

PROSES PELELEHAN $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

Engkir Sukirman, Wisnu Ari Adi, Didin S. Winatapura dan Yustinus P.

Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) - BATAN
Kawasan Puspipetek, Serpong, Tangerang 15314

ABSTRAK

PROSES PELELEHAN $YBa_2Cu_3O_{7-x}$. Proses pelelehan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (fasa-123) telah dilakukan. Tujuan penelitian adalah untuk mendapatkan cuplikan fasa-123 yang memiliki rapat arus kritis tinggi. Mula-mula cuplikan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ dilelehkan pada 1100°C selama 0,2 jam. Pendinginan dari titik leleh ke suhu peritektik fasa-123 dilakukan dengan laju $250^\circ\text{C}/\text{jam}$, $300^\circ\text{C}/\text{jam}$, $350^\circ\text{C}/\text{jam}$ dan $400^\circ\text{C}/\text{jam}$. Sedangkan pendinginan dari suhu peritektik ke suhu ruang dilakukan dengan laju tetap $10^\circ\text{C}/\text{jam}$, kemudian dilanjutkan dengan pendinginan ke suhu ruang dengan laju $60^\circ\text{C}/\text{jam}$. Cuplikan yang diperoleh disebut R250, R300, R350 dan R400 berturut-turut untuk cuplikan yang didinginkan dari titik leleh dengan laju $250^\circ\text{C}/\text{jam}$, $300^\circ\text{C}/\text{jam}$, $350^\circ\text{C}/\text{jam}$ dan $400^\circ\text{C}/\text{jam}$ tersebut. 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 metoda Rietveld. Hasil analisis menunjukkan bahwa cuplikan terdiri dari fasa-123 yang terorientasi, namun derajat orientasi berbeda-beda pada masing-masing cuplikan. Partikel fasa-211 terdispersi di dalam matriks fasa-123. Di dalam R250, R300, R350 dan R400 berturut-turut terdapat 16%, 19%, 20% dan 24% masa. Rapat arus kritis J_c pada HPS adalah $18 \text{ A}/\text{cm}^2$, sedangkan pada R250, R300, R350 dan R400 berturut-turut adalah $43 \text{ A}/\text{cm}^2$, $78 \text{ A}/\text{cm}^2$, $82 \text{ A}/\text{cm}^2$ dan $230 \text{ A}/\text{cm}^2$. Rapat arus kritis meningkat dengan meningkatnya laju pendinginan dari suhu leleh.

Kata kunci : Superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, proses pelelehan.

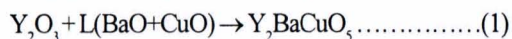
ABSTRACT

THE MELT PROCESSING OF $YBa_2Cu_3O_{7-x}$. The melt processing of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconductor (123-phase) has been carried out. The purpose of the research is to find out the 123-phase of having the high critical current density. At first, the $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ samples were melted at 1100°C for 0.2 h. The cooling rate from the melting point to the peritectic temperature of 123-phase was varied at 250, 300, 350 and $400^\circ\text{C}/\text{h}$. While the cooling rate from the peritectic to calcination temperature was made constant at $10^\circ\text{C}/\text{h}$ and continued by reducing the sample temperature to 30°C at fixed rate of $60^\circ\text{C}/\text{h}$. The produced samples are named R250, R300, R350 dan R400, respectively for the samples cooled at the rate of 250, 300, 350 and $400^\circ\text{C}/\text{h}$. The electrical and micro-structure of the samples were characterized by a four point probe method and a scanning electron microscope, respectively. The crystal structure was analyzed qualitatively and quantitatively by using a Rietveld analysis method based on x-ray diffraction data. The results show that the samples consist of the textured 123-phase, although the degree of crystal orientation are different for the different sample. The 211-particles have been dispersed in the 123-phase matrix. The mass fraction of the 211-particles in R250, R300, R350 and R400 are of 16, 19, 20 and 24 %, respectively. The critical current density J_c in HPS is $18 \text{ A}/\text{cm}^2$, while in R250, R300, R350 and R400 are of 43, 78, 82 and $230 \text{ A}/\text{cm}^2$, respectively. The critical current density increase with increasing the cooling rate from the melting point.

Key words : $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconductor, melting process.

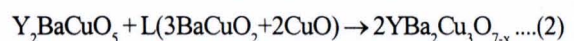
PENDAHULUAN

Preparasi bahan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ dengan proses pelelehan dilakukan berdasarkan pada diagram fasa sistem Y-Ba-Cu-O yang ditunjukkan pada Gambar 1 [1]. Tampak pada gambar tersebut bahwa pada suhu di atas 1200°C , terdapat dua fasa, yakni Y_2O_3 dan fasa cair $L(\text{BaO}+\text{CuO})$. Jika cuplikan didinginkan dari suhu tinggi hingga di bawah 1200°C , kedua fasa tersebut bereaksi secara peritektik membentuk fasa-211 sesuai dengan reaksi kimia :



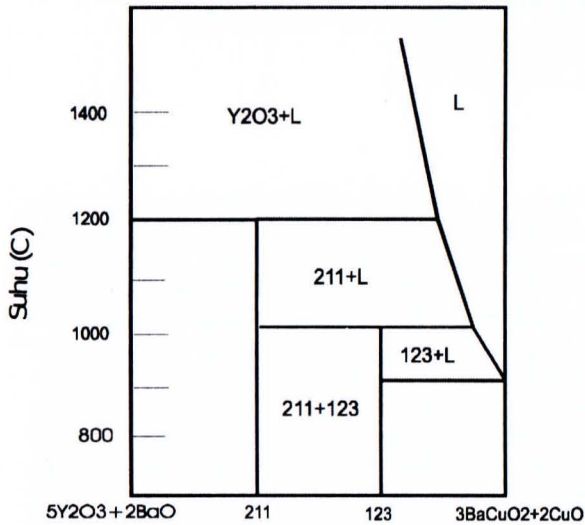
Pada daerah suhu antara 1000°C dan 1200°C terdapat fasa-211 dan fasa cair $L(\text{BaCuO}_2+\text{CuO})$.

