

SINTESIS SUPERKONDUKTOR $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (FASA-123) DENGAN PROSES PELELEHAN

Engkir Sukirman, Wisnu Ari Adi
Puslitbang Iptek Bahan, BATAN, Serpong
Salmah

Jurusan Fisika, FMIPA Institut Pertanian Bogor

ABSTRACT

THE SYNTHESIS OF $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ SUPERCONDUCTOR (123-PHASE) BY MELT PROCESSING. The synthesis of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ superconductor (123-phase) by melt processing has been carried out. The electrical and micro-structure of the samples were characterized by a four point probe method and a scanning electron microscope, respectively. The phases of samples has been analyzed qualitatively and quantitatively by using a Rietveld analysis method based on x-ray diffraction data. The results show that the 123-phase was successfully obtained from the sample that has been previously melted at 1100°C followed by a rapid quenching with the rate of $400^\circ\text{C}/\text{h}$ then slowly cooled ($10^\circ\text{C}/\text{h}$) to the solid phase (at 900°C). The critical current density from this sample was obtained of the order of $10^2 \text{ A}/\text{cm}^2$. It is concluded that the formation of 123-phase from liquid phase and the amount of 211-phase dispersed in the matrix can be related to the heat treatment process.

ABSTRAK

SINTESIS $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (FASA-123) DENGAN PROSES PELELEHAN. Sintesis superkonduktor sistem $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (fasa-123) dengan proses pelelehan telah dilakukan. Sifat listrik dan struktur mikro cuplikan berturut-turut dikarakterisasi dengan *probe* empat titik dan mikroskop elektron. Sedangkan kualitas dan kuantitas fasa-fasa di dalam cuplikan diukur dengan teknik difraksi sinar-x dan dianalisis dengan metode Rietveld. Hasil analisis menunjukkan bahwa proses pelelehan (pada 1100°C) yang diikuti dengan proses pendinginan cepat ($400^\circ\text{C}/\text{jam}$) disusul pendinginan lambat ($10^\circ\text{C}/\text{jam}$) menuju fasa padat (pada 900°C), telah berhasil menumbuhkan fasa-123 dalam keadaan terorientasi ke satu arah. Namun pendispersian partikel fasa-211 di dalam matriks fasa-123 tersebut belum terpenuhi dalam jumlah yang memadai, dan diperoleh rapat arus kritis J_c cuplikan dalam orde $10^2 \text{ A}/\text{cm}^2$. Disimpulkan bahwa, pembentukan fasa-123 dari fasa cair dan kuantitas fasa-211 yang terdispersi di dalam matriks fasa-123 terkait erat dengan proses *heat treatment* yang diberikan.

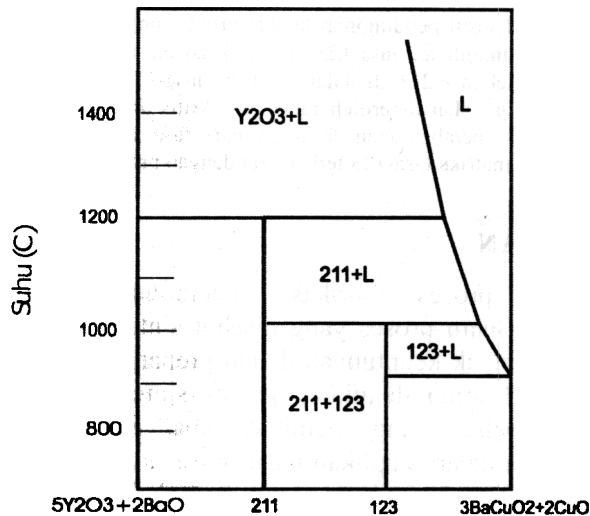
PENDAHULUAN

Beragam proses fabrikasi superkonduktor suhu tinggi telah dikembangkan. Suatu proses yang disebut sintering sangat biasa dilakukan dan memiliki banyak keuntungan dalam preparasi konduktor keramik untuk tujuan praktis. Namun demikian, proses sintering tersebut ternyata tidak menghasilkan bahan yang memiliki rapat arus kritis (J_c) tinggi [1]. Rendahnya J_c di dalam cuplikan hasil proses sinter adalah karena lemahnya ikatan (*link*) antara batas-batas butir kristal [2]. Proses pelelehan cukup efektif dalam memperkuat ikatan (*link*) tersebut melalui peng-orientasian butir-butir kristalnya dan J_c yang lebih besar dapat dicapai [3]. Dengan

demikian proses pelelehan ini membuka peluang yang sangat besar bagi aplikasi superkonduktor dalam bentuk *bulk*.

Salah satu bentuk aplikasi bahan ini yang secara teknis relatif sederhana adalah pembuatan pembatas arus gagal dari bahan superkonduktor (*superconducting fault current limiter*) disingkat SFCL [4-8]. Alat ini sangat penting, mengingat dengan semakin bertambahnya kapasitas daya listrik yang terpasang, berarti tingkat arus gagal dalam sistem daya juga akan meningkat. Pada saat arus gagal (misalnya akibat sambaran halilintar, pohon tumbang dan dan lain-lain), terjadi lompatan arus yang tiba-tiba pada jaringan. Besarnya lompatan arus bisa mencapai orde seratus kali lebih besar dari arus normal, sehingga biasanya menimbulkan kerusakan serius pada peralatan jaringan. SFCL dalam hal ini berperan melindungi sistem jaringan listrik dari kerusakan akibat arus gagal tersebut.

