

NANOKRISTALISASI SUPERKONDUKTOR $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ DENGAN METODE PENCAMPURAN BASAH

Lydia Rohmawati

Jurusan Fisika FMIPA

Universitas Negeri Surabaya

Gedung C9 Lt. 1, Ketintang, Surabaya 60231

E-mail : lydia_rahma@yahoo.com

Darminto

Program Studi Magister Fisika, Bidang Keahlian Material, Jurusan Fisika FMIPA,

Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

E-mail : darminto@physics.its.ac.id

INTISARI

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (Bi-2212) merupakan bahan superkonduktif yang memiliki suhu kritis (T_c) sekitar 80 K. Pada penelitian ini dilakukan sintesis Bi-2212 murni dan Bi-2212 doping Pb dengan menggunakan metode pencampuran basah, untuk memperoleh ukuran kristal ≤ 100 nm. Hasil sintesis dengan metode tersebut dikalsinasi dengan variasi suhu 400°C, 500°C dan 600°C selama satu jam serta 780°C selama 3 jam. Selanjutnya dilakukan sintering pada suhu 825°C dengan variasi waktu 1-5 jam. Hasil analisis dengan XRD menunjukkan bahwa Bi-2212 tanpa doping dengan sintering selama 1-5 jam memiliki ukuran kristal yang mencapai ~ 90 nm dengan fraksi volume 68%, sedangkan Bi-2212 doping Pb dengan sintering selama 1-3 jam menghasilkan ukuran kristalnya ~ 100 nm dengan fraksi volume mencapai 85%.

Kata kunci: superkonduktor Bi-2212, nanokristalin, metode pencampuran basah, ukuran kristal, fraksi volume

I. PENDAHULUAN

Bahan superkonduktor suhu kritis tinggi (SKST) umumnya berupa senyawa dengan komponen jamak dan mempunyai beberapa fase dengan struktur yang jamak pula. Selain itu sifat anisotropis yang berkaitan dengan struktur yang berlapis dan efek fluktuasi termal yang berkaitan dengan suhu kritis tinggi telah memperumit penelaahan bahan ini. Salah satu bahan superkonduktor SKST yang penting adalah sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO), karena suhu kritisnya relatif tinggi dan tidak mengandung unsur yang beracun (Nanik, 2002). Di antara superkonduktor sistem kuprat berbasis bismuth, senyawa berfase $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (Bi-2212) merupakan bahan superkonduktif yang memiliki suhu kritis (T_c), sekitar 80 K, mudah membentuk fase senyawa dalam padatan polikristal dan tersedia metoda yang tepat untuk penumbuhan kristal tunggal, menyebabkan Bi-2212 banyak dijadikan model studi bagi superkonduktor berbasis bismuth tersebut (Darminto, 2002).

Sintesis kristal superkonduktor Bi-2212 dapat ditempuh melalui beberapa metode, antara lain metode reaksi fase padat, metode *Floating Zone* (FZ), metode "self-flux" dengan doping Gd (Zhao, dkk., 2000), metode "self-fluks" dengan CaCO_3 dan CuO (Nanik, 2002), dan metode *Travelling Solvent Floating Zone* (TSFZ) oleh Benseman, dkk. (2007). Umumnya metode-metode tersebut menghasilkan serbuk dengan ukuran kristal >100 nm dan memerlukan waktu pemanasan yang relatif lama. Dengan permasalahan seperti itu, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis kristal superkonduktor (Bi,Pb)-2212 dan Bi-2212 dengan metode metode pencampuran basah. Tujuan penelitian ini adalah untuk memperoleh sampel ukuran kristal ≤ 100 nm, mengetahui pengaruh pemanasan terhadap ukuran kristal dan fraksi volume pada kristal superkonduktor (Bi,Pb)-2212 dan Bi-2212. Sampel nanokristalin superkonduktor (Bi,Pb)-2212 dan Bi-2212 diharapkan dapat menunjukkan sifat feromagnetik sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya.

