

## SINTESIS DAN ANALISIS KOMPOSIT SUPERKONDUKTOR $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ / PVC

P. Purwanto, Supardi, Ari H, Siti Suprpti dan Wahyu D.

P31B - BATAN Kawasan PUSPIPTEK Serpong 15314 Tangerang

### ABSTRAK

**SINTESIS DAN ANALISIS KOMPOSIT SUPERKONDUKTOR  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  / PVC.** Pembuatan komposit superkonduktor  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  / PVC dengan cara padatan telah dilakukan. Karakterisasi superkonduktor tersebut meliputi, sifat-sifat termal, struktur mikro, kekerasan permukaan dan pola difraksi sinar-x. Termogram DTA komposit superkonduktor tersebut menunjukkan reaksi endotermis, sedangkan termogram TGA menunjukkan perubahan berat baik sebelum maupun sesudah penambahan PVC. Struktur mikro komposit superkonduktor tersebut dilihat secara visual dengan mikroskop sapuan elektron (SEM), tidak menunjukkan perubahan pada butiran. Kekerasan permukaannya menunjukkan penurunan dengan adanya penambahan konsentrasi PVC. Hamburan puncak dari pola difraksi sinar-x berubah dengan penambahan konsentrasi PVC.

### ABSTRACT

**SYNTHESIS AND ANALYSIS COMPOSITE SUPERCONDUCTORS OF  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  / PVC.** The composite superconductor of  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  / PVC have been carried out. The characteristics of superconductors as follow, thermal properties, microstructure, hardness and x-ray diffraction. The thermogram DTA for superconductors composite of  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  / PVC shows endothermic reaction takes place. Thermogram TGA shows a weight change, before and after addition of PVC. Microstructure of  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  / PVC superconductors composite observed by secondary electron microscopy (SEM), change. The hardness of composite decrease with increasing PVC concentration. Peak intensity of x-ray diffraction pattern changes with increasing PVC concentration.

## 1. PENDAHULUAN

Superkonduktor keramik  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  atau YBCO mempunyai sifat rapuh dan getas, untuk membuatnya mengalami kesulitan dalam membentuk kebentuk yang berguna seperti pembuatan kawat, lembaran tipis, koil dan sebagainya. Dari sifat-sifat superkonduktor yang rapuh dan getas, selanjutnya akan dikembangkan dengan mencampurkan polimer kedalam superkonduktor dengan perbandingan berat tertentu, yang dapat membentuk komposit superkonduktor tanpa mengurangi sifat konduktivitas superkonduktor tersebut. Dari hasil pembuatan komposit superkonduktor diharapkan dapat mengurangi sifat getas dan rapuh dan dapat dibentuk menjadi kawat maupun lembaran tipis yang mempunyai sifat elastis yang baik.

Komposit superkonduktor mempunyai sifat fleksibilitas yang baik, tidak terlalu keras dan tidak terlalu lunak, dibandingkan pada bahan superkonduktor yang murni [1-3].

Pembuatan komposit superkonduktor, pertama dengan membuat superkonduktor keramik YBCO yang telah disinter dan menunjukkan "effek Meisner" diatas permukaan magnet. Kedua, superkonduktor YBCO dicampur poli vinil klorida (PVC) dengan perbandingan

konsentrasi berat PVC 2,4,6 dan 10. Selanjutnya campuran antara superkonduktor YBCO dan PVC, dipanaskan pada temperatur 250 °C, agar terjadi kekompakan antara superkonduktor dan PVC membentuk komposit superkonduktor.

Komposit superkonduktor yang telah jadi, dilakukan pengujian sifat-sifat termal dan dibandingkan dengan sifat superkonduktor keramik. Pengujian struktur mikro dari superkonduktor YBCO dan komposit superkonduktor YBCO/PVC dilakukan dengan menggunakan mikroskop elektron sapuan. Selanjutnya dilakukan pengujian kekerasan permukaan untuk menentukan sifat keelastisan komposit superkonduktor tersebut.

