap sampel hasil milling selama 3 jam

Analisis DTA dilakukan terhadap sampel hasil milling dengan variabel persen atom Sn sebesar 18%, 22% dan 26% dan waktu yang digunakan untuk milling masing-masing selama 3 jam. Hasil pengamatan DTA dapat dilihat pada Gambar 9. Dari hasil pengamatan ini diketahui bahwa logam Sn akan melebur pada temperatur 237 °C sedangkan pembentukan fasa intermetalik Nb_3Sn akan terjadi pada temperatur sekitar 700 °C.

Kondisi di atas diperkuat oleh hasil pengamatan XRD yang dilakukan terhadap sampel hasil pemanasan dengan variabel proses yaitu: temperatur pemanasan, waktu pemanasan, dan komposisi jumlah Nb dan Sn. Gambar 10 merupakan foto campuran logam Nb dan Sn dengan komposisi 22% atom Sn sebelum dipanaskan dan telah dikompaksi dengan tekanan sebesar 625 kg/cm^2 . Campuran logam hasil kompaksi tersebut kemudian dimasukkan ke dalam tabung kuarsa dan divakum. Sampel dalam tabung vakum selanjutnya dipanaskan pada temperatur dan waktu tertentu. Selanjutnya sampel dianalisis dengan XRD, SEM dan EDS.

Tabel 2 menunjukkan pengaruh temperatur terhadap pembentukan fasa intermetalik Nb_xSn_y yang dilakukan terhadap sampel dengan komposisi 22%

Sn, pemanasan 400 °C; 18% Sn, pemanasan 500 °C dan 18% Sn, pemanasan 700 °C dengan waktu pemanasan masing-masing selama 72 jam. Dari tabel terlihat pemanasan pada temperatur 400 °C tidak menunjukkan adanya pembentukan fasa intermetalik Nb_xSn_y dan pada pemanasan 500 °C terlihat mulai adanya pembentukan fasa intermetalik $NbSn_2$ dengan unsur Nb dan Sn masih terlihat. Pada pemanasan 700 °C terlihat mulai adanya pembentukkan fasa intermetalik Nb_3Sn selain $NbSn_2$ [6]. Disini terlihat bahwa temperatur proses pemanggangan memegang peranan yang sangat penting dalam pembentukkan fasa intermetalik Nb_3Sn .



Gambar 10. Foto pellet campuran logam Nb dan Sn sebelum proses pemanggangan

Tabel 2. Hasil analisis XRD pada pembentukan fasa intermetalik Nb_xSn_y dengan variabel persen jumlah Sn dan temperatur heat treatment

| No | Kondisi Percobaan | | | Hasil |
|----|-------------------|----------------|------------|---|
| | Sn, % | Temperatur, °C | Waktu, jam | |
| 1 | 22 | 400 | 72 | Nb |
| 2 | 18 | 500 | 72 | Nb, Sn, NbSn ₂ |
| 3 | 18 | 700 | 72 | Nb, Sn, NbSn ₂ , Nb ₃ Sn, |

Tabel 3 menunjukkan pengaruh waktu pemanasan terhadap pembentukan fasa intermetalik Nb_xSn_y yang dilakukan terhadap sampel dengan komposisi 24% Sn, pemanasan 700 °C dengan waktu pemanasan masing-masing selama 48 jam, 72 jam dan 96 jam. Dari tabel tersebut terlihat bahwa dengan waktu pemanasan selama 48 jam fasa intermetalik yang terbentuk adalah NbSn₂ sedangkan Nb₃Sn belum terlihat sama sekali. Fasa intermetalik Nb₃Sn mulai terlihat bersamaan dengan NbSn₂ pada waktu pemanasan diatas 72 jam. Hasil XRD pada proses pemanasan selama 96 jam menunjukkan bahwa selain terbentuk fasa intermetalik Nb₃Sn dan NbSn₂, ternyata puncak unsur Nb masih terlihat dalam chart XRD yang ada, hal ini menunjukkan bahwa waktu pemanasan selama 96 jam masih belum cukup untuk mereaksikan seluruh unsur Nb dan Sn. Hal yang serupa terjadi pula pada proses pemanasan dengan menggunakan campuran Sn yang lebih tinggi yaitu 26% dengan waktu dan temperatur pemanasan yang sama dengan di atas seperti diperlihatkan pada Tabel 4.

