

KARAKTERISASI SIFAT INTRINSIK $\text{RING YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ TANPA DAN DENGAN BAHAN ADITIF PVA

Yustinus Purwamargapratala, Wisnu Ari Adi, Engkir Sukirman dan Didin S. Winatapura

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

ABSTRAK

KARAKTERISASI SIFAT INTRINSIK $\text{RING YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ TANPA DAN DENGAN BAHAN ADITIF PVA. Telah dilakukan karakterisasi sifat intrinsik $\text{ring YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ tanpa dan dengan bahan aditif PVA. Ring tanpa aditif PVA mengalami kerusakan (patah) setelah beberapa bulan disimpan. Struktur mikro, struktur kristal dan sifat listrik $\text{ring YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ yang rusak dianalisis berturut-turut dengan SEM (EDAX), XRD dan probe empat titik. Hasil analisis menunjukkan bahwa pada ring yang patah terdapat unsur Y, Ba dan Cu dengan perbandingan mol berturut-turut 1 : 2 : 3. Puncak-puncak difraksi dari ring yang patah bersesuaian dengan puncak-puncak difraksi fasa-123. Suhu transisi kritis T_c ring sebelum dan sesudah patah relatif tidak berubah yaitu sekitar 91 K. Analisis dengan SEM menunjukkan adanya retakan-retakan mikro (*micro cracks*) di dalam ring yang patah. Disimpulkan bahwa sifat intrinsik superkonduktor pada ring yang patah tidak berubah. Kemungkinan penyebab terjadinya patahan adalah akibat proses kompaksi yang tidak sempurna. Penambahan PVA sampai 30 % berat sebagai bahan aditif dalam proses kompaksi menyebabkan ring tidak patah dan bebas dari retakan-retakan mikro, dan sifat intrinsik superkonduktor tidak berubah.

Kata kunci : Ring, superkonduktor, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, rusak, PVA

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF THE INTRINSIC PROPERTIES FOR THE $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ RING WITHOUT AND WITH PVA ADDITIVE. Characterization of intrinsic and extrinsic properties for the $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ring without and with PVA additive have been performed. Ring without some PVA addition was damage (broken) after few months stored. The micro structure, crystal structure and electrical properties of the damage ring have been analyzed using SEM (EDAX), XRD and four point probe, respectively. The analysis results show that on the damage ring contain the elements of Y, Ba and Cu with the mole ratio of 1 : 2 : 3, respectively. The diffraction pattern of the damage ring coincides with one of the 123 phase. The critical transission temperature T_c of the ring before and after damage do not change relatively of about 91 K. Although, it is detected by SEM that there are some micro cracks in the damage ring. May be it is concluded that the superconductor intrinsic properties on the damage ring do not change and that damage is because of unperfect compaction only. The PVA addition through 30 wt. % at the time of compaction result in the good ring, free from micro cracks and also the superconductor intrinsic properties do not change.

Key words : Ring, superconductor, $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$, damage, PVA

PENDAHULUAN

Pada penelitian terdahulu telah dilakukan pembuatan sampel berbentuk *ring* berbasis superkonduktor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ (fasa-123) hasil proses *sintering*. *Ring* ini kemudian disebut dengan *ring-s* (*ring* hasil *sintering*). Dalam aplikasi praktis *ring-s* tersebut telah dipakai pada sistem *superconducting fault current limiter* (SFCL) dan *superconducting magnetic bearing* (SMB). Karakterisasi *ring-s* sudah dipublikasikan pada penelitian sebelumnya [1]. Yang menunjukkan bahwa *ring* superkonduktor memiliki T_c 91 K, dan dapat membawa arus kritis I_c di atas 3 A dengan B sekitar 2×10^{-4} T.

Namun setelah digunakan beberapa kali dan kemudian disimpan lebih kurang selama 6 bulan,

ternyata *ring-s* mengalami kerusakan. Kerusakan *ring* tersebut adalah retak dan patah pada salah satu sisinya. Hal ini terjadi pada beberapa *ring* yang pernah dibuat dan digunakan untuk sistem SFCL dengan kondisi kerusakan fisik yang hampir sama. Kerusakan ini diduga akibat pengaruh proses kompaksi yang tidak sempurna dan *temperature shock* pada saat dicelupkan ke nitrogen cair ($T = 77$ K). Masalahnya sejauh mana kerusakan tersebut mempengaruhi sifat-sifat fisis superkonduktor dan bagaimana memecahkan masalah tersebut.