## 2. TATA KERJA

- (1). Pembuatan superkonduktor  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  secara reaksi padatan dari oksida-oksida Y, Ba, Cu, dilakukan dengan penggerusan oksida-oksida tersebut sampai halus selama 5 jam. Selanjutnya oksida-oksida tersebut dipelet dengan diameter 1,5 cm. Kalsinasi dilakukan pada temperatur 800 °C,



setelah itu digerus lagi dan dipellet dengan diameter yang sama. Hasil pellet disinter pada temperatur 950 °C selama 20 jam.

- (2). YBCO hasil sinter digerus dan dicampur dengan PVC (poli vinil chlorida) dengan variasi berat 1-10 % berat PVC. Kedua campuran ini digerus sampai halus selama 5 jam dan dipelet dengan diameter sama dengan tekanan 7 ton. Hasil pelet dipanaskan pada temperatur 250 °C selama 4 jam.
- (3). Karakterisasi hasil dilakukan dengan DTA-TGA, mikroskop sapuan elektron (SEM), difraksi sinar-x (XRD) dan pengujian kekerasan permukaan dengan metode Vickers.

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN.

#### 3.1. Analisis Termal.

Gambar 1a, menunjukkan termogram DTA-TGA superkonduktor YBCO yang menunjukkan terjadi empat puncak reaksi, endotermis. Interval temperatur 700-950 °C menunjukkan daerah pelelehan unsur Ba, temperatur 400-500 °C daerah pelelehan CuCl<sub>2</sub> dan CuCl. Sedangkan interval 300-400 °C, pelelehan unsur lain yang tidak dapat diprediksi. Termogram TGA, menunjukkan berkurangnya berat pada temperatur 100-500 °C, kestabilan termal berlangsung pada temperatur 600-900 °C, sedangkan pada 750-850 °C terjadi pengurangan berat. Berkurangnya berat ini menunjukkan penguraian superkonduktor YBCO. Berkurangnya berat superkonduktor YBCO ini, telah ditunjukkan oleh " John Redtein.[4], yang menyatakan berkurangnya berat merupakan reaksi dari unsur pembentuk superkonduktor YBCO dengan persamaan reaksi /  $2BaCO_3 + 1/2Y_2O_3 + 3CuO \rightarrow YBa_2Cu_3O_{6.5} + 2CO_2$  / berlangsung pada temperatur 700-950 °C.

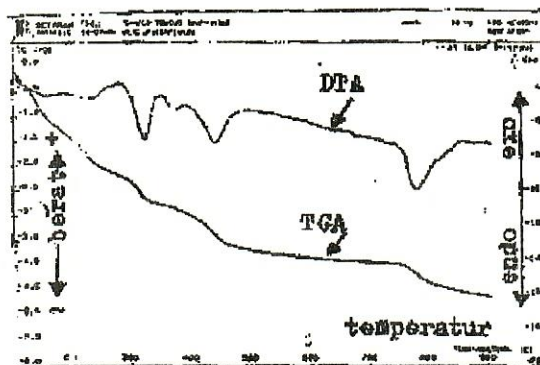
Kandungan oksigen pada superkonduktor bervariasi dari 7 sampai 6. Dengan kenaikan oksigen, T<sub>c</sub> superkonduktor menurun. T<sub>c</sub> ( temperatur kritis) tergantung pada proses perlakuan panas dan tekanan oksigen, hal ini dijelaskan oleh Uchida S dan John B.G et al [5,6]

Gambar 1b, termogram DTA-TGA YBCO/2%PVC. Pada temperatur 250-950 °C terjadi puncak-puncak endotermis, yang menunjukkan adanya pengisian antara PVC dengan superkonduktor YBCO. Sedangkan superkonduktor YBCO terjadi pengurangan berat sampai temperatur 500 °C, diatas temperatur 500 °C tidak mengalami perubahan berat. Hal ini menunjukkan kestabilan termal superkonduktor tersebut .

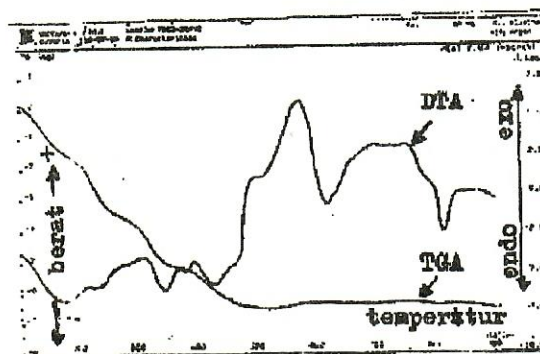
Termogram TGA pada YBCO/2%PVC, YBCO/4%PVC, dan YBCO/6%PVC terjadi pengurangan berat pada interval temperatur 100-500 °C. Berkurangnya berat ini menunjukkan adanya PVC yang mengisi ruang kosong superkonduktor YBCO. Hal ini juga ditunjukkan adanya perbedaan puncak pada DTA sebelum pencampuran dan sesudah pencampuran.

