

SINTESIS FASA Tc TINGGI SUPERKONDUKTOR SISTEM (Bi, Pb)-Sr-Ca-Cu-O DENGAN SINTERING ULANG METODE REAKSI PADATAN.

Engkir Sukirman, Lely Susita R. M., Evi Yulianti.
Pusat Penelitian Sains Materi - Badan Tenaga Atom Nasional

ABSTRAK

SINTESIS FASA Tc TINGGI SUPERKONDUKTOR SISTEM (Bi, Pb)-Sr-Ca-Cu-O DENGAN SINTERING ULANG METODE REAKSI PADATAN. Fasa Tc tinggi (FTT) superkonduktor sistem (Bi, Pb)-Sr-Ca-Cu-O telah disintesis menggunakan metode reaksi padatan dengan proses sintering ulang. Oksida Bi_2O_3 , PbO , SrCO_3 , CaCO_3 dan CuO dicampurkan dengan perbandingan mol atom $\text{Bi:Pb:Sr:Ca:Cu} = 1,84:0,34:2:2,03:3,06$. Kalsinasi dilakukan dua kali pada suhu 810°C selama 24 jam. Cuplikan kemudian digerus dan dibuat pelet. Sintering dilakukan pada suhu 851°C dengan periode mulai dari 100, 150 dan 246 jam, periode sintering ulang masing-masing 48 jam. Proses sintesis tanpa kalsinasi dilakukan dengan periode sintering 5 jam pada suhu 810°C dan periode ulangan 17 jam pada suhu 851°C . Pembakaran dilakukan di dalam tungku biasa dengan laju pemanasan dan pendinginan diatur secara manual kira-kira $6^\circ\text{C}/\text{menit}$. Karakterisasi cuplikan dilakukan dengan mengukur susceptibilitas magnetik, analisis pola difraksi sinar-x dan pengamatan foto SEM. Hasil analisis menunjukkan bahwa untuk proses sintesis dengan kalsinasi mendekati 100 % FTT pada semua cuplikan dan terdapat 54 % FTT pada cuplikan yang disintesis tanpa kalsinasi. FTT dapat ditumbuhkan secara efektif dan efisien dengan sintering ulang metode reaksi padatan.

ABSTRACT

SYNTHESIS OF THE HIGH Tc PHASE IN (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O SYSTEM SUPERCONDUCTOR BY RESINTERING PROCESS OF THE SOLID STATE REACTION METHOD. The high Tc phase (HTP) in the (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O system has been synthesized by resintering process of the solid state reaction method. Oxide of Bi_2O_3 , PbO , SrCO_3 , CaCO_3 and CuO were mixed with nominal molar ratio of $\text{Bi:Pb:Sr:Ca:Cu} = 1.84:0.34:2:2.03:3.06$. A mixture was calcined twice at 810°C for 24h. After being pulverized and pressed, the specimens were fired at 815°C for 100h, 150h and 246h each with refiring period of 48h. The firing were carried out in a conventional furnace with heating and cooling rate of around $6^\circ\text{C}/\text{min}$. The specimen synthesized without calcination was fired at 851°C for 5h and repeating period of 17h at the same temperature. The characterization of the specimens were performed by diamagnetic susceptibility measurements, XRD patterns analysis and SEM photographs observation. With these synthesizing procedures, it were obtained a high Tc phase volume fraction almost 100 % and 54 % in the specimens with and without calcination process respectively. The HTP can be grown effectively and efficiently with refiring process of the solid state reaction method.

PENDAHULUAN

Sejak Maeda et.al [1] menemukan superkonduktor sistem oksida Bi-Sr-Ca-Cu, telah banyak dilakukan penelitian untuk mengungkap dan mengenali fasa-fasa yang ada dalam sistem tersebut. Sekarang orang sudah mengenal dengan baik bahwa sistem oksida Bi-Sr-Ca-Cu memiliki dua fasa superkonduktor yang disebut fasa Tc tinggi (FTT) dengan komposisi kimia $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, $T_c \approx 110\text{ K}$ dan fasa Tc rendah (FTR), komposisi kimia $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$, $T_c \approx 80\text{ K}$.

