

**PENGARUH PENAMBAHAN ND PADA PEMBENTUKAN FASE BI-2212 :  
(Bi<sub>1.63</sub>Pb<sub>0.37</sub>) Sr<sub>1.6</sub>Ca<sub>2.25</sub>Cu<sub>3.15</sub>O<sub>y</sub> + Nd<sub>x</sub>**

**P. Suardana<sup>1\*</sup>, I G A. Putra Adnyana<sup>1</sup>, M. Sumadiyasa<sup>1</sup>**

<sup>2</sup>*Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Universitas Udayana, Kampus Bukit Jimbaran, Badung, Bali Indonesia 80361.*

Email : [suardana@unud.ac.id](mailto:suardana@unud.ac.id)

**Abstrak**

Telah dilakukan penelitian terkait dengan penambahan Nd pada pembentukan fase 2212 pada superkonduktor sistem BPSCCO : (Bi<sub>1.63</sub>Pb<sub>0.37</sub>) Sr<sub>1.6</sub>Ca<sub>2.25</sub>Cu<sub>3.15</sub>O<sub>y</sub> + Nd<sub>x</sub>. Sampel dibuat dengan metoda reaksi padatan dengan suhu sintering 830 °C selama 27 jam. Pengukuran XRD menunjukkan bahwa sampel telah memperlihatkan terbentuknya fase (Bi,Pb)-2212 dengan kekristalan yang sangat baik (FWHM < 0,25<sup>o</sup>). Diperoleh bahwa fraksi volume fase (Bi,Pb)-2212 yang terbentuk adalah bertambah dengan semakin besarnya Nd. Fraksi volume tertinggi 94,11% diperoleh pada sampel dengan x = 0,050. Pengukuran resistivitas sebagai fungsi suhu dengan metoda 4-titik elektroda ditunjukkan bahwa sampel belum memperlihatkan T<sub>c0</sub>, tetapi telah memperlihatkan T<sub>c<sub>on-set</sub></sub> ~ 81K. Penambahan Nd tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap T<sub>c<sub>on-set</sub></sub>.

**Kata Kunci** : superkonduktor, fraksi volume fase (Bi,Pb)-2212, Penambahan Nd, T<sub>c<sub>on-set</sub></sub>

**Abstract**

*Has conducted research related to the addition of Nd on formation 2212 phase of superconductor system BPSCCO : (Bi<sub>1.63</sub>Pb<sub>0.37</sub>) Sr<sub>1.6</sub>Ca<sub>2.25</sub>Cu<sub>3.15</sub>O<sub>y</sub> + Nd<sub>x</sub>. The samples prepared by solid state reaction method with sintering temperature of 830 °C for 27 hours. XRD measurements revealed that the samples have shown the formation (Bi, Pb)-2212 phase with a good crystallinity (FWHM < 0.25<sup>o</sup>). Provided that the volume fraction of (Bi, Pb)-2212 phase formed increases with increasing of addition of Nd. The highest volume fraction of 94.11% was obtained on the sample with the fraction of x = 0.050. The measurements of resistivity as a function of temperature with 4-point electrode method revealed that the samples have not shown the T<sub>c0</sub>, but it have shown T<sub>c<sub>on-set</sub></sub> ~ 81K. The addition of Nd does not have a significant influence on the T<sub>c<sub>on-set</sub></sub>.*

**Key Words** : superconductor, volume fraction of (Bi,Pb)-2212 phase, addition of Nd, T<sub>c<sub>on-set</sub></sub>

**I. PENDAHULUAN**

Superkonduktor menghantarkan arus listrik tanpa mengalami hambatan, arus listrik tidak kehilangan energi sama sekali. Karena sifatnya yang demikian tersebut

superkonduktor sangat berpotensi digunakan dalam bidang penyediaan energi listrik dan transportasi energi listrik, industri manufaktur elektronik, mikroprosesor, sensor. Apalagi dengan telah ditemukan

bahan superkonduktor dari bahan keramik yang dapat bersifat superkonduktif pada suhu ~110 K (lebih besar dari titik didih nitrogen cair, 77 K).

