

**VARIASI DOPING Pb TERHADAP PERTUMBUHAN FASE
BAHAN SUPERKONDUKTOR Bi-2212 PADA KADAR Ca 1,10 DAN
SUHU SINTERING 830°C**

(Skripsi)

Oleh
Riandini Pratiwi



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2017**

ABSTRAK

PENGARUH DOPING Pb TERHADAP PERTUMBUHAN FASE BAHAN SUPERKONDUKTOR Bi-2212 PADA KADAR Ca 1,10 DAN SUHU SINTERING 830°C

Oleh

Riandini Pratiwi

Penelitian tentang pengaruh doping Pb yaitu 0; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,4 terhadap pertumbuhan fase bahan superkonduktor Bi-2212 Ca 1,10 telah dilakukan dengan metode padatan pada suhu kalsinasi 800°C selama 10 jam dan suhu sintering 830°C selama 20 jam. Pengaruh doping Pb terhadap pertumbuhan fase bahan superkonduktor dapat dilihat berdasarkan fraksi volume, impuritas, dan derajat orientasi. Hasil penelitian menunjukkan sampel tanpa doping Pb (Pb 0) mempunyai nilai fraksi volume yang lebih rendah dibandingkan sampel dengan doping Pb (Pb 0,1-0,4). Penambahan doping Pb (Pb 0,1-0,4) akan meningkatkan fraksi volume. Fraksi volume (Fv) tertinggi pada doping Pb 0,4 yaitu 80,99%, sedangkan fraksi volume terendah pada doping Pb 0,1 yaitu 67,73%. Sampel tanpa doping Pb (Pb 0) mempunyai nilai derajat orientasi yang lebih rendah dibandingkan sampel dengan doping Pb (Pb 0,1-0,4). Penambahan doping Pb 0,1 dan 0,4 mempunyai derajat orientasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan doping Pb 0,2 dan 0,3. . Sampel dengan doping Pb 0,1 memiliki nilai derajat orientasi tertinggi yaitu 24,87%. Penambahan doping Pb (Pb 0,1-0,4) akan menurunkan impuritas. Impuritas (I) tertinggi pada doping Pb 0 yaitu 32,20%, sedangkan impuritas terendah pada doping Pb 0,4 yaitu 19,01. Berdasarkan hasil SEM semua sampel telah menunjukkan lapisan-lapisan yang tersusun searah (terorientasi) dengan ruang kosong antara lempengan (*void*) relatif kecil.

Kata kunci : superkonduktor Bi-2212, doping Pb, fraksi volume, derajat orientasi

ABSTRACT

Pb DOPING EFFECT AGAINST GROWTH PHASE OF SUPERCONDUCTOR INGREDIENTS Bi-2212 AT LEVELS OF Ca 1,10 AND SINTERING TEMPERATURE 830°C

By

Riandini Pratiwi

Research on the effect of Pb doping is 0; 0.1; 0.2; 0.3 and 0.4 to the phase growth of the Bi-2212 Ca 1.10 superconducting material was carried out by the solid state reaction method at a calcination temperature of 800 °C. for 10 hours and sintering temperature of 830 °C. for 20 hours. The effect of Pb doping on the phase growth of superconducting material can be seen by volume fraction, impurity, and degree of orientation. The results showed that samples without Pb doping (Pb 0) had lower volume fraction values than samples with Pb doping (Pb 0.1-0.4). Addition of Pb doping (Pb 0.1-0.4) will increase the volume fraction. The highest volume fraction (Fv) in Pb doping 0.4 was 80.99%, where as the lowest volume fraction on Pb doping 0.1 was 67.73%. Samples without Pb doping (Pb 0) had a lower orientation grade value than the sample with Pb doping (Pb 0.1-0.4). The addition of Pb doping 0.1 and 0.4 has a higher orientation degree compared to Pb doping of 0.2 and 0.3. The sample with Pb doping 0,1 has the highest orientation degree value that is 24,87%. The addition of Pb doping (Pb 0.1-0.4) will decrease the impurities. Impurities (I) highest in Pb doping 0 is 32,20%, whereas the lowest impurities in Pb doping 0,4 is 19,01%. Based on the SEM results all the seals have shown layers arranged in a direction (oriented) with empty space between the slab (void) is relatively small.

Key word : Superconductor Bi-2212, doping Pb, volume fraction, orientation degree, impurities

**VARIASI DOPING Pb TERHADAP PERTUMBUHAN FASE BAHAN
SUPERKONDUKTOR Bi-2212 PADA KADAR Ca 1,10 DAN SUHU
SINTERING 830°C**

Oleh

RIANDINI PRATIWI

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2017**

Judul Skripsi : **VARIASI DOPING Pb TERHADAP PERTUMBUHAN FASE BAHAN SUPERKONDUKTOR Bi-2212 PADA KADAR Ca 1,10 DAN SUHU SINTERING 830°C**

Nama Mahasiswa : **Riandini Pratiwi**

Nomor Pokok Mahasiswa : 1217041043

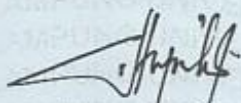
Jurusan : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

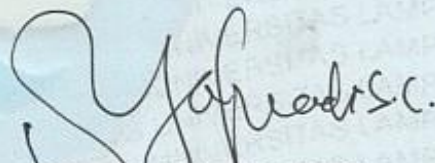


MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

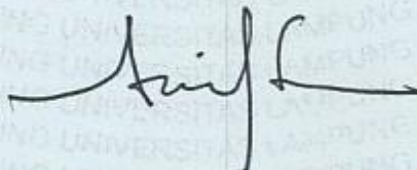


Suprihatin, S.Si., M.Si.
NIP 19730414 199702 2 001



Drs. Syafriadi, M.Si.
NIP 19610821 199203 1 002

2. Ketua Jurusan Fisika




Arif Surtano, S.Si., M.Si., M.Eng.
NIP 19710909 200012 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

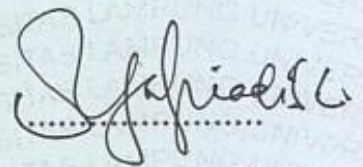
Ketua

: **Suprihatin, S.Si., M.Si.**



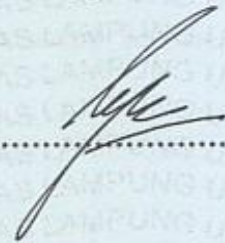
Sekretaris

: **Drs. Syafriadi, M.Si.**



Penguji

Bukan Pembimbing : **Drs. Ediman Ginting Suka, M.Si.**



Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Prof. Dr. Warsito, S.Si., D.E.A.

NIP 19710212 199512 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **21 Agustus 2017**

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain, kecuali yang secara tertulis dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila pernyataan ini tidak benar, maka saya bersedia dikenakan sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandarlampung, Agustus 2017



Riandini Pratiwi
NPM.1217041043

RIWAYAT HIDUP

Penulis bernama lengkap Riandini Pratiwi. penulis dilahirkan di Metro pada tanggal 22 Desember 1994. Penulis menyelesaikan pendidikan Taman Kanak-kanak di TK Aisyah Metro pada tahun 2000, Sekolah Dasar di SD Pertiwi Teladan Metro pada tahun 2006, Sekolah Menengah Pertama di SMPN 3 Metro pada tahun 2009, serta Sekolah Menengah Atas di SMA Kartikatama Metro pada tahun 2012.

Penulis terdaftar sebagai mahasiswa di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung melalui SBMPTN tahun 2012. Selama menempuh pendidikan, penulis pernah menjadi Asisten Praktikum Sains Dasar, Fisika Dasar I, Fisika Eksperimen, dan Inti. Penulis pernah aktif dalam kegiatan organisasi seperti menjadi anggota Biro Danus Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) FMIPA Unila periode 2013-2014, anggota bidang PPSDM BEM FMIPA Unila periode 2013-2014, sekretaris Biro Danus HIMAFI FMIPA Unila periode 2014-2015. Penulis memilih bidang keilmuan material sebagai bidang yang ditekuni di Jurusan Fisika. Penulis pernah melakukan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di PT. KRAKATAU STELL, Serang-Banten pada tahun 2015 dengan judul laporan PKL “Analisa Proses Pembuatan Baja HSAPH 540 *End Use Outomotif* Di SSp PT. Persero Tbk. Penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Kabupaten Pesisir Barat, Kecamatan Pesisir Utara , Desa Way Narta pada tahun 2016.

PERSEMBAHAN

Bismillahirrohmaanirrohiim...
Skripsi ini aku persembahkan kepada

Kedua orang tuaku tercinta
pahlawan terhebat sepanjang hidup
Yang tak hentinya berdoa dan bersabar demi keberhasilanku.

Adikku tersayang
You're my very best brother.
Terima kasih selalu memberikan keceriaan di rumah.

Seluruh keluarga dan sahabat
Yang selalu memberikan motivasi

Almamater tercinta
Universitas Lampung

MOTTO

“Keberhasilan adalah kemampuan untuk melewati dan mengatasi
dari satu kegagalan ke kegagalan berikutnya tanpa kehilangan
semangat”

(Winston Churchill)

*“Waktu itu bagaikan pedang. Jika kamu tidak menggunakannya untuk
memotong, ia akan memotongmu.”*

(H.R. Muslim)

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah rabbi'l'amin. Segala puji hanya milik Allah SWT atas limpahan rahmat dan pertolongan-Nya, penulis bisa menyelesaikan skripsi yang berjudul **“VARIASI DOPING Pb TERHADAP PERTUMBUHAN FASE BAHAN SUPERKONDUKTOR Bi-2212 PADA KADAR Ca 1,10 DAN SUHU SINTERING 830°C”**. Adapun tujuan utama skripsi ini adalah sebagai salah satu syarat yang harus ditempuh untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains dari Universitas Lampung.

Penulis menyadari dalam penyusunan dan penulisan skripsi ini banyak terdapat kekurangan. Oleh sebab itu kritik dan saran yang bersifat membangun sangat diperlukan untuk memperbaiki dan menyempurnakan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Bandar Lampung, Agustus 2017
Penulis

Riandini Pratiwi

SANWACANA

Assalamualaikum Wr.Wb

Segala puji bagi Allah, Rabb semesta alam yang telah memberikan taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan lancar. skripsi dengan judul “Variasi Doping Pb terhadap Pertumbuhan Fase Bahan Superkonduktor Bi-2212 pada Kadar Ca 1.10 dan Suhu Sintering 830°C”, sebagai salah satu syarat yang harus ditempuh untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains dari Universitas Lampung dapat terselesaikan. Dalam penyusunan skripsi ini penulis banyak mendapat bantuan dari segala pihak. Maka, pada kesempatan kali ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Orang tua penulis, Ayah dan Ibu tercinta (Bapak Yudel Heri dan Ibu Nispayani) yang selalu mendo'akan kebaikan bagi penulis.
2. Ibu Suprihatin, M.Si. selaku Pembimbing I dan Pembimbing Akademik atas kesediannya membimbing penulis dengan penuh kesabaran dan selalu meluangkan waktunya untuk memberikan ilmu dan nasihatnya kepada penulis.
3. Bapak Drs. Syafriadi, M.Si. selaku Pembimbing II atas kesediannya membimbing dan memberikan saran kepada penulis.
4. Bapak Drs. Ediman Ginting Suka, M.Si. sebagai Dosen Penguji yang telah berkenan menguji dan memberikan saran yang membangun kepada penulis.