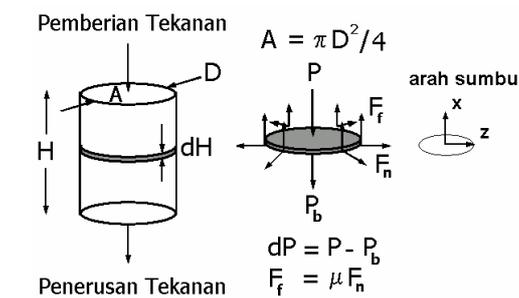
Dalam melakukan analisis kerusakan ada beberapa hal yang harus dilaksanakan secara cermat dan tepat, yaitu : dipilih sampel yang merupakan representasi dari

peristiwa kerusakan, fungsi sistem peralatan dan kondisi operasi termasuk pula kondisi lingkungan harus dipahami, perkiraan cermat tentang modus kerusakan dan penyebab kerusakan. Dalam hal ini analisis harus dilakukan terhadap kemungkinan-kemungkinan yang akan terjadi dengan meninjau kaitan antara struktur mikro dengan sifat bahan. Perlu diamati kemungkinan adanya penurunan sifat material. Selanjutnya dari berbagai data dan bukti yang ditemukan dapat dirangkai menjadi skenario yang menggambarkan urutan terjadinya kerusakan. Setelah faktor-faktor penyebab kerusakan akan diidentifikasi, kemudian disusun rekomendasi langkah-langkah perbaikan untuk mencegah terulangnya kerusakan [2].

Salah satu langkah perbaikan adalah dengan menambahkan polyvinil alkohol (PVA) ke dalam matriks superkonduktor, yang kemudian disebut dengan *ring-s/PVA*, kemudian dilakukan kompaksi. Besar pengaruh PVA terhadap sifat-sifat fisis superkonduktor akan dibahas pada penelitian ini. Penelitian ini bertujuan mempelajari pengaruh kerusakan dan penambahan PVA terhadap sifat-sifat fisis *ring-s* yang dibuat dengan metode kompaksi. Diharapkan *ring-s* dapat digunakan dalam aplikasi praktis, baik untuk *Superconducting Fault Current Limiter (SFCL)* maupun *Superconducting Magnetic Bearing (SMB)*.

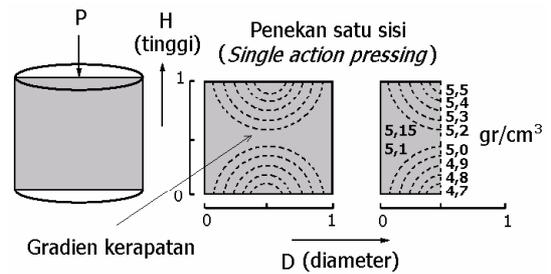
TEORI

Pada Gambar 1 diilustrasikan proses kompaksi serbuk superkonduktor fasa-123 di dalam *dies* berbentuk silinder dengan diameter D dan tinggi H . Tinjau sebuah segmen tipis dengan tebal dH ; misalkan permukaan atas segmen ditekan dengan tekanan P , maka tekanan pada permukaan bawah segmen tidak lagi sebesar P melainkan P_b , dimana $P_b < P$.



Gambar 1. Proses kompaksi serbuk bentuk silinder [3].

Menyusutnya tekanan pada serbuk superkonduktor adalah akibat adanya gesekan antara dinding *dies* dengan serbuk tersebut, sehingga efisiensi kompaksi menurun. Oleh karenanya pelet hasil kompaksi mempunyai kerapatan yang tidak homogen. Kerapatan pelet hasil kompaksi seperti ini tidak merata di seluruh bagian pelet, seperti ditunjukkan pada Gambar 2. Gambar 2 merupakan contoh degradasi kerapatan hasil kompaksi pada serbuk tembaga [3].



Gambar 2. Kerapatan pelet hasil kompaksi [3].