Gambar 1e, menunjukkan termogram DTA-TGA

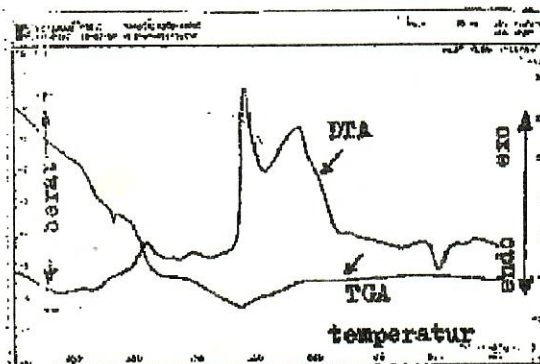
YBCO/10%PVC. Pada temperatur 250-300 °C, 450-500 °C dan 550-800 °C, terjadi pengurangan berat . Interval temperatur 450-500 °C terjadi puncak eksotermis dan pada temperatur 700-850 °C puncak endotermis. Puncak-



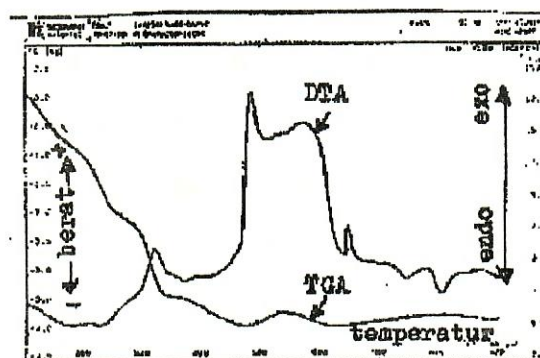
Gambar 1a. Termogram YBCO



Gambar 1b. Termogram YBCO / 2% PVC

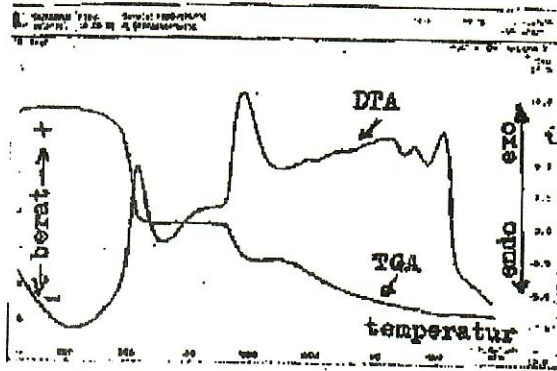


Gambar 1c. Termogram YBCO / 4% PVC



Gambar 1d. Termogram YBCO / 6% PVC





Gambar 1e. Termogram YBCO / 10% PVC

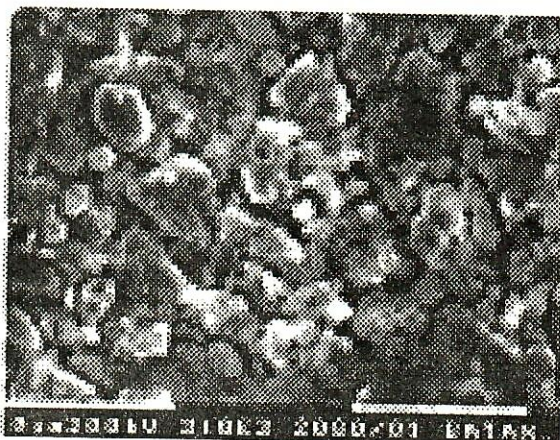
puncak eksotermis yang terjadi pada termogram DTA pada superkonduktor YBCO/PVC merupakan penguraian dari unsur PVC, sedangkan puncak-puncak endotermis merupakan pelelehan dari unsur pembentuk superkonduktor YBCO.

