

Analisis Superkonduktor Fase $\text{Nd}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ dan $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ Menggunakan Spektrofotometer FTIR

Analysis of Superconductor of $\text{Nd}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ and $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ Phases Using FTIR Spectrophotometer

I Gusti Agung Putra Adnyana^{1*}, Made Sumadiyasa², Nyoman Wendri³

^{1, 2, 3} Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Udayana, Kampus Bukit Jimbaran, Badung, Bali, Indonesia 80361

Email: *igaadnyana@unud.ac.id; sumadiyasa@unud.ac.id; wendri@unud.ac.id

Abstrak – Telah dilakukan sintesis bahan superkonduktor fase $\text{Nd}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ dan $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$. Penelitian dilakukan untuk mengetahui apakah data dari fase $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ dapat digunakan sebagai basis identifikasi bahan superkonduktor fase $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$. Sintesis dilakukan dengan metode reaksi padatan (solid state reaction) yaitu mencampurkan larutan HNO_3 pada bahan campuran Y_2O_3 , Nd_2O_3 , BaCO_3 , dan CuO . Rasio bahan-bahan yang digunakan disesuaikan dengan perhitungan stoikiometri. Sampel yang berupa pelet dengan diameter 1,5 cm disintering dengan suhu 950°C selama 24 jam di dalam lingkungan atmosfer. Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR dengan standar KBr. Spektra hasil perhitungan secara teoritis dan data modus vibrasi dari $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dapat digunakan untuk mengidentifikasi fase $\text{Nd}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ dan $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ dengan puncak absorpsi pada kisaran bilangan gelombang yang hampir sama yaitu $400\text{-}450\text{ cm}^{-1}$ merupakan modus empat atom oksigen $O(2,3)$, $426\text{-}439\text{ cm}^{-1}$ merupakan modus in-phase atom oksigen $O(2,3)$, serta modus vibrasi peaks $O(4)$ teramati pada 488 cm^{-1} .

Kata kunci: Superkonduktor, reaksi padatan, FTIR, bilangan gelombang

Abstract – I has been synthesized superconducting materials of the $\text{Nd}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ and $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ phases. The study was conducted to determine whether the data from the phase $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ can be used as a base to identify superconducting material of the $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ phase. Synthesis was done by solid state reaction method with initial mixing in HNO_3 solution mixture with Y_2O_3 , Nd_2O_3 , BaCO_3 , and CuO , with the ratio adjusted to the stoichiometry calculation. Samples in the form of pellets with a diameter of 1.5 cm were sintered at 950°C for 24 hours in an atmospheric environment. The FTIR measurements have been carried out with a standard KBr. The theoretical calculation spectra and vibration mode data from $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ can be used to identify $\text{Nd}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ dan $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$, with peak absorption in the range of wave numbers that are almost the same, namely $400\text{-}450\text{ cm}^{-1}$, which is the four oxygen atoms $O(2,3)$ mode, $426\text{-}439\text{ cm}^{-1}$ is the in-phase mode of oxygen atom $O(2,3)$, and the vibrational mode of peaks $O(4)$ is observed at 488 cm^{-1} .

Key words: Superconductors, solid state reaction, FTIR, wavenumber

1. Pendahuluan

Salah satu superkonduktor bersuhu tinggi adalah superkonduktor sistem REBCO fase $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ dengan RE merupakan unsur Y, Nd, Eu, Gd, Dy, atau Sm. Struktur kisinya terdiri dari lapisan-lapisan CuO_x , BaO , CuO_2 , RE, Lapisan CuO_x disebut lapisan basal dengan oksigen non-stoikiometri. Untuk $x=0$ lapisan basal hanya terdiri dari atom Cu dengan valensi Cu^{1+} dan posisi oksigen (O1) kosong sehingga strukturnya adalah tetragonal. Sedangkan untuk $x=1$, lapisan basal berubah menjadi bidang CuO dan struktur kisinya adalah cenderung orthorombik. Struktur $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-d}$ untuk $\text{RE}=\text{Y}$, memperlihatkan adanya bidang persegi dan rantai bidang CuO . Atom Cu(1) yang terhubung dalam pita dimana terjadi rantai $\text{O}(1)\text{-Cu}(1)\text{-O}(1)$. Tegak lurus arah tersebut, Cu(1) memiliki dua tempat oksigen yang kosong, menghasilkan struktur ortorombik.

