

SINTESIS BAHAN $Nd_1(Fe)_xBa_{2-x}Cu_3O_y$ DENGAN METODE REAKSI PADATAN (*SOLID STATE REACTION*)

Nur Aisyah Humairah

Program Studi Pendidikan Fisika FMIPA Universitas Sulawesi Barat

e-mail: humairah.amjad@gmail.com

Abstrak

Telah berhasil dikembangkan bahan paduan oksida $Nd_1(Fe)_xBa_{2-x}Cu_3O_y$ dengan variasi $x=+0,1$ sampai $+0,5$. Hasil analisis struktur kristal dengan menggunakan pengukuran XRD menunjukkan telah terjadi ikatan senyawa dengan kristalinitas yang tinggi, yang dapat dilihat pola pertumbuhan kristalnya dengan sangat konsisten mulai dari hasil sampel serbuk. Sedang dari hasil pengukuran EDAX diperoleh data komposisi penyusun bahan paduan telah sesuai dengan kerangka penelitian tahun pertama, dengan rasio perbandingan molar $Nd:Ba:Fe:Cu = 1: 2-x :x :3,1$. Hasil variasi doping Fe pada paduan oksida juga ditunjukkan berdasarkan hasil pengukuran SEM, dimana terjadi perubahan pola pertumbuhan butiran dari $X=0$ dan $x= +0,4$.

Demikian pula puncak-puncak ikatan kimia terhadap panjang gelombang juga menunjukkan orientasi dan pola ikatan yang sangat konsisten. Hasil ini mengindikasikan bahwa perubahan sifat fisis yang telah teramati tidak diikuti dengan perubahan sifat kimia, berarti telah terjadi ikatan senyawa yang sangat kompak pada paduan $Nd_1(Fe)_xBa_{2-x}Cu_3O_y$ berapapun variasi x yang diberikan.

Kata Kunci: Metode reaksi padatan

1. PENDAHULUAN

Sejak ditemukannya superkonduktor suhu tinggi (SKST) yang diawali oleh hasil rintisan **Bednorz dan Muller [3]**, kegiatan penelitian dalam bidang superkonduktor oksida telah mengalami peningkatan yang luar biasa. Peningkatan ini semula dirangsang oleh potensi peningkatan T_c lebih lanjut yang mendukung aplikasi dalam bidang teknologi yang luas, namun kini telah menumbuhkan pula penelitian ilmiah yang intensif karena banyaknya fenomena baru (*novel*) yang perlu diselidiki dan dipahami. Fenomena baru ini selain menimbulkan tantangan bagi pengembangan gagasan dan rumusan baru, juga peningkatan metode/proses sintesis bahan untuk menghasilkan sampel bermutu, serta keperluan untuk memeriksa ulang konsep dan teori dasar yang berlaku selama ini, baik dalam fisika padatan pada umumnya maupun mengenai superkonduktivitas konvensional pada khususnya.

Tantangan pertama yang dihadapi oleh para peneliti, baik untuk keperluan ilmiah maupun demi kepentingan aplikasinya, adalah masalah pengembangan cara sintesis yang menghasilkan sampel berkualitas tinggi, yaitu sampel berfase murni dan berkristal tunggal. Bagi bahan superkonduktor T_c tinggi, tuntutan itu merupakan persoalan tersendiri karena jenis bahan yang berunsur majemuk dan berstruktur rumit ini memiliki beraneka ragam senyawa dan struktur yang mudah terkontaminasi dalam proses pembentukannya. Masalah ini dipersulit lebih lanjut dengan sifat pelelehan yang bersifat inkongruen sehingga kristalisasi tidak dapat dilaksanakan langsung dari lelehan bersangkutan melalui pemanasan peritektik. Selain itu, pembentukannya pada suhu tinggi juga menimbulkan interaksi dengan bahan lain yang berakibat pencemarannya dengan impuritas yang tidak dikehendaki. Masalah-masalah tersebut akan relatif lebih mudah diatasi untuk sistem YBCO yang berunsur tiga, namun tidak untuk bahan paduan oksida NdBCO yang memiliki karakteristik menarik dan berpotensi baik untuk aplikasi. Hal ini sebagai akibat adanya transisi order dari ion Ba^+ dan Nd^+ dalam proses pembentukannya. Sehingga dalam keadaan off-stoikiometrik (tidak berstruktur Re-123 seperti