Sekarang banyak dilakukan penelitian baik dari aspek teoritis, pembuatan superkonduktor ber-Tc tinggi (~300 K), maupun aplikasinya. Untuk kepentingan aplikasi, yang menjadi perhatian utama dalam penelitian bahan superkonduktor adalah hal yang terkait dengan suhu kritis (Tc), rapat arus kritis (Jc), dan sifat-sifat magnetiknya.

Salah satu superkonduktor ber-Tc tinggi (>77 K) adalah superkonduktor sistem BSCCO. Superkonduktor ini memiliki dua lapisan BiO yang mana dapat diformulasikan sebagai  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_z$  dengan  $n=1,2,3$ . dan telah disintesis dengan baik (Chu *et al.* 1997, Maple 1998). Untuk kasus  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_z$  dengan  $n=2$ , yaitu fase (Bi,Pb)-2212, peningkatan Jc dan ketahanannya di dalam medan magnet luar dapat dilakukan dengan memberikan/memperkuat pinning (*pinning strength*) pada superkonduktor. Misalnya substitusi Pb untuk menggantikan sebagian kation Bi di dalam kristal (Bi,Pb)-2212 dapat memberikan peningkatan rapat arus Jc (Darminto, 2002).

Berdasarkan hasil penelitian yang telah kami lakukan, untuk fase Bi-2223, telah dilakukan penggantian sebagian Ca dengan Nd secara langsung dengan mengambil komposisi  $(\text{Bi}_{1.4}\text{Pb}_{0.6})\text{Sr}_2(\text{Ca}_{2-x}\text{Nd}_x)\text{Cu}_3\text{O}$  (Wiraduarsa, 2003, Sumadiyasa, 2008, Tengah, 2008). Dengan menggunakan metode reaksi padatan, diperoleh sampel yang masih bersifat polikristal. Fraksi volume fase Bi-2223 yang terbentuk di bawah 45% masih didominasi oleh fase (Bi,Pb)-2212 ber-Tc rendah dan sedikit fase non-superkonduktif pada sampel.

Pengukuran resistivitas sebagai fungsi suhu terutama untuk sampel dengan Nd,  $x = 0,15$  pada suhu > 77 K memperlihatkan adanya “ekor”, sedangkan suhu kritis resistivitas nol ( $T_{c0}$ ) tidak tampak, tetapi mulai tampak adanya dua suhu (*on-set*) transisi ( $T_{c\text{on-set}}$ ), yaitu pada suhu 88 K dan 107 K. Hal ini mengindikasikan adanya dua fase superkonduktif ber-Tc tinggi, yaitu fase (Bi,Pb)-2212 dengan Tc ~ 82 K dan fase Bi-2223 dengan Tc~110 K.

Pada tulisan ini dilaporkan hasil penelitian penambahan Nd tanpa adanya pengurangan terhadap kation-kation yang lain. Hal ini dilakukan dengan mempertimbangkan keberhasilan Sarun dkk. untuk peningkatan Jc dari superkonduktor fase (Bi,Pb)-2212 dengan memperkuat kopling Josephson antara lapisan Cu-O, yaitu dengan penambahan Y :  $(\text{Bi}_{1.7}\text{Pb}_{0.6}\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{Y}_x\text{O}_8$  (Sarun *et al.*, 2009). Dengan cara ini diharapkan tidak terjadi pergantian Ca oleh Nd sehingga tidak terjadi perubahan struktur kristal. Nd diharapkan menyisip dan berperan sebagai *pinning* terhadap medan magnet.