Dari termogram DTA, menunjukkan bahwa fasa  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  adalah metastabil dengan fasa  $Ba_2Cu_2O_6$  dan  $Y_2O_3$ . Hal ini ditunjukkan adanya puncak-puncak eksotermis dan endotermis yang lain. Metastabil pada superkonduktor YBCO dijelaskan oleh Eric L et al [7]

### 3.2. Struktur mikro.

Struktur mikro YBCO, ditunjukkan pada Gambar 2a. Struktur mikro YBCO/PVC dengan variasi PVC mulai dari 2 sampai 10 % berat ditunjukkan pada Gambar 2b-d. Gambar struktur mikro YBCO secara visual tidak nampak jelas perbedaannya dengan gambar struktur mikro superkonduktor YBCO/PVC terutama pada butiran-butirannya. Begitu juga rongga yang terbentuk pada batas butiran. Menurut Dieter G.E [8], butiran akan mengalami distorsi jika dikenakan perlakuan panas dan terjadi pengisian unsur lain, sehingga butiran akan menjadi lebih besar.

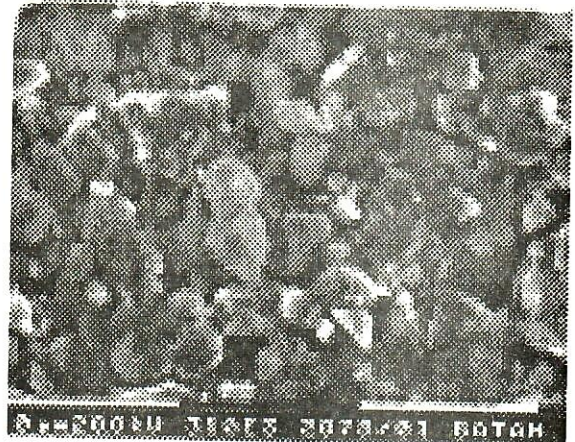
Jika terjadi pengisian PVC kedalam superkonduktor YBCO, maka butiran superkonduktor akan bertambah besar. Gambar struktur mikro butiran YBCO dan YBCO/PVC tidak jelas perbedaannya, dalam



Gambar 2a. Strukturmikro YBCO

hal ini pengisian PVC tidak mengalami distorsi pada superkonduktor YBCO/PVC.

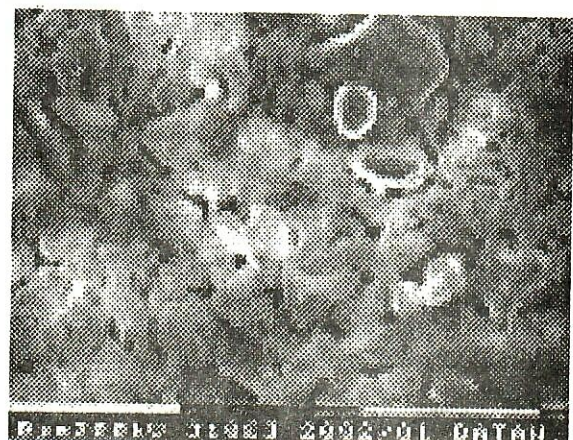
Hasil analisis EDS pada superkonduktor YBCO/PVC yang divariasikan konsentrasi PVC, menunjukkan energi pada CI mengalami kenaikan dengan bertambahnya konsentrasi PVC yang dicampur kedalam superkonduktor YBCO. Munculnya spektrum CI ini menunjukkan ada dispersi PVC (polivinil klorida) pada YBCO. Pengaruh dispersi PVC berperan dalam menentukan sifat kelunakan maupun kekerasan superkonduktor YBCO. Spektrum



