

## **PENGARUH VARIASI TEMPERATUR SINTERING TERHADAP STRUKTUR KRISTAL SUPERKONDUKTOR $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$**

**I G. Cahya Pradhana<sup>1</sup>, Wayan Gede Suharta<sup>2</sup>, I Gusti Agung Widagda<sup>3</sup>**

---

<sup>1</sup>*Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Universitas Udayana, Kampus Bukit Jimbaran, Badung, Bali Indonesia 80361.  
Email : [suharta@unud.ac.id](mailto:suharta@unud.ac.id)*

### **Abstrak**

Telah dilakukan variasi temperatur sintering pada sintesis superkonduktor  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  menggunakan metode pencampuran basah dengan menambahkan  $HNO_3$  agar superkonduktor yang dihasilkan bersifat homogen. Hasil karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction) dan search match, semua sampel umumnya menunjukkan adanya impuritas berupa senyawa  $BaCO_3$ ,  $BaCuO_2$ , dan  $CuO$ . Variasi temperatur sintering dengan nilai  $750^\circ C$ ,  $850^\circ C$ , dan  $950^\circ C$  menunjukkan penambahan fraksi volume superkonduktor masing-masing 57.15%, 88.78%, dan 95.04%. Penambahan temperatur sintering juga menyebabkan penurunan parameter kisi a masing-masing  $3.891178 \text{ \AA}$ ,  $3.886266 \text{ \AA}$ , dan  $3.879036 \text{ \AA}$ , b masing-masing  $3.912534 \text{ \AA}$ ,  $3.910184 \text{ \AA}$ , dan  $3.897226 \text{ \AA}$ ; sedangkan parameter kisi c mengalami penambahan masing-masing  $11.600093 \text{ \AA}$ ,  $11.769890 \text{ \AA}$ , dan  $11.826884 \text{ \AA}$ , serta ukuran kristal masing-masing 73 nm, 149 nm, dan 160 nm.

**Kata Kunci :** Superkonduktor YLBCO, Metode pencampuran basah, XRD dan search match

### **Abstract**

*Variation of sintering temperature have been done in the synthesis  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  superconductors using wet-mixing method by adding  $HNO_3$  to obtain homogenous superconductors. Generally, XRD characterization and search match indicates the presence impurities of  $BaCO_3$ ,  $BaCuO_2$ , dan  $CuO$  compounds. Variation of sintering temperature of  $750^\circ C$ ,  $850^\circ C$ , dan  $950^\circ C$  showed an increase in the volume fraction of superconductors of 57.15%, 88.78%, and 95.04%, lattice parameter a showed a decreased of  $3.891178 \text{ \AA}$ ,  $3.886266 \text{ \AA}$ , and  $3.879036 \text{ \AA}$ , b of  $3.912534 \text{ \AA}$ ,  $3.910184 \text{ \AA}$ , and  $3.897226 \text{ \AA}$ . Meanwhile, lattice parameter c showed an increased of  $11.600093 \text{ \AA}$ ,  $11.769890 \text{ \AA}$ , and  $11.826884 \text{ \AA}$ , crystal size of 73 nm, 149 nm, and 160 nm.*

**Key Words :** YLBCO superconductors, wet-mixing method, XRD and search match.

### **I. PENDAHULUAN**

Penelitian mengenai material superkonduktor  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  (YBCO) semakin gencar dilakukan sampai saat ini, mengingat potensi aplikasi yang luar biasa yang dapat diterapkan untuk kesejahteraan umat manusia. Aplikasi tersebut diantaranya untuk kabel transmisi daya (S.

