

**VARIASI KADAR  $\text{CaCO}_3$  TERHADAP PEMBENTUKAN FASA  
SUPERKONDUKTOR BSCCO-2223 MENGGUNAKAN  
METODE PENCAMPURAN BASAH**

(Skripsi)

Oleh  
**Prastiana Tiara Pratiwi**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2019**

## ABSTRAK

### VARIASI KADAR $\text{CaCO}_3$ TERHADAP PEMBENTUKAN FASA SUPERKONDUKTOR BSCCO-2223 MENGGUNAKAN METODE PENCAMPURAN BASAH

Oleh

**PRASTIANA TIARA PRATIWI**

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh kadar  $\text{CaCO}_3$  terhadap pembentukan fasa superkonduktor BSCCO-2223 dengan menghitung tingkat kemurnian fasa yang terbentuk, melihat stuktur mikro dan efek Meissnernya. Variasi  $\text{CaCO}_3$  yang dilakukan sebesar 1,95; 2,00; 2,05 dan 2,10 mol menggunakan metode pencampuran basah dengan suhu kalsinasi  $800\text{ }^\circ\text{C}$  selama 10 jam dan suhu sintering  $865\text{ }^\circ\text{C}$  selama 30 jam. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan tingkat kemurnian fasa yang terbentuk meningkat seiring dengan bertambahnya kadar Ca dan optimum pada BSCCO/Ca 2,05 mol dan menurun pada BSCCO/Ca 2,10. Fraksi volume tertinggi didapatkan sebesar 74,48 % pada sampel BSCCO/Ca 2,05. Sedangkan fraksi volume terendah sebesar 48,17 % pada sampel BSCCO/Ca 1,95. Sementara, derajat orientasi tertinggi 11,61 % pada BSCCO/Ca 2,05. Derajat orientasi terendah 6,63 % pada BSCCO/Ca 1,95. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan semua sampel telah terorientasi serta memiliki ruang kosong antar lempengan (*void*) yang relatif sedikit. Hasil uji efek Meissner menunjukkan hanya pada sampel BSCCO/Ca 2,05 yang mengalami efek Meissner lemah berupa penolakan medan magnet.

Kata kunci: Superkonduktor BSCCO-2223,  $\text{CaCO}_3$ , fraksi volume, derajat orientasi, dan efek Meissner.

## **ABSTRACT**

### **VARIATION OF $\text{CaCO}_3$ AGAINST THE PHASE'S FORMATION OF SUPERCONDUCTOR BSCCO-2223 USING THE WET-MIXING METHOD**

**By**

**PRASTIANA TIARA PRATIWI**

This research was conducted to determine the effect of  $\text{CaCO}_3$  levels on the formation of the superconducting phase BSCCO-2223 by calculating the level of purity of the phases formed, looking at the microstructure and its Meissner effect. The variation of  $\text{CaCO}_3$  was 1.95; 2.00; 2.05 and 2.10 mole using the wet mixing method with a calcination's temperature is 800 °C for 10 hours and a sintering's temperature of 865 °C for 30 hours. The XRD's characterization results show that the level of purity of the formed phases increases with increasing Ca levels and its optimum at BSCCO/Ca 2.05 mole and then decreases at BSCCO/Ca 2.10. The highest volume fraction was 74,48 % in the BSCCO/Ca 2.05 sample. While the lowest volume fraction was 48.17 % in the BSCCO/Ca 1.95 sample. Meanwhile, the highest degree of orientation was 11.61 % at BSCCO/Ca 2.05. The lowest degree of orientation was 6.63 % at BSCCO/Ca 1.95. SEM's characterization results show of all samples have been oriented and have relatively little space between slabs (voids). The results of the Meissner effect show that only in the BSCCO/Ca 2.05 sample which showed a weak Meissner effect as the rejection of magnetic fields.

**Keywords:** Superconductors BSCCO-2223,  $\text{CaCO}_3$ , volume fraction, degree of orientation, and Meissner effect.

**VARIASI KADAR  $\text{CaCO}_3$  TERHADAP PEMBENTUKAN FASA  
SUPERKONDUKTOR BSCCO-2223 MENGGUNAKAN  
METODE PENCAMPURAN BASAH**

Oleh

**PRASTIANA TIARA PRATIWI**

**Skripsi**

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

**Pada**

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



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2019**

Judul Penelitian : **VARIASI KADAR  $\text{CaCO}_3$  TERHADAP  
PEMBENTUKAN FASA  
SUPERKONDUKTOR BSCCO-2223  
MENGUNAKAN METODE  
PENCAMPURAN BASAH**

Nama Mahasiswa : **Prastiana Tiara Pratiwi**

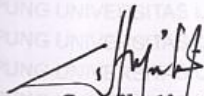
Nomor Pokok Mahasiswa : 1517041115

Program Studi : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**MENYETUJUI**

1. Komisi Pembimbing

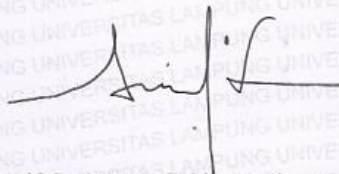


**Suprihatin, S.Si., M.Si.**  
NIP. 19730414 199702 2 001



**Prof. Drs. Simon Sembiring, Ph.D.**  
NIP. 19611003 199103 1 002

2. Ketua Jurusan Fisika



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

**MENGESAHKAN**

**1. Tim Penguji**

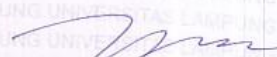
**Ketua : Suprihatin, S.Si., M.Si.**



**Sekretaris : Prof. Drs. Simon Sembiring, Ph.D.**



**Penguji  
Bukan Pembimbing: Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.**



**2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**Drs. Suratman, M. Sc.**  
NIP. 19640604 199003 1 002

**Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 04 Desember 2019**



## PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain, dan sepengetahuan saya tidak ada karya yang atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila ada pernyataan saya yang tidak benar, maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar lampung, Desember 2019



Prastiana Tiara Pratiwi  
NPM. 1517041115

## **RIWAYAT HIDUP**

Penulis dilahirkan di Kabupaten Lampung Utara, Provinsi Lampung pada tanggal 14 Desember 1996, sebagai anak pertama dari dua bersaudara pasangan Bapak Tukiman dan Ibu Susiana. Penulis memulai pendidikan pada Taman Kanak- Kanak (TK) Aisyiah di Yosomulyo Metro Pusat pada tahun 2003. Kemudian melanjutkan ke Sekolah Dasar Negeri 7 Metro Pusat dan diselesaikan pada tahun 2009 dan melanjutkan ke Sekolah Menengah Pertama (SMP) Negeri 4 Metro dan diselesaikan pada tahun 2012. Selama menempuh pendidikan sekolah menengah pertama penulis aktif mengikuti Organisasi Siswa Intra Sekolah (OSIS) sebagai ketua pada tahun 2010 sampai dengan tahun 2011. Lalu melanjutkan Sekolah Menengah Atas (SMA) Negeri 1 Metro, diselesaikan pada tahun 2015.

Penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN) pada tahun 2015. Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif sebagai anggota pengurus organisasi Himpunan Mahasiswa Fisika (Himafi) biro kesekretariatan dan rumah tangga pada tahun 2015-2016 dan sebagai sekretaris biro kesekretariatan dan rumah tangga pada tahun 2017. Selain itu, penulis aktif dalam berbagai kepanitian kegiatan Himafi dan pernah menjadi asisten praktikum Fisika Dasar. Penulis menempuh kegiatan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Pusat



Teknologi Material Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (PTM BPPT) pada awal tahun 2018 dengan judul “Pengaruh *Short-time Solution Treatment* dengan Pendinginan Lambat terhadap Kekerasan Paduan Titanium Ti-6Al-4V ELI (*Extra Low Interstitial*) sebagai Material Implan Biomedis”.

## **MOTTO**

**“It may take a year, it might even take a day, but whenever Allah has willed, will always finds its way.”**

**“Tidak ada balasan untuk kebaikan selain kebaikan (pula)”**  
(QS. Surah Ar-Rahman: 60)

**“Kebaikan yang Allah segerakan balasannya di dunia dan hal itu kembali dibalas di akhirat adalah kebaikan kepada Orang tua.”**  
(Ust. Oemar Mita)

## **PERSEMBAHAN**

Dengan rasa syukur kepada Allah SWT, penulis persembahkan karya ini kepada

**Bapak & Ibu,**

Untuk segala do'a, dukungan dan perjuangan menjadi yang terdepan dan selalu terbaik.

**Adik yang Aku sayangi,**

**Keluarga besar yang selalu memberi dukungan, do'a dan semangat**

serta

Rekan-rekan seperjuangan FISIKA FMIPA UNILA 2015

Serta Almamater Tercinta

**“UNIVERSITAS LAMPUNG”**

## KATA PENGANTAR

*Assalamu 'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh*

Puji dan syukur atas kehadiran Allah SWT karena atas berkat, rahmat dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**Variasi Kadar  $\text{CaCO}_3$  terhadap Pembentukan Fasa Superkonduktor BSCCO-2223 Menggunakan Metode Pencampuran Basah**”. Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang dapat membangun penyempurnaan. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca serta dapat menjadi rujukan bagi penelitian selanjutnya..

*Wassalamu 'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh.*

Bandar Lampung, Desember 2019  
Penulis

Prastiana Tiara Pratiwi

## SANWACANA

Puji syukur penulis atas kehadiran Allah SWT karena atas berkat, rahmat serta karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Variasi Kadar  $\text{CaCO}_3$  terhadap Pembentukan Fasa Superkonduktor BSCCO-2223 Menggunakan Metode Pencampuran Basah”** sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si.) pada Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Terwujudnya skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Dengan segala kerendahan hati dan rasa hormat, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu Suprihatin, S.Si., M.Si., sebagai Dosen Pembimbing I yang telah banyak memberi bimbingan, arahan, motivasi, nasihat serta ilmunya;
2. Bapak Prof. Drs. Simon Sembiring, Ph.D., selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan, masukan, serta ilmunya dalam penulisan skripsi ini;
3. Bapak Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D, selaku Dosen Pembahas atas saran yang telah diberikan untuk penulisan skripsi ini agar lebih baik lagi;
4. Bapak Drs. Syafriadi, M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan, nasihat dan arahan selama proses perkuliahan;
5. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng, selaku ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung;

6. Bapak Drs. Suratman, M.Sc. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam;
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Fisika atas ilmu yang telah diberikan selama penulis menempuh perkuliahan;
8. Bapak dan Ibu, kedua orangtuaku untuk segala doa, kasih sayang, kesabaran dan perjuangan sebagai motivator yang terdepan dan terbaik;
9. Ade Setiawan dan Ketut Putra Wijaya sebagai rekan penelitian yang telah banyak membantu penulis selama proses penelitian;
10. Nurrahma, Isnaini Argo Indriyana, Luthfi Eka Saputri, Rima, Ayunis, Ayu, Yuli, Dwi, Yulinda, Aisyah Putri, Agus Supriadi dan Ahmad Badrus yang telah meluangkan waktu untuk memberi bantuan, doa, dukungan serta menjadi pendengar yang baik;
11. Teman-teman Fisika 2015.