Dalam mensintesis FTT, pendopingan dengan atom Pb terbukti efektif, selain dapat me-

ningkatkan rapat arus kritis J_c dan menurunkan suhu perlakuan panas [2], juga dapat menjaga stabilitas kisi kristal [3]. Telah dilaporkan pula bahwa dengan melebihi jumlah mol atom Ca dan Cu dari harga idealnya, fraksi volume FTT meningkat [4]. Sungguhpun demikian, FTT yang *single phase* masih tetap sulit untuk disintesis, ketunggalan fasanya tidak pernah mencapai angka 100 persen dan memerlukan periode perlakuan panas yang lama biasanya lebih dari satu minggu.

Pada penelitian terdahulu [5] telah disintesis FTT dengan metode reaksi padatan biasa,

yakni terdiri dari urutan proses kalsinasi dan sintering. Pada cuplikan dengan periode sintering 72 jam terdapat 15,9 % FTT dan terdapat 32,8 % FTT pada cuplikan dengan periode sintering 100 jam. Shimono et.al [6] mensintesis FTT melalui proses sintering yang dilakukan dua kali pada suhu 860 °C, tanpa kalsinasi terlebih dahulu dengan laju pemanasan dan pendinginan yang sangat lambat : 0,0018-0,018 °C/menit. Dengan metode ini diperoleh 91% fraksi FTT. Sedangkan Zhou et.al [7] melakukan proses sintering ulang setelah cuplikan dikalsinasi.

Sintering dilakukan pada suhu 850 °C selama 120 jam dan proses ulangnya 48 jam pada suhu sama. Pola difraksi sinar-X dari cuplikan ini menampilkan hampir 100% puncak-puncak difraksi FTT.

Dalam penelitian sekarang, FTT disintesis dengan menerapkan dua kali proses sintering melalui kalsinasi dan tanpa kalsinasi. Proses tanpa kalsinasi dilakukan dengan laju pemanasan dan pendinginan sekitar 6 °C/menit, disesuaikan dengan kemampuan tungku pemanas yang ada. Sedangkan proses sintesis dengan kalsinasi dicoba dengan menerapkan periode sintering yang bervariasi mulai dari 100 jam hingga 246 jam dan periode sintering ulang dibuat tetap 48 jam.

Tujuan penelitian adalah mensintesis fasa Tc tinggi (FTT) sebagai lanjutan penelitian sebelumnya [5]. Dalam penelitian ini disintesis senyawa $\text{Bi}_{1,84}\text{Pb}_{0,34}\text{Sr}_2\text{Ca}_{2,03}\text{Cu}_{3,06}\text{O}_{10+x}$ (8 jumlah mol atom-atom Bi, Pb, Ca dan Cu melebihi dari komposisi ideal, maksudnya agar diperoleh fraksi volume FTT optimal. Fraksi volume FTT dan FTR di dalam cuplikan ditentukan berdasarkan perbandingan tinggi puncak difraksi bidang (002). Metode ini dipilih karena cukup akurat, lebih mudah dan lebih murah dibandingkan metode Rietveld [5].

BAHAN DAN TATA KERJA

Disiapkan cuplikan oksida (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu (BSCCO) dengan perbandingan mol atom penyusun Bi : Pb : Sr : Ca : Cu = 1,84 : 0,34 : 2 : 2,03 : 3,06. Proses pembuatan dilakukan dengan metode reaksi padatan dari bahan baku oksida berupa serbuk : Bi_2O_3 , PbO, SrCO_3 , CaCO_3 dan CuO minimal dengan tingkat kemurnian p.a.

Bahan baku tersebut dicampurkan kemudian digerus di dalam mortar agate kurang lebih 5 jam. Kalsinasi dilakukan dua kali pada suhu $T_k = 810$ °C masing-masing selama 24 jam. Penggerusan setelah kalsinasi dilakukan selama 2 jam dengan mortar agate. Selanjutnya