Mukoyama, 2007, J. Maguire, 2009) dan *Superconducting Magnetic Energy Storage Systems (SMES)* (Tixador, 2010), dan lain-lain. Akan tetapi, aplikasi tersebut masih mengalami kendala, karena belum ditemukan material yang mempunyai temperatur kritis ( $T_c$ ) mendekati temperatur ruang. Material superkonduktor

harus mempunyai temperatur kritis ( $T_c$ ), medan magnetik kritis ( $H_c$ ), rapat arus kritis ( $J_c$ ) dan homogenitas ukuran partikel yang tinggi. Untuk tujuan tersebut, beberapa peneliti telah melakukan berbagai cara diantaranya dengan variasi metode sintesis, variasi fluks dan variasi doping.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis superkonduktor YBCO dengan substitusi unsur *La* (Lanthanum). Unsur *La* merupakan unsur tanah jarang (*rare earth*) yang bersifat magnetik sehingga substitusi tersebut diharapkan dapat menghasilkan sampel dengan medan magnetik yang lebih besar.

Proses sintesis dilakukan dengan *wet-mixing method* dan penambahan  $\text{HNO}_3$  (asam nitrat) sebagai *digest agent*. Senyawa  $\text{HNO}_3$  dengan solubilitas yang tinggi diharapkan dapat berfungsi sebagai *digest agent* yang baik, sehingga ikatan yang terjadi bukan ikatan antar atom, tetapi ikatan antar ion

## II. TINJAUAN PUSTAKA

Material superkonduktor merupakan material yang memiliki resistansi listrik nol dibawah temperatur kritis  $T_c$ , medan magnet kritis  $H_c$ , dan rapat arus kritis  $J_c$  material tersebut (Yelfianhar, 2012). Material yang dapat dibuat menjadi superkonduktor adalah logam konduktor, semikonduktor Si dan Ge yang telah didoping, dan bahan keramik (Baquero, 2005). Bahan keramik merupakan bahan yang dapat dibuat menjadi superkonduktor dengan temperatur kritis tertinggi yaitu temperatur diatas nitrogen cair ( $T_c > 77\text{K}$ ). Salah satu contoh bahan keramik yang dapat dibuat menjadi superkonduktor temperatur tinggi adalah YBCO (*Yttrium Barium Cuprum Oxide*) dengan temperatur kritis sekitar 90 K (Benemann, 2008).

Struktur kristal superkonduktor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  adalah ortorombik dengan nilai  $\delta$  berkisar antara 0 sampai 0.5 dengan nilai parameter kisi a, b, dan c masing-masing 3.8214 Å, 3.8877 Å, dan 11.693 Å (Wong-Ng, dkk, 1987). Superkonduktor YBCO memiliki 2 bidang kuprat  $\text{CuO}_2$  pada struktur kristalnya dan memiliki bentuk tri-perovskite yaitu ( $\text{ABX}_3$ ) dimana A adalah unsur Y atau Ba, B adalah unsur Cu dan X adalah unsur O (T. Chatterji, 2006). Superkonduktor YBCO dapat disubstitusi dengan suatu unsur tertentu dengan melihat kemiripan radius ion dari unsur yang akan disubstitusi dengan unsur yang ditambahkan. Contohnya adalah substitusi unsur *La* pada sistem superkonduktor YBCO menjadi sistem YLBCO mengacu pada radius ion *La* dan *Y* masing-masing sebesar 1,032 Å dan 0,900 Å (Ahrens, 1952).

Beberapa penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti terdahulu dalam hal proses doping adalah substitusi unsur Nd pada superkonduktor YBCO (M. Inagaki, 2006, W.G. Suharta, 2013). Sedangkan variasi metode proses sintesis seperti metode pelelehan telah dilakukan oleh M.R Koblischka (M. R. Koblischka, 2003) dan P. Diko (P. Diko, 2003)

