

## PENGARUH LAJU PENDINGINAN TERHADAP STRUKTURMIKRO DAN DERAJAT *PREFERRED* *ORIENTATION* PADA *BULK* TEKSTUR $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

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

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

### ABSTRAK

**PENGARUH LAJU PENDINGINAN TERHADAP STRUKTURMIKRO DAN DERAJAT *PREFERRED ORIENTATION* PADA *BULK* TEKSTUR  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .** Telah dilakukan sintesis superkonduktor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  dengan metode *melt texture growth* modifikasi. Selama proses pendinginan pada suhu di bawah suhu peritektik  $T_p$  (900 °C–1000 °C) YBCO fasa–211 bereaksi dengan cairan (3 BaCuO<sub>2</sub>+2CuO) membentuk YBCO fasa–123. Pada percobaan ini dilakukan lima variasi laju pendinginan, yaitu 5 °C/jam, 8 °C/jam, 10 °C/jam, 12 °C/jam dan 15 °C/jam. Data SEM menunjukkan telah terjadi keteraturan butir-butir kristal pada arah tertentu. Analisis data difraksi neutron menunjukkan bahwa semakin lambat laju pendinginan, intensitas puncak (00ℓ) meningkat dan intensitas puncak (hk0) menurun. Perbandingan intensitas puncak (005)  $I_{005}$  dengan puncak (110)  $I_{110}$  yang dihubungkan dengan koefisien *March G* bersesuaian dengan fungsi *preferred orientation* dari *March–Dollase* dengan persamaan empiris:  $I_{005} / I_{110} = 0,3501 \cdot G^{(-4,0914)}$ . Laju pendinginan 15 °C/jam, 12 °C/jam, 10 °C/jam, 8 °C/jam, dan 5 °C/jam berturut-turut memiliki koefisien *March* sebesar 0,88; 0,84; 0,81; 0,78; dan 0,75. Disimpulkan bahwa laju pendinginan sangat mempengaruhi derajat *preferred orientation* pada *bulk* tekstur  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ . Semakin lambat laju pendinginan, derajat *preferred orientation* semakin kecil atau keteraturan butir-butir kristalnya semakin baik.

**Kata kunci :** Superkonduktor, laju pendinginan, koefisien *March*, *preferred orientation*

### ABSTRACT

**EFFECT OF COOLING RATE ON THE MICROSTRUCTURE AND DEGREE OF *PREFERRED* ORIENTATION IN *BULK* TEXTURED  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .** The  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  superconductor was synthesized by melt texture growth method. During cooling from 1000°C to 900°C, 211-phase YBCO has reacted with the liquid phase (3BaCuO<sub>2</sub>+2CuO) and produced 123-phase YBCO. In this experiment the samples were cooled at five different rates, namely 5, 8, 10, 12 and 15°C/h. SEM data show a partial grain alignment toward a certain direction. Analysis of neutron diffraction data show that the slower of the cooling rate, the intensities of (00ℓ) peaks increased and (hk0) peaks decreased. Ratio of the intensities (005)  $I_{005}$  to the intensities (110)  $I_{110}$  were calculated, and plotted versus March coefficient G. The relations are in agreement with preferred orientation function of *March–Dollase* following the empiric formula:  $I_{005} / I_{110} = 0,3501 \cdot G^{(-4,0914)}$ . The cooling rates are 15, 12, 10, 8, and 5 °C/hour have the March coefficient are 0.88, 0.84, 0.81, 0.78, and 0.75, respectively. It is concluded that the cooling rate affected the degree of preferred orientation, the slower of the cooling rate, caused the lower of the degree of preferred orientation or more regular of the grains.

**Key words :** Superconductor, cooling rate, March coefficient, preferred orientation

### PENDAHULUAN

Superkonduktor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  memiliki ciri yang sangat menonjol yaitu struktur kristalnya yang berlapis. Struktur yang berlapis dalam superkonduktor sistem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  secara umum berbentuk susunan selang-seling antara kubus *perovskite* yang mengandung lapisan superkonduktif Cu-O (*superconducting layer*) dan lapisan pemisah (*blocking layer*). Kehadiran lapisan Cu-O (kuprat) dalam struktur kristal superkonduktor sistem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  merupakan ciri utama yang hingga kini

dipercayai sebagai lapisan paling berperan dalam gejala superkonduktivitas. Lapisan ini berada pada bidang *a-b* (*ab plane*). Jumlah lapisan Cu-O ini bergantung pada stoikiometri bahan superkonduktor tersebut. Dan adanya keteraturan butir-butir kristal dalam arah sejajar dengan bidang *a-b*, yaitu bidang dimana lapisan Cu-O (kuprat) berada merupakan salah satu pendukung meningkatnya harga rapat arus kritis  $J_c$  bahan. Hal ini berarti bahwa arus yang mengalir pada bahan tersebut menjadi semakin baik [1,2].

