

SINTESIS SUPERKONDUKTOR $\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$ DENGAN KOMPOSISI MOLAR AWAL OFF-STOIKHIOMETRI

Dwi Teguh Rahardjo

Program Studi Pendidikan Fisika PMIPA FKIP UNS
Jl. Ir. Sutami 36A Surakarta, e-mail: teguhra@yahoo.com

Abstrak

Telah dilakukan sintesis bahan superkonduktor $\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$ dengan komposisi molar awal off-stoikiometri pada superkonduktor sistem BiPb-2212. Penelitian ini bertujuan untuk mengoptimasi lama waktu sintering proses sintesis superkonduktor BiPb-2212 komposisi molar awal off-stoikiometri untuk mendapatkan titik kritis tinggi. Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen dengan mengatur lama waktu sintering pada saat proses sintesis bahan superkonduktor BiPb-2212. Sintesis bahan superkonduktor BiPb-2212 menggunakan metode reaksi padatan. Pada proses sintesis, bahan superkonduktor sistem Bi-2212 dikalsinasi dengan suhu 800°C selama 20 jam dan disintering pada suhu 825°C . Pada proses sintering menggunakan variabel waktu 40 jam, 80 jam dan 120 jam. Dari analisis data dan pembahasan dalam penelitian ini diperoleh hasil bahwa pada lama waktu sintering 80 jam diperoleh impuritas terendah yaitu 11,84 % dan terbentuk fraksi volum bahan superkonduktor 88,16%. Suhu kritis tertinggi juga diperoleh untuk lama waktu sintering 80 jam yaitu $T_c \text{ nol} = 61\text{ K}$.

Kata kunci : Reaksi Padatan, BiPb-2212, off-stoikiometri

Pendahuluan

Bahan superkonduktor merupakan bahan yang dapat mengalirkan arus listrik dalam jumlah besar tanpa mengalami hambatan sama sekali (resistivitas nol), sehingga bahan superkonduktor dapat digunakan untuk membuat medan magnet yang besar tanpa mengalami efek pemanasan. Di samping itu bahan superkonduktor mempunyai kemampuan menolak fluks magnet yang mengenainya pada suhu di bawah suhu kritisnya (T_c), sehingga dapat dimanfaatkan untuk kereta api magnet yang melayang di atas rel kereta api. Manfaat bahan superkonduktor lainnya adalah sebagai media penyimpanan data, penstabil tegangan, komputer cepat, penghasil medan magnet tinggi pada reaktor nuklir fusi, dan SQUID. Kelemahan bahan superkonduktor saat ini adalah masih rendahnya suhu kritis (suhu kritis tertinggi sementara ini adalah sistem Hg mempunyai T_c 133K), sehingga banyak ilmuwan berusaha membuat bahan superkonduktor suhu kritis tinggi.

Bahan superkonduktor suhu kritis tinggi pada umumnya merupakan senyawa multi komponen yang memiliki sejumlah fase struktur yang berbeda dan struktur kristal yang rumit. Sistem BiPb-2212 juga merupakan senyawa oksida keramik yang mempunyai struktur berlapis-lapis dengan ciri khas sisipan lapisan CuO_2 . Proses sintesis senyawa multi komponen superkonduktor juga ditentukan oleh komposisi awal bahan pembentuk superkonduktor. Sebagai

senyawa multi komponen sistem BiPb-2212 memerlukan beberapa komponen-komponen penyusun sebagai bahan pembentuk lapisan-lapisan struktur yang kompleks. Pada proses sintesis BiPb-2212 dengan komposisi molar awal *stoichiometric* sering dijumpai kekurangan unsur-unsur tertentu senyawa superkonduktor BiPb-2212 yang telah terbentuk. Hal ini disebabkan molekul-molekul pembentuk senyawa superkonduktor BiPb-2212 mempunyai titik leleh yang berbeda-beda, sehingga dalam proses sintesis ada beberapa molekul menguap dan tidak membentuk reaksi padatan yang semestinya (Ming Xu, dkk : 1993). Untuk mengatasi kekurangan unsur pembentuk superkonduktor akibat titik leleh bahan pembentuk yang berbeda-beda, maka diperlukan komposisi molar awal bahan penyusun senyawa superkonduktor yang dilebihkan (*off-stoichiometric*) agar dapat membentuk fase murni BiPb-2212 (BSCCO) (Huashan Liu, dkk : 1999).

Salah satu sifat paling menarik dari bahan superkonduktor pada suhu rendah adalah resistivitasnya nol ($\rho = 0$) pada suhu tertentu. Suhu tersebut dikenal sebagai suhu kritis (T_c) atau suhu transisi yaitu suhu terjadinya transisi dari keadaan normal ke keadaan superkonduktif. Transisi tersebut reversibel artinya apabila dipanaskan akan kembali memiliki resistivitas normal pada suhu T_c . Pada superkonduktor konvensional, misalnya Hg harga $\Delta T_c = T_c \text{ on} - T_c \text{ nol} \approx 0.01\text{K}$. Sedangkan superkonduktor suhu tinggi

(SKST) mempunyai harga ΔT_c disebabkan oleh beberapa faktor intrinsik dan faktor ekstrinsik. antara lain: sifat anisotropi kristal yang berlapis, fluktuasi vortek superkonduktor suhu dipengaruhi oleh suhu) serta struktur dari senyawa yang ekstrinsik antara lain: akibat adanya senyawa lain yang tidak adanya cacat struktur.

Superkonduktor merupakan material yang mempunyai kemampuan mengalirkan arus listrik tanpa hambatan, di mana resistivitas (transisi fase orde kedua) dapat menolak fluks magnet melewatinya atau mengalami sempurna (efek Meissner) (gambar 2).

Superkonduktor BiPb-2 dalam golongan superkonduktor merupakan oksida keramik suhu tinggi. Dalam superkonduktor terdapat dua medan kritis, yaitu di bawah H_{c1} dan medan kritis di atas H_{c1} fluks magnetik sempurna dan di atas H_{c1} sebagian dapat menembus sampai batas medan kritis H_c bahan akan kehilangan sifat konduktivitasnya (gambar 3).

Gambar 1. Resistivitas bahan superkonduktor

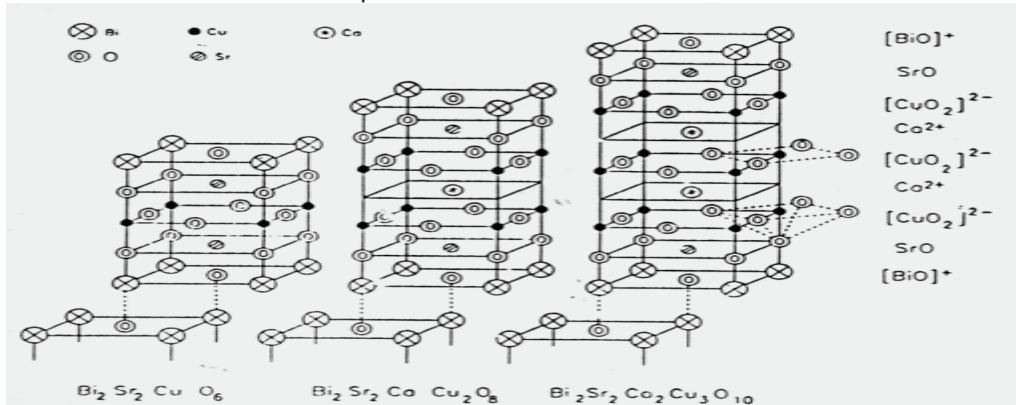
Superkonduktor

Gambar 2. Efek Meissner pada superkonduktor

Medan magnet yang dihilangkan superkonduktor

mempunyai sifat fisik yang berlapis-lapis sehingga menyebabkan bahan superkonduktor sistem BiPb mudah patah dan

sangat rapuh karenanya sulit untuk diterapkan pada pembuatan kabel aliran listrik.



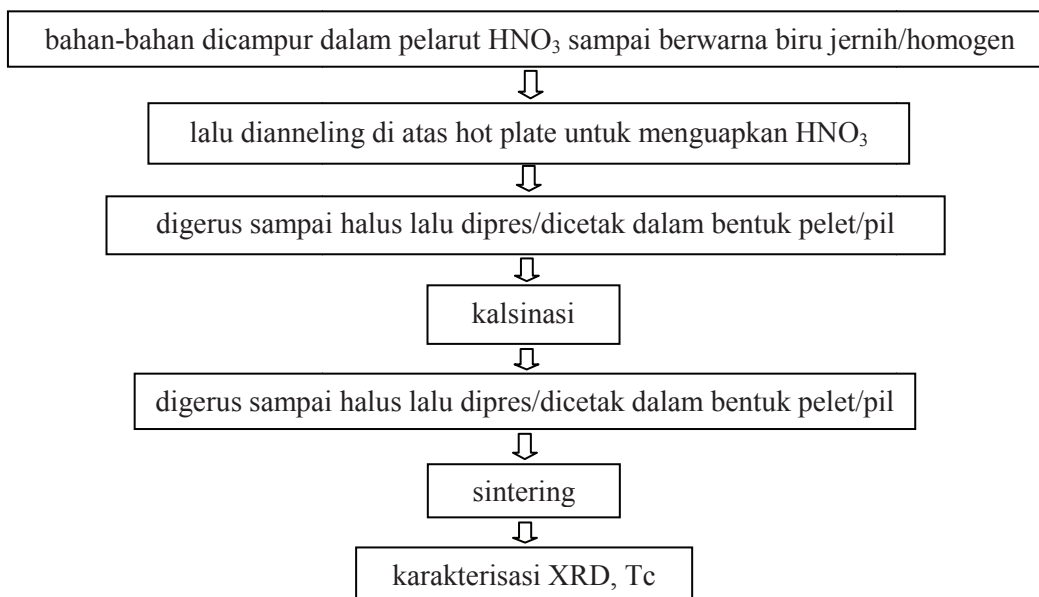
Gambar 5. Struktur superkonduktor sistem Bi (BSCCO)

Metodologi Penelitian

Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen, di mana pada sintesis sistem BiPb-2212 menggunakan metode reaksi padatan dengan molekul pembentuk awal yaitu Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaO , dan CuO . Proses awal dimulai dengan penimbangan bahan-bahan pembentuk senyawa BiPb-2212 dengan variabel bebas unsur Bismuth yang komposisi awal molarnya dibuat berbeda-beda dengan unsur Bismuth yang diubah-ubah molar secara off-stoikiometri. Bahan sudah siap dilarutkan dalam HNO_3 agar senyawa campuran homogen, lalu dianneling di atas hot plate dengan panas sedang untuk menguapkan HNO_3 . Bahan campuran awal kemudian digerus sampai halus kemudian dipres dan dicetak dalam bentuk pelet/pil, selanjutnya dikalsinasi dengan suhu 800°C selama 20 jam untuk menguapkan senyawa CO_2 dalam campuran awal bahan pembentuk senyawa BiPb-2212.

Bahan campuran awal digerus lagi sampai halus kemudian dipres dan dicetak dalam bentuk pelet/pil, yang kemudian dilakukan proses sintering dengan suhu 825°C selama 40 jam, 80 jam, dan 120 jam untuk merekatkan bahan-bahan awal agar membentuk senyawa BiPb-2212 (proses pembuatan bahan superkonduktor terdapat pada gambar 6) (S. Koyama, dkk :1988).

Karakterisasi pertama yang digunakan adalah efek Meissner, untuk mengetahui secara sederhana apakah senyawa yang terbentuk sudah menjadi senyawa superkonduktor. Karakterisasi berikutnya berupa XRD untuk mengetahui apakah senyawa superkonduktor yang terbentuk sudah mempunyai fase BiPb-2212, dan pengukuran resistivitas dengan metode *four point probe* untuk mengetahui temperatur kritis (T_c) bahan superkonduktor. Data sampel ada di tabel 1



Gambar 6. Proses pembuatan bahan superkonduktor
Reaksi pembentukan bahan superkonduktor sistem BiPb-2212 secara stoikhiometri :
$$\text{Bi}_2\text{O}_3 + 2\text{SrCO}_3 + \text{CaCO}_3 + 2\text{CuO} \longrightarrow \text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_8 + 3\text{CO}_2$$

Data Sampel

Tabel 1. Bahan BiPb-2212 yang di sintering dengan variasi waktu yang berbeda-beda

Sampel	Molaritas senyawa awal	Suhu sintering	Waktu sintering
111	$\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$	825 ⁰ C	40 jam
222	$\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$	825 ⁰ C	80 jam
333	$\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$	825 ⁰ C	120 jam

Suhu kalsinasi sampel 820⁰C selama 20 jam

Hasil Dan Pembahasan

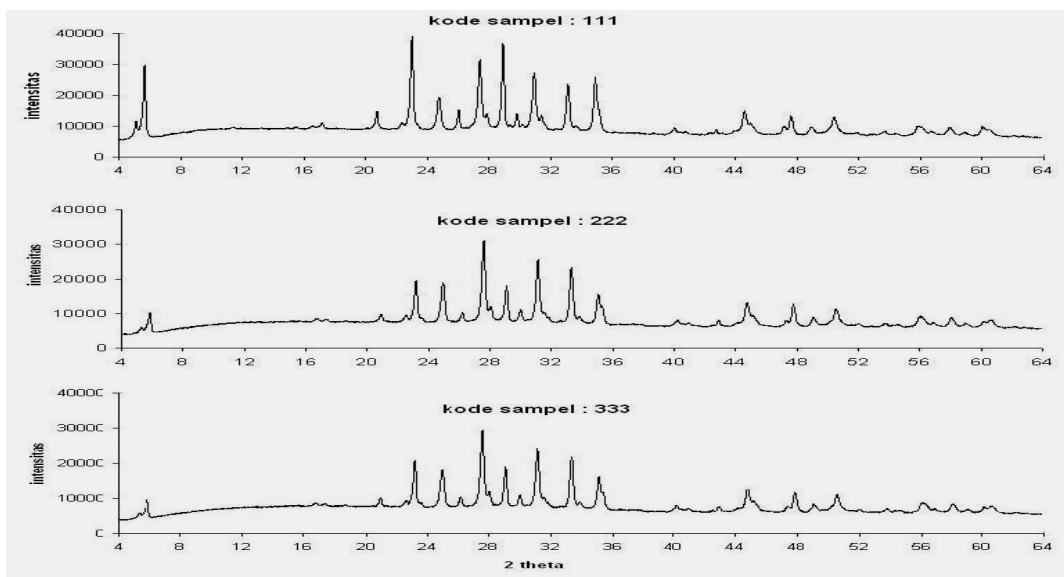
Data pola Difraksi Sinar-X (XRD)

Pengukuran pola difraksi sinar-X pada tiap-tiap sampel BiPb-2212 digunakan difraktometer Shimadzu type 6000XRD dengan spesifikasi sinar-X K α dari Cu, tegangan 40 kV, arus 30mA, divergensi slit 1⁰, receiving slit 0,3⁰, scattering slit 1⁰ serta tipe scan continuous.

Pembahasan Hasil

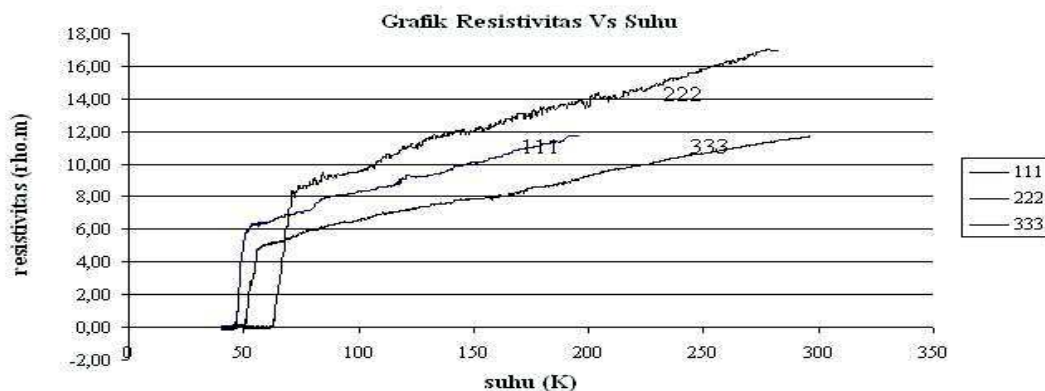
Pembuatan fase murni bahan superkonduktor sistem BiPb-2212 sangat bergantung pada suhu sintering dan lama waktu sintering serta komposisi molar awal bahan-bahan pembentuk superkonduktor. Sintesis superkonduktor BiPb-2212 pada proses sintering dengan suhu yang tidak tepat dapat memunculkan fase-fase lain yang masih dalam satu sistem Bi yaitu fase Bi-2212 atau fase Bi-2201. Pada sintesis superkonduktor BiPb-2212 umumnya juga terdapat fraksi impuritas sebagai hasil reaksi

padatan yang tidak terbentuk secara merata dan sempurna, kecuali pembentukan kristal tunggal BiPb-2212 yang tingkat kemurniannya tinggi. Hasil perhitungan fraksi volume (Gambar 10) menunjukkan bahwa peningkatan fraksi volume BiPb-2212 mencapai titik maksimum pada suhu sintering 825⁰ C dan lama waktu sintering 40 jam yaitu 88,16 %.. Semakin tinggi fraksi volum BiPb-2212 terbentuk maka semakin tinggi tingkat kemurnian bahan. Setelah lama waktu sintering 80 jam terjadi penurunan fraksi volum BiPb-2212. Sedangkan impuritas mengalami penurunan bersamaan bertambahnya lama waktu sintering dan mencapai titik minimum pada waktu tertentu. Hasil perhitungan fraksi volume impuritas (Gambar 11) menunjukkan bahwa penurunan fraksi volume impuritas mencapai titik minimum pada lama waktu sintering 80 jam yaitu 11,84 % dan mengalami peningkatan fraksi volum impuritas setelah lama waktu sintering 80 jam.



Gambar 7. Pola difraksi sinar-X sampel BiPb-2212 hasil scanning difraktometer

Data Resistivitas Bahan Superkonduktor BiPb-2212



Gambar 8. Kurva Resistivitas bahan superkonduktor BiPb-2212

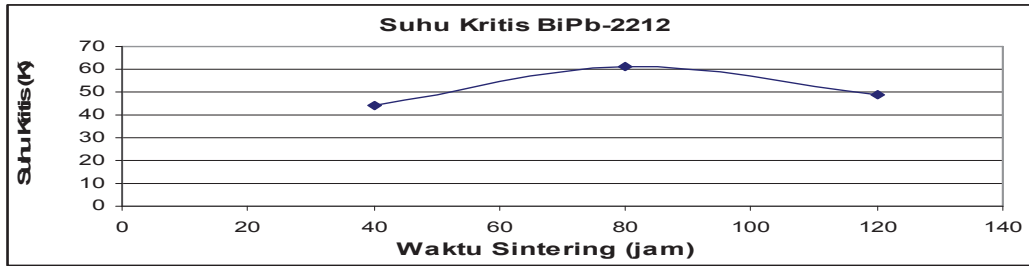
Analisis Data

Tabel 2. Fraksi volume BiPb-2212 dan Impuritas

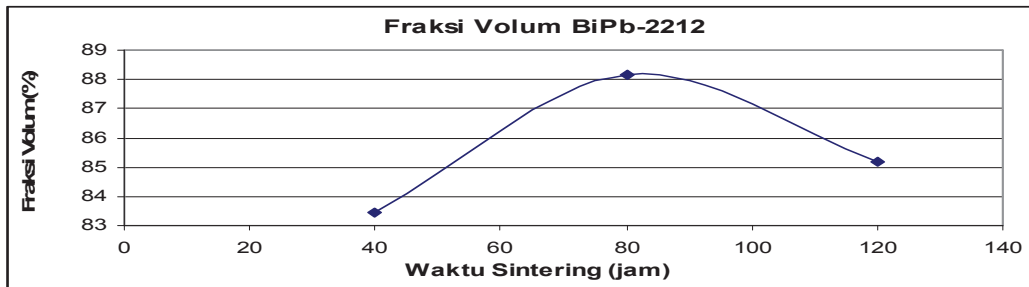
Sampel	Molaritas senyawa awal	Waktu sintering	BiPb-2212 (%)	Impuritas (%)
111	$\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$	40 jam	83,47	16,53
222	$\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$	80 jam	88,16	11,84
333	$\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$	120 jam	85,18	14,82

Tabel 3. Suhu kritis masing-masing variasi waktu sintering

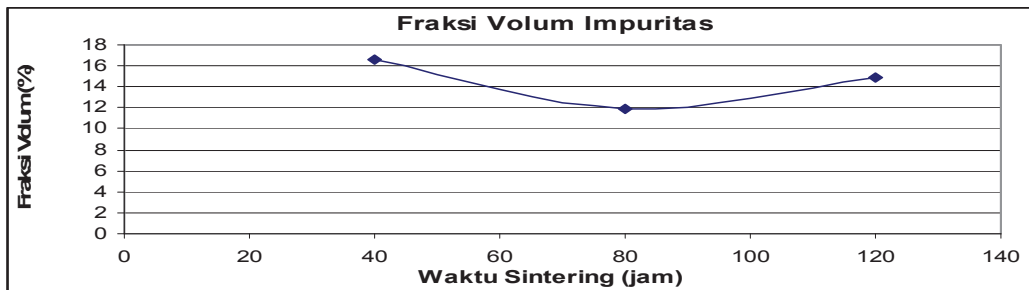
Sampel	Molaritas senyawa awal	Waktu sintering	Tc nol	Tc on
111	$\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$	40 jam	44 K	50
222	$\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$	80 jam	61 K	70
333	$\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_{1,05}\text{Cu}_2\text{O}_8$	120 jam	49 K	55



Gambar 9. Suhu kritis sampel terhadap waktu sintering



Gambar 10. Perubahan fraksi volume BiPb-2212 terhadap waktu sintering



Gambar 11. Perubahan fraksi volume impuritas terhadap waktu sintering

Suhu kritis sampel yang diteliti, mengalami peningkatan terhadap variasi lama waktu sintering (gambar 9) sampai mencapai nilai T_c nol tertinggi yaitu 61 K dan T_c on tertinggi yaitu 70 K pada suhu sintering 825°C dan variasi lama waktu sintering 80 jam lalu menurun bersamaan dengan meningkatnya lama waktu sintering. Sedangkan kemiringan kurva transisi resistivitas dan suhu transisi bagian atas kurva (T_c -on) berbeda-beda nilai tiap sampel.

Kesimpulan Dan Saran

Kesimpulan
Dari analisis data dan pembahasan dari data suhu kritis dan fraksi volume terhadap variasi lama waktu sintering dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

Suhu kritis tertinggi (T_c nol) bahan superkonduktor BiPb-2212 hasil penelitian ini yaitu 61 K dengan fraksi volume tertinggi 88,16% dapat tercapai jika suhu sintering 825°C dan lama waktu sintering 80 jam..

Saran

Studi lebih lanjut diperlukan penelitian variasi komposisi molar awal unsur-unsur lain bahan pembentuk superkonduktor sistem BiPb-2223.

Daftar Pustaka

- Huashan Liu, Libin Liu, Hao Yu, Yuelan Zhang, Zhanpeng Jin., 1999. *Optimization of the composition for synthesizing the high- T_c phase in Bi(Pb)SrCaCuO system*, Journal of Materials Science 34, p. 4329-4332.
- Koyama, S., Endo, U., Kawai, T., 1988. *Preparations of single 110 K phase of Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O Superconductor*, Japanese Journal Applied Physics, vol.27 No.10, L 1861-L1863.
- Ming Xu, Polonka, J., Goldman, A.I., Finnemore, D.K., 1993. *Investigations of Crystalline Phase in the Melting of*