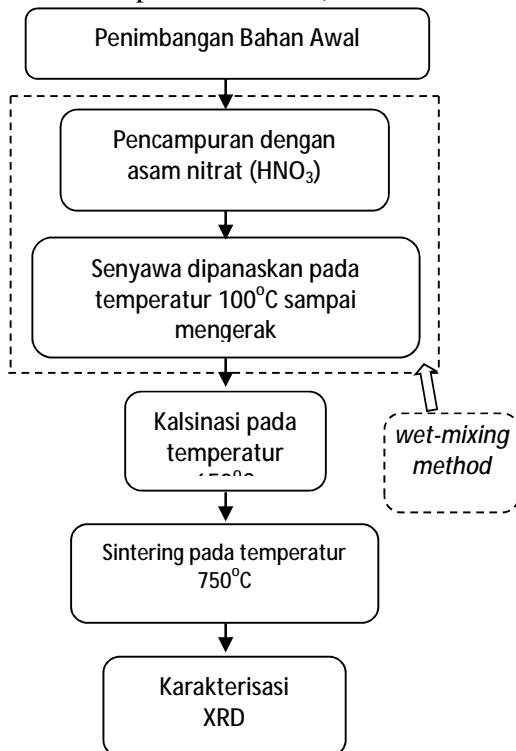
Pada penelitian ini dilakukan sintesis superkonduktor YLBCO dengan rumus kimia  $\text{Y}_{0.5}\text{La}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  dengan variasi temperatur sintering yaitu 750°C, 850°C, dan 950°C dengan menggunakan *wet-mixing method* dan penambahan  $\text{HNO}_3$  (asam nitrat) sebagai *digest agent*.

## III. METODE PENELITIAN

Proses sintesis superkonduktor YLBCO menggunakan beberapa peralatan yaitu gelas kimia, spatula, neraca elektronik, *magnetic stirrer*, mortar dan *furnace* serta menggunakan bahan-bahan  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (99.9%),

$\text{La}_2\text{O}_3$  (99.9%),  $\text{BaCO}_3$  (99.9%),  $\text{CuO}$  (99.9%), dan  $\text{HNO}_3$ .

Bahan awal ditimbang dengan menggunakan neraca elektronik sesuai dengan perhitungan stoikiometri zat tersebut. Selanjutnya masing-masing bahan awal dilarutkan dengan asam nitrat  $\text{HNO}_3$  dan dilakukan pengadukan selama 3 jam. Kemudian semua bahan awal dicampur menjadi satu dan dilakukan pengadukan kembali selama 24 jam dan selanjutnya dipanaskan pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  sampai mengering. Senyawa berupa kerak dikalsinasi dengan menggunakan *furnace* pada temperatur  $650^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Senyawa hasil kalsinasi disintering pada temperatur  $750^\circ\text{C}$ ,  $850^\circ\text{C}$ , dan  $950^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Sampel yang sudah berhasil disintesis dikarakterisasi dengan XRD, kemudian dilakukan *search match* (pencocokan puncak difraksi)

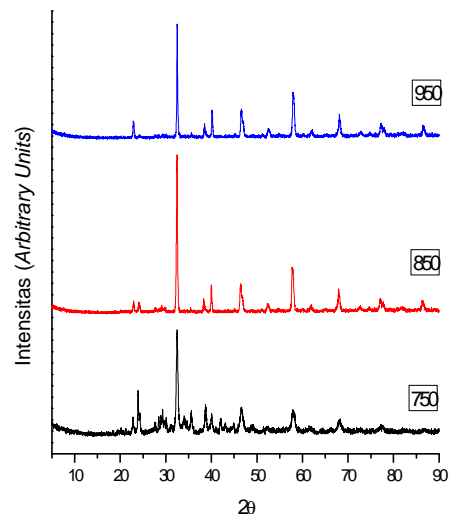


Gambar 3.1. Sintesis superkonduktor YLBCO.

