

**PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP TINGKAT KEMURNIAN  
FASE SUPERKONDUKTOR BPSCCO-2223 PADA KADAR Ca 2,10  
MENGUNAKAN METODE PENCAMPURAN BASAH**

**(Skripsi)**

**Oleh**

**RIZKI PUTRI SURAHMAN**



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

## ABSTRAK

### PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP TINGKAT KEMURNIAN FASE SUPERKONDUKTOR BPSCCO-2223 PADA KADAR Ca 2,10 MENGUNAKAN METODE PENCAMPURAN BASAH

Oleh

**RIZKI PUTRI SURAHMAN**

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh suhu sintering terhadap tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223 menggunakan metode pencampuran basah. Bahan yang digunakan yaitu  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{NHO}_3$  dan aquades. Sintesis dilakukan dengan melarutkan bahan menggunakan  $\text{HNO}_3$  dan aquades secara perlahan. Kemudian, larutan dikeringkan selama 40 jam dengan suhu 300, 400, dan 600 °C secara bertahap. Sampel dikalsinasi selama 10 jam pada suhu 800 °C dan di sintering selama 20 jam dengan variasi suhu 850, 855, 860, dan 865 °C. Hasil XRD menunjukkan kemurnian fase meningkat seiring bertambahnya suhu sintering yang ditunjukkan dengan nilai fraksi volume. Fraksi volume yang relatif besar pada sampel BPSCCO-2223-865 sebesar 87,20 %. Sementara, fraksi volume terkecil adalah BPSCCO-2223-850 sebesar 58,25%. Derajat orientasi yang relatif besar pada sampel BPSCCO-2223-855 sebesar 27,64 %. Sementara, derajat orientasi terkecil BPSCCO-2223-860 sebesar 21,16 %. Hasil SEM menunjukkan bahwa semua sampel telah memiliki lapisan-lapisan yang tersusun (terorientasi) dengan ruang kosong antara lempengan (*void*) relatif kecil.

**Kata kunci:** Superkonduktor, BPSCCO-2223, sintering, fraksi volume, dan derajat orientasi.

## **ABSTRACT**

### ***EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON THE PHASE PURITY LEVEL BPSCCO-2223 SUPERCONDUCTOR AT Ca 2,10 USING THE WET-MIXING METHOD***

***By***

**RIZKI PUTRI SURAHMAN**

*Study was conducted to determine the effect of sintering temperature on the phase purity level superconductor using the wet-mixing method. The materials used are  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{NH}_3$  and aquades. Synthesis carried out by slowly dissolving  $\text{HNO}_3$  and aquades then gradually for 40 hours dried out at a temperature of 300, 400, 600 °C. The sample was analysed with calcination for 10 hours at 800 °C and sintering for 20 hours using variations of temperature on each 850, 855, 860, and 865 °C. The XRD results show that phase purity which increases with increasing sintering temperature which indicated by the volume fraction value. The relative high volume fraction of the BPSCCO-2223-865 sample is 87,20% while, the lowest volume fraction of BPSCCO-2223-850 is 58,25%. The relative high orientation degree of BPSCCO-2223-855 is 27,64% and the lowest orientation degree of BPSCCO-2223-860 is 21,16%. The SEM result shows that all samples have layers arranged (oriented) by empty spaces between relatively small plaque (void).*

**Key words.** *Superconductor, BPSCCO-2223, sintering, volume fraction, and degree of orientation.*

**PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP TINGKAT KEMURNIAN  
FASE SUPERKONDUKTOR BPSCCO-2223 PADA KADAR Ca 2,10  
MENGUNAKAN METODE PENCAMPURAN BASAH**

Oleh

**RIZKI PUTRI SURAHMAN**

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai 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 : **Pengaruh Suhu Sintering terhadap Tingkat Kemurnian Fase Superkonduktor BPSCCO-2223 pada Kadar Ca 2,10 menggunakan Metode Pencampuran Basah**

Nama Mahasiswa : **Rizki Putri Surahman**

Nomor Pokok Mahasiswa : 1417041073

Jurusan : Fisika

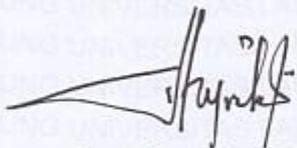
Fakultas : Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam

**MENYETUJUI**

**1. Komisi Pembimbing**

Pembimbing I

Pembimbing II

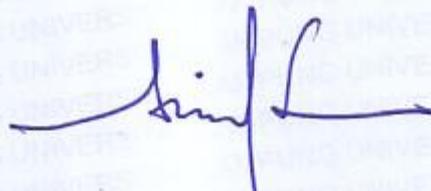


**Suprihatin, S.Si., M.Si.**  
NIP. 197304141997022001



**Agus Riyanto, S.Si., M.Sc.**  
NIP. 198608222015041002

**2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA**

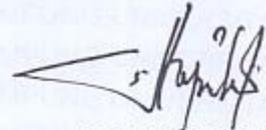


**Arif Surtano, M.Si., M.Eng.**  
NIP. 197109092000121001

## MENGESAHKAN

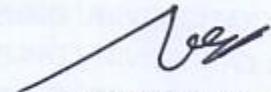
### 1. Tim Penguji

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



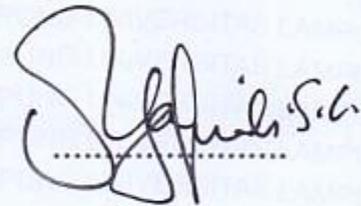
.....

Sekretaris : **Agus Riyanto, S.Si., M.Sc.**



.....

Penguji  
Bukan Pembimbing : **Drs. Syafriadi, M.Si.**



.....

2. a.n Dekan  
Wakil Dekan Bidang Akademik dan Kerjasama  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**Prof. Dr. Sutopo Hadi, S.Si., M.Sc.**  
NIP. 197104151995121001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **06 Februari 2019**

## PERNYATAAN

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

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

Bandar Lampung, 11 Februari 2019



Rizki Putri Surahman  
NPM. 1417041073

## RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di kota Bandar Lampung tanggal 05 Februari 1996. Penulis merupakan anak kedua dari pasangan Bapak Agus Surahman dan Almh. Ibu Betty Yanrina. Penulis menyelesaikan pendidikan di SDN 1 BD. Makmur tahun 2008, SMPN 01 Rawajitu Timur pada tahun 2011, dan SMAN 13 Bandar Lampung pada tahun 2014. Selanjutnya pada tahun 2014 penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung melalui Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN). Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif di kegiatan kampus yaitu Himpunan Mahasiswa Fisika sebagai anggota bidang Minat dan Bakat (MINBAK) dari tahun 2015-2016 dan sekretaris bidang Minat dan Bakat (MINBAK) dari tahun 2016-2017. Penulis melakukan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Balai Besar Kulit, Karet dan Plastik Yogyakarta dengan judul “Uji Ketahanan Kikis Kulit terhadap Hasil Proses Penyamakan Kulit Kambing dengan Bahan Penyamak  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ”. Kemudian penulis melakukan penelitian berjudul “Pengaruh Suhu Sintering terhadap Tingkat Kemurnian Fase Superkonduktor BPSCCO-2223 pada Kadar Ca 2,10 menggunakan MetodePencampuran Basah” sebagai tugas akhir di Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

## **MOTTO**

“Jangan tunda sampai hari esok jika bisa dikerjakan hari ini”

“Jika rencana A tidak berhasil, abjad masih mempunyai 25 huruf lainnya”

“Hiduplah untuk hari ini, jangan berpijak pada masa lalu, dan jangan berangan-angan untuk hari esok”

## **PERSEMBAHAN**

Dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWT, Karya ini dipersembahkan kepada:

**Kedua Orang Tuaku**, yang senantiasa memberikan pendidikan yang terbaik untuk anaknya, selalu mendo'akan, selalu sabar, dan menjadi motivator terbaik sehingga mampu menghantarkan anaknya menyelesaikan pendidikan di tingkat universitas sebagai Sarjana.

**Bapak/ibu guru dan dosen** yang telah memberikan pengetahuan dan budi pekerti serta "penyemangat" bagi saya untuk terus belajar.. belajar.. belajar..

**Kakak-adikku serta keluarga besar** yang menjadi penyemangatku

**Teman Seperjuanganku dan Fisika Angkatan '14**

**"Almamater Tercinta"**

UNIVERSITAS LAMPUNG

## KATA PENGANTAR

Segala puji bagi ALLAH SWT karena atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Pengaruh Suhu Sintering terhadap Tingkat Kemurnian Fase Superkonduktor BPSCCO-2223 pada Kadar Ca 2,10 menggunakan Metode Pencampuran Basah**” yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si.) pada bidang Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Skripsi ini merupakan karya bagi penulis yang dipersembahkan kepada almamater tercinta. Skripsi ini menjelaskan tentang pengaruh suhu sintering pada superkonduktor BPSCCO-2223. Skripsi ini dilakukan analisis terhadap superkonduktor doping Pb menggunakan metode pencampuran basah yang diperoleh melalui proses sintesis dan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM untuk mengetahui tingkat kemurnian fase dan struktur mikro.

Bandar Lampung, 11 Februari 2019

Rizki Putri Surahman

## SANWACANA

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT, karena atas kuasa-Nya penulis masih diberikan kesempatan untuk mengucapkan terima kasih kepada pihak yang telah banyak membantu dalam menyelesaikan penelitian dan skripsi ini, terutama kepada:

1. Ibu Suprihatin, S.Si., M.Si., sebagai Pembimbing I dan Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan dan arahan yang mendukung dari awal sampai akhir penulisan.
2. Bapak Agus Riyanto, S.S., M.Sc., sebagai Pembimbing II yang senantiasa sabar dalam mengoreksi skripsi dan memberikan masukan-masukan serta nasehat untuk menyelesaikan skripsi ini dari awal sampai akhir penulisan.
3. Bapak Drs. Syafriadi, M.Si., sebagai Penguji yang telah mengoreksi kekurangan, memberi kritik dan saran selama penulisan skripsi.
4. Rekan penelitian kami, Siti Istiqomah, Isnaini Rahayu, dan Komala Dewi yang telah bekerjasama dan memberi semangat dalam penelitian ini.
5. Kedua orangtuaku Bapak Agus Surahman dan Almh. Ibu Betty Yanrina, Kakak-adikku, serta seluruh keluarga besarku yang luar biasa selalu menyemangatiku. Terimakasih untuk kehadirannya dalam hidupku yang senantiasa memberikan dukungan, do'a dan semangat yang luar biasa, serta kebersamaan sampai penulis menyelesaikan skripsi.

6. Bapak Arif Surtono, M.Si., M.Eng., selaku Ketua Jurusan dan para dosen serta karyawan di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
7. Bapak Prof. Warsito, S.Si., DEA., Ph.D., selaku Dekan dan para staf serta karyawan di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.
8. Sahabat-sahabatku tersayang Rika, Riska, Ismi, Lusi, Kiky, Amil, Adel, Nola, Dova, Almh. Keke, sahabat Himafi dan teman-teman Fisika angkatan 2014 yang selama ini memberikan semangat.

Semoga Allah SWT memberikan nikmat sehat kepada kita semua. Amin.

Bandar Lampung 11 Februari 2019

Penulis

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	i
<b>ABSTRACT</b> .....	ii
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	iii
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	iv
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	v
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	vi
<b>RIWAYAT HIDUP</b> .....	vii
<b>MOTTO</b> .....	viii
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	ix
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	x
<b>SANWACANA</b> .....	xi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xiii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xv
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xvii
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
A. Latar belakang .....	1
B. Rumusan masalah .....	4
C. Tujuan penelitian .....	5
D. Batasan masalah .....	5
E. Manfaat penelitian .....	6

## II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Karakteristik superkonduktor .....	7
B. Klasifikasi superkonduktor.....	8
C. Aplikasi superkonduktor .....	11
D. Superkonduktor sistem BSCCO.....	12
E. Superkonduktor BSCCO-2223.....	15
F. Doping Pb.....	15
G. Metode sintesis superkonduktor BSCCO-2223 .....	17
H. Sintering .....	18
I. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	20
J. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	25
K. Program <i>celref</i> .....	27

## III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan tempat penelitian.....	28
B. Alat dan bahan penelitian .....	28
C. Komposisi bahan .....	29
D. Preparasi bahan .....	29
E. Diagram akir .....	31
F. Karakterisasi .....	33
G. Analisis hasil <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) dengan program <i>celref</i> .....	35

## IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	41
B. Hasil Analisis <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	44
C. Hasil karakterisasi <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	47

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### DAFTAR PUSTAKA

### LAMPIRAN

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
Gambar 1. Grafik hubungan antara resistivitas dan suhu .....	8
Gambar 2. Struktur kristal sistem BSCCO untuk fase; (a) 2201, (b) 2212, (c) 2223 .....	13
Gambar 3. Diagram fase superkonduktor BSCCO .....	14
Gambar 4. Skema difraksi sinar-X.....	23
Gambar 5. Skema prinsip kerja SEM.....	26
Gambar 6. Diagram pengeringan .....	30
Gambar 7. Diagram kalsinasi .....	31
Gambar 8. Diagram sintering.....	32
Gambar 9. Diagram alir penelitian.....	33
Gambar 10. Mengubah file <i>.txt</i> menjadi file <i>.rd</i> .....	35
Gambar 11. Input data <i>.rd</i> . .....	36
Gambar 12. Memasukkan data <i>.rd</i> . .....	36
Gambar 13. Puncak-puncak yang akan diukur dari spektrum XRD .....	37
Gambar 14. Inisial parameter sel, yaitu dengan memilih jenis kristal ortorombik tipe FMMM .....	37
Gambar 15. Proses <i>calculate</i> .....	38