## II. EKSPERIMEN

### 2.1. Sintesis

Bahan superkonduktor dibuat dari bahan kimia  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (Aldrich, 99.9+%),  $\text{PbO}$  (Aldrich, 99.9+%),  $\text{SrCO}_3$  (Aldrich, 99.995%),  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (Aldrich, 99.999%),  $\text{CaCO}_3$  (Aldrich, 99.995%),  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  (Aldrich, 99.99+%) dan  $\text{CuO}$  (Aldrich, 99.99+%). Dalam penelitian akan dibuat sampel sistem BPSCCO dengan komposisi :  $((\text{Bi}_{1.63}\text{Pb}_{0.37})\text{Sr}_{1.6}\text{Ca}_{2.25}\text{Cu}_{3.15}\text{O})_1\text{Nd}_x$  Sampel akan diproses dengan metode reaksi padatan (*solid state reaction*) Campuran awal dengan komposisi yang sama, yaitu pada komposisi (Bi : Pb : Sr : Ca : Cu) : Nd = (1,63 : 0,37 : 1,6 : 2,25 : 3,15) : 1,

: 2,25 : 3,15) : x, dengan  $x = 0,010; 0,015 ; 0,025; 0,050$ . Perbandingan molar tersebut selanjutnya akan dialihkan ke dalam gram untuk mempermudah penimbangan bahan.

Pencampuran dilakukan secara manual di dalam mortar dengan melakukan penggerusan sekitar 6 jam untuk mendapatkan campuran yang homogeny. Campuran selanjutnya dikalsinasi pada suhu di bawah suhu reaksinya, yaitu pada suhu  $800^{\circ}\text{C}$  selama 20 jam.

Penggerusan kembali dilakukan di dalam mortar, kemudian dipres menjadi pelet dengan diameter  $\sim 1.2$  cm, dan berat 2 - 3 gr. Pelet selanjutnya disinterring pada suhu  $830^{\circ}\text{C}$  selama 27 jam di dalam atmosfer udara di dalam tungku. Pendinginan sampel sebagaimana pendinginan di dalam tungku.

## 2.2. Karakterisasi

Karakterisasi sampel meliputi,

1. **Pengukuran XRD** : ditujukan untuk mengetahui telah terbentuknya kristal fase (Bi,Pb)-2212 dan fase lain, melalui perhitungan fraksi volume bagi fase (Bi,Pb)-2212 yang terbentuk dengan persamaan

$$FV = \frac{\text{Intensitas Bi - 2212}}{\text{Intensitas seluruh puncak}} \quad (1)$$

2. **Pengukuran Suhu Kritis (Tc)** : Suhu kritis Tc adalah suhu dimana bahan dari keadaan normal (resistif) mulai berubah menjadi bersifat superkonduktif (resistivitas  $\rho = 0$ ). Untuk itu dilakukan pengukuran resistivitas dari suhu rendah sampai suhu tinggi :  $77 - 200$  K. Untuk pengukuran ini akan dilakukan dengan menggunakan empat titik elektroda

(*four pint probes*) arus dc dengan elektroda sejajar (Yamashita, 1987).

$$\text{Restivitas} = F_C \frac{tV_{BC}}{I_{AC}} \quad (2)$$

Dengan  $t$  adalah tebal sampel,  $V_{BC}$  adalah beda potensial antara pasangan elektroda B dan C,  $I_{AD}$  adalah arus yang diberikan melalui elektroda terluar (elektroda A dan D). Sedangkan  $F_C$  adalah faktor koreksi untuk elektroda sejajar,

$$F_C^{-1} = \frac{1}{2\pi} \ln \left( \frac{d_{BD}^2 d_{CA}^2}{d_{BA}^2 d_{CD}^2} \right) \quad (3)$$