Sehingga ketika cuplikan didinginkan dari 1200°C ke suhu di bawah 1000°C , kedua fasa tersebut bereaksi secara peritektik membentuk fasa-123, dengan ungkapan reaksi kimia :



Jadi pada suhu $T \geq 1000^\circ\text{C}$, fasa-123 meleleh (terurai) menjadi fasa-211 dan fasa cair-L dan suhu 1000°C disebut suhu peritektik (T_p) bagi fasa-123. Murakami [1] telah menunjukkan bahwa jika fasa-123 dilelehkan (dipanaskan hingga suhu $T > T_p$) kemudian suhu cuplikan diturunkan kembali hingga suhu ruang, maka dengan bantuan SEM (*Scanning Electron*

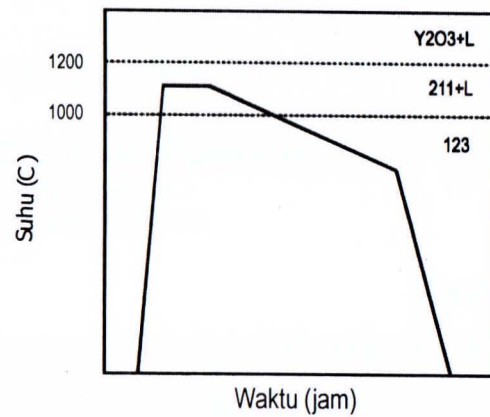
Microscope) teramati adanya inklusi fasa-211 yang terjerat di dalam matrik fasa-123. Hal ini merupakan bukti bahwa reaksi pembentukan fasa-123 melalui proses pelelehan berlangsung secara peritektik.



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

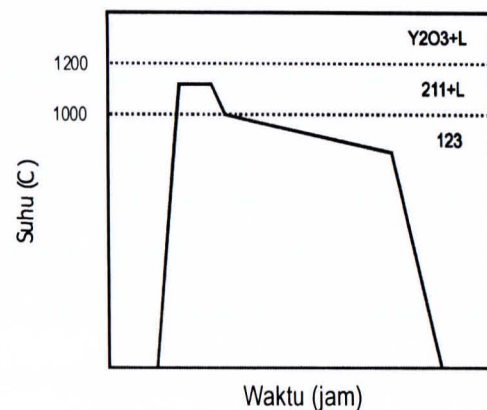
Kualitas cuplikan fasa-123 yang diperoleh melalui proses pelelehan sangat bergantung terutama pada laju pendinginan dari suhu leleh. Butir-butir fasa-123 hasil proses pelelehan selalu terorientasi ke suatu arah (bertekstur), oleh karena itu proses pelelehan sering disebut proses (metode) *Melt Texture Growth* (MTG)[2,3]. Metode MTG tersebut biasanya dilakukan dengan pendinginan lambat dari suhu leleh melewati suhu peritektik (Gambar 2). Dengan metode ini diperoleh cuplikan fasa-123 bertekstur dan rapat arus kritis J_c bisa mencapai angka 10^4 A/cm² pada 77 K-medan magnet nol [1]. Namun demikian dalam lingkungan bermedan magnet, J_c pada cuplikan MTG rendah. Hal ini menunjukkan bahwa jepitan fluks di dalam cuplikan tersebut tidak memadai. Agar harga J_c tetap tinggi walaupun dalam lingkungan bermedan magnet, maka di dalam cuplikan harus dibuat atau disediakan pusat-pusat jepitan (*pinning centers*) yang efektif, yakni fasa-211 yang terdispersi secara merata di dalam matriks fasa-123.

Disamping itu, konektivitas antara butir fasa-123 pada cuplikan hasil proses MTG diduga kuat masih belum baik. Hal ini berdasarkan pertimbangan bahwa ketika cuplikan didinginkan secara lambat pada daerah fasa-211+L, maka fasa-211 tumbuh terus sehingga memiliki ukuran butir yang besar dan tidak terdistribusi secara serba sama dan oleh karena itu rapat arus kritis J_c rendah. Jika dugaan ini benar, maka harga J_c masih bisa ditingkatkan dengan memperbaiki konektivitas antara butir fasa-123. Konektivitas antara butir fasa-123 akan menjadi lebih baik jika butir fasa-211 berukuran kecil dan terdistribusi merata di dalam matriks fasa-123.



Gambar 2. Ilustrasi skematis proses MTG (*Melt Texture Growth*).

Agar fasa-211 tidak terus tumbuh membesar dan terdistribusi secara merata, maka proses MTG harus dimodifikasi [4,5], yakni dengan pendinginan secara cepat dari suhu leleh ke suhu peritektik diikuti dengan pendinginan lambat ke suhu 900°C (Gambar 3). Murakami [1] menemukan bahwa dengan proses MTG yang dimodifikasi ini, konektivitas fasa-123 menjadi lebih baik, ukuran butir fasa-211 yang terjerat di dalam fasa-123 menyusut, dan oleh karena itu J_c meningkat hingga 10^5 A/cm². Namun pada makalah tersebut [1] tidak dijelaskan secara rinci berapa laju pendinginan yang diterapkan.



Gambar 3. Ilustrasi skematis proses MTG yang dimodifikasi.