Gambar 16. Seleksi puncak dengan pemilihan toleransi berkisar 0,5 sampai dengan 1,0 .....	38
Gambar 17. Hasil <i>refine</i> terbaik .....	39
Gambar 18. Hasil <i>database excel</i> setelah di- <i>refine</i> .....	39
Gambar 19. Menentukan nilai intensitas .....	40
Gambar 20. Hasil Pola XRD dengan pengukuran dan analisis <i>celref</i> pada BPSCCO-2223 dengan variasi suhu sintering (a) BPSCCO-2223-850, (b) BPSCCO-2223-855, (c) BPSCCO-2223-860, dan (d) BPSCCO 2223-865 .....	42
Gambar 21. Hasil perekaman foto SEM pada sampel (a) BPSCCO-2223-850 (b) BPSCCO-2223-855 (c) BPSCCO-2223-860 (d) BPSCCO-2223-865 dengan perbesaran masing-masing 3000x. tanda panah ( ↓ menunjukkan lempengan yang telah terorientasi, dan tanda ( ◆ menunjukkan <i>void</i> .....	48

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
Tabel 1. Komposisi bahan BPSCCO-2223 dan kadar Ca 2,10 .....	29
Tabel 2. Hasil perhitungan tingkat kemurnian fase BPSCCO-2223 dengan variasi suhu sintering .....	45

## I. PENDAHULUAN

### A. Latar belakang

Superkonduktor merupakan suatu bahan yang mempunyai karakteristik dapat mengalirkan arus listrik tanpa mengalami hambatan, dimana resistivitas menjadi nol dan dapat menolak fluks magnet eksternal yang melewatinya atau mengalami diamagnetisme sempurna (efek Meissner) (Hcamargo *et al.*, 2014). Berdasarkan suhu kritis ( $T_c$ ) superkonduktor dibagi menjadi 2, yaitu: superkonduktor suhu rendah dan superkonduktor suhu tinggi (SKST). Superkonduktor suhu rendah memiliki nilai suhu kritis di bawah nitrogen cair (77 K), sedangkan superkonduktor suhu tinggi memiliki suhu kritis di atas nitrogen cair (Yuliati, 2010).

Seiring dengan perkembangan teknologi, superkonduktor semakin banyak digunakan, misalnya kawat superkonduktor (Imaduddin dkk., 2014), perangkat penyimpan energi magnetik (Jabur, 2012), generator superkonduktor suhu tinggi (Barnes *et al.*, 2005) dan kereta api supercepat yang dikenal dengan sebutan *Magnetic Levitation (MagLev)*. Kendala yang dihadapi pada aplikasi bahan superkonduktor adalah sifat superkonduktivitas bahan hanya akan muncul pada suhu yang amat rendah, jauh di bawah 0 °C. Hal ini mulai teratasi setelah ditemukan superkonduktor suhu kritis tinggi (Darminto dkk., 1999).

Superkonduktor suhu tinggi merupakan golongan superkonduktor yang menarik untuk dikembangkan karena cenderung aplikatif dibandingkan dengan superkonduktor suhu rendah (Windartun, 2008). Superkonduktor suhu kritis tinggi berupa senyawa multikomponen dan memiliki multifase, disamping sifat anisotropis yang berhubungan dengan struktur berlapis dan efek fluktuasi termal (Darminto dkk.,1999). Salah satu superkonduktor suhu tinggi yang penting adalah sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O (Yuliati, 2010).

Sistem Bi-Sr-Ca-Cu-O mempunyai tiga fase superkonduktif diantaranya fase  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_0\text{Cu}_1\text{O}_5$  (Bi-2201) dengan  $T_c = 10$  Kelvin (Yulianti, 2004), fase  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_8$  (Bi-2212) dengan  $T_c = 80$  Kelvin (Sembiring dkk., 2016), dan fase  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  (Bi-2223) dengan  $T_c = 110$  Kelvin (Lusiana, 2013). Diantara superkonduktor berbasis bismuth tersebut fase BSCCO-2223 merupakan bahan superkonduktif yang telah banyak dikaji baik dari aspek eksperimen maupun aplikasinya (Sumadiyasa, 2007).

Fase BSCCO-2223 terbentuk melalui proses pengkristalan dan pembentukan fase BSCCO-2212. Pembentukan fase BSCCO-2223 terjadi pada suhu sintering 840-880 °C dengan periode antara 100-624 jam. Bahan fase BSCCO-2223 mempunyai sifat mekanik mudah dibentuk, tidak mudah patah, tidak beracun dan dapat dikembangkan untuk pembuatan lapisan tipis. Fase BSCCO-2223 memiliki suhu kritis yang tinggi, sehingga sulit mendapatkan kemurnian fase yang tinggi (Darminto dan Widodo, 2010).

Penggunaan doping Pb dalam sintesis superkonduktor sistem bismuth dapat memudahkan senyawa bersangkutan dengan tingkat kemurnian fase yang tinggi,

juga berperan menentukan sifat senyawa yang dihasilkan (Ningrum, 2006). Karena kemiripan ukuran ion dan valensi dari atom Pb, maka penambahan Pb sebagai doping menghasilkan substitusi atom Bi oleh atom Pb pada lapisan ganda BiO (Nurmalita, 2011). Hasil penelitian Fauzi (2017) menunjukkan doping Pb pada fraksi mol 0,4 menghasilkan fraksi volume tertinggi yaitu 62,06 % pada fase BPSCCO-2223 dengan sifat yang sangat baik (Rachmawati, 2009).

Selain doping Pb, penambahan kadar Ca dalam sistem BSCCO sangat berpengaruh terhadap pembentukan fase. Bahan yang biasanya digunakan sebagai sumber Ca dalam mensintesis BSCCO yaitu  $\text{CaCO}_3$ . Hasil penelitian Fitri Afriani (2013) menunjukkan penambahan kadar Ca dalam bahan dapat meningkatkan fraksi volume BPSCCO-2223. Nilai fraksi volume tertinggi yaitu 86,09 % pada kadar Ca sebesar 2,10 fraksi mol.

Beberapa metode sintesis superkonduktor antara lain metode sol gel (Fallaharani *et al.*, 2017), metode lelehan (Marhaendrajaya, 2001), metode padatan (Fauzi, 2017), dan metode pencampuran basah (Rohmawati dan Darminto, 2012). Metode yang sering digunakan dalam sintesis superkonduktor BSCCO adalah metode padatan karena praktis dan murah, tetapi metode ini memiliki kelemahan yaitu kurangnya homogenitas (Reviana, 2013). Metode pencampuran basah memiliki tingkat homogenitas yang tinggi karena bahan yang digunakan dilarutkan dengan  $\text{HNO}_3$  dan aquades secara perlahan hingga larutan berwarna biru jernih yang menandakan bahwa larutan telah homogen (Rohmawati dan Darminto, 2012).

Penelitian tentang superkonduktor BSCCO-2223 terus dilakukan untuk mendapatkan superkonduktor dengan kemurnian tinggi, diantaranya dengan atau

tanpa doping, memvariasikan suhu kalsinasi dan sintering, memvariasikan waktu pelelehan, waktu penahanan dan sebagainya (Subarwanti, 2013). Suhu sintering merupakan salah satu faktor dalam sintesis superkonduktor. Dalam upaya untuk mempercepat pertumbuhan dan peningkatan fraksi volume perlu dilakukan penelitian tentang variasi suhu sintering.

Penelitian sebelumnya telah dilakukan oleh Reviana (2013) tentang pembentukan fase superkonduktor BSCCO-2223 dengan doping Pb pada kadar Ca 2,10 dengan variasi suhu sintering menggunakan metode padatan. Fraksi volume tertinggi diperoleh yaitu 86,80 % pada suhu 855 °C. Penelitian lain juga dilakukan oleh Fajri (2015) tentang karakterisasi superkonduktor BPSCCO dengan variasi suhu sintering menggunakan metode padatan. Dari pengujian yang telah dilakukan, didapatkan hasil bahwa  $T_c$  paling tinggi pada superkonduktor dengan  $T_s$  860 °C sekitar 49,9 K (-223,1 °C).

Berdasarkan latar belakang tersebut, dilakukan penelitian tentang pengaruh suhu sintering terhadap pemurnian dan pembentukan fase superkonduktor BPSCCO-2223 pada kadar Ca 2,10 menggunakan metode pencampuran basah. Aspek yang dipelajari dalam penelitian ini adalah tingkat kemurnian fase yang terbentuk dengan menghitung nilai fraksi volume, derajat orientasi dan impuritas. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

## **B. Rumusan Masalah**

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

1. Bagaimana pengaruh suhu sintering terhadap kemurnian dan pembentukan fase BPSCCO-2223 pada kadar Ca 2,10 menggunakan metode pencampuran basah?
2. Bagaimana struktur mikro dari superkonduktor BPSCCO-2223 pada kadar Ca 2,10 menggunakan metode pencampuran basah?

### **C. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh suhu sintering terhadap kemurnian dan pembentukan fase BPSCCO-2223 pada kadar Ca 2,10 menggunakan metode pencampuran basah.
2. Mengetahui struktur mikro dari superkonduktor BPSCCO-2223 pada kadar Ca 2,10 menggunakan metode pencampuran basah.

### **D. Batasan Masalah**

Batasan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Sintesis superkonduktor BPSCCO-2223 dilakukan dengan metode pencampuran basah, dengan kadar doping Pb sebanyak 0,4 fraksi mol dan Ca sebanyak 2,10 fraksi mol.
2. Kalsinasi dilakukan pada suhu 800 °C selama 10 jam dan sintering yang dilakukan selama 20 jam dengan variasi suhu 850 °C dengan kode sampel BPSCCO-2223-850, suhu 855 °C dengan kode sampel BPSCCO-2223-855, suhu 860 °C dengan kode sampel BPSCCO-2223-860, dan suhu 865 °C dengan kode sampel BPSCCO-2223-865.

### **E. Manfaat Penelitian**

Manfaat yang diharapkan pada penelitian ini adalah:

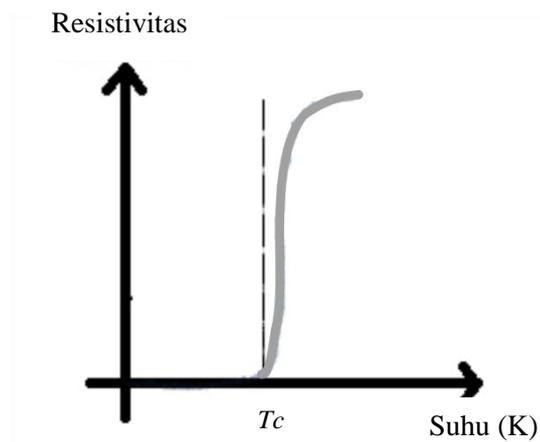
1. Memberikan informasi mengenai pengaruh suhu sintering terhadap pembentukan fase BPSCCO-2223 pada kadar Ca 2,10 menggunakan metode pencampuran basah.
2. Memberikan informasi mengenai struktur mikro superkonduktor BPSCCO-2223 pada kadar Ca 2,10 menggunakan metode pencampuran basah.
3. Memberikan informasi mengenai suhu sintering yang relatif baik dalam pembentukan fase BSCCO-2223 dengan doping Pb pada kadar Ca 2,10.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Karakteristik Superkonduktor

Superkonduktivitas adalah keadaan kesetimbangan termodinamika yang mempengaruhi sifat listrik dan sifat magnetik bahan (Dewi, 2016). Suatu bahan dikatakan superkonduktor jika menunjukkan dua sifat khusus yaitu konduktivitas sempurna tanpa adanya hambatan ( $\rho=0$ ), pada suhu  $T \leq T_c$  dan diamagnetik sempurna dengan ( $B=0$ ), pada suhu  $T \leq T_c$  yang lebih dikenal dengan gejala efek Meissner (Tinkham, 1996).

Karakteristik signifikan superkonduktivitas adalah pengamatan resistivitas bernilai nol di bawah suhu kritis dibandingkan dengan logam biasa yang mempertahankan beberapa sisa resistivitas pada suhu rendah. Resistivitas dari superkonduktor di keadaan normal sebanding dengan atau lebih tinggi dari resistivitas logam. Superkonduktor memiliki suhu kritis *onset* ( $T_{c_{onset}}$ ) dan suhu kritis *zero* ( $T_{c_{zero}}$ ).  $T_{c_{onset}}$  adalah titik dimana pada suhu tertentu resistivitas bahan akan turun, sedangkan  $T_{c_{zero}}$  adalah titik di mana pada suhu tertentu resistivitas bahan bernilai nol (Dewi, 2016). Hubungan antara resistivitas dan suhu dapat dilihat pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Hubungan antara suhu resistivitas (Fistiani, 2016)

## B. Klasifikasi Superkonduktor

Superkonduktor dapat dibedakan berdasarkan suhu kritis dan medan magnet kritisnya.

### 1. Suhu Kritis

Berdasarkan suhu kritisnya superkonduktor dibagi menjadi dua, yaitu suhu rendah dan suhu tinggi.