Makalah ini merupakan laporan hasil studi pelelehan bahan superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ yang nantinya akan digunakan untuk pembuatan SFCL. Tujuan penelitian adalah menumbuhkan fasa-123 dalam keadaan terorientasi ke satu arah, sambil mendispersikan sejumlah partikel fasa-211 di dalam matriks fasa-123 tersebut, sedemikian rupa sehingga diperoleh cuplikan yang dapat dialiri arus listrik dalam orde 10^2 - 10^4 A/cm². Dengan hipotesis bahwa pembentukan fasa-123 dari fasa cair dan kuantitas fasa-211 yang terdispersi di dalam matriks fasa-123 bergantung pada laju pendinginan. Fasa-211 harus dihadirkan di dalam matriks fasa-123, karena partikel-partikel fasa-211 (Y_2BaCuO_5) berperan efektif sebagai pusat-pusat jepitan. Pusat-pusat jepitan diperlukan agar supaya J_c tetap tinggi walaupun bahan diaplikasikan dalam lingkungan medan magnet yang besar. Dalam hal ini fasa-211 berfungsi sebagai penghambat gerakan *vortex* akibat pengaruh gaya Lorentz.



Gambar 1. Ilustrasi skematis diagram fasa sistem Y-Ba-Cu-O [9].

Preparasi bahan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ dengan proses pelelehan didasarkan pada diagram fasa sistem Y-Ba-Cu-O yang ditunjukkan pada Gambar 1 [9]. Tampak pada gambar tersebut bahwa pada suhu tinggi di atas 1200°C , terdapat dua fasa, yakni Y_2O_3 dan fasa cair L (campuran BaO dan CuO). Pada saat pendinginan, kedua fasa tersebut bereaksi membentuk fasa-211, dituliskan dalam ungkapan reaksi kimia :
 $\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{L}(\text{BaO} + \text{CuO}) \rightarrow \text{Y}_2\text{BaCuO}_5$.
Pada suhu sekitar 1000°C , fasa-211 bereaksi dengan fasa cair L membentuk fasa-123, melalui reaksi kimia :
 $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5 + \text{L}(3\text{BaCuO}_2 + 2\text{CuO}) \rightarrow 2\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$.

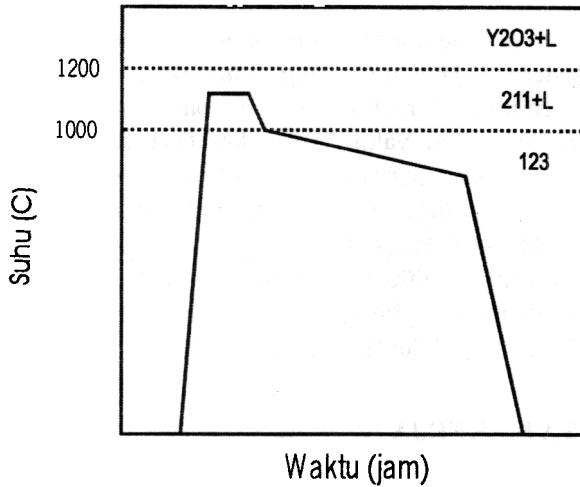
BAHAN DAN TATA KERJA

Preparasi $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

Dalam penelitian ini disiapkan cuplikan superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ dengan metode reaksi padatan, yakni suatu proses yang terdiri dari urutan kegiatan penimbangan unsur penyusun (Y_2O_3 , BaCO_3 , dan CuO), pencampuran, kalsinasi dan sintering [10]. Dari kegiatan ini diperoleh pelet $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Pelet ini selanjutnya disebut cuplikan YBCO hasil proses sintering (HPS), dalam hal ini disediakan empat buah pelet HPS dengan berat masing-masing sekitar 5 g.

Proses pelelehan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

Proses pelelehan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ dilakukan berdasarkan ilustrasi skematis Gambar 2. Sebagian cuplikan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ hasil proses sintering (HPS) di bakar di dalam tungku pada 1100°C selama 0,2 jam [11]. Selama periode penahanan tersebut, cuplikan $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ meleleh dan terurai menjadi Y_2BaCuO_5 (fasa-211) dan fasa cair L. Cuplikan kemudian didinginkan ke 1000°C dengan laju $400^\circ\text{C}/\text{jam}$. Angka $400^\circ\text{C}/\text{jam}$ adalah laju pendinginan tercepat yang bisa dicapai tungku Thermolyne F48050-26 yang digunakan dalam penelitian ini. Selanjutnya didinginkan secara lambat ke 900°C dengan laju: 10 dan $20^\circ\text{C}/\text{jam}$ dan kemudian didinginkan hingga suhu ruang (laju $60^\circ\text{C}/\text{jam}$) dalam lingkungan udara. Selama proses pendinginan dari 1000°C , Y_2BaCuO_5 dan fasa cair L bereaksi secara peritektik membentuk fasa-123. Cuplikan hasil proses pelelehan selanjutnya disebut HPP10 dan HPP20 berturut-turut menyatakan cuplikan yang diproses dengan laju pendinginan dari 1000°C ke 900°C sebesar $10^\circ\text{C}/\text{jam}$ dan $20^\circ\text{C}/\text{jam}$.



Gambar 2. Ilustrasi skematis proses pelelehan YBCO [9].