Pada penelitian terdahulu [3-5] telah dilakukan sintesis superkonduktor  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  dengan proses pelelehan dengan metode *Melt Texture Growth* modifikasi. Hasilnya menunjukkan telah terjadi keteraturan sebagian butir-butir kristal (*partial grain alignment*), sebagai akibat dari pendinginan lambat (*slow cooling*) yang dilakukan pada saat *heat treatment* berlangsung. Dengan kata lain bahwa pada bahan telah terjadi *preferred orientation* (keteraturan butir-butir kristal). Keteraturan sebagian butir-butir kristal (*partial grain alignment*) ini mempunyai arah sejajar bidang *a-b* (*ab plane*) atau tegak lurus dengan sumbu *c* (*c axis*). Dengan keteraturan butir-butir kristal ini mengakibatkan terjadinya peningkatan rapat arus kritis yang signifikan sebesar 15 kali dari  $2,57 \times 10^2 A.cm^{-2}$  menjadi  $3,43 \times 10^3 A.cm^{-2}$  pada  $T = 77 K$  [4].

Hal yang sangat menarik untuk dipelajari adalah sampai seberapa jauh derajat *preferred orientation* yang terjadi terhadap laju pendinginan dengan menggunakan metode *Melt Texture Growth* modifikasi. Jadi tujuan penelitian sekarang adalah mempelajari pengaruh laju pendinginan terhadap strukturmikro dan derajat *preferred orientation* pada *bulk* tekstur  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  dengan menggunakan pendekatan dari teori *March – Dollase* yang dikombinasikan dengan metode *Rietveld* [6].

## TEORI

Jika berkas neutron yang sejajar dan monokromatis dijatuhkan pada cuplikan bahan, maka berkas neutron akan dihamburkan pada sudut-sudut hamburan tertentu yang disebut sudut *Bragg*  $\theta(k)$ . Intensitas difraksi pada sudut  $\theta(k)$  memenuhi persamaan :

$$I(k) = s(k)p(k)m(k)|F(k)|^2 \exp[-2B(j)\sin^2\theta(k)/\lambda^2] \dots\dots\dots (1)$$

dimana  $s(k)$ ,  $p(k)$ ,  $m(k)$ , dan  $B(j)$  berturut-turut adalah faktor skala, fungsi *preferred orientation*, faktor multiplisitas, dan faktor suhu.  $F(k)$  dan  $\lambda$  berturut-turut adalah faktor struktur dan panjang gelombang.

Untuk bahan non magnetik seperti  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , faktor strukturnya adalah :

$$F(k) = \sum_j g(j)b(j)\exp[2\pi i\{hx(j)+ky(j)+lz(j)\}] \dots\dots\dots (2)$$

dimana  $g(j)$  dan  $b(j)$  berturut-turut adalah faktor keberadaan posisi atom- $j$  dan panjang hamburan koheren atom- $j$ , sedangkan  $h$ ,  $k$ , dan  $l$  adalah indeks *Miller* dan  $x(j)$ ,  $y(j)$ , dan  $z(j)$  adalah koordinat fraksi atom- $j$ .

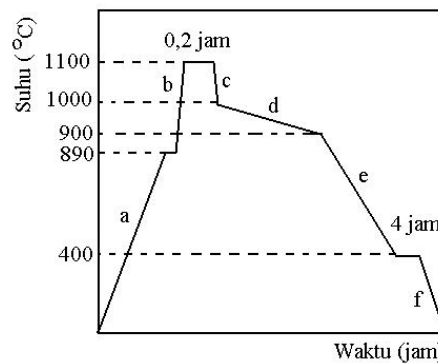
Sedangkan *preferred orientation* dikoreksi dengan sebuah fungsi yang tidak bergantung dari geometri difraksi, yaitu fungsi *preferred orientation* dari *Sasa-Uda* dan fungsi dari *March-Dollase*. Fungsi *preferred orientation* dari *March-Dollase* mengikuti hubungan :

$$p(k) = \frac{1}{m(k)} \sum_{j=1}^{m(k)} \left( G^2 \cos^2 \alpha(j) + \frac{1}{G} \sin^2 \alpha(j) \right)^{\frac{3}{2}} \dots\dots\dots (3)$$

dimana  $\alpha(j)$  dan  $G$  berturut-turut adalah sudut tajam antara vektor hamburan refleksi  $j$  dengan arah orientasi dan *adjustable parameter* (koefisien *March*) yang bernilai dari 0 sampai 1.  $G = 1$  berarti bahan tersebut memiliki derajat *preferred orientation* sangat rendah (random/acak). Sedangkan  $G = 0$  berarti bahan tersebut memiliki derajat *preferred orientation* sangat tinggi biasanya dijumpai pada bahan-bahan kristal tunggal [7].

## METODE PERCOBAAN

Penelitian ini disiapkan sampel superkonduktor  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  dengan metode reaksi padatan [8]. Dalam hal ini disediakan 6 buah pelet hasil *sintering* dengan berat masing-masing sekitar 5 gram yang selanjutnya disebut dengan sampel *Sinter-1*, *Sinter-2*, *Sinter-3*, *Sinter-4*, *Sinter-5*, dan *Sinter-6*. Sebelum dilakukan proses pelelehan, terlebih dahulu dilakukan uji efek *Meissner* [9]. Untuk karakterisasi awal yaitu kualitas dan kuantitas fasa-fasa dari sampel produk *sinter* ini sebelum dilakukan proses pelelehan diamati dengan teknik difraksi sinar-X. Alat yang digunakan adalah *Philip Diffractometer*, type PW1710 dengan berkas sinar-X dari *Tube anode* Cu dengan panjang gelombang,  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ . Sampel diukur dalam bentuk *bulk* (pelet). Kemudian 5 sampel dilakukan proses pelelehan. Metode yang digunakan adalah *Melt Texture Growth* modifikasi (*MTGm*) seperti yang terlihat pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Grafik proses pelelehan dengan metode *MTGm* [5]