#### a. Superkonduktor Suhu Rendah

Superkonduktor suhu rendah merupakan superkonduktor yang memiliki suhu kritis di bawah suhu nitrogen cair (77 K). Sehingga untuk memunculkan superkonduktivitasnya, digunakan helium cair sebagai pendingin (Windartun, 2008). Contoh dari superkonduktor suhu rendah adalah Hg (4,2 K), Pb (7,2 K), niobium nitride (16 K), niobium-3-timah (18,1 K),  $A_{10,8}Ge_{0,2}Nb_3$  (20,7 K), niobium germanium (23,2 K), dan lanthanum barium tembaga oksida (28 K) (Pikatan, 1989).

### b. Superkonduktor Suhu Tinggi

Superkonduktor suhu tinggi merupakan superkonduktor yang memiliki suhu kritis di atas suhu nitrogen cair (77 K) sehingga sebagai pendinginnya dapat digunakan nitrogen cair (Windartun, 2008). Kelompok peneliti di Alabama dan Houston yang dikoordinasi oleh K.Wu dan P. Chu (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 dkk., 2003).

## 2. Sifat Magnetik

Berdasarkan sifat magnetiknya superkonduktor terdiri dari 2 tipe yaitu superkonduktor tipe I dan superkonduktor tipe II.

### a. Superkonduktor Tipe I

Menurut teori BCS (Bardeen, Cooper, dan Schrieffer) dijelaskan bahwa pembentukan pasangan elektron (pasangan Cooper) dan tarikan arus listrik bergerak secara merata sehingga terjadi superkonduktivitas. Superkonduktor yang bersifat seperti ini disebut superkonduktor tipe I 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 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, 2008). Superkonduktor tipe I terbuat dari logam murni, seperti Hg, Pb, Nb yang masing-masing mempunyai suhu kritis sebesar 4,2 K, 7,2 K dan 9,2 K. Unsur-unsur atau elemen tunggal lainnya yang dapat menjadi superkonduktor pada kondisi di bawah tekanan, diantaranya Si, Ge, P, As, S, Se, Sr, Sb, Te, Bi, Bo, Y, Cr, Cs, Ce, dan U (Dewi, 2016).

#### b. Superkonduktor Tipe II

Superkonduktor tipe II tidak dapat dijelaskan menggunakan teori BCS, karena tidak terjadi efek Meissner. Abrisokov menjelaskan superkonduktor tipe II yang didasarkan pada kerapatan pasangan elektron, dinyatakan dalam parameter keteraturan fungsi gelombang. Abrisokov menunjukkan bahwa parameter keteraturan fungsi gelombang tersebut dapat mendeskripsikan pusaran dan bagaimana medan magnet dapat menetrasi bahan sepanjang terowongan dalam pusaran-pusaran. Selain itu Abrisokov memprediksikan dengan meningkatnya medan magnet maka jumlah pusaran juga bertambah. Teori ini merupakan terobosan dan masih digunakan dalam pengembangan dan analisis superkonduktor dan magnet. Superkonduktor tipe II akan menolak medan magnet yang diberikan, akan tetapi perubahan sifat kemagnetan tidak tiba-tiba melainkan secara bertahap (Windartun, 2008).

Superkonduktor tipe II banyak dijumpai dalam bentuk campuran logam (*alloy*), diantaranya NbTi, Nb<sub>3</sub>Sn dan Nb<sub>3</sub>Ge, FeSe yang masing-masing mempunyai suhu kritis sebesar 9 K, 18 K, 23 K dan 55 K. Jika dibandingkan dengan superkonduktor tipe I, maka suhu kritis pada tipe II lebih tinggi daripada tipe I. Pada superkonduktor tipe II ini mempunyai dua medan magnet kritis yaitu medan

magnet kritis rendah  $H_{c1}$  dan medan magnet kritis tinggi  $H_{c2}$ . Pada daerah dibawah medan magnet kritis rendah  $H_{c1}$  maka fluks magnet akan ditolak secara sempurna oleh bahan. Hal ini dapat diartikan bahwa jika harga medan magnet yang diberikan lebih kecil dari medan magnet kritis ( $H < H_{c1}$ ) maka superkonduktor tipe II ini akan bersifat seperti superkonduktor tipe I. Pada keadaan di atas medan magnet kritis  $H_{c1}$ , sebagian fluks akan menembus keadaan interior superkonduktor sampai rentang daerah medan kritis  $H_{c2}$ . Apabila  $H > H_{c2}$  maka bahan akan kembali ke keadaan normal (Dewi, 2016).

### **C. Aplikasi Superkonduktor**

Bahan keramik superkonduktor berbasis bismuth telah banyak diteliti secara ekstensif dalam bidang teknologi dan industri. Proses pembuatan bahan-bahan ini sangat menarik untuk tenaga listrik dan aplikasi medan magnet tinggi (Fallaharani *et al.*, 2017), baik itu merupakan penerapan secara langsung maupun masih dalam *prototype*. Beberapa menggunakan superkonduktor yang sudah populer diantaranya kawat superkonduktor (Imaduddin dkk., 2014), tokamak (Purmawargrapatala, 2009), kendaraan levitasi magnet (Shimbasi and Minato-ku, 2003), perangkat penyimpan energi magnetik (Jabur, 2012), dan generator superkonduktor suhu tinggi (Barnes *et al.*, 2005).

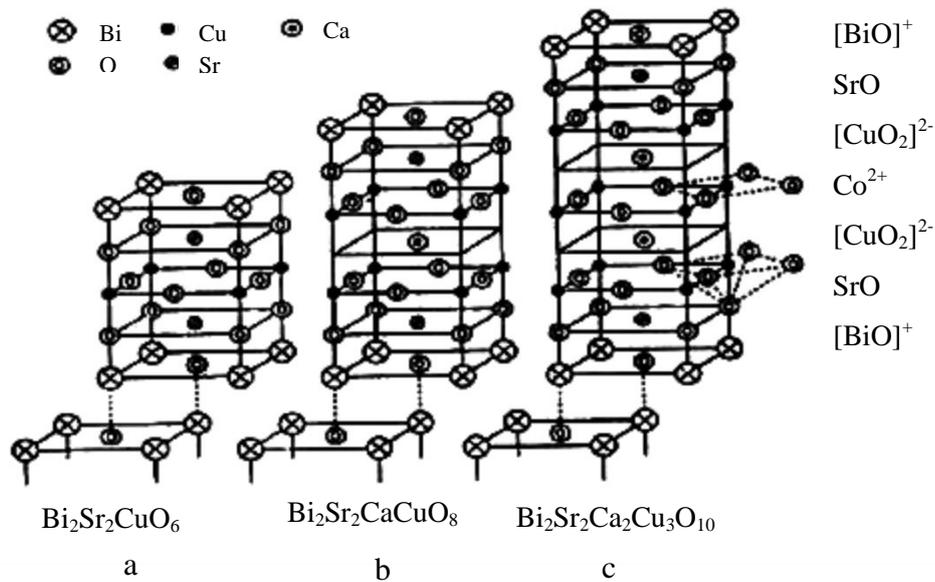
Penggunaan superkonduktor dibidang transportasi memanfaatkan uji efek Meissner, yaitu pengangkatan magnet oleh superkonduktor. Hal ini diterapkan pada kereta api supercepat di Jepang yang diberi nama The Yamanashi MLX01 MagLev train. Kereta api ini melayang di atas magnet superkonduktor. Saat

melayang, maka gesekan antara roda dengan rel dapat dihilangkan dan akibatnya kereta dapat berjalan dengan sangat cepat sekitar 550 km/jam (Marlianto, 2008).

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

Sebuah kristal terdiri dari atom-atom yang tersusun dalam suatu pola secara berulang dan periodik dengan bentuk yang khas. Sistem superkonduktor suhu tinggi pada umumnya merupakan senyawa multi komponen yang memiliki sejumlah fase struktur yang berbeda, dan struktur kristal yang rumit. Suhu transisi atau suhu kritis superkonduktor dan sifat fisisnya berkaitan erat dengan struktur kristal bahan yang bersangkutan. Pengetahuan struktur kristal superkonduktor secara rinci dan tepat diperlukan untuk memahami korelasi struktur juga sifat superkonduktor yang berguna mengembangkan superkonduktor suhu tinggi dan pengendalian proses pembuatannya. Sistem superkonduktor suhu tinggi pada umumnya yang memiliki sejumlah fase struktur yang berbeda dan struktur kristal yang rumit (Santosa dkk., 2015).

Superkonduktor sistem BSCCO merupakan superkonduktor oksida keramik yang mempunyai struktur berlapis-lapis sehingga menyebabkan superkonduktor ini sangat rapuh dan mudah patah. Selain itu, superkonduktor sistem BSCCO memiliki sifat koherensi yang pendek (Herlyn, 2008). Dalam sistem ini, tiga fase superkonduktor yang kita ketahui yaitu  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_2\text{O}_6$  ( $T_c = 10 \text{ K}$ ),  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  ( $T_c = 80 \text{ K}$ ), dan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{CuO}$  ( $T_c = 110 \text{ K}$ ) (Astusi *et al.*, 2013). Struktur BSCCO dapat dilihat pada Gambar 2.

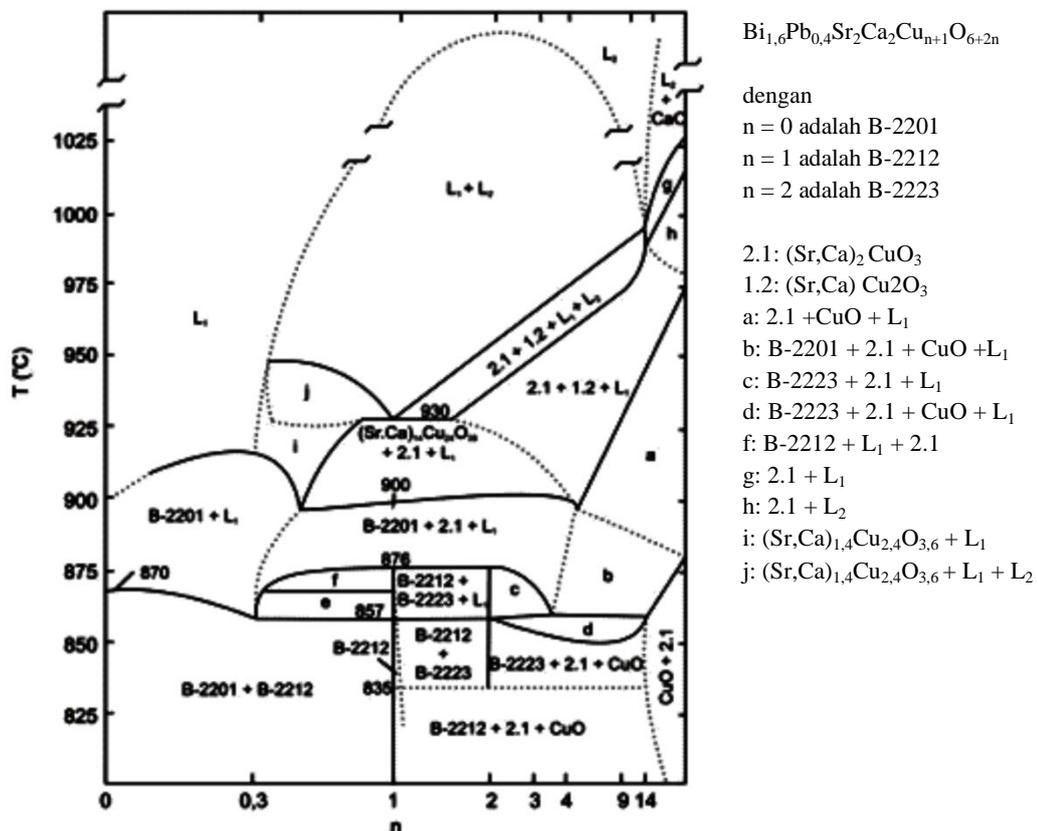


**Gambar 2.** Struktur kristal sistem BSCCO untuk fase; (a) 2201, (b) 2212, (c) 2223 (Lehndroff, 2001).

Pada Gambar 2a menunjukkan fase BSCCO 2201 yang disusun oleh bidang (BiO)/SrO/CuO/SrO/(BiO), dimana piramida Cu berada diantara dua bidang SrO. BSCCO 2201 mempunyai parameter kisi  $a = b = 5,39 \text{ \AA}$  dan  $c = 24,6 \text{ \AA}$ . Bidang BiO berada pada bagian ujung struktur dan atom Cu dihubungkan dengan atom oksigen dalam struktur oktahedral. Gambar 2b adalah fase BSCCO 2212 disusun oleh bidang senyawa (BiO)/SrO/CuO/CaO/CuO/SrO/(BiO), dimana piramida atom Cu dipisahkan oleh adanya bidang Ca. Struktur kristal berbentuk tetragonal ini memiliki parameter kisi  $a = b = 5,4 \text{ \AA}$  dan  $c = 30,7 \text{ \AA}$  (Lehndroff, 2001). Gambar 2c merupakan struktur kristal dari Bi-2223 yang membentuk struktur orthorombik. Rantai Sr-Sr memiliki ikatan yang paling lemah, sedangkan atom Cu(1) sebagai kation yang paling tidak stabil memiliki tiga ikatan rantai yaitu Cu(1)-Ca, Cu(1)-O(1), dan Cu(1)-Cu(2). Rantai ikatan Cu(1)-O(1) merupakan ikatan yang paling kuat ( $r = 1,916 \text{ \AA}$ ). Atom oksigen O(3) hanya memiliki satu

rantai ikatan dengan atom Bi yang memiliki panjang ikatan 2,231 Å (Widodo, 2009).

