

## PEMBENTUKAN FASA Y211 DALAM MATRIKS FASA Y123 SUPERKONDUKTOR $YBa_2Cu_3O_x$

E. Sukirman, Wisnu Ari Adi, Didin S. Winatapura dan Yustinus M. P.

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN

Kawasan Puspipstek, Serpong 15314, Tangerang.

### ABSTRAK

**PEMBENTUKAN FASA Y211 DALAM MATRIKS FASA Y123 SUPERKONDUKTOR  $YBa_2Cu_3O_x$ .** Pembentukan fasa Y211 ( $Y_2BaCuO_5$ ) dalam matriks fasa 123 ( $YBa_2Cu_3O_x$ ) telah diteliti. Tujuan penelitian adalah menentukan periode waktu reaksi antara fasa cair *L* ( $3BaCuO_2+2CuO$ ) dengan fasa Y211 sedemikian sehingga diperoleh 25 % berat fasa Y211 dan 75 % berat fasa Y123. Percobaan dilakukan dengan cara melelehkan pelet Y123 di atas pelet Y211 sebagai alas. Periode waktu reaksi adalah periode waktu pelelehan fasa Y123. Pembentukan fasa Y211 didasarkan pada reaksi kimia :  $2YBa_2Cu_3O_x \rightarrow Y_2BaCuO_5 + 3BaCuO_2 + 2CuO$ . Analisis kualitatif dan kuantitatif fasa-fasa dilakukan dengan teknik difraksi sinar-X metode *Rietveld*. Superkonduktivitas bahan diamati dengan uji efek *Meissner*. Struktur permukaan cuplikan dievaluasi dengan *SEM* (*Scanning Electron Microscope*). Kadar fasa Y211 menyusut dari 47 % berat pada  $t = 12$  menit menjadi 18 % berat pada  $t = 15$  menit dan kuantitas fasa Y211 meningkat lagi dengan bertambahnya periode waktu reaksi hingga dicapai harga 37 % berat pada  $t = 18$  menit. Pada  $t > 18$  menit, kadar fasa Y211 cenderung tetap antara 33 % berat hingga 35 % berat. Semua cuplikan yang memiliki kadar fasa Y211 kurang dari 47 % berat, menampilkan efek *Meissner*. Struktur mikro permukaan cuplikan tidak bertekstur, serupa dengan cuplikan produk *sinter*. Jika reaksi fasa Y211 dan fasa cair *L* dilangsungkan dalam waktu  $t = 14$  menit dan atau 16,5 menit, maka dapat dihasilkan 25 % berat dan 75 % berat berturut-turut fasa Y211 dan fasa Y123.

**Kata kunci :** Periode waktu reaksi, pembentukan fasa Y211, *Rietveld*

### ABSTRACT

**THE Y211 PHASE FORMATION IN THE Y123 PHASE MATRIX OF  $YBa_2Cu_3O_x$  SUPERCONDUCTOR.** The Y211 ( $Y_2BaCuO_5$ ) phase formation in the matrix of Y123 ( $YBa_2Cu_3O_x$ ) phase have been investigated. The purpose of this research is to determine the time needed for the reaction between the liquid phase *L* ( $3BaCuO_2+2CuO$ ) and the Y211 phase in such away that being produced 25 weight % and 75 weight % of the Y211 and Y123 phase, respectively. The experiments were carried out by melting the Y123 pellet on the Y211 phase as a crucible. The Y211 phase formation is based on the chemical reaction :  $2YBa_2Cu_3O_x \rightarrow Y_2BaCuO_5 + 3BaCuO_2 + 2CuO$ . The quantitatively and the qualitatively phase analysis were performed by X-ray diffraction technique using the *Rietveld* method. The superconductivity of the samples were observed by the *Meissner* test. The microstructure of the sample were evaluated by means of the *Scanning Electron Microscope* (*SEM*). Start with the reaction time of  $t = 12$  minute, the Y211 phase content is 47 weight % and decreases to be 18 weight % after  $t = 15$  minute reached. However at the time further, the Y211 phase increases to be 37 weight % at  $t = 18$  minute. On  $t > 18$  minute, the Y211 phase tend to be fixed at the value of around 33 weight % until 35 weight %. The whole samples having less than 47 weight % of the Y211 phase show the *Meissner* effect. The micro structures are similar with the one of the sintered samples. If the times for the reaction between the liquid phase *L* and the Y211 phase are set at  $t = 14$  and/or 16.5 minute, then it might be produced 25 weight % and 75 weight % of the Y211 and Y123 phase, respectively.

**Key words :** Reaction period, Y211 phase formation, *Rietveld*

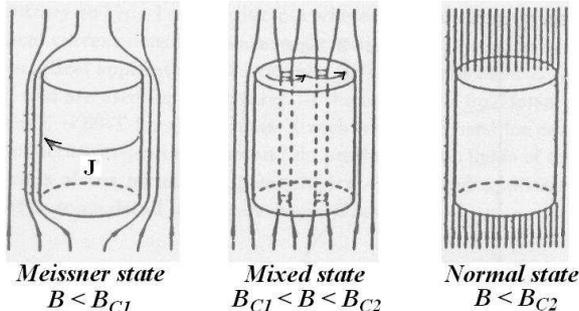
### PENDAHULUAN

Aplikasi bahan superkonduktor dalam industri sangat menjanjikan pada masa mendatang, terutama dalam bidang industri tenaga listrik. Antara lain untuk sistem pengaman jaringan listrik yang disebut *Superconducting Fault Current Limiter* (*SFCL*) [1-4] dan sistem penyimpan energi yang disebut *Superconductor Magnet Bearing* (*SMB*) [5-8].