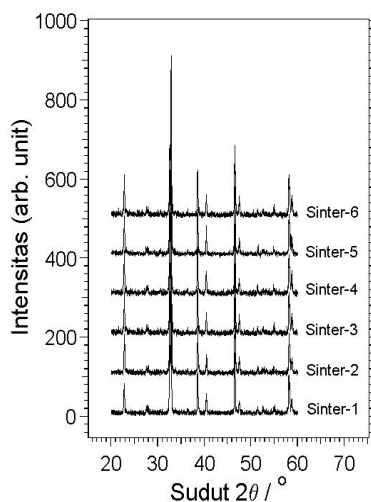
Masing-masing sampel dipanaskan pada suhu 890 °C dengan laju 300 °C/jam (garis *a*) kemudian dilelehkan pada suhu 1100 °C dengan laju 450 °C/jam (garis *b*) dan ditahan selama 12 menit, kemudian didinginkan secara cepat ke suhu 1000 °C dengan laju 450 °C/jam (garis *c*). Sepanjang garis *d* ini laju pendinginan dilakukan secara lambat (*slow cooling*). Ada lima variasi laju pendinginan yang dilakukan, yaitu :5 °C/jam, 8 °C/jam, 10 °C/jam, 12 °C/jam dan 15 °C/jam yang berturut-turut disebut dengan sampel laju 5, laju 8, laju 10, laju 12, dan laju 15. Setelah itu didinginkan kembali

ke suhu 400 °C dengan laju 100 °C/jam (garis e) dan ditahan selama 4 jam. Terakhir sampel didinginkan hingga suhu ruang dengan laju 300 °C/jam dalam lingkungan udara (garis f).

Pengamatan mikrostruktur pada permukaan sampel dilakukan dengan bantuan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Sedangkan pengukuran derajat *preferred orientation* dari sampel diamati dengan teknik difraksi neutron. Alat yang digunakan adalah *Powder Diffractometer* (PD) dengan *guide tube* berkas neutron berasal dari Reaktor Serba Guna G.W. Siwabesi. Pengukuran pola difraksi sampel dilakukan dengan berkas neutron dengan panjang gelombang,  $\lambda = 1,8714 \text{ \AA}$ , *mode = step-scan*, lebar langkah =  $0,1^\circ$ , dan daerah sudut pengukuran =  $25^\circ$  sampai dengan  $60^\circ$ . Sampel diukur dalam bentuk *bulk* (pelet). Pengukuran suhu transisi kritis  $T_c$  sampel diukur dengan menggunakan Metode *Four Point Probe* [10, 11]. Karakterisasi keseluruhan baik Difraksi Sinar-X (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), suhu transisi kritis ( $T_c$ ) maupun *Powder Diffractometer* (PD) dilakukan di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) BATAN.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada Gambar 2 diperlihatkan hasil pengukuran pola Difraksi Sinar-X sampel *Sinter-1*, *Sinter-2*, *Sinter-3*, *Sinter-4*, *Sinter-5*, dan *Sinter-6*. Pengukuran ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kualitas bahan sebelum sampel tersebut dilakukan proses pelelehan.



Gambar 2. Pola difraksi sinar-X sampel sinter

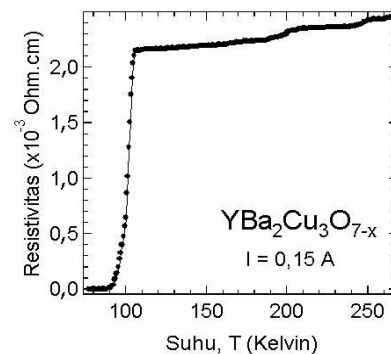
Identifikasi fasa-fasa pada Gambar 2 merujuk pada makalah *Caletani* dan kawan-kawan [12], kemudian dikonfirmasi dengan *database JCPDS – International Center for Diffraction Data (ICDD)* tahun 1997, yaitu YBCO fasa-123 [13]. Tampak pada Gambar 2 bahwa pola difraksi masing-masing sampel sama dengan profil pola difraksi YBCO fasa –123. Dengan demikian dapat

disimpulkan bahwa sampel-sampel tersebut merupakan sampel superkonduktor YBCO fasa-123.

Sifat superkonduktivitas bahan ditunjukkan dengan uji efek *Meissner* dan pengukuran suhu transisi kritis ( $T_c$ ) yang berturut-turut diperlihatkan pada Gambar 3 dan Gambar 4.



Gambar 3. Efek *Meissner* sampel sinter-1



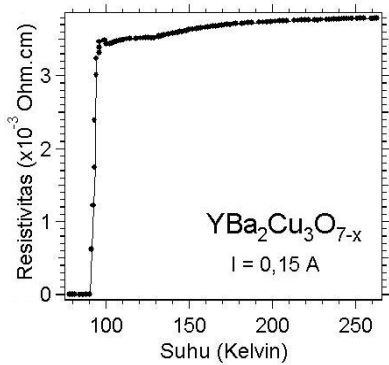
Gambar 4. Kurva resistivitas terhadap suhu pada sampel sinter-1

Pada Gambar 4 tampak bahwa nilai  $T_c$  sampel *sinter-1* adalah 91 K. Transisi tajam menuju resistivitas nol pada suhu  $T_c$  menunjukkan bahwa bahan tersebut mengalami perubahan sifat transpor listrik dari resistif menjadi superkonduktif.