halnya YBaCuO), paduan oksida ini pada temperatur di bawah T_c masih bersifat superkonduktor. Selain itu penelitian pengembangan superkonduktor NdBCO yang diusulkan ini, didasarkan atas hasil kajian riset sebelumnya bahwa bahan ini memiliki stabilitas kimia yang lebih tinggi dibanding sistem YBCO. Sistem NdBCO memiliki struktur yang sama dengan sistem YBCO, namun NdBCO diketahui ber- J_c lebih tinggi dan memiliki fluks *pinning* yang lebih kuat. **Dengan demikian memungkinkan untuk diadakan variasi doping impuritas, dalam penelitian yang sedang dikembangkan adalah dengan doping Fe dari senyawa Fe_2O_3 yang bersifat magnetik.** Hal ini dengan pertimbangan doping Fe dalam paduan NdBaCuO diharapkan dapat meningkatkan sifat kemagnetan bahan paduan pada temperatur kamar. Sehingga hasil sintesis bahan oksida yang direncanakan tidak hanya bermanfaat sebagai bahan baru superkonduktor namun juga bertujuan untuk menemukan magnetik material yang sangat berguna dalam aplikasi spintronik devais.

Ciri yang menonjol dari superkonduktor oksida tembaga, selain T_c yang lebih tinggi adalah struktur yang berlapis (atau berciri struktur dua dimensi), panjang koherensi yang pendek, dan konsentrasi pembawa muatan yang rendah. Semua ini merupakan sumber fluktuasi termal yang tidak banyak berperan pada superkonduktor lama (*konvensional*), tetapi berpengaruh penting pada superkonduktor suhu tinggi. Sebagai akibatnya, efek pelebaran intrinsik transisi $\rho(T)$ di dalam medan magnet menurut teori fluktuasi **Aslamazov-Larkin (AL)**, menjadi aksesibel bagi studi eksperimental dan dapat diselidiki dengan teori tersebut di atas suhu transisi Ginzburg Landau (GL) T_{GL} , dan dengan teori Kosterlitz-Thouless (KT) dibawah T_{GL} [8]. Analisis seperti ini perlu dikembangkan untuk penentuan T_{GL} , T_{KT} , parameter anisotropis γ dan energi "hopping" Josephson J antar lapisan, serta penyempurnaan lebih lanjut dari teori tersebut.

Kegiatan penelitian superkonduktor dalam SKST (Superkonduktor suhu Tinggi) telah dilakukan oleh tim peneliti di Laboratorium Fisika Material Elektronik Jurusan Fisika ITB kurang lebih 5 tahun. Kegiatan tersebut dititikberatkan pada penguasaan sintesis bahan bulk dan film tipis superkonduktor YBCO, serta potensi aplikasinya pada devais persambungan Josephson serta karakterisasinya baik dengan pengukuran kurva ρ -T, I-V, maupun spektrum XRD, SEM, dan EDAX Sedangkan untuk bahan superkonduktor oksida NBCO telah dikembangkan selama 2 (dua) tahun di Universitas Twente Belanda. Hasilnya telah diaplikasikan dalam pembuatan persambungan Josephson, *direct injection* SQUIDS, dan *devais analog to digital converter*.

Sehingga pengembangan paduan oksida baru ini, lebih dititik beratkan pada aspek pengkajian bahan oksida dengan sifat kemagnetan yang kuat pada temperatur di atas temperatur kritis T_c , namun tetap bersifat superkonduktor pada temperatur di bawah temperatur tersebut. Dengan demikian jika terealisasi, maka temuan baru bahan ini akan dapat bermanfaat tidak hanya pada saat kondisi bahan bersifat superkonduktor namun juga berguna pada kondisi devais pada temperatur kamar yaitu sebagai material bahan magnet.