5. Abi YasGhi yang telah turut membantu penulis dalam penelitian dan memberikan saran hingga penulis mampu menyelesaikan skripsi.
6. Bapak Arif Surtono, M.Eng. selaku Ketua Jurusan Fisika dan Bapak Gurum Ahmad Pauzi, M.T. selaku Sekretaris Jurusan Fisika.
7. Adikku Jihad Hudaya yang telah mendoakan dan menghiburku.
8. Teman satu tim penelitian Renita Maharani Fauzi yang telah membantu dan memberikan motivasi kepada penulis.
9. Sahabat tercinta Mutya Nivitha, Nadia Yolanda, Suliswati, Aryati Maulidia Jais, Ema Damayanti, Lia Ariska, Asep Rizal, Wayan Sutra dan I Gede Andri yang selalu menghibur, menjadi pendengar yang baik dan selalu memberikan semangat serta dukungannya.
10. Sahabat di Fisika angkatan 2012, Jayanti Puspita Sari, Juniati BR Simbolon, Sri Aknes, Giri Amirul Mukminin, Apriyanto S. Giri dan semua teman-teman Fisika lainnya.

Semoga Allah SWT membalas dengan yang lebih baik dan menjadi pemberat amal di akhirat nanti. Aamiin.

Wassalamu'alaikum Wr.Wb.

Bandar Lampung, Agustus 2017

Penulis

Riandini Pratiwi

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRACT	i
ABSTRAK	ii
HALAMAN JUDUL	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
HALAMAN MENGESAHKAN	v
PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	vii
PERSEMBAHAN	viii
MOTTO	ix
KATA PENGANTAR	x
SANWACANA	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvi
I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	4
C. Batasan Masalah	5
D. Tujuan Penelitian	5
E. Manfaat Penelitian	6
II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Sejarah Superkonduktor	7
B. Karakterisasi Superkonduktor	8
C. Struktur Superkonduktor BSCCO	10
D. Sistem Superkonduktor BSCCO-2212	11
E. Diagram Fase Sistem BSCCO	12
F. Doping Pb	13

G. Aplikasi Superkonduktor	14
H. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	15
I. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	17

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	19
B. Bahan dan Alat Penelitian	19
C. Komposisi Bahan Dasar	20
D. Preparasi Sampel.	22
E. Karakterisasi.....	25

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Pengukuran Pola <i>X-Ray Diffraction</i> XRD	34
B. Analisis Pola <i>X-Ray Diffraction</i> XRD	38
C. Analisis <i>Scanning Electron Microscopy</i>	43

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan	45
B. Saran	46

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Fluks magnet pada jangkauan medan kritis	9
2. Struktur superkonduktor sisten BSCCO	11
3. Diagram fase superkonduktor BPSCCO	13
4. Superkomputer	15
5. Skema difraksi sinar-X oleh atom kristal	17
6. Diagram alir penelitian	22
7. Diagram kalsinasi	24
8. Diagram Sintering	25
9. Spektrum XRD superkonduktor BPSCCO fase 2212	27
10. Konversi file kedalam bentuk .rd	28
11. Proses input data	28
12. Puncak-puncak yang akan dianalisis	29
13. Proses penentuan inisial parameter sel dan <i>calculate</i>	30
14. Seleksi puncak dengan toleransi anguler 1	31
15. Hasil <i>refine</i>	31
16. <i>Database</i> hasil <i>refine</i>	32
17. Menentukan nilai intensitas	32

18. Hasil pengukuran pola difraksi sinar-X (XRD) dan analisis Celref pada sampel dengan variasi doping Pb. Nomor menunjukkan puncak-puncak <i>hkl</i> tertentu.	36
19. Pola hubungan antara doping Pb terhadap fraksi volume (Fv) dan derajat orientasi (P).	40
20. Hasil perekaman foto SEM sampel dengan variasi doping Pb (a) BPSCCO-2212 (Pb = 0); (b) BPSCCO-2212 (Pb = 0,1); (c) BPSCCO-2212 (Pb = 0,2); (d) BPSCCO-2212 (Pb = 0,3) dan (e) BPSCCO-2212 (Pb = 0,4) dengan perbesaran masing-masing 3000x.....	42

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan doping Pb 0 ($\text{Bi}_2\text{Pb}_0\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)	20
2. Komposisi kimia abu sekam pa Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan doping Pb 0,1 ($\text{Bi}_2\text{Pb}_0\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)	20
3. Komposisi kimia abu sekam pa Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan doping Pb 0,2 ($\text{Bi}_2\text{Pb}_0\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)	21
4. Komposisi kimia abu sekam pa Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan doping Pb 0,3 ($\text{Bi}_2\text{Pb}_0\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)	21
5. Komposisi kimia abu sekam pa Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan doping Pb 0,4 ($\text{Bi}_2\text{Pb}_0\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)	21
6. Tingkat kemurnian fase BPSCCO-2212 yang terbentuk pada variasi doping Pb	39

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Superkonduktor adalah bahan penghantar listrik yang memiliki resistansi nol (*superconducting*) ketika berada di bawah suhu tertentu yang dinamakan dengan suhu kritis (T_c) bahan tersebut. Generasi awal superkonduktor yang disebut superkonduktor konvensional umumnya berupa senyawa atau paduan logam dan memiliki T_c rendah sehingga kurang menarik.

Teknologi superkonduktor mulai berkembang pesat sejak ditemukannya superkonduktor suhu tinggi (SKST) pada tahun 1986. SKST adalah berupa bahan oksida atau keramik yang berinduk pada senyawa *kuprat* (Cu-O) dengan komposisi kimiawi yang multi komponen. Akibatnya bahan SKST bersifat multifase, struktur kristalnya berlapis, derajat anisotropinya tinggi dan panjang koherensinya yang pendek. Walau belum tuntas dalam pemahaman dasarnya, bahan SKST telah dikembangkan dalam aplikasi teknologi yang berkembang luas, mulai dari aplikasi piranti elektronik, transmisi daya berkapasitas besar, peralatan yang menggunakan medan magnet berkekuatan tinggi, sampai dengan berbagai

peralatan teknik yang mengandalkan efek levitasi magnetik seperti *Superconducting Magnetic Energy Storage System* (SMES).

Riset yang sangat intensif terus dilakukan untuk menghasilkan pemahaman menyeluruh tentang persoalan fisis yang berkaitan dengan aspek teoritis, eksperimen, maupun aplikasinya. Salah satu bahan SKST yang banyak dikaji adalah sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) yang dikenal juga sebagai bahan superkonduktor berbasis Bi. Dalam sistem ini dikenal 3 fase superkonduktif yang berbeda yaitu fase 2201 dengan $T_c = 10$ K, fase 2212 dengan $T_c = 80$ K dan fase 2223 dengan $T_c = 110$ K. Sintesis kristal BSCCO dapat dilakukan dengan beberapa metode, antara lain: metode *Traveling Solvent Floating Zone* (TSFZ), metode fluks Halida Alkali, metode fluks Carbonat Alkali, metode *Self Flux* dan metode *Melt Textured Growth* (Shaoyan Chu and Michael E. Mc Henry, 1997).

Peningkatan nilai temperatur kritis dan rapat arus kritis dapat dilakukan dengan pemberian suatu doping (D.B. Currie and A.M. Forest, 1988). Doping dapat menggantikan atom asli di dalam superkonduktor dengan atom doping yang ukurannya tidak jauh berbeda dengan ukuran atom aslinya. Doping sangat berperan penting pada pembentukan superkonduktor T_c tinggi. Selain itu, doping dapat berupa penambahan, yaitu menambahkan atom-atom doping ke dalam atom-atom asli superkonduktor. Penggunaan doping Pb dalam sintesis polikristal sistem Bi selain memudahkan pembentukan senyawa bersangkutan, juga mempengaruhi sifat-sifat senyawa yang dihasilkan. Karena kemiripan ukuran ion dan persyaratan valensi dari atom Pb, maka telah diyakini bahwa penambahan Pb

sebagai doping menghasilkan substitusi atom Bi oleh atom Pb pada lapisan ganda Bi-O (Nurmalita, 2011)

Senyawa superkonduktor berbasis Bi (BSCCO), umumnya disintesis dari bahan awal berupa oksida Bi, Sr, Ca, dan Cu (Zavaritsky, 1990). Sistem sintesis superkonduktor Bi-2212 mempengaruhi pertumbuhan fase dan struktur mikro. Pada penelitian variasi sistem sintering menunjukkan bahwa sistem sintesis (kalsinasi-sintering) terpisah memiliki fraksi volume tertinggi ($F_v = 85\%$), dibandingkan dengan sistem sintesis (kalsinasi-sintering) digabung ($F_v = 62,31\%$), dan dengan sistem sintesis sintering dua kali ($F_v = 83,21\%$). Waktu sintering 20 jam memiliki fraksi volume tertinggi ($F_v = 88,04\%$) dibandingkan dengan waktu sintering 40 jam ($F_v = 59,76\%$) dan 60 jam ($57,19\%$) (Harnova, 2005).

Penelitian variasi doping Pb pada sistem BPSCCO 2212 pernah dilakukan oleh Ghofur (2007) dengan variasi doping Pb yang digunakan 0; 0,2; 0,3; 0,4, dan 0,5, pada kadar Ca = 1, suhu kalsinasi 790°C serta suhu sintering 820°C , menggunakan sistem sintesis (kalsinasi-sintering) terpisah. Penelitian ini memperoleh hasil bahwa sampel dengan kadar doping 0,2 mempunyai fraksi volume ($F_v = 86,25\%$) dan derajat orientasi ($P = 21,25\%$) tertinggi.

Kadar CaCO_3 juga mempengaruhi fase bahan superkonduktor BPSCCO-2212, seperti penelitian yang dilakukan oleh Larasati (2008) dengan memvariasikan kadar CaCO_3 0,95; 1,00; 1,05 dan 1,10. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sampel dengan kadar CaCO_3 1,10 memiliki nilai fraksi volume tertinggi ($F_v = 87,26\%$) dan derajat orientasi tertinggi ($P = 21,35\%$).

Kemudian penelitian tentang pengaruh suhu sintering pada kadar CaCO_3 1,10 dilakukan oleh Sari (2013) dengan memvariasikan suhu sintering 815°C , 820°C , 825°C , 830°C . Hasil penelitian menunjukkan bahwa fraksi volume yang tertinggi diperoleh pada suhu sintering 830°C yaitu $F_v = 90,10\%$, sedangkan derajat orientasi tertinggi pada suhu 825°C yaitu $P = 59,31\%$.