Polyvinyl alkohol (PVA) adalah suatu polimer yang murah dan mudah didapat, mempunyai sifat mudah mampat, dan *thermal decomposition* pada $200\text{ }^\circ\text{C}$ merupakan bahan yang dapat digunakan sebagai bahan tambah dalam proses kompaksi. Dengan *thermal decomposition* yang jauh dibawah suhu *sinter* superkonduktor maka dapat diharapkan bahwa PVA tidak mempengaruhi struktur $YBa_2Cu_3O_{7-x}$.

METODE PERCOBAAN

Sampel superkonduktor fasa-123 dibuat dengan metode reaksi padatan (*solid state reaction method*) dari bahan baku oksida penyusun : Y_2O_3 , $BaCO_3$, dan CuO dengan perbandingan mol unsur $Y:Ba:Cu = 1:2:3$. Proses pencetakan *ring* sama dengan proses pencetakan pelet biasa, yaitu kompaksi dengan memberi tekan pada satu sisi (*single action pressing*). Namun ada beberapa bagian dari alat cetak tersebut yang harus dimodifikasi agar proses pelepasan *ring* tidak mengalami kesulitan. Alat cetak *ring* terdiri dari tiga komponen, yaitu bagian dasar, bagian penekan, dan bagian dinding [1]. Sebagian serbuk fasa-123 yang belum dicetak ditambah Polyvinil Alkohol (PVA) dengan variasi prosentase berat 0%, 5%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, dan 75%. Proses pembuatan dan karakterisasi *ring* ini telah dilaporkan pada penelitian terdahulu [1,4]. Kemudian disiapkan *ring-s* yang sudah rusak [6], kemudian *ring* tersebut digerus kembali hingga menjadi serbuk halus, kemudian pada serbuk itu ditambahkan PVA.

Kualitas dan kuantitas fasa-fasa yang ada di dalam *ring* diidentifikasi dengan Difraktometer Sinar-X buatan Philips, tipe PW1710. Pengukuran pola difraksi *ring* dilakukan dengan menggunakan berkas sinar-X dari tabung Cu dengan panjang gelombang, $\lambda = 1,5406\text{ \AA}$, *mode* : *continuous-scan*, *step size* : $0,02^\circ$, dan *preset time* : 0,5 detik. Pengamatan struktur mikro dan komposisi unsur di dalam *ring* dilakukan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) 515 Philips dan EDAX (*Energy Dispersion Analysis X-rays*). Sedangkan pengukuran suhu transisi kritis T_c dan rapat arus kritis J_c *ring* diukur menggunakan alat ukur *V-I* dan *V-T* dengan metode *Four Point Probe* (MFPP) [5]. Semua karakterisasi tersebut dilakukan di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir-BATAN.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kerusakan *ring-s* ditunjukkan pada Gambar 3. Identifikasi kerusakan *ring-s* adalah : sebagian retak atau merekah ke atas (1) dan patah salah satu sisinya (2). Ada dua kemungkinan jenis kerusakan yang dialami oleh *ring-s* : pertama, kerusakan fisik *ring-s* disertai dengan hilangnya superkonduktivitas; kedua, kerusakan fisik *ring-s* tidak diikuti dengan hilangnya superkonduktivitas.



Gambar 3. . *ring-s* yang rusak.



Gambar 4. Foto SEM pada *ring-s* yang rusak

Pada *ring-s* yang rusak kemudian dilakukan karakterisasi efek *Meissner*, struktur mikro, struktur kristal dan sifat listrik bahan. Hasil uji efek *Meissner* menunjukkan bahwa *ring* yang rusak masih melayang di atas magnet permanen pada suhu nitrogen cair. Ini berarti bahwa *ring-s* tersebut bersifat superkonduktor. Hasil pengamatan dengan SEM ditunjukkan pada Gambar 4. Tampak pada Gambar 4 suatu *microcrack* yang diduga sebagai penyebab kerusakan fisik *ring-s*. Hasil pengamatan dengan EDAX diperlihatkan pada Tabel 1. Tampak pada tabel tersebut bahwa pada *ring-s* sebelum dan sesudah rusak terdapat unsur-unsur yang sama, yakni Y, Ba dan Cu dengan presentase yang kurang lebih sama.