II. DASAR TEORI

a. Struktur Dasar SKST

Sebagian besar superkonduktor suhu tinggi (SKST) merupakan material anisotropik, memiliki struktur kristal berlapis, panjang koherensi yang pendek dan efek fluktuasi termal yang kuat. Salah satu karakteristiknya adalah terdapat lapisan CuO_2 yang mendominasi struktur kristalnya. Sebagian besar bahan SKST oksida merupakan material keramik yang pada umumnya memiliki butir-butir, batas-batas butir, kristal kembar (twin kristal), cacat kristal, serta ketidaksempurnaan struktur lainnya. Tidak semua struktur BSCCO memberikan sifat superkonduktif, hanya struktur tertentu saja yang dapat memiliki sifat superkonduktif, sebagai contoh kristal tunggal $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (Bi-2212)..

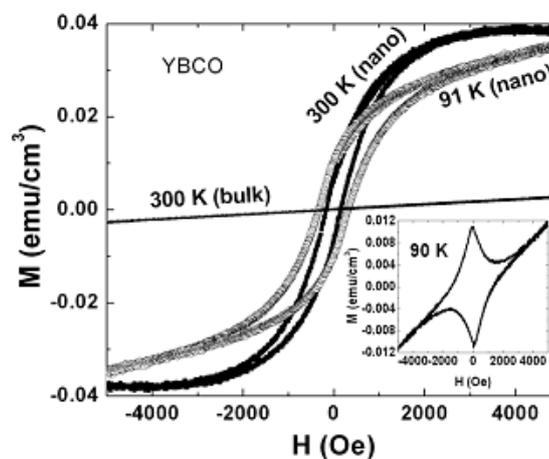
Bahan superkonduktor di bawah pengaruh medan magnet luar menampilkan fenomena, sebagai berikut:

- Medan magnet eksternal tidak dapat menembus kedalam bahan, yang dikenal dengan efek Meissner (*Meissner effect*) yang terjadi pada daerah Meissner (*Meissner state*) dengan harga medan $0 < H < H_{c1}$.
- Superkonduktivitas masih bertahan tidak hanya didapatkan pada daerah Meissner, bahkan pada daerah yang memiliki rentang harga medan $H_{c1} < H < H_{c2}$. Pada rentang harga medan tersebut, fluks magnetik menembus pada bahan superkonduktor tidak secara homogen, melainkan secara parsial. Oleh karena itu, daerah ini dikenal sebagai daerah campuran (*Mixed State*), dimana medan magnetik masuk kedalam bahan membentuk fluks magnetik terkuantisasi dan dikenal dengan sebutan vorteks.

Kristal tunggal (susunan kisi-kisi atom yang teratur dan berulang) Bi-2212 ini tidak bersifat konduktif jika δ (kandungan doping oksigen) sama dengan nol, dan bersifat superkonduktif (suhu di bawah $T_c \sim$ suhu ketika material menjadi superkonduktif), jika δ lebih besar dari nol. Proses pemberian doping dapat dilakukan dengan menambah kandungan oksigen yang membentuk lapisan BiO dan SrO pada sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O. Penambahan ion-ion oksigen ini akan mempengaruhi keadaan elektron-elektron pada bidang kuprat sehingga mengakibatkan ketidakseimbangan elektronik. Untuk menjaga kesetimbangan muatan, elektron akan berpindah dari bidang kuprat sehingga menyisakan lubang (*hole*), dan menimbulkan mobilitas pembawa muatan. Pada suhu di bawah T_c , peristiwa ini disertai pembentukan pasangan *Cooper* yang memunculkan gejala superkonduktivitas. Dari sini dapat dipahami bahwa konduktivitas “pembawa muatan” dari “reservoir” ke dalam bidang CuO_2 secara bertahap akan menaikkan konduktivitas dalam bidang ab. Perlu dicatat bahwa konduktivitas bidang kuprat meningkat dengan penambahan pembawa muatan sehingga superkonduktivitasnya akan meningkat. Setelah mencapai batas tertentu (penambahan doping telah optimal), konduktivitasnya akan menurun, hingga akhirnya hilang, demikian pula suhu kritisnya (Purwandana, 2005).

