

Variasi Doping Pb terhadap Pertumbuhan Fase Superkonduktor BPSCCO-2223 pada Kadar Ca = 2,10 mol Menggunakan Metode Pencampuran Basah

Ade Setiawan^{(a)*}, Suprihatin^(b), dan Roniyus Marjunus^(c)

Jurusan Fisika FMIPA, Universitas Lampung, Bandar Lampung 35144.

Email: ^(a*) sade7814@gmail.com, ^(b) suprihatin.1973@fmipa.unila.ac.id, ^(c) roniyus.1977@fmipa.unila.ac.id

Diterima (26 Agustus 2019), Direvisi (4 Oktober 2019)

Abstract. Research has done about the Pb doping variation the growth of the superconductor phase BPSCCO-2223 at Ca 2,10 mol level using wet-mixing method. Samples were dissolved with HNO₃ and distilled with water slowly, then dried out at temperatures of 300, 400, and 600 °C gradually. The samples were calcined for 10 hours at 800 °C and sintered at 865 °C for 10 hours. The aim of this to determine the effect of Pb doping levels on the purity of superconducting phase. The XRD result showed that the addition of Pb doping levels affected the volume fraction value of BPSCCO-2223. The highest volume fraction was obtained at 0,4 mol Pb doping level of 76,35 % with an orientation degree value of 26,08 %. The lowest volume fractions was found in samples without Pb doping of 49,94 % with an orientation degree of 0 %. SEM result showed that the Pb doping addition caused the sample to be oriented in one direction and the empty space between slabs (voids). The meissner test result showed a magnetic rejection (weak meissner effect) by a BPSCCO-2223 superconductor sample at 0,4 mol Pb doping level.

Keywords: BPSCCO-2223, doping, orientation degree, Superconductor, and volume fraction

Abstrak. Telah dilakukan penelitian tentang variasi doping Pb terhadap pertumbuhan fase superkonduktor BPSCCO-2223 pada kadar Ca = 2,10 mol menggunakan metode pencampuran basah. Sampel dilarutkan dengan HNO₃ dan aquades secara perlahan, kemudian dilakukan pengeringan pada suhu 300, 400, dan 600 °C secara bertahap. Sampel di kalsinasi selama 10 jam pada suhu 800 °C dan disintering pada suhu 865 °C selama 10 jam. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh kadar doping Pb terhadap kemurnian fase superkonduktor. Hasil XRD menunjukkan penambahan kadar doping Pb berpengaruh terhadap nilai fraksi volume BPSCCO-2223. Fraksi volume tertinggi diperoleh pada kadar doping Pb sebanyak 0,4 mol yaitu sebesar 76,35 % dengan nilai derajat orientasi sebesar 26,08 %. Fraksi volume terendah terdapat pada sampel tanpa doping Pb yaitu sebesar 49,94 % dengan derajat orientasi sebesar 0 %. Hasil SEM menunjukkan bahwa penambahan doping Pb mengakibatkan sampel terorientasi ke satu arah serta ruang kosong antar lempengan (void) semakin berkurang. Hasil uji meissner menunjukkan terjadi penolakan magnet (efek meissner lemah) oleh sampel superkonduktor BPSCCO-2223 pada kadar doping Pb sebanyak 0,4 mol.

Kata kunci: BPSCCO-2223, derajat orientasi, doping, fraksi volume, Superkonduktor.

PENDAHULUAN

Superkonduktor pertama kali ditemukan oleh fisikawan asal Belanda yaitu Heike Kamerlingh Onnes pada tahun 1911. Superkonduktor terbagi menjadi dua jenis yaitu berdasarkan suhu dan medan

magnet. Berdasarkan suhunya, superkonduktor terdiri dari superkonduktor suhu kritis tinggi dan suhu kritis rendah. Sedangkan berdasarkan medan magnetnya terdiri atas superkonduktor tipe I dan superkonduktor tipe II. Superkonduktor suhu kritis tinggi (SKST) ditemukan pada

awal tahun 1988, yaitu superkonduktor oksida Bi-Sr-Ca-Cu-O dan Ti-Ba-Ca-Cu-O dengan suhu kritis berturut-turut yaitu 110 K dan 125 K [1,2]. Kelebihan dari superkonduktor BSCCO adalah suhu kritis yang tinggi, mudah dibentuk, tidak beracun, dan dapat dikembangkan sebagai lapisan tipis [3].