Berdasarkan hasil XRD pada Gambar 2, maka masing-masing sampel dilakukan proses pelelehan sesuai dengan Gambar 1. Kemudian sampel hasil proses pelelehan ini dikonfirmasi kembali sifat superkonduktivitasnya dengan melakukan uji efek *Meissner* dan mengukur suhu transisi kritis sampel tersebut. Hasil uji efek *Meissner* menunjukkan bahwa semua sampel melayang di atas permukaan magnet permanen SmCo. Salah satunya seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5. Efek pelayangan secara visual



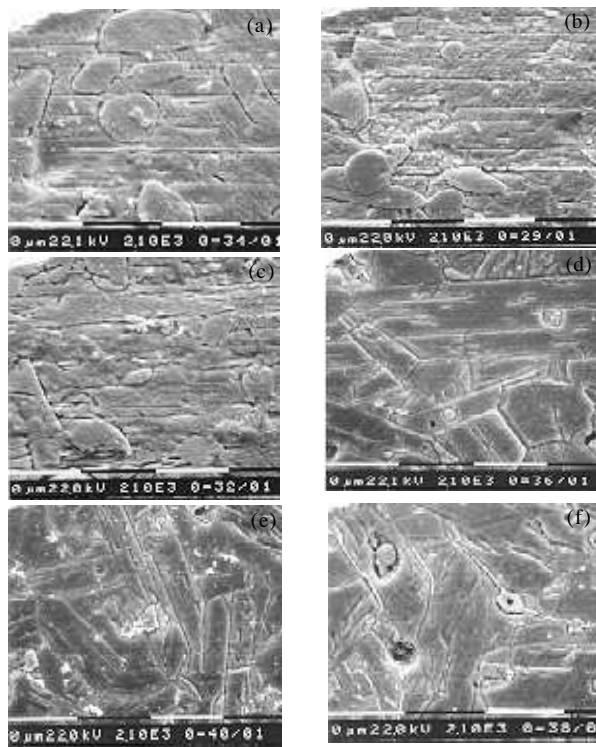
Gambar 5. Efek *Meissner* sampel laju 5



Gambar 6. Kurva resistivitas terhadap suhu pada sampel pelelehan laju 5

menunjukkan bahwa semakin lambat laju pendinginannya tampak semakin tinggi posisi pelayangannya. Dan salah satu hasil pengukuran suhu transisi kritis ( $T_c$ ) sampel hasil pelelehan ini ditunjukkan pada Gambar 6.  $T_c$  dari kelima sampel tersebut relatif tidak mengalami perubahan, hal ini menunjukkan sifat instrinsik dari bahan tersebut. Hasil proses pelelehan tersebut kemudian dikarakterisasi lebih lanjut dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) ditunjukkan pada Gambar 7.

Gambar 7a, Gambar 7b, Gambar 7c, Gambar 7d, Gambar 7e dan Gambar 7f, berturut-turut adalah foto



Permukaan yang diamati

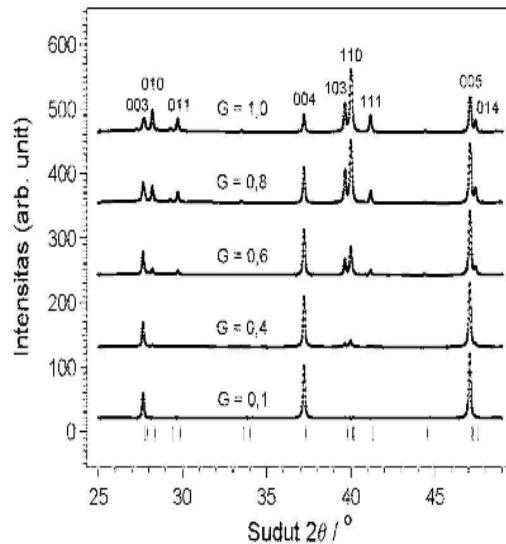


Gambar 7. Foto SEM superkonduktor sistem YBCO laju : (a) 5 °C/jam, (b) 8 °C/jam, (c) 10 °C/jam, (d) 12 °C/jam, (e) 15 °C/jam, (f) *sinter-1*, dan (g) preparasi bagian sampel yang diamati.

strukturmikro sampel hasil proses pelelehan dengan metode *Melt texture Growth* modifikasi (*MTGm*) dengan laju pendinginan laju 5 °C/jam, 8 °C/jam, 10 °C/jam, 12 °C/jam, dan 15 °C/jam. Sedangkan Gambar 7f adalah foto strukturmikro sampel hasil proses *sintering*. Gambar 7g adalah teknik preparasi bagian sampel yang diamati dengan menggunakan SEM.