Kegiatan litbang *SFCL* di kelompok superkonduktor, BKAN - PTBIN telah sampai kepada tahap pembuatan semi prototipe. Langkah selanjutnya, yakni pembuatan prototipe *SFCL* yang akan ditawarkan kepada bidang (lembaga) lain yang berkompeten. Sedangkan litbang superkonduktor untuk *SMB* baru dimulai.

Salah satu penyebab superkonduktor memiliki aplikasi yang luas karena pada suhu  $T$  yang lebih kecil dari suhu transisi kritis  $T_c$ , maka induksi magnet  $B$  di dalam superkonduktor berharga nol. Jadi, ketika superkonduktor didinginkan hingga di bawah  $T_c$  dalam lingkungan medan magnet eksternal tertentu, maka kuat medan magnet di dalam superkonduktor menjadi nol. Ini berarti fluksi magnetik ditolak dari bagian dalam superkonduktor. Efek penolakan medan magnet ini disebut efek *Meissner-Ochsenfeld* dan bahan berada dalam keadaan *Meissner (Meissner state)* [9].

Ada dua tipe superkonduktor, yakni superkonduktor tipe-I dan tipe-II. Superkonduktor tipe-I adalah superkonduktor yang menghalau seluruh fluksi magnetik atau sama sekali tidak mampu mengusir fluksi magnetik sehingga bahan akhirnya menjadi normal kembali. Medan yang diperlukan untuk menghilangkan superkonduktivitas cuplikan disebut medan kritis  $B_c$ . Pada superkonduktor tipe-II ada dua medan kritis, yakni medan kritis bawah,  $B_{c1}$  dan medan kritis atas,  $B_{c2}$ . Pengusiran seluruh fluksi magnetik dari bahan superkonduktor hanya terjadi hingga medan  $B_{c1}$ . Jadi jika medan terpasang lebih kecil  $B_{c1}$ , superkonduktor tipe-II berperilaku persis seperti superkonduktor tipe-I di bawah  $B_c$ . Jika medan terpasang berkekuatan antara  $B_{c1}$  dan  $B_{c2}$ , fluksi magnetik sebagian menembus ke dalam bahan. Antara  $B_{c1}$  dan  $B_{c2}$  superkonduktor dikatakan ada dalam keadaan tercampur (*mixed state*). Di atas  $B_{c2}$  bahan kembali ke keadaan normal (*normal state*). Penetrasi fluksi magnetik pada superkonduktor tipe-II ditunjukkan pada Gambar 1 [9].



Gambar 1. Penetrasi fluksi magnetik pada superkonduktor tipe-II.

Pada daerah medan magnet :  $B_{c1} < B < B_{c2}$ , fluksi magnetik sebagian menembus cuplikan superkonduktor dalam bentuk filamen-filamen mikroskopik kecil yang disebut *vorteks*. Diameter *vorteks* pada superkonduktor konvensional adalah sekitar 100 nm. *Vorteks* terdiri dari teras normal, dimana medan magnet yang besar menembus teras tersebut. *Vorteks* dikelilingi oleh daerah superkonduksi, pada daerah superkonduksi mengalir arus super, arus super tersebut berperan mempertahankan medan di dalam teras. Setiap *vorteks* membawa fluksi magnetik sebesar  $\Phi_0 = 2,067 \times 10^{-15}$  Weber dan induksi magnet  $B$  dikaitkan

secara langsung dengan jumlah *vorteks* per  $m^3$  ( $n$ ) melalui persamaan :  $B = n \Phi_0$ .

Jika bahan dialiri arus listrik, arus akan menggeser *vorteks*. *Vorteks* yang sedang bergerak menciptakan medan listrik  $E$  yang memenuhi persamaan:  $E = dF/dt$ . Akibat adanya medan listrik tersebut, maka arus  $J$  melepaskan energi sebesar  $E.J$ . Disipasi energi ini ekuivalen dengan resistivitas  $\tilde{n} > 0$  W.cm. Oleh karena itu perlu usaha agar arus yang lebih besar tetap dapat dialirkan tanpa terjadi disipasi energi di atas  $B_{c1}$ . Caranya adalah dengan menjaga agar *vorteks* tidak bergerak atau sekurang-kurangnya tidak mudah bergerak ketika arus dialirkan. Hal ini dapat dicapai dengan menjepit *vorteks* atau menjepit fluksi magnetik. Masalahnya, apa yang bisa dijadikan sebagai penjepit *vorteks* dan bagaimana menghadirkan penjepit-penjepit *vorteks* tersebut di dalam superkonduktor .