Superkonduktor sistem REBCO menarik untuk diteliti karena aplikasi yang sangat luas, seperti untuk kabel transmisi daya dan *Superconducting Magnetic Energy Storage Systems* [1]. Disamping itu, struktur superkonduktor sistem REBCO memiliki dua jenis bidang CuO yang disebut sebagai bidang

persegi dan bidang rantai. Menjadi sangat penting untuk memastikan peran bagi setiap lapisan tersebut terhadap sifat superkonduksi bahan superkonduktor.

2. Landasan Teori

2.1 Modus Vibrasi YBa₂Cu₃O₇

Dari teori group, secara teoritis modus vibrasi terkait dengan gerak atom pada posisi tertentu. Pada YBa₂Cu₃O₇ menghasilkan 36 modus vibrasi secara optik [2]. Gerakan oksigen di dalam molekul YBa₂Cu₃O₇ melibatkan gerakan oksigen seperti modus *axial stretch* dari O(1) teramati pada kisaran bilangan gelombang 500 (555) cm⁻¹, in-phase O(2,3) bend pada kisaran bilangan gelombang 435 (448) cm⁻¹, (*out-of-plane*) O(2,3) bend pada kisaran bilangan gelombang 335 (424) cm⁻¹. Sementara modus *axial stretch* Cu(2) dan Ba masing-masing pada bilangan gelombang 140 (218) cm⁻¹ dan 118 (145) cm⁻¹ [3].

Shi, T. S. (1988) telah mengamati adanya tiga pita penting bagi YBa₂Cu₃O_x, yaitu pita antara 620-640 cm⁻¹, 550-580 cm⁻¹ dan pada kisaran 590 cm⁻¹. Vibrasi *stretch* dari Cu-O (2,3) pada lapisan CuO₂ berada pada kisaran 590 cm⁻¹, terutama pita pada 592 cm⁻¹ adalah pita absorpsi IR dari Y₁Ba₂Cu₃O₇ untuk x<6,5 dalam fase tetragonal [4].

2.2 Fase YBCO-358 (Y₃Ba₅Cu₈O₁₈)

Untuk bahan superkonduktor sistem YBCO dalam kaitannya dengan penambahan jumlah lapisan CuO₂ di dalam setiap blok aktifnya, belakangan ini telah ditemukan fase YBCO-358 dengan T_c di atas 100 K. [5-7]. Fase YBCO-358 memiliki T_c yang lebih tinggi dari pada T_c fase YBCO-123. Hasil refinement Rietfeld pola XRD fase YBCO-358 kisi kristalnya memiliki simetri orthorhombik dalam group ruang Pmm2 dengan parameter kisi a=3,9211(3) Å, b=3,8514(1) Å, c=31,0170(0) Å [8].

Kation Ba(1) dan Ba(2) terletak di antara bidang Cu(1)-O dan Cu(3)-O. Bidang Cu-O di antara kation Ba(1) dan Ba(2) membentuk rantai Cu(2)-O sepanjang sumbu-b. Kation Ba(3), Ba(4) dan Ba(5) terletak di antara bidang Cu(5)-O dan Cu(8)-O. Bidang Cu-O yang berada diantara kation Ba(3) dengan Ba(4), dan diantara Ba(4) dengan Ba(5) masing-masing dalam bentuk rantai Cu(6)-O dan Cu(7)-O sepanjang sumbu-b. Bidang Cu(5)-O dengan Cu(4) dan bidang Cu(4)-O dengan Cu(3)-O masing-masing dipisahkan oleh kation Y(3) dan Y(2). Sementara itu di antara kation Y(3) dan Y(2) terdapat bidang Cu(4)-O dalam koordinasi tetrahedral dengan anion oksigen.