Serta bagi pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu. Semoga Allah SWT memberikan balasan berlipat, memudahkan serta melancarkan langkah semua pihak yang membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

*Aamiin Ya Robbal'alamin.*

Bandar lampung, Desember 2019

Penulis

Prastiana Tiara Pratiwi

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>ABSTRAK</b> .....	i
<b>ABSTRACT</b> .....	ii
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	iii
<b>LEMBAR PERSETUJUAN</b> .....	iv
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	v
<b>RIWAYAT HIDUP</b> .....	vi
<b>MOTTO</b> .....	viii
<b>PERSEMBAHAN</b> .....	ix
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	xi
<b>SANWACANA</b> .....	xii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xiv
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xvi
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xvii
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang.....	1
B. Rumusan Masalah.....	5
C. Tujuan Penelitian.....	5
D. Batasan Masalah.....	6
E. Manfaat Penelitian.....	6
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
A. Superkonduktivitas.....	7
B. Karakteristik Superkonduktor.....	9
1. Tanpa Resistivitas di bawah Suhu Kritis.....	9



2. Efek <i>Meissner</i> atau Diamagnetik.....	9
C. Klasifikasi Superkonduktor.....	10
Berdasarkan Medan Magnet Kritis	
1. Superkonduktor Tipe I.....	10
2. Superkonduktor Tipe II.....	11
Berdasarkan Suhu Kritis	
1. Superkonduktor Suhu Kritis Rendah.....	12
2. Superkonduktor Suhu Kritis Tinggi.....	12
D. Superkonduktor BSCCO.....	13
1. Superkonduktor BSCCO-2223.....	16
E. Perlakuan Panas.....	16
1. Kalsinasi.....	17
2. Sintering.....	18
F. Kalsium Karbonat (CaCO <sub>3</sub> ).....	19
G. Metode Sintesis Superkonduktor BSCCO-2223.....	20
H. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	22
I. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	25
<b>III. METODE PENELITIAN</b>	
A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	28
B. Alat dan Bahan.....	28
C. Komposisi Bahan Dasar.....	29
D. Preparasi Sampel.....	29
E. Karakterisasi.....	32
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
A. Hasil Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	35
B. Hasil Karakterisasi <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	44
C. Hasil Uji Efek Meissner.....	46
<b>V. KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
A. Kesimpulan.....	49
B. Saran.....	50

## DAFTAR PUSTAKA

## LAMPIRAN

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4.1. Kode masing-masing sampel berdasarkan variasi kadar $\text{CaCO}_3$ .....	35
4.2. Perhitungan tingkat kemurnian fasa BSCCO-2223 akibat variasi kadar $\text{CaCO}_3$ .....	41
4.3. Hasil uji efek Meissner pada BSCCO-2223 akibat variasi kadar $\text{CaCO}_3$ .....	47

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Variasi magnetisasi terhadap medan magnet untuk <b>(a)</b> Superkonduktor Tipe I <b>(b)</b> Superkonduktor Tipe II.....	12
2.2. Diagram fase superkonduktor BSCCO.....	14
2.3. Struktur kristal sistem BSCCO (a) 2201, (b) 2212 dan (c) 2223.....	15
2.4. Skema difraksi sinar-X pada sebuah kristal.....	23
2.5. Dua bagian utama SEM, kolom mikroskop dan kabinet kontrol.....	27
3.1. Diagram alir penelitian.....	29
4.1. Hasil karakterisasi XRD BSCCO/Ca 1,95.....	36
4.2. Hasil karakterisasi XRD BSCCO/Ca 2,00.....	37
4.3. Hasil karakterisasi XRD BSCCO/Ca 2,05.....	38
4.4. Hasil karakterisasi XRD BSCCO/Ca 2,10.....	39
4.5. Hasil karakterisasi XRD keempat sampel.....	40
4.6. Hubungan variasi kadar $\text{CaCO}_3$ dengan tingkat kemurnian fasa BSCCO-2223.....	42
4.7. Hubungan fraksi volume (FV) dengan derajat orientasi P pada BSCCO-2223.....	43
4.8. Hasil karakterisasi SEM pada BSCCO-2223 dengan variasi $\text{CaCO}_3$ <b>(a)</b> . BSCCO/Ca 1,95 <b>(b)</b> . BSCCO/Ca 2,00 <b>(c)</b> . BSCCO/Ca 2,05 <b>(d)</b> . BSCCO/Ca 2,10.....	46
4.9. Hasil karakterisasi efek Meissner pada BSCCO-2223 dengan variasi $\text{CaCO}_3$ <b>(a)</b> . BSCCO/Ca 1,95 <b>(b)</b> . BSCCO/Ca 2,00 <b>(c)</b> . BSCCO/Ca 2,05 <b>(d)</b> . BSCCO/Ca 2,10 .....	48

## I. PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Superkonduktor ditemukan pada tahun 1911 oleh Heike Kamerlingh Onnes dalam risetnya di Laboratorium Leiden, Belanda. H. K. Onnes menemukan bahwa resistivitas merkuri tiba-tiba menurun drastis menuju nol dalam kondisi sampel dibawah suhu dari helium cair 4,2 K (Puri dan Babbar, 1997). Superkonduktor merupakan suatu bahan yang tidak memiliki hambatan listrik terhadap arus yang konstan. Gejala superkonduktivitas pertama kali terjadi pada suhu tertentu untuk setiap logam dan merupakan titik transisi superkonduktivitas atau suhu kritis ( $T_c$ ) (Landau dan Lifshitz, 1984; Nurmalita, 2011).

Pada awalnya superkonduktor berupa senyawa atau paduan logam yang memiliki  $T_c$  rendah, sehingga kurang menarik. Kemudian teknologi superkonduktor berkembang pesat sejak ditemukannya superkonduktor suhu kritis tinggi pada tahun 1986. Superkonduktor suhu kritis tinggi adalah bahan oksida keramik yang berinduk pada senyawa kuprat (Cu-O) (Khurana, 1989). Salah satu bahan superkonduktor suhu kritis tinggi yang banyak dikaji adalah superkonduktor Bi-Sr-Ca-Cu-O atau *bismuth strontium calcium copper oxide* (BSCCO) (Chu dan McHendry, 1998).

Sistem superkonduktor BSCCO dapat dijelaskan sebagai komposisi umum dari

$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_\delta$  yang mengindikasikan jumlah lapisan  $\text{CuO}_2$ . Dari penemuan H. Maeda pada tahun 1988, superkonduktor BSCCO dikelompokkan menjadi tiga fasa, pada nilai suhu transisi kritis  $T_c \sim 20$  K ( $n = 1$ , BSCCO-2201),  $T_c \sim 80\text{--}90$  K ( $n = 2$ , BSCCO-2212), dan  $T_c \sim 110$  K ( $n = 3$ , BSCCO-2223). Diantara ketiga fasa tersebut, fasa yang banyak mengambil perhatian adalah pada fasa dengan  $n = 3$  yaitu  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  yang memiliki  $T_c$  melebihi suhu nitrogen cair dan juga merupakan bahan superkonduktor tipe II. Pada tipe II selain ada daerah Meissner ( $\rho = 0, B = 0$ ), daerah normal ( $\rho \neq 0, B \neq 0$ ) juga terdapat daerah campuran ( $\rho = 0, B \neq 0$ ) (Maeda dan Togano, 1996; Cyrot dan Pavuna, 1992).

Fasa superkonduktor BSCCO-2223 mempunyai struktur berlapis-lapis dengan ciri khas sisipan lapisan  $\text{CuO}_2$  (Santosa *et al.*, 2015). Namun, produksi fasa murni bahan BSCCO-2223 lebih sulit dan membutuhkan waktu pemrosesan yang lama (Shalaby *et al.*, 2016). Beberapa fasa yang tidak diinginkan atau impuritas dalam sintesis BSCCO-2223 diantaranya BSCCO-2212, BSCCO-2201,  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$ ,  $\text{Ca}_2\text{CuO}_3$ , dan  $\text{CuO}$  (Garnier *et al.*, 2000). Fasa residu sekunder tersebut menghasilkan hubungan antar butir yang lemah, sehingga menjadi kelemahan BSCCO-2223 (Zouaoui *et al.*, 2008). Dalam beberapa literatur menjelaskan adanya pengaruh perlakuan panas untuk mereduksi fasa impuritas pada superkonduktor dan menunjukkan adanya kemungkinan untuk meningkatkan nilai suhu kritis ( $T_c$ ) (Ghattas *et al.*, 2008).

Perlakuan panas juga memiliki peran penting dalam menentukan morfologi dan kesejajaran butir pada fasa superkonduktor (Ozkurt, 2014; Safran *et al.*, 2017). Kemudian studi lebih lanjut dari perlakuan panas yang terpenting adalah untuk

mengoptimalkan pembentukan kristal dari sampel dengan mengamati pengaruh kalsinasi dan sintering (Fallah-Arani *et al.*, 2017).

Pengaruh variasi waktu dan suhu kalsinasi menghimpun beragam fasa dan beragam ukuran butir untuk menentukan tingkat terbentuknya fasa BSCCO-2223 (Garnier *et al.*, 2000). Selain itu, kalsinasi juga berfungsi untuk menghilangkan zat-zat yang tidak diperlukan dan mempengaruhi fraksi volume dalam sintesis bahan superkonduktor BSCCO. Beberapa faktor yang mempengaruhi kalsinasi yaitu: suhu pemanasan, waktu penahanan, suhu dan kecepatan pendinginan (Suryaman, 2008).

Fasa BSCCO-2223 juga dapat terbentuk lebih cepat dengan melakukan sintering. Semakin besar suhu sintering semakin cepat proses pembentukan kristal tersebut dan waktu sintering yang cukup akan menyebabkan partikel halus dan menjadi lebih padat. Fasa BSCCO-2223 terbentuk ketika suhu sintering 850 °C (Garnier *et al.*, 2001; Sari, 2013). Menurut penelitian Khafifah *et al.* (2011), superkonduktor BSCCO-2223 yang relatif baik dapat disintesis pada suhu kalsinasi 800 °C dan suhu sintering 860 °C. Suhu sintering terbaik juga didapatkan pada suhu 865 °C (Lusiana, 2013; Surahman *et al.*, 2019; Dewi *et al.*, 2019). Sedangkan menurut Istikomah *et al.* (2019), dengan suhu 865 °C waktu sintering terbaik yang didapatkan yaitu selama 30 jam. Pemilihan suhu selama sintering mengacu pada diagram fasa (Strobel *et al.*, 1992).

Penambahan kadar Ca dalam sistem BSCCO sangat berpengaruh terhadap pembentukan fasa dan dapat meningkatkan fraksi volume. Bahan yang biasanya digunakan sebagai sumber Ca dalam mensintesis BSCCO yaitu  $\text{CaCO}_3$  (Cardwell

dan Ginley, 2002; Afriani, 2013). Penelitian Handayani (2013), tentang sintesis bahan superkonduktor BSCCO-2223 tanpa doping Pb pada berbagai kadar  $\text{CaCO}_3$  menghasilkan fraksi volume (FV) yang relatif tinggi, yaitu pada kadar  $\text{CaCO}_3 = 2,10$  mol menggunakan metode padatan.

Beberapa metode sintesis superkonduktor antara lain metode padatan (Fauzi, 2017), metode sol gel (Fallah-Arani *et al.*, 2017), metode lelehan (Marhaendrajaya, 2001), dan metode pencampuran basah (Rohmawati dan Darminto, 2012). Metode pencampuran basah dilakukan dengan cara bahan yang digunakan dilarutkan dengan  $\text{HNO}_3$  dan aquades hingga larutan berwarna biru jernih (Rohmawati dan Darminto, 2012). Kelebihan metode ini diantaranya senyawa  $\text{HNO}_3$  dengan solubilitas yang tinggi diharapkan dapat berfungsi sebagai agen pelarut yang baik, sehingga ikatan yang terjadi bukan ikatan antar atom, tetapi ikatan antar ion (Pradhana *et al.*, 2016). Menurut penelitian yang dilakukan Khafifah *et al.*, (2011), pembentukan fasa BSCCO-2223 dengan metode pencampuran basah menghasilkan FV = 65,9 %. Selain itu, penelitian Istikomah, *et al.* (2019), menghasilkan FV = 79,17 % pada suhu sintering 30 jam menggunakan metode pencampuran basah.

Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  terhadap pembentukan fasa superkonduktor BSCCO-2223 menggunakan metode pencampuran basah. Variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  yang dilakukan adalah 1,95; 2,00; 2,05; dan 2,10 mol serta dikalsinasi pada suhu  $800\text{ }^\circ\text{C}$  selama 10 jam dan sintering pada suhu  $865\text{ }^\circ\text{C}$  selama 30 jam. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui tingkat kemurnian fasa yang terbentuk, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur mikro dari



sampel dan uji efek Meissner untuk mengetahui penolakan medan magnet dari sampel.

## **B. Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  terhadap pembentukan fasa superkonduktor BSCCO-2223 menggunakan metode pencampuran basah?
2. Bagaimana tingkat kemurnian fasa superkonduktor BSCCO-2223 pada variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  dengan menghitung fraksi volume (FV), derajat orientasi (P), dan impuritas (I) ?
3. Bagaimana struktur mikro dan efek Meissner dari superkonduktor BSCCO-2223 dengan variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  menggunakan metode pencampuran basah?

## **C. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  terhadap pembentukan fasa superkonduktor BSCCO-2223 menggunakan metode pencampuran basah.
2. Mengetahui tingkat kemurnian fasa superkonduktor BSCCO-2223 pada variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  dengan menghitung fraksi volume (FV), derajat orientasi (P), dan impuritas (I).
3. Mengetahui struktur mikro dan efek Meissner dari superkonduktor BSCCO-2223 dengan variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  menggunakan metode pencampuran basah.

#### **D. Batasan Masalah**

Batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Sintesis superkonduktor BSCCO-2223 menggunakan metode pencampuran basah, dengan variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  yang ditambahkan sebanyak 1,95; 2,00; 2,05; 2,10 mol.
2. Kalsinasi dilakukan pada suhu  $800\text{ }^\circ\text{C}$  selama 10 jam dan sintering dilakukan pada suhu  $865\text{ }^\circ\text{C}$  selama 30 jam.
3. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan efek Meissner.
4. Penelitian ini tidak mengkaji tentang suhu kritis ( $T_c$ ) dan rapat arus kritis ( $J_c$ ).

