

PENGARUH LAJU PENDINGINAN TERHADAP PEMBENTUKAN FASA-211 DALAM SINTESIS $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ DENGAN METODE MTG

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

Pusat Penelitian dan Pengembangan Iptek Bahan – BATAN

Kawasan Puspipstek, Serpong – Tangerang, 15314

E-mail: dwisnuaa@batan.go.id

ABSTRAK

PENGARUH LAJU PENDINGINAN TERHADAP PEMBENTUKAN FASA-211 DALAM SINTESIS $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ DENGAN METODE MTG. Sintesis superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (fasa-123) dengan metode MTG (Melt Texture Growth) telah dilakukan. Pada saat pendinginan dari $1000^\circ C$ (suhu peritektik) menuju $900^\circ C$, Y_2BaCuO_5 (fasa-211) bereaksi dengan fasa cair ($3BaCuO_2 + 2CuO$) membentuk fasa-123. Dalam eksperimen ini dilakukan lima variasi laju pendinginan, yaitu 5, 8, 10, 12 dan $15^\circ C/jam$, sampel yang diperoleh berturut-turut disebut WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12 dan WS5R15. Kuantitas dan kualitas fasa-fasa di dalam sampel dianalisis dengan metode Rietveld berdasarkan data difraksi sinar-x dan struktur mikro sampel dilihat dengan bantuan mikroskop electron sapuan (SEM). Hasil analisis menunjukkan bahwa kelima sampel masing-masing terdiri dari dua fasa, yakni fasa-123 dan fasa-211 sejauh dalam batas ketelitian alat. WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12 dan WS5R15 berturut-turut mengandung 8,31; 15,23; 20,92; 24,95 dan 26,99 % massa fasa-211. Disimpulkan bahwa laju pendinginan dari suhu peritektik sangat berpengaruh terhadap pembentukan fasa-211, semakin cepat laju pendinginan, semakin berkurang fraksi massa fasa-123 atau semakin bertambah fraksi massa fasa-211 yang terbentuk.

Kata kunci : Superkonduktor, laju pendinginan, fraksi massa.

ABSTRACT

THE EFFECT OF COOLING RATE ON THE 211-PHASE FORMATION IN THE $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ SYNTHESIS USING MTG METHODE. Synthesis of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconductor (123-phase) using MTG (melt texture growth) method has been performed. During cooling from $1000^\circ C$ (peritectic temperature) to $900^\circ C$, Y_2BaCuO_5 (211-phase) has reacted with the liquid phase ($3BaCuO_2 + 2CuO$) and produced 123-phase. In this experiment the samples were cooled at five different rates, namely 5, 8, 10, 12 and $15^\circ C/h$, and identified as WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12, and WS5R15, respectively. The phases qualities and quantities of the samples were analyzed using Rietveld method based on the x-ray diffraction data, and the micro structure of the samples were analyzed by means of Scanning Electron Microscope. The results show that all five samples consist of two phases 123-phase and 211-phase. The 211-phase fraction of WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12, and WS5R15 samples are 8.31, 15.23, 20.92, 24.95, and 26.99 %. From this experiment we concluded that the cooling rate from peritectic temperature affects the 211-phases formation, the faster the cooling rate, the higher of the fraction of 211-phases formation.

Keywords: Superconductor, cooling rate, mass fraction.

PENDAHULUAN

Pada umumnya paduan membeku tidak pada harga suhu tertentu tetapi dalam suatu rentang suhu tertentu. Bahkan setelah menjadi padatan, paduan mungkin sekali masih mengalami perubahan mendasar yang tentu saja akan berpengaruh terhadap sifat-sifat serta penggunaannya. Dengan demikian struktur dan komposisi fasa-fasa yang berada dalam kesetimbangan ketika membentuk paduan dengan komposisi dan suhu tertentu penting untuk diketahui. Sedangkan pada logam murni yang perlu diperhatikan hanya pengaruh suhu terhadap

struktur. Tetapi persoalannya menjadi lebih rumit apabila ada unsur lain yang ditambahkan. Dalam hal ini komposisi menjadi variabel yang harus diperhitungkan, karena atom-atom terlarut akan bercampur dengan atom-atom pelarut membentuk larutan padat primer dengan struktur kristalnya sama seperti logam induk, atau membentuk fasa antara dengan struktur kristal yang berbeda dengan logam murninya [1].

Hal semacam ini terjadi pula pada bahan superkonduktor sistem YBCO. Pada penelitian terdahulu telah berhasil dibuat bahan superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ yang lazim disebut

fasa-123 dengan menggunakan proses pelelehan, diperoleh sampel superkonduktor yang terdiri dari dua fasa, yaitu : fasa-123 dan fasa-211 (Y_2BaCuO_5) [2]. Hal yang serupa terjadi pula pada peneliti lain, mereka melakukan sintesis bahan superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ dengan menggunakan metode *Melt Texture Growth* modifikasi [3].