b. Sifat Feromagnetik pada Partikel Nano

Telah diketahui bahwa material dengan sebagian pengisi kulit d atau f membuktikan dapat memperbaiki sifat magnetik, di mana tidak adanya pasangan elektron pada sub kulit d atau f. Tahun yang lalu, sifat feromagnet di atas temperatur ruang telah diamati pada beberapa material yang elektronnya tidak berpasangan pada sub kulit d atau f. Hexaboride alkali tanah dapat bersifat feromagnet pada suhu tinggi, seperti yang dilaporkan oleh Young, dkk. (1999). Begitu juga pada kurva histerisis feromagnetik dan suhu Curie yang tinggi dapat diamati dengan adanya pemancaran proton oleh graphit (Esquinazi dkk, 2002). Awalnya, sifat feromagnetik muncul dengan adanya peningkatan kekosongan oksigen pada permukaan partikel nano tetapi pada penelitian mereka ditunjukkan bahwa kristal YBCO 123 setelah diproses dengan pemberian tekanan partikel nano ke dalam *rectangular bars*, kemudian dilakukan anil pada suhu tinggi dan dilakukan pengukuran pada suhu ruang, material tersebut memperlihatkan perilaku feromagnetik dengan titik koersif ~ 300 Oe, di mana material tersebut dalam bentuk ukuran nano dengan suhu kritis 91 K, seperti pada Gambar 1. Tetapi pada suhu 300 K partikel tersebut tetap menunjukkan perilaku magnetik, yakni sifat feromagnetik dengan titik koersif ~ 200 Oe. Sebaliknya jika suhunya di bawah suhu kritis, kristal tersebut menunjukkan sifat superkonduktif, di mana menolak medan, artinya nilai magnetisasinya negatif (diamagnetik).



Gambar 1. Kristal YBCO 123 pada kurva histerisis.

III. METODE PENELITIAN

a. Sintesis Bi-2212 dan (Bi,Pb)-2212

Bahan dasar Bi_2O_3 , SrCO_3 , CaCO_3 , CuO dengan perbandingan 2:2:1:2 masing-masing dilarutkan dengan larutan HNO_3 dan aquades. Selanjutnya, bahan dikeringkan pada suhu 400°C , 500°C , 600°C , dan dikalsinasi 780°C selama 3 jam. Setelah itu, bahan mengalami sintering 825°C dengan variasi waktu 1-5 jam. Hal ini dilakukan untuk mengetahui ukuran kristal ≤ 100 nm. Setiap jam bahan dikarakterisasi dengan uji XRD (*X-Ray Diffraction*). Tahapan sintesis ini sama dengan (Bi,Pb)2212 dengan komposisi $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$.

b. Karakterisasi Sampel

Pola difraksi yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan metode Rietveld. Pencocokan pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung (penghalusan Rietveld) dilakukan dengan *Peak Shape Function* (PSF) Voigt menggunakan perangkat lunak Rietica. Asumsi yang digunakan adalah ukuran kristal yang berkontribusi pada komponen *Lorentzian* yang dideskripsikan oleh persamaan Scherer, yaitu