2. METODE PENELITIAN

Dalam penelitian pembuatan dan pengembangan bahan akan digunakan dan dikembangkan:

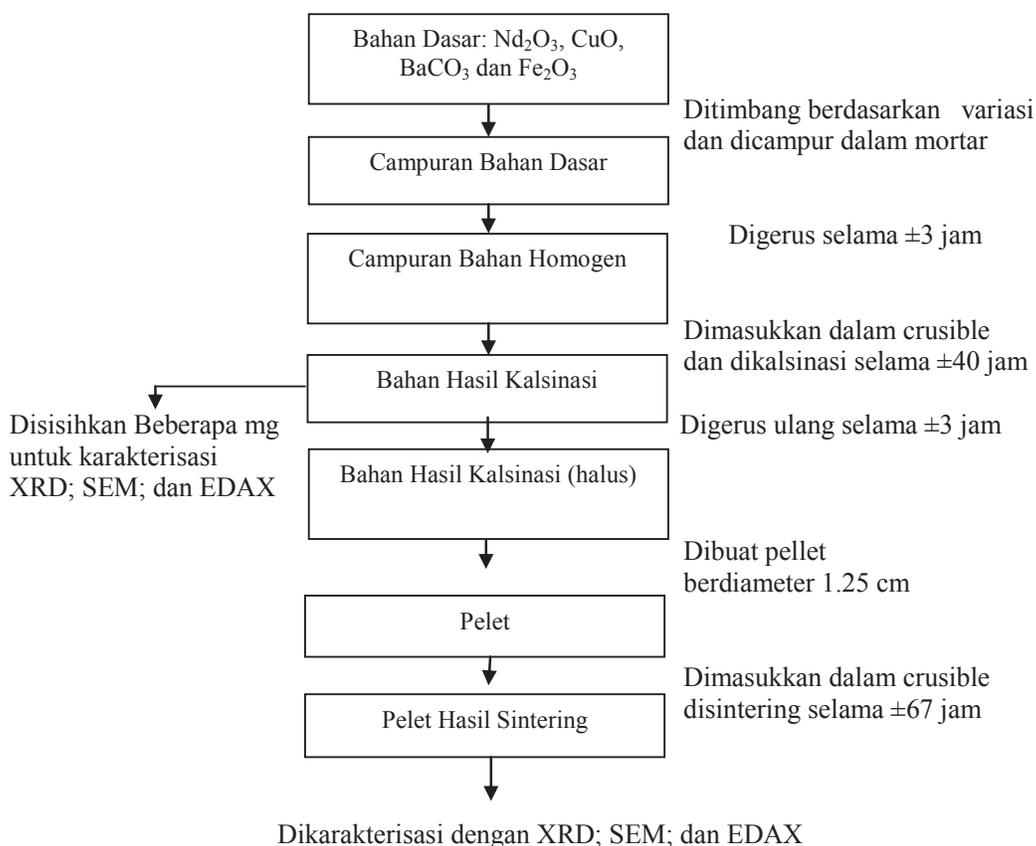
- Proses reaksi padatan dengan teknik campuran kering untuk menghasilkan bahan serbuk dengan kadar dopan tertentu.
- Proses reaksi padatan dengan teknik campuran basah untuk menghasilkan bahan serbuk dengan kualitas kemurnian yang tinggi. Adapun peralatan pokok yang digunakan dalam kegiatan *a* dan *b* yaitu *neraca sarthorius* (*ketelitian 0,001 gram*) untuk penimbangan bahan dasar, serta *mortar* dan *pastel* untuk proses penggerusan.
- Dengan memanfaatkan keunggulan teknik campuran kering dalam pembuatan komposisi serbuk dengan dopan tertentu, setelah proses *kalsinasi* pertama bahan digerus kembali dan

selanjutnya digunakan teknik campuran basah. Pada proses *kalsinasi*, campuran bahan dasar dipanaskan dari temperatur ruang hingga 950 °C selama 10 sampai 20 jam. Hal ini untuk menghasilkan proses pencampuran yang lebih homogen dari senyawa yang dikembangkan. Setelah proses pencampuran bahan dasar selanjutnya dilakukan tahap *sintering* pada temperatur tetap 950 °C selama 15 sampai 25 jam dengan menggunakan peralatan *furnace* Nabertherm (gambar 2a, dan 2b). Bahan-bahan tersebut diletakkan di dalam *crusible*.