Suhu kritis bahan superkonduktor akan semakin tinggi apabila fase yang diperoleh pada bahan superkonduktor bersifat fase tunggal atau fase murni. Fase 2223 merupakan fase yang paling potensial untuk diaplikasikan dibandingkan dengan fase-fase lainnya karena suhu kritisnya tinggi [4]. Sintesis superkonduktor fase 2223 murni, masih sulit untuk dilakukan karena stabilitas struktur yang rendah [5]. Pada umumnya, proses sintesis superkonduktor masih tercampur dengan fase pengotor seperti Ca_3CuO_2 , CuO , Ca_2PbO_4 [6].

Beberapa cara untuk meningkatkan kemurnian fase superkonduktor adalah dengan memberikan doping, memvariasikan suhu kalsinasi-sintering dan sebagainya. Penambahan atom doping dapat dilakukan menggunakan atom Pb, Nd, dan lainnya [7]. Penambahan doping Pb menyebabkan terjadinya peningkatan derajat orientasi dan fraksi volume [8].

Pada penelitian ini dilakukan variasi doping Pb pada kadar Ca = 2,10 mol menggunakan metode pencampuran basah untuk mendapatkan kadar doping terbaik dalam pembentukan fase superkonduktor BPSCCO-2223. Kadar doping Pb yang digunakan yaitu 0,0; 0,2; 0,4; dan 0,6 mol dengan suhu kalsinasi 800 °C selama 10 jam dan suhu sintering 865 °C selama 10 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui tingkat kemurnian fase yang terbentuk dan *scanning electron microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur mikro dari sampel serta dilakukan uji meissner untuk mengetahui sifat superkonduktivitas sampel.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan bahan dasar Bi_2O_3 (99,9 %), PbO (99,9 %), SrCO_3 (99,9 %), CaCO_3 (99,99 %), CuO (99,9 %), HNO_3 dan aquades. Bahan dasar terlebih dahulu ditimbang sesuai dengan perhitungan masing-masing sampel. Setelah bahan ditimbang, lalu dilarutkan dengan HNO_3 dan aquades kemudian diaduk secara perlahan hingga larutan berwarna biru jernih. Bahan diletakkan di atas *hot plate* dengan suhu sekitar ± 70 °C sampai mengering. Selanjutnya dikeringkan pada suhu 300, 400, dan 600 °C secara bertahap sampai bahan kering [9].

Sampel yang telah kering, kemudian digerus dengan mortar dan pastel selama ± 10 jam dan dipelet dengan kekuatan 8 ton [10]. Sampel kemudian dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 10 jam. Sampel hasil kalsinasi belum sempurna karena adanya porositas sehingga perlu digerus ulang selama ± 10 jam dan dipelet kembali. Selanjutnya, sampel disintering pada suhu 865 °C selama 10 jam [11].

Sampel hasil sintesis superkonduktor dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, dan uji meissner. Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223 dengan cara menghitung fraksi volume, derajat orientasi dan impuritas menggunakan persamaan berikut.

$$Fv = \frac{\sum I_{(2223)}}{\sum I_{(total)}} \times 100\% \quad (1)$$

$$P = \frac{\sum I_{(00l)}}{\sum I_{(2223)}} \times 100\% \quad (2)$$

$$I = 100\% - Fv \quad (3)$$

dengan, Fv = Fraksi volume, P = Derajat orientasi, I = Impuritas, I_{total} = Intensitas total, $I_{(2223)}$ = Intensitas fase 2223, $I_{(00l)}$ = Intensitas $h = k = 0$ dan l bilangan genap.