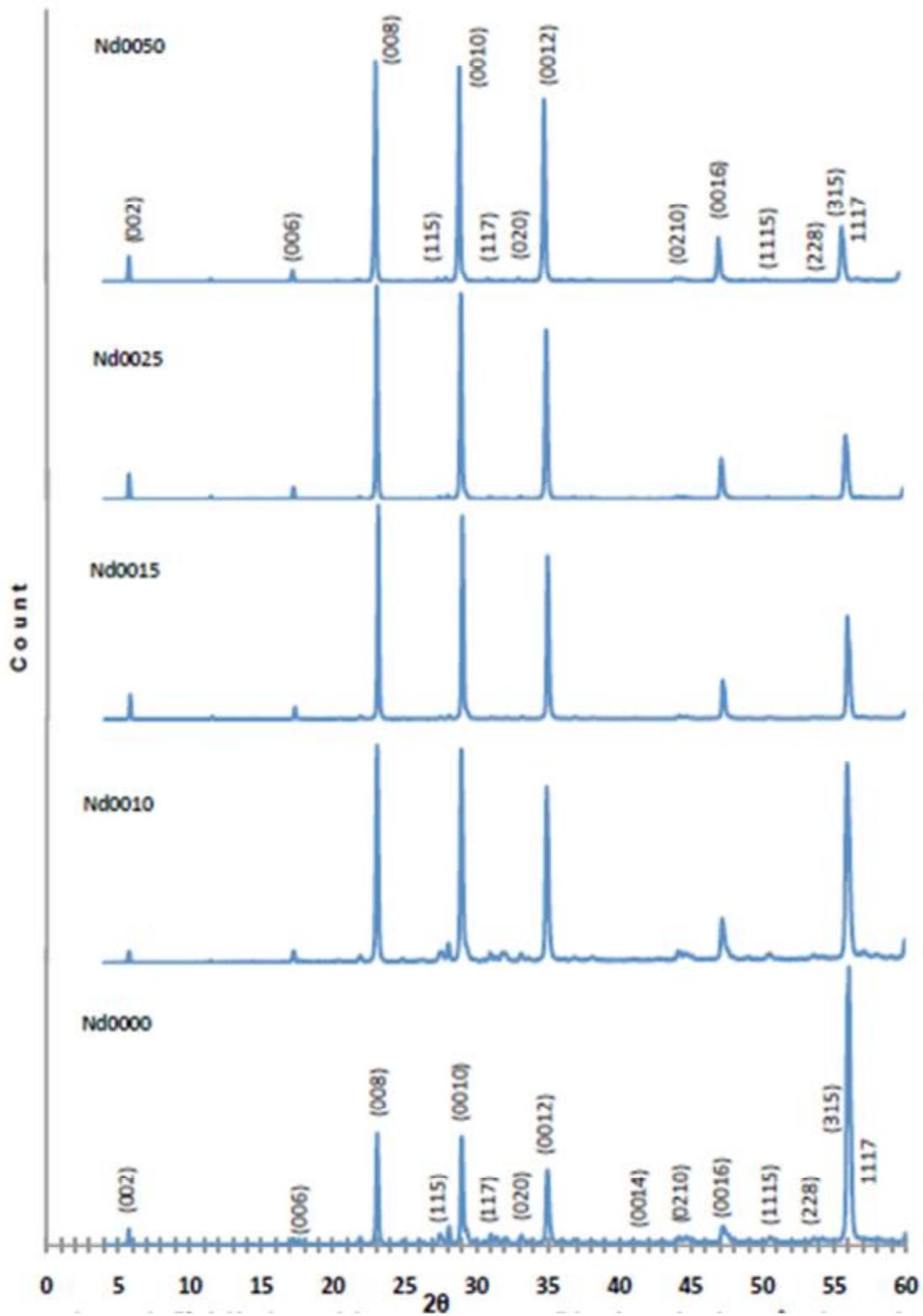
dengan  $d_{BD}$  adalah jarak antara elektroda B dan D. Jika besar beda potensial  $V$  didapatkan dari pengukuran dan arus  $I$  yang diberikan diketahui dan jarak antar elektroda diketahui maka dengan pers.(2) dan (3) besar resistivitas dapat dihitung.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1. Pengukuran XRD

Fraksi volume dalam penelitian ini dihitung dari difraktogram hasil pengukuran difraksi sinar-X (XRD)-nya. Hasil pengukuran XRD bagi kelima sampel dalam penelitian ini diberikan pada Gambar 3.1 Dari difraktogram tersebut tampak bahwa intensitas puncak-puncaknya adalah cukup tinggi, tajam dan sempit dengan FWHM kurang dari  $0,25^{\circ}$ . Ini menunjukkan bahwan pada sampel telah terbentuk fase fase dengan tingkat kekristalan (crystallinity) yang sangat baik.

