

# SINTESIS BAHAN SUPERKONDUKTOR BiSr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> (Bi-1212) DENGAN VARIASI DOPAN MELALUI METODE PENCAMPURAN BASAH

Anis Nur Laili<sup>1\*</sup>, Darminto<sup>2</sup>

Program Pascasarjana Fisika FMIPA ITS, Surabaya, Indonesia<sup>1\*</sup>  
anis@physics.its.ac.id  
Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya, Indonesia<sup>2</sup>

## Abstrak

Sintesis bahan BiSr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> (Bi-1212) tanpa dan dengan dopan Pb, Ba serta Sr telah dilakukan melalui metode pencampuran basah dengan suhu sinter 970°C selama 50 jam dan 985°C selama 30 jam. Hasil perhitungan fraksi berat berdasarkan pola spektrum uji XRD menunjukkan bahwa pemberian dopan Pb pada Bi dan Y pada Ca berhasil disintesis, yaitu komposisi (Bi<sub>0,6</sub>Pb<sub>0,4</sub>)Sr<sub>2</sub>(Ca<sub>0,7</sub>Y<sub>0,3</sub>)Cu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> pada suhu sinter 970°C selama 50 jam (fraksi berat 64%) dan komposisi (Bi<sub>0,45</sub>Pb<sub>0,4</sub>)Sr<sub>2</sub>(Ca<sub>0,4</sub>Y<sub>0,7</sub>)Cu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> pada suhu sinter 985°C selama 10 jam (fraksi berat 60%). Adapun komposisi tanpa dan dengan dopan Ba serta Y belum menunjukkan hasil yang memuaskan (fraksi berat <30%). Hal ini menunjukkan bahwa pemberian dopan Pb pada Bi dan Y pada Ca lebih efektif daripada pemberian dopan Ba pada Sr, karena dopan Pb pada Bi serta dopan Y pada Ca terbukti meningkatkan fraksi berat fasa Bi-1212. Struktur mikro berdasarkan uji SEM menunjukkan selain terdapat fasa Bi-1212 (bentuk butir lempengan persegi) juga terdapat fasa Bi-2212 sebagai impuritas (bentuk butir seperti jarum).

Katakunci: Superkonduktor, fasa Bi-1212, dopan, metode pencampuran basah, XRD, SEM.

## 1. Pendahuluan

Superkonduktor fasa Bi-1212 merupakan salah satu bahan superkonduktor suhu kritis tinggi (SKST) yang diadaptasi dari fasa YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>x</sub> atau Y-123 dan Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> (Bi-2212). Fasa Bi-1212 ini memiliki lapisan Bi-O tunggal, sehingga jarak antar lapisan superkonduksinya lebih pendek. Dekatnya jarak antar lapisan superkonduksi akan mempengaruhi sifat superkonduktivitasnya.

Beberapa fasa Bi-1212 yang telah berhasil disintesis adalah fasa Bi-1212 dengan pemberian dopan baik pada Bi maupun pada Ca, diantaranya komposisi (Bi<sub>0,5</sub>Cu<sub>0,5</sub>)Sr<sub>2</sub>Y<sub>0,8</sub>Cu<sub>2,2</sub>O<sub>6,95</sub> yang bersifat superkonduktor pada T<sub>c</sub> = 68K (Ehmann *et al.*, 1992), (Bi<sub>0,4</sub>Pb<sub>0,35</sub>)Sr<sub>2</sub>(Y<sub>1-x</sub>Ca<sub>x</sub>)Cu<sub>2,05</sub>O<sub>7</sub> (Frank *et al.*, 1996) dengan  $64K \leq T_{c,B=0} \leq 92K$  pada x=0,6-0,8.