HASIL DAN PEMBAHASAN

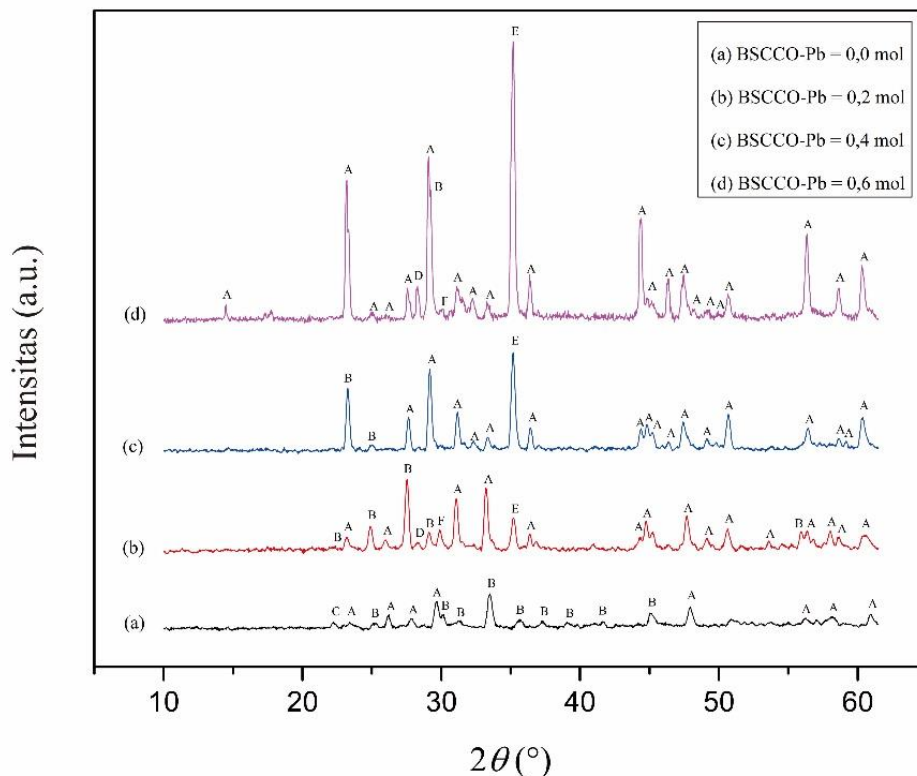
Hasil XRD

Hasil spektrum XRD sampel BPSCCO-2223 ditunjukkan pada **Gambar 2**. Berdasarkan **Gambar 2**, semua sampel terbentuk fase 2223 dengan diikuti fase 2212 dan impuritas lain. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang menyatakan terdapat fase lain dalam pembentukan fase 2223 seperti 2212 dan Ca_2CuO_3 [12], $(\text{Sr,Ca})_2\text{CuO}_3$ [13], SrPbO_3 .

Fase-fase impuritas tersebut sesungguhnya merupakan bahan dasar pembentukan fase 2223, yang mana dengan metode dan parameter sintesis yang tepat fase-fase tersebut secara bersama dan bertahap dapat tereduksi menjadi fase 2223 [12]. Munculnya fase-fase pengotor tersebut dimungkinkan karena proses

penggerusan yang kurang maksimal. Selain itu, timbulnya pengotor dalam sintesis superkonduktor fase 2223 diakibatkan karena cara penyimpanan sampel yang kurang tepat [14]. Penambahan doping Pb menyebabkan terjadinya peningkatan fraksi volume, derajat orientasi dan menurunkan impuritas [8].

Berdasarkan **Tabel 1**, fraksi volume tertinggi diperoleh pada kadar Pb sebanyak 0,4 mol sebesar 76,35 % dan fraksi volume terendah diperoleh pada sampel tanpa Pb sebesar 49,94 %. Kemudian pada sampel dengan Pb sebanyak 0,2 dan 0,6 mol masing-masing diperoleh 63,39 % dan 74,96 %. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa kadar Pb optimal dalam pembentukan fase 2223 sebesar 0,4 mol [15].



Gambar 2. Hasil analisis XRD pada sampel BPSCCO-2223 dengan variasi doping Pb (a = BSCCO/BPSCCO-2223, b = BSCCO/BPSCCO-2212, c = $\text{Ca}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{CuO}_2$, d = Ca_2CuO_3 , e = $(\text{Sr,Ca})_2\text{CuO}_3$, f = SrPbO_3)

Tabel 1. Hasil perhitungan fase BPSCCO-2223 dengan variasi doping Pb

Kadar Pb (mol)	Fraksi Volume (%)	Derajat Orientasi (%)	Impuritas (%)
0,0	49,94	0	50,06
0,2	63,39	10,52	36,61
0,4	76,35	26,08	23,65
0,6	74,96	24,07	25,04

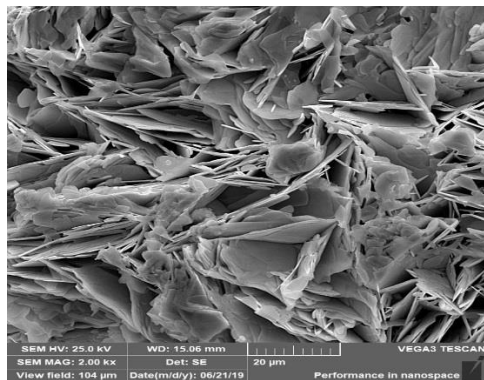
Hasil SEM

Hasil uji SEM dengan perbesaran 2000x diperlihatkan pada **Gambar 3**. Secara umum sampel telah menunjukkan keadaan struktur kristal yang sudah tersusun searah (terorientasi) serta ruang kosong antar lempengan (*void*) juga relatif lebih sedikit