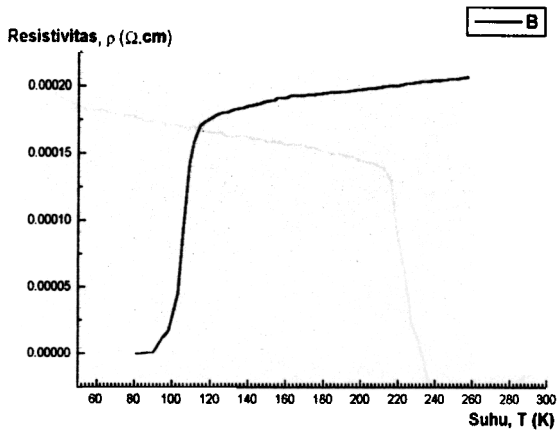
Karakterisasi cuplikan

Karakterisasi cuplikan meliputi sifat listrik, struktur mikro dan struktur kristal cuplikan, ketiga besaran tadi berturut-turut dievaluasi dengan memakai *probe* empat titik (PET), mikroskop elektron sapuan (SEM) dan difraktometer sinar-x (XRD). Pengukuran pola difraksi cuplikan dilakukan dengan berkas sinar-x dari target : *Cu* (panjang gelombang, $\lambda = 1,540 \text{ \AA}$), filter : *Ni*, arus : 30 mA, tegangan : 30 kV, mode : *step-scan*, lebar langkah : $0,05^\circ$, *preset time* : 1 detik dan daerah sudut pengukuran : $30^\circ-90^\circ$.

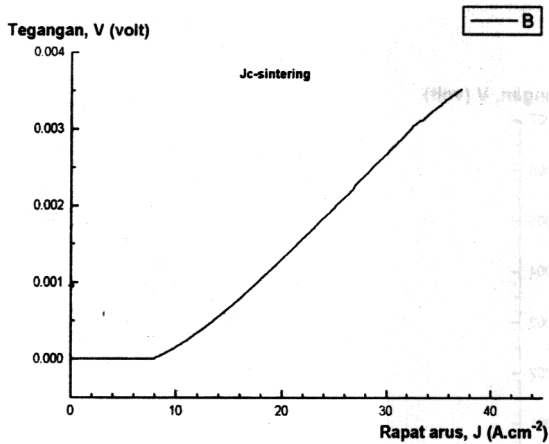
HASIL DAN PEMBAHASAN

Data sifat listrik cuplikan

Gambar 3, 4, dan 5 berturut-turut adalah sifat listrik pada HPS, HPP10 dan HPP20. Ketiga cuplikan menampilkan transisi superkonduksi dengan suhu transisi kritis, T_c pada HPS, HPP10 dan HPP20 berturut-turut adalah 90, 89, dan 91 K. Tampak bahwa ketiga cuplikan memiliki T_c yang hampir sama walaupun proses pembuatan berbeda. Ini berarti bahwa T_c adalah besaran intrinsik, tidak akan mengalami perubahan nilai yang cukup berarti walaupun struktur mikro telah banyak berubah. Terjadinya sedikit perbedaan T_c pada berbagai cuplikan yang berbeda adalah disebabkan adanya cacat titik berupa kekosongan atom-atom di dalam sel satuan kristal fasa superkonduksi (fasa-123). Hal ini akan dikonfirmasi berdasarkan pada data hasil analisis Rietveld.



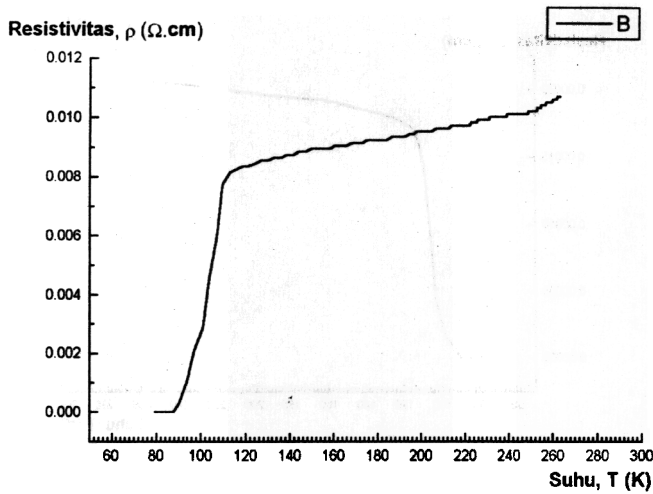
(a)



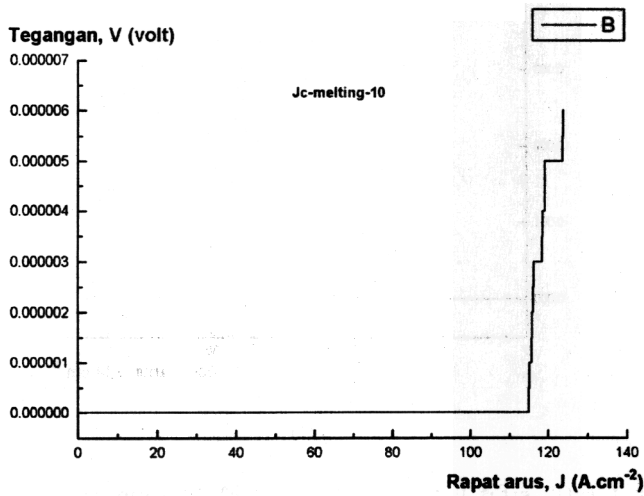
(b)

Gambar 3. Grafik sifat listrik pada HPS, (a) : hubungan antara resistivitas, ρ ($\Omega \cdot \text{cm}$) terhadap suhu, T (K) dengan suhu transisi kritis, $T_c = 90$ K, (b) : hubungan antara tegangan, V (volt) terhadap rapat arus, J (A/cm^2) dengan rapat arus kritis, $J_c = 8$ A/cm^2 ..