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis fasa Bi-1212 dengan beberapa komposisi meliputi BiSr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> (tanpa dopan), Bi(Sr<sub>1,6</sub>Ba<sub>0,4</sub>)CaCu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> (dopan Ba pada Sr), Bi(Sr<sub>1,6</sub>Ba<sub>0,4</sub>)(Ca<sub>0,7</sub>Y<sub>0,3</sub>)Cu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> (dopan Ba pada Sr, Y pada Ca) dan (Bi<sub>0,6</sub>Pb<sub>0,4</sub>)Sr<sub>2</sub>(Ca<sub>0,7</sub>Y<sub>0,3</sub>)Cu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> serta (Bi<sub>0,45</sub>Pb<sub>0,4</sub>)Sr<sub>2</sub>(Ca<sub>0,4</sub>Y<sub>0,7</sub>)Cu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> (dopan Pb pada Bi dan Y pada Ca).

## 2. Metode Penelitian

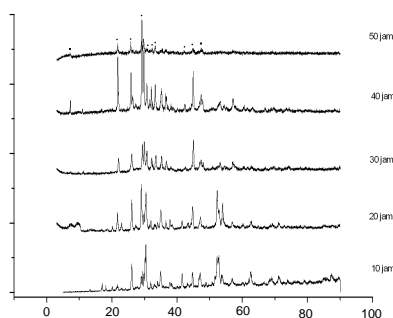
Fasa Bi-1212 ini disintesis dengan menggunakan metode pencampuran basah.

Bahan yang digunakan meliputi: Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 99,9%, PbO<sub>2</sub> 99%, SrCO<sub>3</sub> 98%, BaCO<sub>3</sub> 98%, CaCO<sub>3</sub> 99%, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 98% dan CuO 99%, dengan melarutkan bahan tersebut dengan aquadest dan HNO<sub>3</sub>. Selanjutnya bahan tersebut dicampur dan diaduk sambil dipanaskan pada *magnetic stirrer* hingga terbentuk kerak hitam. Kemudian dikeringkan secara bertahap pada suhu 300°C, 400°C dan 500°C masing-masing selama 1 jam, lalu dikalsinasi pada suhu 800°C selama 2 jam. Setelah itu sampel disinter pada suhu 970°C selama 50 jam atau 985°C selama 30 jam. Dengan pendinginan perlahan. Sampel kemudian dikarakterisasi dengan XRD setelah setiap 10 jam sintering dan struktur mikro serta komposisi fasa diuji dengan SEM/EDX.

## 3. Hasil dan Pembahasan

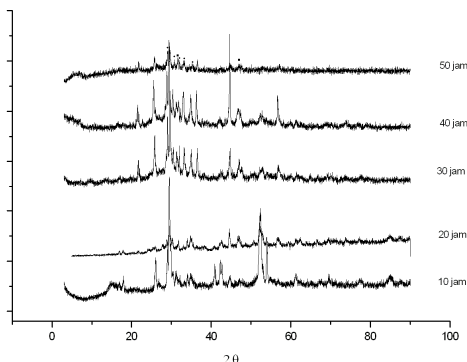
### 3.1 Bi-1212 tanpa dopan

Berdasarkan pola spektrum XRD pada Gambar 1 kemudian dihitung fraksi berat fasa Bi-1212 dan sampai pada periode sinter 50 jam diperoleh fraksi berat untuk Bi-1212 tanpa dopan sebesar 4,4%. Tidak berhasilnya sintesis Bi-1212 tanpa dopan ini diduga akibat melelehnya sampel ketika proses sinter, sehingga atom-atom tidak sempat menyusun membentuk fasa Bi-1212. Dengan kata lain fasa Bi-1212 tanpa dopan tidak berhasil disintesis.



Gambar 1. Hasil karakterisasi uji XRD Bi-1212 dengan komposisi  $\text{BiSr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$  pada suhu sinter  $970^\circ\text{C}$  dengan variasi periode sinter. ● = fasa Bi-2212 dan ◻ = fasa Bi-1212.