Pada penelitian terdahulu [6, 7] telah dilakukan eksperimen pendinginan dari suhu leleh 1100°C menuju suhu peritektik 1000°C dengan laju 400°C/jam. Angka 400°C/jam adalah laju pendinginan tercepat yang bisa dicapai tungku yang ada di laboratorium kami. Selanjutnya didinginkan secara lambat ke 900°C dengan laju yang divariasikan mulai dari 5 hingga 20°C/jam. Diperoleh fasa-123 dalam keadaan terorientasi ke satu arah, rapat arus kritis J_c tertinggi 115 A/cm² dan diperoleh pada cuplikan dengan laju pendinginan cepat 400°C/jam dan pendinginan lambat 10°C/jam. Tujuan penelitian sekarang adalah menentukan berapa laju pendinginan cepat dari titik leleh ke suhu peritektik yang

optimum agar diperoleh cuplikan dengan J_c yang lebih besar dari 115 A/cm^2 .

METODE PERCOBAAN

Preparasi $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

Dalam penelitian ini disiapkan cuplikan superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ 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* [8]. Dari kegiatan ini diperoleh pelet $YBa_2Cu_3O_{7-x}$. Pelet ini selanjutnya disebut cuplikan YBCO hasil proses *sintering* (HPS), dalam hal ini disediakan 10 buah pelet HPS dengan berat masing-masing sekitar 5 g.

Proses Pelelehan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

Proses pelelehan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ dilakukan berdasarkan ilustrasi skematis Gambar 3. Sebagian cuplikan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ hasil proses *sintering* (HPS) di bakar di dalam tungku pada 1100°C selama 0,2 jam [1]. Selama periode penahanan tersebut, cuplikan $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ meleleh (terurai) menjadi Y_2BaCuO_5 (fasa-211) dan fasa cair-L. Cuplikan kemudian didinginkan ke 1000°C dengan laju divariasikan mulai dari 250, 300, 350, dan 400°C/jam . Angka 400°C/jam adalah laju pendinginan tercepat yang bisa dicapai tungku Thermolyne F48050-26 yang digunakan dalam penelitian ini. Selanjutnya didinginkan secara lambat ke 900°C , laju 10°C/jam dan kemudian didinginkan hingga suhu ruang, laju 60°C/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 R250, R300, R350 dan R400 berturut-turut menyatakan cuplikan yang diproses dengan laju pendinginan dari 1100°C ke 1000°C sebesar 250°C/jam , 300°C/jam , 350°C/jam dan 400°C/jam .

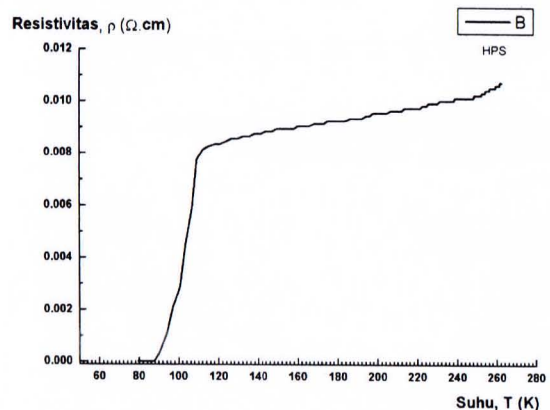
Karakterisasi Cuplikan

Karakterisasi cuplikan meliputi sifat listrik, strukturmikro 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 = $20^\circ - 80^\circ$.

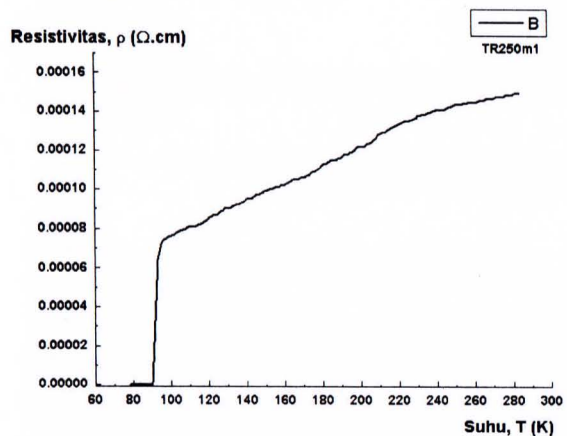
HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 4, Gambar 5, Gambar 6, Gambar 7 dan Gambar 8 berturut-turut adalah grafik hubungan antara resistivitas, ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$) terhadap suhu, T (K) pada HPS,

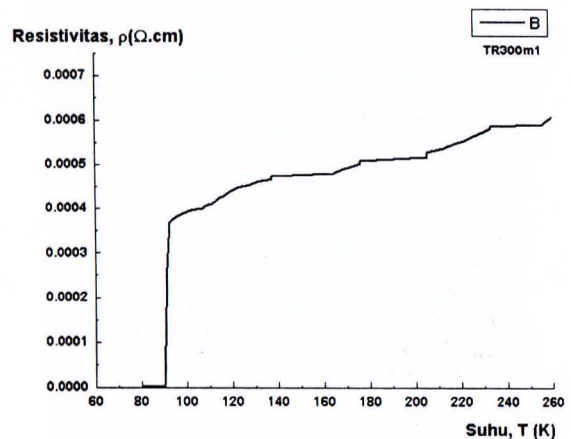
R250, R300, R350 dan R400. Kelima cuplikan menampilkan transisi superkonduksi dengan suhu transisi kritis, $T_c \approx 90 \text{ K}$ (Tabel 1). Resistivitas kelima cuplikan turun sedikit demi sedikit sejalan dengan turunnya suhu dari suhu ruang hingga titik *onset* (titik awal terjadinya transisi superkonduksi). Pada pendinginan selanjutnya, resistivitas kelima cuplikan tersebut menyusut tajam mendekati nol $\Omega\cdot\text{cm}$. Jadi, pada daerah suhu ruang hingga titik *onset*, kelima cuplikan sama-sama menampilkan sifat logam.