Puncak-puncak (*peaks*) pada difraktogram Gambar 3.1 ditandai dengan memberikan indeks Miller (*hkl*) di atas puncak-puncak yang sesuai dengan bidang refleksi dari fase (Bi,Pb)-2212. Sedangkan puncak difraksi yang tidak ditandai adalah



Gambar 3.1 Pola difraksi bagi sampel dengan  $x = 0,050$  yang disintering pada suhu  $830^{\circ}\text{C}$  selama 27 jam.

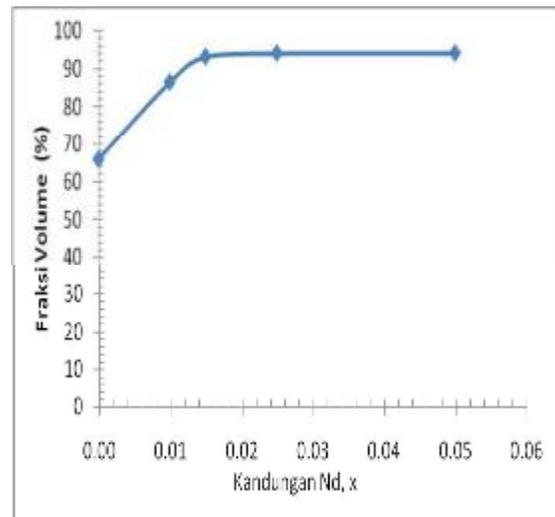
puncak-puncak dari fase lain yang disebut sebagai fase pengotor (impuritas). Penandaan didasarkan atas difraktogram hasil pengukuran XRD dari fase (Bi,Pb)-2212 hasil penelitian Mironov *et al.* (1994).

Difraktogram pada Gambar 3.1, memperlihatkan bahwa sebagian besar puncak-puncaknya telah dapat ditandai dengan indeks Miller yang sesuai dengan refleksi dari bidang-bidang pada fase (Bi,Pb)-2212. Ini mengindikasikan bahwa pada sampel telah terbentuk fase (Bi,Pb)-2212. Pada sampel tanpa Nd, Gambar 1.a, tampak puncak pada  $2\theta=56,045$  yang paling tinggi. Ini adalah puncak yang berasal dari fase pengotor pada  $2\theta=56,045$  yang berhimpitan dengan fase (Bi,Pb)-2212 dari bidang (135) pada  $2\theta=55,806$  dan bidang (1117) pada  $2\theta=56,218$ . Kemudian dengan penambahan Nd, puncak pada sudut  $2\theta$  tersebut semakin berkurang dengan bertambahnya pemberian Nd.

Dilain pihak sebagaimana tampak pada Gambar 1.b – 1.e., terjadi peningkatan intensitas puncak-puncak terutama pada sudut  $2\theta=5,78; 17,28; 23,11; 29,01; 34,99$  dan  $47,21$  yang mana merupakan puncak-puncak dari refleksi bidang-bidang (002), (006), (008), (0010), (0012). Dilain pihak tampak adanya penurunan intensitas pada puncak-puncak dari pengotor seperti pada sudut-sudut  $2\theta = 17,67; 21,91; 28,12; 44,18$ . Juga terjadi penurunan intensitas puncak-puncak dari fase (Bi,Pb)-2212 dari refleksi bidang (113), (115) pada sudut  $2\theta = 24,88$  dan  $27,51$ . Hal ini mengindikasikan bahwa pemberian Nd dengan sinterring pada suhu  $830\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 27 jam terjadi penumbuhan fase (Bi,Pb)-2212 yang disertai dengan perbaikan tekstur, yaitu pengarahannya bidang kristal ke arah bidang (001), arah sumbu c.