### 3.2 Bi-1212 dengan dopan Ba pada Sr

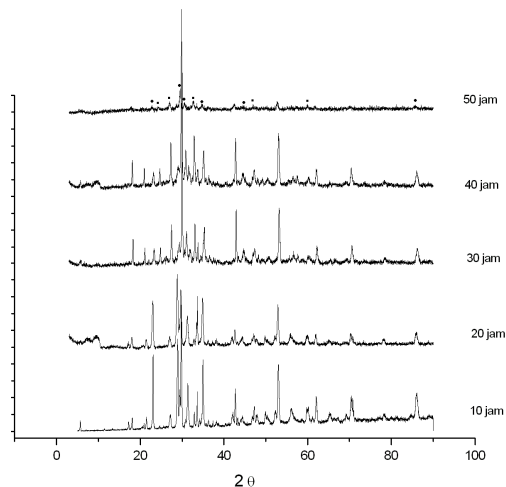


Gambar 2 Hasil karakterisasi uji XRD Bi-1212 dengan komposisi  $\text{Bi}(\text{Sr}_{1,6}\text{Ba}_{0,4})\text{Cu}_2\text{O}_y$  pada suhu sinter  $970^\circ\text{C}$  dengan variasi periode sinter. ● = fasa Bi-2212 dan ◻ = fasa Bi-1212.

Gambar 2 menunjukkan hasil spectrum XRD yang selanjutnya dihitung fraksi beratnya. Hasil perhitungan fraksi berat Bi-1212 dengan dopan Ba pada Sr diperoleh fraksi berat sebesar 17,9%. Artinya adanya dopan Ba pada Sr tidak memberikan pengaruh yang besar terhadap terbentuknya fasa Bi-1212.

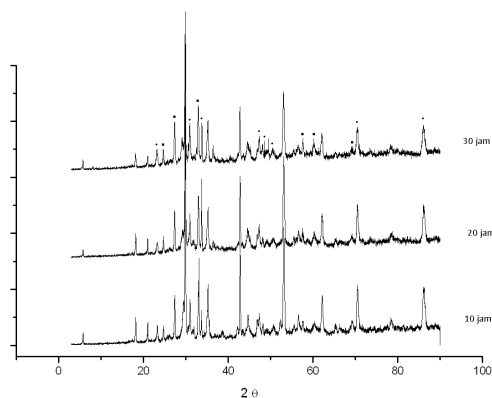
### 3.3 Bi-1212 dopan Ba pada Sr dan Y pada Ca

Gambar 3 menunjukkan pola difraksi XRD. Sampel Bi-1212 dengan komposisi ini sampai dengan periode sinter 50 jam memiliki fraksi berat sebesar 20,5%. Besarnya nilai fraksi berat ini dapat diartikan ada pengaruh dopan Y pada Ca terhadap kenaikan fraksi berat Bi-1212. Kenaikan fraksi berat akibat adanya penambahan dopan Y pada Ca jika dihubungkan dengan jari-jari ion  $\text{Y}^{3+}$  lebih kecil jika dibandingkan dengan jari-jari ion  $\text{Ca}^{2+}$ , sehingga menyebabkan adanya cacat substitusi yang akan memperpendek jarak antar lapisan superkonduksi  $\text{CuO}_2$  yang akan menambah performa bahan.



Gambar 3 Hasil karakterisasi uji XRD Bi-1212 dengan komposisi  $\text{Bi}(\text{Sr}_{1,6}\text{Ba}_{0,4})(\text{Ca}_{0,7}\text{Y}_{0,3})\text{Cu}_2\text{O}_y$  pada suhu sinter  $970^\circ\text{C}$  dengan variasi periode sinter. ● = fasa Bi-2212 dan ◻ = fasa Bi-1212.