Pada penelitian ini dilakukan variasi doping Pb dalam sintesis superkonduktor BPSCCO-2212 pada kadar Ca 1,10, suhu sintering 830°C . Variasi doping Pb yang dilakukan 0; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,4. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui tingkat kemurnian fase yang terbentuk dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur mikro dari sampel.

B. Rumusan Masalah

Permasalahan yang dibahas dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi doping Pb terhadap pertumbuhan fase bahan superkonduktor BPSCCO-2212 pada kadar Ca = 1,10.
2. Bagaimana tingkat kemurnian fase bahan superkonduktor BPSCCO-2212 pada variasi doping Pb dengan menghitung fraksi volume (F_v), derajat orientasi (P), dan impuritas (I).
3. Bagaimana struktur mikro dari superkonduktor BPSCCO-2212

C. Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Sintesis superkonduktor BPSCCO-2212 dilakukan dengan metode reaksi padatan.
2. Kadar Ca yang digunakan 1,10.
3. Sampel dikalsinasi pada suhu 800°C selama 10 jam.
4. Sampel disintering pada suhu 830°C selama 20 jam.
5. Variasi doping Pb yang dilakukan yaitu 0; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,4.
6. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM
7. Penelitian ini tidak melakukan pengujian efek Meissner, temperatur kritis (T_c), dan rapat arus kritis (J_c).

D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui pengaruh variasi doping Pb terhadap pertumbuhan fase bahan superkonduktor BPSCCO-2212 pada kadar Ca = 1,10.
2. Mengetahui tingkat kemurnian fase bahan superkonduktor Bi-2212 yang terbentuk dengan menghitung nilai fraksi volume, derajat orientasi, dan impuritas.
3. Mengetahui struktur mikro bahan superkonduktor Bi-2212.

E. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini antara lain:

1. Memberikan informasi variasi doping Pb yang relatif paling baik pada sintesis superkonduktor BPSCCO-2212 pada kadar Ca 1,10.

2. Sebagai bahan acuan untuk melakukan penelitian selanjutnya, terutama untuk bahan superkonduktor BPSCCO-2212.
3. Sebagai referensi di Jurusan Fisika, khususnya bidang Material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Sejarah superkonduktor

Bahan superkonduktor pertama kali ditemukan pada tahun 1911 oleh seorang fisikawan Belanda dari Universitas Leiden yaitu Heike Kamerlingh Onnes. Pada tanggal 10 Juli 1908, Onnes mencairkan helium dengan cara mendinginkannya hingga suhu 4 K atau -269°C . Kemudian Onnes pada tahun 1911 mulai mempelajari sifat-sifat listrik dari logam pada suhu yang sangat dingin (Anwar, 2010).

Pada tahun 1933, fisikawan Walter Meissner dan Robert Ochsenfeld menemukan bahwa bahan superkonduktor menolak medan magnet. Telah diketahui bahwa, jika suatu konduktor digerakkan dalam medan magnet maka arus induksi akan mengalir dalam konduktor tersebut. Akan tetapi, arus dalam bahan superkonduktor yang dihasilkan tepat berlawanan dengan medan magnet tersebut, sehingga material superkonduktor tidak dapat ditembus oleh medan magnet. Fenomena ini dikenal dengan istilah diamagnetisme dan efek ini kemudian dinamakan Efek Meissner (Ismunandar dan Chun, 2002).

Pada tahun 1957, tiga orang fisikawan yaitu Bahren, Cooper dan Schrieffer mengajukan teori tentang superkonduktor yaitu bahwa elektron-elektron dalam superkonduktor selalu dalam keadaan berpasang-pasangan dan seluruhnya

dalam kuantum yang sama. Pasangan-pasangan ini disebut pasangan Cooper. Teori ini dikenal dengan teori BCS. Dengan teori BCS menjadikan ketiga ilmuwan tersebut memenangkan hadiah Nobel pada tahun 1972 (Pikatan, 1989).

Pada tahun 1973, T_c yang diperoleh baru mencapai 23,3 K yaitu pada paduan logam Nb_3Ge . Pada tahun 1986 Bednorz dan Muller di Laboratorium IMB Zurich berhasil menemukan bahan keramik superkonduktor dengan rumus kimia $Ba_{1,8}La_{0,15}CuO_4$ dengan $T_c = 30$ K. Pada tahun 1987 ditemukan superkonduktor $Yb_2Cu_3O_{7-\delta}$ atau dinamakan sistem YBCO yang dikenal dengan 123 mempunyai $T_c = 92$ K. Kemudian pada tahun 1988 Maeda dan kawan-kawan menemukan superkonduktor $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ atau disebut juga sistem BSCCO dengan $T_c = 110$ K (Ismunandar, 2002).

B. Karakterisasi Superkonduktor

1. Tanpa resistivitas $\rho = 0$ pada seluruh $T \leq T_c$

Salah satu keunikan dari bahan superkonduktor adalah pada suhu tertentu resistivitasnya nol ($\rho = 0$). Suhu tersebut dikenal sebagai suhu kritis (T_c) atau suhu transisi terjadi perubahan dari keadaan normal ke keadaan superkonduktor. Transisi tersebut bersifat *reversible*, artinya apabila dipanaskan akan kembali memiliki resistivitas normal pada saat di atas T_c .

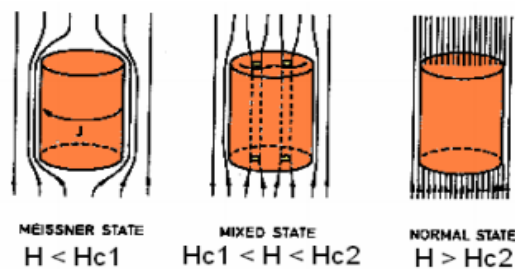
2. Tanpa Induksi magnetik di dalam superkonduktor

Ketika bahan superkonduktor didinginkan di bawah temperatur kritis T_c dalam medan magnetik luar yang lemah, fluks magnetik ditolak oleh bahan superkonduktor, sehingga induksi magnetik menjadi nol di dalam superkonduktor.

Suhu kritis juga dapat turun dengan hadirnya medan magnet yang cukup kuat. Kuat medan magnet yang menentukan harga T_c disebut medan magnet kritis (H_c) (Pikatan, 1989).

Berdasarkan sifat magnetiknya superkonduktor terdiri dari 2 tipe yaitu superkonduktor tipe I dan superkonduktor tipe II. Superkonduktor tipe I adalah superkonduktor yang secara fisik ditandai dengan efek Meissner, yaitu gejala penolakan medan magnet luar (gejala levitasi) oleh superkonduktor. Sifat superkonduktivitas superkonduktor akan hilang apabila kuat medannya melebihi batas medan magnet kritis. Sehingga pada superkonduktor tipe I akan terus – menerus menolak medan magnet yang diberikan sampai mencapai medan magnet kritis. Kemudian dengan tiba-tiba bahan akan berubah kembali ke keadaan normal (Windartun, 2010).

Superkonduktor tipe II mempunyai dua nilai medan magnet kritis H_{c1} (di bawah) dan H_{c2} (di atas). Selain itu, superkonduktor tipe II memiliki tiga keadaan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Fluks magnet pada jangkauan medan kritis (Widodo, 2009).

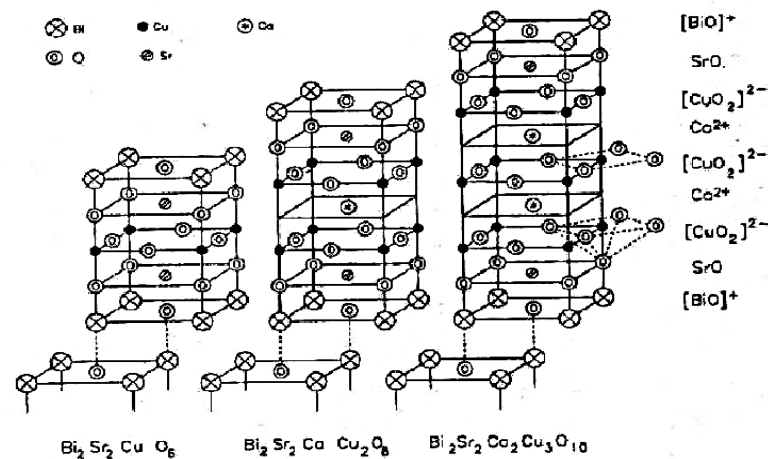
Keadaan bahan superkonduktor tipe II berdasarkan Gambar 1, ketika $H < H_{c1}$ bahan superkonduktor tipe II berada dalam keadaan Meissner, yaitu fluks

magnetik ditolak sempurna hingga medan magnet kritis dengan resistivitas (ρ) adalah nol dan induksi magnetik (B) adalah nol. Selain itu ketika $H_{c1} < H < H_{c2}$ maka superkonduktor berada dalam keadaan campuran, yaitu sebagian fluks magnetik menerobos spesimen superkonduktor. Ketika $H > H_{c2}$ bahan superkonduktor berada dalam keadaan normal, yaitu fluks magnetik dapat menembus bahan superkonduktor seluruhnya ($\rho \neq 0$ dan $B \neq 0$) (Cyrot and Pavuna, 1992).

C. Struktur superkonduktor BSCCO

Sebuah kristal terdiri dari atom-atom yang tersusun dalam suatu pola yang berulang secara periodik dalam tiga dimensi dengan bentuk yang khas. Sistem superkonduktor T_c tinggi, pada umumnya merupakan senyawa multi komponen yang memiliki sejumlah fase struktur yang berbeda dan memiliki struktur kristal yang rumit. Sistem BSCCO juga merupakan senyawa multi komponen superkonduktor oksida keramik yang mempunyai struktur berlapis-lapis dengan ciri khas sisipan lapisan CuO_2 yang menyebabkan sistem tersebut mempunyai kecenderungan bersifat metalik pada suhu kamar.

Superkonduktor sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O (BSCCO) dikenal terdapat tiga fase superkonduktor, masing-masing berkaitan dengan komposisi yang dinyatakan dengan rumus $Bi_2Sr_2Ca_{n-1}Cu_nO_y$ dengan $n = 1,2,3$. Ketiga fase tersebut adalah fase 2201 dengan $T_c = 10$ K, fase 2212 dengan $T_c = 80$ K dan fase 2223 dengan $T_c = 110$ K, masing-masing memiliki struktur kristal yang ditunjukkan dalam Gambar 2.



Gambar 2. Struktur superkonduktor sistem BSCCO

Substitusi unsur Pb (timbal) dimaksudkan untuk membuat bahan superkonduktor BSCCO lebih stabil terhadap lingkungan. Substitusi Pb juga dapat menurunkan suhu kalsinasi dan sintering bahan superkonduktor. Sifat fisik superkonduktor yang berlapis-lapis dapat menyebabkan bahan superkonduktor sistem BSCCO mudah patah dan sangat rapuh, karenanya sulit untuk diterapkan pada pembuatan kabel aliran listrik. Suhu transisi atau suhu kritis bahan superkonduktor dan sifat fisisnya berkaitan erat dengan struktur kristal bahan yang bersangkutan. Analisis pola difraksi XRD dapat mengungkap struktur kristal suatu bahan superkonduktor dan menghasilkan informasi rinci mengenai: jumlah fase dan kristalinitas fase dalam sampel, ukuran (parameter kisi) dan bentuk sel satuan kristal masing-masing fase, grup ruang (simetri penyusunan atom-atom), serta posisi atom-atom dalam sel satuan (McCusker dkk, 1999).