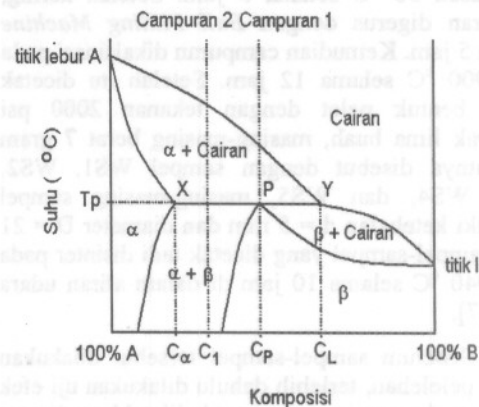
Pada dasarnya, untuk aplikasi praktis keberadaan fasa-211 dengan jumlah tertentu di dalam matriks fasa-123 sangat diperlukan sebagai sumber *pinning* yang dapat meningkatkan harga rapat arus kritis (J_c) bahan tersebut [4,5,6]. Sehingga pembentukan fasa-211 ini di dalam matriks fasa-123 perlu dikontrol. Salah satu cara untuk mengontrol pembentukan fasa-211 adalah dengan menggunakan proses *heat treatment* yang tepat. Dengan meneliti laju pendinginan yang bervariasi dari titik peritektiknya, diharapkan akan diperoleh karakteristik pembentukan fasa-211 di dalam matriks fasa-123.

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari dan mengetahui pengaruh laju pendinginan dari suhu peritektik terhadap pembentukan fasa-211 di dalam matriks fasa-123 pada bahan superkonduktor sistem YBCO. Studi ini diawali dengan pemahaman tentang diagram fasa sistem YBCO, yaitu peta sesaat yang menggambarkan semua fasa dalam kesetimbangan untuk setiap kombinasi suhu dan komposisi.

DASAR TEORI

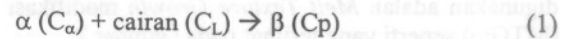
Diagram Fasa Kelarutan Sebagian Dalam Keadaan Padat [1]

Dalam sistem paduan berikut, apabila logam-logam komponen A dan B hanya larut sebagian dalam keadaan padat. Kedua komponen ini memiliki titik lebur jauh berbeda, sehingga cenderung terjadi reaksi peritektik. Diagram tersebut dapat dilihat pada Gambar 1, dimana terlihat sistem terdiri dari enam daerah fasa : cairan, α , ($\alpha + \text{cairan}$), β , ($\beta + \text{cairan}$), dan ($\alpha + \beta$). Larutan primer B dalam A pada fasa padat ditandai oleh larutan α , sedangkan A dalam B oleh larutan β . Batas terbesar kelarutan primer logam yang satu dengan yang lain biasanya adalah pada suhu peritektiknya, dan kelarutan mengalami penurunan sesuai dengan menurunnya suhu.



Gambar 1. Diagram fasa (1)

Sistem peritektik sebagaimana yang terlihat pada Gambar 1, dapat dijumpai pada sistem Ag-Pt. Reaksi peritektik merupakan fenomena yang dijumpai pada diagram-diagram yang lebih rumit, seperti pada sistem Cu-Zn. Campuran 1 dengan komposisi peritektik mulai membeku dengan membentuk kristal α secara kontinu sampai suhu peritektik T_p . Pada tahap ini strukturnya adalah α dengan komposisi C_α dan cairan dengan komposisi C_L . Pada suhu dibawah T_p dengan seketika terjadi reaksi kimia yang mengikuti :



Untuk menyempurnakan reaksi ini, campuran harus berkomporsi peritektik C_p untuk menghasilkan fasa tunggal baru β .

Jika komposisi campuran berada di sebelah kiri komposisi peritektik C_p , misalnya campuran 2, maka pada suhu T_p akan mengandung α lebih banyak dari yang dibutuhkan oleh reaksi di atas. Struktur yang dihasilkan pada pendinginan di bawah T_p akan terdiri dari ($\alpha + \beta$) mengikuti reaksi:



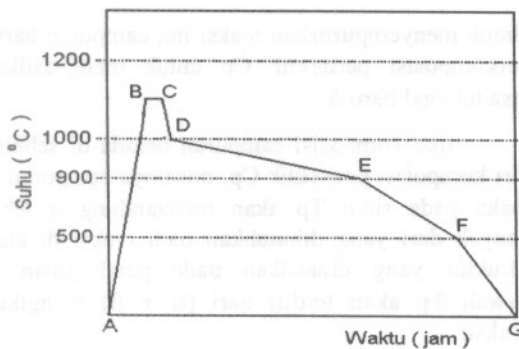
Dan perbandingan masing-masing fasa pada suhu tertentu mengikuti aturan pengungkit (*lever rule*).

BAHAN DAN TATA KERJA

Sampel superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ dibuat melalui reaksi padatan dari pencampuran oksida-oksida penyusun : Y_2O_3 , $BaCO_3$, dan CuO dengan perbandingan stokiometri unsur Y : Ba : Cu = 1 : 2 : 3. Hasil pencampuran tersebut dimasukkan kedalam gelas *pirex* dan ditambahkan 200 ml *etanol*. Kemudian campuran diputar dengan

magnetic stirrer di atas hot plate dengan suhu pemanasan 50 °C selama 5 jam. Setelah kering, campuran digerus dengan *Ball Milling Machine* selama 5 jam. Kemudian campuran dikalsinasi pada suhu 900 °C selama 12 jam. Setelah itu dicetak dalam bentuk pelet dengan tekanan 2000 psi sebanyak lima buah, masing-masing berat 7 gram selanjutnya disebut dengan sampel WS1, WS2, WS3, WS4, dan WS5, masing-masing sampel memiliki ketebalan $d = 5$ mm dan diameter $D = 21$ mm. Sampel-sampel yang dicetak tadi disinter pada suhu 940 °C selama 10 jam di dalam aliran udara biasa [7].