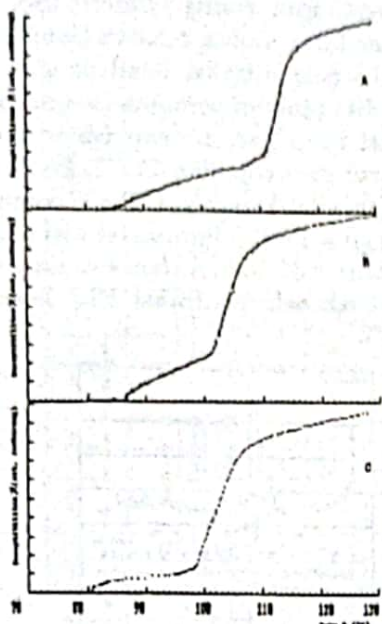
serbuk dimasukkan kedalam alat cetak, kemudian ditekan dengan gaya 8 ton/cm², sehingga diperoleh cuplikan dalam bentuk pelet. Berat tiap pelet rata-rata 3 gram, diameter 1,5 cm. Sintering dilakukan pada suhu $T_s = 851$ °C, dengan periode sintering divariasikan mulai dari 100, 150 dan 246 jam, selanjutnya disebut berturut-turut cuplikan BSC1, BSC2 dan BSC3. Pada saat pemanasan menuju suhu sintering dan pendinginan dari suhu sintering, suhu dijaga tetap pada 600 °C dan 800 °C masing-masing selama 1 jam. Proses sintering ulang dilakukan dengan periode 48 jam pada suhu yang sama dan cara yang sama dengan sintering pertama. Untuk melengkapi data penumbuhan FTT dan FTR, dilakukan proses kalsinasi pada suhu 750 °C, 775 °C, 800 °C, 825 °C dan 850 °C.

Cuplikan yang disintesis tanpa kalsinasi disiapkan dari campuran serbuk yang sama dengan campuran pada proses sebelumnya. Campuran serbuk langsung dicetak menjadi pelet. Dalam percobaan ini disiapkan tiga buah pelet. Pelet pertama, kedua dan ketiga berturut-turut dibakar pada suhu 860 °C, 851 °C dan 810 °C masing-masing selama 5 jam. Penaikan dan penurunan suhu dilakukan secara manual kira-kira dengan laju 6 °C/menit, dengan cara menahan suhu pada 600 °C, 800 °C, 820 °C dan 840 °C masing-masing selama 1 jam.

Pelet yang pertama (yang dibakar pada 860 °C) dan pelet kedua (yang dibakar pada 851 °C) ternyata meleleh, sehingga hanya pelet ketiga yang diteruskan ke tahap sintering yang kedua dan selanjutnya disebut cuplikan BSC4. Sintering kedua dilakukan pada suhu 851 °C selama 17 jam dengan cara menahan suhu pada 600 °C, 800 °C, 820 °C dan 840 °C masing-masing selama 1 jam. Karakterisasi cuplikan dilakukan dengan pengukuran susceptibilitas magnetik, analisis pola difraksi sinar-x dan pengamatan foto SEM cuplikan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Data susceptibilitas magnetik terhadap suhu menampilkan dua transisi fasa dimagnetik (double step). Ini menunjukkan bahwa cuplikan mengandung dua fasa superkonduktor. Transisi pertama, pada suhu antara 120 K - 90 K diduga terjadi karena FFT. Transisi kedua terjadi pada suhu antara 90 K ke bawah adalah akibat adanya FTR dalam cuplikan. Transisi pada suhu rendah kurang begitu jelas karena alat ukur hanya mampu mendeteksi hingga suhu minimum 82 K. Gambar 1 adalah kurva susceptibilitas diamagnetik dari cuplikan BSC1, BSC2



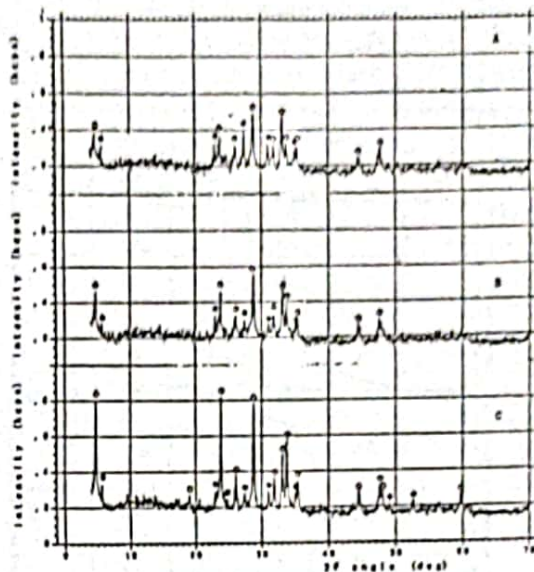
Gambar 1. Kurva suseptibilitas χ terhadap suhu T dari superkonduktor (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O cuplikan BSC1 (A), BSC2 (B) dan BSC3 (C) hasil proses sintering pertama.

dan BSC3. Pengukuran pola difraksi dilakukan untuk mengidentifikasi kedua fasa tersebut secara kualitatif dan kuantitatif, hasil pengukuran ditunjukkan pada Gambar 2.