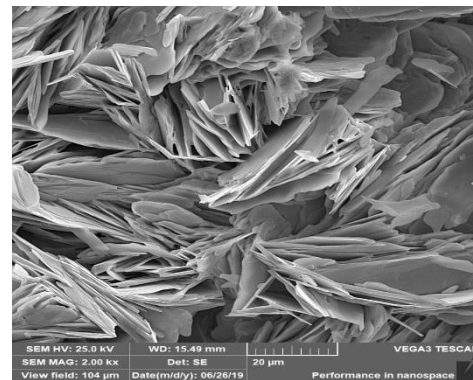
Gambar 3(a) menunjukkan sampel yang tidak diberi doping Pb masih banyak terdapat *void* (ruang kosong) dan pada sampel belum terlihat lempengan yang tersusun searah (terorientasi).

Gambar 3(b) menunjukkan sampel yang didoping Pb sebanyak 0,2 mol memiliki ruang antar lempengan (*void*) sedikit berkurang dan sampel sudah terorientasi dengan besar derajat orientasi yaitu 10,52 %.

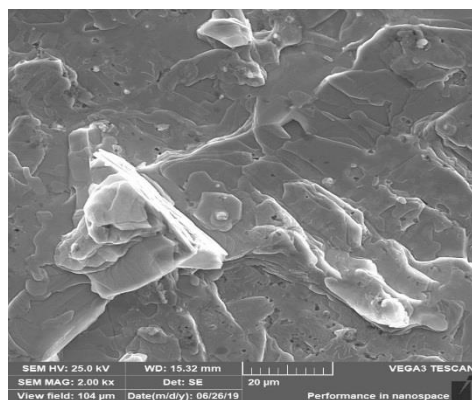
Gambar 3(c) menunjukkan sampel dengan doping Pb sebesar 0,4 mol telah banyak terbentuk lempengan yang searah dan *void* sudah mulai menghilang dan memiliki derajat orientasi relatif lebih tinggi yaitu 26,08 %.



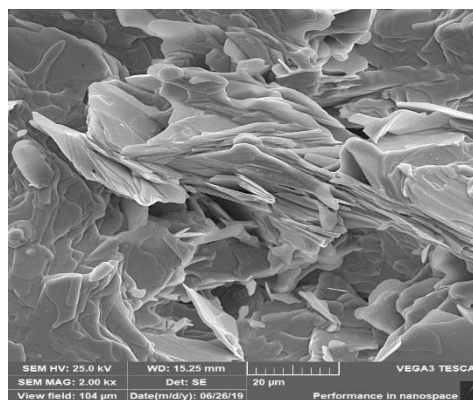
(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 3. Hasil perekaman foto SEM pada sampel (a) Pb/0,0 mol, (b) Pb/0,2 mol, (c) Pb/0,4 mol, (d) Pb/0,6 mol

Tabel 2. Hasil uji meissner

No.	Kadar Pb (mol)	Efek Meissner
1	0,0	Tidak teramati
2	0,2	Tidak teramati
3	0,4	Teramati
4	0,6	Tidak teramati

Gambar 3(d) terlihat *void* yang terbentuk kembali sedangkan derajat orientasi pada sampel menurun menjadi 24,07 %. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa kadar Pb optimal dalam pembentukan fase 2223 sebesar 0,4 mol [15].

Hasil Uji Meissner

Hasil uji meissner pada sampel dengan komposisi doping Pb yang berbeda dapat dilihat pada **Tabel 2**. Berdasarkan **Tabel 2**, dari semua sampel yang dibuat tiga sampel tidak teramati adanya efek meissner. Hal ini disebabkan karena banyaknya pengotor yang terdapat di dalam sampel [9]. Sedangkan, pada sampel dengan doping Pb sebanyak 0,4 mol terjadi penolakan medan magnet. Namun, magnet tidak sampai melayang (efek meissner lemah). Hal ini disebabkan karena pada sampel dengan Pb sebanyak 0,4 mol memiliki pengotor yang lebih sedikit dibandingkan dengan sampel yang lain