D. Sistem Superkonduktor BSCCO-2212

Superkonduktor sistem Bi-2212 memiliki harga T_c sebesar 80 K dan dimensi konstanta kisi $a = 5,4 \text{ \AA}$; $b = 5,4 \text{ \AA}$ dan $c = 30,89 \text{ \AA}$. Sistem Bi-2212 mempunyai

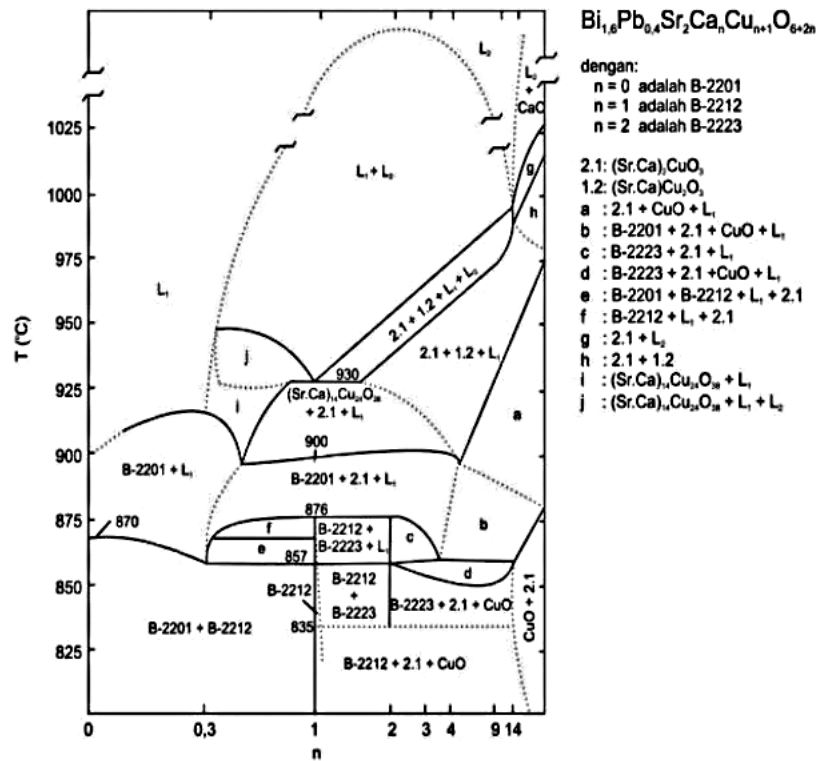
lapisan CuO_2 ganda, dua lapisan semikonduktor BiO dan lapisan isolator SrO. Di dalam kristal, Bi dan Sr mempunyai valensi masing-masing +3 dan +2 (Darminto, 2008). Proses pemberian doping dapat dilakukan dengan menambah kandungan oksigen yang membentuk lapisan BiO dan SrO pada sistem $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$. Kristal tunggal (susunan kisi-kisi atom yang teratur dan berulang) ini tidak bersifat konduktif jika δ (kandungan doping oksigen) = 0, dan bersifat superkonduktif (di bawah T_c ~suhu ketika material menjadi superkonduktif) jika δ lebih besar dari 0. Penambahan ion-ion oksigen ini akan mempengaruhi keadaan-keadaan elektron-elektron pada bidang kuprat sehingga mengakibatkan ketidakseimbangan elektronik (Rachmawati, 2009).

Untuk menjaga kesetimbangan muatan, elektron akan berpindah dari bidang kuprat sehingga menyisakan lubang (*hole*), dan menimbulkan mobilitas pembawa muatan. Pada suhu di bawah T_c , peristiwa ini disertai pembentukan pasangan Cooper yang memunculkan gejala superkonduktivitas. Dari sini dapat dipahami bahwa konduktivitas “pembawa muatan” dari “*reservoir*” ke dalam bidang CuO_2 secara bertahap akan menaikkan konduktivitas dalam bidang ab. Konduktivitas bidang kuprat meningkat dengan penambahan pembawa muatan sehingga superkonduktivitasnya akan meningkat. Setelah mencapai batas tertentu (penambahan doping telah optimal), konduktivitasnya akan menurun, hingga akhirnya hilang, demikian pula suhu kritisnya (Purwanda, 2005).

E. Diagram Fase Sistem BSCCO

Pembentukan senyawa bergantung pada komposisi nominal bahan penyusun dan suhu pemrosesannya yang dapat digambarkan oleh diagram fase sistem yang

bersangkutan (Suprihatin, 2002). Diagram fase BPSCCO dapat dilihat pada Gambar 3, dimana komposisi BSCCO diberi penggantian Pb pada Bi (Strobel, 1992).



Gambar 3. Diagram fase superkonduktor BPSCCO (Strobel dkk,1992).

Diagram fase pada Gambar 3 menyatakan hubungan antara suhu dan komposisi pembentukan $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_n\text{Cu}_{n+1}\text{O}_{6+2n}$ dengan n berbeda. Dalam diagram fase tersebut daerah pembentukan fase Bi-2212, yaitu daerah fase $\text{Bi-2212} + 2:1 + \text{L}_1$, dan daerah fase $\text{Bi-2212} + 2:1 + \text{CuO} + \text{L}_1$ (Darminto, 1999).

F. Doping Pb

Doping berperan penting dalam pembentukan superkonduktor T_c tinggi. Doping dapat berupa substitusi, artinya menggantikan atom asli di dalam superkonduktor

dengan atom doping yang ukurannya tidak jauh berbeda dengan ukuran atom aslinya. Doping juga dapat berupa penambahan, artinya menambahkan atom-atom doping ke dalam atom-atom superkonduktor. Penambahan doping Pb pada Bi-2212 akan meningkatkan derajat orientasi kristal yang terbentuk (Nurmalita, 2002). Penggunaan doping Pb dalam sintesis polikristal sistem Bi selain memudahkan pembentukan senyawa bersangkutan, juga mempengaruhi sifat-sifat senyawa yang dihasilkan. Karena kemiripan ukuran ion dan persyaratan valensi dari atom Pb, maka telah diyakini bahwa penambahan Pb sebagai doping menghasilkan substitusi atom Bi oleh atom Pb pada lapisan ganda Bi-O. Superkonduktor BPSCCO-2212 memiliki sifat karakteristik yang lebih baik dibandingkan BSCCO-2212. Hal ini karena ikatan jaringan antar butir pada BSCCO-2212 sangat lemah. Hubungan yang buruk pada kristalinitas menunjukkan sangat tingginya resistivitas pada keadaan normal (Miller *et al.*, 2005).

G. Aplikasi Superkonduktor

Semenjak penemuan SKST, superkonduktor telah cukup banyak diaplikasikan pada berbagai bidang teknologi, baik itu merupakan penerapan secara langsung maupun masih dalam prototipe. Beberapa pengguna superkonduktor yang sudah populer antara lain:

a. Kabel listrik

Dengan menggunakan bahan superkonduktor, maka energi listrik tidak dapat mengalami disipasi karena hambatan pada bahan superkonduktor bernilai nol. Maka energi listrik akan semakin hemat.

b. Alat transportasi

Penggunaan superkonduktor dalam bidang transportasi adalah kereta listrik super cepat yang dikenal dengan sebutan *Magnetik Levitation*.

c. Bidang komputer

Superkonduktor digunakan untuk membuat suatu superkomputer dengan kemampuan berhitung hingga 33,86 petaflops (kalkulasi 1000 triliun) per detik (Deulisno,2013).



Gambar 4. Superkomputer (Deulisno,2013)

H. *X-Ray Diffraction (XRD)*

Metode analisis difraksi sinar-X atau *X-Ray Diffraction (XRD)* dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal, bentuk kristal (*single crystal, polycrystal, amorphous*), cacat kristal (dislokasi), parameter kristal (parameter kisi, jarak antar atom, jumlah atom per unit sel), dan analisis kimia (Santoso, 2006).

Beberapa sifat dari sinar-X diantaranya adalah dapat menembus benda, menghasilkan efek foto kimia pada film, bergerak dalam lintasan lurus, penyerapan bervariasi dan tidak dapat dipengaruhi oleh medan magnet dan listrik,

menyebabkan efek fluoresensi radiasi dan merupakan radiasi elektromagnetik tidak tampak

Fenomena difraksi sinar-X pada tahun 1912 menarik perhatian Von Laue. Van Laue berfikir bila kristal yang tersusun dari atom-atom dalam ruang yang teratur, maka bisa jadi kristal dapat berperan sebagai pusat-pusat penghamburan untuk sinar-X. Dan jika sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang sama dengan jarak antar atom dalam kristal, maka kristal seharusnya sangat memungkinkan untuk mendifraksikan sinar-X.

Berdasarkan eksperimen, Van Laue dan dua ahli fisika Inggris, W.H Bragg dan W.L. Bragg. Menyatakan bahwa perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X harus merupakan kelipatan panjang gelombang yang dinyatakan dengan persamaan:

$$n\lambda = ML + LN \quad (5)$$

$$n\lambda = d \sin \theta + d \sin \theta = 2 d \sin \theta \quad (6)$$

Dimana,

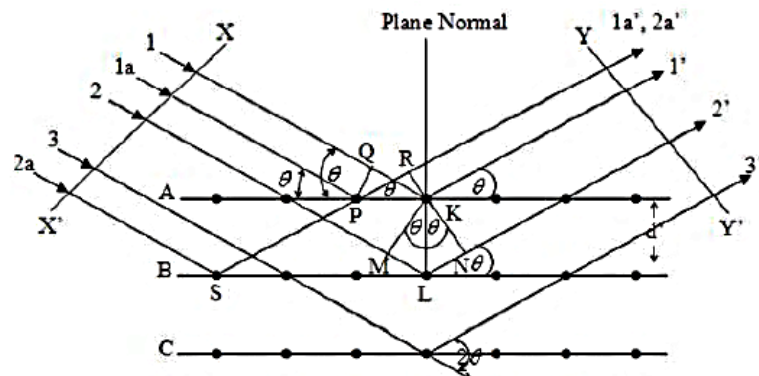
n = Bilangan bulat 1,2,3,...

λ = Panjang gelombang sinar-X.

d = Jarak antar bidang.

θ = Sudut difraksi.