Sebelum sampel-sampel tersebut dilakukan proses pelelehan, terlebih dahulu dilakukan uji efek Meissner dengan cara : sampel diletakkan di atas permukaan magnet permanen SmCo pada suhu nitrogen cair ($T = 77$ K). Apabila sampel melayang di atas permukaan magnet tersebut, berarti bahan tersebut adalah superkonduktor dan begitu sebaliknya. Kualitas dan kuantitas fasa-fasa yang ada di dalam sampel diamati dengan teknik difraksi sinar-x. Alat yang digunakan adalah *Philip Diffractometer, type PW1710*. Pengukuran pola difraksi sampel dilakukan dengan berkas sinar-x dari *Tube anode Cu* dengan panjang gelombang, $\lambda = 1,5406$ Å, tube current : 20 mA, generator voltage : 30 kV, mode: continuous-scan, scan step size : 0,02°, scan step time : 0,5 detik, dan daerah sudut pengukuran 20° - 80°. Kemudian kelima sampel dilakukan proses pelelehan. Metode yang digunakan adalah *Melt Texture Growth* modifikasi (MTGm) seperti yang terlihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik proses pelelehan dengan metode MTGm [3, 4]

Sepanjang garis AB, masing-masing sampel dilelehkan pada suhu 1100 °C dengan laju 450 °C/jam dan ditahan selama 12 menit (garis BC), kemudian didinginkan secara cepat ke suhu 1000 °C dengan laju 450 °C/jam (garis CD). Sepanjang garis DE ini laju pendinginan dilakukan secara lambat (*slow cooling*). Ada lima variasi laju pendinginan yang dilakukan, yaitu : 5 °C/jam, 8 °C/jam, 10 °C/jam, 12 °C/jam, dan 15 °C/jam yang

berturut-turut disebut dengan sampel WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12, dan WS5R15.

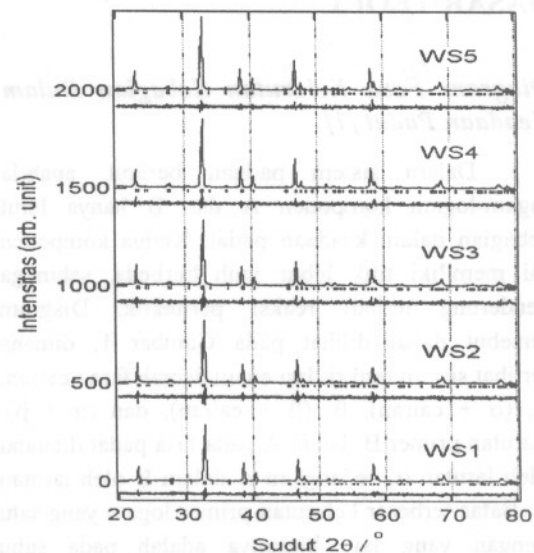
Pengamatan strukturmikro setiap sampel dilakukan dengan bantuan SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan EDAX merek *Philip*. Sedangkan kualitas dan kuantitas fasa-fasa yang ada di dalam sampel hasil proses pelelehan tersebut diamati dengan teknik difraksi sinar-x. Agar diperoleh puncak dengan intensitas yang cukup tinggi maka diperlukan *scan step time* sebesar 1,25 detik. Ketiga karakterisasi tersebut dilakukan di Puslitbang Iptek Bahan - BATAN.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ memiliki struktur kristal ortorombik dengan parameter kisi $a = 3,88293$ Å; $b = 3,82233$ Å; $c = 11,6901$ Å; dan *space group Pmmm* (Vol. I, No. 47). Gambar 3 menunjukkan hasil *refinement* (penghalusan) pola difraksi sinar-x sampel superkonduktor WS1, WS2, WS3, WS4, dan WS5 dengan menggunakan metode *Rietveld* [8].

Tabel 1. Faktor R yang diberikan dari hasil *refinement* dengan metode *Rietveld*

Sampel	R_{WP}	R_P	R_I	R_F	S
WS1	27,66	20,39	13,92	12,11	1,05
WS2	28,08	21,28	15,16	12,28	1,13
WS3	26,71	20,51	14,15	11,23	1,10
WS4	25,63	18,95	12,83	11,22	1,07
WS5	25,62	19,07	11,06	10,16	1,08



Gambar 3. Hasil *refinement* (penghalusan) pola difraksi sinar-x sampel superkonduktor WS1, WS2, WS3, WS4, dan WS5

Hasil analisis pola difraksi sinar-x dengan metode *Rietveld* pada kelima sampel $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ hasil *sintering* memperlihatkan bahwa semua parameter struktur kristal dan parameter kisi berharga positif dan normal. Faktor R relatif cukup kecil seperti yang terlihat pada Tabel 1. Sedangkan faktor hunian atom g_j , parameter kisi a , b , c , dan parameter suhu Q_j berturut-turut ditunjukkan pada Tabel 2 dan 3.

Hasil *refinement* memberikan faktor hunian kation Y^{3+} , Ba^{2+} , Cu^{2+} , dan O^- untuk sampel WS1, WS2, WS3, WS4, dan WS5 adalah sebagai berikut:

Tabel 2. Faktor hunian atom, g_j yang diberikan dari hasil *refinement* dengan metode *Rietveld*

Atom Fasa-123	Faktor hunian atom, g_j				
	WS1	WS2	WS3	WS4	WS5
Y	0,6(1)	0,8(1)	0,8(1)	0,7(1)	0,8(1)
Ba	0,6(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,8(1)	0,9(1)
Cu (1)	0,7(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,7(1)	0,8(1)
Cu (2)	0,6(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,7(1)	0,9(1)
O (1)	0,5(2)	0,63	0,63	0,7(2)	0,8(2)
O (2)	0,04(1)	0,03(3)	0,06	0,06	0,06
O (3)	0,8(2)	0,8(2)	0,8(2)	0,8(2)	1,0
O (4)	0,5(2)	0,6(3)	1,0	0,5(2)	0,7(1)
O (5)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0