Rapat arus kritis, J_c pada HPS, HPP10 dan HPP20 berturut-turut adalah 8, 115, dan 68 A/cm^2 (Tabel 1). Berbeda dengan T_c , rapat arus kritis, J_c adalah besaran ekstrinsik bagi superkonduktor, sehingga bisa diupayakan untuk ditingkatkan, dalam hal ini dengan melakukan rekayasa pada struktur mikro bahan. Tampak bahwa pada cuplikan hasil proses sintering dan hasil pelelehan terdapat perbedaan J_c . Perbedaan struktur mikro pada ketiga cuplikan tadi akan ditunjukkan di bawah.

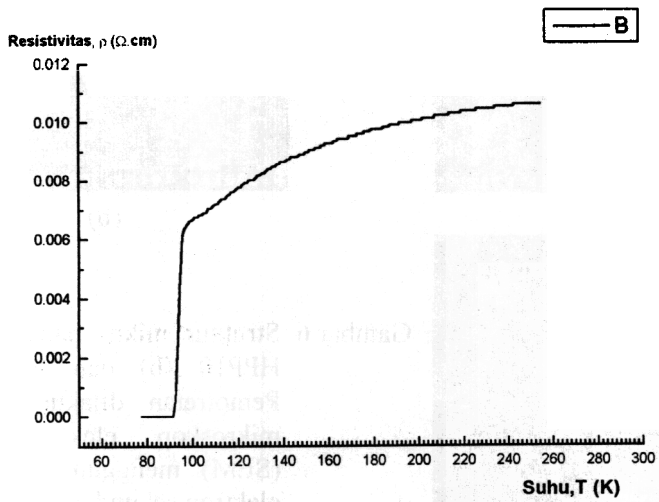


(a)

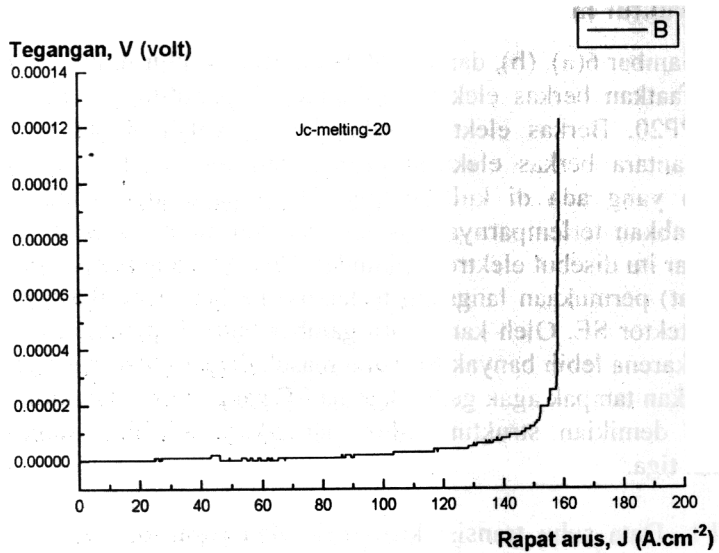


(b)

Gambar 4. Grafik sifat listrik pada HPP10, (a) : hubungan antara resistivitas, ρ ($\Omega \cdot \text{cm}$) terhadap suhu, T (K) dengan suhu transisi kritis, $T_c = 89$ K, (b) : hubungan antara tegangan, V (volt) terhadap rapat arus, J (A/cm^2) dengan rapat arus kritis, $J_c = 115 \text{ A}/\text{cm}^2$.

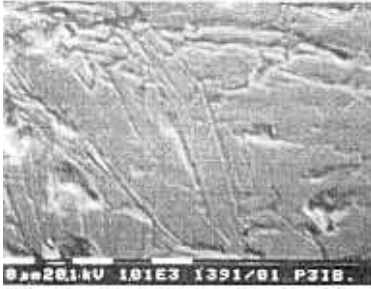


(a)

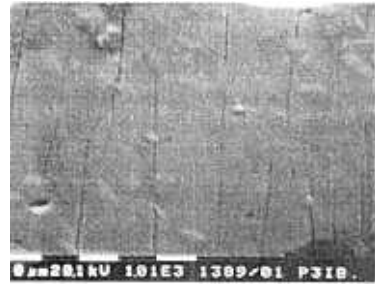


(b)

Gambar 5. Grafik sifat listrik pada HPP20, (a) : hubungan antara resistivitas, ρ ($\Omega \cdot \text{cm}$) terhadap suhu, T (K) dengan suhu transisi kritis, $T_c = 91$ K, (b) : hubungan antara tegangan, V (volt) terhadap rapat arus, J ($\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$) dengan rapat arus kritis, $J_c = 68$ $\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$.



(a)



(b)



(c)

Gambar 6. Struktur mikro pada HPS (a), HPP10 (b) dan HPP20 (c). Pemotretan dilakukan dengan mikroskop elektron sapuan (SEM) menggunakan detektor elektron sekunder.