Persamaan (6) dikenal sebagai Hukum Bragg yang merupakan syarat terjadinya difraksi. Skema difraksi sinar-X oleh atom kristal dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Skema difraksi sinar-X oleh atom kristal (Cullity, 1978)

Pada Gambar 5 memperlihatkan empat berkas sinar-X yang didifraksikan dengan sudut θ oleh bidang kristal dengan jarak d . Sinar I dan Ia datang menumbuk atom pada titik P dan K pada bidang A dan dihamburkan ke segala arah. Berkas sinar pada arah I' dan Ia' saling menguatkan karena memiliki lintasan yang sama.

Sinar-X dihasilkan oleh elektron-elektron dipercepat yang berasal dari filamen (anoda) menumbuk target (katoda) yang berada dalam tabung sinar-X, sehingga elektron-elektron tersebut mengalami perlambatan. Dalam hal ini sebagian energi kinetik elektron diserahkan kepada energi kinetik elektron target yang mengakibatkan target mengalami kelebihan energi kinetik elektron. Elektron target dalam keadaan ini mengalami eksitasi atau tidak stabil (*excited state*) (Cullity, 1978).

I. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan suatu alat yang dapat digunakan untuk mengamati dan menganalisis karakteristik mikrostruktur dari bahan padat seperti logam, keramik, polimer dan komposit. SEM memiliki

resolusi (daya pisah) dan ketajaman gambar yang tinggi. Selain itu cara analisis SEM tidak akan merusak bahan. SEM mempunyai daya pisah sekitar 0,5 nm dengan perbesaran maksimum sekitar 500.000 kali (Griffin dan Riessen, 1991).

SEM merupakan mikroskop yang menggunakan pancaran sinar yang timbul akibat ekstitasi elektron untuk melihat partikel berukuran mikron. Sejak tahun 1950 SEM dikembangkan dan banyak digunakan dalam bidang medis maupun dalam pengembangan ilmu pengetahuan. SEM telah banyak digunakan oleh para peneliti untuk menguji dan menemukan berbagai spesimen. Pada prinsipnya SEM terdiri dari beberapa komponen yaitu kolom elektron (*electron column*), ruang sampel (*specimen chamber*), sistem pompa vakum (*vacuum pumping system*), kontrol elektronik dan sistem bayangan (Goldstein *et al.*, 1981).

Kolom elektron terdiri dari *electron gun* dan beberapa lensa. Bagian dari *electron gun* adalah katoda, yaitu filamen berbentuk V yang dibuat dari bahan tungsten atau *lanthanum hexaboride* (LaB_6), dan plat anoda. *Electron gun* berfungsi sebagai sumber untuk menghasilkan berkas elektron atau elektron primer yang dipancarkan dari katoda dan digunakan untuk menganalisis bahan. Berkas elektron tersebut dipercepat oleh medan listrik dan difokuskan pada gambar pertama dari sumber, yaitu sebuah lensa magnetik yang terdiri dari dua buah lensa kondensor, sehingga bentuk dan ukuran sampel terlihat dalam bentuk sinar bayangan (*imaging beam*). Faktor yang menentukan penampilan dan resolusi dari SEM adalah arus dan berkas pemer cepat (Sampson, 1996).

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November sampai Juni 2017 di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Analitik dan Instrumentasi FMIPA Universitas Lampung, UPT Laboratorium dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung serta Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (P3GL) Bandung.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari: neraca sartorius digital, pipet, spatula, *mortal pastle*, cetakan sampel (*die*), tungku (*furnace*), alat *pressing*, *crucible*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

Sedangkan bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari bahan oksida dan karbonat dengan tingkat kemurnian yang tinggi yaitu: Bi_2O_3 (99,9%) dari Strem Chemical, PbO (99%) dari Aldrick, SrCO_3 (99,9%) dari Strem Chemical, CaCO_3 (99,95%) dari Strem Chemical, dan CuO (99,999%) dari Merck.

C. Komposisi Bahan Dasar

Komposisi bahan awal untuk membuat 3 gram sampel superkonduktor BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb : 0; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,4 dapat dilihat pada Tabel 1, 2, 3, 4, dan 5.

Tabel 1. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb 0 ($\text{Bi}_2\text{Pb}_0\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung untuk setiap 3 gr sampel
Bi_2O_3	2	1,3566
PbO	0	0
SrCO_3	2	0,8596
CaCO_3	1,1	0,3205
CuO	2	0,4632
Total		3,000

Tabel 2. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb 0,1 ($\text{Bi}_{1,9}\text{Pb}_{0,1}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung untuk setiap 3 gr sampel
Bi_2O_3	1,9	1,2900
PbO	0,1	0,0650
SrCO_3	2	0,8605
CaCO_3	1,1	0,3208
CuO	2	0,4636
Total		3,0000

Tabel 3. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb 0,2
($\text{Bi}_{1,8}\text{Pb}_{0,2}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung untuk setiap 3 gr sampel
Bi_2O_3	1,8	1,2233
PbO	0,2	0,1302
SrCO_3	2	0,8613
CaCO_3	1,1	0,3215
CuO	2	0,4641
Total		3,0000

Tabel 4. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb 0,3
($\text{Bi}_{1,7}\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)

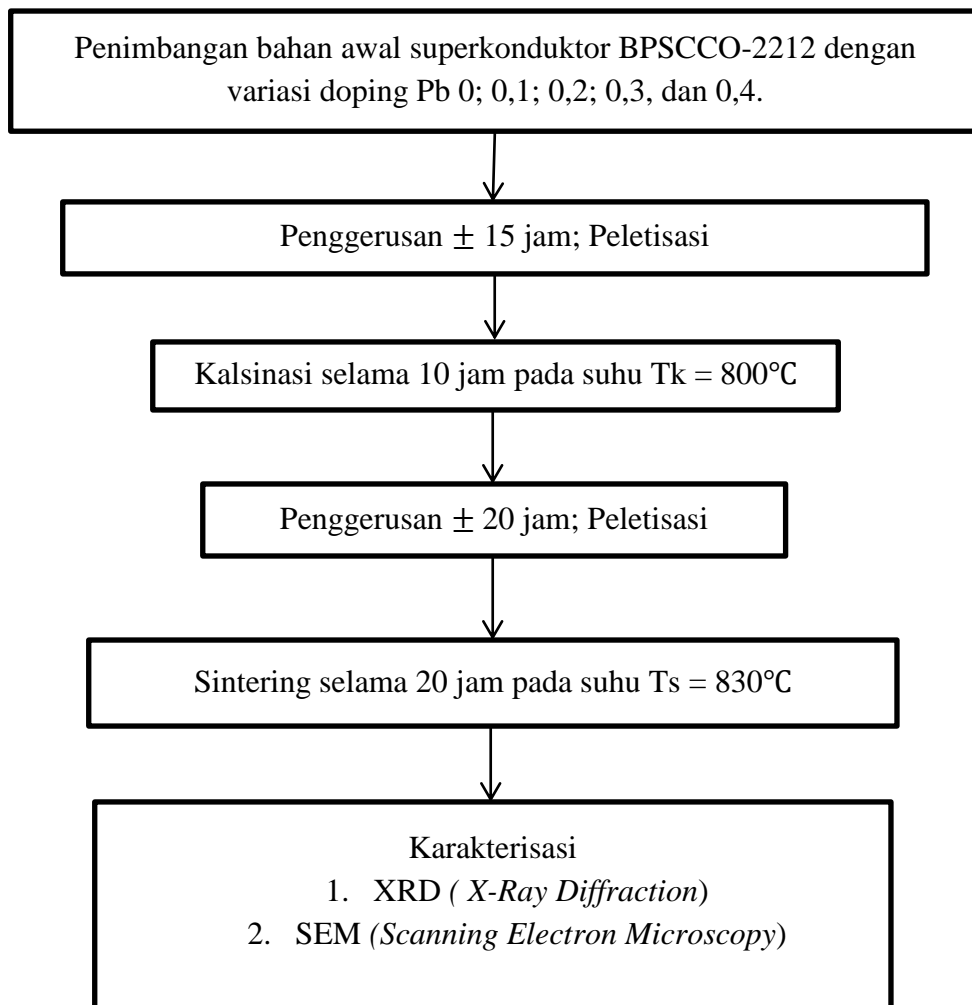
Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung untuk setiap 3 gr sampel
Bi_2O_3	1,7	1,1564
PbO	0,3	0,1955
SrCO_3	2	0,8621
CaCO_3	1,1	0,3215
CuO	2	0,4645
Total		3,0000

Tabel 5. Komposisi bahan awal BPSCCO-2212 dengan variasi doping Pb 0,4
($\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_{1,1}\text{Cu}_2\text{O}_8$)

Bahan Awal	Fraksi	Massa hitung untuk setiap 3 gr sampel
Bi_2O_3	1,6	1,0894
PbO	0,4	0,3265
SrCO_3	2	0,8637
CaCO_3	1,1	0,3221
CuO	2	0,4654
Total		3,0000

D. Preparasi Sampel

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode reaksi padatan (*solid state reaction method*) yang terdiri dari penggerusan, peletisasi (*pressing*) dan pemanasan (kalsinasi dan sintering). Diagram alir dalam penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Diagram alir penelitian

1. Penimbangan

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini terlebih dahulu ditimbang sesuai dengan takaran yang telah ditentukan. Semua bahan yang telah ditimbang ditempatkan pada wadah tersendiri.

2. Penggerusan

Setelah ditimbang, bahan dicampur dan digerus dengan mortal dan pastel secara manual sehingga bahan terasa halus selama ± 15 jam sebelum kalsinasi dan ± 20 jam sebelum sintering. Penggerusan bertujuan untuk meningkatkan homogenitas bahan dan memperluas permukaan kontak agar reaksi dapat berlangsung secara stoikiometrik. Dengan demikian, terjadi peningkatan efektivitas reaksi padatan yang membentuk benih-benih senyawa (prekursor).

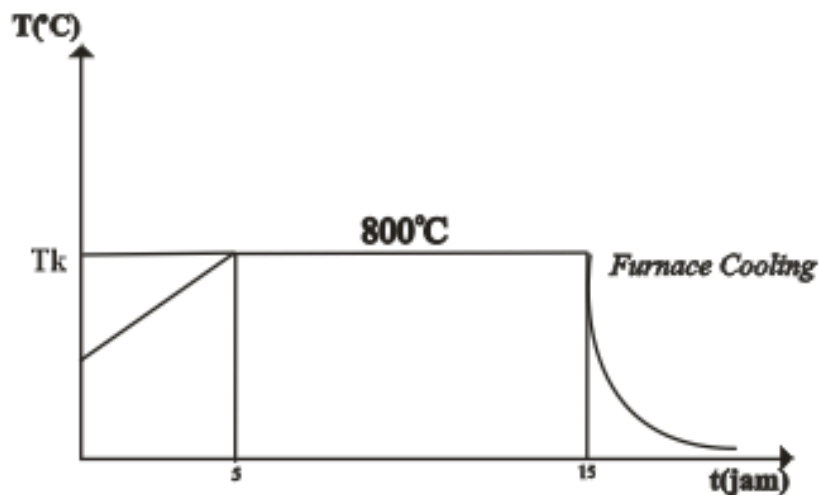
3. Peletisasi

Metode reaksi padatan (*solid state reaction method*) bahan superkonduktor BPSCCO-2212 akan lebih mudah berlangsung jika bahan dibentuknya berukuran kecil (luas permukaan kontak besar) dan jaraknya relatif berdekatan satu dengan yang lain (padat). Dengan demikian agar reaksi padatan lebih optimal, maka dilakukan peletisasi yaitu proses pemadatan serbuk bahan yang telah digerus dengan alat *pressing*. Pada penelitian ini sampel dipelet dengan kekuatan 8 ton.