Untuk superkonduktor  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , yang adalah superkonduktor tipe-II, ternyata partikel-partikel fasa Y211 bisa berperan sebagai pusat-pusat jepitan bagi *vorteks* [2]. Fasa Y211, yang biasa disebut fasa hijau, adalah fasa non superkonduktif memiliki rumus kimia :  $Y_2BaCuO_5$ . Salah satu upaya untuk menumbuhkan partikel-partikel fasa Y211 tersebut di dalam matriks fasa  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (Y123) adalah dengan proses pelelehan yang disebut *MTG (Melt Textured Growth)* [10]. Masalah yang sering dijumpai dengan pemanfaatan metode pelelehan ini adalah selain pelet yang dihasilkan tidak rata lagi (melengkung), juga kesulitan mengontrol kadar fasa Y211 yang terbentuk, padahal kuantitas optimum fasa Y211 untuk menjepit *vorteks* adalah 25 % berat Y211 di dalam matriks Y123 [10].

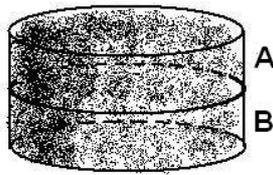
Dalam penelitian ini dilakukan proses *MTG* menggunakan fasa Y211 sebagai bantalan (*crucible*), dimana biasanya proses *MTG* dilakukan memakai perahu alumina sebagai *crucible*. Gagasan ini muncul karena pembentukan fasa  $Y_2BaCuO_5$  (Y211) dari fasa  $YBa_2Cu_3O_x$  (Y123) adalah didasarkan pada reaksi kimia :



Reaksi kimia tersebut juga bisa berjalan dalam arah sebaliknya. Pada  $T \approx 1010^\circ C$ , fasa Y123 akan terurai menjadi Y211 dan fasa cair  $L$  ( $3BaCuO_2 + 2CuO$ ) [10]. Pada penelitian ini dirancang suatu percobaan, dimana Y123 murni dilelehkan di atas bantalan Y211, sehingga ketika Y123 terurai menjadi fasa cair  $L$  dan Y211, maka fasa cair  $L$  langsung bereaksi dengan bantalan Y211 membentuk Y123 kembali yang kaya Y211. Tujuan penelitian adalah menentukan periode waktu reaksi antara fasa cair  $L$  ( $3BaCuO_2 + 2CuO$ ) dengan fasa Y211 sedemikian sehingga diperoleh 25 % berat fasa Y211 dan 75 % berat fasa Y123.

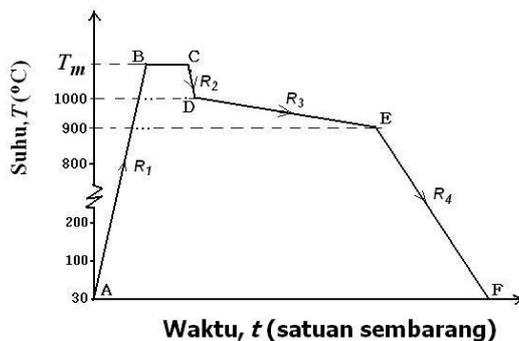
## METODE PERCOBAAN

Disiapkan cuplikan  $YBa_2Cu_3O_x$  (A) dan  $Y_2BaCuO_5$  (B) yang telah dibuat pada penelitian



Gambar 2. Pelet Y123 dilelehkan diatas bantalan pelet Y211.

sebelumnya [11]. Kedua cuplikan A dan cuplikan B disusun seperti ditunjukkan pada Gambar 2, kemudian di bakar di dalam tungku pada suhu  $T_m$  ( $^{\circ}C$ ) selama  $t_m$  (jam), laju pemanasan  $R_1 = 300^{\circ}C/jam$ . Cuplikan kemudian didinginkan ke  $1000^{\circ}C$  dengan laju  $R_2 = 400^{\circ}C/jam$ . Selanjutnya didinginkan secara lambat ke  $960^{\circ}C$  dengan laju  $R_3 = 10^{\circ}C/jam$  dan kemudian didinginkan lagi ke suhu ruang dengan laju  $R_4 = 60^{\circ}C/jam$ . Seluruh proses perlakuan panas ini dilakukan sesuai dengan diagram pada Gambar 3.



Gambar 3. Proses pelelehan  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ .

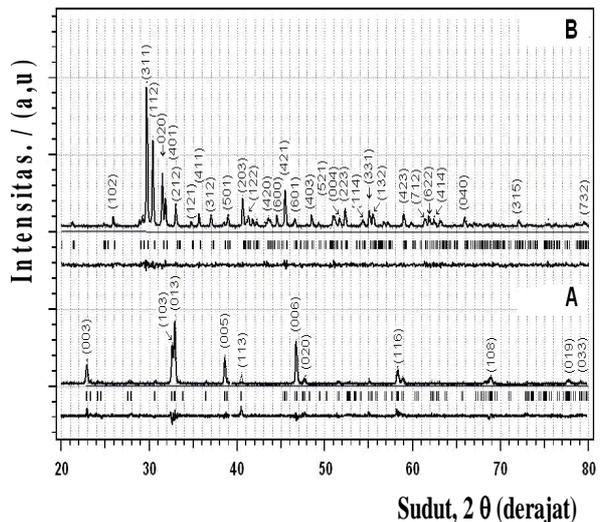
Pada langkah pertama, cuplikan A dilelehkan pada suhu  $T_m$  ( $^{\circ}C$ ) selama  $t = 12$  menit dengan beralaskan pelet B. Suhu leleh divariasikan, yakni  $T_m = 1010^{\circ}C$ ,  $1015^{\circ}C$ ,  $1020^{\circ}C$ ,  $1030^{\circ}C$ ,  $1040^{\circ}C$ ,  $1050^{\circ}C$ ,  $1060^{\circ}C$ ,  $1070^{\circ}C$ ,  $1080^{\circ}C$ ,  $1090^{\circ}C$  dan  $1100^{\circ}C$ . Tujuan penelitian pada tahap ini adalah menentukan suhu leleh  $T_m$ , sehingga pada suhu leleh tersebut diperoleh sejumlah fasa cair optimum. Yang dimaksud sejumlah fasa cair optimum adalah sejumlah fasa cair tertentu yang membentuk fasa Y211 dan fasa Y123 yang bebas kontaminan. Kemudian pada langkah kedua, dilakukan variasi waktu leleh  $t_m$ , sehingga pada periode waktu tersebut terjadi reaksi optimum antara fasa cair L dan fasa Y211. Yang dimaksud dengan reaksi optimum adalah diperoleh fasa Y123 yang mengandung sekitar 25 % fraksi massa Y211. Dalam hal ini dilakukan variasi waktu leleh,  $t_m = 12$  menit, 15 menit, 18 menit, 21 menit dan 24 menit.

