

# Synthesis and Microstructure Properties of $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$ Ceramic Superconductor

Nurmalita\*, Zuraini, Evi Yufita, Fauzi  
Jurusan Fisika Fakultas MIPA, Universitas Syiah Kuala,  
Banda Aceh 23111, Indonesia

Received Desember, 2014, Accepted March, 2015

*Properties of  $(\text{Bi, Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$  ceramic superconductors were prepared by the melt textured growth methods in order to investigate the effects of the slow cooling time on the microstructure. Phase analyses of the samples by X-ray diffraction (XRD) has been carried out to assess the effects of the slow cooling time. From XRD analyses, the addition to the sample of the slow cooling time degrades formation of the high- $T_c$  Bi-2212 phase. The possible reasons for the observed degradation in the microstructure properties due to the slow cooling time addition were discussed.*

**Keywords:** Superconductor, melt textured growth, slow cooling

## Pendahuluan

Superkonduktor keramik berbasis Bi yang memiliki rumus umum  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_y$  ( $n=1, 2$  dan  $3$ ) yang ditemukan pada tahun 1987 ini sangat menarik untuk diteliti dikarenakan keunggulan sifat-sifatnya dalam aplikasi teknologi dan industri transmisi daya (Akimitsu, J., dkk, 1987). Telah diketahui bahwa bahan superkonduktor tersebut memiliki karakter lolos daya yang rendah, mampu mengangkut medan magnet dan arus yang besar, disamping keunggulan sifat-sifat optik dan elektronik lainnya. Mengacu pada komposisi kimianya, superkonduktor berbasis Bi ini terdiri dari tiga fase yang berbeda, yaitu fase Bi-2201 ( $n=1$ ,  $T_c$  20 K), fase Bi-2212 ( $n=2$ ,  $T_c$  85 K) dan fase Bi 2223 ( $n=3$ ,  $T_c$  110 K) (Ghahfaroki, S.E.M. dkk, 2010). Dalam keluarga berbasis Bi ini, fase Bi-2212 lebih menarik untuk diteliti dikarenakan sifat stabilitas termodinamikanya yang lebih baik, masalah weak-link yang lebih rendah (Berdan, O., dkk, 2011), dan doping kation relatifnya tidak berpengaruh terhadap stoikiometri kandungan atom Oksigen dalam baha. Pada kondisi sintering berbeda, terjadi perbedaan karakteristik keadaan superkonduktif dari senyawa murni  $\text{BiSrCaCuO}$  maupun yang didoping Pb yaitu  $\text{BiPbSrCaCuO}$  (Yilmazlar dkk, 2007). Penelitian tentang pengaruh lama waktu sintering terhadap fraksi volume superkonduktor Bi-2212 yang dibuat dengan metode *melt textur-growth* menunjukkan bahwa kemurnian

bahan meningkat dengan bertambahnya waktu sintering (Nurmalita, 2011). Demikian juga halnya dengan temperatur kritis bahan Bi-2212 yang menunjukkan kenaikan dengan penambahan waktu tersebut (Nurmalita, 2012). Umumnya laju pendinginan juga memainkan peran penting sebagaimana halnya pemberian doping kimia pada pembentukan bahan superkonduktor suhu kritis tinggi. Kristalisasi bahan dominan terjadi selama proses *slow cooling*. Peningkatan laju pendinginan diketahui telah menaikkan fraksi volum kristal Bi-2212 dan meningkatkan pembentukan fase  $T_c$  rendah dalam bahan yang dibuat dengan metode solid state reaction (Cetinkara dkk, 2003). Dalam tulisan ini dilaporkan bagaimana pengaruh laju pendinginan terhadap sifat-sifat struktur mikro dari sampel superkonduktor  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ .

## Metodologi

Sintesis sampel dan rekaman pola XRD dilakukan di laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Syiah Kuala. Sampel dibuat dengan metode *melt-textured growth*. Bahan awal terdiri dari oksida-oksida ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Pb}_3\text{O}_4$ , dan  $\text{CuO}$ ) dan karbonat ( $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ) dicampur dengan komposisi nominal  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ . Campuran tersebut dikalsinasi pada suhu  $800^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Selanjutnya suhu campuran diturunkan ke suhu ruang kemudian digerus secara manual. Serbuk yang dihasilkan selanjutnya dipress

\*corresponding Author: nurmalitapatra@unsyiah.ac.id

menjadi pelet. Pelet-pelet tersebut lalu disintering pada suhu 930°C sampai meleleh total dan selanjutnya mengalami *slow cooling*. Waktu *slow cooling* untuk setiap sampel dipilih berbeda, yaitu untuk sampel pertama selama 130 jam dan sampel kedua selama 140 jam. Akhirnya pada kedua sampel dilakukan analisa pola XRD dan foto SEM.

## Hasil dan Pembahasan

### 1. Spektrum XRD dari sampel dengan waktu *slow cooling* 130 jam.

Pola XRD untuk sampel dengan *slow cooling* 130 jam diperlihatkan pada Gambar 1. Berdasarkan pola XRD yang diperlihatkan pada Gambar 1 terlihat munculnya sebagian besar puncak-puncak yang memiliki nilai  $hkl$  untuk fase Bi-2212. Fase Bi-2212 yang terbentuk adalah sebesar 71,6% dan yang lainnya berupa pengotor seperti fase Bi-2201 dan fase Bi-2223. Puncak spektrum yang memiliki indeks  $hkl=00l$  dengan  $l$  bilangan genap, menunjukkan fase bahwa fase Bi-2212 yang terbentuk dalam sampel sudah terorientasi. Hasil perhitungan fraksi volume, persentase fase terorientasi dan impuritas ditunjukkan pada Tabel 1. Dari hasil perhitungan tersebut tampak bahwa waktu *slow cooling* 130 jam menghasilkan nilai fraksi volume Fase Bi-2212 sebesar 71,6%, persentase fase terorientasi diperoleh sebesar 44,3% dan impuritas sebesar 28,4%.

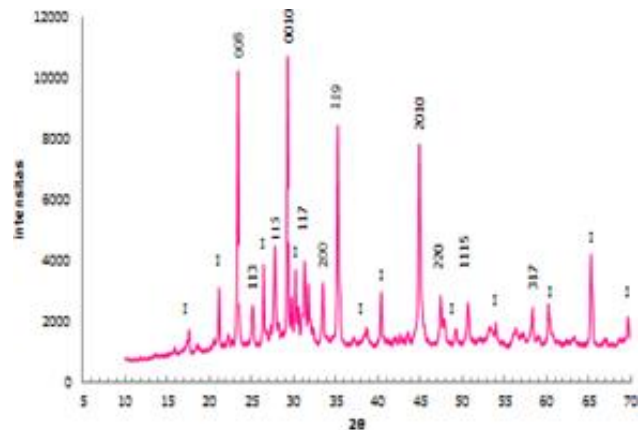
Tabel 1. Rekap Data Hasil Perhitungan Karakteristik sampel

Nama Sampel	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$
Slow cooling (jam)	130	140
Suhu akhir (°C)	820	815
P (%)	44,3	15,3
FV (%)	71,6	53,1
Impuritas (%)	28,4	46,9

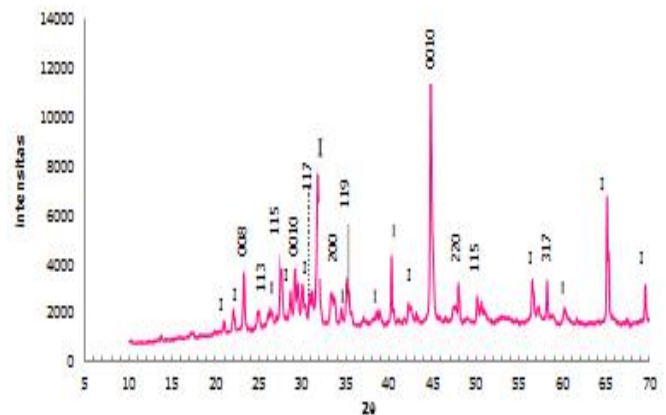
### 2. Spektrum XRD dari sampel dengan waktu *slow cooling* 140 jam