Data struktur mikro cuplikan

Gambar 6(a), (b), dan (c) adalah potret struktur mikro cuplikan dengan memanfaatkan berkas elektron sekunder, berturut-turut dari HPS, HPP10, dan HPP20. Berkas elektron sekunder diperoleh akibat tumbukan tidak elastik antara berkas elektron primer dari mesin SEM dengan elektron-elektron yang ada di kulit paling dalam pada atom-atom cuplikan dan menyebabkan terlemparnya elektron-elektron atom tersebut. Elektron yang terlempar itu disebut elektron sekunder (SE). SE yang berasal dari atom-atom di (dekat) permukaan langsung terlempar ke luar permukaan dan ditangkap oleh detektor SE. Oleh karena itu gambar butir di permukaan tampak lebih terang, karena lebih banyak SE yang masuk detektor dan gambar butir bagian dalam akan tampak agak gelap, karena SE yang masuk detektor lebih sedikit. Dengan demikian struktur mikro permukaan cuplikan tampak memiliki dimensi tiga.

Tabel Data suhu transisi kritis (T_c) dan rapat arus kritis (J_c) masing-masing pada cuplikan hasil proses sintering (HPS) dan hasil proses pelelehan (HPP10 dan HPP20).

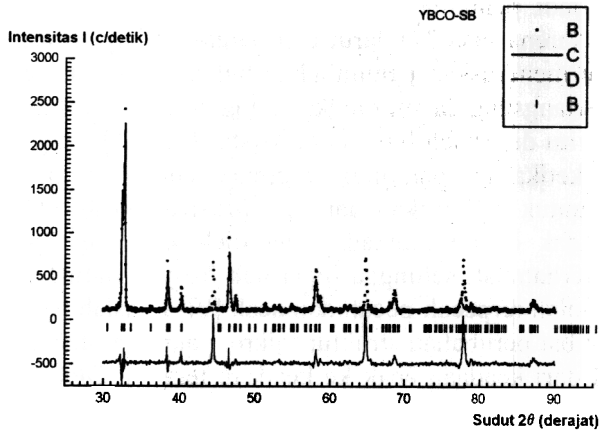
No.	Cuplikan	T_c (K)	J_c (A/cm ²)
1.	HPS	90	8
2.	HPP10	89	115
3.	HPP20	91	68

Tampak pada Gambar 6(a), bahwa butir-butir kristal sebagian terpotong-potong kecil dan sebagian lain berukuran besar dalam suatu susunan yang tidak teratur. Sedangkan pada Gambar 6(b) dan 6(c), butir-butir kristal tidak terpotong-potong dan terorientasi ke satu arah. Hal ini dapat dilihat cukup jelas pada batas-batas butirnya yang tampak membentuk garis-garis lurus. Namun demikian, garis-garis (batas butir) pada HPP10 tampak paralel (mengarah ke satu arah), sedangkan pada HPP20 garis-garis tersebut masih saling berpotongan. Hal ini terjadi karena penumbuhan butir-butir (kristalisasi) HPP10 dilakukan dengan laju lebih lambat yakni 10°C/jam. Pengorientasian butir adalah karena dalam sistem YBCO (Gambar 1), fasa-123 tumbuh sesuai dengan reaksi : $Y_2BaCuO_5 + L(3BaCuO_2 + 2CuO) \rightarrow 2YBa_2Cu_3O_{7-x}$. Di sini fasa-211 (Y_2BaCuO_5) adalah fasa padat dan L adalah fasa cair. Ketika laju pendinginan dibuat cukup rendah, maka reaksi berlangsung sedemikian sehingga terjadi penumbuhan butir kristal fasa-123 ($YBa_2Cu_3O_{7-x}$) secara sinambung, karena fasa-211 larut dan bereaksi dengan fasa cair pada *front*-penumbuhan meneruskan penumbuhan butir. Jadi, reaksi fasa-211 dan fasa cair tidak berlangsung dalam rangka mengintikan kristal fasa-123 yang baru. Oleh karena itu diperoleh butir-butir kristal fasa-123 yang besar dan terarah [9]. Namun ketika laju pendinginan dibuat cukup tinggi, maka waktu yang dibutuhkan untuk melarutkan dan mendifusikan fasa-211 pada antar muka padat-cair tidak cukup memadai dan oleh karenanya penumbuhan yang sinambung terhambat, sehingga diperoleh banyak butir-butir kecil fasa-123 yang seolah-olah terpecah-pecah dan acak [9]. Jelaslah bahwa meningkatnya J_c adalah akibat perubahan struktur mikro, yakni berubahnya orientasi butir-butir kristal dari keadaan acak ke keadaan terarah. Oleh karena itu, HPP10 memiliki J_c paling tinggi.

Data struktur kristal cuplikan

Analisis pola difraksi sinar-x dengan metode Rietveld pada cuplikan YBCO produk sintering (HPS) dilakukan dengan prosedur sebagai berikut : cuplikan dimisalkan terdiri dari fasa-123, oleh karena itu hanya dimasukkan parameter struktur kristal fasa-123. Pada penghalusan tahap pertama sebanyak 20 iterasi, dihasilkan faktor hunian atom *yitrium*, $g_j(Y^{3+}) > 1,0$ dan parameter-parameter lainnya berharga normal. Kemudian *refinement* diulang dengan mempertahankan harga $g_j(Y^{3+}) = 1,0$. Namun demikian hasil iterasi mendapatkan harga faktor suhu isotropik, $Q_j < 0,0$ (negatif). Langkah selanjutnya adalah mencoba menghaluskan kembali $g_j(Y^{3+})$ dengan memberi harga awal lebih kecil dari satu.