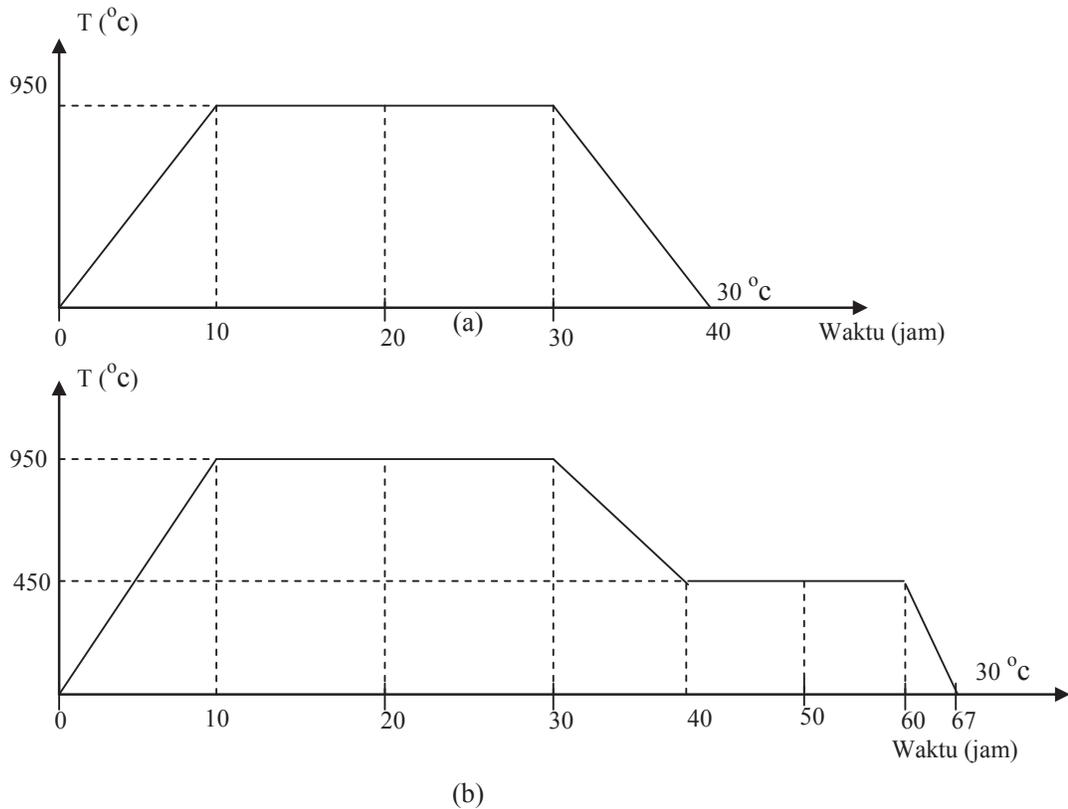
Kegiatan dari *a* hingga *c* dievaluasi melalui pengulangan “*rute proses sintesis precursor*” sehingga dihasilkan bahan yang bermutu tinggi.

- d. Proses peletisasi untuk menghasilkan bahan *bulk* dengan ketahanan mekanik yang baik. Peralatan yang digunakan adalah alat *press* yang dapat dikontrol tekanannya sesuai kebutuhan penelitian dan jenis bahan. Kegiatan ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Universitas Negeri Makassar (UNM).

Prosedur kerja secara garis besar dapat digambarkan sebagai berikut :



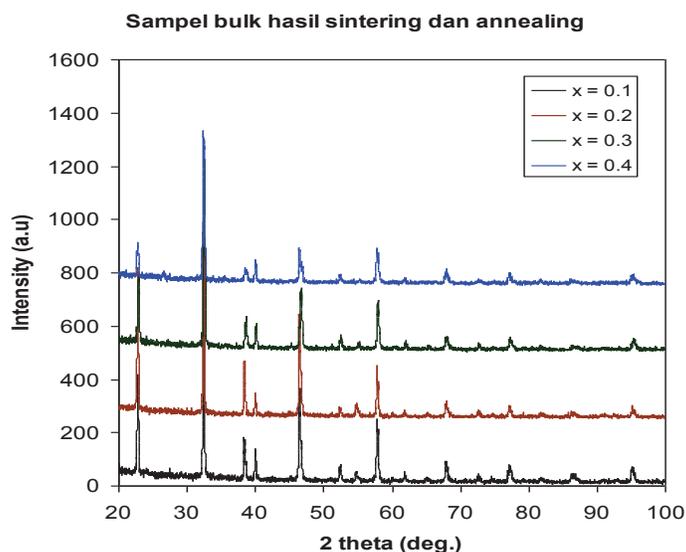
Gambar 1. Diagram alir prosedur kerja untuk eksperimen sintesis sampel serbuk dan bulk paduan oksida $Nd_1Fe_xBa_{2-x}Cu_3O_y$.