3. Metode Penelitian

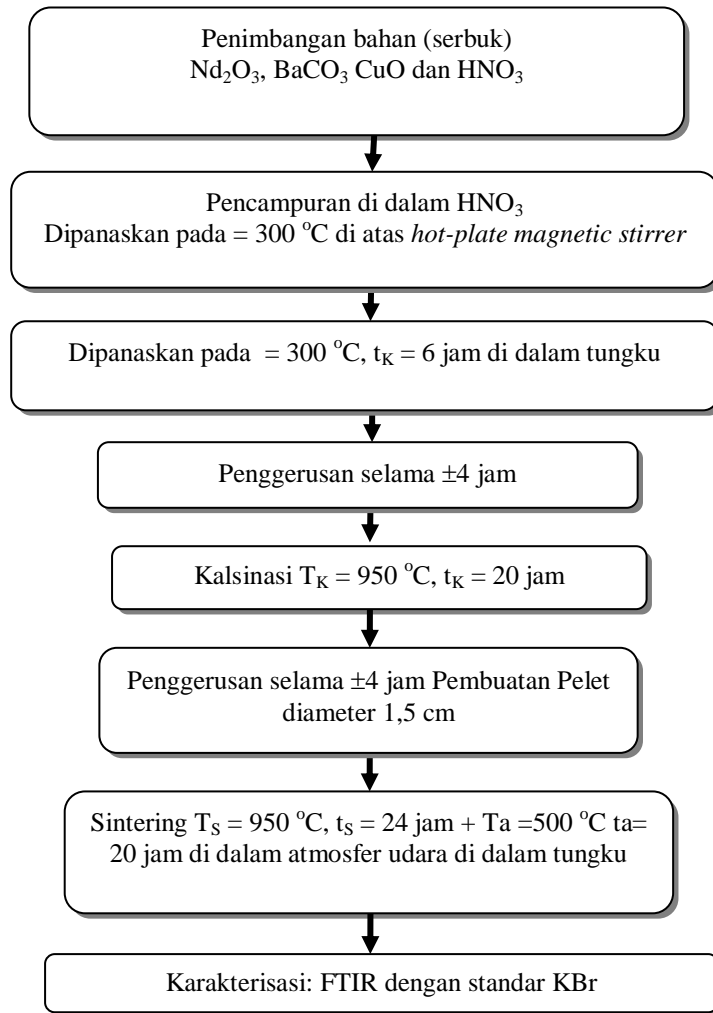
Diagram alir proses sintesis bahan superkonduktor sistem YBCO-358 ditunjukkan pada Gambar 1. Sampel Nd₃Ba₅Cu₈O_y disintesis dengan metode reaksi padatan (*solid state reaction*) yang diawali dengan pencampuran basah dengan menggunakan pelarut HNO₃. Bahan awalnya adalah berupa bubuk (*powder*) Y₂O₃, Nd₂O₃, BaCO₃ dan CuO. Setelah ditimbang sesuai dengan rumusan stoikiometrinya bahan dicampur di dalam pelarut kuat HNO₃ dan dipanaskan pada suhu 300°C. Kerak yang dihasilkan digerus kemudian dilakukan kalsinasi. Hasil kalsinasi setelah digerus dilakukan *sintering* di dalam tungku dengan lingkungan atmosfer udara. Sampel selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR dengan standar KBr.