#### **E. Manfaat Penelitian**

Manfaat yang diharapkan pada penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi mengenai variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  terhadap pembentukan fasa superkonduktor BSCCO-2223 menggunakan metode pencampuran basah.
2. Memberikan informasi mengenai struktur mikro dan efek Meissner superkonduktor BSCCO-2223 dengan variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  menggunakan metode pencampuran basah.
3. Memberikan informasi mengenai kadar  $\text{CaCO}_3$  yang relatif baik dalam pembentukan fasa BSCCO-2223.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Superkonduktivitas

Ketertarikan terhadap fenomena superkonduktivitas terletak pada sifat listrik dan magnet yang ditunjukkan oleh hambatan nol, efek Meissner dan beberapa aspek lainnya (Beasley dan Geballe, 1984). Fenomena superkonduktivitas ditemukan pertama kali oleh Heike Kamerlingh Onnes di Laboratorium Universitas Leiden, Belanda. Pada tanggal 10 Juli 1908, Onnes mencairkan helium dengan cara mendinginkan hingga suhu 4 K atau  $-269\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Kemudian Onnes pada tahun 1911 mulai mempelajari sifat-sifat listrik dari logam pada suhu yang sangat dingin. Saat itu diketahui bahwa hambatan dari suatu logam akan menurun ketika didinginkan di bawah suhu ruang, tetapi belum ada yang dapat mengetahui berapa batas bawah hambatan yang dicapai ketika suhu logam mendekati 0 K atau nol mutlak. Superkonduktivitas pertama kali dikenal sebagai hilangnya resistivitas listrik total pada suatu bahan saat di bawah suhu kritis ( $T_c$ ) (Jansen dan Block, 1989; Widodo dan Darminto, 2010).

Superkonduktivitas adalah fenomena yang ditunjukkan oleh bahan-bahan tertentu berdasarkan sifat khusus ketika kehilangan semua hambatan listrik di bawah suhu yang cukup rendah disertai dengan tidak hadirnya medan magnet dari dalam. Kedua

sifat ini (resistivitas nol dan diamagnetisme sempurna) membuat bahan ini mempunyai daya tarik, mulai dari produksi energi yang lebih efisien, komputer dengan ukuran dan konsumsi daya yang lebih kecil, kereta levitasi hingga diagnostik medis dan lain-lain. Namun, untuk waktu yang sangat lama setelah penemuan, aplikasi praktis tidak dapat direalisasikan terutama karena penerapannya pada suhu sangat rendah dan bahan harus didinginkan hingga di bawah suhu helium cair (Malik dan Malik, 2014).

Menurut Mishra (2012), dalam sejarah superkonduktivitas terdapat beberapa kejadian penting diantaranya:

1. Pada tahun 1911, fisikawan Belanda Heike Kamerlingh Onnes mempelajari resistivitas merkuri padat pada suhu kriogenik menggunakan helium cair sebagai zat pendingin, sehingga ditemukannya sifat superkonduktivitas.
2. Pada tahun 1933, dasar-dasar fisika untuk memahami superkonduktivitas dikembangkan oleh Meissner dan Ochsenfeld, yang disebut efek Meissner.
3. Pada tahun 1950, Ginzburg-Landau mengembangkan teori yang menjelaskan tentang sifat mikroskopis superkonduktor. Di tahun yang sama, Maxwell dan Reynold menemukan hubungan antara ketergantungan suhu kritis dengan massa isotop unsur penyusunnya.
4. Teori superkonduktivitas mikroskopis lengkap akhirnya diajukan pada tahun 1957 oleh Barden, Cooper dan Schrieffer dengan teori mereka yang dikenal sebagai teori BCS.
5. Era baru dalam superkonduktivitas dimulai pada tahun 1986 dengan penemuan superkonduktor suhu kritis tinggi.

## B. Karakteristik Superkonduktor

Superkonduktor mempunyai beberapa sifat khusus, antara lain:

### 1. Tanpa Resistivitas di bawah Suhu Kritis

Resistivitas nol adalah konduktivitas tak hingga, yang diamati dalam sebuah superkonduktor pada semua suhu dibawah suhu kritis ( $T_c$ ). Cara yang mencolok untuk mendeskripsikan resistivitas nol adalah dengan menginduksi arus di sekitar cincin tertutup sebuah logam superkonduktor. Percobaan ini telah ditunjukkan pada suatu arus tetap yang dapat bertahan hingga dua setengah tahun tanpa ada kerusakan pengukuran. Dapat diartikan bahwa resistivitas sebuah superkonduktor lebih kecil dari  $10^{-23}$  ohm.meter yaitu sekitar 18 kali lipat lebih kecil dari resistivitas tembaga pada suhu kamar (Cyrot dan Pavuna, 1992).

### 2. Efek Meissner atau Diamagnetik

Pada tahun 1933, Meissner dan Ochsenfeld menemukan bahwa sebuah superkonduktor akan mengeluarkan fluks magnetiknya ketika didinginkan di bawah suhu kritis ( $T_c$ ) di dalam suatu medan magnet eksternal yang kemudian dikenal sebagai sifat diamagnetik sempurna. Fenomena ini dikenal juga sebagai efek Meissner. Pengeluaran fluks seperti ini juga diamati jika superkonduktor yang telah didinginkan di bawah  $T_c$  dan ditempatkan pada suatu medan magnet. Hal yang perlu diperhatikan bahwa sifat diamagnetik sempurna tidak dapat dijelaskan sederhana dengan memperhatikan hambatannya yang nol (Puri dan Babbar, 1997).

Pengeluaran medan magnet dari bagian dalam sampel superkonduktor secara langsung menunjukkan bahwa keadaan superkonduktor tidak hanya saat resistansinya nol. Jika demikian, maka superkonduktor yang didinginkan dalam

medan magnet melewati  $T_c$  akan terperangkap medan di dalamnya. Ketika medan dari luar dihilangkan, arus konstan yang diinduksi akan tetap mempertahankan medan yang terperangkap di bagian dalam sampel (Cyrot dan Pavuna, 1992).

### **C. Klasifikasi Superkonduktor**

Superkonduktor dapat diklasifikasikan berdasarkan medan magnet kritis dan suhu kritis. Berdasarkan medan magnet kritisnya, superkonduktor dibagi menjadi dua jenis, yaitu superkonduktor tipe I dan superkonduktor tipe II.

#### **1. Superkonduktor Tipe I**

Superkonduktor tipe I merupakan superkonduktor yang dapat mengeluarkan fluks magnetik secara penuh hingga menjadi normal dan dikenal juga sebagai *soft superconductor* atau superkonduktor lemah. Kuat medan magnet terapan yang dibutuhkan untuk merusak keadaan diamagnetisme sempurna disebut sebagai medan kritis termodinamika ( $B_c$ ) (Cyrot dan Pavuna, 1992).

Superkonduktor tipe ini sangat mengikuti efek Meissner dengan memperlihatkan sifat diamagnetik sempurna di bawah medan kritis  $B_c$ . Saat medan magnet yang diterapkan meningkat lebih dari  $B_c$ , medan magnet menembus bahan secara penuh dan kembali ke keadaan normalnya (Puri dan Babbar, 1997). Pada umumnya superkonduktor tipe I terbuat dari logam murni, seperti Hg, Pb, Nb. Unsur-unsur atau elemen tunggal lainnya yang dapat menjadi superkonduktor diantaranya Si, Ge, P, As, S, Se, Sr, Te, Bi, Bo, Y, Cr, Cs, Ce dan U (Dewi, 2016).

## 2. Superkonduktor Tipe II

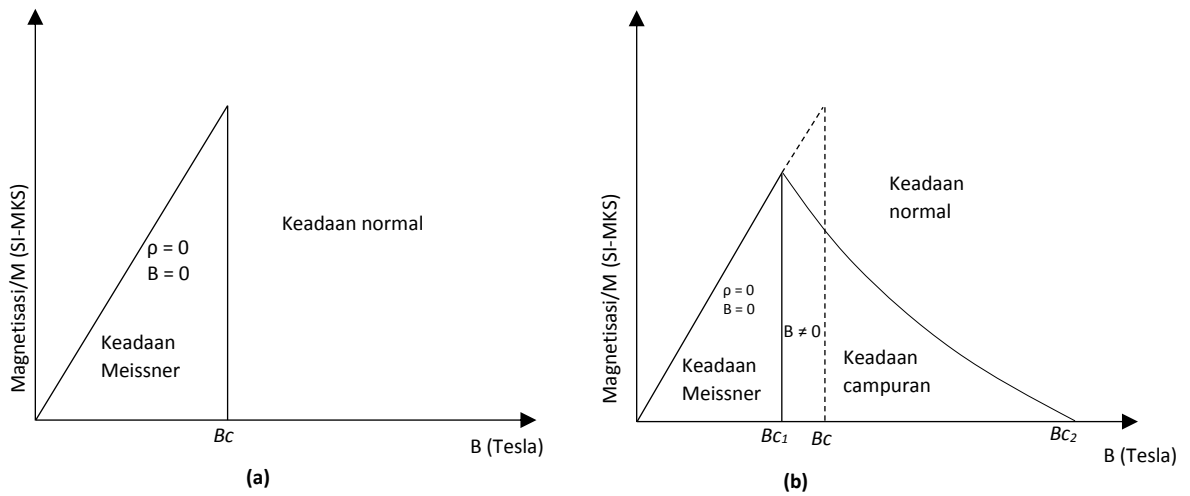
Superkonduktor tipe II tidak begitu mengikuti efek Meissner karena medan magnetnya tidak menembus bahan dengan tiba-tiba pada medan kritisnya. Superkonduktor tipe II disebut juga superkonduktor *hard* karena medan yang dibutuhkan relatif besar untuk berubah ke keadaan normal. Karenanya bahan ini dapat digunakan untuk membuat kawat superkonduktor yang menghasilkan medan magnet tinggi (Puri dan Babbar, 1997).

Superkonduktor tipe II mempunyai dua medan magnet kritis yaitu medan magnet di bawah  $B_{c1}$  dan di bawah  $B_{c2}$ . Fluks yang dikeluarkan secara menyeluruh hanya sampai pada medan  $B_{c1}$ . Sehingga dalam medan terapan lebih kecil dari  $B_{c1}$ , superkonduktor tipe II berperilaku seperti superkonduktor tipe I dibawah  $B_c$ . Di atas  $B_{c1}$  fluks secara bertahap menembus ke dalam bahan sampai lebih tinggi dari medan kritis  $B_{c2}$  yang dicapai.

Di atas  $B_{c2}$  bahan kembali ke keadaan normal. Antara  $B_{c1}$  dan  $B_{c2}$ , superkonduktor dapat dikatakan berada dalam keadaan campuran. Efek Meissner hanya sebagian. Untuk medan yang diterapkan  $B_{c1} < B_c < B_{c2}$ , fluks magnetik secara bertahap menembus spesimen superkonduktor dalam bentuk filamen mikroskopik yang disebut *vorteks* (Cyrot dan Pavuna, 1992).

Superkonduktor tipe II banyak dijumpai dalam bentuk campuran logam (paduan), diantaranya NbTi, Nb<sub>3</sub>Sn dan Nb<sub>3</sub>Ge, FeSe (Dewi, 2016). Diagram fasa magnetik ditunjukkan pada Gambar 2.1.





**Gambar 2.1.** Variasi magnetisasi terhadap medan magnet untuk (a) Superkonduktor Tipe I (b) Superkonduktor Tipe II (Cyrot dan Pavuna, 1992).

Sedangkan klasifikasi superkonduktor berdasarkan suhu kritisnya terdapat dua jenis, superkonduktor suhu kritis rendah dan superkonduktor suhu kritis tinggi.

### 1. Superkonduktor Suhu Kritis Rendah

Bahan superkonduktor yang saat ini banyak digunakan untuk aplikasi industri banyak didominasi oleh superkonduktor suhu kritis rendah (yaitu biasanya pada suhu di bawah 20 K atau  $-253$  °C). Keutamaan dari superkonduktor suhu kritis rendah adalah beroperasi pada suhu helium cair (Melhem, 2012). Contoh dari superkonduktor suhu kritis rendah adalah NbO (1 K), TiO (2 K), doping  $SrTiO_{3-x}$  (0,7 K),  $LiTi_2O_4$  (13 K) dan Ba (PbBi) $O_3$  (Cyrot dan Pavuna, 1992).

### 2. Superkonduktor Suhu Kritis Tinggi

Ditemukan pada tahun 1986, superkonduktor suhu kritis tinggi adalah kelas baru dan sangat berbeda dari superkonduktor konvensional, dengan suhu kritis setinggi 110 K. Struktur kristal dari bahan-bahan ini semuanya melibatkan  $CuO_2$ .