$$H_L = \frac{\lambda \sec \theta}{D} \quad (1)$$

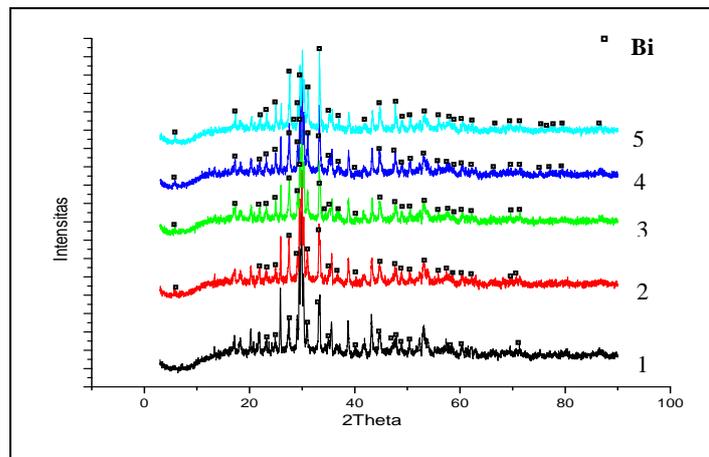
atau

$$D = \frac{\lambda}{H_L - H_{LS}} \quad (\text{ukuran kristal}), \quad (2)$$

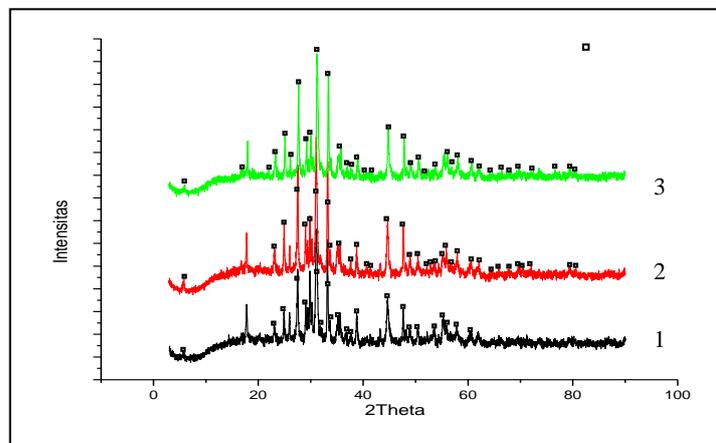
dengan $H_{LS} = \text{MgO standard ITS} = 0,000523$ radian, dan $\lambda = 0.154051$ nm (panjang gelombang sinar – X). Parameter-parameter yang dihaluskan (*refined*) antara lain: parameter global (*sample displacement and background*), faktor skala, parameter kisi, parameter termal, faktor asimetri, dan posisi atom. Data kristalografi dari BSCCO 2212 diperoleh dari data ICSD.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengujian dengan XRD menunjukkan pola difraksi pada bahan Bi-2212 dan Bi,Pb 2212 untuk tiap jam terlihat pada Gambar 2 dan Gambar 3.



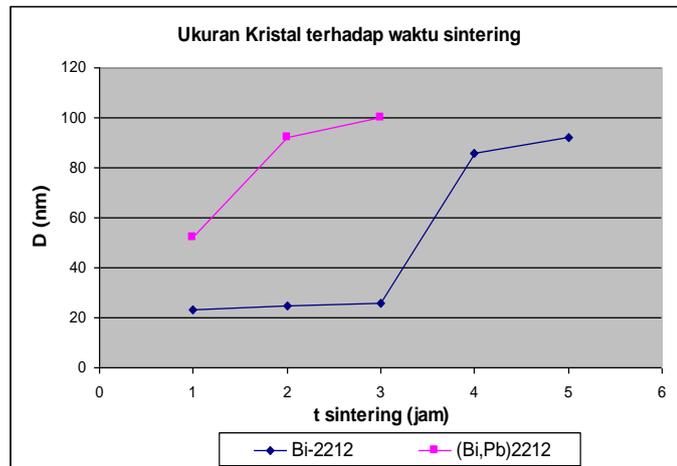
Gambar 2. Pola difraksi sampel Bi-2212



Gambar 3. Pola difraksi sampel (Bi,Pb)2212

Berdasarkan Gambar 2 diketahui bahwa fraksi volume Bi-2212 hasil sintering tiap jam berbeda-beda, yakni fraksi volumenya 40,3% (1 jam), 51,8% (2 jam), 57,29% (3 jam), 60,9% (4 jam) dan 68,2% (5 jam). Hal ini berarti dengan meningkatnya waktu sintering memicu pertumbuhan fase Bi-2212. Selanjutnya berdasarkan