Gambar 2b. Strukturmikro YBCO / 2% PVC



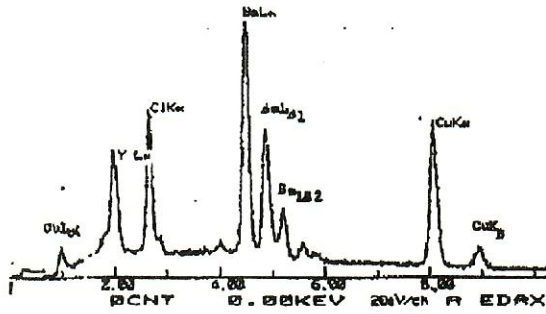
Gambar 2c. Strukturmikro YBCO / 4% PVC



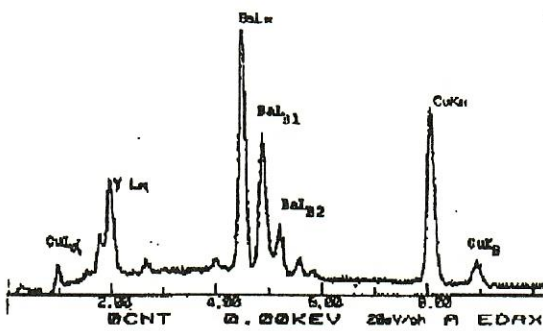
Gambar 2d. Strukturmikro YBCO / 10% PVC



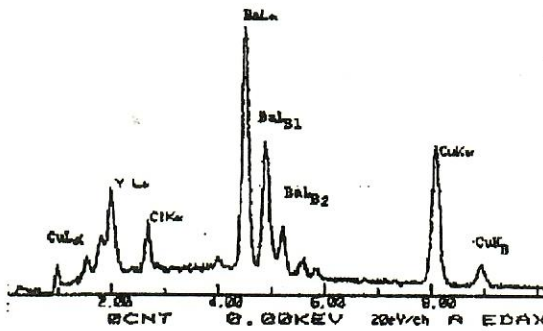
superkonduktor YBCO/PVC dengan mempergunakan EDS, ditunjukkan pada Gambar 2e-g. Dari gambar spektrum EDS tersebut unsur Cl bertambah naik.



Gambar 2e. Spektrum EDS YBCO / 10% PVC



Gambar 2e. Spektrum EDS YBCO



Gambar 2f. Spektrum EDS YBCO / 2% PVC

**3.3 Kekerasan Permukaan.**

Pengujian kekerasan permukaan dengan mempergunakan metode Vickers, dengan rumus  $HV = 1854,4 \times P/d^2$ . P adalah beban (kg), d adalah diameter bekas injakan beban (um), HV adalah kekerasan permukaan. Kekerasan permukaan dilakukan pengujian dengan mengambil tiga titik di permukaan dalam dalam satu garis. Hasil pengujian kekerasan permukaan ditunjukkan pada Tabel 1.

Dari Tabel 1, menunjukkan bahwa kekerasan permukaan superkonduktor YBCO/PVC menurun dengan bertambahnya konsentrasi PVC kedalam superkonduktor YBCO. Dengan demikian superkonduktor YBCO/PVC dapat dibentuk menjadi lembaran tipis dan kawat. Dalam pembentukan lembaran tipis dan kawat perlu diperhatikan sifat keelastisannya.

Tabel 1. Kekerasan YBCO/PVC.

Konsentrasi PVC (% Berat)	HV
YBCO-0%PVC	98,45
YBCO-2%PVC	83,58
YBCO-4%PVC	83,58
YBCO-6%PVC	69,25
YBCO-10%PVC	57,16

**3.4 Difraksi Sinar-x**

Gambar 3a, menunjukkan pola difraksi sinar-x superkonduktor YBCO, dan Gambar 3b-e adalah pola difraksi pada superkonduktor YBCO/PVC dengan variasi PVC dari 2-10 % berat. Gambar 4a-c, pola difraksinya tetap, tetapi mengalami penurunan intensitas. Sedangkan Gambar 3d-e, pola difraksi agak berbeda dari pola difraksi superkonduktor YBCO yang belum ditambahkan PVC. Hal ini menunjukkan adanya interaksi antara YBCO dengan PVC.

Gambar.3a, menunjukkan intensitas tertinggi pada sudut 38,08 untuk YBCO/2%PVC dan YBCO/4%PVC. Sedangkan YBCO/6%PVC dan YBCO/10%PVC intensitas tertinggi pada sudut 54,55 dan 40,45 derajat untuk YBCO/10%PVC. Pergeseran intensitas tertinggi terjadi pada sudut difraksi tertentu, yang menunjukkan adanya pengisian PVC kedalam superkonduktor YBCO.