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan tingkat kemurnian fase bahan superkonduktor BPSCCO-2223 terbaik diperoleh pada sampel dengan doping Pb sebanyak 0,4 mol dengan fraksi volume sebesar 76,35 % dan derajat orientasi sebesar 26,08 %. Sedangkan terendah diperoleh pada sampel tanpa doping Pb dengan fraksi volume sebesar 49,94 % dan derajat orientasi sebesar 0 %. Berdasarkan hasil karakterisasi SEM, penambahan doping Pb mengakibatkan struktur mikro pada sampel menjadi

terorientasi dan *void* pada sampel berkurang. Pada sampel dengan doping Pb sebanyak 0,4 mol menunjukkan adanya efek meissner yang lemah.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] E. Sukirman, W. A. Adi, D. S. Winatapura, and G. T. Sulungbudi, "Review Kegiatan Litbang Superkonduktor T_c Tinggi Di P3IB-BATAN," *J. Sains Mater Indones.*, vol. 4, no. 2, pp. 30–39, 2003.
- [2] N. H. Mohammed, R. Awad, A. I. Abou-aly, I. H. Ibrahim, and M. S. Hassan, "Optimizing the Preparation Conditions of Bi-2223 Superconducting Phase Using PbO and PbO₂," *Mater. Sci. Appl.*, vol. 3, pp. 224–233, 2012.
- [3] Darminto, A. A. Nugroho, A. Rusydi, A. A. Menovsky, and W. Loeksmanto, "Variasi Tekanan Oksigen Dalam Penumbuhan Kristal Tunggal Superkonduktor Bi₂Sr₂CaCu₂O₈ dan Pengaruhnya," in *Proceeding ITB*, 1999, pp. 121–127.
- [4] A. Saoudel *et al.*, "Study Of The Thermo-Magnetic Fluctuations in Carbon Nano-Tubes Added Bi-2223 Superconductor," *J. Phys. B*, vol. 429, pp. 33–37, 2013.
- [5] N. Darsono, A. Imaduddin, K. Raju, and D.-H. Yoon, "Synthesis and Characterization Of Bi_{1.6}Pb_{0.4}Sr₂Ca₂Cu₃O₇ Superconducting Oxide By High-Energy Milling," *J. Supercond Nov Magn*, pp. 2–9, 2015.
- [6] H. Widodo and Darminto, "Nanokristalisasi Superkonduktor Bi₂SrCa₂Cu₃O_{10+δ} dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah," *Ilmu Pengetah. dan Teknol. TELAAH*, vol. 28, pp. 6–19, 2010.
- [7] A. Mm and A. Ar, "The Effect of Nd Nanoparticles on (Bi,Pb)-2223

- Superconducting,” *Int. J. Chem. Sci.*, vol. 15, no. 1, pp. 0–4, 2017.
- [8] R. M. Fauzi, “Pertumbuhan Fase Bahan Superkonduktor Bi-2223 dengan Variasi Doping Pb (BPSCCO-2223) Pada Kadar Ca = 2,10 dan Suhu Sintering 855 °C,” *Skripsi*. Universitas Bandar Lampung, 2017.
- [9] I. Marhaendrajaya, “Eksperimen Pembentukan Kristal BPSCCO-2223 dengan Metoda Lelehan,” *J. Berk. Fis.*, vol. 4, no. 2, pp. 33–40, 2001.
- [10] R. P. Surahman, Suprihatin, and A. Riyanto, “Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Tingkat Kemurnian Fase Superkonduktor BPSCCO-2223 pada Kadar Ca 2,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah,” *J. Teor. dan Apl. Fis.*, vol. 7, no. 1, pp. 63–68, 2019.
- [11] I. Rahayu, Suprihatin, and A. Riyanto, “Pengaruh Waktu Sintering Terhadap Tingkat Kemurnian Fase Superkonduktor BPSCCO-2223 dengan Kadar Ca 2,10 Menggunakan Metode Pencampuran Basah,” *J. Teor. dan Apl. Fis.*, vol. 07, no. 01, pp. 91–98, 2019.
- [12] F. H. Chen, H. S. Koo, T. Y. Tseng, F. H. Chen, H. S. Koo, and T. Y. Tseng, “Effect of Ca_2PbO_4 Additions on the Formation of the 110 K Phase in BiPbSrCaCuO Superconducting Ceramics,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 637, no. 1991, pp. 637–639, 1993.
- [13] P. Strobel *et al.*, “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,” *J. Phys. C*, vol. 201, pp. 27–42, 1992.
- [14] W. Prasud and E. Sukirman, “Identifikasi Struktur Fasa 2223 Superkonduktor (Bi,Pb)SrCaCuO Menggunakan Pendekatan Grup Ruang Fmmm (No-69) dengan Teknik Difraksi Neutron,” in *Pusat Penelitian Sains Materi*, 1994, pp. 53–59.
- [15] P. H. Tjahjanti, “Pengaruh Variasi Dopan Pb pada Pembentukan Superkonduktor (Bi-Pb)-2223 melalui Prekursor (Bi-Pb)-2212,” *Ilmu Dasar*, vol. 1, pp. 15–23, 2000.