Pada Gambar 7 tampak adanya perubahan strukturmikro superkonduktor ini, dari bentuk yang teratur menuju bentuk acak (*random*). Strukturmikro tampak semakin teratur apabila laju pendinginan semakin diperlambat. Menurut *Murakami*, keteraturan butir-butir tersebut arahnya tegak lurus dengan sumbu *c* atau dengan kata lain *partial grain alignment* tersebut sejajar dengan bidang *a-b* [3]. Terlihat jelas seperti pada Gambar 7(a), Gambar 7(b), dan Gambar 7(c) bahwa strukturmikro sampel sangat teratur ditandai dengan adanya garis-garis yang memanjang dan sejajar satu sama lain. Kemudian pada Gambar 7(d) dan Gambar 7(e) menunjukkan bahwa strukturmikro sampel sudah mulai tidak teratur (*acak/random*) ditandai dengan garis-garis yang memanjang tadi sudah mulai saling memotong satu sama lain.

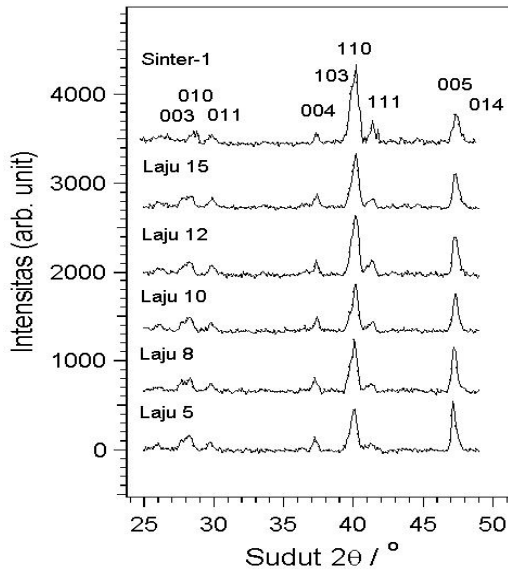
Dari pengamatan SEM pada Gambar 7 juga tampak bahwa perubahan laju pendinginan mempengaruhi tingkat keteraturan butir-butir kristal (derajat *preferred orientation*). Gambar 8 merupakan pola difraksi neutron hasil simulasi metode *Rietveld* pada sampel  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  dengan menggunakan data hasil dari penelitian *Izumi* [14] dengan derajat *preferred orientation* (faktor *G*) dari 0 sampai 1.



Gambar 8. Pola difraksi neutron hasil simulasi dengan metode Rietveld

Pada Gambar 8 tampak bahwa semakin kecil faktor *G*, maka puncak (*00l*) semakin tinggi, sedangkan puncak (*h00*), (*0k0*), dan (*hk0*) semakin rendah. Sebagai contoh, puncak (*005*) tampak semakin meningkat dan puncak (*110*) tampak semakin menurun dengan makin kecilnya faktor *G*. Semakin kecil faktor *G* maka derajat

*preferred orientation* atau tingkat keteraturan butir-butir kristal semakin baik.



Gambar 9. Pola difraksi neutron hasil pengukuran

Pola difraksi neutron hasil pengukuran pada sampel *sinter-1*, laju 15, laju 12, laju 10, laju 8, dan laju 5 ditunjukkan pada Gambar 9. Hasil pengukuran dengan menggunakan difraksi neutron menunjukkan bahwa intensitas pada puncak (005) tampak semakin meningkat, sedangkan intensitas puncak (110) tampak semakin menurun dengan menurunnya laju pendinginan.

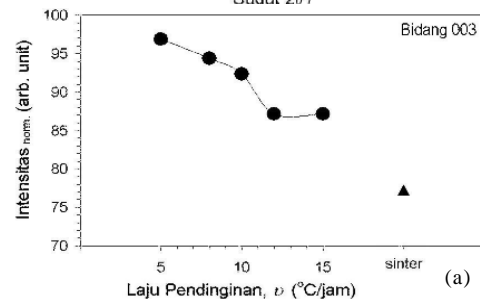
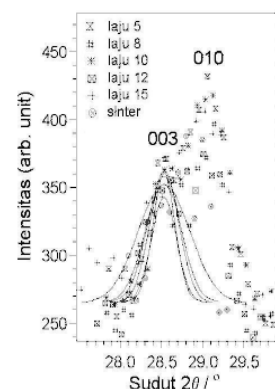
Pada percobaan ini diambil rentang sudut pengukuran dari 25° sampai 50°. Pengambilan rentang sudut ini secara ilmiah sudah mewakili pokok permasalahan yang dikaji. Bidang yang sejajar dengan *ab plane* (00ℓ) adalah bidang (003), (004), dan (005). Sedangkan bidang yang tegak lurus dengan *ab plane* (hk0) adalah bidang (110). Sedangkan perubahan tinggi puncak pada bidang-bidang ini dapat dilihat pada Gambar 10. Pada rentang sudut dari 27° sampai 30°, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 10 (a), tampak terjadi perubahan tinggi puncak pada bidang (003). Intensitas puncak (003) tampak semakin menurun seiring dengan semakin cepatnya laju pendinginan. Hal yang serupa terjadi pada bidang (004) dan (005) yang berturut-turut terletak pada rentang sudut dari 36° sampai 38° dan dari 46° sampai 49°. Namun pada bidang (110) yang terletak pada rentang sudut dari 38° sampai 42°, intensitasnya tampak semakin meningkat seiring dengan semakin cepatnya laju pendinginan. Hal ini menunjukkan bahwa pada bidang (00ℓ) telah terjadi keteraturan butiran.