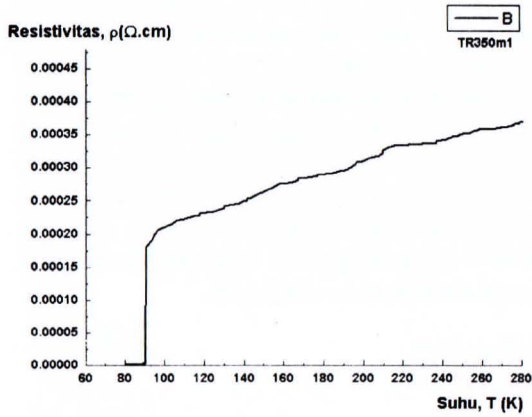
Gambar 4. Grafik hubungan antara resistivitas, ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$) terhadap suhu, T (K) pada HPS.



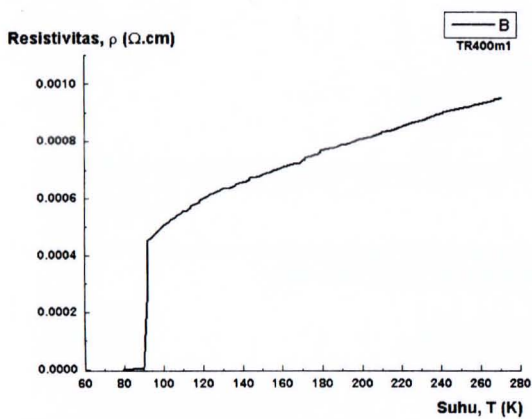
Gambar 5. Grafik: hubungan antara resistivitas, ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$) terhadap suhu, T (K) pada R250.



Gambar 6. Grafik hubungan antara resistivitas, ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$) terhadap suhu, T (K) pada R300.

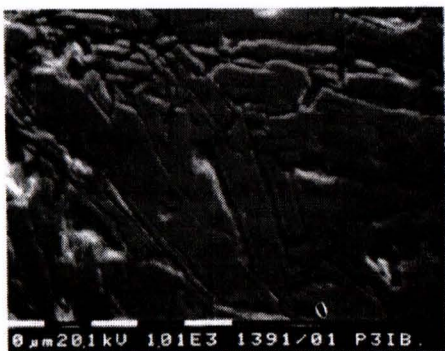


Gambar 7. Grafik hubungan antara resistivitas, ρ (Ω .cm) terhadap suhu, T (K) pada R350

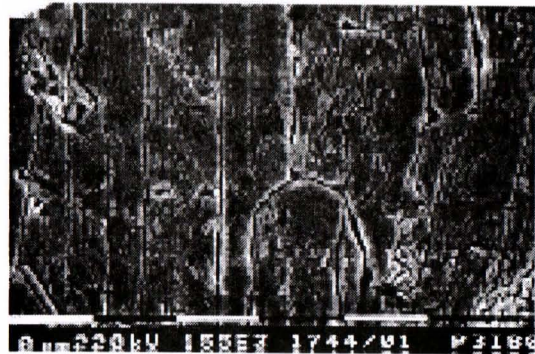


Gambar 8. Grafik hubungan antara resistivitas, ρ (Ω .cm) terhadap suhu, T (K) pada R400.

Suhu dimana resistivitas bahan $\rho \approx 0 \Omega$.cm disebut suhu transisi kritis T_c . Tampak bahwa kelima cuplikan menampilkan T_c yang hampir sama walaupun strukturmikro berbeda. Hal ini karena T_c adalah besaran intrinsik, artinya T_c tidak akan mengalami perubahan nilai yang *significant*, walaupun strukturmikro hasil pelelehan telah banyak berubah dibandingkan dengan strukturmikro produk *sinter* (Gambar 9, Gambar 10, Gambar 11, Gambar 12 dan Gambar 13).



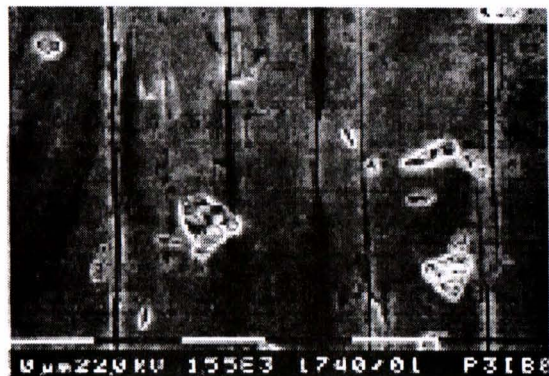
Gambar 9. Potret strukturmikro HPS hasil pengamatan dengan mikroskop elektron (SEM)



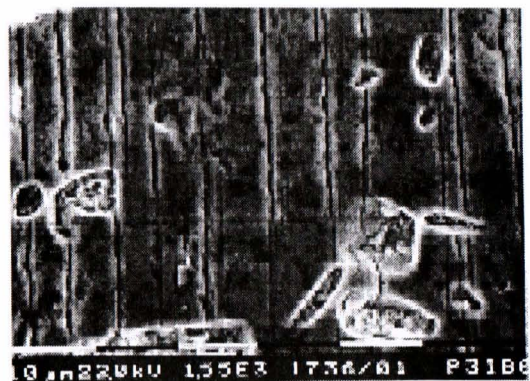
Gambar 10. Potret strukturmikro HPS hasil pengamatan dengan mikroskop elektron (SEM)



Gambar 11. Potret strukturmikro R300 hasil pengamatan dengan mikroskop elektron (SEM)



Gambar 12. Potret strukturmikro R350 hasil pengamatan dengan mikroskop elektron (SEM).