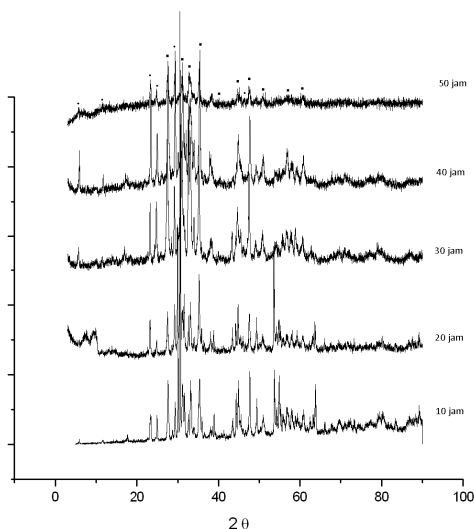
Selanjutnya, disintesis sampel dengan komposisi yang sama tetapi menggunakan suhu sinter  $985^\circ\text{C}$  dengan pertimbangan sampel ini tidak meleleh dengan suhu sinter sebelumnya ( $970^\circ\text{C}$  selama 50 jam) dan fraksi berat yang dihasilkan masih relatif kecil. Selain itu diharapkan kenaikan suhu sinter akan meningkatkan fraksi berat fasa Bi-1212. Adapun hasilnya pada Gambar 4.



Gambar 4 Hasil karakterisasi XRD sampel  $\text{Bi}(\text{Sr}_{1,6}\text{Ba}_{0,7})(\text{Ca}_{0,7}\text{Y}_{0,3})\text{Cu}_2\text{O}_y$  pada suhu sinter  $985^\circ\text{C}$  dengan variasi periode sinter. ● = fasa Bi-2212 dan ◻ = fasa Bi-1212.

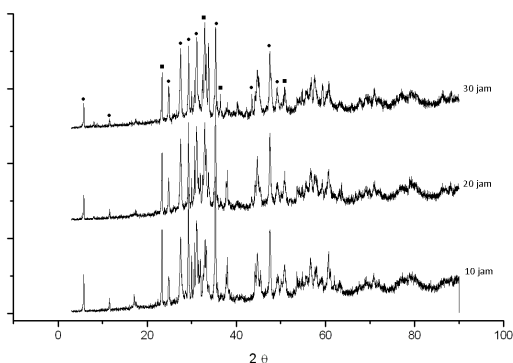
Berdasarkan spektrum XRD yang dihasilkan dan perhitungan fraksi berat diperoleh fraksi berat untuk Bi-1212 dopan Ba pada Sr dan Y pada Ca pada suhu sinter  $985^\circ\text{C}$  selama 30 jam sebesar 16,7%. Dengan demikian, peningkatan suhu sinter untuk komposisi ini tidak berhasil meningkatkan fraksi volume atau dapat dikatakan Bi-1212 untuk komposisi ini tidak berhasil disintesis.

### 3.4 Bi-1212 dopan Pb pada Bi dan Y pada Ca



Gambar 5 Hasil karakterisasi uji XRD Bi-1212 ( $\text{Bi}_{0,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2(\text{Ca}_{0,7}\text{Y}_{0,3})\text{Cu}_2\text{O}_y$ ) pada suhu sinter  $970^\circ\text{C}$  dengan variasi periode sinter. ● = fasa Bi-2212 dan ◻ = fasa Bi-1212.

Hasil perhitungan fraksi berat Bi-1212 dopan Pb pada Bi dan Y pada Ca menunjukkan nilai 64,1%. Artinya pemberian doping Pb pada Bi dan Y pada Ca memberikan pengaruh pada peningkatan fraksi berat Bi-1212. Hal tersebut dapat dijelaskan bahwa pada saat sintering Saat proses sintering ion Pb dan Y mengalami pelelehan sehingga menyebabkan terjadinya difusi, dimana pelelehan ini memudahkan atom-atom lain untuk bergabung menjadi fasa Bi-1212. Akibatnya fasa Bi-1212 lebih cepat terbentuk dan fraksi volumenya meningkat.

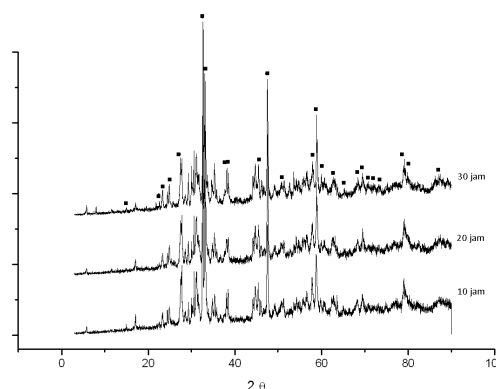


Gambar 6. Hasil karakterisasi XRD sampel ( $\text{Bi}_{0,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2(\text{Ca}_{0,7}\text{Y}_{0,3})\text{Cu}_2\text{O}_y$ ) pada suhu sinter  $985^\circ\text{C}$  dengan variasi periode sinter. ● = fasa Bi-2212 dan ◻ = fasa Bi-1212.