Pergerakan elektron dalam sistem berada dalam orbital tembaga di bidang  $\text{CuO}_2$  (Steele, 2001). Ketertarikan terhadap aplikasi superkonduktor suhu tinggi karena memiliki suhu kritis tinggi melebihi suhu nitrogen cair 77 K (Melhem, 2012). Kelompok peneliti di Alabama dan Houston yang dikoordinasi oleh K.Wu dan P. Chu pada tahun 1987, menemukan superkonduktor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  dengan  $T_c = 92$  K. Penemuan ini sangat penting karena untuk pertama kali didapat superkonduktor dengan suhu kritis di atas suhu nitrogen cair, yang harganya jauh lebih murah daripada helium cair. Pada awal tahun 1988, ditemukan superkonduktor oksida Bi-Sr-Ca-Cu-O dan Tl-Ba-Ca-Cu-O berturut-turut dengan  $T_c = 110$  K dan 125 K (Sukirman *et al.*, 2003).

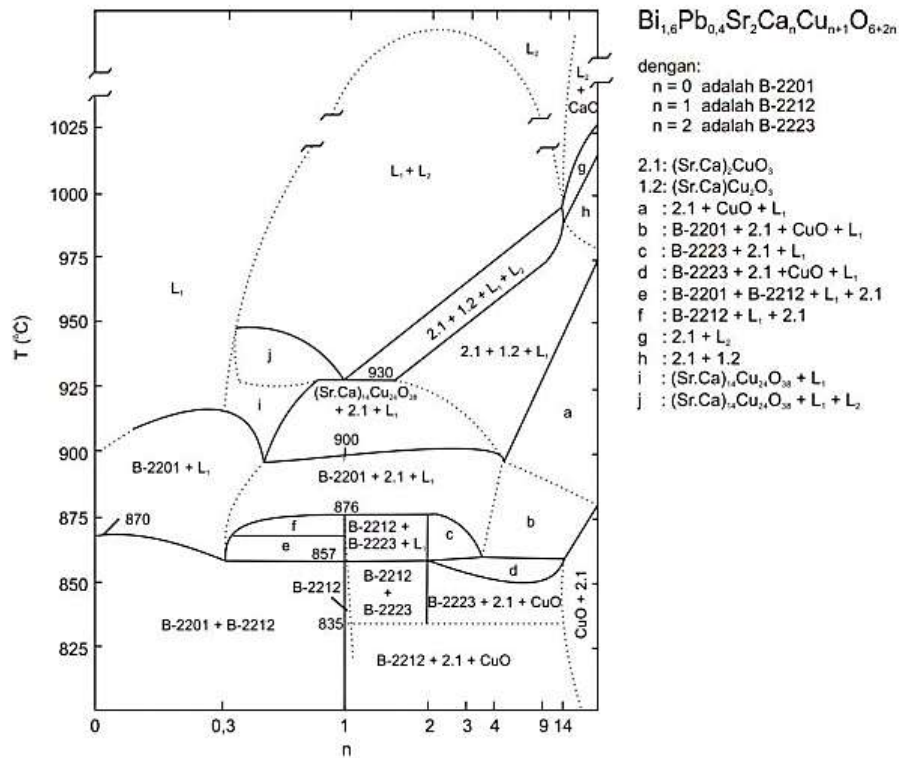
#### **D. Superkonduktor BSCCO**

Penelitian mengenai superkonduktor sistem BSCCO telah dimulai sejak tahun 1987, yang merupakan superkonduktor oksida suhu kritis tinggi. Hal penting pada BSCCO adalah oksida Bi yang berdampingan dengan dua jenis unsur alkali tanah yaitu Sr dan Ca. Ion Ca dapat tersusun bertumpuk dengan lapisan CuO dan bertanggung jawab untuk meningkatkan suhu kritis (Maeda dan Togano, 1996). Bahan BSCCO merupakan bahan superkonduktor tipe II (Cyrot dan Pavuna, 1992). Seluruh fasa superkonduktif BSCCO memenuhi persamaan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_\delta$ , dengan nilai  $n = 1, 2, 3$  dan seterusnya (Majewski, *et al.*, 1997).

Superkonduktor BSCCO hadir dalam tiga fasa stabil, yaitu fasa 2201, 2212, dan 2223, dengan suhu kritis meningkat berturut-turut ( $\sim 20$  K,  $\sim 80$ -90 K,  $\sim 110$  K). Senyawa ini mempunyai sebuah struktur lapisan secara skematis dari perubahan susunan, BiO dengan bidang ganda, dua atau tiga bidang  $\text{CuO}_2$  terpisah dengan

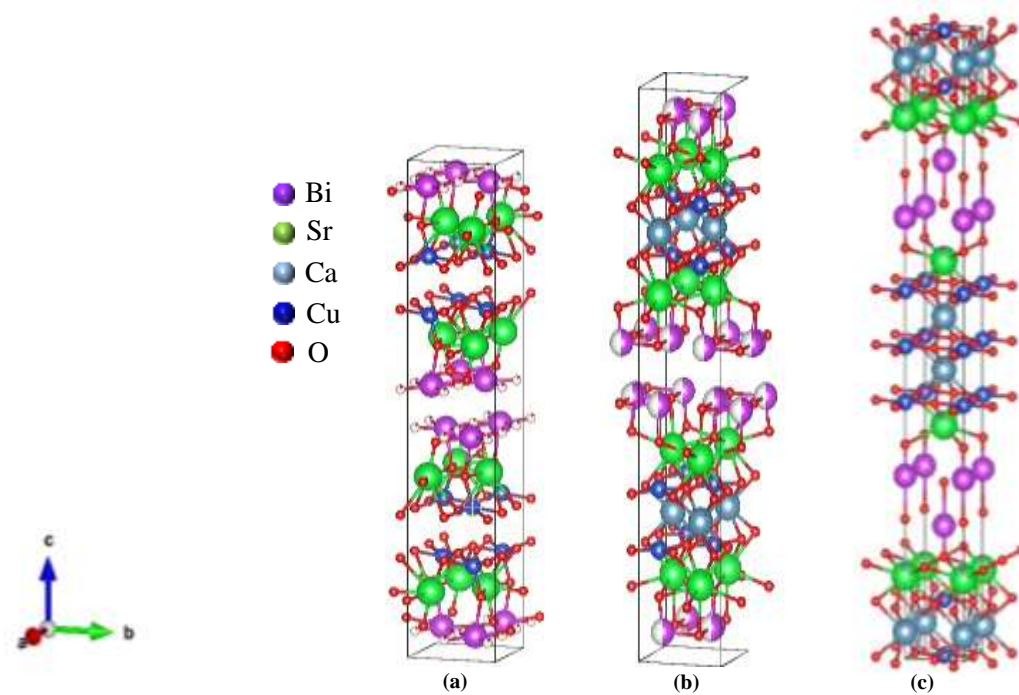
atom Ca, sementara bidang SrO mempunyai struktur yang stabil (Raffy, 2011).

Diagram fasa superkonduktor BSCCO ditunjukkan pada Gambar 2.2.



**Gambar 2.2.** Diagram fasa superkonduktor BSCCO (Strobel *et al.*, 1992).

Pada Gambar 2.2, terdapat daerah pembentukan fasa 2223, yaitu daerah fasa 2212+2223+L<sub>1</sub>, daerah fasa 2223+(Sr,Ca)<sub>2</sub>CuO<sub>3</sub>+CuO dan daerah fasa 2212+2223. Untuk menghindari impuritas seperti CuO, (Sr,Ca)<sub>2</sub>CuO<sub>3</sub> dan fasa lain, maka daerah fasa 2212+2223 dan 2212+2223+L<sub>1</sub> merupakan daerah yang paling efektif dalam menumbuhkan fasa 2223, karena hanya mengandung fasa 2212 dan fasa 2223. Pada daerah 2212+2223+L<sub>1</sub>, terdapat L<sub>1</sub> berupa *liquid* atau cairan dari lelehan (Marhaendrajaya, 2001). Struktur kristal dari superkonduktor BSCCO ditunjukkan pada Gambar 2.3.



**Gambar 2.3.** Struktur kristal sistem BSCCO (a). 2201 (Lee *et al.*, 2002), (b). 2212 (Hervieu *et al.*, 1988), dan (c). 2223 (Watanabe *et al.*, 2003).

Pada Gambar 2.3 (a), fasa BSCCO-2201 disusun oleh (BiO)/SrO/CuO/SrO/(BiO), dimana piramida Cu berada diantara dua bidang SrO. Bidang BiO berada pada bagian ujung struktur dan atom Cu dihubungkan dengan 6 atom oksigen dengan parameter kisi  $a = b = 0,539$  nm dan  $c = 2,46$  nm. Sedangkan pada Gambar 2.3 (b), fasa BSCCO-2212 disusun oleh bidang senyawa (BiO)/SrO/CuO/CaO/CuO/SrO/(BiO) dimana piramida atom Cu dipisahkan oleh adanya bidang Ca. Struktur kristalnya berbentuk tetragonal dengan parameter kisi  $a = b = 0,54$  nm dan  $c = 3,07$  nm. Gambar 2.3 (c), fasa BSCCO-2223 disusun oleh bidang senyawa (BiO)/SrO/CuO/CaO/CuO/CaO/CuO/SrO/(BiO). Memiliki struktur kristal orthorombik dengan parameter kisi  $a = 0,541$  nm,  $b = 0,542$  dan  $c = 3,70$  nm (Lehndroff, 2001). Dari ketiga fasa tersebut fasa yang memiliki suhu kritis yang cukup tinggi adalah superkonduktor BSCCO-2223.

## 1. Superkonduktor BSCCO-2223

Superkonduktor fasa BSCCO-2223 merupakan senyawa multi komponen oksida keramik yang mempunyai struktur berlapis-lapis dengan ciri khas sisipan lapisan  $\text{CuO}_2$  (Santosa *et al.*, 2015). BSCCO-2223 adalah bahan yang dipilih untuk aplikasi karena ketahanannya terhadap perubahan lingkungan dan kemampuan kerja yang relatif mudah. Namun demikian preparasi BSCCO-2223 kemurnian tinggi masih merupakan faktor kendala dalam produksi dan industrialisasi bahan ini (Tampieri *et al.*, 1998).

Variasi komposisi kimia juga dapat mempengaruhi sifat superkonduktor, terutama ketika memperhitungkan bahwa sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O memiliki beberapa fasa stabil. Oleh karena itu, upaya penelitian intensif telah dilakukan untuk meningkatkan kualitas material dan sifat-sifatnya. Meskipun fasa Bi-2223 memiliki suhu transisi superkonduktor tertinggi,  $T_c = 110$  K, fasa ini mengandung fasa sekunder. Fasa ini juga memiliki karakteristik mikro, ukuran butir dan orientasi butir yang dianggap sebagai sumber utama pembatasan arus kritis (Shalaby *et al.*, 2016). BSCCO-2223 mempunyai bidang  $\text{CuO}_2$  dan pada *hole* atau lubang di bidang ini mempunyai sebuah pembawa untuk memuat arus superkonduktor (Sato, 2015).

### E. Perlakuan Panas

Beberapa fasa tidak diinginkan atau impuritas yang biasanya muncul dalam sintesis BSCCO-2223 diantaranya BSCCO-2212, BSCCO-2201,  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$ ,  $\text{Ca}_2\text{CuO}_3$ , dan  $\text{CuO}$  (Garnier *et al.*, 2000). Beberapa literatur menjelaskan adanya pengaruh perlakuan panas untuk mengurangi fasa impuritas pada superkonduktor berbasis Bi. Fasa impuritas tersebut muncul diantara fasa BSCCO-2223 dan dapat dikurangi

menggunakan perlakuan panas yang cocok, sehingga dapat meningkatkan  $T_c$  (Ghattas *et al.*, 2008).

Perlakuan panas tersebut berupa kalsinasi dan sintering (Fallah-Arani *et al.*, 2017). Fasa BSCCO-2223 ketika diberi perlakuan panas dengan benar maka akan mengkristal menjadi morfologi-morfologi butiran yang juga dapat disejajarkan dengan cara peletisasi menggunakan alat pencetakan untuk hasil yang memuaskan (Safran *et al.*, 2017). Perlakuan panas mempunyai peran penting dalam menentukan morfologi butir dari superkonduktor dan membentuk fasa superkonduktor (Ozkurt, 2014; Safran *et al.*, 2017). Kemudian, penelitian lebih lanjut dari keadaan saat perlakuan panas merupakan hal penting untuk mengoptimalkan fabrikasi sampel (Garnier *et al.*, 2000; Garnier *et al.*, 2001).