Analisis fasa-fasa pada cuplikan dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif dengan teknik difraksi sinar-X metode analisis *Rietveld*. Superkonduktivitas bahan dikarakterisasi dengan uji efek *Meissner*. Sedangkan struktur permukaan bahan dianalisis dengan *SEM* (*Scanning Electron Microscope*).

Semua percobaan dilakukan di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), Kawasan Puspipstek, Serpong, Tangerang, Banten.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

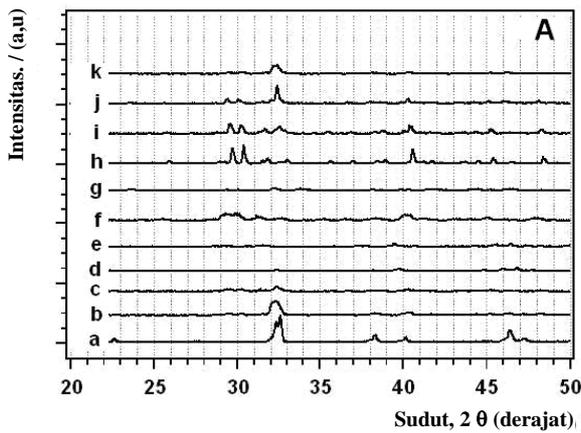
Gambar 4 adalah pola difraksi dari cuplikan A dan cuplikan B sebelum dilakukan proses perlakuan panas. Tampak pada gambar tersebut bahwa profil pola difraksi hasil kalkulasi (garis malar) berimpit dengan profil data observasi (garis titik-titik). Kualitas *fitting* dapat dilihat pada profil selisih harga intensitas hasil pengamatan dan hasil kalkulasi, dimana deviasi intensitas terhadap sudut  $2\theta$ , relatif kecil baik untuk A (Gambar 4a) maupun untuk B (Gambar 4b). Hal ini berarti bahwa parameter *fitting* baik di dalam cuplikan A, maupun cuplikan B sesuai dengan asumsi, yakni parameter-parameter fasa tunggal.



Gambar 4. Profil pola difraksi sinar-X dari cuplikan A dan B hasil analisis dengan metode *Rietveld*, dimana A dan B berturut-turut hanya mengandung fasa Y123 dan fasa Y211.

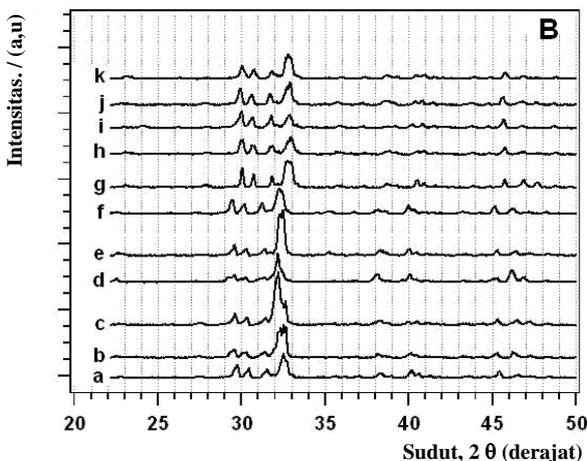
Cuplikan A terdiri dari fasa Y123, memiliki sistem kristal : ortorombik, grup ruang : Pmmm, Vol. I, No. 47; parameter kisi:  $a = 3,888(1) \text{ \AA}$ ,  $b = 3,823(1) \text{ \AA}$ ,  $c = 11,685(3) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$  dan faktor  $S = 1,22$ . Cuplikan B terdiri dari fasa Y211, memiliki sistem kristal : ortorombik, grup ruang : Pnma, Vol. I, No. 62; parameter kisi:  $a = 12,167(2) \text{ \AA}$ ,  $b = 5,654(1) \text{ \AA}$ ,  $c = 7,125(1) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$  dan faktor  $S = 1,04$ . Kualitas *fitting* (*goodness of fitting*) juga dapat dilihat dari harga faktor  $S$ , dimana nilai standar *Rietveld* adalah  $S_{st} = 1,30$  [12], semakin kecil harga faktor  $S$  semakin baik kualitas *fitting*. Tampak bahwa kedua profil pola difraksi Gambar 4a dan Gambar 4b memiliki faktor  $S$  yang kecil, bahkan lebih kecil dari harga  $S_{st}$ . Jadi kedua cuplikan masing-masing hanya menampilkan pola difraksi fasa Y123 dan fasa Y211. Artinya kedua cuplikan A dan cuplikan B berturut-turut adalah murni fasa Y123 dan fasa Y211 tidak ada fasa lain, sejauh dalam batas-batas ketelitian alat ukur.