Gambar 6 menunjukkan hasil uji XRD Bi-1212 dopan Pb dan Y dengan suhu sinter  $985^\circ\text{C}$ . Kenaikan suhu sinter menjadi  $985^\circ\text{C}$  dengan pertimbangan pertimbangan lamanya periode sinter yang dibutuhkan untuk sintesis Bi-1212 dopan Pb dan Y. Akan tetapi sampel ini ternyata

mengalami pelelehan pada saat periode sinter 30 jam. Sehingga proses sinteringnya tidak dilanjutkan. Hal ini berpengaruh terhadap hasil perhitungan fraksi beratnya yang menunjukkan nilai yang rendah (18,4%) meskipun pada saat sinter selama 10 jam fraksi berat sudah mencapai nilai 21,3%.

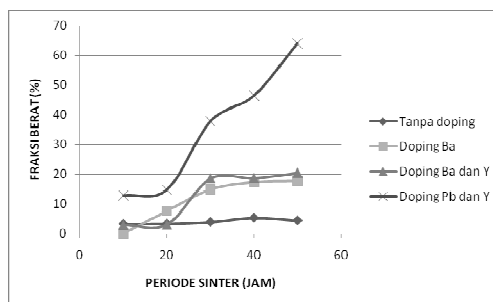
Rendahnya fraksi berat pada komposisi ini menjadi pertimbangan untuk sintesis Bi-1212 dopan Pb pada Bi dan Y pada Ca namun dengan komposisi yang nonstokiometri yaitu ( $\text{Bi}_{0,45}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2(\text{Ca}_{0,4}\text{Y}_{0,7})\text{Cu}_2\text{O}_y$ ) dengan suhu sinter  $985^\circ\text{C}$ . Hasil uji XRD dapat dilihat pada Gambar 7.



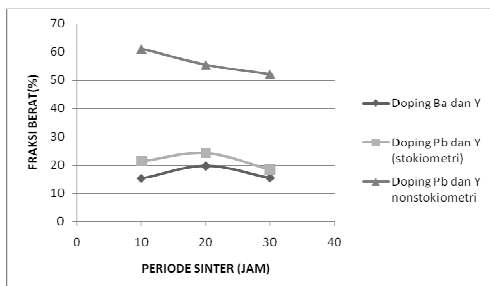
Gambar 7 Hasil karakterisasi XRD sampel ( $\text{Bi}_{0,45}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2(\text{Ca}_{0,4}\text{Y}_{0,7})\text{Cu}_2\text{O}_y$ ) pada suhu sinter  $985^\circ\text{C}$  dengan variasi periode sinter ◻ = fasa Bi-1212.

Gambar 7 menunjukkan spektrum uji XRD yang selanjutnya dihitung fraksi berat dan dihasilkan fraksi berat Bi-1212 pada periode sinter 10 jam, 20 jam dan 30 jam berturut-turut sebesar 61,0%, 55,5% dan 53,8%. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan periode sinter pada suhu  $985^\circ\text{C}$  tidak menyebabkan peningkatan fraksi berat Bi-1212 melainkan menyebabkan penurunan fraksi berat Bi-1212.

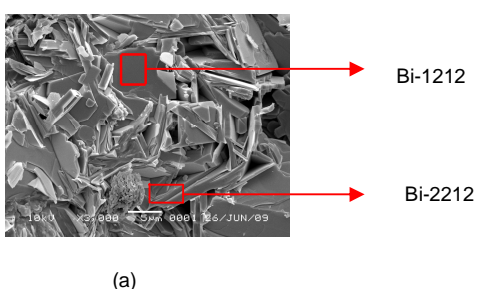
Dengan demikian, pemberian doping Pb pada Bi dan Y pada Ca pada sintesis Bi-1212 lebih efektif daripada pada pemberian doping Ba pada Sr dan tanpa doping baik pada suhu sinter  $970^\circ\text{C}$  selama 50 jam (Gambar 8) atau pada suhu sinter  $985^\circ\text{C}$  selama 30 jam (Gambar 9).