### **1. Kalsinasi**

Kalsinasi merupakan proses pemanasan tahap awal yang berupa reaksi dekomposisi secara endotermik. Kalsinasi berfungsi melepaskan gas-gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida sehingga bahan dalam bentuk oksida. Kalsinasi juga menghilangkan zat-zat yang tidak dibutuhkan seperti  $H_2O$  dan gas  $CO_2$ . Kalsinasi juga mempengaruhi fraksi volume dalam sintesis bahan superkonduktor BSCCO. Kalsinasi yang tidak sempurna mengakibatkan permukaan sampel menggelembung. Beberapa faktor yang mempengaruhi kalsinasi yaitu: suhu pemanasan, waktu penahanan, suhu dan kecepatan pendinginan (Pinna, 1998; Suryaman, 2008). Pengaruh variasi waktu dan temperatur kalsinasi menghimpun beragam fasa dan beragam ukuran butir untuk menentukan tingkat terbentuknya fasa BSCCO-2223 (Garnier *et al.*, 2000).

## 2. Sintering

Sintering merupakan proses pemanasan di bawah titik leleh dalam rangka membentuk fasa sesuai yang diinginkan. Sintering membantu mereaksikan bahan-bahan penyusun baik bahan keramik maupun bahan logam. Sintering akan berpengaruh cukup besar pada pembentukan fasa kristal. Fraksi fasa yang terbentuk umumnya bergantung pada waktu dan suhu sintering. Semakin besar suhu sintering dimungkinkan semakin cepat proses pembentukan kristal tersebut, sedangkan sintering yang cukup akan menyebabkan partikel halus menjadi lebih padat. Tinggi rendahnya suhu juga berpengaruh pada bentuk serta ukuran celah dan juga berpengaruh pada struktur pertumbuhan kristal (Sari, 2013).

Dengan kalsinasi dan sintering fasa BSCCO-2223 terbentuk melalui proses pengintian (pengkristalan) dan penumbuhan fasa BSCCO-2212. Penumbuhan superkonduktor fasa BSCCO-2223 terjadi pada suhu sintering 840-880 °C (Widodo dan Darminto, 2010). Sedangkan penelitian Susanti (2010), menunjukkan pembentukan superkonduktor fasa BSCCO-2223 sangat pendek, yaitu berkisar antara 835 °C sampai 857 °C.

Menurut penelitian Khafifah *et al.* (2011), superkonduktor BSCCO-2223 yang relatif baik dapat disintesis pada suhu kalsinasi 800 °C dan suhu sintering 860 °C menggunakan metode pencampuran basah. Penelitian yang dilakukan Lusiana (2013), menggunakan suhu 865 °C sebagai suhu sintering untuk superkonduktor BSCCO-2223 menggunakan metode padatan. Penelitian Surahman *et al.*, (2019), dan Dewi *et al.*, (2019), yang melakukan penelitian variasi waktu sintering pada BPSCCO-2223 dan BSCCO-2223 menghasilkan suhu sintering terbaik pada suhu



865 °C. Sedangkan menurut penelitian Istikomah *et al.* (2019), yang memvariasikan waktu sintering pada BSCCO-2223 dengan suhu 865 °C mendapatkan waktu sintering terbaik selama 30 jam.

#### **F. Kalsium Karbonat (CaCO<sub>3</sub>)**

Kalsium karbonat (CaCO<sub>3</sub>) adalah senyawa yang terdapat pada batuan kapur dalam jumlah besar. Endapan halus CaCO<sub>3</sub> dapat diperoleh secara kimia, sedangkan secara fisika hanya didapatkan batuan gamping saja. Pembuatan CaCO<sub>3</sub> secara kimia memperhatikan suhu, waktu, kepekatan dan kecepatan pengadukan (Kirk dan Othmer, 1957). Proses penguraian dengan reaksi yang terjadi seperti reaksi pada Persamaan 2.1.



Reaksi di atas adalah reaksi bolak-balik agar CO<sub>2</sub> yang keluar tidak terhambat, sehingga kesetimbangan reaksi dapat bergeser ke kanan (Risnojatiningsih, 2009).

Dalam superkonduktor peran penambahan Ca yang didapat dalam bahan CaCO<sub>3</sub> dalam sistem BSSCO sangat berpengaruh terhadap pembentukan fasa dan dapat meningkatkan fraksi volume (Cardwell dan Ginley, 2002; Afriani, 2013).

Penelitian yang dilakukan oleh Reviana (2013), tentang pembentukan fasa bahan superkonduktor Bi-2223 dengan doping Pb (BPSCCO-2223) pada kadar Ca = 2,10 mol menggunakan variasi suhu sintering menghasilkan fraksi volume tertinggi 86,80 % dengan metode padatan. Penelitian Fauzi (2017), tentang pertumbuhan fasa bahan superkonduktor Bi-2223 dengan variasi doping Pb (BPSCCO-2223) menggunakan metode padatan pada kadar Ca = 2,10 mol dan menghasilkan fraksi

volume tertinggi 62,06 %. Penelitian Istikomah *et al.* (2019), tentang variasi waktu sintering BSCCO-2223 pada kadar Ca = 2,10 mol menggunakan metode pencampuran basah menghasilkan fraksi volume tertinggi 79,17 %

Penelitian Handayani (2013), variasi kadar CaCO<sub>3</sub> pada superkonduktor BSCCO menggunakan metode padatan dilakukan sebesar 1,95; 2,00; 2,05; dan 2,10 mol menghasilkan fraksi volume berturut-turut 63,81 %, 67,39 %, 71,25 % dan 78,17 %. Sehingga semakin tinggi kadar CaCO<sub>3</sub>, maka akan semakin meningkatkan fraksi volume.

### **G. Metode Sintesis Superkonduktor BSCCO**

Saat ini sejumlah besar metode tersedia untuk mempersiapkan material superkonduktor berbasis Bi di beberapa aplikasi komersial, seperti metode lelehan, matriks polimer, reaksi padatan, sol gel dan lain-lain (Yoo *et al.*, 2004).

Metode sol-gel menggunakan senyawa ligan *ethylenediaminetetraacetit acid* (EDTA). Bahan Bi(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, dan Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dilarutkan dalam larutan asam nitrat dalam air dan dipanaskan pada suhu 50°C sampai berwarna biru muda. EDTA dilarutkan dalam amonium hidroksida sebagai zat pengikat, larutan dipanaskan pada suhu 80 °C dengan pH larutan antara 6 - 7. *Etilena glikol* (EG) disuntikkan ke dalam larutan, sehingga diperoleh larutan biru gelap. Larutan ini dipanaskan kemudian gel didekomposisi pada suhu 300 °C menjadi serbuk dan dikalsinasi, dihaluskan, dipelet kemudian disintering (Fallah-Arani *et al.*, 2017).

Metode padatan menggunakan bahan-bahan oksida dan karbonat penyusun BSCCO-2223 seperti Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SrCO<sub>3</sub>, CaCO<sub>3</sub>, CuO, dan doping PbO. Unsur-unsur

tersebut dicampurkan sesuai dengan stoikiometri yang diinginkan. Selanjutnya dilakukan pengadukan, penggerusan dan peletisasi. Proses dilanjutkan dengan kalsinasi, penggerusan kembali, peletisasi, dan sintering sesuai dengan diagram fasa. Apabila dibandingkan dengan proses-proses sintesis yang lainnya, maka proses sintesis BSCCO-2223 dengan metode padatan merupakan metode yang relatif mudah, dan murah (Reviana, 2013).

Pada metode lelehan digunakan bahan-bahan oksida penyusun BSCCO-2223 seperti  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CuO}$ , dan doping  $\text{PbO}$ . Bahan-bahan tersebut dicampur dengan aquades dan  $\text{HNO}_3$  sebagai pelarut. Apabila seluruh bahan telah terlarut, dilakukan pengeringan sehingga didapatkan aglomerat-aglomerat. Setelah itu dilakukan kalsinasi dan penggerusan. Proses dilanjutkan dengan peletisasi dan sintering. Pada proses sinteringlah dilakukan pelelehan bahan BSCCO, yaitu pada suhu sekitar  $863\text{ }^\circ\text{C}$  selama beberapa menit. Kemudian proses dilanjutkan dengan pemanasan sesuai dengan diagram fasa agar terbentuk BSCCO-2223 (Marhaendrajaya, 2001).

Salah satu metode yang dapat digunakan lainnya adalah metode pencampuran basah dilakukan dengan penambahan  $\text{HNO}_3$  (asam nitrat) sebagai agen pelarut dan aquades. Kelebihan metode ini diantaranya senyawa  $\text{HNO}_3$  dengan solubilitas yang tinggi diharapkan dapat berfungsi sebagai agen pelarut yang baik, sehingga ikatan yang terjadi bukan ikatan antar atom, tetapi ikatan antar ion (Pradhana *et al.*, 2016). Khafifah *et al.*, (2011), pernah melakukan penelitian dengan metode pencampuran basah menggunakan bahan  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{HNO}_3$ , dan aquades. Masing-masing dilarutkan dengan  $\text{HNO}_3$  dan aquades. Larutan diaduk dengan

pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*) pada suhu 70 °C sampai mengering. Kemudian bahan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C. Setelah itu bahan dikalsinasi dan sintering. Menurut Nurmalita (2013), jumlah pelarut yang diberikan sedikit demi sedikit agar seluruh bahan menjadi larut dengan sempurna.

#### **H. X-Ray Diffraction (XRD)**

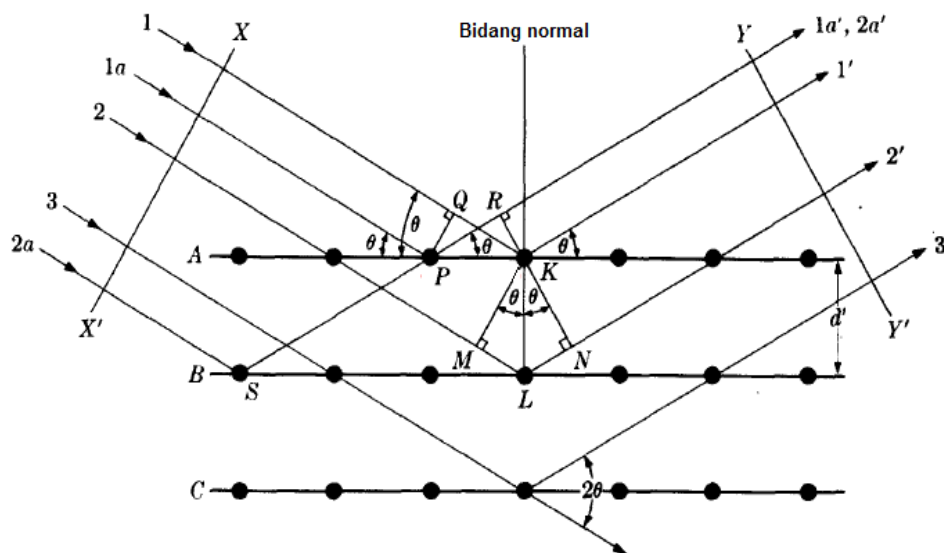
Sinar-X ditemukan pada tahun 1895 oleh fisikawan Jerman bernama Wilhelm Conrad Rontgen dan dinamai serupa dengan penemunya karena di alam belum diketahui namanya pada masa itu. Sinar-X adalah radiasi elektromagnetik yang persis sama dengan cahaya biasanya tetapi panjang gelombangnya sangat rendah. Sinar-X digunakan pada difraksi yang mempunyai panjang gelombang kira-kira pada rentang 0,5 - 2,5 Å, dimana panjang gelombang cahaya tampak adalah 6000 Å. Oleh karena itu, Sinar-X terletak diantara sinar gamma dan ultraviolet pada keseluruhan spektrum elektromagnetik.

Elektron diproduksi dalam tabung sinar-X yang berisi sumber elektron dan dua elektroda logam. Tabung sinar-X dapat dibagi pada dua tipe dasar, menurut jalur yang dilalui elektron yaitu berupa tabung gas yang merupakan tempat elektron dihasilkan dengan ionisasi sejumlah kecil gas dan tabung filamen sebagai sumber elektron yang dihasilkan dari panas filamen.

Sinar-X menghasilkan spektrum kontinu hasil dari deselerasi rapat elektron oleh target dan daerah spektrum karakteristik terdapat di dalam atom dari target materialnya itu sendiri. Jika satu elektron mengenai target dengan energi kinetik yang cukup, sehingga dapat membuat elektron keluar dari kulit K dengan keadaan

energi tinggi. Salah satu elektron terluar tiba-tiba jatuh ke ruang kosong pada kulit K. Ruang kosong kulit K dapat diisi oleh elektron dari satu kulit yang lebih luar, ini memberikan tingkatan ke sebuah seri garis K; garis  $K\alpha$  dan  $K\beta$ . Hasil dari pengisian ruang kosong kulit-K oleh elektron dari kulit L atau M, berturut-turut. Ruang kosong kulit-K akan diisi oleh sebuah elektron L daripada oleh sebuah elektron M, dan hasilnya bahwa garis  $K\alpha$  lebih kuat dari pada garis  $K\beta$  (Cullity, 1978).