Selain itu, pembentukan senyawa bergantung pada komposisi nominal bahan penyusun dan suhu pemrosesannya yang dapat digambarkan oleh diagram fase sistem yang bersangkutan (Suprihatin, 2002). Seluruh fase BSCCO memenuhi persamaan  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+4}$  dengan nilai  $n = 1, 2, 3$ , dan seterusnya (Majewski *et al.*, 1997). Diagram fase menjelaskan tentang fase yang mungkin terbentuk pada suhu atau tekanan tertentu. Menurut Strobel (1992) walaupun pada proses sintesis senyawa yang diinginkan merupakan fase dengan komposisi dan struktur tertentu, namun hasil akhirnya akan menghadirkan beberapa fase lain. Diagram fase superkonduktor BSCCO dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Diagram fase superkonduktor BSCCO (Strobel *et al.*, 1992).

Jika dilihat pada Gambar 3, pembentukan fase Bi-2223 pada: daerah Bi-2212 + Bi2223, daerah Bi-2223 + Bi-2212 +  $L_1$  dan daerah Bi-2223 + 2,1 + CuO +  $L_1$  (Strobel *et al.*, 1992).

### **E. Superkonduktor BSCCO-2223**

Superkonduktor fase BSCCO-2223 merupakan senyawa multi komponen oksida keramik yang mempunyai struktur berlapis-lapis dengan ciri khas sisipan lapisan  $\text{CuO}_2$  (Santosa dkk., 2015). Fase BSCCO-2223 terbentuk melalui proses pengkristalan dan fase BSCCO-2212. Superkonduktor fase BSCCO-2223 terjadi pada suhu sintering 840-880 °C (Darminto dan Widodo, 2010). Sedangkan penelitian Susanti (2010) menunjukkan pembentukan superkonduktor fase BSCCO-2223 sangat pendek, yaitu berkisar antara 835 °C sampai 857 °C. Fase BSCCO-2223 dalam mendapatkan kualitas sempurna mungkin masih sangat susah (Susanti, 2010). Beberapa fase yang tidak diinginkan dalam sintesis BSCCO-2223 diantaranya BSCCO-2212, BSCCO-2201, dan  $\text{Ca}_2\text{PbO}_4$  (Fallaharani *et al.*, 2017).

### **F. Doping Pb**

Doping berperan penting dalam pembentukan superkonduktor suhu kritis tinggi. Doping dapat berupa substitusi artinya mengganti atom asli di dalam superkonduktor dengan atom doping yang ukurannya tidak jauh berbeda dengan ukuran atom aslinya, atau dapat berupa penambahan artinya menambahkan atom-atom doping ke dalam atom-atom asli superkonduktor. Superkonduktor suhu kritis tinggi dapat diekstensifikasi melalui substitusi khusus dari elemen-elemen tunggal. Selain doping oksigen, telah dilakukan penelitian-penelitian

menggunakan doping Pb. Penggunaan doping Pb dalam sintesis polikristal sistem Bi akan memudahkan pembentukan senyawa yang bersangkutan, juga mempengaruhi sifat-sifat senyawa yang dihasilkannya. 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).

Stabilitas struktur diupayakan dengan cara mendoping superkonduktor dengan Pb (Meretliev *et al.*, 2000; Abbas *et al.*, 2015). Doping Pb dapat meningkatkan fraksi volume (Astuti *et al.*, 2013), meningkatkan kualitas kristal superkonduktor yang terbentuk (Nurmalita, 2012), dan meningkatkan suhu kritis superkonduktor BSCCO (Mohammed *et al.*, 2012; Roumie *et al.*, 2014) karena Pb memiliki sifat fisis dan kimia yang mirip dengan unsur Bi sehingga mampu mensubstitusi posisi Bi pada sistem kristal BSCCO (Hermiz *et al.*, 2014). Selain itu, sintesis BSCCO-2223 yang menggunakan doping Pb untuk mensubstitusi Bi perbandingan molar 0,4 dengan metode padatan dan berhasil memperoleh bahan yang mempunyai struktur kristal ortorombik dengan parameter kisi  $a = 5.4054 \text{ \AA}$ ,  $b = 5.4111 \text{ \AA}$  dan  $c = 37.0642 \text{ \AA}$  (Verma dkk., 2012).

Penelitian tentang variasi doping Pb dilakukan oleh Fauzi (2017) menunjukkan nilai fraksi volume (Fv) paling tinggi pada BSCCO-2223 Pb 0,4 sebesar 62,06 %. Kemudian derajat orientasi akan mengalami peningkatan seiring dengan pertambahan doping Pb (0,1-0,4). Derajat orientasi pada sampel doping Pb 0,4 adalah 38,13 %. Selain itu penambahan doping Pb menurunkan impuritas setiap sampel yaitu: 57,86 %, 57,45 %, 51,85 %, 45,01 %, dan 37,94 %.

### G. Metode Sintesis Superkonduktor BSCCO-2223

Sintesis superkonduktor terdapat beberapa metode diantaranya: metode sol gel (Fallaharani *et al.*, 2017), metode lelehan (Marhaendrajaya, 2001), metode padatan (Fauzi, 2017), dan metode pencampuran basah (Rohmawati dan Darminto, 2012).

Metode sol-gel umumnya menggunakan senyawa ligan *ethylene-diaminetetraacetit acid* (EDTA) yang dapat membantu mengikat logam (Wuryanto, 1996). Sedangkan bahan-bahan dasarnya digunakan garam nitrat, seperti  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ ,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Sb}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ , dan  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ . Garam nitrat tersebut dicampur dalam pelarut etilen glikol, kemudian EDTA ditambahkan ke dalam larutan ini. Agar pH larutan tetap berada pada 8,0-8,2, maka larutan selalu dikontrol dengan menambahkan amonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ). Setelah itu larutan dipanaskan pada suhu  $90^\circ\text{C}$  hingga menjadi gel. Selanjutnya gel didekomposisi pada  $300^\circ\text{C}$  hingga didapat aglomerat-aglomerat yang lunak dan berpori. Langkah selanjutnya adalah penggerusan, kalsinasi, penggerusan kembali, kompaksi, dan sintering sesuai diagram fase yang ada (Fallaharani *et al.*, 2017).

Metode lelehan menggunakan 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 kompaksi dan sintering. Pada proses sinteringlah dilakukan pelelehan bahan BSCCO, yaitu pada

suhu sekitar 863°C selama beberapa menit. Kemudian proses dilanjutkan dengan pemanasan sesuai dengan diagram fase agar terbentuk BSCCO-2223 (Marhaendrajaya, 2001).

Sintesis BSCCO-2223 metode padatan menggunakan bahan-bahan oksida dan karbonat penyusun BSCCO-2223 seperti  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{CuO}$ , dan doping  $\text{PbO}$ . Unsur-unsur tersebut dicampurkan sesuai dengan stoikiometri yang diinginkan. Selanjutnya dilakukan pengadukan, penggerusan dan kompaksi. Proses dilanjutkan dengan kalsinasi, penggerusan kembali, kompaksi, dan sintering sesuai dengan diagram fase. 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).

Metode pencampuran basah dilakukan dengan penambahan  $\text{HNO}_3$  (asam nitrat) sebagai *digest agent* dan aquades secara perlahan sampai semua bahan terlarut hingga larutan berwarna biru jernih dan dipanaskan dengan *hot plate* dengan suhu 70 °C selama 24 jam sampai larutan menjadi mengering. Setelah itu bahan dikalsinasi dan sintering. Senyawa  $\text{HNO}_3$  dengan solubilitas yang tinggi diharapkan dapat berfungsi sebagai *digest agent* yang baik, sehingga ikatan yang terjadi bukan ikatan antar atom, tetapi ikatan antarion (Pradhana dkk., 2016).

## **H. Sintering**

Sintering merupakan proses pemanasan di bawah titik leleh dalam rangka membentuk fase kristal sesuai yang diinginkan dan bertujuan membantu mereaksikan bahan-bahan penyusun baik bahan keramik maupun bahan logam. Sintering akan berpengaruh cukup besar pada pembentukan fase kristal. Fraksi

fase 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). Beberapa hal yang mempengaruhi sintering adalah:

a. Ukuran Butir

Semakin kecil ukuran butir akan menghasilkan densifikasi yang semakin baik. Bentuk dan ukuran butir yang seragam akan memberikan densitas yang rendah.

b. Suhu dan Waktu Pembakaran

Tingkat densifikasi optimal akan tercapai bila kecepatan pembakarannya konstan hingga mencapai suhu maksimal pembakaran. Kemudian ditahan pada suhu tersebut dalam waktu tertentu.

c. Tekanan

Metode penekanan yang efektif adalah dengan *hot pressing*. Sehingga dapat menghasilkan kepadatan produk yang tinggi (Vlack, 2001).

Suhu kalsinasi dan sintering memiliki peran penting dalam penentuan morfologi superkonduktor (Fallaharani *et al.*, 2017). Penelitian Sharma *et al.* (2013) menunjukkan bahwa suhu sintering optimal yaitu sekitar 845 °C, yang merupakan nilai kepadatan tertinggi dan fraksi volume tertinggi fase BSCCO-2223 berdasarkan hasil XRD. Selain itu, hasil XRD menunjukkan bahwa dengan meningkatnya suhu sintering hingga 845 °C, fraksi fase BSCCO-2212 menurun. Hasil SEM menunjukkan bahwa morfologi permukaan bahan ditingkatkan dengan peningkatan suhu sintering sampai 845 °C. Sedangkan pada penelitian Reviana

(2013) fraksi volume tertinggi yang didapatkan pada suhu tertinggi 855 °C yaitu 86,80 % dengan suhu 840, 845, 850, dan 855 °C. Penelitian lain juga dilakukan oleh Lusiana (2013) dengan variasi suhu sintering menggunakan metode padatan. Variasi suhu sintering yang digunakan yaitu 800, 820, 845, dan 865 °C dengan fraksi volume tertinggi pada suhu 865 °C sebesar 42,4 %.

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

*X-Ray Diffraction* adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui senyawa kristal yang terbentuk. Teknik XRD dapat digunakan untuk menganalisis struktur kristal karena setiap unsur atau senyawa memiliki pola tertentu. Apabila dalam analisis ini pola difraksi unsur diketahui, maka unsur tersebut dapat ditentukan. Metode difraksi sinar-X merupakan metode analisis kualitatif yang sangat penting karena kristalinitas dari material pola difraksi serbuk yang karakteristik, oleh karena itu metode ini disebut juga metode sidik jari serbuk (*powder fingerprint method*). Penyebab utama yang menghasilkan bentuk pola-pola difraksi serbuk tersebut, yaitu ukuran dan bentuk dari setiap selnya serta nomor atom dan posisi atom-atom di dalam sel (Smallman dan Bishop, 2000).

Kristal merupakan susunan atom-atom atau kumpulan atom yang teratur dan berulang dalam ruang tiga dimensi. Keteraturan susunan tersebut disebabkan oleh kondisi geometris yang dipengaruhi oleh ikatan atom yang memiliki arah. Kisi ruang kristal (*space lattice*) didefinisikan sebagai susunan titik dalam ruang tiga dimensi yang memiliki lingkungan identik antara satu dengan lainnya. Titik dengan lingkungan yang serupa itu disebut simpul kisi (*lattice points*). Kesatuan yang berulang di dalam kisi ruang disebut sel unit (*unit cell*) struktur kristal.

Bidang kristal merupakan bidang yang terbentuk dari susunan atom yang berulang dalam sebuah sistem kristal. Jarak yang terdapat antara bidang yang saling berdekatan disebut dengan jarak antarbidang atau *spacing* ( $d$ ). Jarak antarbidang merupakan hal yang penting untuk diketahui ketika melakukan analisa struktur kristal, diantaranya untuk mengetahui dimensi atau ukuran dari kristal yang terbentuk. Cara yang dapat dilakukan untuk menghitung besarnya jarak antarbidang ( $d$ -spacing) adalah dengan menentukan nilai “Index Miller” kemudian nilai yang diperoleh dari hasil indeksing tersebut digunakan dalam rumus untuk masing-masing sistem kristal (kubus, tetrahedral, hexagonal, dll). Indeks Miller menunjukkan posisi atom yang membentuk bidang pada sebuah sistem kristal. Setelah diketahui indeks Miller (nilai  $hkl$ ) dari bidang kristal yang terbentuk, langkah selanjutnya adalah menentukan besarnya jarak antarbidang kristal. Perhitungan besarnya jarak antarbidang dapat dilakukan dengan memperhatikan sistem kristal yang terbentuk.