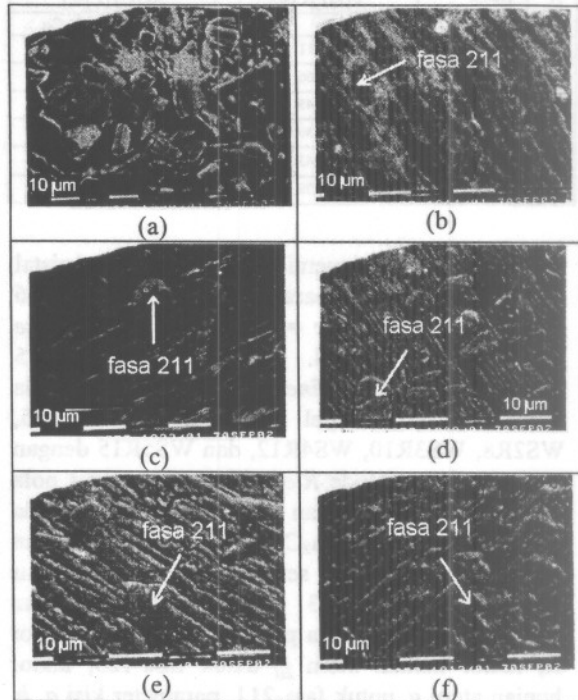
Parameter kisi (a , b , c) dan parameter suhu (Q_j) hasil *refinement* untuk sampel WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12, dan WS5R15 adalah sebagai berikut:

Tabel 3. Parameter kisi (a , b , c) dan parameter suhu (Q_j) hasil *refinement* dengan metode *Rietveld*

Sampel	Parameter kisi Fasa-123			Parameter Suhu Q (\AA^3)
	a (\AA)	b (\AA)	c (\AA)	
WS1	3,8927(6)	3,8283(5)	11,7053(1)	4,0(3)
WS2	3,8861(1)	3,8243(1)	11,6878(1)	1,4(5)
WS3	3,8874(1)	3,8253(1)	11,6940(3)	1,0(4)
WS4	3,8915(6)	3,8288(5)	11,7044(3)	5,3(3)
WS5	3,8923(5)	3,8279(4)	11,7062(1)	8,5(3)

Pada Gambar 3 tersebut tampak pola difraksi hasil analisis menunjukkan adanya puncak-puncak yang berimpit dengan profil pola difraksi fasa-123. Hal ini ditandai dengan harga faktor R yang relatif cukup kecil, dan faktor S bernilai lebih kecil dari nilai standar *Rietveld* ($S_{\text{standar}} = 1,30$). Dengan menggunakan metode *Rietveld* dapat disimpulkan bahwa kelima sampel tersebut memiliki fasa yang relatif sama, yaitu fasa-123. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan atau menormalisir pengaruh impuritas bahan pada saat sampel tersebut dilakukan proses pelelehan. Sehingga diharapkan bahwa pembentukan fasa-211

di dalam matriks fasa 123 ini murni berasal dari pengaruh *heat treatment*.



Gambar 4. Foto SEM superkonduktor sistem YBCO (a) *sintering*, (b) WS1R5, (c) WS2R8, (d) WS3R10, (e) WS4R12, dan (f) WS5R15

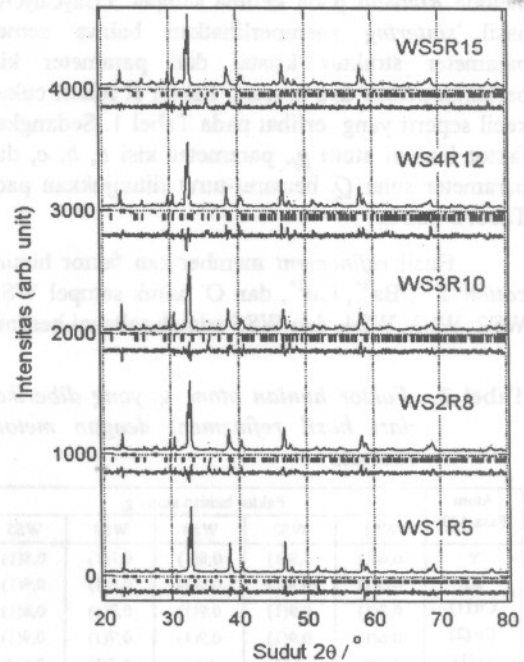
Berdasarkan Gambar 3 tersebut maka masing-masing sampel dilakukan proses pelelehan sesuai dengan Gambar 2. Hasil dari proses pelelehan tersebut kemudian dikarakterisasi terlebih dahulu dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) seperti yang terlihat pada Gambar 4. Ciri yang menonjol dari superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ hasil proses pelelehan ini adalah terbentuknya *partial grain alignment* [2,3,4,9]. Dari Gambar 4 tampak adanya fasa-211 (butiran yang berwarna hijau) di dalam matriks fasa-123 (butiran yang memanjang membentuk garis-garis). Komposisi dari butiran tersebut diukur dengan menggunakan EDAX seperti yang terlihat pada Tabel 4.

Namun hasil yang diperoleh EDAX ini tidak dapat memberikan informasi tentang jumlah prosentase kandungan fasa-211 ini di dalam matriks fasa-123. Untuk itu diperlukan analisis baik kualitatif maupun kuantitatif fasa-fasa yang ada di dalam sampel dengan menggunakan teknik difraksi sinar-x. Metode yang digunakan untuk menganalisis pola difraksi sinar-x tersebut adalah metode *Rietveld*.