Hasil penelitian terdahulu [5] menunjukkan bahwa puncak difraksi karakteristik FTT dan FTR berturut-turut muncul pada sudut hamburan $2\theta = 4,7^\circ$ dan $5,7^\circ$, yakni puncak Bragg (002). Perbandingan tinggi dua puncak difraksi tersebut sama dengan perbandingan kandungan FTT dan FTR di dalam cuplikan. Ketiga cuplikan menampilkan puncak difraksi pada $2\theta = 4,705^\circ$ dan $5,681^\circ$.

Jadi ketiga cuplikan benar-benar mengandung dua fasa superkonduktor FTT dan FTR. Persentase kandungan FTT dan FTR ditunjukkan pada Tabel 1, tampak bahwa semakin lama sintering, kandungan FTR semakin menyusut dan FTT meningkat.

Hasil proses sintering ulang menunjukkan bahwa kurva suseptibilitas ketiga cuplikan menampilkan transisi diamagnetik fasa tunggal (Gambar 3), walaupun masih memiliki daerah suhu transisi yang lebar. Melebarnya daerah suhu transisi ini kemungkinan karena belum homogenya kualitas FTT pada butir-butir



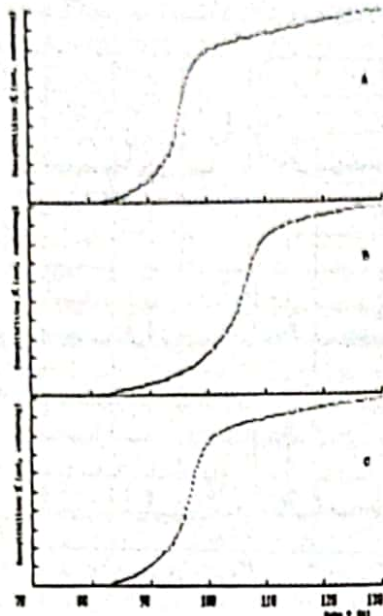
Gambar 2. Pola difraksi sinar-x dari superkonduktor sistem oksida (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu cuplikan BSC1 (A), BSC2 (B) dan BSC3 (C) hasil proses sintering pertama. SIMBOL o : puncak difraksi FTT dan o : puncak difraksi FTR.

Tabel 1. Posisi puncak Bragg 20 (002), intensitas difraksi I (002) dalam cacahan per detik dan persentase kandungan FTT dan FTR di dalam cuplikan sebelum sintering ulang.

Cuplikan	Fasa Tc tinggi (FTT)			Fasa Tc rendah (FTR)		
	20 (002)	I(002)	% fasa	20 (002)	I(002)	% fasa
BSC1	4,705	49	67,1	5,681	24	32,9
BSC2	4,705	90	80,3	5,681	22	19,7
BSC3	4,705	184	86,0	5,681	30	14,0

kristalit dan distribusi suhu di dalam pelet belum merata saat pengukuran.

Puncak difraksi karakteristik FTR pada sudut $2\theta = 5,7^\circ$ juga tidak teranati lagi, baik pada cuplikan BSC1 (Gambar 4A), BSC2 (Gambar 4B) maupun BSC3 (Gambar 4C). Puncak-puncak difraksi yang muncul pada ketiga gambar tersebut sesuai dengan hasil yang diperoleh Shimono [6] dan Zhou [7], dikenali sebagai puncak difraksi FTT. Demikian pula, hasil analisis dengan program RIETAN [9] menunjukkan

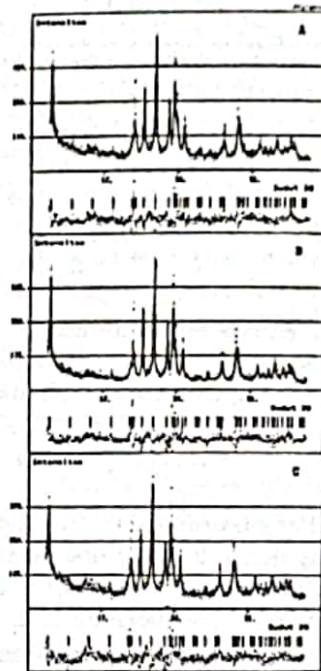


Gambar 3. Kurva suseptibilitas χ terhadap suhu T dari superkonduktor (Bi,Pb)-Sr- Ca-Cu-O cuplikan BSC1 (A), BSC2 (B) dan BSC3 (C) setelah proses sintering ulang.