### 3.2. Fraksi volume

Berdasarkan puncak-puncak yang ditandai (yang mana sesuai dengan bidang difraksi dari fase (Bi,Pb)-2212) dan puncak-puncak pengotornya (puncak-puncak yang tidak ditandai) selanjutnya dihitung fraksi volume fase (Bi,Pb)-2212 yang terbentuk dengan pers. (1). Hasilnya sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 3.2. Jelas tampak bahwa terjadi peningkatan jumlah fase (Bi,Pb)-2212 yang terbentuk secara signifikan dengan penambahan Nd. Ini memberikan indikasi bahwa Nd ikut berperan mendorong pembendukan fase (Bi,Pb)-2212.

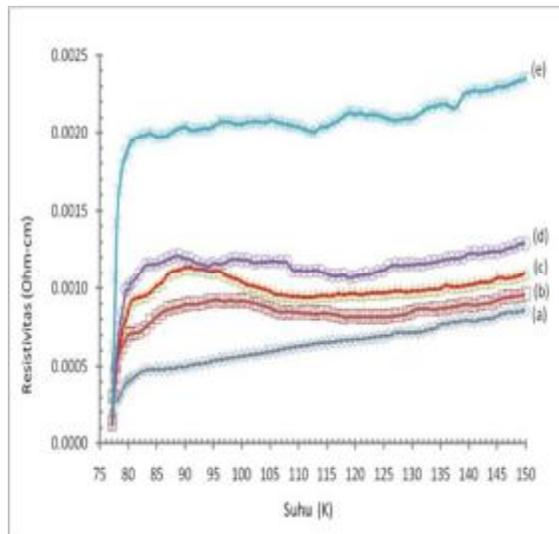


Gambar 3.2. Perkembangan fraksi volume fase (Bi,Pb)-2212 terhadap penambahan Nd

Eksperimen juga memperlihatkan bahwa sampel yang di sinterring pada suhu  $830\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 20 jam telah mulai mengalami pelelehan secara parsial yang ditunjukkan oleh adanya bagian sampel yang menempel pada krusibel, pada hal suhu  $830\text{ }^{\circ}\text{C}$  tersebut bukanlah titik leleh dari fase (Bi,Pb)-2212.

### 3.3. Pengukuran T<sub>c</sub>

Suhu kritis T<sub>c</sub> diukur melalui pengukuran voltase sebagai fungsi suhu pada arus DC konstan dengan menggunakan metoda 4-titik elektroda. Resistivitas dihitung dengan menggunakan pers. (2) dan pers. (3), diperoleh hasil seperti ditunjukkan pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Resistivitas sebagai fungsi suhu untuk beberapa peambahan Nd : (a).  $x = 0$  ; (b)  $x = 0,010$ ; (c).  $x = 0,015$  ; (d).  $x = 0,025$ ; (e).  $x = 0,050$

Dari Gambar 3.3 tampak semua sampel belum memperlihatkan adanya T<sub>c0</sub>, ini didukung oleh belum diperlihatkan adanya efek meissner pada suhu didid nitrogen cir. Namun demikian semua sampel telah memperlihatkan adanya T<sub>c<sub>on-set</sub></sub> yang hampir sama, yaitu ~ 81 K. Dari gambar tampak ada kecenderungan bahwa resistivitas di atas T<sub>c</sub> bertambahnya unsur Nd. Belum tampaknya T<sub>c0</sub> kami duga berkaitan dengan belum terpenuhinya kandungan oksigen yang tepat pada fase (Bi,Pb)-2212 “terdoping” Nd yang terbentuk. Sebagai mana telah diperlihatkan oleh peneliti sebelumnya bahwa T<sub>c</sub> dipengaruhi oleh kandungan oksigennya, bahwa kelebihan oksigen pada fase (Bi,Pb)-

2212 berubah sedikit saja memberikan pengaruh yang cukup besar pada T<sub>c0</sub> dan ini tergantung pada substitusi kationnya. (T. Rentschler et. al , 1994 dan F. Jean, 2003)