Tabel 4. Hasil pengukuran dalam persen unsur dengan menggunakan EDAX

N O	Nama Smpl	Kandungan					
		Fasa-123 (%)			Fasa-211 (%)		
		Y	Ba	Cu	Y	Ba	Cu
1.	Sintering	17,56	34,11	48,33	-	-	-
2.	WS1R5	19,45	33,66	47,89	53,63	25,67	20,70
3.	WS2R8	18,41	34,45	47,13	52,59	26,04	21,37
4.	WS3R10	17,91	33,36	48,73	58,68	23,98	17,35
5.	WS4R12	19,83	34,43	45,74	57,64	24,63	17,73
6.	WS5R15	17,33	34,78	47,89	52,65	24,75	22,60

Y_2BaCuO_5 memiliki struktur kristal ortorombik dengan parameter kisi $a = 12,18026 \text{ \AA}$, $b = 5,65933 \text{ \AA}$, $c = 7,13194 \text{ \AA}$, dan *space group* $Pnma$ (Vol. I, No. 62). Gambar 5 menunjukkan hasil *refinement* (penghalusan) pola difraksi sinar-x sampel superkonduktor WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12, dan WS5R15 dengan menggunakan metode *Rietveld*. Hasil analisis pola difraksi sinar-x dengan metode *Rietveld* pada kelima sampel $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ hasil pelelehan menunjukkan bahwa semua parameter struktur kristal baik fasa-123 maupun fasa-211 dan parameter kisi berharga positif dan normal. Faktor R, faktor hunian atom g_j untuk fasa-123, faktor hunian atom g_j untuk fasa-211, parameter kisi a , b , c dan parameter suhu Q_p , dan fraksi massa fasa-123 dan fasa-211 berturut-turut ditunjukkan pada Tabel 5, 6, 7, 8, dan 9.



Gambar 5. Hasil *refinement* (penghalusan) pola difraksi sinar-x sampel superkonduktor WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12, dan WS5R15

Tabel 5. Faktor R yang diberikan dari hasil *refinement* dengan metode *Rietveld*

Sampel	R_{WP}	R_P	Fasa-123		Fasa-211		S
			R_I	R_F	R_I	R_F	
WS1R5	18,15	14,16	8,48	6,25	20,90	9,90	1,31
WS2R8	18,59	14,49	13,08	8,12	19,98	10,12	1,37
WS3R10	21,20	16,33	13,50	6,26	15,61	8,61	1,57
WS4R12	20,44	16,30	15,98	9,61	16,47	10,67	1,52
WS5R15	17,22	13,44	11,11	7,36	14,00	7,89	1,30

Hasil *refinement* memberikan faktor hunian cation Y^{3+} , Ba^{2+} , Cu^{2+} , dan O untuk fasa-123 pada sampel WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12, dan WS5R15 sebagai berikut:

Tabel 6. Faktor hunian atom, g_j yang diberikan dari hasil *refinement* dengan metode *Rietveld*

Atom Fasa-123	Faktor hunian atom, g_j				
	WS1R5	WS2R8	WS3R10	WS4R12	WS5R15
Y	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)
Ba	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)
Cu (1)	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,8(1)
Cu (2)	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)	1,0
O (1)	0,63	0,63	0,63	0,63	0,63
O (2)	0,2(1)	0,06	0,01(7)	0,06	0,9(1)
O (3)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
O (4)	1,0	1,0	1,0	1,0	0,8(2)
O (5)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0

Hasil *refinement* memberikan faktor hunian cation Y^{3+} , Ba^{2+} , Cu^{2+} , dan O untuk fasa-211 pada sampel WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12, dan WS5R15 sebagai berikut:

Tabel 7. Faktor hunian atom, g_j yang diberikan dari hasil *refinement* dengan metode *Rietveld*

Atom Fasa-211	Faktor hunian atom, g_j				
	WS1R5	WS2R8	WS3R10	WS4R12	WS5R15
Y (1)	0,9(1)	0,9(1)	1,0	0,9(1)	0,9(1)
Y (2)	0,9(1)	1,0	0,9(1)	1,0	0,9(1)
Ba	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)	0,9(1)
Cu	0,9(1)	0,5(2)	0,9(1)	0,9(1)	0,5(1)
O (1)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
O (2)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
O (3)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0

Parameter kisi (*a*, *b*, *c*) dan parameter suhu (*Q*_{*i*}) hasil *refinement* untuk sampel WS1R5,

WS2R8, WS3R10, WS4R12, dan WS5R15 adalah sebagai berikut:

Tabel 8. Parameter kisi (*a*, *b*, *c*) dan parameter suhu (*Q*_{*i*}) hasil *refinement* dengan metode Rietveld

Sampel	Fasa-123			<i>Q</i> (Å ²)	Fasa-211			<i>Q</i> (Å ²)
	<i>a</i> (Å)	<i>b</i> (Å)	<i>c</i> (Å)		<i>a</i> (Å)	<i>b</i> (Å)	<i>c</i> (Å)	
WS1R5	3,886(1)	3,818(1)	11,681(4)	1,0(7)	12,217(6)	5,688(2)	7,106(8)	0,9(1)
WS2R8	3,883(1)	3,820(1)	11,689(4)	0,6(4)	12,197(9)	5,652(4)	7,135(5)	2,1(3)
WS3R10	3,882(1)	3,819(1)	11,676(4)	1,0(1)	12,185(9)	5,656(4)	7,127(3)	1,0(4)
WS4R12	3,889(1)	3,818(1)	11,707(1)	0,5(8)	12,185(5)	5,661(2)	7,140(1)	0,6(5)
WS5R15	3,882(1)	3,816(1)	11,686(3)	0,1(8)	12,179(5)	5,654(2)	7,127(2)	3,9(1)