Gambar 4. Pola difraksi sinar-x dari superkonduktor sistem oksida (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu cuplikan BSC1 (A), BSC2 (B), BSC3 (C), BSC4 (D). 0: Puncak difraksi fasa Tc tinggi (FTT) dan o: Puncak difraksi fasa Tc rendah (FTR).

bahwa ketiga cuplikan memiliki struktur kristal FTT dengan grup ruang $14/mmm$ (No. 139) [10]. Gambar 5A, Gambar 5B dan Gambar 5C adalah profil pola difraksi hasil pengukuran (titik-titik) ditampilkan bersama dengan profil pola difraksi hasil perhitungan (garis malar) berturut-turut dari cuplikan BSC1, BSC2 dan BSC3 dengan nilai kecocokan (the goodness of fit indicator) $S = 1,8$ [9]. Parameter kisi $a = b = 3,817(1)$ Å dan $c = 37,08(1)$ Å. Jadi selama proses sintering ulang, seluruh fraksi FTR berubah menjadi FTT.



Gambar 5. Profil pola difraksi hasil analisis dengan program RIETAN dari BSC1 (A), BSC2 (B) dan BSC3 (C).

Gambar 6 adalah pola difraksi sinar-x dari serbuk bahan baku senyawa (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O setelah kalsinasi pada suhu 750 °C (A), 775 °C (B), 800 °C (C), 825 °C (D) dan 850 °C (E). Tampak bahwa FTR mulai tumbuh pada saat kalsinasi disertai dengan terbentuknya fasa-fasa antara seperti $\text{Bi}(\text{Sr}_{0,6}\text{Ca}_{0,5})\text{O}_2$, $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{CuO}_6$ (fasa-2201) dan Ca_2PbO_4 . Penumbuhan FTR semakin besar dengan meningkatnya suhu kalsinasi, sementara fasa-fasa antara berangsur hilang kecuali Ca_2PbO_4 . Fasa-fasa antara ini berperan mempercepat difusi atom-atom Ca dan Cu ke dalam FTR dan Ca_2PbO_4 adalah fasa antara yang meningkat pembentukan FTT [11].

Pada suhu di atas titik leleh Bi_2O_3 ($T_m = 818$ °C), fraksi FTR tumbuh semakin besar dan mulai terlihat penumbuhan FTT. Hal ini karena



Gambar 6. Pola difraksi sinar-x dari oksida (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu setelah dikalsinasi pada suhu 750 °C (A), 775 °C (B), 800 °C (C), 825 °C (D) dan 850 °C (E) masing-masing selama 24 jam, tampak puncak difraksi karakteristik fasa Tc rendah pada $2\theta = 5, 7^\circ$. O: fasa Tc rendah, o: fasa Tc tinggi, Δ : Fasa 2201, \diamond : CuO, Δ : Ca_2PbO_4 , \circ : $Bi(Sr_{0,5}Ca_{0,5})O_z$.

dengan melelehnya oksida penyusun Bi_2O_3 , memungkinkan terjadinya reaksi difusi padat-cair, sehingga pengintian FTR berlangsung lebih cepat dan meluas. Oleh karena itu jumlah inti FTR yang terbentuk lebih banyak. Namun orang biasanya tidak melakukan kalsinasi pada suhu tinggi, karena selama pelelehan Bi_2O_3 , atom-atom Bi hilang, akibatnya stoikiometri senyawa tidak sesuai lagi. Selama sintering pertama fasa-fasa antara tersebut lenyap dan kemudian FTT muncul secara dominan, sementara FTR masih tetap ada (lihat Gambar 2).