Pola XRD untuk sampel dengan *slow cooling* 140 jam diperlihatkan pada Gambar 2. Pola XRD dengan waktu *slow cooling* 140 jam ditunjukkan Gambar 2, terlihat bahwa telah munculnya sebagian puncak-puncak yang memiliki nilai  $hkl$  untuk fase Bi-2212. Puncak spektrum yang memiliki indeks  $hkl=00l$  dengan  $l$  bilangan genap menunjukkan pula

bahwa fase Bi-2212 yang terbentuk dalam sampel sebagian sudah terorientasi. Hasil perhitungan fraksi volume Bi-2212, persentase fase terorientasi dan impuritas ditunjukkan pada Tabel 1. Sampel dengan waktu *slow cooling* 140 jam memiliki nilai fraksi volume sebesar 53,1%, persentase fase terorientasi sebesar 15,3% dan impuritas yang didapatkan sebesar 46,9%. Impuritas yang terbentuk adalah fase Bi-2201 dan fase Bi-2223.



Gambar 1. Spektrum XRD dari sampel dengan waktu *slow cooling* 130 jam.



Gambar 2. Spektrum XRD dari sampel Bi-2212 dengan waktu *slow cooling* 140 jam

### 3. Perbandingan hasil pola XRD sampel dengan waktu *slow cooling* 130 jam dan 140 jam

Dari hasil penelitian ini terlihat bahwa pembentukan fase Bi-2212 dari kedua sampel dipengaruhi oleh waktu *slow cooling*, dimana hal ini terlihat dari hasil perhitungan nilai fraksi volume, persentase fase terorientasi dan impuritas yang berbeda untuk kedua sampel yang ditunjukkan pada Tabel 1. Hasil perhitungan nilai fraksi volume dan persentase fase terorientasi yang diperoleh pada

sampel dengan waktu slow cooling 130 jam menunjukkan nilai yang lebih baik dari pada sampel dengan waktu slow cooling 140 jam yaitu sebesar 71,6% dan 44,3%, serta impuritas terendah juga diperoleh pada sampel dengan waktu slow cooling 130 jam yaitu sebesar 28,4 %.

Berdasarkan hasil perhitungan analisa pola XRD dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu slow cooling maka nilai fraksi volume dan persentase fase terorientasi semakin rendah serta impuritasnya meningkat. Berdasarkan penelitian sebelumnya waktu *slow cooling* berbanding lurus terhadap nilai fraksi volume dan persentase fase terorientasi, akan tetapi hal ini diperoleh sampai dengan waktu slow cooling 120 jam (Nurmalita, 2002). Setelah dilakukan penelitian ini yaitu dengan bervariasi waktu slow cooling selama 130 jam dan 140 jam maka nilai fraksi volume dan persentase fase terorientasi semakin menurun. Adapun yang mengakibatkan nilai fraksi volume menurun atau impuritasnya meningkat ini kemungkinan disebabkan oleh waktu *slow cooling* telah berlebihan (terlalu lama) untuk mendapatkan fase Bi-2212 yang diinginkan, sehingga terjadi pembentukan fase impuritas yang tidak diharapkan seperti fase Bi-2201 dan fase Bi-2223 ataupun dapat berupa impuritas yang lain, karena pada dasarnya superkonduktor itu meleleh secara inkongruen yaitu apabila suhu dinaikkan sampai suhu lelehnya maka komposisi bahannya akan berubah atau berbentuk fase lain, dan demikian pula sebaliknya apabila lelehan didinginkan menjadi padatan maka terjadi perubahan komposisi bahan (Strobell, 1992).

Selain itu waktu *slow cooling* yang lebih lama juga dapat menurunkan nilai persentase fase terorientasi, ini menunjukkan bahwa derajat kristalinitas sampel semakin rendah dengan bertambahnya waktu slow cooling. Adapun derajat kristalinitas ini sangat dipengaruhi oleh susunan bidang kristal yang menjadi bidang difraksi sinar-X. Kemungkinan lainnya terjadi penurunan nilai persentase fase terorientasi disebabkan data pola XRD yang kurang lengkap. Peralatan XRD yang digunakan dalam penelitian ini hanya menampilkan data puncak difraksi sinar-X mulai dari sudut  $2\theta = 10^\circ$ , yang mana pada hakikatnya dalam melakukan analisa pola XRD untuk material superkonduktor sistem Bi-2212 sebelum sudut  $2\theta = 10^\circ$  itu sudah ada informasi penting munculnya

puncak hkl=001 yang berpengaruh pada nilai persentase fase terorientasi secara keseluruhan. Ini sesuai dengan hasil yang diperoleh pada penelitian sebelumnya meskipun metode sintesisnya berbeda (Yuliati,T., 2010)

### Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat ditarik kesimpulan bahwa telah berhasil dibuat bahan superkonduktor BSCCO fase 2212 dengan metode *Melt Textured-Growth*, dimana semakin lama waktu slow cooling dalam proses sinteringnya, maka persentase fase terorientasi dan fraksi volume semakin rendah serta impuritasnya semakin meningkat. Untuk nilai persentase fase terorientasi dan fraksi volume yang tinggi diperoleh dari sampel dengan waktu slow cooling 130 jam yaitu 71,6 % dan 44,3% serta impuritas yang rendah juga diperoleh dari sampel dengan waktu slow cooling 130 jam yaitu 28,4 %.

### Daftar Pustaka

- Akimitsu, J., Yamazaki, A., Sawa, H., Fujiki, H.,(1987), "Superconductivity in the Bi-Sr-Cu -O system". Japan. J. Appl. Phys. 26 (Part 2, 12), L2080-L2081.
- Berdan Özkurt, M. A. Madre, A. Sotelo, J. C. Diez, (2011), "The Influence of Postannealing on Structural and Superconducting Properties of Bi-2212 Ceramics", J Supercond Nov Magn 24:2153-2159
- H A Cetinkara, M Yilmazlar, O Ozturk, M Nursoy, C Terzioglu,(2003), "The Influence of Cooling Rates on Microstructure and Mechanical Properties of Bi<sub>1,6</sub>Pb<sub>0,4</sub>Sr<sub>2</sub>Ca<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>y</sub> Superconductors" International Conference On Superconductivity and Magnetism (ICSM2008), Journal of Physics: Conference Series 153 (2009) 012038, doi:10.1088/17426596/153/1/012038.
- Nurmalita, (2002), "Sintesis kristal superkonduktor dengan metode melt textured-growth", Tesis (S2). KBK Fisika Material. ITB, Bandung.
- Nurmalita, (2011), "The Effect of Pb Dopant on the Volume Fraction of BSCCO-2212 Superconducting Crystal", Jurnal Natural Vol.11, No.2.
- Nurmalita, (2012), "The Effect of Pb Dopant on The Critical Temperature of BSCCO-2212 Superconducting", Proceeding on The 2nd Annual

International Conference, Syiah Kuala University Press.

Strobel, dkk., (1992), "Phase diagram of the system  $Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr_2CuO_6CaCuO_2$  between 825°C and 1100°C", *Physical C*, 201.

M. Yilmazlar, O. Ozturk, H. Aydin, M. Akdoğan, and C. Terzioglu, (2007), "The Effect of

Sm- Ca Substitution on Mechanical Properties of BSCCO Superconductors", *Chinese Journal of Physics* Vol. 45, No. 2-i

Yuliati,T.,(2010), "Sintesis superkonduktor bpscoco/ag menggunakan metode padatan". Skripsi S-1 Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret, Surakarta.