### IV. KESIMPULAN

Dari hasil pembahasan di atas dapat di simpulkan bahwa :

1. Penambahan unsur Nd berpengaruh secara signifikan terhadap pembentukan fase (Bi,Pb)-2212, dalam haal ini fraksi volume fase (Bi,Pb)-2212 yang terbentuk bertambah dengan bertambahnya Nd
2. Sampel belum memperlihatkan suhu kritis T<sub>c0</sub>, tetapi telah memperlihatkan T<sub>c<sub>on-set</sub></sub> = ~81 K dimana tidak mengalami perubahan yang signifikan dengan bertambahnya pemberian Nd. Resistivitas di atas suhu T<sub>c<sub>on-set</sub></sub> cenderung bertambah besar dengan semakin besarnya pemberian Nd

### DAFTAR PUSTAKA

- Chu, C. W., Xue, Y. Y., Due, Z. L., Sun, Y.Y., Gao, L., Wu, N. L., Cao, Y., Rusakova, I., Ross, K., 1997, Superconductivity up to 126 Kelvin in Interstitially Doped Ba<sub>2</sub>Ca<sub>n-1</sub>Cu<sub>n</sub>, [02(n-1)n-Ba *Science*, **277**, 1081 – 1983
- Chen, F. H., Koo, H. S., Tseng, T.Y., 1991, Effect of Ca<sub>2</sub>PbO<sub>4</sub> additions on the formation of the 110 K phase in Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O superconducting ceramics, *Appl. Phys. Lett*, **58**, 637 – 642.
- Darminto, 2002, Karakteristik Fase Gelas Vorteks dalam kristal Tunggal Superkonduktor (Bi,Pb)<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub>, *Jurnal Ilmu Dasar*, **3**, 66-73

- F. Jean, G. Collin, M. Andreux, N. Blanchard, A. Forget, S. Rousseau, J. F. Marucco, 2003, *Physica* **384** 345 – 350
- Kambe, S., Akao, T., I. Shime, S. Ohshima, S., K. Okuyama, 1995 Preparation of Single Phase Sample of  $(\text{Bi}_{1-x}\text{Cu}_x)\text{Sr}_2\text{YCu}_2\text{O}_y$ , *Matr. Sci. Eng. B*, **32** (1995) 151-156
- Maple, M. B., 1998, High-Temperature superconductivity, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **177 – 181**, 18 – 30.
- Rentschler, T., Kemmler-Sack, S., Hartmann, M., Kesler, P., Lichte, H., 1994, Superconducting properties of Pb-free and Pb-substituted bulk ceramics of (Bi,Pb)-2212 cuprates, *Physica C*, **219**, 167 -175
- Sumadiyasa, M., Tengah, W., 2008, Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Fraksi Volume Fase Bi-2223 Superkonduktor Sistem BPSCCO Terdoping Nd, *Buletin Fisika FMIPA UNUD* ISSN : 1411- 4690, **8**, No.1, 29 -36
- Tengah, W., Sumadiyasa, M., 2008, Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Sifat-sifat Superkonduktivitas Fase Bi-2223 Superkonduktor Sistem BPSCCO Terdoping Nd, *Buletin Fisika FMIPA UNUD* ISSN : 1411-4690, **8**, No.1, 6 - 14
- Wiraduarsa, A. A., 2003, Studi Pengaruh Penggantian Ca dengan Nd Pada Pembentukan Superkonduktor Sistem BPSCCO Fase 2223 :  $(\text{Bi}_{1.4}\text{Pb}_{0.6})\text{Sr}_2(\text{Ca}_{2-x}\text{Nd}_x)\text{Cu}_3\text{O}_{8.}$ , *Skripsi*, Jurusan Fisika FMIPA UNUD
- Yamashita, M., 1987, Resistivity Corection Factor for Four-Probe Method on Circular Semiconductor I, *Jpn. J. Appl. Phys.* **26**, 1150