Hasil *refinement* jumlah fraksi massa fasa-123 dan fasa-211 yang ada di dalam sampel WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12, dan WS5R15 adalah sebagai berikut:

Tabel 9. Fraksi massa fasa-123 dan fasa-211 yang ada di dalam sampel

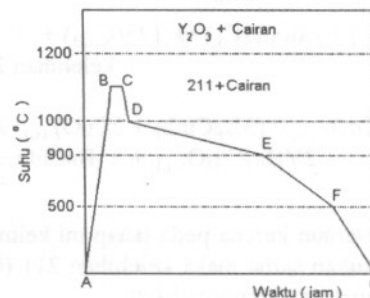
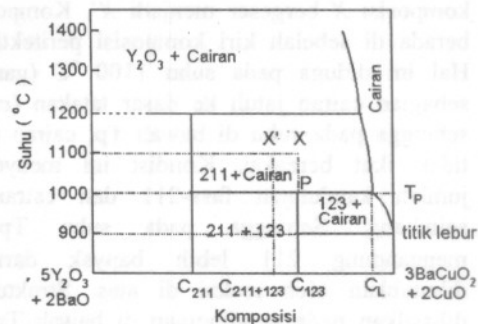
Sampel	Fraksi massa fasa-123 (%)	Fraksi massa fasa-211 (%)
WS1R5	91,69	8,31
WS2R8	84,77	15,23
WS3R10	79,08	20,92
WS4R12	75,05	24,95
WS5R15	73,01	26,99

Pada Gambar 5 tersebut tampak pola difraksi hasil analisis menunjukkan adanya puncak-puncak yang berimpit dengan profil pola difraksi fasa-123 dan fasa-211. Hal ini ditandai dengan harga faktor *R* yang relatif cukup kecil (Tabel 5). Sedangkan pada Tabel 7 terlihat bahwa nilai faktor hunian *cation* tersebut mendekati satu. Hal ini berarti bahwa titik-titik tempat (*site cation-cation*) hampir terisi penuh (100%). Jadi fasa-123 dan fasa-211 hampir terbentuk secara sempurna. Parameter kisi *a*, *b*, dan *c* dihitung hingga ketelitian tiga angka di belakang koma (Tabel 8). Tampak bahwa nilai parameter kisi tersebut mendekati nilai dari parameter kisi fasa-123 dan fasa-211 standar. Jumlah fraksi massa fasa-123 dan fasa-211 yang ada di dalam sampel dihitung hingga ketelitian dua angka di belakang koma (Tabel 9). Untuk itu dengan menggunakan metode *Rietveld* dapat disimpulkan bahwa kelima sampel tersebut terdiri dari dua fasa yaitu : fasa-123 dan fasa-211.

Pada Gambar 5 terlihat bahwa pembentukan fasa-211 di dalam matriks fasa-123 semakin banyak dengan meningkatnya laju pendinginan dari titik peritektiknya. Pembentukan fasa-211 ditandai dengan munculnya puncak-puncak pada sudut 29,82° dan 30,51°. Puncak-puncak ini merupakan puncak tertinggi dari fasa-211 berturut-turut pada bidang {131} dan {211}. Hal ini dapat dijelaskan

berdasarkan kesetimbangan diagram fasa sistem YBCO dan diagram proses pelelehan (metode *melt texture growth* modifikasi) yang dilakukan seperti terlihat pada Gambar 6.

Gambar 6(a) merupakan kesetimbangan diagram fasa sistem YBCO, yaitu peta sesaat yang menggambarkan semua fasa dalam kesetimbangan untuk setiap kombinasi suhu dan komposisi. Gambar 6(b) merupakan diagram proses pelelehan yang dilakukan.



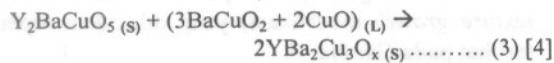
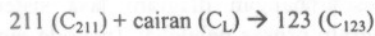
Gambar 6. (a) Diagram fasa pseudobinary dari sistem YBCO [4].

(b) Diagram proses pelelehan dengan metode MTG modifikasi [3, 4].

Dalam sistem berikut, komponen 5Y₂O₃ + 2BaO dan 3BaCuO₂ + 2CuO hanya larut sebagian dalam keadaan padat. Kedua komponen ini memiliki titik lebur yang jauh berbeda, sehingga cenderung terjadi reaksi peritektik. Pada Gambar

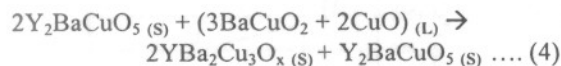
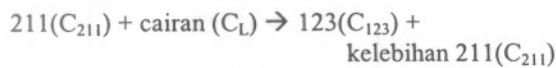
6(a) tampak sistem ini terdiri dari tujuh daerah fasa : cairan, $3\text{BaCuO}_2 + 2\text{CuO}$, $5\text{Y}_2\text{O}_3 + 2\text{BaO}$, (123 + cairan), (211 + cairan), (Y_2O_3 + cairan), dan (211 + 123).