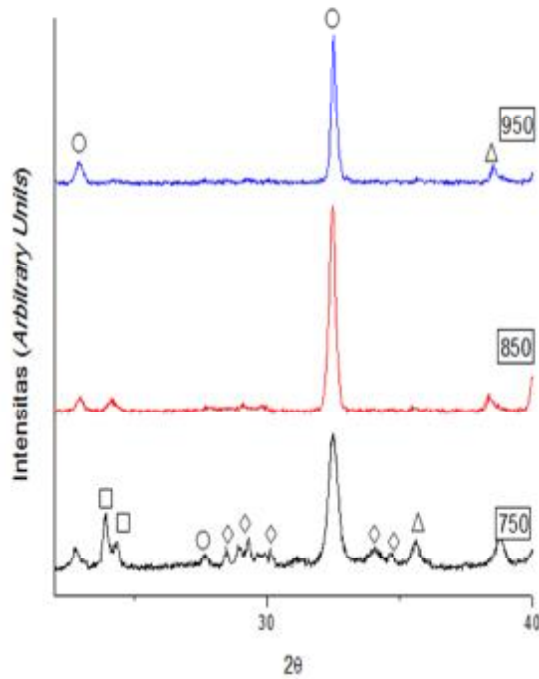
menggunakan program *Match* dan analisis *Rietveld* (penghalusan pola difraksi) menggunakan program *Rietica*.

#### IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi XRD sampel  $\text{Y}_{0.5}\text{La}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  yang diberi perlakuan temperatur sintering  $750^\circ\text{C}$ ,  $850^\circ\text{C}$ , dan  $950^\circ\text{C}$  diperlihatkan pada Gambar 4.1. Secara umum hasil karakterisasi XRD untuk semua sampel memperlihatkan puncak-puncak tajam yang menandakan bahwa kristalisasi sudah terjadi dengan baik. Semua sampel dianalisis dengan menggunakan program *Match* untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk pada sampel. Hasil analisis menggunakan program *Match* memperlihatkan beberapa impuritas yaitu Barium Karbonat ( $\text{BaCO}_3$ ), Barium Kuprat ( $\text{BaCuO}_2$ ) dan Tembaga (II) Oksida ( $\text{CuO}$ ). Pencocokan fasa impuritas  $\text{BaCO}_3$  dilakukan dengan mengambil acuan PDF nomor 00-041-0373, Barium Kuprat ( $\text{BaCuO}_2$ ) dengan nomor 00-038-1402, dan Tembaga (II)



Gambar 4.1. Spektrum XRD superkonduktor  $\text{Y}_{0.5}\text{La}_{0.5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  dengan variasi temperatur sintering.



Gambar 4.2. Fasa impuritas yang muncul pada masing-masing sampel superkonduktor  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  dengan variasi temperatur sintering.

Oksida ( $CuO$ ) dengan nomor 00-002-1040 Gambar 4.2 memperlihatkan ketiga fasa impuritas yang muncul pada masing-masing sampel dari hasil analisis *Match*

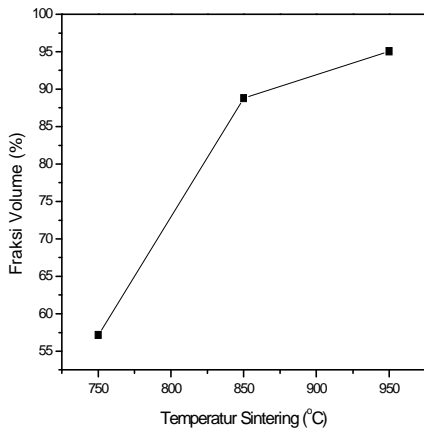
Pada Gambar 4.2, simbol lingkaran (O) merupakan fasa superkonduktor, simbol persegi ( $\square$ ) merupakan fasa impuritas  $BaCO_3$ , simbol belah ketupat ( $\diamond$ )

merupakan fasa impuritas  $BaCuO_2$ , dan simbol segitiga ( $\Delta$ ) merupakan fasa impuritas  $CuO$ . Dari gambar juga terlihat bahwa penambahan temperatur sintering dari  $750^\circ C$  sampai  $950^\circ C$  mengakibatkan penurunan intensitas fasa impuritas, sedangkan pertumbuhan fasa superkonduktor terjadi pada penambahan temperatur dari  $750^\circ C$  sampai  $850^\circ C$ , kemudian menurun dengan penambahan temperatur sintering sampai  $950^\circ C$ . Hal ini disebabkan temperatur pemanasan sudah melampaui titik jenuh. Dari hasil tersebut dapat ditentukan bahwa temperatur optimum pembentukan kristal superkonduktor berada diantara  $850^\circ C$  dan  $950^\circ C$ .