Dari jarak  $d_{hkl}$ , menunjukkan bahwa superkonduktor YBCO/6%PVC dan YBCO/10%PVC membentuk fasa lain. Terbentuknya fasa lain ini, karena mulai terjadi penambahan 4%PVC. Hal ini ditunjukkan pada jarak  $d_{hkl}$  tidak mewakili keseluruhan  $d_{hkl}$  pada YBCO.

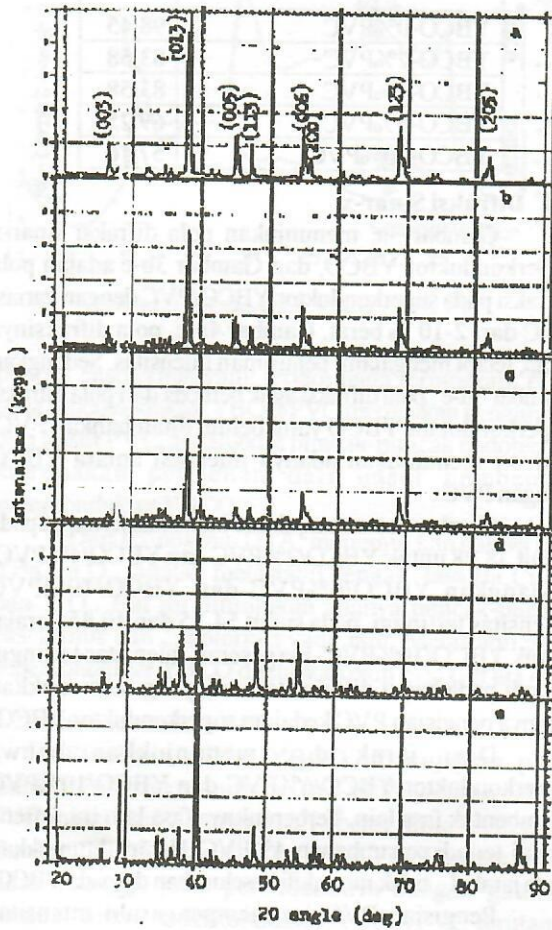
Pengisian PVC ini mempengaruhi intensitas difraksi, seperti ditunjukkan pada Tabel 2. Dispersi PVC mengisi ruang kosong pada superkonduktor YBCO, yang membuat kekerasan superkonduktor YBCO menurun. PVC merupakan salah satu cacat kristal pada superkonduktor YBCO yang ditunjukkan dengan penurunan intensitas. Ditinjau secara sturktur mikro yang dilihat dengan mikroskop elektron tidak nampak jelas dispersi PVC pada superkonduktor YBCO. Hal ini diperlihatkan pada Gambar 2a-d.

Pengaruh cacat kristal telah dijelaskan oleh James D .J,et al [9].Cacat kristal yang terjadi meliputi penggantian tempat kedudukan logam, kerusakan tempat kedudukan logam, kekosongan oksigen, penyisipan oksigen, terjadinya pergeseran atom lokal yang berpengaruh pada terbentuknya superkonduktor. Pengaruh cacat kristal mempengaruhi intensitas dan sudut difraksi sinar-x.

Kenaikan intensitas merupakan pengaruh unsur PVC yang mengisi ruang didalam superkonduktor YBCO, sehingga terjadi interferensi yang saling menguatkan. Sebaliknya intensitas menurun, terjadi interferensi yang saling melemahkan. Menurut acuan [10], suatu material yang memiliki sifat senyawa atau campuran akan memiliki pola difraksi karakteristik, sedemikian sehingga pola difraksi suatu material merupakan superposisi dari pola



difraksi komponen yang dikandung dengan intensitas yang sesuai dengan konsentrasinya. Data pengamatan XRD ditunjukkan pada Tabel 2.