- a. Untuk sistem kristal orthogonal, jarak antarbidang kristal yang memiliki indeks Miller ( $hkl$ ) dengan dimensi  $a$ ,  $b$ ,  $c$  dimana nilai  $a \neq b \neq c$ , dapat dihitung menggunakan rumus berikut:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (1)$$

- b. Sedangkan untuk sistem kubus, memiliki indeks Miller ( $hkl$ ) dan dimensi  $a$ ,  $b$ ,  $c$  dimana nilai  $a=b=c$ , sehingga untuk sistem kristal kubus, penentuan jarak antarbidang dapat diturunkan dari rumus di atas menjadi:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \quad (2)$$

- c. Untuk sistem kristal tetragonal dengan indeks Miller ( $hkl$ ), memiliki dimensi  $a=b \neq c$ , sehingga penentuan jarak antarbidang dapat diturunkan dari rumus di atas menjadi:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (3)$$

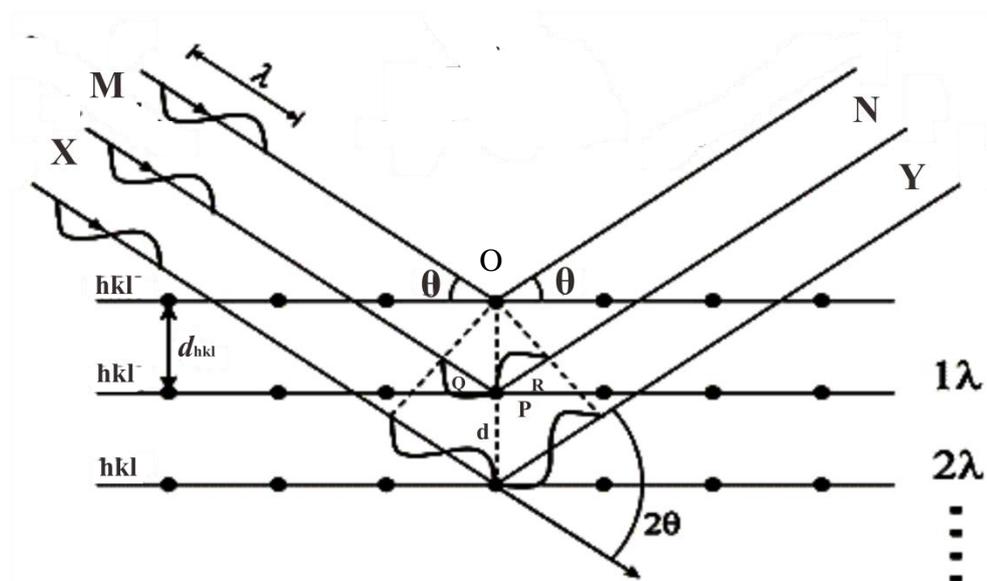
- d. Untuk sistem kristal hexagonal, penentuan jarak antarbidang dapat dilakukan menggunakan rumus:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \frac{(h^2+hk+k^2)}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4)$$

Seperti halnya sistem kristal yang diuraikan di atas, sistem kristal yang lain pun memiliki rumus tersendiri untuk menghitung jarak antara bidang kristalnya (Oktavia, 2009).

Sinar-X dapat terbentuk apabila suatu logam sasaran ditembaki dengan berkas elektron berenergi tinggi. Dalam eksperimen digunakan sinar-X yang monokromatis. Kristal akan memberikan hamburan yang kuat jika arah bidang kristal terhadap berkas sinar-X (sudut  $\theta$ ) memenuhi persamaan Bragg (Callister, 2003). Peristiwa pembentukan sinar-X dapat dijelaskan yaitu pada saat menumbuk logam, elektron yang berasal dari katoda (elektron datang) menembus kulit atom dan mendekati kulit inti atom. Pada waktu mendekati inti atom, elektron ditarik mendekati inti atom yang bermuatan positif, sehingga lintasan elektron berbelok dan kecepatan elektron berkurang atau diperlambat. Karena perlambatan ini, maka energi elektron berkurang. Energi yang hilang ini dipancarkan dalam bentuk sinar-X (Beiser, 1992).

Sinar-X tersebut kemudian menembak sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi sudut tertentu, sehingga difraksi sinar-X memenuhi Hukum Bragg. Skema difraksi sinar-X ditunjukkan pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Skema difraksi sinar-X (Cullity, 1992).

Gambar 4 terlihat bahwa gelombang pertama memiliki panjang yang sama yaitu  $MO + ON$ , begitu pula dengan gelombang kedua yaitu  $XP + PY$ . Gelombang kedua berjalan lebih jauh dari gelombang pertama, dan selisihnya dimisalkan sebagai  $d$ . Dimana nilai  $d = (XP + PY) - (MO + ON)$ . Jika dari titik  $O$  ditarik garis ke  $XP$  dan  $PY$ , diberi tanda  $Q$  dan  $R$ , maka :

$$XQ = MO, RY = ON \quad (5)$$

Perbedaan antara dua gelombang tersebut adalah :

$$D = QP + PR \quad (6)$$

Diketahui bahwa  $QP$  dan  $PR$  merupakan kelipatan 1 (panjang gelombang) dan Panjang  $QP$  sama dengan panjang  $PR$  yaitu sebesar  $d \sin\theta$ , sehingga hubungan interferensi dari sinar dengan sudut datang  $\theta$  akan memenuhi persamaan Bragg sebagai berikut :

$$\lambda = 2 d \sin\theta \quad (7)$$

dengan:

$\lambda$  = panjang gelombang (Å)

$d$  = jarak antarbidang (m)

$\theta$  = sudut difraksi

Secara eksperimen, hukum Bragg dapat digunakan dengan dua cara yaitu dengan memakai sinar-X yang diketahui panjang gelombang  $\lambda$  dan mengukur sudut  $\theta$ , maka dapat ditentukan pula jarak  $d$  dari berbagai bidang kristal (Robinson *et al.*, 2005).

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada bahan kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antarkisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam bahan, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini

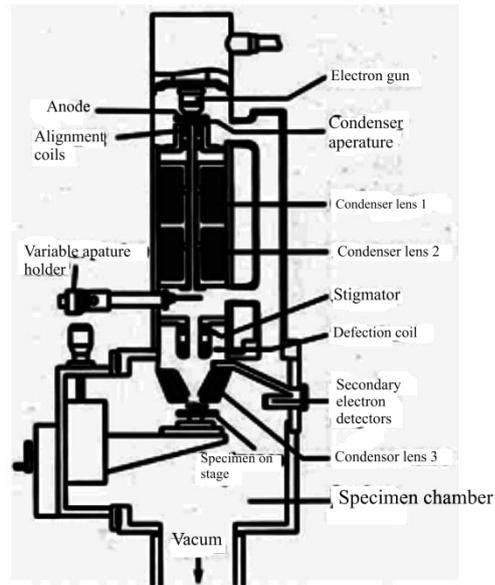
kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis bahan (Zakaria, 2003).

Sinar-X dihasilkan dari tumbukan antara elektron kecepatan tinggi dengan logam target. Dari prinsip dasar ini, maka alat untuk menghasilkan sinar-X harus terdiri dari beberapa komponen utama, yaitu: sumber elektron (katoda), tegangan tinggi untuk mempercepat elektron, dan logam target (anoda). Ketiga komponen tersebut merupakan komponen utama suatu tabung sinar-X (Oktaviana, 2009).

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

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder. Detektor mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas. Lokasi permukaan benda yang ditembaki berkas di-*scan* ke seluruh area pengamatan (Abdullah dkk., 2009).

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 5.



**Gambar 5.** Skema prinsip kerja SEM (Zhou *et al.*, 2006).

Morfologi butir bahan dapat dianalisis dengan SEM, meliputi ukuran, bentuk dan tekstur butir (Yulianti, 2004). Bila SEM digabungkan dengan EDS, maka dapat digunakan untuk menganalisis komposisi kimia pada daerah yang sangat sempit dalam orde mikrometer dan pemetaan pada suatu bahan (Siswanto, 2002).

Elektron yang dihasilkan oleh SEM ini berasal dari *electron gun*, yang bersifat monokromatik, dimana pancaran dari elektron tersebut diteruskan ke anoda. Pada proses ini elektron mengalami penyerahan menuju titik fokus. Anoda berfungsi membatasi pancaran elektron yang memiliki sudut hambur yang terlalu besar. Berkas elektron yang telah melewati anoda diteruskan menuju lensa magnetik, *scanning coils*, dan akhirnya menembak spesimen. Adapun yang berasal dari filamen katoda ditembakkan menuju sampel. Berkas electron tersebut kemudian difokuskan oleh lensa magnetik sebelum sampai pada permukaan sampel. Lensa magnetik memiliki lensa kondenser yang berfungsi memfokuskan sinar elektron. Berkas elektron kemudian menghasilkan *Backscattered Electron* (BSE) dan

*Secondary Elektron* (SE) menuju sampel, dimana SE akan terhubung dengan *amplifier* yang kemudian dihasilkan gambar pada monitor (Reed, 2005).

#### **K. Program *Celref***

*Celref* adalah perangkat lunak (*software*) yang digunakan untuk memperbaiki (menghaluskan) grafik sebuah data dengan puncak yang bertumpang-tindih. *Celref* dikembangkan di Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique Ecole Nationale Supérieure de Physique de Grenoble (INPG) Domaine Universitaire oleh Jean Laugier dan Bernard Bochu untuk *Refinement* data hasil analisis XRD (Laugier dan Bochu, 1999).

*Refinement* adalah proses pengukuran parameter sel. Tujuan dari proses *refinement* atau penghalusan ini adalah untuk mencocokkan atau *fitting* suatu struktur model dengan data pola difraksi (Subagja, 2007). Fungsi dari *software celref* yaitu untuk mengimpor data mentah atau data puncak hasil pengukuran XRD dengan cara memilih puncak yang sesuai berdasarkan *auto-select* atau *auto-match*. *Celref* memiliki cara kerja yang mudah dalam menetapkan puncak dari data mentah melalui pencarian parameter sel yang paling mungkin dari data standar internasional yang telah baku menurut program. Setelah proses pencarian parameter sel yang paling mungkin, maka akan diperoleh tampilan dari visual grafik yang paling tepat (Laugier dan Bochu, 1999).

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Juni 2018 sampai dengan September 2018 di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung, Laboratorium Analitik dan Instrumentasi Kimia FMIPA Universitas Lampung, dan SMK-SMTI Bandar Lampung. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN).

#### B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: neraca *sartorius* digital, alat penggerus (*pestle* dan *mortar*), spatula, gelas *beaker*, *hot plate*, tungku pemanas (*furnace*), cawan (*crucible*), alat *pressing crucible*, cetakan bahan (*die*) (Lampiran 4), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), sedangkan bahan dasar yang dipakai dalam penelitian ini merupakan bahan oksida dan karbonat dengan tingkat kemurnian yang tinggi yaitu:  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  (99,9 %) dari Strem Chemical;  $\text{PbO}$  (99,9 %) dari Aldrick;  $\text{SrCO}_3$  (99,9 %) dari Strem Chemical;  $\text{CaCO}_3$  (99,9 %) dari Strem Chemical; dan  $\text{CuO}$  (99,999 %) dari Merck,  $\text{NH}_3$  dan aquades (Lampiran 4).

### C. Komposisi Bahan

Komposisi bahan awal untuk membuat 3 gram (Lampiran 1) superkonduktor BPSCCO-2223 dengan doping Pb 0,4 fraksi mol pada kadar Ca 2,10 fraksi mol (Reviana, 2013) dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Komposisi bahan BPSCCO-2223

Bahan	Fraksi	Massa hitung untuk 3 gram bahan
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,6	0,9272
PbO	0,4	0,2220
SrCO <sub>3</sub>	2,0	0,7344
CaCO <sub>3</sub>	2,1	0,5228
CuO	3,0	0,5936
Total		3,0000

### D. Preparasi Bahan

Pada penelitian ini metode yang digunakan adalah metode pencampuran basah yang terdiri dari pencampuran asam nitrat, pengeringan, kompaksi, serta pemanasan (kalsinasi dan sintering).

#### 1. Penimbangan

Bahan dasar yang akan digunakan ditimbang terlebih dahulu sesuai dengan perbandingan pada Tabel 1. Semua bahan yang telah ditimbang ditempatkan pada wadah tersendiri.

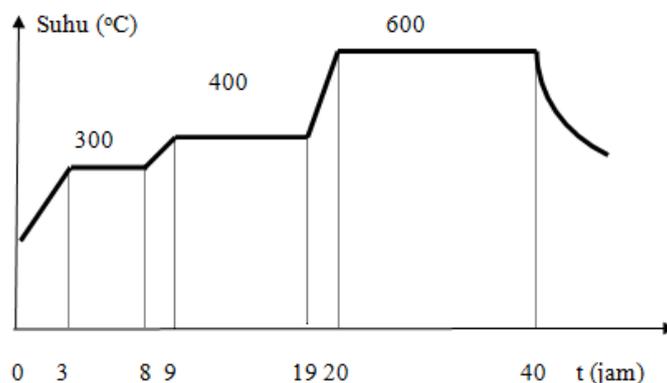
#### 2. Pelarutan

Setelah bahan ditimbang, kemudian dilarutkan bersama asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) 68 % dan aquades diaduk secara perlahan. Bahan diletakkan di atas *hot plate* dengan suhu 70 °C (Khafifah, 2011; Darminto dan Widodo, 2010) sampai larutan tersebut

berwarna biru jernih yang menandakan bahwa larutan tersebut sudah homogen dengan pH sebesar 1. Lalu didiamkan selama 24 jam sampai mengeras.

### 3. Pengeringan

Setelah bahan mengeras, kemudian dilakukan pengeringan pada suhu 300, 400, dan 600 °C (Marhaendrajaya, 2001) secara bertahap. Diagram pengeringan yang dilakukan secara bertahap ditunjukkan pada Gambar 6.



**Gambar 6.** Diagram pengeringan

Pada kenaikan awal dari suhu ruang 30 °C menuju suhu 300 °C laju kenaikan sebesar 1,5 °C/menit. Saat kenaikan dari 300 °C ke 400 °C laju yang digunakan sebesar 1,67 °C/menit. Sedangkan kenaikan dari 400 °C ke 600 °C laju yang digunakan sebesar 3,3 °C/menit.