XRD adalah teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal yang ada dalam bahan dan untuk mengukur sifat struktural (Toney, 1992). Intensitas sinar-X yang terdifraksi dan mengenai permukaan bahan akan membentuk pola interferensi yang akan dianalisis untuk mengetahui struktur kristal, komposisi kimia, maupun sifat-sifat bahan (Glatzel, 2013). Skema difraksi sinar-X ditunjukkan pada Gambar 2.4.



**Gambar 2.4.** Skema difraksi sinar-X pada sebuah kristal (Cullity, 1978).

Menurut Cullity (1978), Gambar 2.4. menunjukkan bagian dari sebuah kristal, atomnya diurutkan pada suatu bidang sejajar A, B, dan C, kemudian digambarkan pada bidang normal dan jarak yang memisahkan bidang disebut  $d'$ . Mengasumsikan bahwa sinar sejajar sempurna, sinar-X sangat monokromatik dengan panjang gelombang  $\lambda$  yang datang pada suatu kristal dengan sudut  $\theta$  yang disebut sudut Bragg, dimana  $\theta$  diukur antara sinar datang dan bagian bidang kristal.

Hamburan atom sinar-X datang dari segala arah dan digambarkan dalam beberapa arah hamburan atom yang secara lengkap sehingga menguatkan satu sama lain untuk membentuk atom difraksi. Untuk beberapa bagian yang digambarkan oleh Gambar 2.4, gambar ini hanya mendifraksikan sinar yang dibentuk, yaitu membuat suatu sudut keluar  $\theta$  dengan memperhatikan bidang difraksi yang sama dengan sudut datang  $\theta$ . Hal pertama ini akan ditunjukkan untuk suatu bidang atom dan yang kedua untuk semua atom yang membentuk kristal. Gambar 2.4 memenuhi Persamaan 2.2, 2.3 dan 2.4.

$$QK - PR = PK \cos \theta - PK \cos \theta = 0 \quad (2.2)$$

$$ML + LN = d' \sin \theta + d' \sin \theta \quad (2.3)$$

$$n\lambda = 2d' \sin \theta \quad (2.4)$$

Persamaan ini diformulasikan oleh W. L. Bragg dan kemudian diketahui sebagai Hukum Bragg. Hukum ini menyatakan kondisi yang harus dipenuhi jika difraksi akan terjadi dengan  $n$  merupakan urutan refleksinya.

Metode XRD ini didasarkan pada kemampuan suatu kristal untuk mendifraksi sinar-X sehingga memungkinkan studi terhadap fasa struktur kristal. Beda bidang

kisi dan intensitas yang terdifraksi terjadi berdasarkan struktur kristal dan jarak antarkisi dari fasa yang hadir. Sebagai akibatnya, setiap fasa menghasilkan XRD karakteristik dan digunakan untuk mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu. Berdasarkan intensitas puncak, informasi tentang struktur kristal serta fasa dapat diperoleh (Dinnebier dan Billinge, 2008; Epp, 2016).

### **I. *Scanning Electron Microscopy (SEM)***

*Scanning Electron Microscopy (SEM)* adalah jenis mikroskop elektron yang dapat digunakan untuk menentukan dan menganalisis karakteristik mikrostruktur dari benda padat karena mempunyai resolusi tinggi yang dapat diperoleh ketika bahan diuji, nilainya sekitar 5 Å (50 Å) (Goldstein *et al.*, 1981). SEM menghasilkan hamburan elektron atau *Backscattered Electron (BSE)* dan elektron sekunder atau *Secondary Electron (SE)* menuju sampel, dimana SE akan terhubung dengan amplifier yang kemudian dihasilkan pada monitor untuk menggambar profil permukaan benda (Reed, 2005; Abdullah dan Khairurijal, 2009). Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder. Detektor di dalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi permukaan benda yang ditembak oleh berkas dan dipindai ke seluruh area pengamatan (Yoshida *et al.*, 2016; Abdullah dan Khairurijal, 2009).

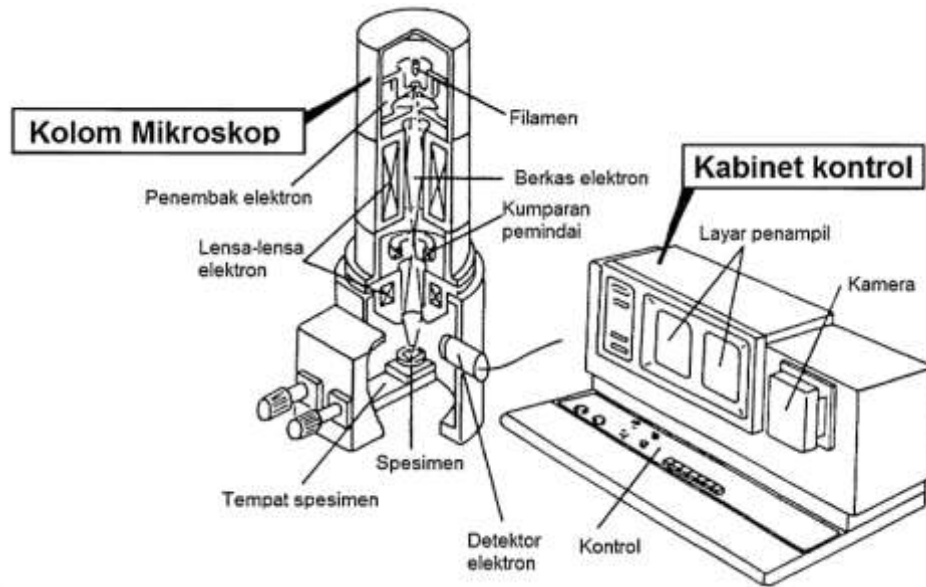
SEM terdiri dari dua bagian utama, kolom dan kabinet kontrol. Kolom adalah ekstensi yang dilalui elektron dari emisinya hingga mencapai sampel, dimana detektor yang dipasang akan menangkap sinyal yang tersebar akibat interaksi antara elektron dan sampel. Detektor adalah transduser energi yang mengubah suatu jenis sinyal menjadi sinyal listrik, yang dikirim ke kabinet kontrol. Kabinet kontrol

memiliki sistem elektronik dapat mengukur sinyal listrik yang dikirim oleh detektor dan mengubahnya menjadi informasi yang dapat dianalisis seperti gambar dan grafik (Assumpcao *et al.*, 2017).

*Electron gun* atau penembak elektron di bagian atas kolom adalah sumber elektron. Bagian pertama terdiri dari filamen yang memancarkan elektron (katoda) dan menciptakan kumpulan elektron di sekelilingnya. Bagian kedua terdiri dari silinder logam dengan anoda yang melibatkan emitor. Silinder ini mengontrol jumlah elektron yang meninggalkan penembak. Potensi negatif yang diterapkan pada silinder ini dan di sekitar anodanya sehingga garis-garis medan terbentuk, yang akan mengurangi diameter kumpulan elektron di sepanjang penembak. Bagian ketiga terdiri dari disk dengan anoda yang mempercepat elektron pada tegangan 0,5 dan 30 kV. Disk dengan bukaan ditempatkan untuk membentuk medan listrik dengan silinder yang mampu mempercepat elektron di sepanjang penembak (Dyukov *et al.*, 2016).

SEM memiliki resolusi yang sangat tinggi, dilengkapi dengan sistem pencahayaan menggunakan radiasi elektron yang mempunyai daya pisah dalam ukuran 1-200 Angstrom, sehingga dapat difokuskan dalam bentuk titik yang sangat kecil atau dengan perbesaran 100.000 kali. Skema SEM dapat dilihat pada Gambar 2.5.





**Gambar 2.5.** Dua bagian utama SEM, kolom mikroskop dan kabinet kontrol (Goldstein *et al.*, 1981).

### III. METODE PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni 2019 sampai dengan Agustus 2019 di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Analitik dan Instrumentasi Kimia FMIPA Universitas Lampung, SMK-SMTI Bandar Lampung, serta karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) di Universitas Negeri Padang dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di Laboratorium Forensik Polda Sriwijaya, serta uji efek Meissner dilakukan di Balai Inseminasi Buatan Lampung Tengah.

#### B. Alat dan Bahan

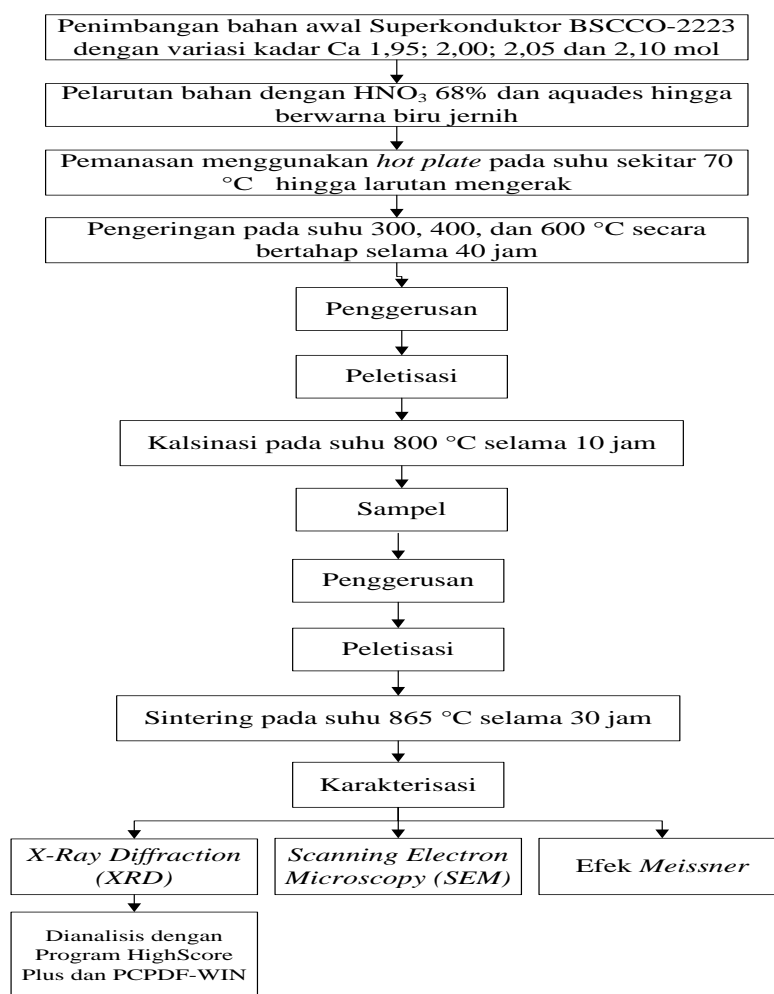
Peralatan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari: neraca sartorius digital dengan ketelitian 0,1 mg, spatula, gelas kimia, alat pemanas (*hot plate*), termometer, kertas lakmus, alat penggerus (*mortal pastle*), cetakan sampel (*die*), tungku (*furnace*), alat pencetakan (pelet), cawan (*crucible*), XRD dan SEM. Sedangkan bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari bahan oksida dan karbonat dengan tingkat kemurnian yang tinggi yaitu:  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (99,9 %) dari Strem Chemical,  $\text{SrCO}_3$  (99,9 %) dari Strem Chemical,  $\text{CaCO}_3$  (99,95 %) dari Strem Chemical,  $\text{CuO}$  (99,9 %) dari Merck,  $\text{HNO}_3$  68 %, nitrogen cair dan aquades.

### C. Komposisi Bahan Dasar

Komposisi bahan awal untuk membuat 3 gram sampel superkonduktor BSCCO-2223 dengan variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  masing-masing 1,95; 2,00; 2,05; 2,10 mol dihitung sesuai dengan perbandingan stoikiometri untuk membuat  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_\delta$ . Perhitungan komposisi bahan dasar terdapat pada lampiran 1.

### D. Preparasi Sampel

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode pencampuran basah yang terdiri dari pelarutan, pengeringan, penggerusan, peletisasi dan pemanasan (kalsinasi dan sintering). Diagram alir penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1.** Diagram alir penelitian

Gambar 3.1. menampilkan diagram alir penelitian dengan penjelasan setiap tahapannya adalah:

### **1. Penimbangan**

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini terlebih dahulu ditimbang sesuai dengan hasil perhitungan jumlah massa dan ditempatkan pada wadah khusus yang bersih.

### **2. Pelarutan**

Setelah ditimbang, bahan dicampur dan dilarutkan menggunakan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) 68% dan aquades pada gelas ukur dan diaduk dengan spatula perlahan hingga larutan menjadi biru jernih (Khafifah, 2011; Widodo dan Darminto, 2010). Pelarutan bertujuan agar semua bahan tercampur secara maksimal atau homogen.