Hasil pengamatan dengan SEM-EDAX pada cuplikan-cuplikan setelah sintering ulang ditunjukkan pada Tabel 2. Tampak pada tabel tersebut bahwa dengan ketelitian $\pm 10\%$, komposisi persen atom yang diukur sesuai dengan persen atom FTT. Foto struktur mikro terdiri dari butiran biasa dan butiran memanjang, ditampilkan pada Gambar 7.

Dengan sintering ulang, fraksi FTT dalam BSC1, BSC2 dan BSC3 menjadi sama besar

Tabel 2. Komposisi persen atom dalam cuplikan hasil pengamatan dengan SEM-EDAX, dibandingkan dengan persen atom dalam FTR dan FTT

Cuplikan	Persen Atom					Keterangan
	Bi	Pb	Sr	Ca	Cu	
FTR	26	6	28	28	43	teoritik
FTT	20	4	21	22	33	teoritik
BSC1	21	3	23	24	28	seluruh butiran
	21	3	23	24	28	
	22	3	24	23	28	
BSC2	21	3	21	24	30	seluruh butiran
	21	2	21	25	30	
	21	2	21	26	30	
BSC3	24	3	25	22	26	seluruh butiran
	23	2	25	21	28	
	23	3	24	22	27	
	23	3	25	23	26	
	27	2	27	20	24	

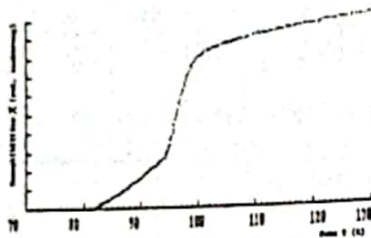


Gambar 7. Foto SEM dari permukaan cuplikan superkonduktor oksida (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu hasil proses sintering pada 851 °C selama 246 jam dan sintering ulang 48 jam

(100%). Padahal sebelum sintering ulang di dalam cuplikan BSC1 baru ada 67,1 % dan dalam BSC3 sudah ada 86,0 % fraksi FTT. Ini berarti bahwa proses sintering ulang memiliki *driving force* (gaya pemicu ?) yang cukup kuat untuk menumbuhkan kristal FTT. Hal ini terjadi karena FTT dan FTR bisa ada dalam butir polikristal yang sama. FTR terkubur di bagian dalam dan FTT berada di bagian luar butir polikristal [12]. Manakala dilakukan penggerusan untuk proses sintering ulang, butir polikristal tersebut pecah, sehingga butir kristal FTT terpisah dari FTR. Penggerusan dan pengompakan

kembali butir-butir kristalit menjadi sama artinya dengan menempatkan butir-butir kristal FTR di dalam lingkungan yang baru. Sehingga ketika butir-butir kristal dibakar kembali, FTR melanjutkan proses transformasinya, mengubah diri menjadi FTT melalui proses difusi atom-atom.

Pola difraksi sinar-x BSC4 (Gambar 4D) menunjukkan bahwa cuplikan ini mengandung dua fasa superkonduktor yakni 54 % FTT dan 46 % FTR. Kurva suseptibilitas BSC4 menampilkan dua transisi fasa diamagnetik (Gambar 8).



Gambar 8. Kurva suseptibilitas terhadap suhu T dari cuplikan superkonduktor (Bi, Pb)-Sr-Ca-Cu-O hasil pembakaran langsung dalam bentuk pelet, pertama pada suhu 810 °C kemudian pada 851 °C berturut-turut selama 5 dan 17 jam.

Cuplikan BSC4 disintesis melalui proses sintering dua kali yakni pada suhu 810 °C dan 851 °C, berturut-turut selama 5 dan 17 jam. Shimono [6] mendapatkan 6 % fraksi FTT pada cuplikan hasil sintering pada suhu 800 °C dan 860 °C dan memperoleh angka 91 % fraksi FTT manakala kedua sintering dilakukan pada 860 °C dengan periode pembakaran masing-masing 5 jam.

DAFTAR PUSTAKA

1. Maeda, H., Tanaka, Y., Fukutomi, M. and Asano, T., Jpn. J. Appl. Phys. 27 (1988) L 209.
2. Kim, S. H., Kim, Y. Y., Lee, S. H. and Kim, K. H., Physica C 196 (1992) 27.
3. Upadhyay, P. L., Rao, S.U.M., Nagpal, K. C. and Sharma, R. G., Mat. Res. Bull. 27 (1992) 109.
4. Hwang, N. M., Bahng, G. W., Moon, H. G. and Park, J.C., Appl. Phys. Lett. 54 (1989) 1588.