Munculnya *microcrack* diduga akibat kompaksi yang kurang sempurna, dimana gesekan antara dinding *dies* dengan serbuk menyebabkan tekanan yang diberikan di bagian atas serbuk berkurang besarnya di bagian bawah. Gesekan dinding *dies* menurunkan efisiensi kompaksi, sehingga pelet hasil kompaksi mempunyai kerapatan yang tidak homogen (terjadi

gradien kerapatan). *Microcrack* muncul pada *gradien* kerapatan, dimana *gradien* kerapatan ini berbentuk setengah lingkaran sama dengan kerusakan bentuk (1) pada Gambar 3. Akibat adanya perubahan suhu yang besar pada saat pencelupan ke dalam nitrogen cair, *microcrack* berkembang menjadi patahan atau kerusakan *ring-s* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.

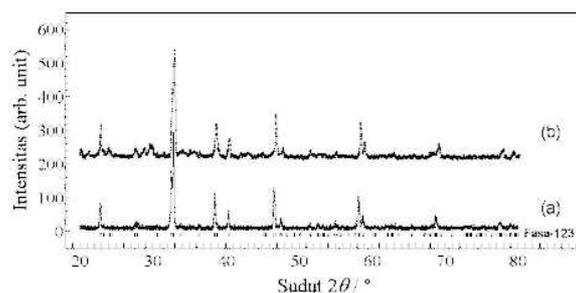
Tabel 1. Analisis unsur-unsur di dalam ring dengan menggunakan EDAX.

Sampel	Kandungan (%)		
	Y	Ba	Cu
<i>Ring-s</i> belum rusak	25,74	27,72	46,54
<i>Ring-s</i> sudah rusak	23,56	27,75	48,69

Kerusakan bentuk (2) pada Gambar 3 bersumber dari belahan dinding *dies* seperti ditunjukkan pada Gambar 5. Pada proses kompaksi, tekanan didistribusikan merata keseluruhan arah seperti pada Gambar 1. Namun karena ada belahan dinding *dies*, maka pada daerah belahan tersebut terjadi perbedaan distribusi tekanan dan oleh karena itu terjadi perbedaan kerapatan. Di daerah ini muncul *microcrack* dan karena perubahan suhu yang besar pada saat pencelupan ke dalam nitrogen cair, *microcrack* berkembang menjadi kerusakan bentuk (2) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.



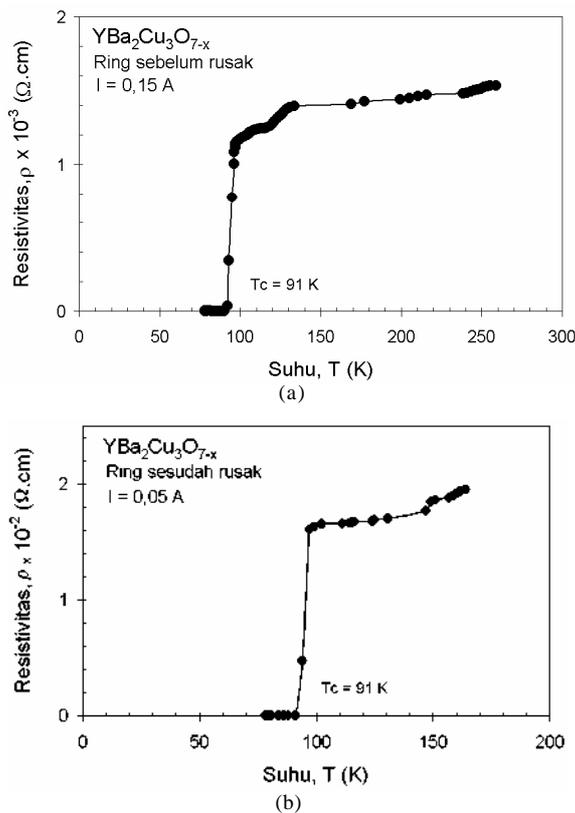
Gambar 5. Belahan dinding dies [1].



Gambar 6. Pola difraksi sinar-X dari *ring-s* sebelum rusak (a) dan sesudah rusak (b).