### **3. Pemanasan**

Setelah bahan larut, kemudian dilakukan pemanasan menggunakan alat pemanas (*hot plate*) dengan suhu sekitar  $70\text{ }^\circ\text{C}$  pada pH 1 hingga larutan menjadi kering dan mengerak. Pemanasan ini bertujuan untuk menguapkan aquades.

### **4. Pengeringan**

Setelah dilakukan pemanasan, kemudian dilakukan pengeringan dalam *furnace* pada suhu 300, 400, dan  $600\text{ }^\circ\text{C}$  (Marhaendrajaya, 2001), sampai bahan benar-benar kering. Pada kenaikan awal dari suhu ruang  $30\text{ }^\circ\text{C}$  hingga suhu  $300\text{ }^\circ\text{C}$ , pada suhu  $300\text{ }^\circ\text{C}$  ditahan selama 5 jam. Kemudian suhu dinaikkan dari  $300\text{ }^\circ\text{C}$  ke  $400\text{ }^\circ\text{C}$  dan ditahan selama 10 jam. Setelah itu suhu dinaikkan lagi dari  $400\text{ }^\circ\text{C}$  ke  $600\text{ }^\circ\text{C}$  dan ditahan selama 20 jam.

## 5. Penggerusan

Setelah bahan dikeringkan dalam *furnace*, dilakukan penggerusan dengan mortar dan pastel secara bertahap selama 10 jam sampai bahan terasa halus.

## 6. Peletisasi

Metode pencampuran basah untuk bahan superkonduktor BSCCO-2223 akan lebih mudah berlangsung jika bahan berukuran kecil dan jaraknya relatif berdekatan satu dengan yang lain. Dengan demikian maka dilakukan peletisasi yaitu proses pemadatan serbuk menjadi pelet dengan alat pencetakan. Pada penelitian ini sampel ditekan dengan kekuatan 8 ton dengan menggunakan cetakan berdiameter 10 mm.

## 7. Kalsinasi

Bahan yang sudah berbentuk pelet dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 10 jam. Kalsinasi ini dimulai dari suhu ruang kemudian dinaikkan hingga mencapai suhu 800 °C kemudian ditahan selama 10 jam kemudian didinginkan dengan *furnace cooling*. Setelah dikalsinasi sampel digerus selama  $\pm 10$  jam hingga halus dan dipelet kembali. Tujuan kalsinasi adalah untuk menghilangkan senyawa-senyawa karbonat atau senyawa pengotor yang tidak diperlukan.

## 8. Sintering

Sampel hasil kalsinasi belum sempurna, karena adanya porositas akibat dekomposisi senyawa-senyawa karbonat, penangkapan gas sekitar, dan kecilnya luas permukaan kontak. Untuk menghasilkan komposisi dengan fasa tertentu, sampel digerus ulang dan dipeletisasi, kemudian dipanaskan pada suhu tertentu yang dikenal sebagai sintering. Sampel disintering pada suhu 865 °C (Surahman *et al.*, 2019; Dewi *et al.*, 2019), selama 30 jam (Istikomah *et al.*, 2019). Suhu sintering

ini akan meningkatkan jumlah fraksi volume dan ukuran kristal. Selama sintering, gaya kohesi antar partikel-partikel penyusun meningkat dan terjadi pemadatan yang ditandai dengan berkurangnya porositas. Sintering ini dimulai dari suhu ruang kemudian suhu dinaikkan hingga mencapai suhu 865 °C lalu ditahan selama 30 jam. Setelah itu sampel didinginkan melalui *furnace cooling*.

## **E. Karakterisasi**

Sampel yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM.

### **1. X-Ray Diffraction (XRD)**

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada sampel, serta menganalisis kemurnian fasa (fraksi volume, derajat orientasi, dan impuritas). XRD sampel diperoleh dengan menembak sampel menggunakan sumber sinar-X dari Cu-K $\alpha$  yang mempunyai panjang gelombang 1,54 Å. Data diambil dalam rentang  $2\theta = 5^\circ$  sampai  $80^\circ$ , dengan modus *scanning continue* dan *step size* sebesar  $2\theta = 0,05$  serta waktu 2 detik *per step*.

Hasil karakterisasi XRD akan dianalisis dengan program *HighScore Plus* versi 3.0e (3.0.5) dan PCPDF-WIN versi 1.30. Spektrum XRD memberi informasi mengenai puncak-puncak intensitas pada sudut  $2\theta$  tertentu. Pola XRD sampel yang diperoleh dibandingkan dengan XRD BSCCO 2223. Fasa BSCCO 2223 yang terbentuk dapat diperoleh dengan menghitung fraksi volume (FV), derajat orientasi (P) dan impuritas (I) yang terkandung pada sampel menggunakan persamaan 3.1 sampai

dengan 3.3 (Mao *et al.*, 1996; Widodo dan Darminto, 2010; Li *et al.*, 1997; Lotgering, 1958).

$$FV = \frac{\sum I(2223)}{I_{total}} \times 100\% \quad (3.1)$$

$$P = \frac{\sum I(001)}{\sum I(2223)} \times 100\% \quad (3.2)$$

$$I = 100\% - FV \quad (3.3)$$

Dengan

FV = Fraksi volume fasa BSCCO-2223

P = Derajat orientasi

I = Impuritas

$I_{(total)}$  = Intensitas total

$I_{(2212)}$  = Intensitas fasa 2223

$I_{(001)}$  = Intensitas fasa  $h=k=0$  dan  $l$  bilangan genap

## 2. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM digunakan untuk menganalisis struktur mikro dari bahan superkonduktor. Hal ini dilakukan untuk melihat bentuk *grain* atau butiran sampel. Bahan superkonduktor memiliki konduktivitas yang cukup besar, maka sampel tersebut tidak perlu dilapisi dengan emas (Au) ataupun karbon (C), tetapi cukup menempelkan sampel tersebut pada tempat sampel atau *holder* dengan pasta perak.

### **3. Efek Meissner**

Uji efek Meissner dilakukan untuk mengetahui adanya sifat superkonduktivitas sampel yang telah dibuat. Menurut penelitian yang dilakukan Yuliati (2010), langkah pertama yang dilakukan adalah merendam sampel dalam nitrogen cair sampai gelembung-gelembung udaranya tidak muncul lagi, setelah itu sampel diangkat kemudian di atas sampel diletakkan sebuah magnet. Jika magnet melayang di atas sampel, maka bahan tersebut mengalami efek Meissner. Jika magnet tidak terangkat terdapat dua kemungkinan yaitu bahan tersebut bukan superkonduktor atau bahan superkonduktor dengan jumlah fasa pengotor banyak.



## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, diperoleh beberapa kesimpulan yaitu:

1. Variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  berpengaruh pada tingkat kemurnian fasa BSCCO-2223 dengan nilai yang meningkat dari kadar terendah hingga mendapatkan fraksi volume optimum atau terbesar pada kadar  $\text{CaCO}_3 = 2,05$  mol, kemudian menurun kembali pada kadar  $\text{CaCO}_3 = 2,10$  mol.
2. Tingkat kemurnian fasa bahan superkonduktor BSCCO-2223 terbaik diperoleh pada BSCCO/Ca 2,05 dengan fraksi volume sebesar 74,48 % Sedangkan fraksi volume terendah diperoleh pada BSCCO/Ca 1,95 sebesar 48,17 %.
3. Hasil karakterisasi SEM, struktur mikro bahan superkonduktor BSCCO-2223 telah terorientasi serta memiliki ruang kosong antar lempengan (*void*) yang relatif sedikit. Nilai derajat orientasi tertinggi diperoleh pada BSCCO/Ca 2,05 sebesar 11,61 % dan terendah diperoleh pada BSCCO/Ca 1,95 sebesar 6,63 %.
4. Hasil karakterisasi Efek Meissner tampak hanya satu sampel pada kadar  $\text{CaCO}_3 = 2,05$  mol yang mengalami efek Meissner lemah berupa penolakan medan magnet, sedangkan ketiga sampel lainnya tidak mengalami efek Meissner.

**B. Saran**

Untuk memperoleh bahan superkonduktor dengan tingkat kemurnian fasa yang lebih baik perlu dilakukan penelitian lebih lanjut menggunakan penambahan doping.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. dan Khairurijal. 2009. Karakterisasi nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. Vol. 2. No.1. Hal. 1-9.
- Afriani, F. 2013. Variasi kadar  $\text{CaCO}_3$  dalam pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2223 dengan doping Pb (BPSCCO-2223). *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Amri, F., Siswayanti, B., Yudanto, S. D. Imamuddin, A., Suhada, N., Syahfina, R., dan E. Sihombing. 2018. Pengaruh sintering berulang terhadap struktur kristal dan morfologi permukaan Bi, Pb-Sr-Ca-Cu-O yang didoping Mg. *Widyariset*. Vol. 4. No. 2. Hal. 197-204.
- Assumpcao, de M., Pereira-da-Silva, dan A. F. Fabio. 2017. Scanning electron microscopy. *Nanocharacterization Techniques*. Hal. 1-31.
- Beasley, R. M., dan T. H. Geballe. 1984. Superconducting material. *Physics Today*. American Institute of Physics.
- Cardwell, D. A dan D. S. Ginley. 2002. *Handbook of Superconducting Materials*. IOP Publishing. London.
- Chen, F dan T-Y Tseng. 1990. Formation of high-Tc Superconducting Bi-Pb-Sr-Ca-Cu Oxide films by spray pyrolysis of an oxalate suspension. *Journal American Ceramic of Society*. Vol. 73. No. 4. Hal. 889-892.
- Chu, S., dan M. E. McHenry. 1998. Growth and characterization of  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  single crystal. *Journal of Material Research*. Vol. 13. No. 3. Hal. 589-595.
- Cullity, B. D. 1978. *Element of X-Ray Diffraction Second Edition*. Addison- Wesley Publishing Company. USA.
- Cyrot, M. Dan D. Pavuna. 1992. *Introduction to Superconductivity and High-Tc Materials*. World Scientific. Singapore.
- Dewi, K., Suprihatin dan Syafriadi. 2019. Pengaruh suhu sintering terhadap pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2223 dengan kadar Ca = 2,10

mol menggunakan metode pencampuran basah. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. Vol. 07. No. 02. Hal. 133-148.

- Dewi, Y. P. 2016. Pengaruh komposisi pada sifat struktur dan superkonduktivitas Fe(Se,Te) dipreparasi dengan metode metalurgi serbuk. *Skripsi*. Universitas Airlangga. Surabaya.
- Dinnebier, R. E., dan S. J. L. Billinge. 2008. Powder diffraction. *Theory and Practice*. The Royal Society of Chemistry.
- Dyukov, V.G., Nepijko, S. A., dan G. Schonhense. 2016. Voltage contrast modes in a scanning electron microscope and their application. *Advances in Imaging and Electron Physics*. Vol. 196. ISSN. 1076-5670. Hal. 166-232.
- Epp, J. 2016. X-Ray Diffraction (XRD) techniques for materials characterization. *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Method*. Hal. 81-124.
- Fallah-Arani, H., S. Baghshahi, A. Seghi, D. Stornaiuolo, dan F. Tafuri. 2017. The influence of heat treatment on the microstructure, flux pinning, and magnetic properties of bulk BSCCO samples prepared by sol-gel route. *Ceramics International*. Hal. 5209-5218.
- Fauzi, R. M. 2017. Pertumbuhan fase superkonduktor Bi-2223 dengan variasi doping Pb (BPSCCO-2223) pada kadar Ca= 2,10 dan suhu sintering 855 °C. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Garnier, V., I. Monot-Laffez, dan G. Desgardin. 2000. Optimization of calcination conditions on the Bi-2223 kinetic formation and grain size. *Superconductors Science Technology*. Hal. 602–611.
- Garnier, V., I. Monot-Laffez, dan G. Desgardin. 2001. Optimization of sintering conditions on the Bi-2223 formation and grain size. *Material Science and Engineering. B Solid-State Material Advise ment Technology*. Hal. 48–54
- Ghattas, A., Annabi, M., Zouaoui, M., Ben Azzouz, .F., dan M. Ben Salem. 2008. flux pinning by Al-based nano particles embedded in polycrystalline (Bi, Pb)-2223 superconductors. *Physics C: Superconductors Applications*. Hal. 31–38.
- Glatzel. 2013. *X-Ray Diffraction*. Universitas Basel. Raum.
- Goldstein, J., Newburry, D. E., Joy, D. C., Echlin, P., Fiori, C., dan E. Lifshin. 1981. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer. New York.
- Handayani, H. 2013. Sintesis bahan superkonduktor BSCCO-2223 tanpa doping Pb pada berbagai kadar CaCO<sub>3</sub>. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.