Gambar 3, fraksi volume meningkat dengan waktu sintering pada (Bi,Pb)-2212 tiap jam : 76,9% (1 jam), 78,1% (2 jam), dan 85,2 % (3 jam). Hal ini berarti dengan adanya penambahan Pb pada Bi-2212 dapat memacu pertumbuhan fase yang cepat dibandingkan sampel tanpa doping Pb. Ukuran kristal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (2); data kristalografi Bi-2212 berdasarkan ICSD 66448, sedangkan (Bi,Pb)2212 menggunakan ICSD 39752. Hasilnya, hubungan dalam bentuk grafik ukuran kristal terhadap waktu sintering, seperti terlihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Grafik ukuran kristal terhadap waktu sintering untuk kedua sampel

Dengan demikian, semakin lama dilakukan sintering, ukuran kristal bahan tersebut semakin membesar, dikarenakan terjadinya proses pertumbuhan fasa lebih lanjut, sehingga terjadi penggabungan antar butir dan butir berkembang menjadi besar. Perbedaan antara fase Bi 2212 tanpa dan dengan penambahan Pb tampak terlihat jelas terutama pada lamanya sintering, di mana Bi-2212 murni untuk mencapai ukuran kristal ~ 100 nm membutuhkan waktu hingga 5 jam, sedangkan sampel dengan doping Pb hanya membutuhkan waktu sintering hingga 3 jam. Hal ini berarti ion Pb mempercepat pertumbuhan fase 2212 dalam sampel.

KESIMPULAN DAN SARAN

Telah berhasil disintesis dalam penelitian ini superkonduktor Bi – 2212 nanokristalin sampai ~ 100 nm baik tanpa doping Pb maupun dengan doping Pb melalui percampuran basah menggunakan HNO_3 . Digunakan penambahan Pb pada Bi-2212 adalah untuk mempercepat proses pembentukan dan penumbuhan kristal Bi-2212. Lamanya proses sintering mempengaruhi ukuran kristal dan fraksi volume fase 2212 yang terbentuk. Dengan adanya serbuk berukuran kristal ~ 100 nm pada (Bi,Pb) 2212 diharapkan dapat dilakukan kajian lebih lanjut sifat – sifat uniknya maupun potensi aplikasinya.

UCAPAN TERIMA KASIH

Sebagian penelitian ini dibiayai oleh proyek penelitian Hibah Kompetensi, DP2M, Ditjen Dikti, Depdiknas, tahun 2008, dan untuk itu peneliti mengucapkan terima kasih.

DAFTAR PUSTAKA

- Benseman, T.M., Cooper, J.R., Balakrishnan, G., 2007, "In-plane oxygen diffusion in single crystals of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ ", *Physica C* **468**, 81–87.
- Darminto, 2002, "Karakteristik Fase Gelas Vorteks dalam Kristal Tunggal Superkonduktor $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ ", *Jurnal Ilmu Dasar* **3** (2), 66-73.
- Esquinazi, P., Setzer, A., Höhne, R., Semmelhack, C., Kopelevich, Y., Spemann, D., Butz, T., Kohlstrunk, B., Lösche, M., 2002, "Ferromagnetism in oriented graphite samples" *Phys. Rev. B* **66**, 024429.
- Nanik, Y., 2002, "Pengaruh Kadar Fluks CaCO_3 dan CuO pada Pembentukan Kristal Superkonduktor Bi-2212", *Jurnal Ilmu Dasar* **3** (1), 8-14.
- Purwandana, A., 2005, "Resistivitas pada Fase Vorteks Cair dari Kristal Tunggal Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ dengan Tingkat Doping Berbeda", Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

- Young, D.P., Hall, D., Torelli, M. E., Fisk, Z., Sarrao, J. L., Thompson, J. D., Ott, H.-R., Oseroff, S. B., Goodrich, R. G., Zysler, R., 1999, "High-temperature Weak Ferromagnetism in a Low-density Free-Electron Gas", *Nature* **397**, 412-414.
- Zhao, Y., Zhang, H., Feng, D.P., Liu, Y.G., Hou, X.F., Han, S.H., 2000, "Growth and Annealing Effect on Resistivity Anisotropy of $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ Single Crystals", *Department of Physics*, Peking University, Beijing.