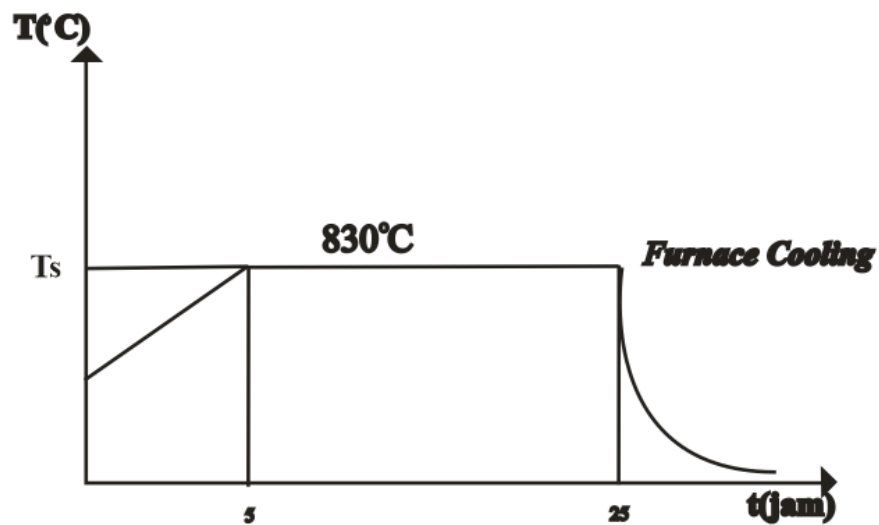
4. Kalsinasi dan sintering

Proses selanjutnya, bahan yang sudah terbentuk pelet dikalsinasi pada suhu 800°C selama 10 jam. Setelah dikalsinasi sampel digerus kembali dan dipelet kembali selama ± 20 jam. Kemudian sampel disintering pada suhu 830°C selama 20 jam.

Tujuan kalsinasi adalah untuk menghilangkan senyawa-senyawa karbonat yang tidak diperlukan. Hasil kalsinasi biasanya masih belum sempurna karena adanya porositas akibat dekomposisi senyawa-senyawa karbonat. Sehingga perlu dilakukan sintering untuk membentuk senyawa tertentu. Diagram kalsinasi dan sintering ini secara terpisah ditunjukkan pada Gambar 7 dan 8.



Gambar 7. Diagram kalsinasi.



Gambar 8. Diagram sintering

E. Karakterisasi

Sampel yang telah selesai disintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

1. X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X bertujuan untuk mengetahui fase yang terbentuk pada sampel, menganalisis kemurnian serta jenis impuritas yang terdapat pada sampel, berdasarkan intensitas penyerapan terhadap sudut 2θ yang terbentuk. Pola difraksi sampel diperoleh dengan menembak sampel menggunakan sumber $\text{Cu-K}\alpha$ yang mempunyai panjang gelombang $1,54 \text{ \AA}$. Data difraksi diambil dalam rentang $2\theta = 5^{\circ}$ sampai 80° , dengan modus *scanning continue*, dan *step size* sebesar $2\theta = 0,05$ serta waktu 2 detik *per step*. Spektrum XRD memberi informasi mengenai puncak-puncak intensitas pada sudut 2θ tertentu. Pola difraksi sampel yang diperoleh dibandingkan dengan pola difraksi

BPSCCO menggunakan program *Celref*. Fase Bi-2212 yang terbentuk dapat diperoleh dengan menghitung fraksi volume (Fv), derajat orientasi (P) dan impuritas (I) yang terkandung pada sampel menggunakan rumus sebagai berikut:

$$Fv = \frac{\Sigma I(2212)}{I_{total}} \quad (7)$$

$$P = \frac{\Sigma I(00l)}{\Sigma I(2212)} \quad (8)$$

$$I = 100\% - Fv \quad (9)$$

Dengan:

Fv = Fraksi Volume fase BPSCCO-2212

P = Derajat Orientasi

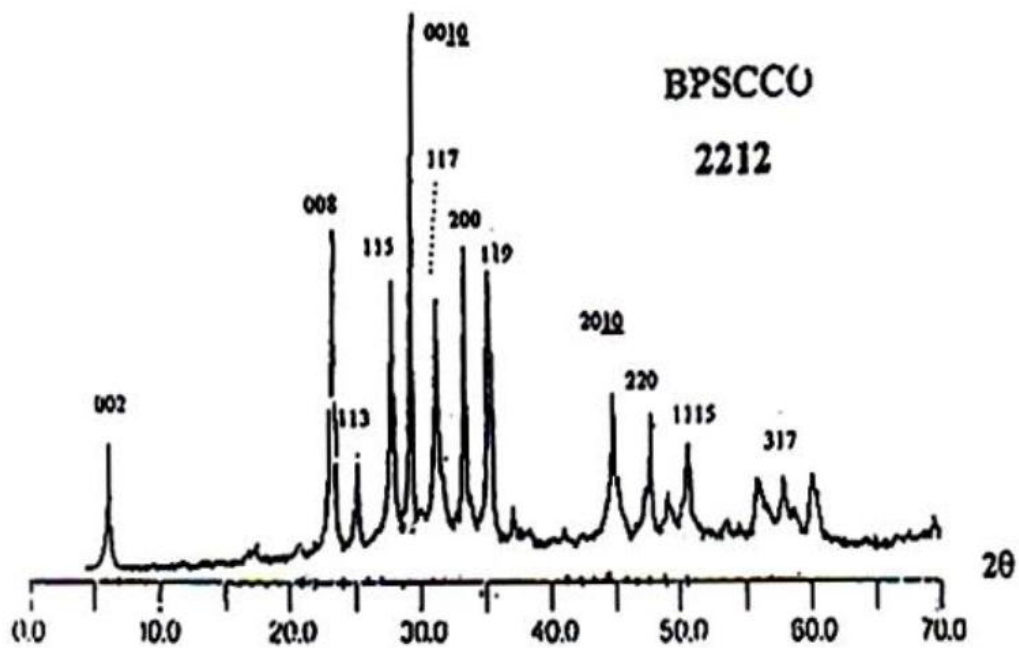
I = Impuritas

I_{total} = Intensitas Total

I₍₂₂₁₂₎ = Intensitas fase 2212

I₍₀₀₁₎ = Intensitas fase $h = k = 0$ dan l bilangan genap

Spektrum XRD serbuk BPSCCO/BSCCO fase 2212 yang dihasilkan Mannabe (1988) sebagai perbandingan spektrum XRD hasil penelitian ditunjukkan pada Gambar 9.

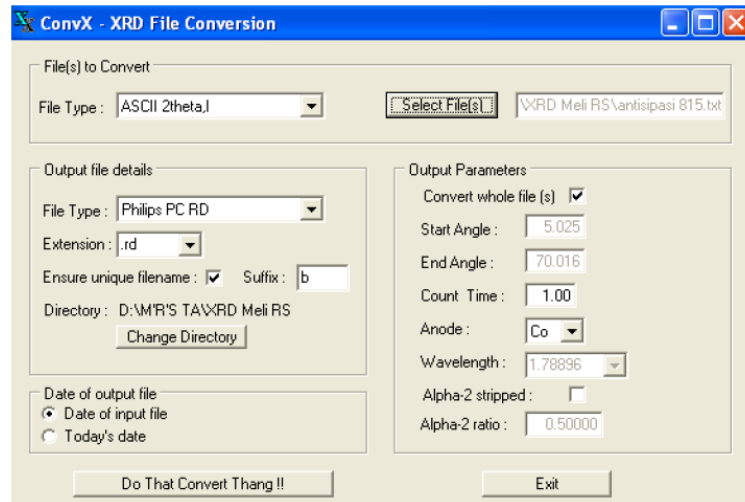


Gambar 9. Spektrum XRD Superkonduktor BPSCCO fase 2212

2. Celref

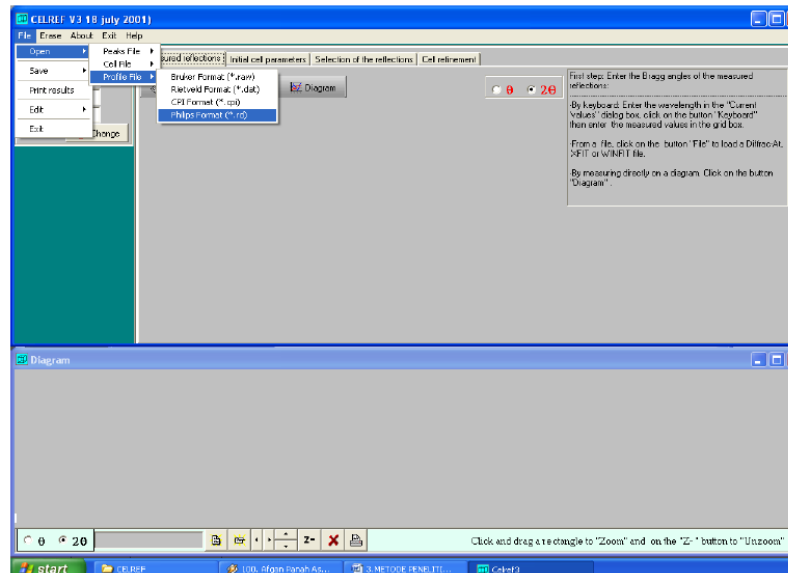
Analisis data XRD menggunakan program *celref* versi ke 3 (CELREF V3) yang disusun oleh Jean Laugier dan Bernard Bochu. Langkah-langkah dalam analisis data XRD menggunakan program ini sebagai berikut:

- a. Mengubah data XRD hasil pengukuran yang diperoleh (dalam bentuk *excel*) ke dalam bentuk *.rd* yang ditunjukkan pada Gambar 10.