Gambar 3. Pola difraksi Sinar-x

- a). YBCO
- b). YBCO / 2% PVC
- c). YBCO / 4% PVC
- d). YBCO / 6% PVC
- e). YBCO / 10% PVC

Tabel 2a. Data XRD YBCO

2θ	d <sub>hkl</sub> (Å)	I(kcps)	I/I <sub>o</sub>
81,878	1,3651	0,093	18
69,302	1,5732	0,072	14
68,760	1,5840	0,189	36
55,642	1,9165	0,072	14
54,666	1,9480	0,172	33
47,186	2,2348	0,017	13
45,018	2,3365	0,103	20
38,080	2,7419	0,526	100
26,480	3,9055	0,055	10

#### 4. KESIMPULAN

Dari termogram DTA superkonduktor YBCO/PVC tersebut, dapat disimpulkan terjadi reaksi endotermis dan eksotermis. Sedangkan termogram TGA menunjukkan terjadi perubahan berat baik sebelum dan sesudah

Tabel 2b. Data XRD YBCO/2%PVC

2θ	d <sub>hkl</sub> (Å)	I(kcps)	I/I <sub>o</sub>
81,769	1,36666	0,062	20
68,760	1,5840	0,148	47
55,642	1,9165	0,042	13
54,666	1,9480	0,140	45
47,186	2,2348	0,044	14
45,018	2,3365	0,071	23
38,188	2,7344	0,312	100

Tabel 2c. Data XRD YBCO/4%PVC

2θ	d <sub>hkl</sub> (Å)	I(kcps)	I/I <sub>o</sub>
81,877	1,3651	0,044	21
68,757	1,5841	0,089	43
54,770	1,9446	0,096	47
38,072	2,7424	0,205	100
27,880	3,7129	0,062	30

Tabel 2e. Data XRD YBCO/10%PVC

2θ	d <sub>hkl</sub> (Å)	I(kcps)	I/I <sub>o</sub>
87,515	1,2933	0,119	24
75,371	1,4632	0,042	9
70,058	1,5583	0,069	14
57,481	1,8602	0,067	14
54,553	1,9518	0,059	12
53,360	1,9921	0,041	8
48,481	2,1786	0,109	22
40,458	2,5869	0,486	100
37,856	2,7575	0,068	14
35,470	2,9364	0,042	9
34,711	2,9985	0,042	9
29,181	3,5507	0,151	31

Tabel 2d. Data XRD YBCO/6%PVC.

2θ	d <sub>hkl</sub> (Å)	I(kcps)	I/I <sub>o</sub>
70,058	1,5583	0,061	37
54,553	1,9518	0,164	100
48,481	2,1786	0,154	94
40,349	2,5935	0,133	81
37,856	2,7575	0,149	91
34,711	2,9985	0,141	25
29,181	3,5507	0,137	84

penambahan PVC kedalam superkonduktor tersebut. Stabilitas termal terjadi pada temperatur 800- 1000 °C.

Struktur mikro komposit superkonduktor tersebut dilihat secara visual dengan mikroskop elektron sapuan (SEM), tidak menunjukkan perubahan pada butiran.

Kekerasan permukaann superkonduktor YBCO/ PVC diukur dengan metode Vickers, menunjukkan kekerasannya menurun dengan penambahan konsentrasi PVC.

Pola difraksi sinar-x, menunjukkan terjadi kenaikan dan penurunan intensitas dengan penambahan konsentrasi PVC.

## 5. DAFTAR PUSTAKA

- [1]. MARKIEWICZ. A, et al, 1994, *Mat. Res. Bull.*, 1994, **29**, (4), 393-403.
- [2]. [UNSWORTH J, et al, 1991, *Mat. Re. Bull.*, 1991, **26**, 1041-1050.
- [3]. JIA D.U, JOE UNSWORTH, *Mat. Res. Bull.*, 1994, **29**, (5), 529-536.
- [4]. REDTEIN JOHN, "Thermal Analysis Warming Up to Superconductors, International Laboratory.
- [5]. UCHIDA .S, *J. of Mod. Phys. B.*, 1988, **2**, (2).
- [6]. JOHN. B.G, A MANTHIRAM, *J. of Phys. B.*, 1988, **2**, (2-3), 379-391.
- [7]. ERIC.L, et al, *Science*, 1993, 260.
- [8]. DIETER G.E, "Metalurgi Mekanik I", Alih Bahasa Sriati Djaprie, 1987, Jakarta, Erlangga.
- [9]. JAMES D.J, DAVID G.H, *Neutron News*, 1990, **1**, (2), 24-30.
- [10]. CULLITY B.D, "Element of X-Ray Diffraction", 1978, Addison-wesley Publishing Co.