Untuk mengetahui persentase terbentuknya fasa superkonduktor dan fasa impuritas maka dilakukan perhitungan Fraksi Volume (FV) pada masing-masing sampel. Nilai yang digunakan dalam perhitungan fraksi volume material adalah jumlah intensitas senyawa superkonduktor dibagi dengan seluruh intensitas yang muncul dalam sampel. Hasil perhitungan fraksi volume untuk semua sampel diperlihatkan pada Tabel 1, Gambar 4.3 dan 4.4.

Tabel 4.1. Hasil FV superkonduktor  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  dan impuritas  $BaCO_3$ ,  $BaCuO_2$  dan  $CuO$  dengan variasi temperatur sintering

Temperatur $r$ ( $^\circ C$ )	Fraksi Volume (%)			
	$YBa_2Cu_3O_{6.8}$	$BaCO_3$	$BaCuO_2$	$CuO$
750	57,15	16,92	9,43	16,52
850	88,78	6,89	3,26	1,07
950	95,04	1,06	2,01	1,89

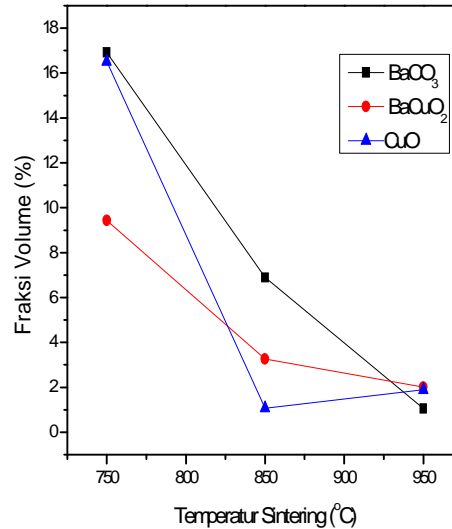


Gambar 4.3. Grafik FV fasa superkonduktor terhadap temperatur sintering superkonduktor  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ .

Gambar 4.3 merupakan grafik FV fasa superkonduktor terhadap temperatur sintering, sedangkan Gambar 4.4. menunjukkan grafik FV impuritas terhadap temperatur sintering.

Hasil perhitungan memperlihatkan penambahan persentase fasa superkonduktor dengan penambahan temperatur sintering, sebaliknya persentase fraksi volume impuritas menurun dengan meningkatnya temperatur sintering. Pada penelitian ini, persentase fraksi volume tertinggi diperoleh sebesar 95.04%. Hal tersebut mengindikasikan masih terdapat fasa impuritas dalam jumlah kecil, sehingga diperlukan sintering yang lebih lama.

Untuk memperoleh nilai parameter kisi a, b, dan c serta komponen Lorentzian, maka dilakukan *refinement* sampel menggunakan program *Rietica*.

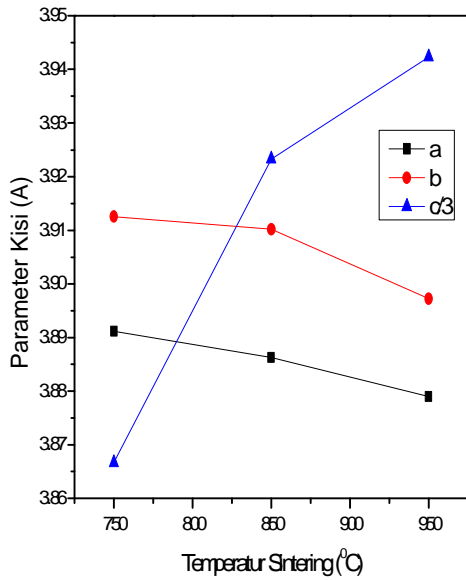


Gambar 4.4. Grafik FV impuritas terhadap temperatur sintering superkonduktor  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ .

Hasil *refinement* semua sampel superkonduktor  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  dengan variasi temperatur sintering diperlihatkan pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.5. Sedangkan grafik perubahan ukuran kristal superkonduktor terhadap temperatur sintering dapat dilihat pada Gambar 4.6.

Tabel 2 Nilai parameter kisi dan komponen Lorentzian super konduktor  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  dengan variasi temperatur sintering

Temperatur Sintering (°C)	Parameter Kisi			Komponen Lorentzian
	a (Å)	b (Å)	c (Å)	
750 <sup>o</sup>	3.891178	3.912534	11.600093	0.165027
850 <sup>o</sup>	3.886266	3.910184	11.769890	0.104094
950 <sup>o</sup>	3.879036	3.897226	11.826884	0.100048



Gambar 4.5. Grafik parameter kisi terhadap temperatur sintering superkonduktor  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ .

Hasil *refinement* menunjukkan penambahan temperatur sintering mengakibatkan nilai parameter ke arah sumbu a dan b menurun, sedangkan nilai parameter ke arah sumbu c meningkat. Hal ini menandakan struktur kristal superkonduktor setelah dilakukan pemanasan lebih mendekati struktur ortorombik, yang dapat dilihat dari nilai *a*, *b* dan *c/3* yang memiliki selisih semakin jauh.

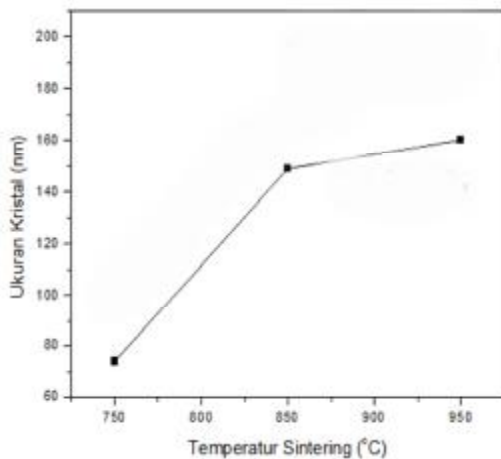
Ukuran kristal masing-masing sampel superkonduktor dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer sebagai berikut:

$$D = \frac{\lambda}{(H_L - H_{L,S})} = \frac{\lambda}{\left(\frac{L\pi}{180} - 0.000784\right)}$$

Daftar Lorentzian dan hasil perhitungan ukuran kristal diperlihatkan pada Tabel 4.3. sementara itu Hasil yang ditunjukkan pada

Tabel 4.3 Ukuran kristal masing-masing sampel superkonduktor

Sampel	<i>L</i>	<i>H<sub>L</sub></i>	<i>H<sub>L</sub> - H<sub>L,S</sub></i>	<i>D (nm)</i>
$Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ (750°C)	0.165027	0.0028788	0.0020948	74
$Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ (850°C)	0.104094	0.0018159	0.0010319	149
$Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ (950°C)	0.100048	0.0017453	0.0009613	160



Gambar 4.6. Grafik ukuran kristal terhadap temperatur sintering.

Tabel 4.3 dan Gambar 4.6 menunjukkan bahwa seiring dengan penambahan temperatur sintering mengakibatkan ukuran kristal sampel semakin besar. Membesarnya ukuran kristal disebabkan oleh terjadinya aglomerasi (pengelompokan partikel) akibat meningkatnya temperatur.

#### IV. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dan analisis data, maka dapat disimpulkan:

1. Penambahan temperatur sintering mengakibatkan penambahan fraksi volume fasa superkonduktor. Pada penelitian ini, diperoleh fraksi volume

untuk sampel  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  yang diberi perlakuan temperatur sintering pada  $750^\circ C$ ,  $850^\circ C$ , dan  $950^\circ C$  masing-masing sebesar 57.15%, 88.78% dan 95.04%.