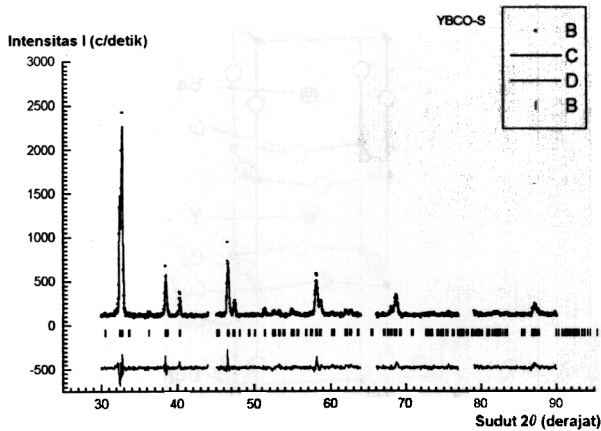
Hasil iterasi menunjukkan bahwa semua parameter struktur kristal dan parameter kisi berharga positif dan normal. Faktor hamburan sinar-x dari atom-atom ringan seperti oksigen sangat kecil, sehingga difraksi sinar-x dari atom-atom tersebut sulit dibedakan dengan cacahan latar belakang. Oleh karena itu, *refinement* pada parameter-parameter atom oksigen tidak berhasil dilakukan, data selanjutnya diambil dari hasil penelitian terdahulu [10]. Pola difraksi hasil analisis menunjukkan adanya puncak-puncak yang tidak berimpit dengan profil pola difraksi fasa-123 sedikitnya tiga puncak, yakni pada $2\theta = 44,5; 65,0$ dan $78,0^\circ$. Puncak-puncak asing tersebut bukan dari fasa-211, karena penghalusan profil kalkulasi dengan parameter input fasa-211 tidak cocok (Gambar 7). Ketiga puncak asing tersebut kemudian dieliminir, didapat Gambar 8 serta data parameter struktur kristal dan parameter kisi hasil analisis ditunjukkan pada Tabel 2.



Gambar 7. Profil pola difraksi hasil *refinement* dengan metode Rietveld pada HPS. Faktor R : $R_{WP} = 20,71$; $R_p = 12,38$; $R_I = 17,05$; $R_F = 13,81$ dan faktor S = 2,61.

Tabel 2. Parameter struktur (g_j, z_j) fasa-123 pada HPS, HPP10 dan HPP20.

Atom Fasa-123	Faktor hunian atom, g_j			Koordinat fraksi atom, z_j		
	HPS	HPP10	HPP20	HPS	HPP10	HPP20
Y	0,89(6)	0,76(6)	0,8(1)	0,5	0,5	0,5
Ba	0,47(3)	0,58(5)	0,40(4)	0,150(1)	0,148(1)	0,155(3)
Cu(1)	0,59(5)	0,46(5)	0,3(1)	0,0	0,0	0,0
Cu(2)	0,79(4)	0,87(5)	1,0	0,315(1)	0,316(1)	0,305(2)
O(1)	1,0	1,0	1,0	0,0	0,0	0,0
O(2)	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0
O(3)	1,0	1,0	1,0	0,1	0,1	0,1
O(4)	1,0	1,0	1,0	0,3	0,3	0,3
O(5)	1,0	1,0	1,0	0,3	0,3	0,3

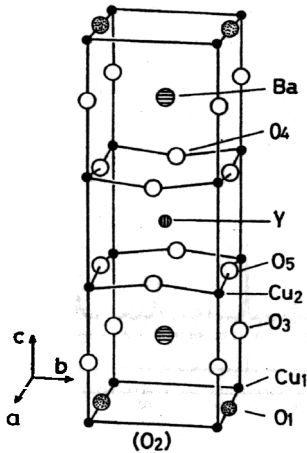


Gambar 8. Profil hasil analisis Rietveld dengan mengeliminir puncak-puncak asing. Faktor R : $R_{WP} = 9,47$; $R_P = 7,51$; $R_I = 4,34$; $R_F = 3,98$. dan faktor S = 1,16.

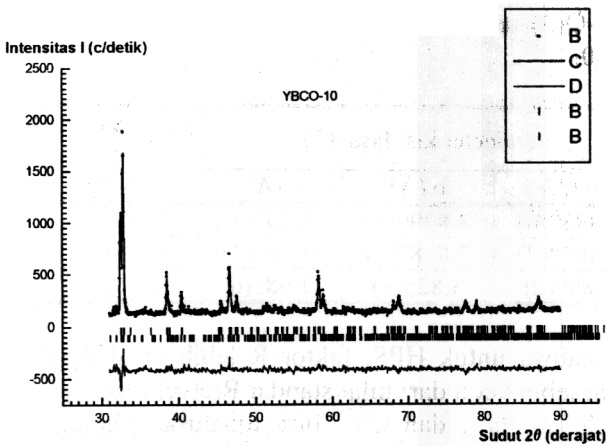
Tabel 3. Parameter kisi (a, b, c), parameter suhu (Q_j), dan panjang rantai Cu(2)-O(3) untuk fasa-123 masing-masing pada HPS, HPP10 dan HPP20.