Gambar 13. Potret strukturmikro R400 hasil pengamatan dengan mikroskop elektron (SEM).

Berdasarkan model dua-fluida (*two-fluid models*) [9], jika superkonduktor didinginkan hingga di bawah T_c , maka elektron-elektron berkondensasi menjadi berpasang-pasangan (elektron superkonduksi), namun ada sebagian elektron yang tetap bebas seperti dalam keadaan normal (elektron normal). Jika suhu terus diturunkan, maka kerapatan elektron superkonduksi (n_s) meningkat dan kerapatan elektron normal (n_n) semakin sedikit sejalan dengan berkurangnya suhu. Sehingga ketika suhu $T = 0$ K, $n_n = 0$ dan n_s = jumlah seluruh elektron per satuan volume cuplikan. Sebaliknya, pada $T > T_c$, $n_s = 0$ dan n_n = jumlah seluruh elektron per satuan volume cuplikan.

Jika kerapatan arus superkonduksi dan kerapatan arus normal dinyatakan berturut-turut dengan simbol J_s dan J_n , maka aliran arus total dalam superkonduktor \vec{J} adalah sama dengan jumlah komponen-komponen normal \vec{J}_n dan komponen-komponen superkonduksi \vec{J}_s , dituliskan dalam bentuk persamaan matematik :

$$\vec{J} = \vec{J}_s + \vec{J}_n$$

Arus elektron normal memenuhi hukum Ohm :

$$\vec{J}_n = \sigma \vec{E},$$

dimana δ dan \vec{E} berturut-turut adalah konduktivitas dan kuat medan listrik di dalam bahan. Arus elektron superkonduksi memenuhi hubungan :

$$E = 4\pi\lambda^2 \frac{\partial J_s}{\partial t}$$

Oleh karena itu dalam keadaan superkonduktor $E = 0$, atau $V = 0$ karena \vec{J}_s tidak berubah dengan waktu. Artinya arus superkonduksi dapat mengalir dalam suatu media walaupun di dalam media tersebut tidak ada beda potensial atau medan listrik. Media yang menghantarkan arus superkonduksi disebut superkonduktor.

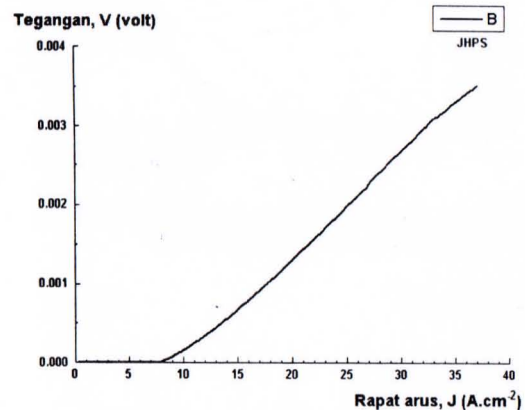
Rapat arus kritis ditentukan dari data perubahan tegangan terhadap perubahan arus yang dialirkan pada cuplikan. Arus kemudian dikonversi ke dalam rapat arus J melalui persamaan :

$$J = \frac{I}{2,828 st}$$

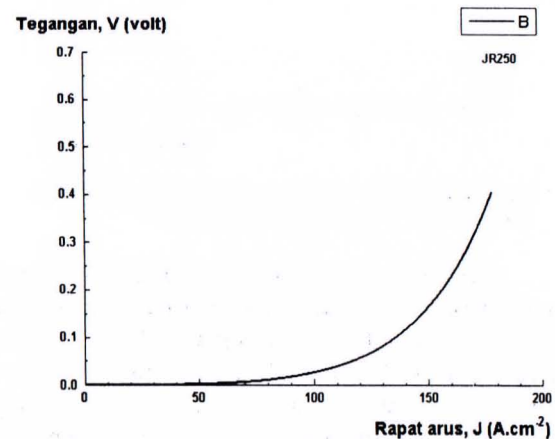
dimana I , s dan t berturut-turut adalah arus [A], jarak antara probe [cm] dan tebal cuplikan [cm] [10]. Hasil pengukuran ditunjukkan pada Gambar 14, Gambar 15, Gambar 16, Gambar 17 dan Gambar 18 yang secara berturut-turut menyatakan hubungan antara tegangan V [volt] terhadap rapat arus J [A/cm²] pada HPS, R250, R300, R350 dan R400. Tampak pada gambar tersebut bahwa mula-mula tegangan tetap sekitar nol volt,

walaupun rapat arus pada bahan dinaikan. Dalam kondisi ini bahan bersifat superkonduktor. Namun ketika rapat arus terus dinaikan, maka pada suatu harga rapat arus tertentu J_c tiba-tiba muncul tegangan dan tegangan itu meningkat tajam dengan kenaikan rapat arus selanjutnya. J_c adalah rapat arus kritis superkonduktor.