Setelah dilakukan proses perlakuan panas, data difraksi dari cuplikan A dan bantalan B berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 5 dan Gambar 6. Tampak pada Gambar 5, A telah terdegradasi dan ternyata suhu leleh berperan besar terhadap proses degradasi tersebut. Puncak-puncak difraksi pada rentang  $2\theta = 32^\circ\text{C}$  hingga  $33^\circ\text{C}$  adalah puncak-puncak difraksi tertinggi dari fasa Y123, yakni puncak [103] dan puncak [013]. Sedangkan puncak-puncak difraksi pada daerah  $2\theta = 29^\circ\text{C}$  hingga  $31^\circ\text{C}$  adalah puncak-puncak difraksi tertinggi dari fasa Y211, yakni puncak [311] dan puncak [112].



Gambar 5. Pola difraksi dari cuplikan A yang dilelehkan pada  $T_m = 1010^\circ\text{C}$  (a),  $1015^\circ\text{C}$  (b),  $1020^\circ\text{C}$  (c),  $1030^\circ\text{C}$  (d),  $1040^\circ\text{C}$  (e),  $1050^\circ\text{C}$  (f),  $1060^\circ\text{C}$  (g),  $1070^\circ\text{C}$  (h),  $1080^\circ\text{C}$  (i),  $1090^\circ\text{C}$  (j) dan  $1100^\circ\text{C}$  (k).

Pada  $T_m = 1010^\circ\text{C}$  (Gambar 5a) tampak bahwa sebagian besar cuplikan A masih terdiri dari fasa Y123, namun demikian fasa Y123 sudah mulai terbentuk pada cuplikan B (Gambar 6a). Sejalan dengan bertambahnya suhu leleh, kuantitas fasa Y123 di dalam cuplikan A semakin sedikit. Hal ini terlihat dengan mudah, karena puncak [103] dan puncak [013] semakin pendek

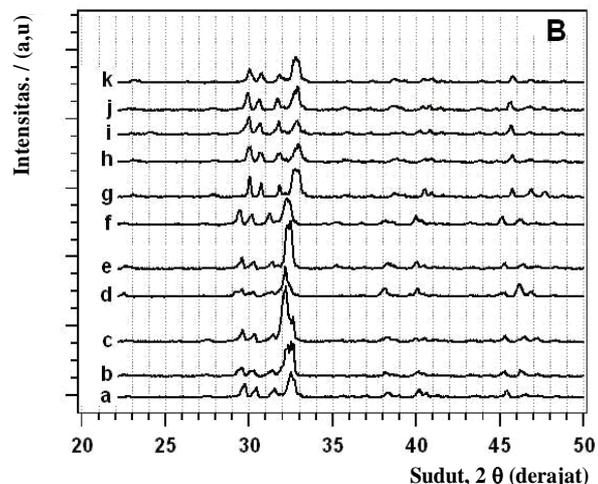


Gambar 6. Pola difraksi dari cuplikan B yang dipanaskan pada  $T_m = 1010^\circ\text{C}$  (a),  $1015^\circ\text{C}$  (b),  $1020^\circ\text{C}$  (c),  $1030^\circ\text{C}$  (d),  $1040^\circ\text{C}$  (e),  $1050^\circ\text{C}$  (f),  $1060^\circ\text{C}$  (g),  $1070^\circ\text{C}$  (h),  $1080^\circ\text{C}$  (i),  $1090^\circ\text{C}$  (j) dan  $1100^\circ\text{C}$  (k).

(Gambar 5a hingga Gambar 5g) dan pada  $T_m = 1030^\circ\text{C}$ ,  $1040^\circ\text{C}$ ,  $1050^\circ\text{C}$  dan  $1060^\circ\text{C}$  (berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 5d hingga Gambar 5g) kedua puncak tersebut hampir tidak terdeteksi lagi. Sedangkan kuantitas fasa Y123 di dalam cuplikan B semakin banyak. Hal ini terlihat dengan semakin tingginya puncak [103] dan puncak [013] pada Gambar 6a hingga Gambar 6e. Semakin sedikitnya kuantitas fasa Y123 di dalam cuplikan A dan semakin banyaknya kuantitas fasa Y123 di dalam cuplikan B adalah karena fasa Y123 di dalam cuplikan A terurai menjadi fasa cair L. Karena gaya gravitasi bumi, fasa cair L tersebut turun ke bagian bawah cuplikan A dan kemudian masuk ke dalam cuplikan B bereaksi dengan fasa Y211 membentuk fasa Y123 kembali di cuplikan B.