Cuplikan	Parameter kisi fasa-123			Parameter suhu $Q (\text{\AA}^2)$	Panjang rantai [Cu(2)-O(3)](\AA)
	a (\AA)	b (\AA)	c (\AA)		
HPS	3,8939(6)	3,8299(5)	11,697(1)	0,3(2)	2,51(4)
HPP10	3,8858(7)	3,8187(5)	11,683(1)	0,3(2)	2,52(4)
HPP20	3,890(2)	3,825(1)	11,685(6)	0,2(5)	2,39(2)

Terlihat bahwa untuk HPS, faktor R lebih kecil dari angka 10, dan faktor S bernilai lebih kecil dari nilai standar Rietveld ($S_{\text{standar}} = 1,30$). Faktor hunian *cation* Y^{3+} , Ba^{2+} , dan Cu^{2+} bisa dihaluskan hingga ketelitian dua angka di belakang koma. Sedangkan parameter kisi *a* dan *b* dapat dihitung hingga ketelitian empat angka di belakang koma (Tabel 3). Tampak bahwa, nilai faktor hunian kation tersebut masih lebih kecil dari satu. Ini berarti bahwa titik-titik tempat (*site*) kation-kation belum terisi penuh (100 %). Jadi fasa-123 pada HPS belum terbentuk secara sempurna, oleh karena itu muncul puncak-puncak asing. Adanya kekosongan pada titik-titik tempat kation akan berpengaruh pada panjang rantai ikatan Cu(2)-O(3) dalam sel satuan fasa-123 dan pada gilirannya berpengaruh pada *Tc* cuplikan [10], dimana *Tc* menyusut jika rantai Cu(2) – O(3) bertambah panjang. Struktur kristal fasa-123 ditunjukkan pada Gambar 9.



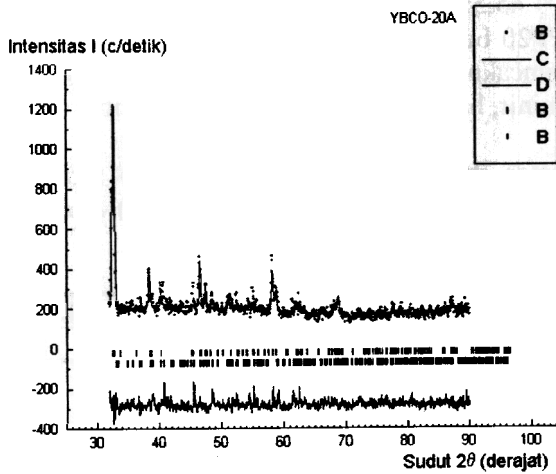
Gambar 9. Struktur kristal $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$. Ditemukan bahwa suhu transisi kritis, T_c menyusut jika rantai $\text{Cu}(2)\text{-O}(3)$ bertambah panjang [10].



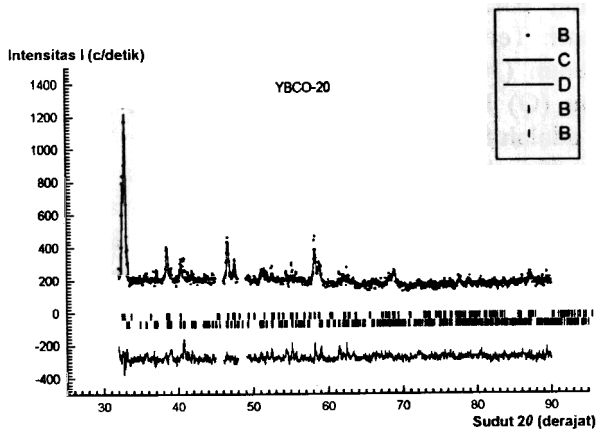
Gambar 10. Profil pola difraksi hasil *refinement* dengan metode Rietveld pada HPP10 dengan parameter *input* dari fasa-123 dan fasa-211. Faktor R : $R_{WP} = 9,94$; $R_p = 7,88$ dan $S = 1,30$.

Cuplikan hasil proses pelelehan dengan laju pendinginan $10^\circ\text{C}/\text{jam}$ (HPP10) dianalisis dengan memasukkan parameter fasa-123 dan fasa-211, didapat data bahwa HPP10 secara dominan terdiri dari butir-butir fasa-123 (99,6 %), dan sisanya (0,4 %) adalah fasa-211 sejauh dalam batas-batas ketelitian alat. Hasil analisis ditunjukkan pada Gambar 10 dan Tabel 2. Tabel 4 adalah parameter struktur (g_j , x_j , y_j , z_j dan Q_j) dan parameter kisi fasa-211 dicuplik dari hasil penelitian Buttner dan Maslen [12], dan tidak

dilakukan *refinement* kembali. Karena setiap *refinement* pada parameter-parameter fasa-211 kecuali Q_j menyebabkan program terhenti.



Gambar Profil pola difraksi hasil *refinement* dengan metode Rietveld pada HPP20 dengan parameter *input* dari fasa-123 dan fasa-211. Faktor R : $R_{WP} = 10,10$; $R_P = 7,80$ dan $S = 1,45$; untuk fasa-123 : $R_I = 7,83$ dan $R_F = 6,17$ dan untuk fasa-211 : $R_I = 13,10$ dan $R_F = 7,97$.



Gambar 12. Profil hasil analisis Rietveld pada HPP20 dengan parameter *input* dari fasa-123 dan fasa-211, beberapa puncak asing dibuang, faktor R : $R_{WP} = 9,76$; $R_P = 7,60$ dan $S = 1,40$; untuk fasa-123 : $R_I = 7,68$ dan $R_F = 6,10$ dan untuk fasa-211 : $R_I = 14,09$ dan $R_F = 8,29$.