- Harvieu, M., Michel, C., Domenges, B., Laligant, Y., Lebail, A., Ferey, G., dan B. Reveau. 1988. Electron microscopy study of the superconductor “ $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ ”. *Modern Physics Letter B*. Vol. 01. No. 10. Hal. 491-500.
- Hazen, R. M., Prewitt, C. T., Angel, R. J., Ross, N. L., Finger, L. W., Hadidiacos, C. G., Vebien, D. R., Heaney, P. J., Hor, P. H., Meng, R. L., Sun, Y. Y., Xue, Y. Y., Huang, Z. J., Gao, L., Bechtold, J., dan C. W. Chu. 1988. Superconductivity in the high  $T_c$  Bi-Sr-Ca-Cu-O system: phase identification. *Physical Review Letters*. Vol. 60. No. 12. Hal. 1174-1177.
- Istikomah, S. Suprihatin dan A. Riyanto. 2019. Sintesis superkonduktor BSCCO-2223 dengan variasi waktu sintering pada kadar Ca = 2,10 menggunakan metode pencampuran basah. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. Vol. 7. No.2. Hal. 139-145.
- Jansen, L., dan R. Block. 1989. *Superexchange And Superconductors*. Elsevier Science Publisher B.V. Amsterdam.
- Khafifah, K., Baqiya, M. A., dan Darminto. 2011. Nanokristalisasi superkonduktor  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}$  dengan variasi kalsinasi dan sintering melalui metode pencampuran basah. *Skripsi*. Institut Teknologi Sepuluh November. Surabaya.
- Khurana, A. 1989. Electron superconductors challenge theories, start a new race. *Physics Today*. American Institute of Physics.
- Kirk, R. E., dan D. F. Othmer. 1957. *Inorganic Process Industries*. The Macmillan Company. New York.
- Landau, L. D. dan E. M. Lifshitz. 1984. Electrodynamics of continuous media (second edition revised and enlarged) chapter iv superconductivity. *Electrodynamics of Continuous Media*. Vol. 8. Hal. 180-198.
- Lee, T. J., Huang, C. F., Teo, C. C., Khor, T. S., Ku, H. C., Yeh, K. W., Huang, Y., Hung, H. H., Sakabe, K., dan N. Sakabe. 2002. X-ray analysis of Bi2212 using synchrotron source and high dynamic range imaging plate detector. *Chinese Journal Of Physics*. Vol. 38. No. 2. Hal. 243-260.
- Lehndroff, B. R. 2001. *High-Tc Superconductors for Magnet and Energy Technology*. Springer-Verlag. Berlin.
- Li, S., Bredehöft, M., Hu, Q. Y., Liu, H. K., Dou, S. X., dan W. Gao. 1997. The effect of annealing and mechanical deformation on the grain alignment of  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8+x}$  superconductors. *Physica C*. Hal. 259-265.
- Lotgering, F. K. 1958. Topotactical reaction with ferrimagnetic oxides having hexagonal crystal structures-I. *Journal Inorganic Nuclear Chemistry*. Vol. 9. Hal. 113-123.

- Lusiana. 2013. Proses pembuatan material superkonduktor BSCCO dengan metoda padatan. *Majalah Metalurgi*. ISSN: 0216-3188. Hal. 73-82.
- Maeda, H. dan K. Togano. 1996. *Bismuth-Based High-Temperature Superconductors*. Marcel Dekker Inc. New York.
- Majewski, P.J., Stefanie, K., dan A. Fritz. 1997. Fundamental material aspects underlying the preparation of high-temperature superconducting  $(\text{Bi,Pb})_{2+x}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  ceramics. *Journal of the American Ceramic Society Vol. 80 Issue 5*. Hal. 1174-1180.
- Malik, M. A. dan B. A. Malik. 2014. High temperature superconductivity: material, mechanism and applications. *Bulgarian Journal Physics*. Hal. 305.
- Mao, C. B., Zhou, L., Sung X. Y., dan X. Z. Wu. 1996. The effect of the configuration of the silver layer on texture growth and microstructure in silver-sheathed  $(\text{Bi, Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$  superconducting tape. *Superconductor Science and Technology*. Vol. 8. Hal. 1001-1008.
- Marhaendrajaya, I. 2001. Eksperimen pembentukan kristal BPSCCO-2223 dengan metoda lelehan. *Berkala Fisika*. Vol. 4. No. 2. Hal. 33-40.
- Mei, Y., Green, M., Jiang, C., dan H. L. Luo. 1988. Phase formation in a Bi-Sr-Ca-Cu oxide superconductor. *Journal of Applied Physics*. Vol. 64. No. 12. Hal. 6795-6798.
- Melhem, Z. 2012. *High Temperature Superconductors (HTS) for Energy Application*. Woodhead Publishing Limited. Cornwall.
- Mishra, S. 2012. Synthesis and characterization of superconductor composites  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_8/\text{La}_{0.85}\text{Sr}_{0.15}\text{MnO}_3$ . *Thesis*. National Institute of Technology Rourkela. India.
- Namgung, C., Lachowski, E. E., Irvine, J. T. S., dan A. R. West. 1992. Indexed powder data for incommensurate  $\text{Bi}_2\text{SrCa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ . *Powder Diffraction*. Vol. 7. No. 1. Hal. 49-51.
- Nurmalita. 2011. The effect of Pb dopant on the volume fraction of BSCCO-2212 superconducting crystal. *Jurnal Natural*. Vol. 11. No. 2. Hal. 52-57.
- Nurmalita. 2013. XRD analysis of Bi-2212 superconductors: prepared by the self-flux method. *Jurnal Natural*. Vol. 13. No. 1. Hal. 23-27.
- Ozkurt, B. 2014. Improvement of the critical current density in Bi-2223 ceramics by sodium-silver co-doping. *Journal Materials Science Materials Electron*. Hal. 3295-3300.

- Parades, A. M. 2014. Scanning electron microscopy. *Encyclopedia of Food Microbiology*. Elsevier. Vol. 2. Hal. 693-701.
- Pinna, F. 1998. Supported metal catalysts preparation. *Catalysts Today*. No. 41. Hal. 129-137.
- Pradhana, I. G. C., Wayan, G. S., dan A. W. I. Gusti. 2016. Pengaruh variasi temperatur sintering terhadap struktur kristal superkonduktor  $Y_{0,5}La_{0,5}Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ . *Buletin Fisika*. Vol. 7. No. 1. Hal. 34-40.
- Puri, R. K. dan V. K. Babbar. 1997. *Solid State Physics*. S.chand and Company LTD. New Delhi.
- Raffy, H. 2011. *BSCCO high-Tc Superconducting Films*. Woodhead Publishing Limited South Paris University. France.
- Reed, S.J.B. 2005. *Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology*. Cambridge University Press. New York.
- Reviana, F. 2013. Pembentukan fase bahan superkonduktor Bi-2223 dengan doping Pb (BPSCCO-2223) pada kadar Ca = 2,10 dengan variasi suhu sintering. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Risnojatiningsih, S. 2009. Pemanfaatan limbah zat padat pupuk Za sebagai bahan baku pembuatan kalsium karbonat  $CaCO_3$ . *Jurnal Penelitian Ilmu Teknik*. Vol.9. Hal. 38-47.
- Rohmawati, L., dan Darminto. 2012. Nanokristalisasi superkonduktor  $(Bi,Pb)_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$  dengan metode pencampuran basah. *Berkala Fisika Indonesia*. Vol. 4. No. 1 dan 2. Hal. 22-26.
- Roth, R. S., Rawn, C. J dan L. A. Bendersky. 1990. Crystal chemistry of the compound  $Sr_2Bi_2CuO_6$ . *Journal of Materials Research*. Vol 5. No. 1. Hal. 46-52.
- Safran, S., Ozturk, H., Bulut, F., dan O. Ozturk. 2017. The influence of re-pelletization and heat treatment on physical, superconducting, magnetic and micro-mechanical properties of bulk BSCCO samples prepared by ammonium nitrate precipitation method. *Ceramics Internasional*. Vol. 114. No. 8. Hal. 1-7.
- Santosa, U., Fuad, A., Agung, I., dan T. R. Dwi. 2015. Efek doping rendah pada superkonduktor sistem BSCCO-2223. *Jurnal Materi dan Pembelajaran Fisika*. Vol. 5. No. 2. Hal. 1-4.
- Sari, M. R. 2013. Variasi suhu sintering dalam sintesis superkonduktor bi-2212 dengan doping Pb (BPSCCO-2212) pada kadar Ca = 1,10. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.

- Sato, K. 2015. Bismuth-based oxides (BSCCO) high-temperature superconducting wires for power grid a hallication: properties and fabrication. *Superconductors in the Power Grid*. Hal. 75-95.
- Shalaby, M. S., Hashem, H. M., Hammad, T. R., Wahab, L. A., Marzouk, K. H., dan S. Soltan. 2016. Higher critical current density achieved in Bi-2223 high-Tc superconductors. *Journal of Radiation Research and a Hallie's Sciences*. Hal. 1-7.
- Steele, G. 2001. *The Physics of High Temperature Superconductors-Review*. Massachusetts Institute of Technology. Cambridge.
- Strobel, P., Toledano, J. C., Morin, D., Schneck, J., Vaquir, G., Monnereau, O., Primot, J., dan T. Fournier. 1992. Phase diagram of the system  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_n\text{Cu}_{n+1}\text{O}_{6+n}$  between 825 °C and 1100 °C. *Journal Physics C Superconductivity*. Vol. 201. Hal 27-42.
- Sumandiyasa, M. 2007. Pengaruh penggantian Ca dengan Nd pada pembentukan fase Bi-2223 pada superkonduktor sistem (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O:  $(\text{Bi}_{1,4}\text{Pb}_{0,6})\text{Sr}_2(\text{Ca}_{2-x}\text{Nd}_x)\text{Cu}_3\text{O}_8$ . *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol. 8. No. 1. Hal. 1-5.
- Sukirman, E. W. A., Adi, D. S., Winatapura, dan B. G. T. Sulung. 2003. Review kegiatan litbang superkonduktor Tc tinggi. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol. 4. No. 2. Hal. 30-39.
- Surahman, R. P., Suprihatin dan A. Riyanto. 2019. Pengaruh suhu sintering terhadap kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223 pada kadar Ca 2,10 mol menggunakan metode pencampuran basah. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. Vol. 7. No. 1. Hal. 63- 68.
- Suryaman, I. 2008. Pengaruh tebal umpan butiran bola  $(\text{NH}_4)_2\text{U}_2\text{O}_7 \cdot (\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_2$  dan waktu kalsinasi terhadap densitas  $\text{U}_3\text{O}_8$ . *Prosiding Seminar Nasioanal Penelitian dan Pengolahan Perangkat Nuklir*.
- Susanti, H. 2010. Pengaruh variasi perlakuan doping Pb pada Bi dalam sintesis superkonduktor Bi-2212 dengan doping Pb (BPSCCO-2212) terhadap efek meissner dan suhu kritis. *Skripsi*. Universitas Sebelas Maret. Surakarta.
- Tampieri, A., Calestani, G., Celloti, G., Masini, R., dan S. Lesca. 1998. Multi-step process to prepare bulk BSCCO (2223) superconductor with improved transport properties. *Physica C*. Hal. 21-33.
- Toney, M. F. 1992. X-ray diffraction. *Encyclopedia of Material Characterization*. Hal. 198-213.
- Watanabe, T., Fujii, T dan A. Matsuda. 2003. Structural study of inhomogenous charge distribution of inequivalent  $\text{CuO}_2$  planes in  $\text{Bi}_{2,1}\text{Sr}_{1,9}\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$



single crystal. *Journal of The Physics Society of Japan*. Vol 72. No. 11. Hal. 2924-2929.

Widodo, H. dan Darminto. 2010. Nanokristalisasi superkonduktor  $\text{Bi}_2\text{SrCa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$  dan  $\text{Bi}_{1,6}\text{Pb}_{0,4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+6}$  dengan metode presipitasi dan pencampuran Basah. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*. Vol. 28. No. 1. Hal. 6-9.

Yoo, J., S. Kim, J.-W. Ko, dan Y. K. Kim. 2004. The fabrication of fine and homogenous Bi-2223 precursor powder by a spray pyrolysis process. *Superconductors Science Technology*. Hal. S538–S542

Yoshida, A., Yukata, K., dan H. Yoshiro. 2016. Scanning electron microscopy. *Material Science and Engineering of Carbon: Characterization*. Tsinghua University Press Limited. Kanagawa. Hal. 71-92

Yuliati, T. 2010. Sintesis Superkonduktor BPSCCO/Ag Menggunakan Metode Padatan. *Skripsi*. Universitas Sebelas Maret. Surakarta.

Zouaoui, M., Ghattas, A., Annabi, M., Ben Azzouz, F., dan M. Ben Salem. 2008. Effect of nanosize  $\text{ZrO}_2$  addition on the flux pinning properties of (Bi, Pb)-2223 superconductor. *Superconductors Science Technology*. Hal. 1-7.