4. Hasil dan Pembahasan

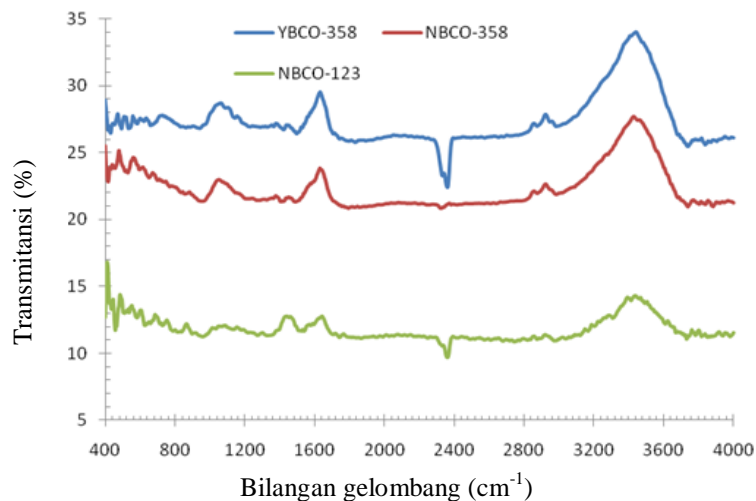
4.1 Analisis Kontaminasi

Gambar 2 memperlihatkan hasil pengukuran dengan FTIR pada rentang bilangan gelombang 400-4000 cm⁻¹. Dari gambar tersebut dapat teramati bahwa pada ketiga sampel memberikan pola yang serupa. Secara umum dapat diklasifikasikan menjadi tiga daerah, pertama, 3500-3000 cm⁻¹: stretch -OH pada bilangan gelombang 3450-3280 cm⁻¹ dan stretch -CH₂- pada 3100-2750 cm⁻¹. Kedua, 1650-1350 cm⁻¹: stretch -COOH grup karboksilat pada bilangan gelombang 1700-1550 cm⁻¹, 1350-1340 cm⁻¹, dan 950-800 cm⁻¹. Ketiga, <1350 cm⁻¹ (daerah sidik jari): absorpsi lemah dari vibrasi *stretch* CH-OH dan C-N [9] Dari gambar tersebut dapat juga teramati adanya penurunan tingkat absorpsi pada kisaran bilangan gelombang sama yaitu pada 3378 cm⁻¹, 2846 cm⁻¹, 1606 cm⁻¹ dan 1018 cm⁻¹. Besar penurunan absorpsi tersebut hampir sama pada fase Nd₃Ba₅Cu₈O₁₈ dan Y₃Ba₅Cu₈O₁₈, tetapi relatif lebih besar dibandingkan dengan fase YBa₂Cu₃O₇. Pada ketiga sampel dapat teramati adanya pita pada kisaran 2328 cm⁻¹ yang merupakan modus CO₂ [10]. Adanya pita-pita absorpsi dari group fungsional tersebut mengindikasikan

bahwa sampel yang dihasilkan masih terkontaminasi oleh senyawa-senyawa yang mungkin terbentuk dari bahan awalnya.



Gambar 1. Digram alir proses sintesis supekonduktor sistem NBCO-358.

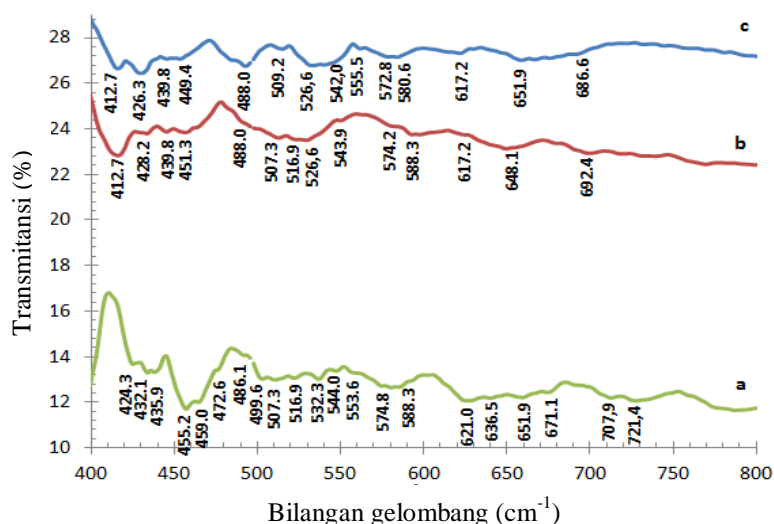


Gambar 2. Spektra FTIR NdBaCuO-123, NdBaCuO-358 dan YBaCuO-358 pada rentang 400-4000 cm^{-1} .

4.2 Analisis Modus Vibrasi

Analisis fase $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ dan $Nd_3Ba_5Cu_8O_{18}$ didasarkan pada bilangan gelombang hasil perhitungan secara teoritis dari fase $YBa_2Cu_3O_7$. Diketahui bahwa di dalam satu satuan sel dari fase $YBa_2Cu_3O_7$ terdapat 13 atom. Dari analisis teori group dapat diperoleh 39 modus-diri (*eigenmodes*) vibrasi-fonon yang mana 36 diantaranya adalah aktif secara optik dan 3 aktif secara akustik [11]. Dari struktur kristalnya fase $YBa_2Cu_3O_7$ dan $NdBa_2Cu_3O_7$ adalah serupa sehingga secara teoritis, ke 36 modus vibrasi yang terjadi pada $YBa_2Cu_3O_7$ kemungkinan juga dapat terjadi pada $NdBa_2Cu_3O_7$.