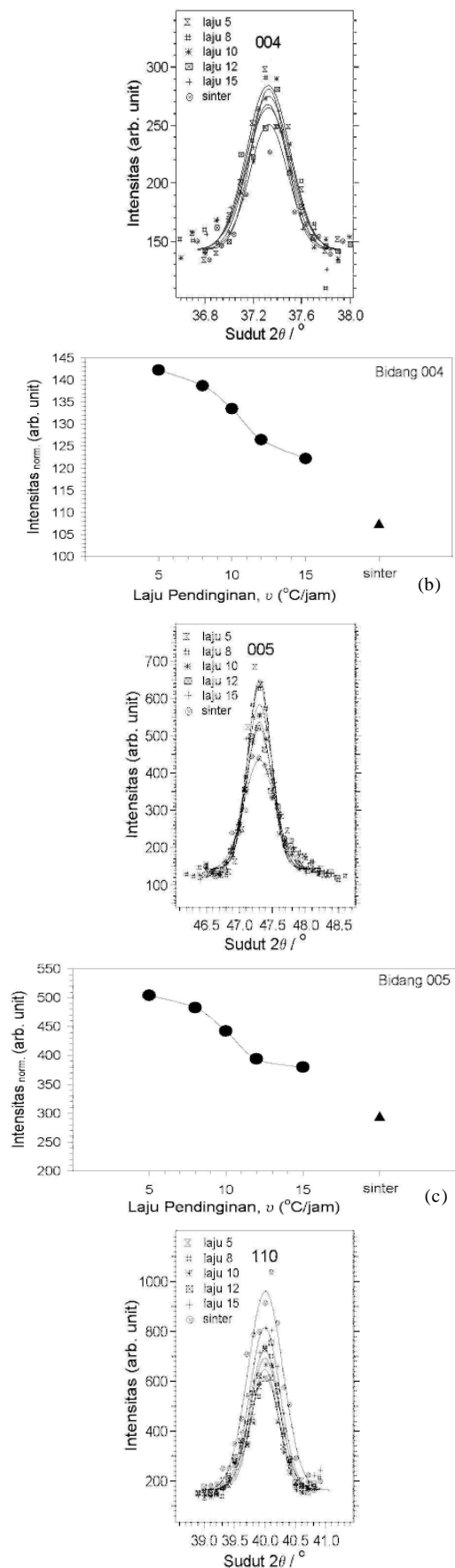
Berdasarkan teori dari hamburan *Bragg* yang berkenaan dengan total *cross-section* dari sebuah inti kristal [15] adalah sebagai berikut :

$$\sigma_c = N \frac{(2\pi)^3}{v_0} \frac{2}{k} \sum_{\tau} |F_N(\tau)|^2 \delta(\tau^2 - 2k\tau \sin \frac{1}{2}\theta) \dots\dots\dots (4)$$

dimana  $\sigma_c$ ,  $N$ ,  $v_0$ ,  $k$ ,  $F_N$ ,  $\tau$ , dan  $\delta(\tau^2 - 2k\tau \sin \frac{1}{2}\theta)$  berturut-turut adalah total *cross-section*, jumlah inti kristal, volume unit sel, vektor gelombang neutron ( $k = 2\pi/\lambda$ ), faktor struktur unit sel, *reciprocal lattice vectors*, dan fungsi delta *Dirac* dari kaidah hukum *Bragg*. Dari persamaan tersebut menunjukkan bahwa jumlah intensitas hamburan merupakan total hamburan dalam sudut ruang detektor dari bidang hamburan tertentu yang memenuhi kaidah Hukum *Bragg*. Jadi adanya peningkatan jumlah intensitas itu menunjukkan bahwa telah terjadinya keteraturan butir-butir kristal dalam bahan. Hal ini disebabkan karena total hamburan yang diterima oleh detektor dan yang memenuhi kaidah hukum *Bragg* tersebut cukup besar sebagai akibat dari arah hamburan tersebut yang teratur ke arah detektor. Namun apabila butiran-butiran kristal dalam bahan tersebut dalam kondisi acak (*random*) maka terjadi divergensi dari total hamburan yang diterima oleh detektor, sebagai akibatnya jumlah intensitasnya menjadi kecil.

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya [4], menunjukkan bahwa data intensitas terintegrasi (*integrated intensity*) dari bidang-bidang tertentu, yaitu bidang yang tegak lurus dengan bidang *ab plane* atau bidang yang sejajar dengan sumbu *c* (*c axis*) : (h00), (0k0), (hk0) dan bidang-bidang yang sejajar dengan bidang *ab plane* atau bidang yang tegak lurus dengan sumbu *c* : (00ℓ) berubah sangat signifikan. *Integrated intensity* bidang (00ℓ) meningkat, sedangkan *integrated intensity* bidang (h00), (0k0) dan (hk0) mengalami penurunan. Peningkatan *integrated intensity* dari bidang (00ℓ) dan penurunan *integrated intensity* dari bidang (h00), (0k0) dan (hk0) menunjukkan bahwa pada bidang (00ℓ) telah terjadi keteraturan butir-butir kristal atau dengan kata lain terjadi tekstur. Dan berdasarkan hasil simulasi dengan metode *Rietveld* yang





Gambar 10. Pola difraksi neutron dan kurva laju pendinginan terhadap intensitas yang ternormalisasi pada bidang : (a) (003), (b) (004), (c) (005), dan (110)

ditunjukkan pada Gambar 8, tampak bahwa perubahan puncak refleksi *Bragg* yang paling kuat adalah refleksi dari bidang (00ℓ) dan (hk0).