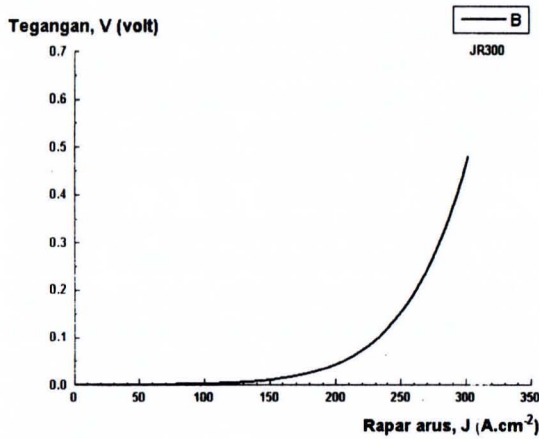
Dalam eksperimen ini J_c ditentukan menggunakan kriteria tegangan terendah $V_c \approx 0,001$ volt, artinya J_c cuplikan dicatat pada saat $V \geq 0,001$ volt. Hal ini karena berdasarkan model dua fluida di atas, rapat arus listrik dalam keadaan superkonduksi adalah jumlah rapat arus elektron-elektron yang berpasangan yang membentuk arus superkonduksi dan rapat arus elektron-elektron yang tidak berpasangan yang berperilaku seperti elektron normal. Jadi pada keadaan superkonduktor, bahan tidak benar-benar bebas tegangan. Dengan kata lain, pada keadaan superkonduktor, masih ada tegangan yang ditimbulkan oleh elektron-elektron normal walaupun sangat kecil. Hal ini sesuai dengan fakta pada Gambar 14, Gambar 15, Gambar 16, Gambar 17 dan Gambar 18, dimana tegangan naik secara perlahan pada awalnya kemudian meningkat tajam sejalan dengan bertambahnya rapat arus.



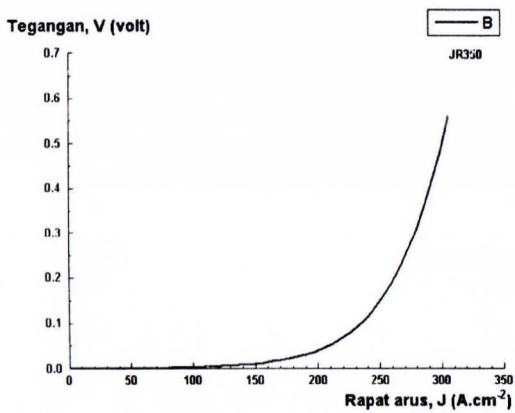
Gambar 14. Grafik hubungan antara tegangan, V (Volt) terhadap rapat arus, J (A.cm⁻²) pada HPS.



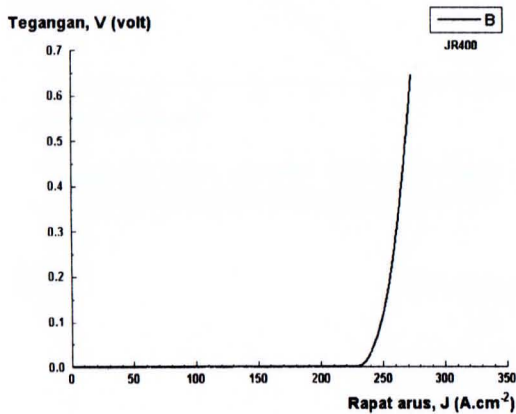
Gambar 15. Grafik hubungan antara tegangan, V (Volt) terhadap rapat arus, J (A.cm⁻²) pada R250.



Gambar 16. Grafik hubungan antara tegangan, $V(\text{Volt})$ terhadap rapat arus, $J (\text{A.cm}^{-2})$ pada R300.



Gambar 17. Grafik hubungan antara tegangan, $V(\text{Volt})$ terhadap rapat arus, $J (\text{A.cm}^{-2})$ pada R350.



Gambar 18. Grafik hubungan antara tegangan, $V(\text{Volt})$ terhadap rapat arus, $J (\text{A.cm}^{-2})$ pada R400.

Dengan meningkatnya (rapat) arus listrik, energi yang ditransformasikan ke dalam bahan bertambah, sehingga suhu bahan meningkat. Akibat adanya peningkatan suhu, maka sebagian pasangan elektron mengalami pemutusan ikatan. Elektron-elektron yang terputus ikatannya itu berubah menjadi elektron bebas. Oleh karena itu jumlah elektron bebas (elektron normal) per satuan volume (n_n) bertambah. Dengan demikian

maka komponen J_n meningkat. Data harga rapat arus kritis J_c ditunjukkan pada Tabel 1. Dari data pada tabel tersebut dapat disimpulkan bahwa rapat arus kritis dapat ditingkatkan dengan mempercepat laju pendinginan dari suhu leleh ke suhu peritektik.

Tabel 1. Data suhu transisi kritis (T_c) dan rapat arus kritis (J_c) masing-masing pada cuplikan hasil proses sintering (HPS) dan hasil proses pelelehan (R250, R300, R350 dan R400).

No.	Cuplikan	T_c (K)	J_c (A/cm ²)
1.	HPS	90	18
2.	R250	89	43
3.	R300	91	78
4.	R350	89	82
5.	R400	91	230

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. Gambar 9, Gambar 10, Gambar 11, Gambar 12 dan Gambar 13 adalah potret struktur mikro cuplikan dengan memanfaatkan berkas elektron sekunder, berturut-turut dari HPS, R250, R300, R350 dan R400. 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 strukturmikro permukaan cuplikan tampak memiliki dimensi tiga.

Strukturmikro HPS (Gambar 9) terdiri dari butir-butir kristal yang terpotong-potong kecil dan sebagian lain berukuran besar dalam suatu susunan yang tidak teratur. Strukturmikro pada Gambar 10 dan Gambar 11 berturut-turut terbagi ke dalam lima dan empat domain kristal. Setiap domain terdiri dari beberapa butir kristal yang terorientasi ke satu arah. Hal ini dapat dilihat cukup jelas pada batas-batas butirnya yang membentuk garis-garis sejajar. Sedangkan strukturmikro pada Gambar 12 dan Gambar 13 masing-masing sudah menampilkan domain tunggal, artinya semua butir-butir sudah mengarah ke satu arah tertentu. Perbedaan pada kedua gambar tersebut adalah dalam hal ukuran butir dan batas butir. Gambar 12 memiliki ukuran butir yang lebih besar dan kontak antar butir kurang rapat dibandingkan dengan Gambar 13. Oleh karena itu, R400 (Gambar 13) memiliki J_c paling tinggi.