Tabel 3. Hasil analisis XRD pada pembentukan fasa intermetalik Nb_xSn_y dengan variabel waktu heat treatment pada komposisi 24% Sn

| No | Kondisi Percobaan | | | Hasil |
|----|-------------------|----------------|------------|--|
| | Sn, % | Temperatur, °C | Waktu, jam | |
| 1 | 24 | 700 | 48 | Nb, NbSn ₂ |
| 2 | 24 | 700 | 72 | Nb, NbSn ₂ , Nb ₃ Sn, |
| 3 | 24 | 700 | 96 | Nb, Sn, NbSn ₂ , Nb ₃ Sn |

Tabel 4. Hasil analisis XRD pada pembentukan fasa intermetalik Nb_xSn_y dengan variabel waktu heat treatment pada komposisi Sn 26%

| No | Kondisi Percobaan | | | Hasil |
|----|-------------------|----------------|------------|---|
| | Sn, % | Temperatur, °C | Waktu, jam | |
| 1 | 26 | 700 | 48 | Nb, NbSn ₂ |
| 2 | 26 | 700 | 72 | Nb, NbSn ₂ |
| 3 | 26 | 700 | 96 | Nb, Sn, NbSn ₂ , Nb ₃ Sn, |

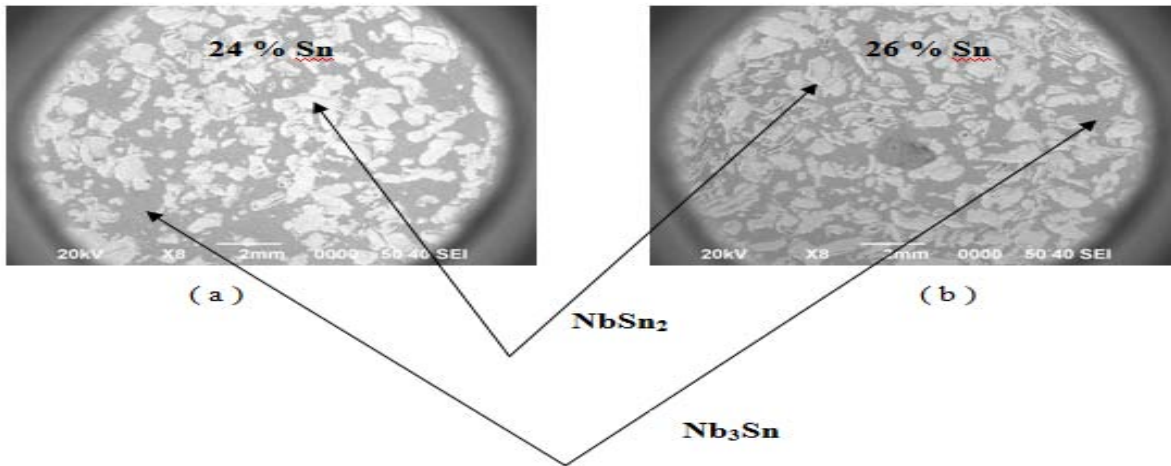
Gambar 11 merupakan foto hasil proses pemanggangan terhadap sampel dengan komposisi Sn sebesar 24 % dan 26 %, temperatur pemanasan 700 °C selama 96 jam. Dari Gambar 11 terlihat bahwa setelah proses pemanggangan maka di permukaan sampel akan terbagi menjadi dua bagian yaitu bagian yang mengkilat logam dan bagian yang tidak mengkilat.

Gambar 12 menunjukkan titik-titik posisi dilakukannya analisis EDS. Analisis EDS dilakukan terhadap terhadap bagian yang mengkilat (putih) dan tidak mengkilat (abu-abu). Analisis dilakukan mulai dari bagian yang tidak mengkilat yaitu pada titik LG1, terus bergerak ke bagian yang mengkilat melalui 7 titik analisis.