Di dalam cuplikan A, kuantitas fasa Y211 semakin besar dan sebaliknya kadar fasa Y123 semakin sedikit dengan bertambahnya suhu leleh. Hal ini terjadi akibat fasa Y123 terurai menjadi fasa cair L dan fasa Y211. Tampaknya dengan bertambahnya suhu leleh, semakin banyak fasa cair L yang terbentuk (setidak-tidaknya sampai  $T_m = 1080^\circ\text{C}$ ). Fasa cair L mengendap di bagian bawah cuplikan A dan kemudian masuk ke cuplikan B. Sedangkan fasa Y211 tetap berada di cuplikan A. Persentase fasa Y211 di dalam cuplikan A paling besar terjadi pada  $T_m = 1080^\circ\text{C}$  (Gambar 5h). Namun pada  $T > 1080^\circ\text{C}$ , persentase fasa Y211 menyusut kembali di dalam cuplikan A tersebut, terlihat dengan mengecilnya puncak [311] dan puncak [112].

Di dalam cuplikan B, pada  $T_m = 1050^\circ\text{C}$  (Gambar 6f), kadar fasa Y123 menyusut dibandingkan dengan kadar fasa Y123 pada  $T_m < 1050^\circ\text{C}$  dan kadar fasa Y211 meningkat. Namun demikian perbandingan kadar fasa Y123 terhadap kadar fasa Y211 pada  $T_m = 1050^\circ\text{C}$ , tampak tidak berubah. Disimpulkan bahwa fasa cair optimum diperoleh pada suhu leleh  $T_m = 1050^\circ\text{C}$  hingga  $1100^\circ\text{C}$ . Untuk menentukan fraksi massa fasa Y123 dan fasa Y211 di dalam cuplikan B



Gambar 7. Pola difraksi dari M12 (a), M15 (b), M18 (c), M21 (d) dan M24 (e) hasil analisis dengan metode Rietveld.

pada kondisi optimum tersebut, maka dilakukan analisis *Rietveld*. Dalam hal ini dilakukan pada cuplikan B yang dipanaskan pada  $T_m = 1100^\circ\text{C}$  (Gambar 6k). Hasil analisis ditunjukkan pada Gambar 7(a). Tampak pada gambar tersebut bahwa cuplikan B terdiri dari fasa Y123 dan fasa Y211. Hal ini diciri oleh kualitas *fitting* yang cukup baik, dimana  $R_{wp} = 19,11$ ;  $R_p = 14,93$  dan  $S = 1,724$ . *Fitting* terhadap fasa Y123 dapat dilakukan dengan faktor  $R_1 = 8,89$ ;  $R_F = 5,38$  dan faktor R untuk fasa Y211 :  $R_p = 10,50$  dan  $R_F = 5,57$ . Terdapat 48 % fasa Y123 dan 52 % fasa Y211.

Tabel 1. Parameter kisi, faktor R, faktor S dan fraksi berat fasa Y123 dan Y211 pada cuplikan M12, M15, M18, M21 dan M24

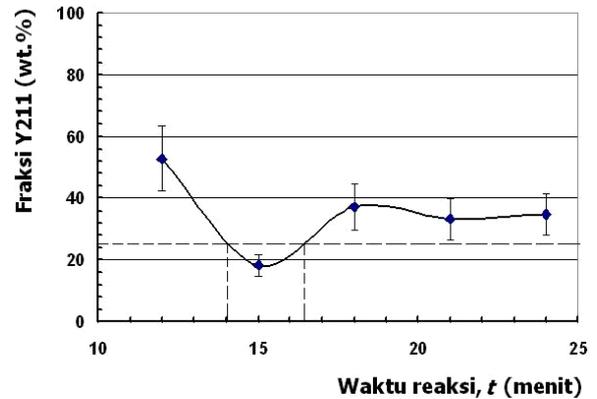
| No.                | Fasa/<br>Parameter | M12       | M15       | M18       | M21       | M24       |
|--------------------|--------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| <b>Fasa Y123 :</b> |                    |           |           |           |           |           |
| 1.                 | $a$ (Å)            | 3,881(1)  | 3,913(2)  | 3,903(1)  | 3,897(1)  | 3,884(1)  |
| 2.                 | $b$ (Å)            | 3,8367(9) | 3,843(1)  | 3,841(1)  | 3,832(1)  | 3,823(1)  |
| 3.                 | $c$ (Å)            | 11,698(3) | 11,702(5) | 11,760(5) | 11,724(5) | 11,694(5) |
| 4.                 | $R_1$              | 8,89      | 15,75     | 22,15     | 13,69     | 3,85      |
| 5.                 | $R_F$              | 5,47      | 7,47      | 12,16     | 7,29      | 2,72      |
| 6.                 | Fraksi (% wt.)     | 47,28     | 81,67     | 62,80     | 66,77     | 65,21     |
| <b>Fasa Y211 :</b> |                    |           |           |           |           |           |
| 1.                 | $a$ (Å)            | 12,160(4) | 12,34(1)  | 12,418(8) | 12,106(9) | 12,186(5) |
| 2.                 | $b$ (Å)            | 5,646(1)  | 6,021(7)  | 6,042(4)  | 5,883(4)  | 5,655(2)  |
| 3.                 | $c$ (Å)            | 7,119(1)  | 7,187(5)  | 7,225(4)  | 7,236(3)  | 7,132(3)  |
| 4.                 | $R_1$              | 10,53     | 16,60     | 25,93     | 14,04     | 5,96      |
| 5.                 | $R_F$              | 5,66      | 7,46      | 13,20     | 7,29      | 3,27      |
| 6.                 | Fraksi (% wt.)     | 52,72     | 18,33     | 37,20     | 33,23     | 34,79     |
| 7.                 | Faktor S           | 1,725     | 2,557     | 2,535     | 2,207     | 1,292     |