Dengan bantuan SEM teramati adanya fasa-211 baik pada R250, R300, R350 maupun pada R400, kecuali

Tabel 2. Faktor S (indeks reliabilitas) dan fraksi massa fasa-123 dan fasa-211 hasil analisis dengan metode *Rietveld* dari data difraksi sinar-x pada pada HPS, R250, R300, R350 dan R400.

Cuplikan	Faktor S	Fraksi massa (%)	
		Fasa-123	Fasa-211
HPS	1,13	100	0
R250	1,15	84,36	15,64
R300	1,16	81,44	18,56
R350	1,14	79,75	20,25
R400	1,27	64,15	35,85

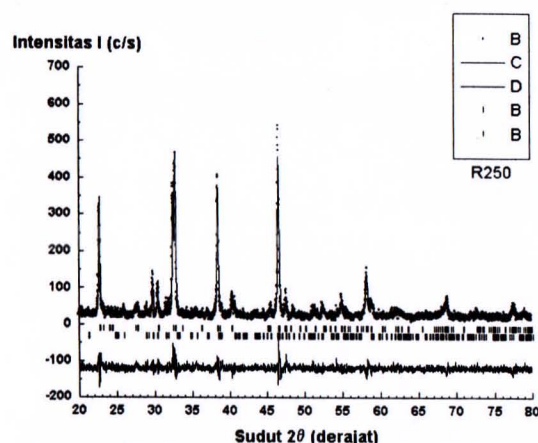
pada HPS. Hal ini akan dikonfirmasi dengan pengukuran difraksi sinar-x (di bawah). Tampak pada gambar strukturmikro tersebut, bahwa fasa-211 belum terdistribusi secara merata pada matriks fasa-123. Seperti telah disinggung pada pendahuluan, homogenitas fasa-211 menjadi syarat tambahan agar J_c tetap tinggi walaupun bahan diaplikasikan di dalam lingkungan bermedan magnet.

Analisis pola difraksi sinar-x dengan metode *Rietveld* [11] 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. Hasil iterasi menunjukkan bahwa semua parameter struktur kristal dan parameter kisi berharga positif dan normal. Faktor hamburan sinar-x dari atom 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 [8].

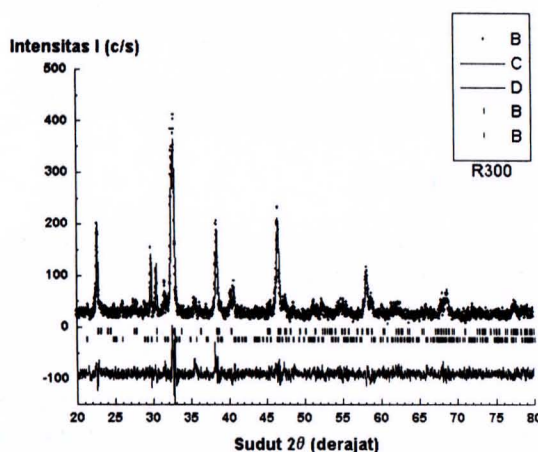
Pola difraksi hasil analisis menunjukkan adanya puncak-puncak yang tidak berimpit dengan profil pola difraksi fasa-123 sedikitnya tiga puncak, yakni pada $2\theta = 23,5^\circ-24,0^\circ$; $28,5^\circ-29,1^\circ$ dan $29,3^\circ-30,0^\circ$. Puncak-puncak asing tersebut bukan dari fasa-211, karena penghalusan profil kalkulasi dengan parameter input fasa-211 tidak cocok. Ketiga puncak asing tersebut kemudian dieliminir, didapat Gambar 19. Indeks reliabilitas dan fraksi massa fasa-123 dan fasa-211 ditunjukkan pada Tabel 2. Penghalusan profil (*profile refinement*) dinilai sangat baik jika faktor $S < 1,3$ [11], dimana S adalah *goodness of fit indicator*. Jadi, pencocokan profil kalkulasi pada fropil observasi sudah memenuhi kriteria sangat baik. Data hasil analisis

Rietveld dan data strukturmikro sama-sama menyatakan tidak adanya fasa-211 di dalam HPS. Jadi, dispersi fasa-211 tidak bisa dilakukan melalui proses *sintering*.

Data difraksi sinar-x dari cuplikan R250, R300, R350 dan R400 dianalisis dengan memasukkan parameter fasa-123 dan fasa-211 dengan menerapkan prosedur analisis yang sama seperti pada HPS. Data hasil analisis menunjukkan bahwa pada keempat cuplikan produk pelelehan tersebut secara dominan terdiri dari fasa-123 dan sisanya fasa-211 sejauh dalam batas-batas ketelitian alat. Hasil analisis ditunjukkan pada Gambar 20, Gambar 21, Gambar 22, Gambar 23, Tabel 2 dan Tabel 3.



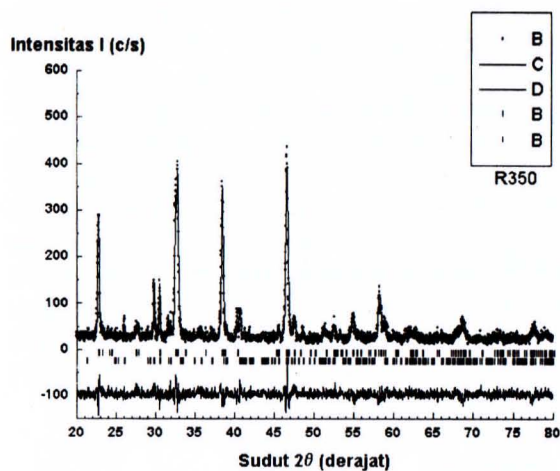
Gambar 20. Profil pola difraksi sinar-X hasil analisis dengan metode *Rietveld* pada R250.