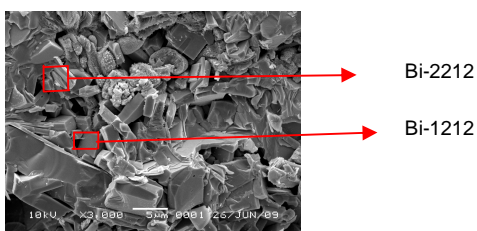
Gambar 8 Grafik perbandingan fraksi berat Bi-1212 pada suhu sinter  $970^\circ\text{C}$  dengan variasi periode sinter.



Gambar 9 Grafik perbandingan fraksi berat Bi-1212 pada suhu sinter 985°C dengan variasi periode sinter.

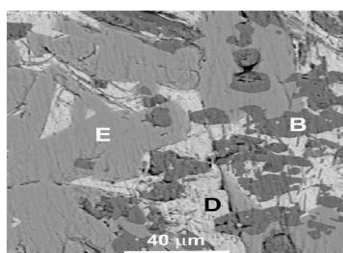


(a)

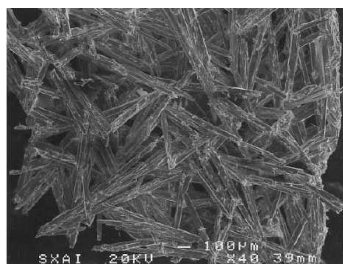


(b)

Gambar 10 Hasil uji SEM (a) komposisi  $(Bi_{0,6}Pb_{0,4})Sr_2(Ca_{0,7}Y_{0,3})Cu_2O_y$  pada suhu sinter 970°C 50 jam, (b) komposisi  $(Bi_{0,45}Pb_{0,4})Sr_2(Ca_{0,4}Y_{0,7})Cu_2O_y$  pada suhu sinter 985°C 10 jam.



(a)



(b)

Gambar 11 (a) Hasil foto BSE. B=fasa 02x1, D=cairan dan E=fasa Bi-1212 (b) Hasil foto SEM fasa Bi-2212.

Hasil uji menunjukkan struktur mikro komposisi Bi-1212 doping Pb dan Y stokiometri dan nonstokiometri diuji dengan SEM ditunjukkan oleh Gambar 10. Struktur mikro fasa Bi-1212 doping Pb dan Y berbentuk lempengan pipih. Selain itu juga terdapat fasa Bi-2212 (sebagai impuritas) dengan struktur mikro seperti jarum. Struktur mikro yang diperoleh ini mirip dengan struktur mikro Bi-1212 yang telah disintesis oleh Schneider *et.al.* (2000) yang dapat dilihat pada Gambar 11.a, sedangkan struktur mikro Bi-2212 yang berbentuk seperti jarum tersebut seperti yang diperoleh Cabeza *et.al.*, (1998) ditunjukkan oleh Gambar 11.b.

#### 4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian di atas dapat disimpulkan bahwa fasa Bi-1212 dengan dopan Pb pada Bi dan Y pada Ca dapat disintesis melalui metode pencampuran basah dengan suhu sintering 970°C selama 50 jam untuk komposisi  $(Bi_{0,6}Pb_{0,4})Sr_2(Ca_{0,7}Y_{0,3})Cu_2O_y$  dan pada suhu sintering 985°C selama 10 jam untuk komposisi  $(Bi_{0,45}Pb_{0,4})Sr_2(Ca_{0,4}Y_{0,7})Cu_2O_y$ . Adapun Bi-1212 tanpa dopan, dengan dopan Ba pada Sr serta dopan Ba pada Sr dan Y pada Ca tidak berhasil disintesis melalui metode ini baik pada suhu sinter 970°C maupun 985°C.