Hasil pengukuran difraksi sinar-X dari *ring-s* sebelum dan sesudah rusak ditunjukkan pada Gambar 6. Tampak pada gambar tersebut bahwa pola difraksi *ring-s* yang rusak maupun yang tidak rusak memiliki profil pola difraksi yang sesuai dengan pola difraksi fasa-123 [8]. Dengan demikian *ring-s* yang rusak merupakan superkonduktor YBCO fasa-123. Dengan kata lain bahwa *ring-s* yang rusak tidak mengalami perubahan fasa.

Hasil ini didukung oleh pengukuran sifat listrik pada *ring-s*, yaitu kurva hubungan antara resistifitas terhadap suhu bahan (Gambar 7). Pada Gambar 7 terlihat T_c *ring-s* sebelum dan sesudah rusak, harganya relatif tidak berubah yaitu 91 K. Dari hasil pengukuran T_c ini maka disimpulkan bahwa *ring-s* tersebut adalah superkonduktor. Dampak kerusakan terhadap sifat listrik adalah resistivitas bahan menjadi lebih besar. Hal ini tampak pada Gambar 7, bahwa resistivitas bahan pada suhu $T = 160$ K sebelum dan sesudah mengalami kerusakan berturut-turut adalah $1,4 \times 10^{-3} \Omega.cm$ dan $1,9 \times 10^{-2} \Omega.cm$.



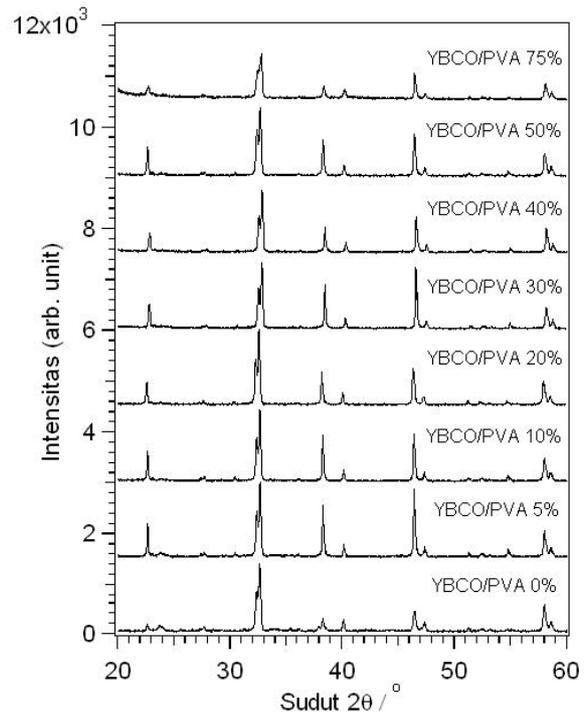
Gambar 7. Kurva resistivitas terhadap suhu, sebelum rusak (a) dan sesudah rusak (b).

Tabel 2. Komposisi penambahan aditif PVA ke dalam matriks fasa-123.

No.	Komposisi cuplikan (% berat)		Cuplikan
	Fasa-123	PVA	
1.	100	0	YBCO/PVA 0%
2.	95	5	YBCO/PVA 5%
3.	90	10	YBCO/PVA 10%
4.	80	20	YBCO/PVA 20%
5.	70	30	YBCO/PVA 30%
6.	60	40	YBCO/PVA 40%
7.	50	50	YBCO/PVA 50%
8.	25	75	YBCO/PVA 75%

Salah satu alternatif pemecahan masalah kerusakan tersebut adalah dengan penambahan aditif PVA ke dalam matriks fasa-123 sebelum dilakukan

pembuatan *ring*. Data komposisi penambahan aditif PVA ke dalam matriks fasa-123 ditunjukkan pada Tabel 2. Gambar 8 adalah pola difraksi sinar-x dari cuplikan YBCO/PVA 0%, 5%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, dan 75%. Hasil analisis secara kualitatif menunjukkan bahwa pola difraksi cuplikan masing-masing menampilkan profil pola difraksi fasa-123. Sedangkan puncak PVA tidak teramati dalam difraktogram karena merupakan amorf. Gambar 10 menunjukkan bahwa penambahan PVA tidak menyebabkan perubahan fasa.