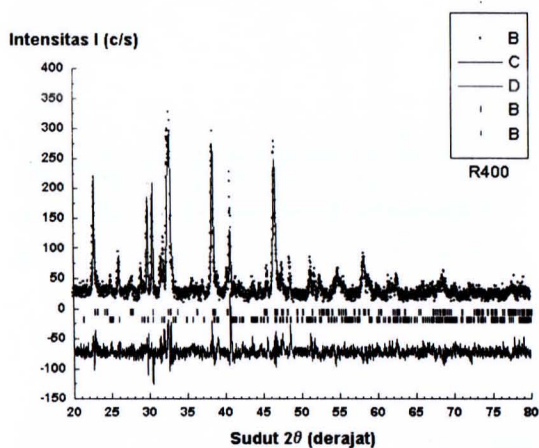
Gambar 21. Profil pola difraksi sinar-X hasil analisis dengan metode *Rietveld* pada R300.

Tabel 3. Parameter kisi (a, b, c) fasa-123 dan fasa-211 pada HPS, R250, R300, R350 dan R400. Angka di dalam kurung adalah nilai kesalahan dikenakan pada angka terakhir di belakang koma.

Cuplikan	Parameter kisi fasa-123			Parameter kisi fasa-211		
	a (Å)	b (Å)	c (Å)	a (Å)	b (Å)	c (Å)
HPS	3,8900(6)	3,8246(4)	11,695(1)	-	-	-
R250	3,8895(6)	3,8253(5)	11,704(1)	12,204(3)	5,665(1)	7,139(1)
R300	3,887(1)	3,827(1)	11,712(5)	12,190(5)	5,665(2)	7,138(3)
R350	3,880(1)	3,823(1)	11,699(3)	12,178(4)	5,658(2)	7,125(2)
R400	3,883(1)	3,828(1)	11,715(3)	12,184(4)	5,657(2)	7,136(2)



Gambar 22. Profil pola difraksi sinar-X hasil analisis dengan metode Rietveld pada R350.



Gambar 23. Profil pola difraksi sinar-X hasil analisis dengan metode Rietveld pada R400.

KESIMPULAN

Penumbuhan fasa-123 dalam keadaan terorientasi ke satu arah dan sekaligus pendispersian fasa-211 di dalam matriks fasa-123 dapat dilakukan dengan proses pelelehan pada 1100°C, kemudian didinginkan secara cepat ke suhu peritektik 1000°C. Semakin cepat laju pendinginan dari suhu leleh ke suhu peritektik, semakin tinggi derajat orientasi kristal fasa-123, semakin rapat kontak antar butir fasa-123 dan pada gilirannya akan semakin tinggi J_c bahan. Dengan laju pendinginan 400°C/jam didapat fasa-123 dalam keadaan terorientasi ke satu arah, rapat arus kritis $J_c = 230 \text{ A/cm}^2$ dan 35,85 % fraksi massa fasa-211 terdispersi di dalam matriks fasa-123. Laju pendinginan 400°C/jam adalah laju tercepat yang bisa dicapai tungku yang ada di laboratorium kami saat ini.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Bapak Kepala Puslitbang IPTEK Bahan, Pimpinan Proyek,

Penanggungjawab Tolok Ukur dan rekan-rekan teknisi yang telah membantu pekerjaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. M. MURAKAMI, *Supercond. Sci. Technol.* **5** (1992) 185.
- [2]. 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.
- [3]. S. JIN, T.H. TIEFEL, R.C. SHERWOOD, R.B. VAN DOVER, M.E. DAVIS, G.W. KAMMLOTT, and R.A. FASTNACHT, *Phys. Rev.* (1988) 7850.
- [4]. K. SALAMA, V. SELVAMANICKAM, L. GAO and K. SUN, *Appl. Phys. Lett.* **54** (1989) 2352.
- [5]. H. HOJAJI, K.A. MICHAEL, A. BARKATT, A.N. THORPE, F.W. MATTHEW, I.G. TALMY, D.A. HAUGHT and S. ALTERESCU, *J. Mater. Res.* **4** (1989) 28.
- [6]. E. SUKIRMAN, WISNU ARI ADI dan SALMAH, *Majalah BATAN*, **XXXIII**(1/2), (2000).
- [7]. WISNU ARI ADI, ENKIR SUKIRMAN, dan DIDIN S. WINATAPURA, *Prosiding Seminar Nasional Penelitian Dasar Ilmu Pengembangan dan Teknologi*, Puslitbang Teknologi Maju, Badan Tenaga Nuklir Nasional, Yogyakarta, (2003).
- [8]. E. SUKIRMAN, Pengaruh Distribusi Kekosongan Oksigen pada Superkonduktivitas $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, *Tesis Magister Program Studi Materials Science*, Fakultas Pascasarjana, Universitas Indonesia, Jakarta, (1991).
- [9]. A.C. ROSE INNES and E.H. RHODERICK, *Introduction to Superconductivity*, Pergamon Press, Oxford, New York, (1969) 14-16.
- [10]. WISNU ARI ADI, ENKIR SUKIRMAN, DIDIN S. WINATAPURA, GRACE TJ. SULUNGBUDI, *Majalah BATAN*, **XXXIV**(1/2), (2001).
- [11]. F. IZUMI, *Rigaku J.*, **6** (1989) 10.