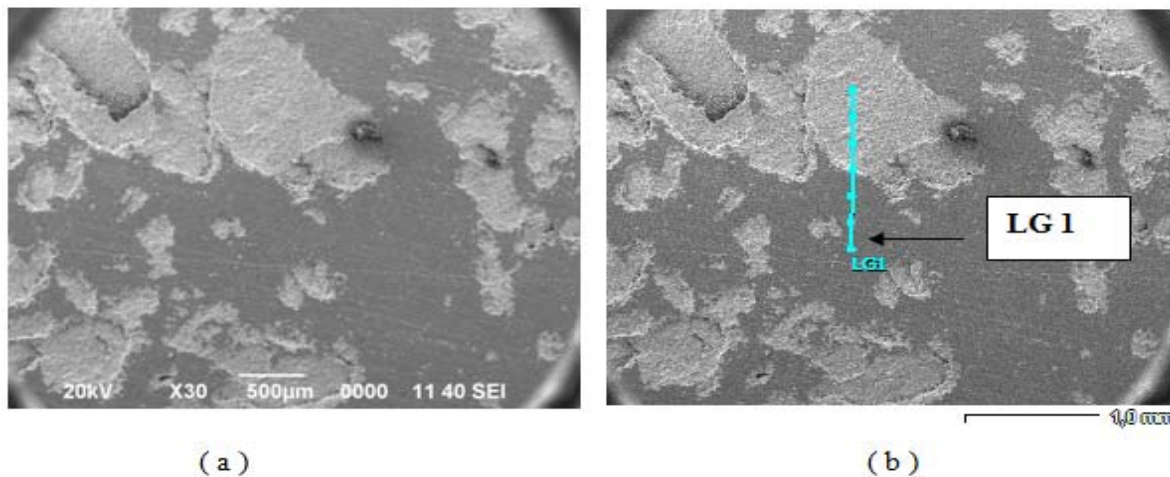
Titik ke-4 merupakan daerah perbatasan antara bagian mengkilat dan bagian yang tidak mengkilat. Dari analisis tersebut diketahui perbandingan persen atom, komposisi Nb dan Sn pada titik LG1 adalah 64,09 berbanding 18,67 atau sekitar 3 : 1, yang berarti merupakan senyawa intermetalik Nb₃Sn. Pada titik ke-2 dan 3, perbandingan persen atom Nb dan Sn masih lebih besar nilai persen atom Nb sedangkan pada titik 4 atau titik peralihan dari bagian yang tidak mengkilat ke bagian mengkilat, perbandingan persen atomnya 22,95 dengan 17,03 atau sekitar 1 : 1. Memasuki daerah mengkilat maka perbandingan persen atom Nb dan Sn mulai terbalik dengan di atas yaitu persen Nb lebih kecil dari pada persen Sn. Pada titik 6 dan 7 (di bagian mengkilat) perbandingan persen atom Nb dan Sn

adalah 24,00 berbanding 55,80 dan 26,14 berbanding 42,46 atau sekitar 1 : 2 yang berarti merupakan senyawa intermetalik $NbSn_2$. Hasil diatas memperkuat hasil analisa XRD yang telah dilakukan

sebelumnya, yaitu terbentuknya fasa intermetalik $NbSn_2$ dan Nb_3Sn . Hasil analisis EDS untuk tiap-tiap titiknya dirangkum dalam Tabel 5 berikut ini.