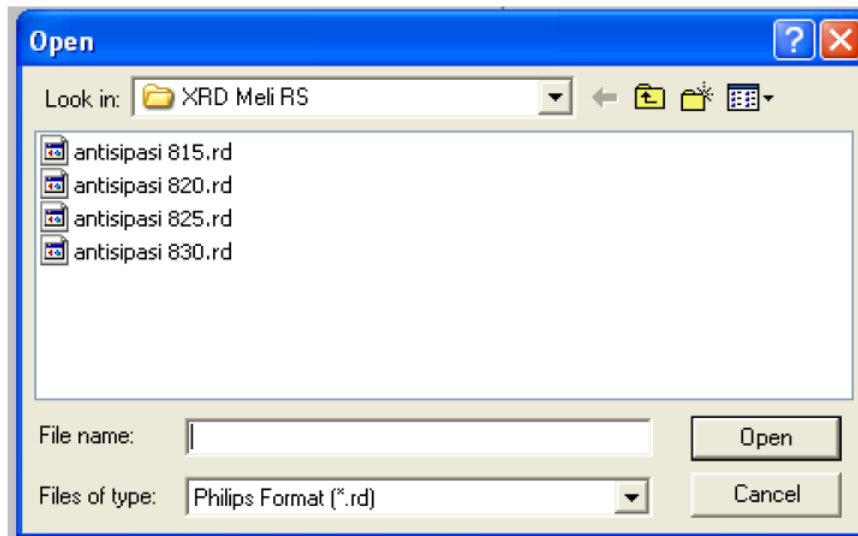


Gambar 10. Konversi file ke dalam bentuk *.rd*.

- b. Membuka program *celref*.
- c. Membuka file yang telah dikonversi ke format *.rd*, dengan cara mengklik *file*, pilih *open, profile file*, pilih format *Philip format (.rd)* yang ditunjukkan pada Gambar 11a dan 11b.



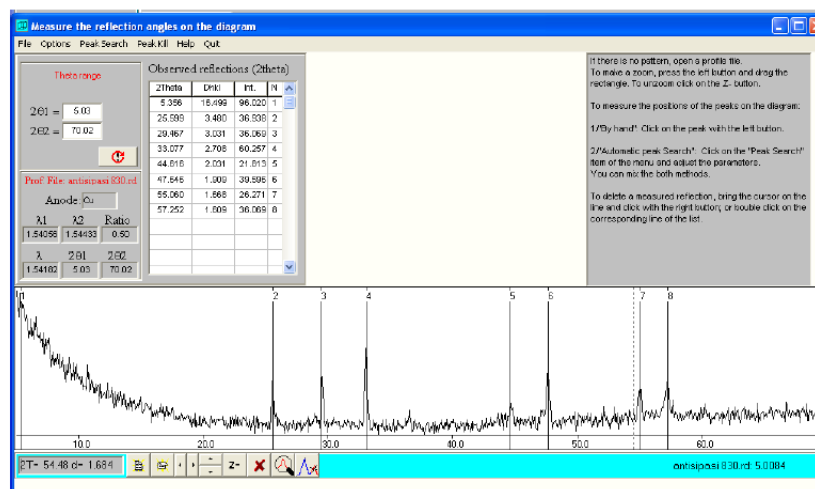
(a)



(b)

Gambar 11. Proses input data.

- d. Memilih puncak-puncak yang terbentuk di program *celref* (Gambar 12) dan mencocokkan dengan spektrum Mannabe.



Gambar 12. Puncak-puncak yang akan dianalisis.

- e. Mengubah “*Initial Cell Parameter*” dan melakukan proses *calculate* pada *celref* yang ditunjukkan pada Gambar 13. Hal-hal yang diubah diantaranya:

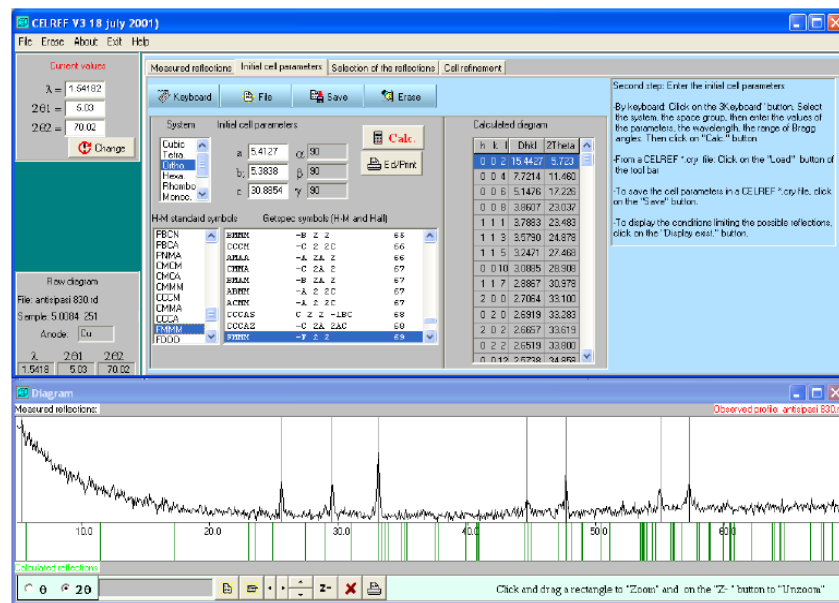
- *System* : *Orthorombic*,
- Nilai awal kisi kristal:

$a = 5.4217$,

$b = 5.3838$, dan

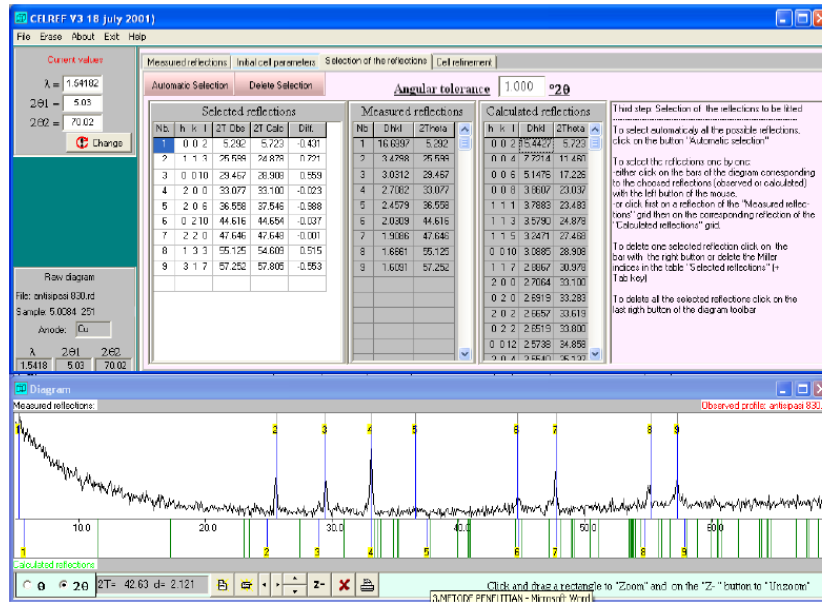
$c = 30.8854$.

- *H-M Standard Symbols* = FMMM



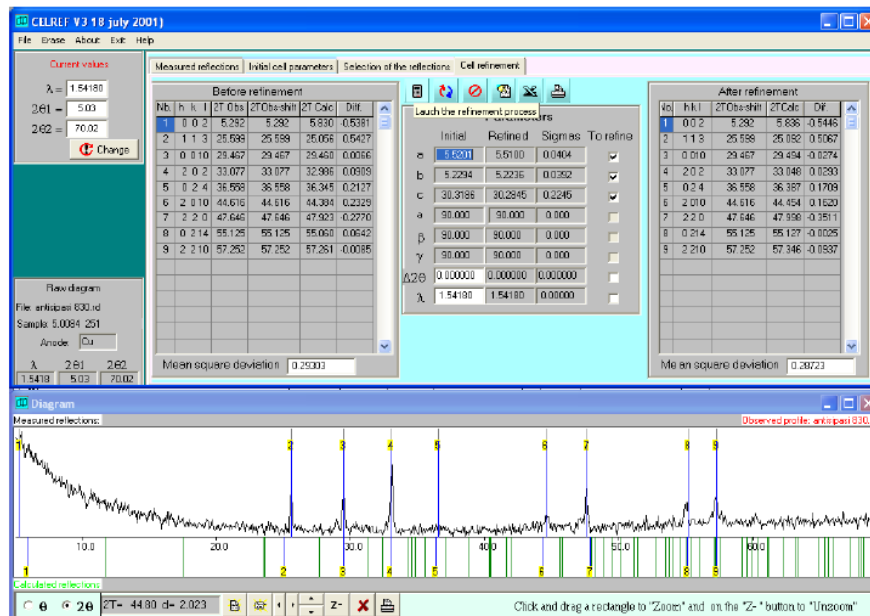
Gambar 13. Proses penentuan inisial parameter sel dan *calculate*.

- f. Memilih “*angular tolerance*” (0.5 sampai 1) pada “*Selection of the reflections*” yang ditunjukkan pada Gambar 14.



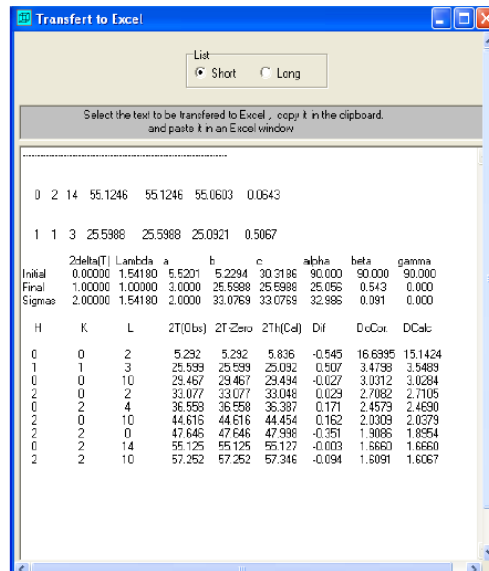
Gambar 14. Seleksi puncak dengan toleransi angular 1.

- g. Me-refine puncak yang telah dipilih sampai mendapat hasil yang sesuai antara inisial sebelum dan setelah di-refine sehingga diperoleh seperti Gambar 15.



Gambar 15. Hasil refine.

- h. Meng-*export* data dari program *celref* ke *ms-excel* untuk menentukan intensitas yang ditunjukkan pada Gambar 16.



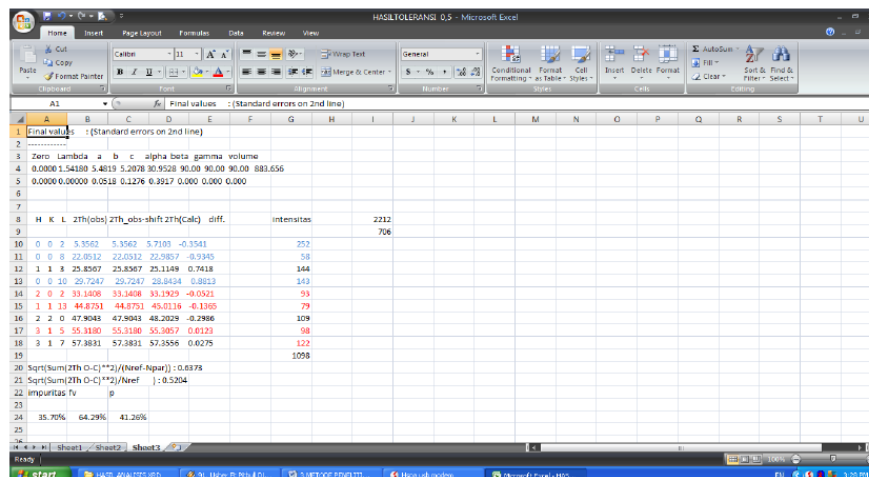
The dialog box 'Transfer to Excel' contains a list of data points and a table of parameters. The list shows two rows of data: (0, 2, 14, 55.1246, 55.1246, 55.0603, 0.0643) and (1, 1, 3, 25.5988, 25.5988, 25.0921, 0.5067). The table below lists parameters: Initial, Final, Sigma, 2delta(T), Lambda, a, h, c, alpha, beta, gamma, H, K, L, 2T(Obs), 2T(Zero), 2T(Cal), Dif, DCor, and DCab.