Gambar 2. (a) kurva pola kalsinasi sampel. (b) kurva pola sintering

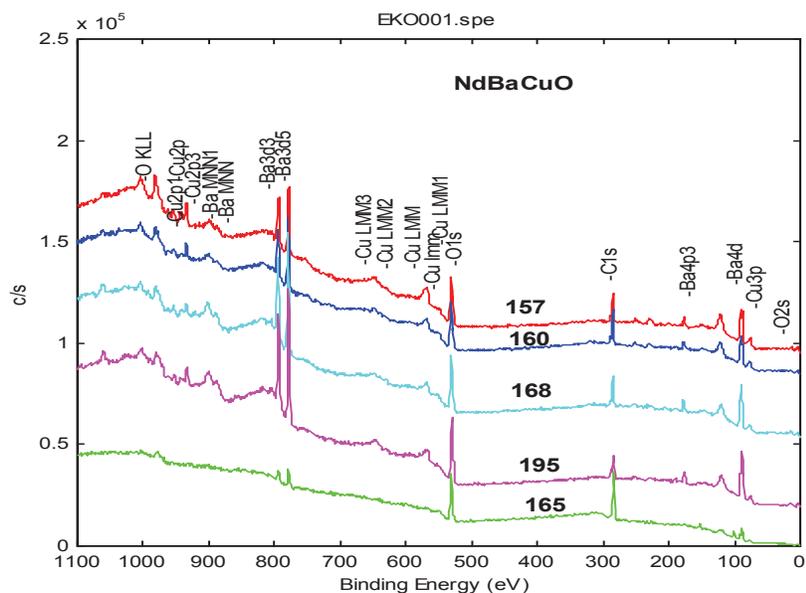
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi struktur kristal menunjukkan bahwa sampel bahan paduan yang disintesis dengan menggunakan metode reaksi padatan memiliki kualitas kristal yang baik, dengan orientasi pertumbuhan pada sumbu- c ($0\ 0\ 1$). Pada gambar 3. diperlihatkan hasil pengukuran XRD pada sampel NdBaFeCuO dengan variasi doping $x = +0,1$ sampai dengan $x = +0,4$. Hasil karakterisasi juga menunjukkan variasi doping tersebut sangat konsisten mengikuti pola pertumbuhan kristal NdBaCuO stoikiometri pada $x=0$.



Gambar 3. Hasil pengukuran XRD sampel bulk hasil sintering dan annealing berdasarkan variasi x pada bahan paduan $Nd_1Fe_xBa_{2-x}Cu_3O_y$

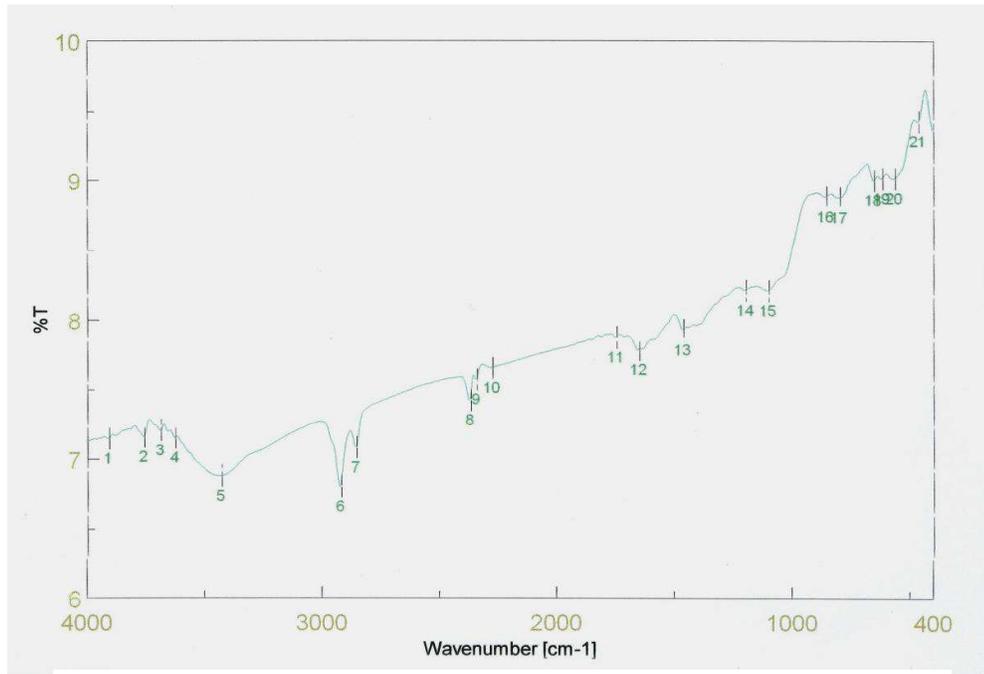
Selanjutnya untuk menguji apakah paduan oksida $Nd_1Fe_xBa_{2-x}Cu_3O_y$ telah terjadi pada seluruh permukaan bulk, maka pada sampel juga telah dilakukan pengukuran XPS (*X-ray photoelectron spectra*) yaitu untuk melihat pola reaksi senyawa bahan yang ditunjukkan perbandingan komposisi atomik bahan terhadap profil kedalaman/tebal sampel. Hasil karakterisasi ditunjukkan pada gambar 4. Tabel 1. Dari data tersebut nampak bahwa reaksi senyawa paduan oksida $Nd_1Fe_xBa_{2-x}Cu_3O_y$ telah terbentuk dengan baik pada seluruh sampel. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa paduan oksida dapat ditumbuhkan dengan menggunakan reaksi padatan.