Dari data di atas jelas bahwa penumbuhan fasa tunggal FTT bergantung pada suhu dan periode sintering. Hal ini masuk akal karena selama proses sintering, terjadi reaksi difusi atom-atom, laju difusi akan cepat jika suhu reaksi memadai (daerah 840 °C - 865 °C) dan proses difusi akan selesai jika periode waktu yang diberikan mencukupi. Dalam kasus BSC4, sintering pertama dilakukan pada suhu rendah (810 °C), FTT belum tumbuh pada tahap ini.

Jika pembakaran langsung dilakukan dalam bentuk pelet (seperti dilakukan Shimono [6], laju difusi atau perpindahan materi antara butir berjalan lebih cepat. Hal ini bisa terjadi karena butir-butir sudah bersentuhan rapat sekali akibat pengompakan dan perpindahan materi berlangsung melalui difusi padat-cair akibat melelehnya sebagian oksida penyusun. Oleh karena itu proses pengintian FTR, penumbuhan FTT dan penumbuhan FTT juga berlangsung singkat.

KESIMPULAN

Metode reaksi padatan dengan sintering ulang lebih efektif dan efisien untuk penumbuhan fasa Tc tinggi (FTT). Periode sintering 100 jam, 20 jam lebih rendah dari penelitian Zhou [7] dan periode sintering ulang 48 jam, sudah cukup untuk menumbuhkan fasa tunggal FTT. Optimasi periode sintering untuk penumbuhan FTT ini perlu diteliti lebih lanjut.

Penumbuhan FTT dimulai dari proses pengintian FTR, kemudian penumbuhan FTR, selanjutnya penumbuhan FTT dari FTR. Proses pengintian dan penumbuhan FTR terjadi pada saat kalsinasi dan penumbuhan FTT dari FTR berlangsung pada proses sintering.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Sdr. Agus Sunardi yang telah membantu mengukur pola difraksi sinar-x, Ari Handayani atas bantuannya dalam pemotretan struktur mikro cuplikan dan Lab. Elektronika P3FT-LIPI yang telah membantu mengukur suseptibilitas magnetik cuplikan.

5. Engkir Sukirman dan Rina Ramayanti, Analisis kuantitatif fasa superkonduktor (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) dengan metode Rietveld, dipresentasikan pada pertemuan dan presentasi ilmiah penelitian dasar ilmu pengetahuan dan teknologi nuklir di Yogya 26-28 April 1994.
6. Shimono, I., Konishu, H., Kijima, N. and Nagata, S., *J. Cer. Soc. Jpn.* 102 (1994) 606.
7. Zhou, C. J., Li, T. W. and Chen, T. G., *Phys c*179 (1991) 369.
8. Tjia, M. O., Laporan Kemajuan Penelitian RUT-I, Triwulan III Tahun I, Jurusan Fisika ITB, Bandung (1994).
9. Izumi, F., *Rigayu, J.* 6 (1989) 1.
10. Robert M. Hazen, *Crystal Structures of High Temperature Superconductors*, Geophys. Laboratory, Washington USA (1990).
11. Young Lee, S., Suehara, S. and Horiuchi, S., *Physica C*185-189 (1991) 477.
12. Tarascon, J., Le Page, Y., Greene, L. H., Bagley, B. G., Barboux, P., Hwang, D. M., Hull, G. W., Mc Kinnon, W. R. and Giroud, M., *Phys. Rev. B.* (1988) 2504.

DISKUSI

M. Husna Al Hasa:

Mohon penjelasan perhitungan persentase komposisi melalui puncak-puncak pola difraksi. Apakah dilakukan perbandingan terhadap semua puncak dan apakah ini dapat mewakili ?

Engkir Sukirman:

Hasil penelitian terdahulu [5] menunjukkan bahwa persentase fasa dalam superkonduktor sistem (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O, khususnya fasa Tc tinggi dan fasa Tc rendah, cukup dihitung dengan membandingkan tinggi puncak bidang (002) pada $2\theta = 4,7^\circ$ dan $5,7^\circ$