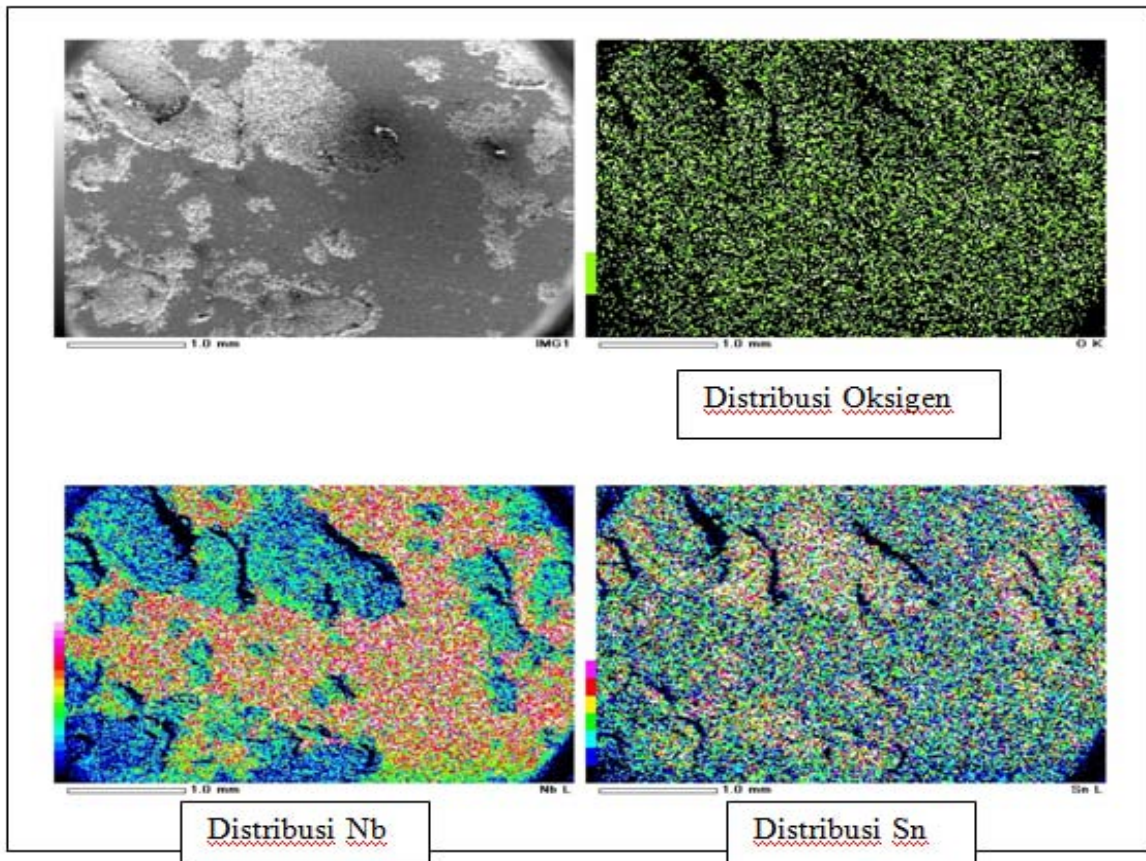
Gambar 11. Foto pellet campuran logam Nb dan Sn setelah proses pemanggangan



Gambar 12. Hasil analisis EDS dengan komposisi 24%Sn, 700 °C, 96 jam

Tabel 5. Rangkuman hasil analisis EDS dengan komposisi 24%Sn, 700 °C, 96 jam

| No | Nb, % | Sn, % | Nb : Sn | Uraian |
|----|-------|-------|---------|------------------------------|
| 1 | 30,47 | 63,23 | 1 : 2 | $NbSn_2$ |
| 2 | 24,30 | 72,17 | 1 : 2 | $NbSn_2$ |
| 3 | 32,24 | 48,70 | 1 : 1 | $NbSn/ Nb_6Sn_5$ |
| 4 | 41,70 | 39,52 | 1 : 1 | $NbSn/ Nb_6Sn_5$ |
| 5 | 78,65 | 17,23 | 4 : 1 | $Nb_4Sn/ \alpha Nb + Nb_3Sn$ |
| 6 | 53,58 | 40,97 | 1 : 1 | $NbSn/ Nb_6Sn_5$ |
| 7 | 70,50 | 26,24 | 3 : 1 | Nb_3Sn |



Gambar 13. Hasil mapping dengan komposisi 24%Sn, 700 °C, 96 jam

Analisa mapping seperti terlihat pada Gambar 13 menunjukkan semakin jelas pembentukan fasa intermetalik tersebut yaitu pada bagian tidak mengkilat akan lebih didominasi oleh Nb yang membentuk fasa intermetalik Nb_3Sn , sedangkan pada bagian yang mengkilat akan didominasi oleh Sn yang membentuk fasa intermetalik $NbSn_2$