Gambar 4. Hasil karakterisasi XPS pada bahan paduan $NdBaFeCuO$ berdasarkan variasi x

Selanjutnya hasil karakterisasi XPS juga didukung dengan hasil analisis komposisi kimia bahan oksida yang telah disintesis dengan menggunakan EDAX. Hasilnya menunjukkan bahwa senyawa NdBaFeCuO telah terbentuk dengan perbandingan fraksi molar yang stoikiometrik sesuai program penelitian yang telah dirancang yaitu Nd:Ba:Fe:Cu = 1 : 2-x : x : 3,1.

Perbandingan fraksi molar yang telah dikemukakan, didukung oleh hasil analisis morfologi sampel yang menunjukkan pengaruh doping Fe pada senyawa paduan NdBaFeCuO menyebabkan perubahan bentuk butiran dari pola memanjang segi empat, menjadi pola segiempat pendek. Pada doping Fe +0,4 nampak kumpulan butiran segiempat pendek yang mencirikan adanya pembentukan Fe₂O₃ nampak jelas pada morfologi permukaan sampel hasil SEM. Temuan ini selanjutnya pada tahap kedua (tahun 2007) akan dilakukan pengujian khusus kemagnetan, terutama pada pusat butiran tersebut.



Gambar 5. Hasil karakterisasi FTIR pada bahan paduan NdBaFeCuO pada x= +0,4.

Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan pola ikatan kimia pada paduan oksida Nd₁Fe_xBa_{2-x}Cu₃O_y tidak mengalami perubahan yang ditunjukkan dengan tidak terjadinya perubahan pada % transmitansi IR, dan intensitas puncak pada panjang gelombang tertentu. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa variasi doping Fe tidak mempengaruhi terjadinya reaksi pembentukan senyawa NdBaFeCuO, namun berpengaruh pada sifat fisis bahan.

Hasil analisis struktur dengan XRD, komposisi dengan EDAX, morfologi dengan SEM menunjukkan bahwa dengan melakukan kalsinasi pada temperatur 950°C selama 10 sampai dengan 20 jam terbentuk paduan 'awal' oksida NdBaFeCuO dengan karakteristik kristal dan ikatan kimia hasil XPS, dan FTIR yang sangat baik dan berpotensi untuk dikembangkan menjadi bahan baru superkonduktor.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis data serta pembahasan yang telah dikemukakan maka, kesimpulan yang dapat dipaparkan adalah sebagai berikut :

1. Metoda reaksi padatan telah berhasil digunakan untuk mensintesis bahan paduan oksida baru NdBaFeCuO dengan pola pertumbuhan kristal yang sangat konsisten mulai dari sampel serbuk setelah proses kalsinasi, sampai dengan sampel bulk hasil variasi doping Fe mulai +0,1 sampai dengan +0,3, dan menghasilkan struktur tetragonal.
2. Hasil analisis komposisi kimia bahan oksida yang telah disintesis dengan EDAX menunjukkan bahwa senyawa NdBaFeCuO telah terbentuk dengan perbandingan fraksi molar yang stoikiometrik sesuai program penelitian yang telah dirancang yaitu Nd:Ba:Fe:Cu = 1 : 2-x : x : 3,1.
3. Hasil analisis struktur kristal dengan menggunakan pengukuran XRD menunjukkan telah terjadi ikatan senyawa dengan kristalinitas yang tinggi, yang dapat dilihat pola pertumbuhan kristalnya dengan sangat konsisten mulai dari hasil sampel serbuk
4. Perbandingan fraksi molar yang telah dikemukakan, didukung oleh hasil analisis morfologi sampel yang menunjukkan pengaruh doping Fe pada senyawa paduan NdBaFeCuO menyebabkan perubahan bentuk butiran dari pola memanjang segi empat, menjadi pola segiempat pendek. Pada doping Fe +0,3 nampak kumpulan butiran segiempat pendek yang mencirikan adanya pembentukan Fe₂O₃ nampak jelas pada morfologi permukaan sampel hasil SEM.