Gambar 8. Pola difraksi sinar-X dari cuplikan YBCO/PVA.

Salah satu metode pengujian konduktifitas bahan superkonduktor adalah dengan uji efek *Meissner*, dimana semakin tinggi levitasi bahan mengindikasikan bahan tersebut mempunyai sifat konduktivitas lebih baik. Gambar 9 adalah hasil uji efek *Meissner*. Tampak bahwa penambahan PVA hingga 75% berat tetap dapat mempertahankan superkonduktifitas bahan, walaupun ketinggian levitasi cuplikan lebih rendah, seperti terlihat pada Tabel 3. Dari data tersebut diambil penambahan PVA sebanyak 30% berat sebagai campuran optimal. Pada kondisi ini diharapkan fleksibilitas dan superkonduktivitas bahan masih cukup baik. Oleh karena itu pembuatan *ring-s*/PVA dilakukan berdasarkan komposisi YBCO/PVA 30%, hasilnya ditunjukkan pada Gambar 10.

Ring-s/PVA hasil proses pelelehan ditunjukkan pada Gambar 11. *Ring-s* hasil proses pelelehan diharapkan terbebas dari pori-pori yang telah ditinggalkan oleh PVA. Berdasarkan hasil pemotretan SEM, pori-pori memang tampak berkurang, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 12. Hal ini menunjukkan bahwa

Tabel 3. Hasil pengukuran ketinggian levitasi sampel.

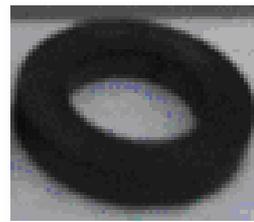
No.	Cuplikan	Tinggi levitasi (cm)
1	Y 0	0,7
2	Y 5	0,6
3	Y 10	0,5
4	Y 20	0,5
5	Y 30	0,5
6	Y 40	0,4
7	Y 50	0,3
8	Y 75	0,2



Gambar 9. Foto hasil uji Efek Meissner pada cuplikan YBCO/PVA.

kerapatan bahan sangat tinggi dan proses pelelehan menyebabkan butiran semakin besar dan terorientasi.

Komposisi butiran Gambar 12 dianalisis dengan EDAX, hasilnya ditunjukkan pada Tabel 4. Tampak pada tabel tersebut bahwa komposisi fasa-123 di dalam ring-s/PVA hasil proses pelelehan dan ring-s/rusak (patah) relatif sama. Data ini sesuai dengan hasil pengukuran T_c dari ring-s hasil pelelehan dengan



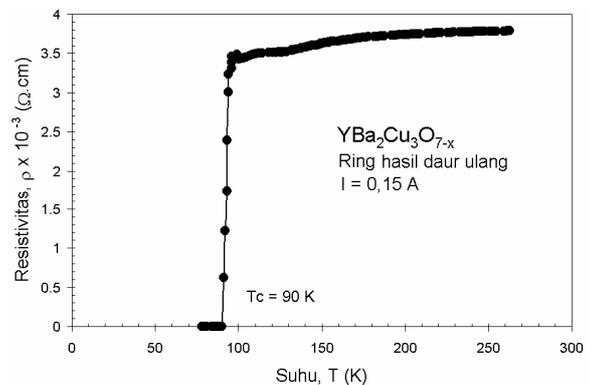
Gambar 10. Ring-s setelah ditambahkan PVA sebanyak 30 % berat.



Gambar 11. Ring-s setelah ditambahkan PVA sebanyak 30 % berat kemudian dilelehkan.



Gambar 12. Foto SEM pada ring-s/PVA.