Cuplikan hasil proses pelelehan dengan laju pendinginan 20°C/jam (HPP20) dianalisis dengan memasukkan parameter fasa-123 dan fasa-211, tampak ada beberapa puncak yang bukan berasal dari kedua fasa tersebut, yakni pada $2\theta = 45,5; 48,5; 54,5$ dan $55,5^\circ$ (Gambar 11). Fasa asing yang muncul pada HPP20 berbeda dengan fasa asing yang ada pada HPS, karena posisi puncak-puncaknya saja sudah berlainan. Puncak-puncak asing tersebut kemudian dieliminir, hasilnya ditunjukkan pada Gambar 12 dan Tabel 2.

Tabel 4. Parameter struktur (g_j , x_j , y_j , z_j dan Q_j) fasa-211 pada HPP10, dengan parameter kisi : $a = b = 12,188(2)$ Å, $c = 7,132(2)$ Å, dan parameter suhu : $Q_j = 0,3(2)$ Å².

Atom Fasa-211	Faktor hunian atom	Koordinat fraksi atom		
	g_j	x_j	y_j	z_j
Y1	1,0	0,07386(3)	0,75	0,39582(6)
Y2	1,0	0,28826(3)	0,75	0,11627(6)
Ba	1,0	0,09518(2)	0,25	0,06986(4)
Cu	1,0	0,65934(4)	0,75	0,71265(8)
O(1)	1,0	0,5676(2)	0,5069(5)	0,8349(3)
O(2)	1,0	0,7720(2)	0,5038(5)	0,6439(3)
O(3)	1,0	0,6004(3)	0,75	0,4206(5)

Seperti pada HPP10, parameter struktur (g_j , x_j , y_j , z_j dan Q_j) dan parameter kisi fasa-211 untuk HPP20 dicuplik dari hasil penelitian Buttner dan Maslen [12], dan tidak dilakukan *refinement* kembali. Karena setiap *refinement* pada parameter-parameter fasa-211 kecuali Q_j menyebabkan program terhenti. Terlihat pada Tabel 2, bahwa faktor hunian atom Cu(2) diberi nilai penuh (100 %), karena bila faktor hunian Cu(2) dihaluskan, parameter suhu (Q) bernilai negatif. Fraksi massa fasa-123 dan fasa-211 berturut-turut adalah 87,6 % dan 12,4 %.

Jelaslah dari data-data di atas, bahwa pada HPP10 sudah terjadi pengorientasian butir-butir kristal (*grain alignment*) fasa-123, namun hampir tidak ada fasa-211 di dalamnya. Menurut Murakami [9], arah orientasinya sejajar bidang (a , b). Sebaliknya pada HPP20, sejumlah fasa-211 telah terperangkap, namun *grain alignment* kurang sempurna. Agar J_c cuplikan memiliki nilai tinggi, maka harus dicapai dua hal, yakni *grain alignment* yang sempurna dan adanya fasa-211 di dalam matriks fasa-123. Masalah ini akan diteliti lebih jauh, juga berkaitan dengan jumlah optimal, ukuran, dan distribusi butir-butir fasa-211 di dalam matriks fasa-123.

KESIMPULAN

Penumbuhan fasa-123 dalam keadaan terorientasi ke satu arah bisa dicapai melalui proses pelelehan dengan pengaturan laju pendinginan yang

tepat, namun pendispersian partikel fasa-211 di dalam matriks fasa-123 tersebut belum terpenuhi dalam jumlah yang memadai, dan diperoleh rapat arus kritis J_c cuplikan dalam orde 10^2 A/cm². Jadi pembentukan fasa-123 dari fasa cair dan kuantitas fasa-211 yang terdispersi di dalam matriks fasa-123 bergantung pada proses *heat treatment* yang diterapkan.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada rekan-rekan teknisi nitrogen cair yang telah membantu pekerjaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. D.C. Larbalestier, *Physics Today* **6** (1991) 74
2. D.C. Larbalestier, S.E. Babcock, X. Cai, M. Daeumling, D.P. Hampshire, T.F. Kelly, L.A. Lavanier, P.J. Lee and J. Seuntjens, *Physica C* **153-155** (1988).1580
3. S. Jin, T.H. Tiefel, R.C. Sherwood, M.E. Davis, R.B. Van Dover, G.W. Kammlott, R.A. Fastnacht and H.D. Keith, *Appl. Phys. Lett.* **52** (1988) 2074
4. Joo, and T.K. Ko, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **6** (1996) 62
5. V. Meerovich, V.L. Sokolovsky, M. Slonim, G.E. Shter and G.S. Grader, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **3** (1993) 3033
6. P. Tixador, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **4** (1994) 190
7. W. Paul, TH. Baumann, J. Rhyner, and F. Platter, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **5** (1995) 1059
8. D.W.A. Willen and J.R. Cave, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **5** (1995) 1047
9. M. Murakami, *Supercond. Sci. Technol.* **5** (1992) 185
10. E. Sukirman, *Pengaruh Distribusi Kekosongan Oksigen pada Superkonduktivitas $YBa_2Cu_3O_{7-x}$* , Tesis Magister Program Studi Materials Science, Fakultas Pascasarjana, UI, (1991)
11. K. Salama, V. Selvamanickam, L. Gao, and K. Sun, *Appl. Phys. Lett.* **54** (1989) 2352
12. R.H. Buttner and E.N. Maslen, *Acta Cryst.* **B49** (1993) 62