DAFTAR PUSTAKA

- A. Grill, 1993, *Cold Plasma in Material Fabrication*, IEEE Press, The Institute of Electrical and Electronics Engineers. New York
- C. Suryanarana and M.G.Norton, 2000, *X-Ray Diffraction*, Plenum Press, New York and London.
- Darminto dkk, 1999, Efek Substitusi Pb pada sifat Tunggal Superkonduktor Bi₂Sr₂CaCu₂O_{7-δ} Jurnal Fisika Himpunan Fisika Indonesia volume 10-Nomor 3. 1999.
- E. H. Sujiono dkk, 1999, *Fabrikasi Film Tipis Lapisan Buffer PrBa₂Cu₃O_{7δ}/MGO (100) untuk Meningkatkan Temperatur Kritis Superkonduktor YBa₂Cu₃O_{7-δ}* Jurnal Fisika Himpunan Fisika Indonesia volume 2-Nomor 4 Desember 1999.
- E. H. Sujiono, 2005, *Mengenal Bahan Superkonduktor*, State University of Makassar Press, Makassar.
- H. Sujatmoko, 2003, "Rahasia Dibalik Kehebatan Maglev", (online) [Pikiran Rakyat Cyber Media](#), (diakses pada tanggal 26 juni 2006)
- Ihman Y, 2004, *Efek Perlakuan Temperatur Terhadap Struktur Kristal dan Perubahan Sampel LaAlO₃*, UNM, Makassar.
- Ismunandar, 2006, *Padatan Oksida Logam (Struktur, Sintesis, dan Sifat-Sifatnya)*, ITB, Bandung.
- Ismunandar dan C. Sen, 2006, "Mengenal Superkonduktor", (Jurnal Online LIPI) <http://www.fisikanet.lipi.go.id/utma.cgi>, (diakses pada tanggal 19 Juli 2006)
- Ismunandar dan C. Sen, 2006, "Superkonduktor Berparitas Ganjil", (Jurnal Online LIPI) <http://www.fisikanet.lipi.go.id/utma.cgi>, (diakses pada tanggal 10 April 2006)
- J. Yoshioka, 2002, "Effect Of CeO₂ and Pt doping on the microstructure of Nd-Sm123 bulk superkonduktor fabrication in air", Superkonduktor Sci. Technol. 15 (2002) 778-780.
- Laboratorium Uji Polimer Pusat Penelitian Fisika-LIPI, 2006, "Analisa Termal (Pendahuluan)", (online) <http://www.joomambo.com/>, (diakses pada tanggal 10 Agustus 2006).

- M. Siswosuwarjo, 1996 « *Scanning Electron Microscopy Sebagai Salah Satu Teknik Pemeriksaan Material*” laboratorium Metalurgi Jurusan Fisika Teknik Mesin ITB, Bandung.
- M. Jannah. 2006. *Karakterisasi Struktur Geopolimer Kaolin dengan x-Ray Difraksi (XRD)*, Universitas Negeri Makassar, Makassar
- M. Cryottf and D. Pavuna; 1992, *Introduction To Superkonduktivitas and High-Tc Materials*, World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd, Singapore.
- M. Konuma; 1991, *Film Deposition by Plasma Techniques*, Springer-Verlag. Berlin Heidelberg New York.
- P.B. Mozhaev et al; 2000, *Substitutions in the Nd/Ba cation Subsystem in Thin Films of the $NdBa_2Cu_3O_y$ High-Temperature Superkonduktor*, Springer-Verlag. Berlin Heidelberg New York. physics of the Solid State Vol 42, No 9, 2000. pp 1590-1959.