### 4. Penggerusan

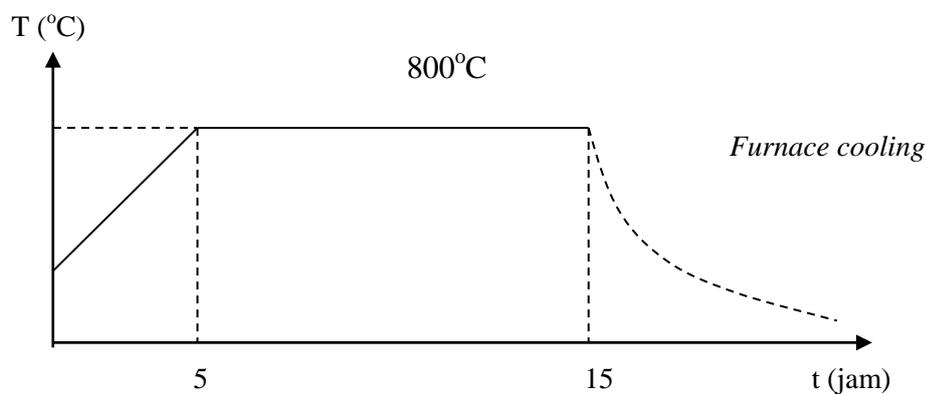
Setelah bahan dikeringkan dalam tungku, bahan dibagi menjadi 4 sampel. Kemudian sampel digerus dengan mortar dan pastel selama ±10 jam (bertahap) sampai bahan terasa halus.

## 5. Kompaksi

Pada penelitian ini kompaksi dilakukan menggunakan alat *pressing* dengan kekuatan 8 ton dengan ukuran 10 mm dan tebal 2-3 mm.

## 6. Kalsinasi

Kalsinasi dilakukan pada suhu 800 °C selama 10 jam. Diagram kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 7.

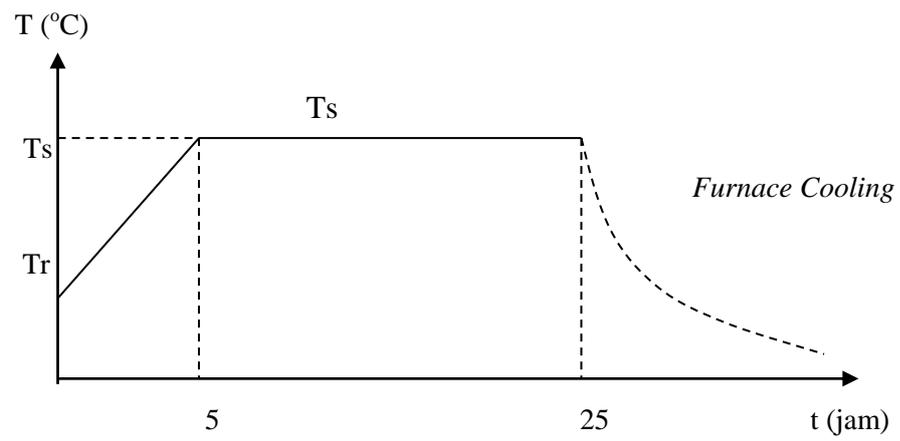


**Gambar 7.** Diagram kalsinasi

Kalsinasi dilakukan dengan kenaikan awal dari suhu ruang yaitu 30  $^{\circ}\text{C}$  ke 800  $^{\circ}\text{C}$  dengan laju sebesar 2,5  $^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ .

## 7. Sintering

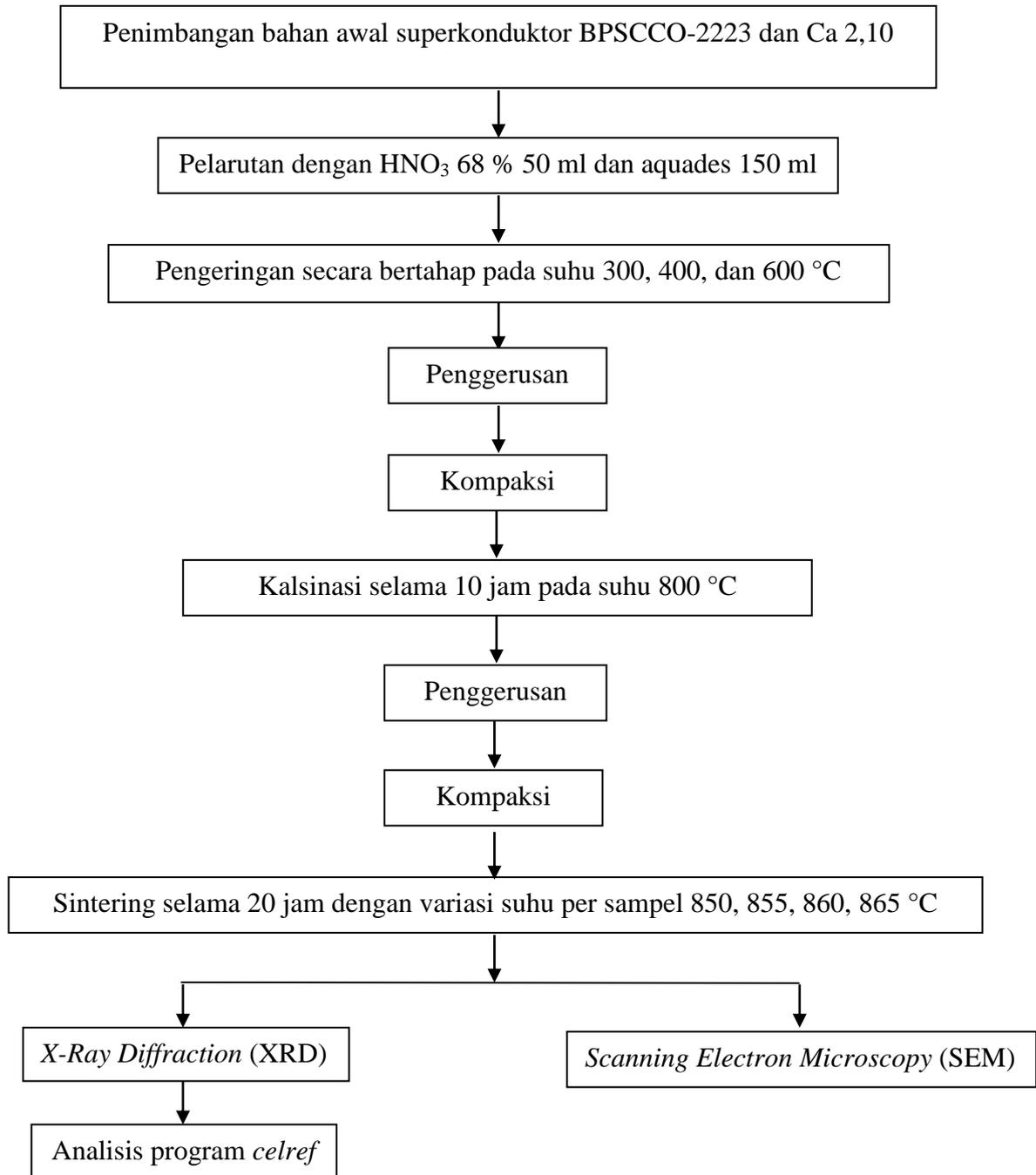
Sebelum sintering, permukaan kontak antarpartikel dimaksimalkan dengan melakukan *pressing* sehingga bentuk awal bahan yang dipadatkan dapat dipertahankan dari penyusutan maupun pengembangan. Sintering dilakukan pada suhu 850  $^{\circ}\text{C}$  pada sampel BPSCCO-2223-850, 855  $^{\circ}\text{C}$  pada sampel BPSCCO-2223-855, 860  $^{\circ}\text{C}$  pada sampel BPSCCO-2223-860, 865  $^{\circ}\text{C}$  pada sampel BPSCCO-2223-865 selama 20 jam (Lampiran 5, 6). Diagram sintering dapat dilihat pada Gambar 8.



**Gambar 8.** Diagram sintering

### E. Diagram Alir

Diagram alir pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 9.



**Gambar 9.** Diagram alir penelitian

## F. Karakterisasi

Superkonduktor hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

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

Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X untuk menganalisis tingkat kemurnian fase (fraksi volume, derajat orientasi, dan impuritas). Pola difraksi sinar-X diperoleh dengan menembak bahan dengan sumber Cu-K $\alpha$  dengan panjang gelombang 1,54 Å. Data difraksi diambil dalam rentang  $2\theta = 10^\circ$  sampai  $80^\circ$ , dengan modus *scanning continue* dan *step size* sebesar  $2\theta = 0,05$  serta waktu 2 detik per *step*. Dari spektrum XRD terlihat adanya puncak-puncak intensitas yang terdeteksi tiap sudut difraksi  $2\theta$ .

Tingkat kemurnian fase BSCCO-2223 yang terbentuk dapat diamati dengan menghitung fraksi volume, derajat orientasi, dan impuritas yang terkandung dalam bahan, berdasarkan rumus sebagai berikut:

$$Fv = \frac{\sum I(2223)}{I_{total}} \times 100 \% \quad (8)$$

$$P = \frac{\sum I(00l)}{\sum I(2223)} \times 100 \% \quad (9)$$

$$I = 100 \% - Fv \quad (10)$$

dengan:

Fv = Fraksi volume

P = Derajat orientasi

I = Impuritas

I<sub>total</sub> = Intensitas total

I<sub>(2223)</sub> = Intensitas fase 2223

$I_{(00l)}$  = intensitas  $h = k = 0$  dan  $l$  bilangan genap

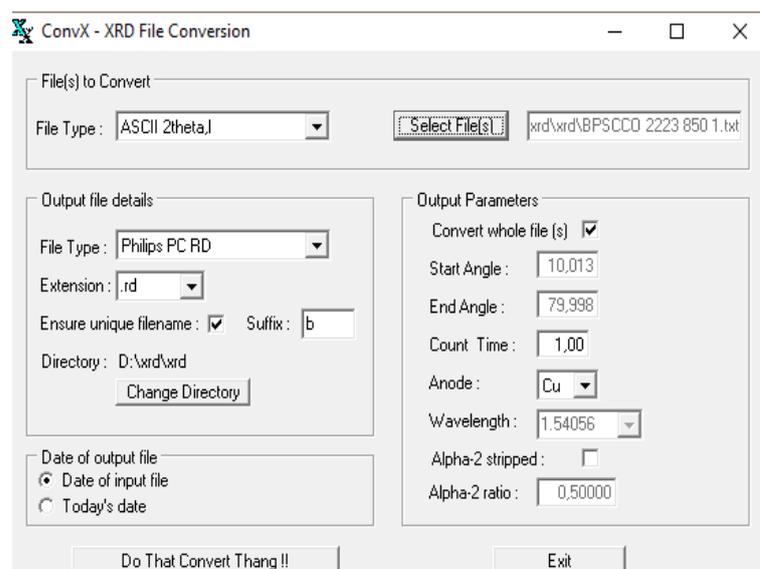
## 2. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) digunakan untuk menganalisis struktur mikro dari superkonduktor tersebut. Superkonduktor memiliki konduktivitas yang cukup besar, maka bahan tersebut tidak perlu di-coating dengan emas (Au) ataupun karbon (C) tetapi cukup menempelkan bahan tersebut pada holder dengan pasta perak.

## G. Analisis hasil X-Ray Diffraction dengan Program Celref

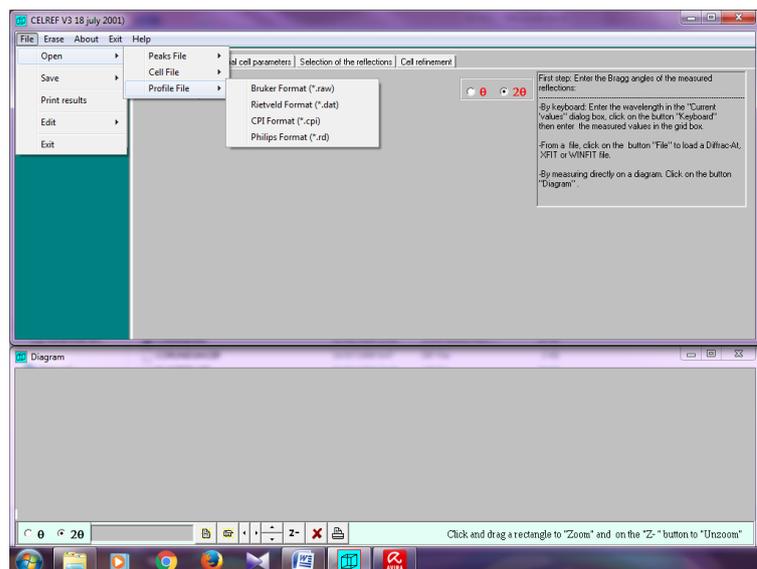
Analisis data XRD dilakukan menggunakan program *celref* versi ke 3 (CELREF V3). Langkah-langkah dalam analisis data XRD menggunakan program ini adalah:

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

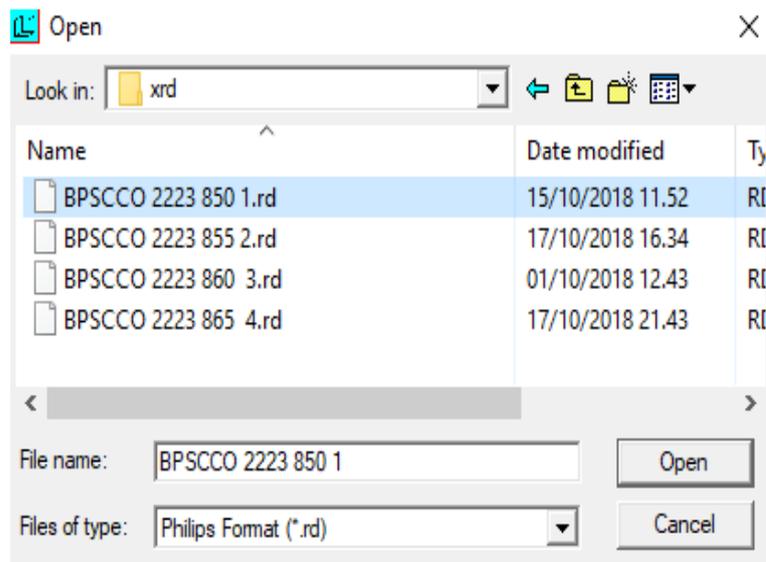


**Gambar 10.** Mengubah file *.txt* menjadi file *.rd*.

2. Membuka program *celref*.
3. 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 11 dan Gambar 12.

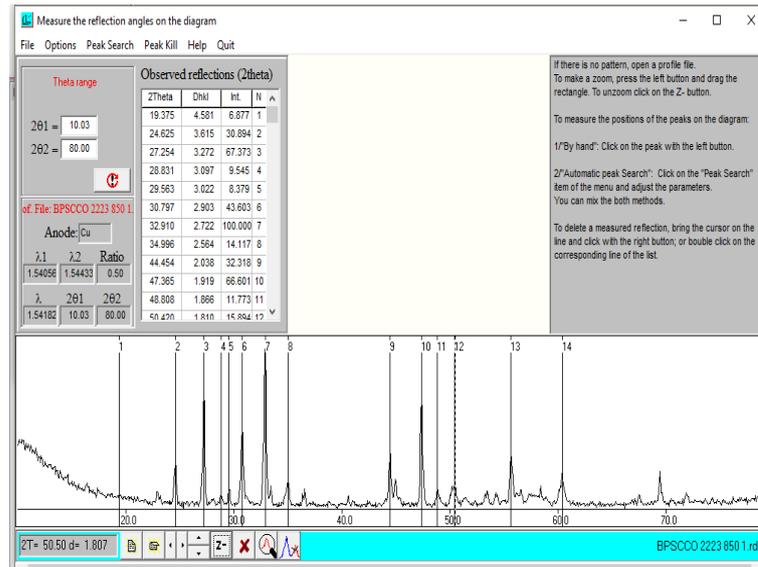


**Gambar 11.** Input data *.rd*.



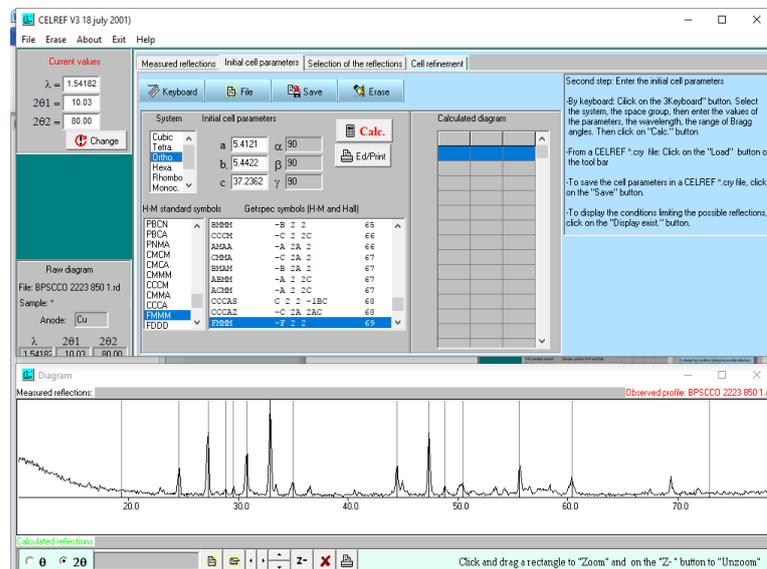
**Gambar 12.** Memasukkan data *.rd*.

4. Memilih puncak-puncak yang akan diukur dari spektrum XRD yang ditampilkan oleh *Celref* seperti pada Gambar 13.



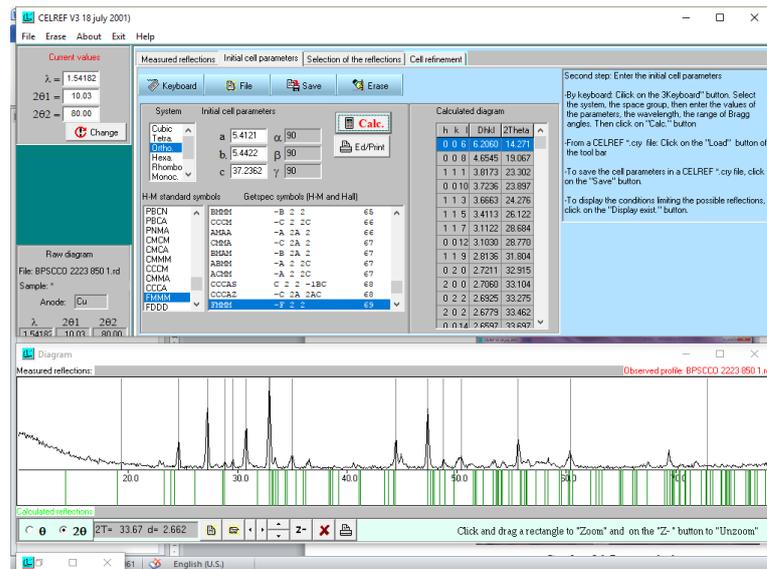
**Gambar 13.** Puncak-puncak yang akan diukur dari spektrum XRD.

- Menentukan inisial parameter sel, yaitu dengan memilih jenis kristal ortorombik tipe FMMM, dan memasukkan nilai awal kisi kristal BPSCCO-2223, yaitu  $a = 5,4121$ ;  $b = 5,44220$ ; serta  $c = 37,2362$ , yang ditunjukkan pada Gambar 14.



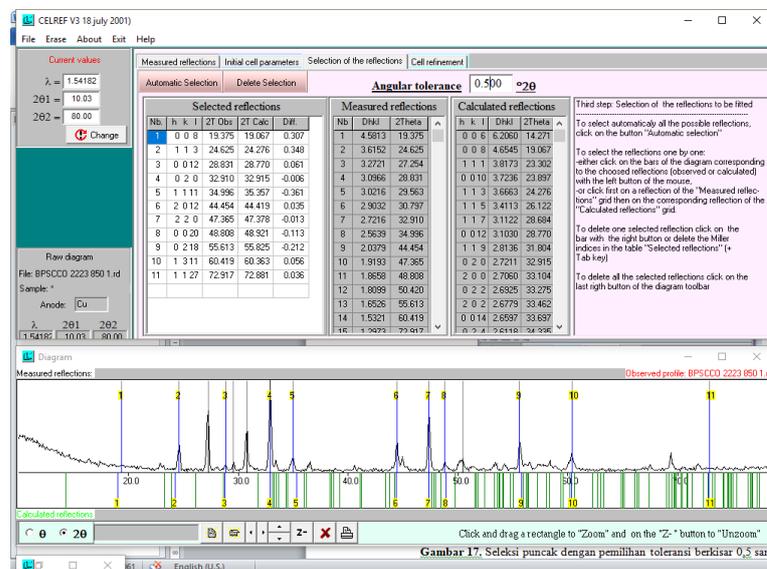
**Gambar 14.** Inisial parameter sel, yaitu dengan memilih jenis kristal ortorombik tipe FMMM.

- Melakukan proses *calculate* pada *celref* yang ditunjukkan pada Gambar 15.



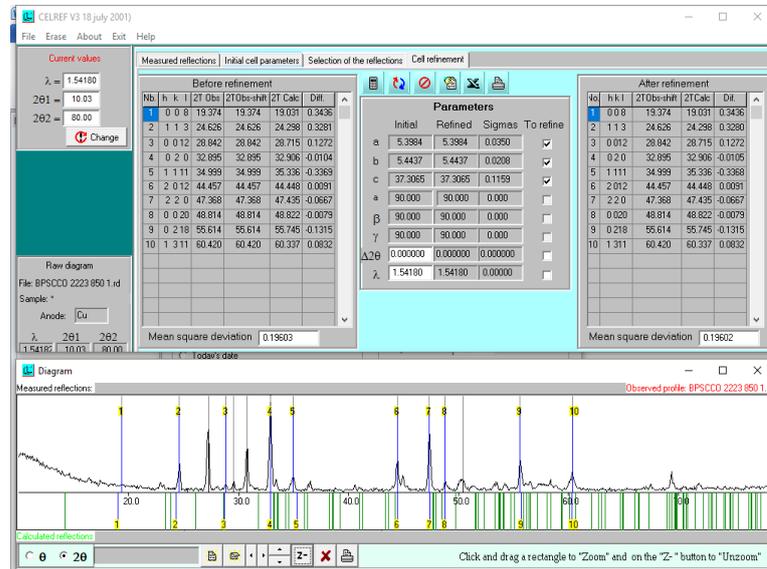
Gambar 15. Proses calculate.

- Melakukan seleksi puncak dengan pemilihan toleransi berkisar 0,5 sampai dengan 1,0 seperti pada Gambar 16.



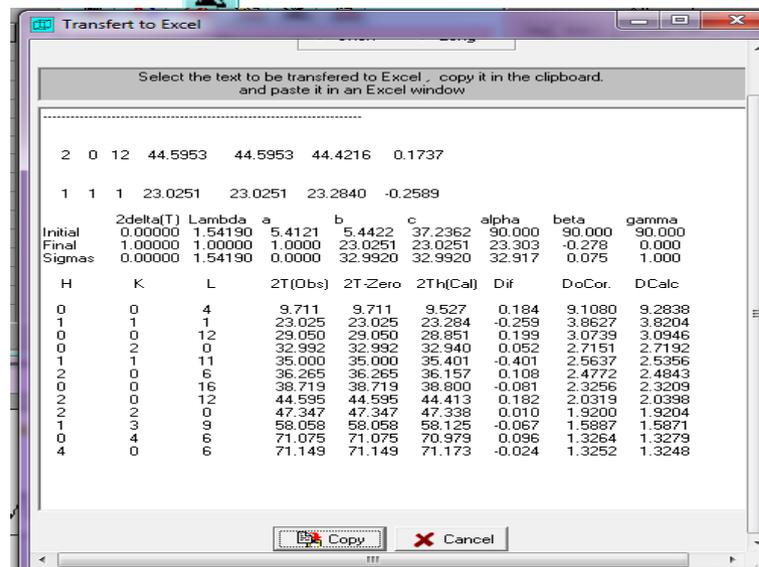
Gambar 16. Seleksi puncak dengan pemilihan toleransi berkisar 0,5 sampai dengan 1,0.

8. Kemudian melakukan *refine* data sampai mendapatkan hasil yang sesuai antara inisial sebelum di-*refine* dan setelah di-*refine* ditunjukkan pada Gambar 17.



Gambar 17. Hasil *refine* terbaik.

9. Membuka *database excel* (excel) seperti pada Gambar 18.



Gambar 18. Hasil *database excel* setelah di-*refine*.

10. Menentukan intensitas yang diperoleh dengan mencari nilai yang mendekati  $2T(\text{Obs})$  di *database excel* terhadap data asli XRD seperti yang ditunjukkan pada Gambar 19.

The screenshot shows a Microsoft Excel spreadsheet titled 'xrd hasil fix'. The spreadsheet contains the following data:

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
15	1	1	3	24.6256	24.2976	0.3280				
16										
17		2delta(T)	Lambda	a	b	c	alpha	beta	gamma	
18	Initial	0	1.5418	5.3984	5.4437	37.3065	90	90	90	
19	Final	1	1	3	24.6256	24.6256	24.298	0.328	0	
20	Sigmas	0	1.5418	0	32.8953	32.8953	32.906	-0.01	1	
21										
22	H	K	L	2T(Obs)	2T-Zero	2Th(Cal)	Dif	DoCor.	DCalc	intensitas
23										
24	0	0	8	19.374	19.374	19.031	0.344	4.5814	4.6633	391
25	1	1	3	24.626	24.626	24.298	0.328	3.615	3.6631	937
26	0	0	12	28.842	28.842	28.715	0.127	3.0955	3.1089	425
27	0	2	0	32.895	32.895	32.906	-0.01	2.7227	2.7218	2295
28	1	1	11	34.999	34.999	35.336	-0.337	2.5637	2.54	552
29	2	0	12	44.457	44.457	44.448	0.009	2.0378	2.0382	902
30	2	2	0	47.368	47.368	47.435	-0.067	1.9191	1.9166	1651
31	0	0	20	48.814	48.814	48.822	-0.008	1.8656	1.8653	506
32	0	2	18	55.614	55.614	55.745	-0.132	1.6525	1.649	915
33	1	3	11	60.42	60.42	60.337	0.083	1.5321	1.534	635

**Gambar 19.** Menentukan nilai intensitas.

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### A. Kesimpulan

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

1. Suhu sintering berpengaruh terhadap tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223, ditunjukkan dengan nilai fraksi volume (Fv) yang semakin besar seiring bertambahnya suhu sintering. Tingkat kemurnian fase superkonduktor BPSCCO-2223 terkecil dengan nilai fraksi volume (Fv) pada BPSCCO-2223-850 = 58,25% dan terbesar BPSCCO-2223-865 = 87,20 %.
2. Berdasarkan hasil SEM semua sampel superkonduktor BPSCCO-2223 telah terorientasi serta ruang kosong antar lempengan (*void*) juga relatif lebih sedikit. Tetapi sampel yang memiliki nilai derajat orientasi lebih tinggi mempunyai bentuk kristal yang lebih baik. Hal ini bersesuaian dengan nilai derajat orientasi (P) terkecil pada BPSCCO-2223-860 = 21,16 %, dan terbesar pada BPSCCO-2223-855 = 27,64 %.