Pada garis BC (Gambar 6(b)), campuran X dengan komposisi peritektik (C_{123}) mulai membeku dengan membentuk kristal 211 secara kontinu sampai suhu peritektik T_p (titik D). Pada tahap ini strukturnya adalah 211 dengan komposisi C_{211} dan cairan dengan komposisi C_L . Pada suhu dibawah T_p (garis DE) dengan seketika terjadi reaksi kimia yang serupa dengan persamaan reaksi (1), yaitu :

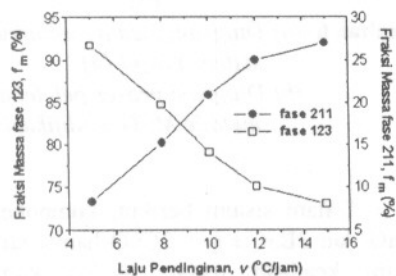


Untuk menyempurnakan reaksi ini, campuran harus berkomposisi peritektik C_{123} sehingga menghasilkan fasa tunggal baru 123.

Namun pada kenyataannya, hasil yang diperoleh dari eksperimen ini menunjukkan bahwa komposisi X bergeser menjadi X' . Komposisi ini berada di sebelah kiri komposisi peritektik C_{123} . Hal ini diduga pada suhu 1100°C (garis BC) sebagian cairan jatuh ke dasar tatakan (*crucible*) sehingga pada suhu di bawah T_p , cairan tersebut tidak ikut bereaksi. Kondisi ini menyebabkan jumlah kandungan fasa-211 dan cairan tidak seimbang. Sehingga pada suhu T_p akan mengandung 211 lebih banyak dari yang dibutuhkan oleh reaksi di atas. Struktur yang dihasilkan pada pendinginan di bawah T_p terdiri dari (211 + 123) mengikuti reaksi :



Namun karena pada tahap ini kelima sampel diperlakukan sama maka kelebihan 211 (C_{211}) juga dianggap sama (ternormalisir).



Gambar 7. Kurva laju pendinginan terhadap pembentukan Fasa-123 dan 211

Pada Gambar 7 menunjukkan bahwa laju pendinginan di bawah suhu T_p mempengaruhi pembentukan fasa-123 dan fasa-211. Artinya semakin cepat laju pendinginan (v) maka semakin berkurang fraksi massa (f_m) fasa-123 yang terbentuk. Hal ini terjadi karena kurun waktu yang dibutuhkan untuk menyempurnakan reaksi (3) pada suhu di bawah T_p tidak tercapai. Dengan kata lain bahwa tingkat kesempurnaan reaksi tersebut dipengaruhi oleh laju pendinginan di bawah suhu T_p .

Berdasarkan teori bahwa proses pembekuan terjadi melalui mekanisme nukleasi dan pertumbuhan. Nukleus-nukleus kecil terbentuk secara merata di seluruh cairan, kemudian tumbuh sampai akhirnya seluruh volume menjadi padatan. Selama proses pembekuan, nukleus-nukleus (inti) tumbuh dengan cepat menurut arah kristalografi tertentu, sehingga menyebabkan terbentuknya kristal-kristal bercabang panjang yang disebut dendrit. Hal tersebut seperti ditunjukkan pada foto SEM (Gambar 4). Pertumbuhan dendrit terhenti bila terjadi kontak dengan dendrit bersebelahan yang juga tumbuh, lalu cairan yang tersisa membeku pada rongga-rongga di antara cabang-cabang dendrit. Setiap permukaan kontak bertindak sebagai batas antara dua kristal, sehingga dengan demikian tiap inti akan membentuk kristal atau butirnya sendiri yang oleh batas butir dipisahkan dari sesama butir yang lain [1, 10].

Selama proses pendinginan pada suhu di bawah T_p ($1000^\circ\text{C} - 900^\circ\text{C}$) campuran X yang membentuk kristal 211 akan bereaksi dengan cairan dengan komposisi C_L membentuk fasa-123. Namun karena waktu yang diperlukan tidak tercapai maka pada suhu 900°C cairan yang tersisa membeku pada rongga-rongga di antara butir-butir kristal baik fasa-123 maupun fasa-211. Sehingga pada akhir proses diperoleh tiga buah padatan, yaitu fasa-123, fasa-211, dan cairan yang membeku. Prosentase cairan yang membeku tadi sangat sedikit maka hasil pola difraksi yang diperoleh untuk puncak-puncak cairan ini tidak dapat dianalisis (sejauh dalam batas-batas ketelitian alat). Dugaan ini dapat dikonfirmasi berdasarkan hasil *refinement* (penghalusan) pola difraksi sinar-x sampel superkonduktor WS1R5, WS2R8, WS3R10, WS4R12, dan WS5R15 dengan menggunakan metode *Rietveld* di atas. Pembentukan fasa-211 ini berasal dari pengaruh laju pendinginan dan adanya kelebihan fasa-211 sebelumnya, diperlihatkan pada Gambar 7.

Pada Gambar 7 terlihat juga bahwa pembentukan baik fasa-123 maupun 211 diduga mengalami kondisi saturasi pada saat laju pendinginan ditingkatkan. Dengan kata lain bahwa

semakin cepat laju pendinginan maka harga df_m/dv semakin kecil. Artinya semakin cepat laju pendinginannya maka baik tingkat kenaikan pembentukan fasa-211 maupun tingkat penurunan pembentukan fasa-123 semakin kecil.