Tampak bahwa cuplikan B masih didominasi oleh fasa Y211 ( $\approx 52\%$ ) dan sisanya fasa Y123. Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa komposisi terbaik adalah pada cuplikan terdapat maksimum 25 % fasa Y211 yang terdistribusi secara merata dan 75 % fasa Y123 [10]. Jadi dalam percobaan ini kehadiran fasa Y211 di dalam fasa Y123 masih terlalu banyak. Agar cuplikan B terdiri dari sekitar 75 % fasa Y123 dan 25 % fasa Y211, maka periode waktu pelelehan  $t_m$  dibuat lebih lama, yakni  $t_m = 15$  menit, 18 menit, 21 menit dan 24 menit dan selanjutnya berturut-turut disebut M15, M18, M21 dan M24. Sedangkan cuplikan B dengan  $t_m = 12$  menit selanjutnya disebut M12. Jadi, periode waktu pelelehan adalah waktu berlangsungnya reaksi pembentukan fasa Y123 dari fasa Y211 dan fasa cair L.

Pola difraksi dari M15, M18, M21 dan M24 hasil analisis dengan metode *Rietveld* berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 7(b), Gambar 7(c), Gambar 7(d) dan Gambar 7(e). Tampak bahwa keempat cuplikan hanya terdiri dari fasa Y123 dan fasa Y211 sejauh dalam batas-batas ketelitian alat. Hal ini tampak dari kualitas *fitting* yang cukup baik dan harga parameter-parameter kisi dapat ditentukan dengan ketelitian hingga 3 angka di belakang koma, demikian pula harga-harga faktor R dan faktor S cukup wajar seperti terlihat pada Tabel 1.

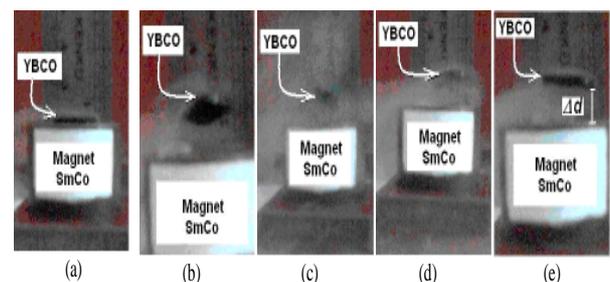
Grafik hubungan antara fraksi berat fasa Y211 terhadap periode waktu reaksi ditunjukkan pada Gambar 8. Tampak bahwa pada mulanya kadar fasa Y211 menyusut dari 47 % berat pada  $t = 12$  menit menjadi 18 % berat pada  $t = 15$  menit dan kuantitas fasa Y211 meningkat lagi dengan bertambahnya periode waktu

pelelehan (periode waktu reaksi) hingga dicapai harga 37 % berat pada  $t = 18$  menit. Pada  $t > 18$  menit, kadar fasa Y211 cenderung tetap antara 33 % berat hingga 35 % berat. Tampak pada gambar tersebut bahwa 25 % berat fasa Y211 dapat diperoleh jika reaksi pembentukan fasa Y123 dari fasa Y211 dan fasa cair L dilangsungkan selama  $t = 14$  dan atau 16,5 menit.



Gambar 8. Grafik hubungan antara fraksi berat fasa Y211 terhadap periode waktu reaksi  $t$  (menit), setiap titik memiliki kesalahan (*error bar*) rata-rata 20 %.

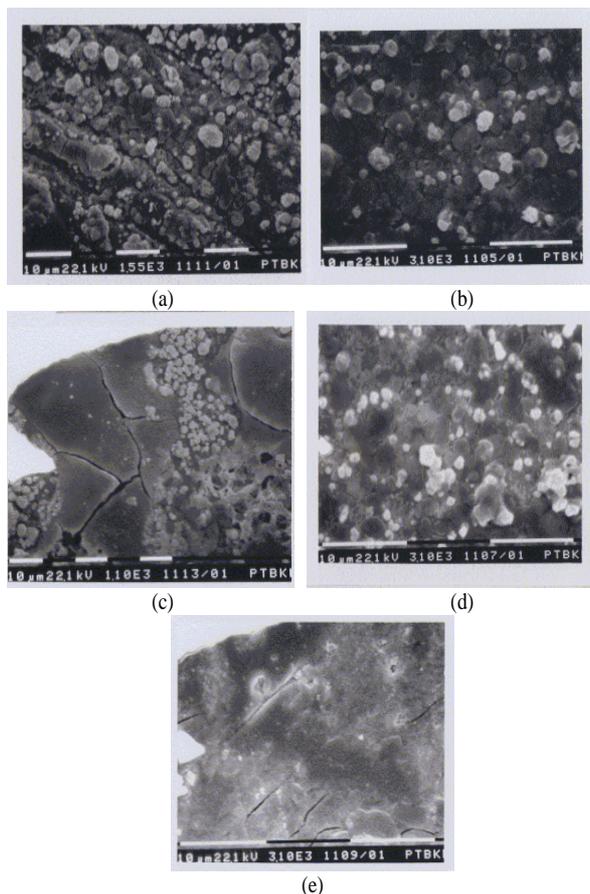
Ketika superkonduktor didinginkan hingga di bawah suhu transisi kritis  $T_c$  dalam lingkungan medan magnet, maka fluksi magnetik ditolak oleh superkonduktor. Efek ini disebut efek *Meissner-Ochsenfeld*. Dalam penelitian ini cuplikan M12, cuplikan M15, cuplikan M18, cuplikan M21 dan cuplikan M24, yang telah didinginkan dengan nitrogen cair, masing-masing diletakkan pada permukaan magnet permanen SmCo. Kecuali cuplikan M12, hasil evaluasi menunjukkan bahwa keempat cuplikan M15, cuplikan M18, cuplikan M21 dan cuplikan M24 melayang beberapa milimeter di atas SmCo, seperti ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Efek *Meissner* pada cuplikan M12 (a), M15 (b), M18 (c), M21 (d) dan M24 (e).