### B. Saran

Untuk mendapatkan bahan superkonduktor dengan tingkat kemurnian fase yang lebih baik perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan memakai penambahan doping selain Pb, variasi waktu kalsinasi dan sintering.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abbas, M.M., Abbas, L. K., and Bahedh, H.S. 2015. Superconducting properties of  $\text{BiSb}_x\text{Pb}_{0,3}\text{Sr}_{1,9}\text{Ba}_{0,1}\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$  compounds. *Journal of Applied Science Research*. Vol. 11. No. 22. Pp. 164-172.
- Abdullah, Mikrajuddin 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.
- Astuti, F., Malik, A. B., and Darminto. 2013. Magnetic properties of superconductors Bi-2212 and (Bi,Pb)-2212 nanoparticles synthesized by dissolved method. *Padjadjaran Internasional Physics Symposium*. Vol. 1554. No. 97. Pp. 97-100.
- Barnes, P. N., Michael, D. S., and Gegory, L. R. 2005. Review of High Power Density Superconducting Generator: Present State and Prospects for Incorporating YBCO Windings. *Cryogenics*. No 45. Pp. 670-686.
- Beiser, A. 1963. *Konsep Fisika Modern*. Erlangga. Jakarta.
- Callister, W. D. 2003. *Material Science and Engineering An Introduction*. Inggris. John Wiley and Sons, Inc.
- Cullity, B. D. 1992. *Element of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. Washington, D.C.
- Darminto, A.A., Nugroho, A., Rusydi, A.A., Menovsky, dan W. Loeksmanto. 1999. Variasi tekanan oksigen dalam penumbuhan kristal tunggal superkonduktor  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  dan pengaruhnya. *PROC. ITB*. Vol. 31. No. 3. Hal. 121-127.
- Darminto, dan Widodo, H. 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 kopresipitasi dan pencampuran basah. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*. Vol. 28. No. 1. Hal. 6-9.

- Dewi, Y. P. 2016. Pengaruh komposisi pada sifat struktur dan superkonduktivitas Fe(Se,Te) dipreparasi dengan metode metalurgi serbuk. *Skripsi*. Universitas Airlangga. Surabaya.
- Fajri, E. Y. 2015. Karakterisasi bahan superkonduktor  $Pb_3Sr_4Ca_3Cu_6O_x$  dengan variasi suhu sintering menggunakan metode reaksi padatan. *Skripsi*. Universitas Sebelas Maret. Surakarta.
- Fallaharani, H., Saeid, B., Arman, S., Daniela, S., Francesco, T., Davide, M., and Nastaran, R. 2017. The influence of head treatment on the microstructure, flux pinning and magnetic properties of bulk BSCCO samples prepared by sol-gel route. *Ceramic Internasional*. Vol. 128. No. 12. Pp. 1-25.
- 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.
- Fistiani, 2016. *Superkonduktor*.  
[Coretanhian.blogspot.co.id/2016/11/superkonduktor.html](http://Coretanhian.blogspot.co.id/2016/11/superkonduktor.html). Diakses pada 4 Februari 2018 Pukul 19.00 WIB.
- Hcamargo, M. J. A., Espitia, D., and Baquero, R. 2014. First principles study of electronic structure of  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ . *Revista Mexicana de Fisica*. No. 60. Pp. 39-45.
- Herlyn. 2008. Pengaruh lama pemanasan terhadap konduktivitas normal superkonduktor overdoped Pb  $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$  dengan metode melt-textured. *Skripsi*. Universitas Negeri Malang. Malang.
- Hermiz G.Y., Aljurani B. A., and Beayaty M. A. 2014. Effect of Mn substitution on the superconducting properties of  $Bi_{1.7}Pb_{0.3}Sr_2Ca_{2-x}Mn_xCu_3O_{10+\delta}$ . *International Journal of Engineering and Advanced Technology (IJEAT)*. Vol 3. No. 4. Pp. 213-217.
- Imaduddin, A., Bintoro, S., Andika, W. P., Pius, S., Anton, S., Sigit, D. Y., dan Hendrik. 2014. Analisa hambatan jenis listrik pada kawat superkonduktor dengan memakai alat cryogenic. *Prosiding Seminar Bahan Metalurgi*. Hal. 41-46.
- Jabur, A. R. 2012. Bi-2223 High temperature superconductor wires in silver sheath, filament diameter effect on critical temperature and current density. *Energy Procedia*. No. 18. Pp. 254–264.
- Khafifah, K. 2011. Nanokristalisasi superkonduktor  $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O$  dengan variasi kalsinasi dan sintering melalui metode pencampuran basah. *Skripsi*. Institut Teknologi Sepuluh Noverber. Surabaya.

- Laugier, J. and Bochu, B. 1999. *Basic Demonstration of Celref Unit-Cell Refinement Software on a Multiphase System*.  
<http://www.ccp14.ac.uk/tutorial/lmgp/celref.html>. Diakses pada 02 Februari 2018 pukul 20.45 WIB
- Lehndroff, B. R. 2001. *High-Tc Superconductors for Magnet and Energi Technology*. Springer-Verlag. Berlin.
- Lusiana. 2013. Proses pembuatan bahan superkonduktor BSCCO dengan metode padatan. *Majalah Metalurgi*. Vol. 28. No. 2. Hal. 73-82.
- Majewski, P. J., Stefanie, K., and Fritz, A. 1997. Fundamental material aspects underlying the preparation of high-temperature superconducting (Bi,Pb) ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*. Vol. 80. No. 5. Pp. 1174-1180.
- Mannabe, C. 1988. Superstructure of the superconductor  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$  by high resolution electron microscopy. *Journal of Nature*. Vol. 333. No. 6168. Pp. 52-53.
- Marhaendrajaya, I. 2001. Eksperimen pembentukan kristal BPSCCO-2223 dengan metoda lelehan. *Berkala Fisika*. Vol. 4. No. 2. Hal. 33-40.
- Marlianto, E. 2008. Studi ultrasonik pada superkonduktor suhu tinggi. *Skripsi*. Universitas Sumatra Utara. Medan.
- Meretliev, S. H., Sadykov, K. B., and Berkeliev, A. 2000. Doping of high temperature superconductors. *Turk J Physic*. No. 24. Pp. 39-48.
- Mohammed, N. H., Ramadhan, A., Ali, I. A., Ibrahim, I. H., and Hassan, M. S. 2012. Optimizing the preparation conditions of Bi-2223 superconducting phase using PbO and  $\text{PbO}_2$ . *Materials Sciences and Applications*. No. 3. Pp. 224-233.
- Ningrum, A. S. 2006. Variasi suhu kalsinasi dan sintering pada sintesis superkonduktor Bi-2212 dengan doping Pb (BPSCCO-2212). *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Nurmalita. 2011. The effect of Pb dopant on the volume fraction of BSCCO-2212 superconducting crystal. *Jurnal Natural*. Vol. 11. No. 2. Pp. 52-57.
- Nurmalita. 2012. Suhu kritis superkonduktor  $\text{Bi}_{2-x}\text{Pb}_x\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_y$ . *Jurnal Sains MIPA*. Vol. 18. No. 3. Hal. 83-90.
- Oktaviana, A. 2009. *Tugas Makalah Teknologi Penginderaan Mikroskopi*. Universitas Sebelas Maret. Surakarta. Hal. 14-18.

- Pikatan, S. 1989. *Mengenal Superkonduktor*.  
<http://geocities.com/mipa/article/sp/konduktor.pdf>. Diakses pada tanggal 1 Februari 2018 pukul 19.31 WIB.
- Pradhana, I. G. C., Wayan, G. S., dan I Gusti, A. W. 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.
- Purmawargrapatala, Y. 2009. Sintesis Superkonduktor  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  secara kopresipitasi untuk aplikasi industri nuklir. *Urania*. Vol. 15. No. 14. Hal. 221-229.
- 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 Sebelas Maret. Surakarta.
- Rahardjo, D. T., dan Surantoro. 2016. Optimasi komposisi molar awal *off-stoichiometri* pada sintesis superkonduktor sistem Bi-2223. *Jurnal Berkala Fisika Indonesia*. Vol. 8. No. 1.
- Reed, S.J.B. 2005. *Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geolog*. Cambridge University Press. New York. Pp. 41-77.
- Reviana, F. 2013. Pembentukan fase superkonduktor Bi-2223 dengan doping Pb (BPSCCO-2223) pada kadar Ca = 2,10 dengan variasi suhu sintering. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Robinson, J.W., Eillen, M.S.F and George, M.F. 2005. *Undergraduate Instrument Analysis Sixth Edition*. Marcell Dekker. New York.
- 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.
- Roumie, M., Marhaba, S., Awad R., Kork M., Hassan I., and Mawassi R. 2014. Effect of  $Fe_2O_3$  nano-oxide addition on the superconducting properties of the (Bi,Pb)-2223 phase. *Journal of Supercond Nov Magn*. No. 27. Pp. 143-15.
- Santosa, U., Fuad, A., Agung, I., dan Dwi, T R. 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.

- Sembiring, S. W., Motlan, dan Abd, H. S. 2016. Kristalisasi superkonduktor BSCCO (2212) dan pengaruh penambahan doping Pb dengan metode padatan. *Jurnal Einstein*. Vol. 4. No. 1. Hal. 39-43.
- Siswanto. 2002. Sintesis superkonduktor keramik BSCCO fase Tc tinggi (2223) melalui route sol gel. *Skripsi*. Universitas Airlangga. Surabaya.
- Sharma, D., Kumar, R., and Awana, V. P. S. 2013. DC and AC susceptibility study of sol-gel synthesized  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+x}$  Superconductor. *Ceramic International*. No. 39. Pp. 1143-1152.
- Shimbasi and Minato-ku. 2003. Present situation of bulk superconductor application research. *Internasional Superconducting Tevchnology Center Winter*. No. 1. Pp. 16-18.
- Smallman, R.E dan Bishop, R.J. 2000. Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Meterial. Jakarta. Erlangga.
- Strobel, P., Toledano, J. C., Morin, D., Schneck, J., Vaquir, G., Monnereau, O., Primot, J. and Fournier, T. 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 Physic C Superconductivity*. Vol. 201. Pp. 27-42.
- Subagja, B. 2007. Pengaruh variasi persen berat Bi dan pemberian tekanan pada parameter kisi dan ukuran kristal sistem bahan Sn-Ci-Bi dan Sn-Cu. *Skripsi*. Universitas Indonesia. Depok.
- Subarwati, Y. 2013. Sintesis superkonduktor Bi-2223 dengan dopan Pb (BPSCCO-2223) pada kadar Ca= 2,10 pada berbagai suhu sintering. *Skripsi*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Sukirman, E. W. A., Adi, D. S., Winatapura, dan Sulung B. G. T. 2003. Review kegiatan ligbang superkonduktor Tc tinggi. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol. 4. No. 2. Hal. 30-39.
- Sumadiyasa, M. 2007. Pengaruh penggantian Ca dengan Nd pada pembentukan fase Bi-2223 pada superkonduktor sistem (Bi-Pb)-Sr-Ca-Cu-O:  $(\text{Bi}_{1,4}\text{Pb}_{0,6})(\text{Sr}_2\text{Nd}_x)\text{Cu}_3\text{O}_6$ . *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol. 8. No. 1. Hal. 1-5.
- Suprihatin. 2002. Sintesis Superkonduktor Bi-2212 dengan Kehadiran KCl. *Tesis*. Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- 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.
- Tinkham, M. 1996. *Introduction to Superconductivity (Second Edition)*. McGraw-Hill, Inc. Singapore. Pp. 2-3.

- Vlack, V. L. H. 2001. *Elemen-Elemen Rekayasa Bahan*. Erlangga. Jakarta. Hal. 30-33.
- Verma, I. R., Kumar, V., Ganesan, A., and Banergee. 2012. Sintesis and magnetic properties of  $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$  superkonduktor. *Supercond Nov. Magn.* No. 25. Pp. 785-789.
- Windartun. 2008. Superkonduktor. *Skripsi*. Universitas Pendidikan Indonesia. Bandung.
- Wuryanto. 1996. *Kumpulan Hasil Penelitian Kelompok Superkonduktor Riset Unggulan Terpadu-1*. PSTM-BATAN. Serpong.
- Yulianti, N. 2004. Sintesis dan struktur mikro kristal superkonduktor Bi,Pb-2212 dengan metode self-flux. *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol. 5. No. 1. Hal. 8-14.
- Yuliati, T. 2010. Sintesis superkonduktor BPSCCO/Ag menggunakan metode padatan. *Skripsi*. Universitas Sebelas Maret. Surakarta.
- Zakaria. 2003. Analisis kandungan mineral magnetik pada batuan beku dari daerah istimewa yogyakarta dengan metode X-Ray Diffraction. *Skripsi*. Universitas Haluoleo. Kendari.
- Zhou, W., and Wang, Z.L. 2006. *Scanning Microscopy for Nanotechnology Techniques and Application*. Springer. Washington, D.C.