Intensitas puncak (005) atau  $I_{005}$  adalah intensitas yang paling tinggi diantara bidang refleksi (00ℓ), sedangkan puncak (110) adalah puncak yang paling tinggi di antara bidang refleksi (kh0) pada sampel tekstur  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ .

Berdasarkan data Gambar 8 tersebut diperoleh kurva hubungan antara perubahan intensitas  $I_{005} / I_{110}$  terhadap faktor  $G$  seperti ditunjukkan pada Gambar 11. Dari data pada Gambar 11 diperoleh persamaan empiris sebagai berikut :

$$\frac{I_{005}}{I_{110}} = 0,3501 \cdot G^{(-4,0914)} \dots\dots\dots (5)$$

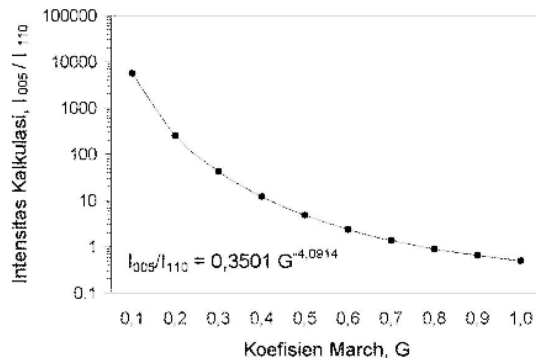
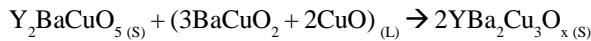
Sehingga berdasarkan persamaan (5) ini dapat diperoleh besarnya faktor  $G$  pada pola difraksi neutron sampel *sinter-1*, laju 15, laju 12, laju 10, laju 8, dan laju 5 seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1. Gambar 12 merupakan kurva hubungan antara besarnya koefisien *March* (faktor  $G$ ) terhadap laju pendinginan. Tampak bahwa semakin lambat laju pendinginannya semakin kecil nilai koefisien *March*. Hal ini berarti bahwa derajat keteraturan butir (*preferred orientation*) semakin baik apabila laju pendinginannya semakin diperlambat.

Tabel 1. Hasil perhitungan koefisien *March* (faktor  $G$ )

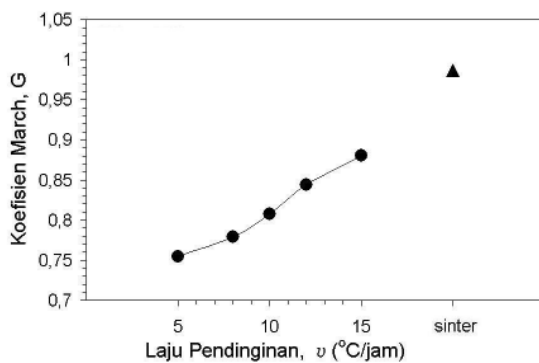
Sampel	Intensitas ternormalisasi		$I_{005} / I_{110}$	Koefisien <i>March</i> ( $G$ )
	$I_{005}$	$I_{110}$		
Sinter - 1	295	798	0,37	0,99
Laju 15	380	650	0,59	0,88
Laju 12	394	561	0,70	0,84
Laju 10	442	525	0,84	0,81
Laju 8	483	497	0,97	0,78
Laju 5	504	453	1,11	0,75

Berdasarkan diagram fasa *pseudobinary* dari sistem YBCO, selama proses pendinginan pada suhu di bawah suhu peritektik  $T_p$  (1000 °C sampai dengan 900 °C) YBCO fasa-211 bereaksi dengan cairan dengan komposisi  $C_L$  membentuk YBCO fasa-123 [3, 5] menurut persamaan reaksi sebagai berikut :

YBCO fasa - 211 ( $C_{211}$ ) + cairan ( $C_L$ )  $\rightarrow$  YBCO fasa - 123 ( $C_{123}$ )



Gambar 11. Hubungan antara koefisien March terhadap intensitas kalkulasi



Gambar 12. Hubungan antara laju pendinginan terhadap koefisien March

Laju pendinginan di bawah suhu  $T_p$  sangat mempengaruhi proses nukleasi dan pertumbuhan fasa-123. Artinya proses pembekuan terjadi melalui mekanisme nukleasi dan pertumbuhan. Nukleus-nukleus kecil terbentuk secara merata di seluruh cairan, kemudian tumbuh sampai akhirnya seluruh volume menjadi padatan. Selama proses pembekuan, nukleus-nukleus (inti) tumbuh dengan cepat menurut arah kristalografi tertentu.