#### 5. Pustaka

- Bauer, A., Zoller, P., Glaser, J., Ehmann, A., Wischert, W., Kemmler-Sack, S., (1996), "Material Processing of Ca/Y substituted Single (Bi,Pb) O-layered 1212", *Physica C*, Vol. 256, hal 177-182.
- Ehmann, A., Kemmler-Sack S., Losch, S., Schlichenmier, M., Wischert, W., Zoller, P., Nissel, T., Huebener, R.P., (1992), "New Family of Superconducting Copper Oxides Bi Cuprates of Type 1212", *Physica C*, Vol 198, hal 1.
- Frank, H., Stollman R., Lethen J., Muller R., Gasparov L.V., Zakharov N.D., Hesse D., Guntherodt G., (1996) "Preparation and Magnetic Properties of (Bi,Pb)-1212", *Physica C*, Vol. 268, hal. 100-106.
- Hikmawati, D. dan Tjia M.O., (2000), "Sintesis Fase Tunggal Sistem  $(Bi,Mo,Cu)SrYCuO$  Berfase 1212", *J.MIPA* 5 (2), hal 49-52.
- Hikmawati D. dan Aminatun, (2001), *Pengaruh Variasi Doping Ca/Y pada Sintesa Bahan Superkonduktor Keramik BPSCCO Fase 1212*, Laporan Penelitian Dosen Muda, Universitas Airlangga, Surabaya.

- Kambe, S., Akao T., Shime I., Ohshima S., Okuyama K., (1995), "Preparation of a Single Phase Sample of  $(\text{Bi}_{1-x}\text{Cu}_x)\text{Sr}_2\text{YCu}_2\text{O}_y$  and Its Physical Properties", *Material Science Engineering B*, Vol. 32, hal. 57-61.
- Kambe, S., Akao T., Ohshima S., Okuyama K., (1995), "Preparation and Physical Properties of Superconductor  $[(\text{Bi}_{1-x}\text{Pb}_x)_{0.88}\text{Cu}_{0.67}]\text{Sr}_2\text{YCu}_2\text{O}_y$ ", *Physica C*, Vol. 255, hal. 151-156.
- Maurackhine, A. (2004), *Room-Temperature Superconductivity*, 1<sup>st</sup> edition, Cambridge International Science Publishing, United Kingdom.
- Singh, K.K., Kirtikar, V., Sinha, A.P.B., Morris, D.E., (1994), "Studies on (Hg,Bi)-1212 a 92 K superconductor", *Physica C*, Issue 1-2, p 1-6.
- Tinkham, M. (1996), *Introduction to Superconductivity*, 2<sup>nd</sup> edition, Mc.Graw-Hill, Inc., Singapore.
- Waldram, J.R., (1996), *Superconducting of Metal and Cuprates*, 1<sup>st</sup> edition, institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia.
- Wu, M. K., Chen, D. H., Chen, D. Y., Sheen, S.R., Chien, F. Z., (2000), "Ion Substitution Effects on the structure stability of Cuprates Superconductors", *Tamkang Journal of Science and Engineering*, Vol. 3 No. 3, hal 139-144
- Zoller, P., Glaser, J., Selting, B., Ehmann, A., Wischert, W., Kemmler-Sack, S. (1994), "Crystal structure and Superconductivity of Bi Cuprates of Type 1212 and 0212", *Physica C*, Vol 235-240, hal 955-956.
- Zoller, P., Selting, B., Bauer, A., Ehmann, A., Glaser, J., Wischert, W., Kemmler-Sack, S., (1997), "(Bi,Pb)-1212 and (Bi,Pb)-0212, Superconducting Cuprates with Reduced Anisotropy"
- Zoller P., Ehmann A., Glaser J., Wischert W., Kemmler-Sack S., (1998), "Melt Texturing and Thermomechanical Processing of (Bi,Pb)-1212", *Physica C*, Vol. 306, hal. 119-128.