2. Penambahan temperatur sintering mengakibatkan penurunan nilai parameter kisi ke arah sumbu  $a$  dan  $b$ , sedangkan parameter kisi ke arah sumbu  $c$  meningkat. Sampel  $Y_{0.5}La_{0.5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  yang diberi perlakuan temperatur sintering pada  $750^\circ C$ ,  $850^\circ C$ , dan  $950^\circ C$  diperoleh  $a$  masing-masing  $3.891178 \text{ \AA}$ ,  $3.886266 \text{ \AA}$ , dan  $3.879036 \text{ \AA}$ ,  $b$  masing-masing  $3.912534 \text{ \AA}$ ,  $3.910184 \text{ \AA}$ , dan  $c$  masing-masing  $11.600093 \text{ \AA}$ ,  $11.769890 \text{ \AA}$ , dan  $11.826884 \text{ \AA}$ .
3. Penambahan temperatur sintering juga mengakibatkan terjadinya aglomerasi sehingga ukuran kristal bertambah besar. Hasil perhitungan ukuran kristal untuk sampel yang disintering pada temperatur  $750^\circ C$ ,  $850^\circ C$ , dan  $950^\circ C$  diperoleh 73 nm, 149 nm, dan 160 nm.

#### DAFTAR PUSTAKA

Ahrens, 1952, *Radii for all species*, abulafia.mt.ic.ac.uk.

Baquero, R., 2005, *Brief Introduction to Superconductivity*, Departamento de Fisica, Cinvestav.

Bennemann, K.H. and J.B. Ketterson, 2008, *History of Superconductivity: Conventional, High-Transition Temperature and Novel Superconductors*, Springer Volume 2.

J. Maguire, D.F, J. Yuan, D. Lindsay, D. Knoll, S. Bratt, Z. Wolff, S. Kurtz (2009), *Development and Demonstration of a Fault Current Limiting HTS Cable to be Installed in the Con Edison Grid*, IEEE Trans. Appl. Supercond. 19 : 1740

M. Inagaki, M. O. (2006), *Internal friction and oxygen migration in  $Nd_xY_{1-x}Ba_2Cu_3O_y$*

*( $x=0.0-1.0$ ) superconductors at low frequencies*, *Journal of Alloys and Compounds* 408-412 : p. 223-225

M.R. Koblishka, A. Koblishka-Veneva, E.S. Reddy, G.J. Schmitz, K. Ogaswara, M. Murakami, 2003, *Orientations of  $Y_2BaCuO_5$  and YBCO within melt-textured and directional solidified samples studied by EBSD*, *Physics C* 392-396 (2003) 589-595.

P. Diko, K. Zmorayova, N. Hari Babu, D.A. Cardwell, 2003, *Shape change during solidification of bulk, single grain Y-Ba-Cu-O samples fabricated by top seeded melt growth*, *Physics C* 398 (2003) 1-7

Putu Suardana, I Gusti Agung Putra Adnyana, Wayan Gede Suharta, 2014, *Optimasi Temperatur dan Waktu Sintering Dalam Penumbuhan Kristal Superkonduktor Sistem NLBCO*, Simposium Fisika Nasional XXVII.

S. Mukoyama, M.Y., N. Hirano, N. Amemiya, N. Kashima, S. Nagaya, T. Izumi, Y. Shihohara (2007), *Study of an YBCO HTS transmission cable systems*, *Physica C. Superconductivity* 463-465 : p. 1150-1153

Timm, Carsten, 2012, *Theory of Superconductivity*, TU Dresden, Institute of Theoretical Physics of TU Dresden.

Tixador, P. (2010), *Development of superconducting power devices in Europe*, *Physica C* 470: p. 971-979

W. G. Suharta, H. Mugirahardjo, S. Pratapa, D. Darmianto, S. Suasmoro, 2013, *X-Ray and High Resolution Neutron Diffraction Studies on  $Nd_xY_{1-x}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$  Superconductors*, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*.

Yelfianhar, Ichwan, 2012, *Superkonduktor*, [www.digilib.its.ac.id](http://www.digilib.its.ac.id) [diakses pada tanggal 21 Maret 2015].