KESIMPULAN

Superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (fasa-123) telah dibuat berdasarkan proses pelelehan dengan menggunakan metode *Melt Texture Growth* modifikasi (MTGm). Dengan teknik pendinginan lambat dari suhu peritekti T_p (suhu 1000 °C menuju 900 °C), Y_2BaCuO_5 (fasa-211) bereaksi dengan cairan ($3BaCuO_2 + 2CuO$) membentuk fasa-123. Laju pendinginan di bawah suhu T_p sangat mempengaruhi proses pembentukan fasa-123 ini. Semakin cepat laju pendinginan (v) maka semakin berkurang fraksi massa (f_m) fasa-123 dan semakin bertambah fraksi massa (f_m) fasa-211 yang terbentuk. Namun pembentukan baik fasa-123 maupun 211 diduga mengalami kondisi saturasi (harga df_m/dv semakin kecil) pada saat laju pendinginan ditingkatkan. Artinya semakin cepat laju pendinginannya maka baik tingkat kenaikan pembentukan fasa-211 maupun tingkat penurunan pembentukan fasa-123 semakin kecil.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Drs. Gunandjar, S.U. selaku Kepala Puslitbang Iptek Bahan atas dukungannya dalam kegiatan ini, kepada DR. Ridwan selaku Kepala Bidang Bahan Maju P3IB BATAN yang telah memberikan kesempatan untuk penelitian, kepada mendiang DR. Wuryanto, APU atas perjuangannya membangun kelompok Superkonduktor, Dra. Grace Tj. Sulungbudi, M.Sc. selaku anggota kelompok superkonduktor dan semua pihak yang telah membantu dalam kelancaran penulisan makalah ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. SMALLMAN, R.E., *Metalurgi Fisik Modern*, Edisi ke-4, PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta, hal. 94 – 120, 1991.
2. SUKIRMAN, E., WISNU, A.A., SALMAH, *Majalah BATAN*, Vol. XXXIII, No. 1 / 2, (Januari/Juli 2000), hal. 31 – 45.
3. DIDIN S. WINATAPURA, WISNU ARI ADI, GRACE TJ. SULUNGBUDI, ENKIR SUKIRMAN, *Prosiding Pertemuan Ilmiah*

Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan 2002, ISSN 1411-2213, Serpong, 22-23 Oktober 2002, hal. 168-172.

4. MURAKAMI, M., *Supercond. Sci. Technol.* 5 (1992) 185-203.
5. CHOI, C.H., HAN, S.H., ANDRIKIDIS, C., ZHAO, Y., *Physica C* 282-287, pp. 2123-2124, 1997.
6. WISNU ARI ADI, E. SUKIRMAN, DIDIN S.W., GRACE Tj. S. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Volume 3, No. 1, Oktober 2001, ISSN 1411-1098, Pusat Penelitian dan Pengembangan Iptek Bahan, BATAN, hal. 38-44.
7. SUKIRMAN, E., Pengaruh Distribusi Kekosongan Oksigen pada Superkonduktivitas $YBa_2Cu_3O_7$, Thesis Master Fakultas Pasca Sarjana Universitas Indonesia, 1991.
8. IZUMI, F., *Manual RIETAN – 1994, The Rietveld Method*, ed. by R. A. Young, Oxford University Press, Oxford, 1993.
9. WISNU ARI ADI, E. SUKIRMAN, DIDIN S. W., GRACE TJ. S., M. RIFAI M., DAN RIDWAN, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, Volume 3, No. 3, Juni 2002, ISSN 1411-1098, Pusat Penelitian dan Pengembangan Iptek Bahan, BATAN, hal. 9-14.
10. RANDAL M. GERMAN, *Powder Metallurgy Science, 2nd edition, Metal Powder Industries Federation, New Jersey, page 27-79, 1994.*

TANYA JAWAB

Taxwim

Hasil tersebut akan diaplikasikan untuk apa dan bagaimana untuk perkembangan mikro elektronik.

Wisnu Ari Adi

Hasil diharapkan dapat diterapkan dalam prototipe fault current limiter (FCL) untuk pembuatan arus. FCL ini sangat berguna dan sesuai dengan land mark BATAN tentang PLTN.

Pada saat ini kelompok kami sedang mengembangkan miniatur FCL yang tentunya berkaitan dengan sebuah rangkaian elektronik.

Damunir

Apakah proses ini sudah sampai pada proses gelasi kedalam stadium tertentu.

Wisnu Ari Adi

Belum, proses yang sekarang digunakan adalah solid state reaction yaitu dengan mencampurkan beberapa oksida yaitu Y_2O_3 , $BaCO_3$ dan CuO dengan komposisi stoikhiometri unsur $Y:Ba:Cu=1:2:3$. Proses kimia yang pernah dilakukan adalah metode sol gel yaitu dengan mencampurkan bahan nitrat : Y -nitrat, Barium nitrat dan Cu -nitrat dengan komposisi 1:2:3, kemudian ditambahkan dengan etilenglikol dan asam aksalat.

Aslina Br. Ginting

Dengan berubahnya senyawa $YBa_2CO_3O_{7-x}$ menjadi $C_{211+123}$ akan merubah komposisi, apakah pengaruh pada sifat kimia dan fisiknya.

Apa yang diharapkan dengan terjadinya perubahan senyawa $YBa_2CO_3O_{7-x}$ menjadi fasa-211

Apa guna dari senyawa $C_{211+123}$

Wisnu Ari Adi

Pengaruh perubahan komposisi pada hasil akhir proses penelitian ini (MTG) adalah senyawa yang terbentuk terdiri dari 2 fase, yaitu fase-211 dan fase-123 sehingga kemungkinan terjadinya sifat mekanik akan berkurang. Apabila prosentase fase 211 cukup banyak menyebabkan sifat fisis akan berubah dari super konduksi menjadi resistif.

Diperoleh komposisi campuran fasa 211 dan fasa 123 yang optimal.

Komposisi campuran fasa 211 dan 123 yang optimal akan dihasilkan jumlah rapat arus lintas yang cukup tinggi.