Struktur kristal fase $Y_3Ba_5Cu_8O_{18}$ memiliki bidang Cu-O sepanjang sumbu-c terdistribusikan dalam dua kelompok besar, yaitu pertama, berisi dua kation Ba dan satu rantai Cu-O. Kedua, berisi tiga kation Ba dengan dua rantai Cu-O. Dalam struktur kristalnya, empat bidang Cu-O dalam berkoordinasi pentahedral dengan anion oksigen, tiga bidang Cu-O dalam bentuk rantai sepanjang sumbu-b. Kedua kelompok tersebut dipisahkan oleh dua kation Y yang dipisahkan oleh satu bidang Cu-O dalam berkoordinasi tetrahedral dengan anion oksigen sebagai pemisah.



Gambar 3. Spektra FTIR: (a) $NdBaCuO$ -123, (b) $NdBaCuO$ -358 dan (c) $YBaCuO$ -358 pada rentang $400-800\text{ cm}^{-1}$.

Dalam satu satuan sel $Nd_3Ba_5Cu_8O_{18}$ mengandung tiga rantai CuO yaitu Cu(2)-O, Cu(6)-O dan Cu(7)-O, dan empat lapisan Cu-O dalam koordinasi pentahedral anion oksigen yaitu Cu(1)-O, Cu(3)-O, Cu(5)-O dan Cu(8)-O, serta satu lapisan Cu(4)-O dalam koordinasi tetrahedral dengan anion oksigen. Sebagaimana diketahui daerah pada bilangan gelombang sekitar 400 cm^{-1} adalah aktif-IR dari fonon yang melibatkan vibrasi ion logam, Cu(2)-O(2,3) dan modus *bend* Cu(1)-O(4)-Cu(2). Daerah di sekitar 600 cm^{-1} adalah berhubungan dengan modus *stretch* Cu-O(2,3) pada lapisan CuO_2 dan modus *stretch* Cu-O(4)-Cu pada oksigen epiks (jembatan) O(4).

Dari ke-36 modus vibrasi pada $YBa_2Cu_3O_7$ secara teoritis terdapat 14 modus vibrasi yang bilangan gelombangnya di atas 400 cm^{-1} [2]. Spectra FTIR pada rentang bilangan gelombang antara $400-800\text{ cm}^{-1}$ dari sampel $Nd_1Ba_2Cu_3O_y$, $Nd_3Ba_5Cu_8O_y$ dan $Nd_3Ba_5Cu_8O_y$ dalam penelitian ini diberikan pada Gambar 2. Bilangan gelombang modus vibrasi yang nilainya mendekati modus vibrasi teoritis dari $YBa_2Cu_3O_7$ telah ditabulasi ditunjukkan pada Tabel 1.

Tampak sejumlah bilangan gelombang dari modus vibrasi $Nd_1Ba_2Cu_3O_y$, $Nd_3Ba_5Cu_8O_y$ dan $Y_3Ba_5Cu_8O_y$ hasil eksperimen yang mendekati bilangan gelombang hasil perhitungan modus vibrasi $YBa_2Cu_3O_7$ pada referensi C. Thomsen and G. Kaczmarczyk, 2002 [2]. Dari Gambar 3 dapat teramati adanya puncak antara $400-450\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan modus dari gerakan secara vertical dan parallel dengan sumbu-c dari empat atom oksigen O(2,3). Puncak pada kisaran $426-439\text{ cm}^{-1}$ merupakan puncak yang berasal dari modus *in-phase* atom oksigen O(2,3) pada lapisan CuO_2 dalam $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. Modus vibrasi *apeks* O(4) teramati pada kisaran 488 cm^{-1} . Pita yang teramati pada kisaran bilangan gelombang pada kisaran $509,6\text{ cm}^{-1}$ dan 588 cm^{-1} mungkin berhubungan dengan *out-of-phase* Cu-O(1)-Cu untuk modus optik transversal (TO) dan longitudinal (LO) [12].

Tabel 1. Bilangan gelombang dari modus vibrasi $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ perhitungan teoritis*, dan hasil FTIR dari $\text{Nd}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$, $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_y$ dan $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_y$.