Cuplikan M18, cuplikan M21 dan cuplikan M24 masing-masing melayang setinggi  $\Delta d \approx 3$  mm di atas permukaan magnet permanen, sedangkan cuplikan M15 melayang setinggi  $\Delta d \approx 4$  mm. Tampak bahwa  $\Delta d$  untuk M15 sedikit lebih tinggi, hal ini karena fraksi berat fasa Y123 pada cuplikan tersebut hampir 20 % lebih besar dari fraksi berat fasa Y123 pada cuplikan M18, cuplikan M21 dan cuplikan M24. Tidak sepenuhnya efek *Meissner* pada cuplikan M12 adalah karena pada

cuplikan tersebut terdapat hampir 50 % berat fasa non superkonduktif, yakni fasa Y211. Struktur mikro pada permukaan cuplikan ditunjukkan pada Gambar 10, butir-butir tidak terorientasi ke suatu arah tertentu kecuali ada sedikit tekstur pada M24. Ini berarti karakteristik butiran fasa Y123, hasil reaksi antara fasa cair *L* dan fasa Y211, serupa dengan karakteristik butiran produk *sinter*.



Gambar 10. Struktur mikro permukaan M12 (a), M15 (b), M18 (c), M21 (d) dan M24 (e).

## KESIMPULAN

Pembentukan fasa Y211 dalam matriks fasa Y123 superkonduktor  $YBa_2Cu_3O_x$  telah diteliti. Pembentukan fasa Y211 memenuhi persamaan reaksi :



Fasa cair *L* ( $3BaCuO_2 + 2CuO$ ), yang diproduksi fasa Y123 selama proses pelelehan, bereaksi dengan bantalan (*crucible*) yang adalah fasa Y211, dihasilkan fasa Y123 kembali. Periode waktu pelelehan fasa Y123 yang dapat menghasilkan 25 % berat fasa Y211 dan 75 % berat fasa Y123 adalah  $t = 14$  dan atau 16,5 menit.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada semua pihak yang terkait dengan kegiatan penelitian ini, terutama Ibu Ari Handayani, Bapak Dr. Setyo Purwanto (Ka BKAN) dan Bapak Dr. Ridwan (Ka PTBIN).

## DAFTARACUAN

- [1]. E. SUKIRMAN, WISNU ARI ADI, DIDIN S. WINATAPURA dan RISWAL H. SIREGAR, *Prosiding Seminar Nasional Penelitian Dan Pengelolaan Perangkat Nuklir (P3N)*, P3TM-BATAN, Yogyakarta, (2003) 63
- [2]. M. JOO, and T.K. KO, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **6** (1996) 62
- [3]. E. SUKIRMAN, WISNU ARI ADI, DIDIN S. WINATAPURA dan YUSTINUS, *Peningkatan Batas Arus Gagal Pada Superconducting Fault Current Limiter*, Seminar Nasional Bahan Magnet IV, UNDIP-P3IB, Semarang
- [4]. E. SUKIRMAN, WISNU ARI ADI, DIDIN S. WINATAPURA dan MARDIYANTO, *Jurnal Ilmiah Teknik Mesin*, **7** (3)(2005) 169-178
- [5]. M. OKANO, N. TAMADA, S. FUCHINO, I. ISHII and T. IWAMOTO, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **10** (2000) 909
- [6]. J. R. FANG, L. Z. LIN, L. G. YAN and L. Y. XIAO, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **11** (2001) 1657
- [7]. K. MATSUNAGA, N. YAMACHI, M. TOMITA, M. MURAKAMI, N. KOSHIZUKA, *Physica C* **392-396** (2003) 723
- [8]. R. de ANDRADE Jr., A. C. FERREIRA, G. G. SOTELO, W. I. SUEMITSU, L. G. B. ROLIM, J. L. SILVANETO, M. A. NEVES, V. A. dos SANTOS, G. C. da COSTA, M. ROSARIO, R. STEPHAN and R. NICOLSKY, *Physica C* **408-410**, (2004) 930
- [9]. M. CYROT and D. PAVUNA, *Introduction to Superconductivity and High-Tc Materials*, World Scientific, Singapore, New Jersey, London, Hongkong, (1992) 75
- [10]. M. MURAKAMI, *Supercond. Sci. Technol.*, **5** (1992) 185-203
- [11]. ENKIR SUKIRMAN, WISNU ARI ADI, DIDIN S. WINATAPURA dan YUSTINUS, *Jurnal Ilmiah Teknik Mesin*, **8** (2006) 79-90
- [12]. F. IZUMI, *Rigaku J.*, **6** (10) (1089)