Initial	Final	Sigma	2delta(T)	Lambda	a	h	c	alpha	beta	gamma
0.0000	1.54180	5.5201	5.2294	30.3196	90.000	90.000	90.000	0.543	0.000	0.000
1.00000	1.00000	2.0000	25.5988	25.5988	25.0956	0.543	0.000			
2.00000	1.54180	2.0000	33.0759	33.0759	32.985	0.091	0.000			

H	K	L	2T(Obs)	2T(Zero)	2T(Cal)	Dif	DCor	DCab
0	0	2	5.292	5.292	5.836	-0.545	16.6995	15.1424
1	1	3	25.989	25.989	25.092	0.507	3.4798	3.5489
0	0	10	25.467	29.467	29.494	-0.027	3.0312	3.0284
2	0	2	32.077	33.077	33.048	0.029	2.7982	2.7105
0	2	4	36.359	36.350	36.397	0.171	2.4579	2.4630
2	0	10	44.615	44.616	44.454	0.162	2.0309	2.0379
2	2	0	47.645	47.648	47.998	-0.351	1.9085	1.8954
0	2	14	55.125	55.125	55.127	-0.003	1.5660	1.6660
2	2	10	57.252	57.252	57.346	-0.094	1.5091	1.6067

Gambar 16. Database hasil refine.

- i. Menentukan intensitas puncak yang diperoleh dengan mencari nilai yang mendekati $2T(\text{Obs})$ pada database excel terhadap data XRD hasil pengukuran, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 17.



The Excel spreadsheet shows a table with columns for parameters H, K, L, 2T(obs), 2T_obs-shift, 2T(Calc), and diff. The intensity values are listed in column H. The data points are as follows:

H	K	L	2T(obs)	2T_obs-shift	2T(Calc)	diff.	intensitas
0	0	2	5.3562	5.3562	5.7103	-0.3541	252
0	0	8	22.0512	22.0512	22.9857	-0.9345	58
1	1	8	25.8507	25.8507	25.1149	0.7418	144
0	0	10	25.7247	25.7247	26.8424	-0.8523	149
2	0	2	33.1408	33.1408	33.1929	-0.0521	93
1	1	13	44.8751	44.8751	45.0116	-0.1365	79
2	2	0	47.9048	47.9048	48.2029	-0.2986	109
3	1	5	55.3180	55.3180	55.3677	-0.0233	98
3	1	7	57.3831	57.3831	57.3556	0.0275	122
							1058

Gambar 17. Menentukan nilai intensitas.

3. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

Struktur mikro dari sampel dianalisis dengan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. Hal ini dilakukan untuk melihat bentuk *grain* sampel. Bahan superkonduktor mempunyai konduktivitas yang cukup besar, sehingga sampel tidak perlu *dicoating* dengan Au atau C, tetapi cukup dengan menempelkan sampel pada *holder* dengan pasta perak.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, kesimpulan yang dapat diperoleh adalah:

1. Penambahan doping Pb dapat meningkatkan nilai fraksi volume (Fv) dan derajat orientasi (P) dari sampel.
2. Nilai fraksi volume (Fv) pada Pb 0 = 67,80%, Pb 0,1 = 67,73%, Pb 0,2 = 72,32%, Pb 0,3 = 71,16% dan Pb 0,4 = 80,99%. Nilai derajat orientasi (P) pada Pb 0 = 18,18%, pada Pb 0,1 = 24,87%, pada Pb 0,2 = 21,76%, pada 0,3 = 20,68% dan pada 0,4 = 23,16%. Dan nilai impuritas (I) pada Pb 0 = 32,20%, pada Pb 0,1 = 32,27%, pada Pb 0,2 = 27,68%, pada Pb 0,3 = 28,84% dan pada Pb 0,4 = 19,01%.
3. Struktur mikro yang diperoleh dari hasil perekaman SEM pada masing-masing sampel dengan variasi doping Pb (0-0,4) menunjukkan bahwa kristal yang terbentuk sudah terorientasi.

B. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, untuk meningkatkan kualitas kristal perlu dilakukan penelitian lanjutan dengan metode lain, misalnya dengan metode pelelehan (*self-flux* atau *flux* lainnya (KCl, Bi₂O₃, NaCl dan lain-lain)).

DAFTAR PUSTAKA

- Anwar, F. 2010. *Sejarah dan Pengertian Superkonduktor*. <http://fanwar.staff.uns.ac.id/2010/04/23/sejarah-dan-pengertian-superkonduktor/>. Diakses pada tanggal 06 Desember 2012 pukul 07.41 WIB.
- Cullity, B.D. 1978. *Element of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. Washington
- Cyrot, M and D. Pavuna. 1992. *Introduction to superconductivity and high-Tc material*. Tottrridge. Hlm 112. World Scientific Publishing. London.
- Darminto, Nugroho, A.A., Rusydi, A., Menovsky, A.A., dan Loeksmanto. 1999. Variasi tekanan oksigen dalam penumbuhan kristal tunggal superkonduktor $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol. 3 No. 2. Hal 66-73
- D.B.Currie and A.M. Forest. 1988. Crystal structure and hight Tc superconductor in the system $Gd_1Ba_{2-x}Sr_xCu_3O_{7-x}$, *Solid State Comuncations Vol. 66, No.7*, pp.715-718.
- Deulisno. 2013. Inilah 10 Super-Komputer Tercepat di Dunia. Kompas 19 juni 2013. [http://tekno.kompas.com/read/2013/06/19/18324881/inilah.10.Super-komputer Tercepat di Dunia](http://tekno.kompas.com/read/2013/06/19/18324881/inilah.10.Super-komputer%20Tercepat%20di%20Dunia). Diakses 2 Mei 2015
- Ghofur, M. 2007. Pengaruh doping Pb terhadap pertumbuhan fase bahan superkonduktor BPSCCO-2212. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.

- Goldstein, I., Newberry, D.E., Echlin, P., Joy, D.C., Fiori, C., and Lifshin, E. 1981. *Scanning electron microscopy and X-Ray Microanalysis*. A Textbook for Biologist, Materials Scientists and Geologists. Plenum Press. New York. Hal 673.
- Griffin, B.J., and Riessen, V.A. 1991. *Scanning Electron Microscopy Course Notes*. The University of Western Australia, Neadlands. Hal 1-8
- Harnova, D. 2005. Pengaruh sistem sintesis dan waktu sintering terhadap pembentukan fase Bi-2212 bahan superkonduktor. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Ismunandardan S. Cun. 2002. *Mengenal Superkonduktor*. <http://www.fisikanet.lipi.go.id/utama.cgi?cetakartikel&1100396563>. Diakses pada tanggal 25 September 2012 pukul 06.20 WIB.
- Larasati, A. 2008. Pengaruh kadar CaCO_3 terhadap pembentukan fase bahan superkonduktor BSCCO-2212 dengan doping Pb (BPSCCO-2212) *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar. Lampung.
- McCusker, L.B., Von Dreele, R.B., Cox, D.e., Louër, D., Scardi, P. 1999. Rietveld refinement guidelines. *Journal of Applied Crystallography* 32. pp 36-50.
- Miller. W, Borowko. K, Gazda. M, Stizza. S dan Natali. R. 2005. *Superconducting properties of BiPbSrCaCuO and BiSrCaCuO glass-ceramics*. Acta Physica Polonica A, INFM. Italia
- Nurmalita. 2011. The effect of Pb dopant on the volume fraction of BSCCO-2212 superconducting crystal. *Jurnal Natural Vol. 11 No.2*.
- Nurmalita. 2002. Sintesis kristal superkonduktor dengan metode melt textur growth. *Tesis*. Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Pikatan, S. 1989. *Mengenal Superkonduktor*. <http://geocities.com/dmipa/article/sp/konduktor.pdf>. Diakses pada tanggal 25 September 2012 pukul 05.24 WIB.
- Purwanda, A. 2005. Resistivitas pada fasa vorteks cair dari kristal tunggal superkonduktor $(\text{Bi, Pb})_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ dengan tingkat doping berbeda. *Skripsi*. Institut Teknologi Sepuluh November. Surabaya.

- Rachmawati, A. 2009. Pengaruh substitusi Sb pada Bi terhadap struktur kristal dan efek meissner dalam sintesis superkonduktor Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O menggunakan metode padatan. *Skripsi*. Universitas Negeri Solo. Solo.
- Sampson, A.R., 1996. *Scanning Electron Microscopy*. www.sem.com. Diakses 15 Maret 2012
- Santoso, H. 2006. Variasi suhu kalsinasi dan sintering pada sintesis superkonduktor Bi-2223 tanpa doping Pb. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Sari, Meli Ratna. 2013. Variasi suhu sintering dalam sintesis superkonduktor Bi-2212 dengan doping Pb (BPSCCO-2212) pada kadar Ca=1,10. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Shaoyan Chu and Michael E. Mc Henry, 1997, *Growth and characterization of (Bi,Pb)₂Sr₂CaCu₃O_x single crystal*. Departement of Materials Science and Engineering. Carnegie Mellon University.
- Strobel. 1992. Phase diagram of system Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂Ca_nCu_{n+1}O_{6+2n} between 800°C and 825°C. *Journal of Physica*. Pp. 201.
- Strobel, P., Toledano, J. C., Morin, D., Schneck, J., Vaquir, G., Monnereau, O., Primot, J. and Fournier, T. 1992. Phase diagram of the system Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂CaCuO₂ between 825°C and 1100°C. *Physical C* 201. Pp. 27-42.
- Suprihatin. 2002. Sintesis superkonduktor Bi-2212 dengan kehadiran KCl. *Tesis*. Institut Teknologi Bandung. Bandung
- Widodo, Henry. 2009. Nanokristalisasi superkonduktor Bi₂Sr₂Ca₂Cu₃O₁₀₊ dan Bi_{1,6}Pb_{0,4}Sr₂Ca₂Cu₃O₁₀₊ dengan metode kopresipitasi dan pencampuran basah. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH Vol. 28*. ITS. Surabaya. Hal 6-9.
- Windartun. 2008. *Superkonduktor*. Universitas Pendidikan Indonesia. Bandung.
- Zavaritsky, Samailov and Yurgens. 1990. *Transport Properties of Bi₂Sr₂CaCu₂O_x Single Crystals With T_c = 95 K*. Institute for Physical Problems. Moscow.