KESIMPULAN

1. Analisis dengan menggunakan SEM dan XRD terhadap sampel hasil proses milling campuran bubuk Nb dan Sn dengan alat HEM menunjukkan bahwa waktu yang diperlukan untuk milling minimum 3 jam.
2. Hasil analisis dengan DTA, XRD, SEM dan EDS menunjukkan bahwa temperatur pembentukan fasa intermetalik Nb_3Sn terjadi pada temperatur sekitar 700 °C.
3. Dari proses yang dilakukan terlihat bahwa temperatur dan waktu pemanasan memegang peranan yang sangat penting dalam proses pembentukan fasa intermetalik Nb_3Sn .
4. Pemanasan campuran bubuk Nb dan Sn pada temperatur 400 °C selama 72 jam tidak menghasilkan fasa intermetalik Nb_xSn_y sedangkan pada temperatur 500 °C selama 72 jam menghasilkan fasa intermetalik $NbSn_2$, dan pada temperatur 700 °C selama 72 jam menunjukkan mulai terbentuknya fasa intermetalik Nb_3Sn .
5. Pembentukan fasa intermetalik Nb_3Sn akan makin banyak bila waktu dan temperatur proses pemanggangan diperpanjang. Waktu proses yang dilakukan selama 96 jam belum memberikan hasil yang optimum terhadap pembentukan fasa intermetalik Nb_3Sn .

UCAPAN TERIMA KASIH

Tulisan ini merupakan bagian dari hasil penelitian dengan judul: Pembuatan Kawat Superkonduktor Nb₃Sn dengan Metoda Nano-Powder-In-Tube untuk Aplikasi Kumpanan Magnet, yang dibiayai melalui Program Kompetitif LIPI tahun anggaran 2010 dengan Sub Program Advanced Materials dan Nanoteknologi. Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Andika W. Pramono, Anton Suryantoro dan Ibu Nurhayati Indah Ciptasari atas semua bantuan yang diberikan kepada penulis baik dalam melakukan percobaan maupun dalam penulisan naskah ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Brochure “Superconductivity: Present and future Applications” by Coalition for the Commercial Application of Superconductors (CCAS) and IEEE council on Superconductivity, 2008.
- [2] Smith, W.F., Principles of Materials Science and Engineering, 3rd Edition, McGraw-Hill, 1996, p. 855.
- [3] Larbalesteir, D., Superconductors for superconducting magnets, Applied superconductivity Center, National High Magnetic Field Laboratory, Florida State University, May 20, 2010.
- [4] Lee, P. J. : “Superconductor: WIRES AND CABLES: MATERIALS AND PROCESSES”, The Applied Superconductivity Center, University of Wisconsin, Madison, USA.
- [5] Hopkins, S. C., Optimisation, Characterisation and Synthesis of Low Temperatures Superconductors by Current-Voltage Techniques, PhD Thesis, Sidney Sussex College, Department of Materials Science and Metallurgy, 2007.
- Fischer, C. M., Investigation of the Relationships Between Superconducting Properties and Nb₃Sn Reaction Conditions in Powder-In-Tube Nb₃Sn Conductors, Master of Science Thesis, University of Wisconsin-Madison, 2002.
- [6] Patankar, S. N and Froes, F. H. Formation of Nb₃Sn Using Mechanically Alloyed Nb-Sn Powder. Institute for Materials and Advanced Processes, University of Idaho, Moscow.

RIWAYAT PENULIS

F. Firdiyono, lahir di Jakarta, 14 Februari 1956. Sarjana Tambang Metalurgi ITB, lulus tahun 1981. S2 Pengolahan Mineral, Universitas Kyoto Jepang, lulus tahun 1987. S3 Pengolahan Mineral, Universitas Kyoto Jepang, lulus tahun 1992. Sejak tahun 2001 sampai 2006 menjabat sebagai Kepala Bidang Metalurgi Ekstraksi, Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI.