

Eksperimen Pembentukan Kristal BPSCCO-2223 dengan Metode *Self-Flux*

Indras Marhaendrajaya

Laboratorium Fisika Zat Padat Jurusan Fisika FMIPA UNDIP

Abstract

An experiment has been carried out on formation of BPSCCO-2223 crystals with self-method. Syntheses were conducted with sintering process for 60 and 120 hours and variation melting time of 2, 5 and 10 minutes. Samples with melting time of 5 minutes and sintering 120 hours, has the highest volume fraction of 2223 phase. The critical temperature trend decrease with added sintering time from 60 hours to 120 hours. Recorded SEM pictures show the largest grain size of 20 micron with melting time 2 minutes after sintering time of 120 hours.

Abstrak

Telah dilakukan sintesis superkonduktor BPSCCO-2223 dengan menggunakan metoda self-flux. Proses sintesis dilengkapi dengan proses sintering selama 60 jam dan 120 jam dan perlakuan proses pelelehan tambahan sebelumnya dengan variasi waktu 2 menit, 5 menit dan 10 menit. Sampel yang diperoleh menunjukkan dengan waktu lelehan 5 menit setelah sintering 120 jam memiliki fraksi volume fase 2223 yang paling besar. Suhu kritis cenderung menurun dengan penambahan waktu sintering dari 60 jam menjadi 120 jam. Foto SEM menunjukkan ukuran butir terbesar 20 mikron dengan waktu lelehan 2 menit setelah sintering 120 jam.

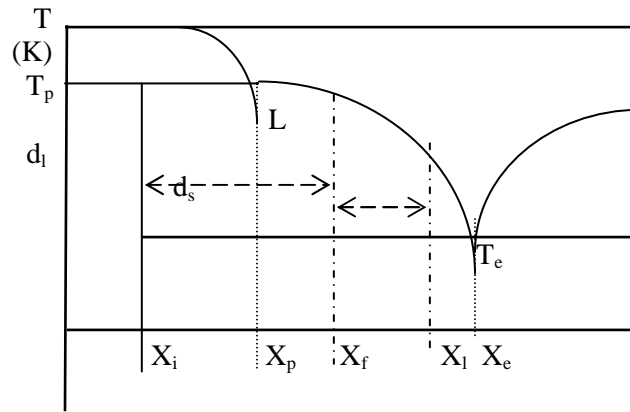
Pendahuluan

Temperatur kritis pada superkonduktor sistem BSCCO berbeda untuk masing-masing fase, yaitu fase 2201 ($T_c \sim 10$ K), fase 2212 ($T_c \sim 80$ K) dan fase 2223 ($T_c \sim 110$ K). Sampel yang memiliki kemurnian tunggal diperlukan pada kajian tentang sifat intrinsik bahan dan korelasinya dengan struktur yang bersangkutan. Metode TSFZ (Travelling Solvent Floating Zone) dapat digunakan untuk menghasilkan kristal tunggal, tetapi membutuhkan biaya yang amat mahal [1]. Dalam penelitian ini dilakukan eksperimen pembuatan sampel superkonduktor berfase 2223 murni dengan metoda *self-flux*. Dengan acuan diagram fasa [2], dapat dirancang sampel superkonduktor. Superkonduktor suhu tinggi pada umumnya meleleh secara

inkongruen. Untuk menghasilkan senyawa dengan susunan kimia (fase) murni dalam kristal tunggal, proses sintesis yang melibatkan reaksi peritektik harus dihindari. Metoda yang dirancang agar terhindar reaksi peritektik adalah metoda *self-flux* [3].

Dasar Teori

Metoda *self-flux* merupakan metoda yang menggunakan kelebihan salah satu atau beberapa unsur pembentuk dari senyawa itu sendiri sebagai fluks. Hasil kristal dari senyawa superkonduktor suhu tinggi yang dapat ditumbuhkan lebih besar dengan menggunakan metoda *self-flux* dibandingkan dengan menggunakan reaksi padatan. Gaya penggerak pada pertumbuhan kristal adalah pendinginan (cooling).



Gambar 1. Prinsip pertumbuhan kristal dengan metoda self-flux.

Dalam kasus ini komposisi off-stoikiometri dengan X_f terletak antara X_e dan X_p dilelehkan, yang selanjutnya didinginkan secara lambat seperti terlihat pada gambar 1. Dengan menggunakan metoda *self-flux*, kristal dipercepat akibat pelelehan dan nukleasi primer. Daerah kristalisasi primer ditentukan dalam jangkauan antara X_p sampai X_e dan jangkauan suhu antara T_p sampai dengan T_e .

Jika garis cair dilalui, maka senyawa dengan komposisi X_i yang meleleh secara peritektik dipercepat dan memenuhi kaidah tuas (*lever rule*):

$$\frac{n(X_i)}{n(X_l)} = \frac{d_s}{d_l} \quad (1)$$

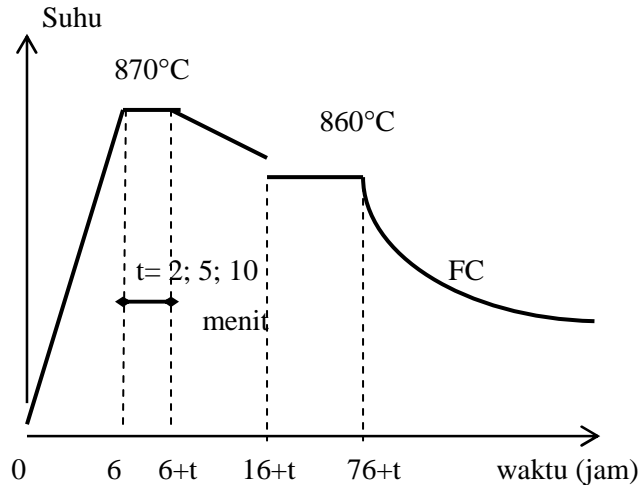
dengan $n(X_i)$ adalah jumlah mol padatan dengan komposisi X_i , $n(X_l)$ adalah jumlah mol padatan dengan komposisi X_l , d_s adalah jarak X_f ke X_l , d_l adalah jarak X_i ke X_f , seperti terlihat pada gambar 1.

Pada waktu pendinginan, komposisi X_l dari cairan berubah, dan ukuran kristal bergantung dari banyak diagram fase yang dilalui. Ukuran kristal terbatas, karena jangkauan pendinginan yang ditentukan dengan diagram fase juga terbatas.

Metode Penelitian

Penelitian dimulai dari preparasi sampel dengan menimbang bahan yang diperlukan yaitu Bi_2O_3 , PbO , SrCO_3 , CaCO_3 dan CuO dengan komposisi $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2,3}\text{Cu}_{3,3}$. Berat masing-masing bahan disesuaikan dengan komposisi tersebut. Untuk memperoleh sampel yang lebih homogen, bahan tersebut dicampur dengan cara basah yaitu menggunakan air dan asam nitrat. Selanjutnya larutan dikeringkan dalam tungku dan kemudian sampel digerus dengan menggunakan alat mortar sampai halus.

Proses selanjutnya kalsinasi sampel dipanaskan dalam tungku selama 20 jam dengan temperatur 820°C . Untuk meningkatkan reaksi padatan sampel perlu dibuat dalam bentuk pelet, yakni dengan mengepres dengan 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 2.



Gambar 2. Sintering untuk metoda *self-flux*

Setelah selesai sintering, selanjutnya sampel dikarakterisasi, yang meliputi uji efek Meissner untuk mengetahui sifat superkonduktivitas, pola difraksi sinar-X untuk mengetahui fase-fase yang terbentuk, kurva R-T untuk mengetahui temperatur kritis superkonduktor dan foto SEM untuk mengetahui ukuran butir sampel superkonduktor. Pada waktu sintering dengan lama 60 jam kemudian dilanjutkan penambahan waktu sintering menjadi 120 jam untuk mengetahui pengaruhnya pada karakterisasi tersebut.

Hasil dan Pembahasan

Untuk mengetahui keberhasilan sampel yang telah dibuat, pertama kali yang dilakukan adalah dengan menguji efek Meissner. Sampel superkonduktor diberi nitrogen cair secukupnya, lalu sepotong magnet kecil diletakkan di atasnya. Pada semua sampel yang telah dibuat memiliki kemampuan mengangkat potongan magnet

kecil tersebut, baik dengan waktu sintering 60 jam maupun yang 120 jam semua menunjukkan levitasi yang kuat. Jadi pada sampel superkonduktor tersebut memiliki sifat superkonduktivitas yang baik.

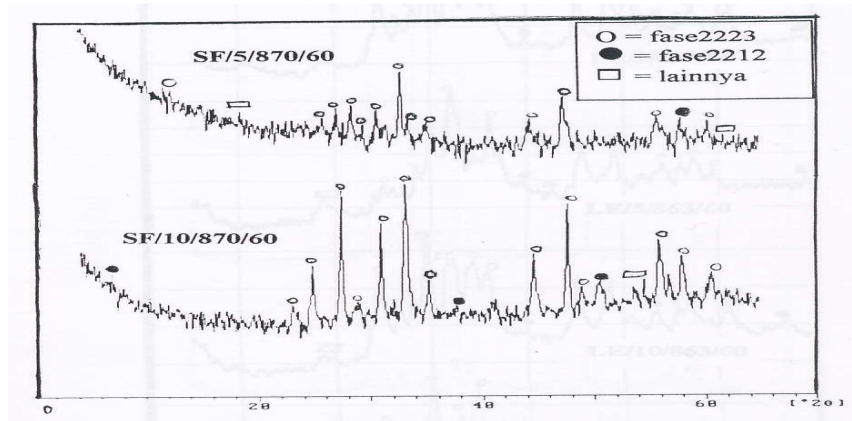
Selanjutnya sampel superkonduktor dikarakterisasi dengan X-RD atau difraksi sinar-X, untuk mengetahui fase 2223 yang ada pada sampel.

Pola Difraksi Sinar-X

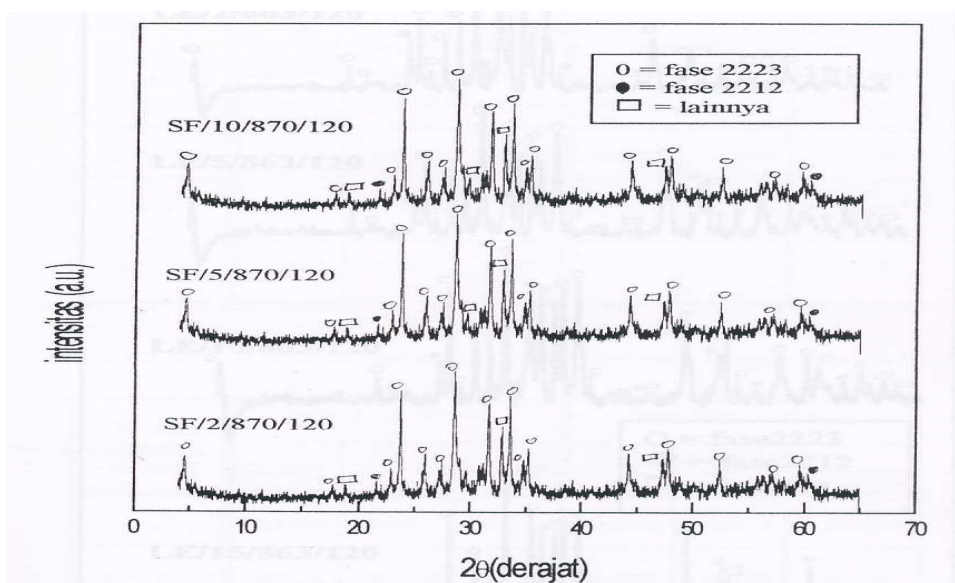
Hasil karakterisasi pola difraksi sinar-X ditunjukkan pada gambar 3 dan gambar 4. Perhitungan fase yang terbentuk adalah dengan membandingkan pola hasil eksperimen difraksi sinar-X tersebut dengan pola acuan secara manual untuk masing-masing puncak. Dari gambar tersebut dianalisis fraksi volume untuk fase 2223, fase 2212 dan fase lainnya, yang hasilnya disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Fraksi volume dari sampel yang diperoleh dengan metode *self-flux*

Waktu Lelehan	Sintering 60 jam			Sintering 120 jam		
	F _v (2223)	F _v (2212)	lainnya	F _v (2223)	F _v (2212)	lainnya
t ₁ = 2 menit	0,943	0,052	0,005	0,888	0,097	0,016
t ₂ = 5 menit	0,920	0,045	0,036	0,953	0,011	0,036
t ₃ = 10 menit	0,943	0,037	0,020	0,677	0,055	0,268



Gambar 3. Spektrum difraksi sinar-X dari sampel yang diperoleh dengan metoda *self-flux*, dengan waktu sintering 60 jam.



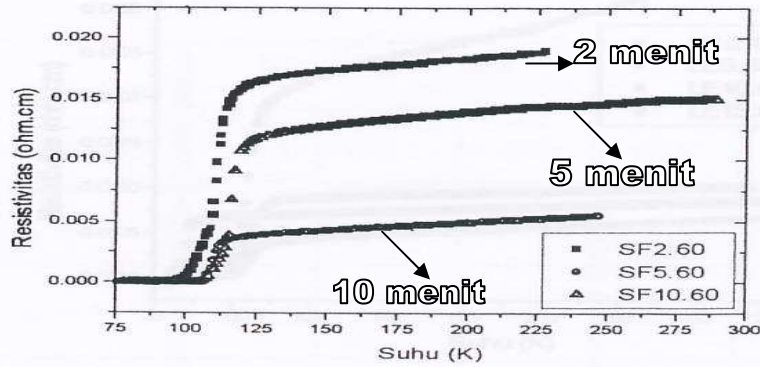
Gambar 4. Spektrum difraksi sinar-X dari sampel yang diperoleh dengan metoda *self-flux*, dengan waktu sintering 120 jam.

Dari tabel tersebut menunjukkan bahwa fraksi volume 2223 mempunyai kecenderungan menurun dengan penambahan waktu sintering dari 60 jam menjadi 120 jam. Pada sintering 60 jam untuk waktu lelehan 2 dan 10 menit terlihat fase 2223 ternyata lebih besar dibandingkan jika diberi tambahan waktu sintering menjadi 120 jam yang justru menurun. Hal ini mungkin disebabkan tempat karakterisasi yang tidak sama antara perlakuan

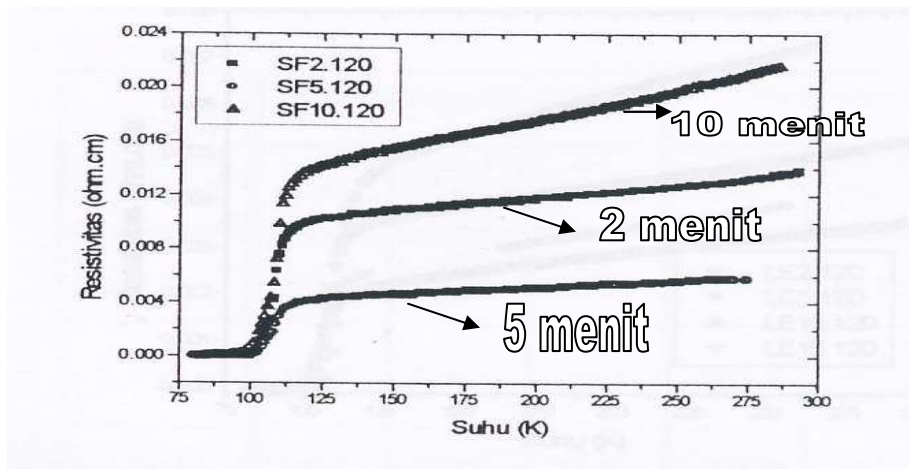
sintering yang 60 jam dengan 120 jam karena keterbatasan karakterisasi.

Kurva R-T

Untuk mengetahui temperatur kritis dari sampel superkonduktor, dilakukan karakterisasi R-T dengan metode empat titik. Hasil karakterisasi R-T disajikan pada gambar 5 dan gambar 6 berikut ini.



Gambar 5. Kurva R-T untuk sampel yang diperoleh dengan sintering 60 jam



Gambar 6. Kurva R-T untuk sampel yang diperoleh dengan sintering 120 jam

Setelah dilakukan perhitungan dengan paket program Microcal Origin, maka dapat diketahui temperatur kritis untuk masing-masing sampel superkonduktor. Terlihat dari tabel 2, dengan penambahan waktu

sintering dari 60 jam menjadi 120 jam menjadikan sampel yang diperoleh dengan metode *self-flux* suhu kritisnya menjadi menurun

Tabel 2. Suhu kritis dari sampel yang diperoleh dengan metode *self-flux*

Waktu Lelehan	Sintering 60 jam			Sintering 120 jam		
	T _{c nol} (K)	T _{c on set} (K)	Δ T (K)	T _{c nol} (K)	T _{c on set} (K)	Δ T (K)
t ₁ = 2 menit	93,9	113,9	20,0	96,6	113,7	17,1
t ₂ = 5 menit	106,7	114,8	8,1	100,0	113,5	13,5
t ₃ = 10 menit	105,5	118,5	13,0	95,3	112,4	17,1

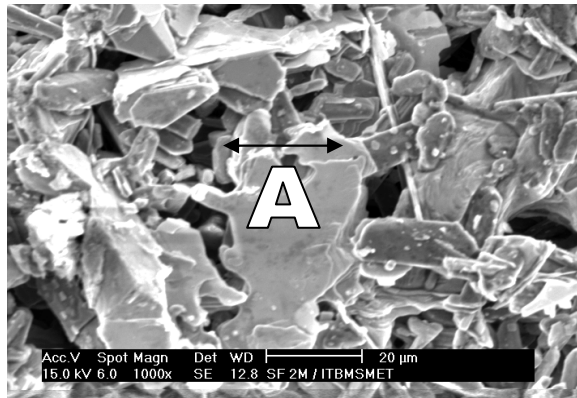
Perekaman foto SEM

Hasil karakterisasi SEM seperti disajikan pada gambar 7, yang memperlihatkan ukuran butir terbesar 20 mikron dari

sampel yang diperoleh dengan waktu lelehan 2 menit yang ditunjukkan dengan tanda panah pada gambar A

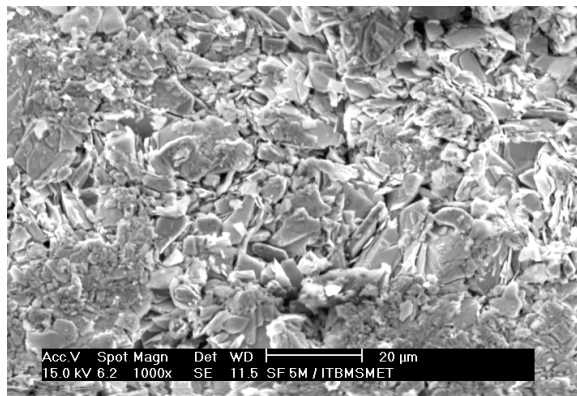
Waktu lelehan
 $t_1 = 2$ menit
 Sintering 120 jam

A



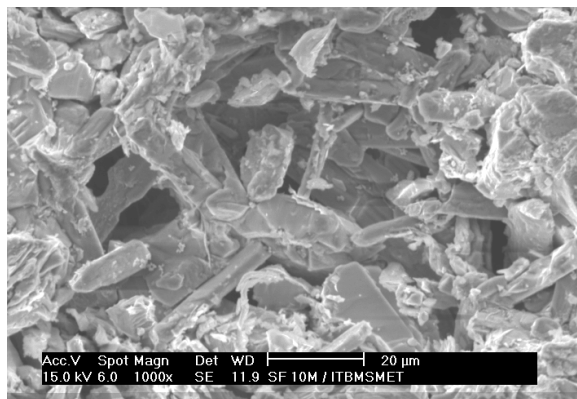
Waktu lelehan
 $t_1 = 5$ menit
 Sintering 120 jam

B



Waktu lelehan
 $t_1 = 10$ menit
 Sintering 120 jam

C



Gambar 7. Foto SEM dari sampel yang diperoleh dengan metode *self-flux*

Pada gambar 7 di atas terlihat pada gambar A yang memiliki ukuran butir dengan ukuran sekitar 20 mikron yang merupakan

dengan butiran yang agak merata dibandingkan dengan gambar B dan C.

Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Fraksi volume 2223 umumnya menurun dengan penambahan waktu sintering dari 60 jam menjadi 120 jam.
2. Dengan penambahan waktu sintering dari 60 jam menjadi 120 jam menjadikan sampel yang diperoleh dengan metode *self-flux* suhu kritisnya menjadi menurun.
3. Ukuran butir terbesar 20 mikron dari sampel yang diperoleh dengan waktu lelehan 2 menit, waktu sintering 120 jam. Jadi belum membentuk kristal tunggal.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Prof. Tjia May On, Ph.D atas penerimaan tempat penelitian di Laboratorium Fismatek, Jurusan Fisika ITB serta atas segala bimbingannya.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Bourdillon, A. and N.X. Tan Bourdillon, 1994, *High Temperature Superconductors: Processing and Science*, Academic Press, Inc.
- [2] Strobel P., J.C. Toledano, D. Morin, J. Schneck, G. Vacquir, O. Monnereau, J. Primot and T. Fournier, "Phase Diagram of The System $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{CuO}_6\text{-CaCuO}_2$ Between 825 °C and 1100 °C ", *Physica C* **201**, (1992) 27-42.
- [3] Suharta W.G., 1997, "Pengaruh Fluks B_2O_3 dan Beberapa Parameter Pemrosesan pada Pembentukan Superkonduktor BPSCCO-2223" *Tesis S-2 Jurusan Fisika ITB* .
- [4] Revcolevschi A. and Jegoudez J., 1997, "Growth of Large High- T_c Single Crystals by The Floating Zone Method: A Review", *Progress in Materials Science* Vol. **42**, pp. 321-339.