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (Teori)* cm^{-1}	$\text{Nd}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ cm^{-1}	$\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_y$ cm^{-1}	$\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_y$ cm^{-1}
411	-	410,8	412,7
416	-	-	-
417	-	-	-
428	432,1	428,2	426,3
447	455,2	451,3	449,4
490	486,1	488,0	488,0
509	507,3	507,3	509,2
531 (540)	435,9	439,8	439,8
545	-	-	-
546	542,0	545,8	545,8
565	-	-	-
573	574,8	574,2	572,8
584	-	-	-
563 (588)	588,3	588,3	580,6

5. Kesimpulan

Spektra hasil perhitungan secara teoritis dari modus vibrasi $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ dapat digunakan untuk mengidentifikasi fase $\text{Nd}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ dan $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$. Puncak absorpsi dari modus vibrasi pada $\text{Nd}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$, $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ dan $\text{Nd}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$ berada pada kisaran bilangan gelombang yang hampir sama, yaitu pada bilangan gelombang 400-450 cm^{-1} merupakan modus empat atom oksigen O(2,3), bilangan gelombang 426-439 cm^{-1} merupakan *modus in-phase* atom oksigen O(2,3), serta modus vibrasi peaks O(4) teramati pada bilangan gelombang 488 cm^{-1} .

Ucapan Terimakasih

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada LPPM Universitas Udayana yang telah mendanai penelitian ini melalui Dana PNBPN.

Pustaka

- [1] Cahaya, P., Suharta, W.G. dan Widagda, I G A., Pengaruh Variasi Waktu Sintering Terhadap Struktur Kristal Superkonduktor $\text{Y}_{0,5}\text{La}_{0,5}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. *Buletin Fisika*, Vol. 17, No. 2, 2016. Hal. 34-40.
- [2] Thomsen, C. and Kaczmarczyk, G., Vibrational Raman Spectroscopy of High-temperature Superconductors, *Handbook of Vibrational Spectroscopy*. John M. Chalmers and Peter R. Griffiths, John Wiley & Sons Ltd, Chichester, 2002.
- [3] Krol, D. M., Michael Stavola, Schneemeyer, L. F., Waszczak, J. V. and Sunshine, S. A., Raman spectroscopy of single crystals of high- T_c cuprates. *Journal of the Optical Society of America B*, 6, 1989, pp. 448-454.
- [4] Shi, T. S., Zhao, Y.G., Cai, P.X., Gu, H.F. and Xie, L.M., IR Absorption Peaks and Oxygen Vacancies in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, *Basic Solid State of Physics*, First Published 1 August 1988
- [5] Aliabadi, A., Akhavan Farshchi, Y. and Akhavan, M., 2009, A new Y-based HTSC with T_c above 100 K, *Physica C*, 469, 2012.
- [6] Udomsamuthinrum, P., Kruaehong, T. Nilkamjon, T. and Ratreng, S., The New Superconductors of YBaCuO Materials, *J. Supercond. Nov. Magn.* 23, 1377, 2013.
- [7] Srinivasan, K., George Thomas C., Padaikathan, P. and Ashoka, N. V., Synthesis and Characterization of Fluorinated Superconducting $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_y$, *IJERA*, 3, 2013,927.
- [8] Tellez, D. A. L., Cabrera Baez, M. and Roa-Rojas, J., Structure and Conductivity Fluctuation of The $\text{Y}_3\text{Ba}_5\text{Cu}_8\text{O}_{18}$, *Modern Physics Letters B*, 26, 1250067-1, 2012.

- [9] Zhao, Y. E., Cai, C. Y., Luo, Y. Y. and He1, Z. H., FTIR Spectra of the M(EDTA)_n- Complexes in the Process of Sol-Gel Technique, Plenum Publishing Corporation, 2004, pp. 383-387.
- [10] Jordan Werbe-fuentes, Michael Moody, Oriana Korol and Tristan Kading, Carbon Dioxide Absorption in the Near Infrared, <http://www.phy.davidson.edu/StuHome/derekk/Resonance/pages/main.htm>, (diunduh 31 Agustus 2015).
- [11] Macfarlane, R. M., Hal Rosen and Seki, H., Temperature Dependence of the Raman Spectrum of the Height T_c Superconductor YBa₂Cu₃O₇, *Solid State Communications*, 63, 1987.
- [12] Jiang, C. Y., Yang, H. S., Xu, X. Y., Yu, F. Y., Sun, C. H., Ke, S. Q. and Leng, R. J., Infrared Spectra Study of Nd_{1.65-x}Tl_{0.5}R_xCe_{0.15}CuO_{4+δ} (R=Gd and Sm) Single Crystals, *Physica C: Superconductivity*, 471, 2011, pp. 19-22.