Hasil percobaan menunjukkan bahwa arah pertumbuhan searah dengan bidang  $a-b$  atau tegak lurus dengan sumbu  $c$ , sehingga menyebabkan terbentuknya kristal-kristal bercabang panjang. Semakin lambat laju pendinginan ( $v$ ) maka pertumbuhan kristal-kristal ini semakin bertambah panjang. Hal ini berarti bahwa keteraturan butir-butir kristal ini semakin baik. Pertumbuhan ini terhenti bila terjadi kontak dengan inti bersebelahan yang juga tumbuh. Setiap permukaan kontak bertindak sebagai batas antara dua kristal, sehingga dengan demikian tiap inti akan membentuk kristal atau butirnya sendiri yang oleh batas butir dipisahkan dari sesama butir yang lain [16, 17].

## KESIMPULAN

Telah terjadi keteraturan sebagian butir-butir kristal (*partial grain alignment*) pada sampel hasil proses pelelehan dengan metode *Melt Texture Growth* modifikasi, sebagai akibat dari pendinginan lambat (*slow cooling*) di bawah suhu peritektiknya. Derajat keteraturan butir-butir kristal (*preferred orientation*) pada *bulk* tekstur  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  ini sangat dipengaruhi oleh besarnya laju pendinginan. Koefisien March digunakan sebagai parameter untuk menghitung derajat *preferred orientation* *bulk* tekstur bahan ini. Semakin rendah koefisien March, semakin tinggi derajat *preferred orientation*-nya. Laju pendinginan 15  $^{\circ}C/jam$ , 12  $^{\circ}C/jam$ , 10  $^{\circ}C/jam$ , 8  $^{\circ}C/jam$ , dan 5  $^{\circ}C/jam$  berturut-turut memiliki koefisien March sebesar 0,88; 0,84; 0,81; 0,78; dan 0,75. Jadi semakin lambat laju pendinginannya, derajat *preferred orientation*-nya semakin rendah, yang berarti bahwa keteraturan butir-butir kristalnya semakin baik.

## DAFTARACUAN

- [1]. BUCKEL, W., *Superconductivity*, VCH Publisher Inc., New York, (1991)
- [2]. GERALD, B., GLAZER, A.M., *Space Groups for Solid State Scientists, second edition*, Academic Press, San Diego, (1990)
- [3]. MURAKAMI, M., *Supercond. Sci. Technol.*, **5**, (1992) 185-203
- [4]. WISNU ARIADI, E. SUKIRMAN, DIDIN S. W., GRACE TJ. S., M. RIFAI M., DAN RIDWAN, Pengaruh Grain Alignment terhadap Rapat Arus Kritis Superkonduktor  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **3** (3), Juni (2002)
- [5]. WISNU ARIADI, E. SUKIRMAN, DIDIN S. W., Pengaruh Laju Pendinginan Terhadap Pembentukan Fasa-211 dalam Sintesis  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  dengan Metode MTG, *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir (P3TM)*, Yogyakarta, 8 Juli (2003) 342-350
- [6]. LEVENTOURI, T., *Physica C*, **277** (1997), 82-86
- [7]. IZUMI, F., *Manual RIETAN - 1994, The Rietveld Method*, ed. by R. A. Young, Oxford University Press, Oxford, (1993)
- [8]. SUKIRMAN, E., Pengaruh Distribusi Kekosongan Oksigen pada Superkonduktivitas  $YBa_2Cu_3O_7$ , *Thesis Master Fakultas Pasca Sarjana Universitas Indonesia*, (1991)
- [9]. WISNU ARIADI, GRACE TJ. SULUNGBUDI, DIDIN S. WINATAPURA, ENKIR SUKIRMAN, ARI HANDAYANI, dan OCTAVIANUS, Pengaruh Ukuran Serbuk Terhadap Rapat Arus Kritis Superkonduktor YBCO, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **4** (2), Februari (2003)

- [10]. WISNU ARI ADI, ENKIR SUKIRMAN dan DIDIN S. WINATAPURA, Kontak Listrik Resistivitas Rendah pada Bulk Superkonduktor Keramik Tc Tinggi Sistem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **1** (3), Juni (2000)
- [11]. WISNU ARI ADI, ENKIR SUKIRMAN, DIDIN S. WINATAPURA dan GRACE TJ. SULUNGBUDI, *Majalah BATAN*, Vol.XXXIV, No. 1 / 2, Januari/April 2001, ISSN 0303-2876, (2001) 15-30
- [12]. CALESTANI, G, RIZZOLI, C., *Nature*, **328**, August 13, (1987) 606-607
- [13]. WONG-NG, W., MCMURDIE, H., PARETZKIN, B., HUBBARD, C., DRAGOO, A., *NBS, USA, ICDD Grant-inAid*, (1987)
- [14]. IZUMI, F., ASANO, H., ISHIGAKI, T., TAKAYAMA, E., UCHIDA, Y., WATANABE, N., NISHIKAWA, T., *Japanese Journal of Applied Physics*, **26** (5), May (1987) L649-L651
- [15]. STEPHEN W. L., *Theory of Neutron Scattering from Condensed Matter*, **1**, Nuclear Scattering, Clarendon Press, Oxford, (1984) 34-58
- [16]. SMALLMAN, R.E., *Metalurgi Fisik Modern*, Edisi ke-4, PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta, (1991) 94-120
- [17]. RANDAL M. GERMAN, *Powder Metallurgy Science*, 2<sup>nd</sup> edition, Metal Powder Industries Federation, New Jersey, (1994), 27-79