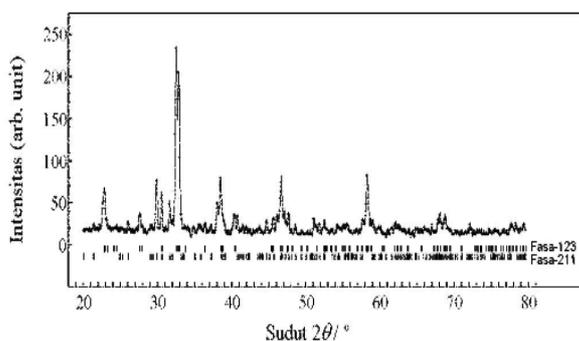
Gambar 13. Kurva resistivitas terhadap suhu dari ring-s/PVA.

penambahan PVA 30 % berat ditunjukkan pada Gambar 13, terlihat bahwa T_c ring-s adalah 90 K. Ini berarti bahwa ring-s adalah superkonduktor fasa -123. Pada Gambar 13 tampak bahwa nilai ρ ring-s/PVA hasil pelelehan relatif lebih besar dibandingkan dengan ring-s hasil sinter. Hal ini karena pada ring-s/PVA terdapat fasa-211 seperti ditunjukkan pada Gambar 14 (data difraksi sinar-X) dan Tabel 4 (data EDAX).

Data hasil analisis kualitatif menggunakan difraktometer sinar-X [8] dari ring-s/PVA ditunjukkan pada Gambar 14. Tampak pada gambar tersebut bahwa

Tabel 4. Komposisi unsur pada ring-s dianalisis dengan EDAX.

Nama cuplikan	Kandungan (% unsur)					
	Fasa – 123			Fasa – 211		
	Y	Ba	Cu	Y	Ba	Cu
Ring-s rusak	25,74	27,72	46,54	-	-	-
Ring-s hasil pelelehan	24,82	28,84	46,34	54,36	21,87	23,76



Gambar 14. Pola difraksi sinar-X dari ring-s/PVA hasil proses pelelehan.

pola difraksi ring-s hasil proses pelelehan menunjukkan adanya puncak-puncak yang sama dengan profil pola difraksi fasa-123. Jadi, disimpulkan bahwa ring-s hasil proses pelelehan yang dibuat dengan penambahan PVA adalah superkonduktor fasa-123.

KESIMPULAN

Sifat intrinsik superkonduktor pada ring yang rusak (patah) tidak berubah. Penyebab terjadinya kerusakan adalah akibat proses kompaksi yang tidak sempurna. Dengan penambahan PVA hingga 30 % berat sebagai bahan aditif, sifat intrinsik superkonduktor tidak berubah. Penambahan PVA hingga 30 % berat sebagai bahan aditif menyebabkan ring bebas dari retakan mikro dan tidak rusak (patah).

DAFTARACUAN

- [1]. WISNUARIADI, ENKIR SUKIRMAN, DIDIN S. WINATAPURA dan ARI HANDAYANI, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **5** (2) (2004)
- [2]. MARDJONO SISWOSUWARNO, Penerapan Efektif Metoda Analisis Kegagalan, *Prosiding Pertemuan Ilmiah Iptek Bahan 2002*, Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) - BATAN, (2002) 26-30
- [3]. RANDAL M. GERMAN, *Powder Metallurgy Science*, 2nd edition, Metal Powder Industries Federation, New Jersey, (1994) 205-240
- [4]. SUKIRMAN, E., Pengaruh Distribusi Kekosongan Oksigen pada Superkonduktivitas $YBa_2Cu_3O_7$, *Thesis Master Fakultas Pasca Sarjana*, Universitas Indonesia, (1991)
- [5]. WISNU ARI ADI, ENKIR SUKIRMAN dan DIDIN S. WINATAPURA, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **1** (3) (2000)

- [6]. WISNUARIADI, ENKIR SUKIRMAN, DIDIN S. WINATAPURA, Pengaruh Laju Pendinginan Terhadap Pembentukan Y_2BaCuO_5 dalam sintesis Superkonduktor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, *Prosiding Seminar Nasional Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (P3TM)*, Yogyakarta, (2003)
- [7]. CALESTANI, G, RIZZOLI, C., *Nature*, **328** (1987) 606-607
- [8]. WONG-NG, W., MCMURDIE, H., PARETZKIN, B., HUBBARD, C., DRAGOO, A., *NBS, USA, ICDD Grant-inAid*, (1987)
- [9]. WISNUARIADI, ENKIR SUKIRMAN, DIDIN S. WINATAPURA, YUSTINUS M. P. dan RISWAL N. SIREGAR, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **5**(3) (2004)
- [10]. BUTTNER, R., MASLEN, N., *Acta Cryst. B*, **49** (1993) 62-66