

# **Proses Pabrikasi Seramik REE – Superkonduktor Material Y123 dan Proses Deposisi Film Tipis yang dapat digunakan untuk Indutri Maju di Indonesia**

*Bambang Sartono Abdurrahman*

*The Indonesian Noor – Ramadhan 1434H*

# Pendahuluan - Abstrak

Pengaruh temperatur penumbuhan terhadap struktur kristal film tipis YBCO (Yttrium Barium Copper Oxide = Y123) yang dideposisi dengan menggunakan sputtering process dalam ruangan hampa udara dan dipandu dengan aliran inert gas (high purity Argon gas), pada kondisi temperatur ruangan antara 600°C sampai dengan 675°C. Kemudian film yang dihasilkan dianalisa dengan menggunakan alat pengukur spektrum EDAX. Maka dapat terlihat bahwa film YBCO yang ditumbuhkan pada temperatur 680°C atau di atasnya tersusun atas komposisi Y : Ba : Cu = 1 : 2 : 3. Film yang dideposisi pada temperatur 700°C bersifat superkonduktor dengan temperatur kritis sekitar 87°K.

Disini juga akan dibahas mengenai penggunaan Neodymium elemen sebagai pengganti Yttrium dalam proses pabrikasi material REE superkonduktif maknit untuk industri teknologi tinggi pada skala laboratorium, yang juga akan dimulai dengan proses pembuatan partikel powder YBCO nya. Kemudian dilanjutkan pengembangan prosesnya keskala industri besar.

# Produksi Partikel YBCO

- Pembuatan partikel YBCO yang akan dibahas disini yaitu proses produksi dengan menggunakan Sandia National Laboratory Method. Untuk produksi di laboratorium dengan skala kecil, maka akan diperhitungkan dengan basis produk akhir yang dihasilkan dari partikel YBCO sebanyak 100 gram.
- Preparasinya dapat dimulai dengan menimbang dan mengukur volume bahan baku yang dibutuhkan (lihat table di halaman berikut). Untuk YBCO, maka bahan baku yang dibutuhkan yaitu:  $Y(NO_3)_3$ ,  $Ba(NO_3)_2$ ,  $Cu(NO_3)_2$  dan TMAOH (Tetra Methyl Ammonium Hydroxide).
- Begitu juga untuk NdBCO (Neodymium Barium Copper Oxide = Nd123). Dalam hal ini  $Y(NO_3)_3$  digantikan dengan  $Nd(NO_3)_3$ .

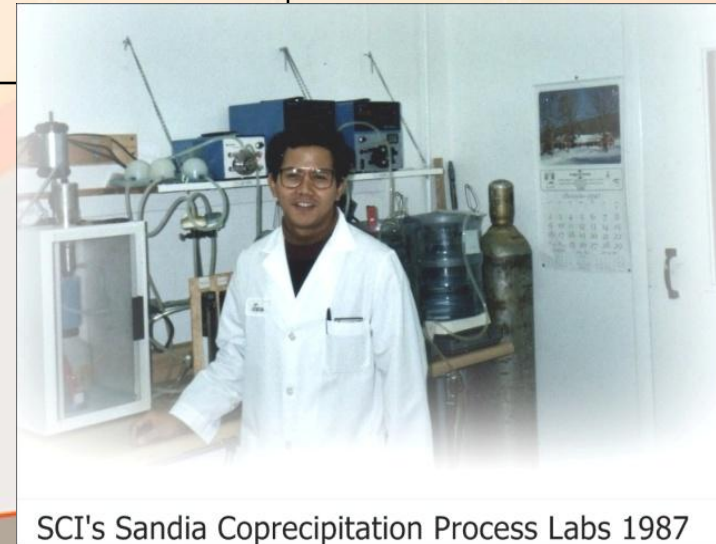
## Proses Persiapan Bahan Baku

- Timbang dan larutkan padatan  $Ba(NO_3)_2 \cdot xH_2O$  kedalam bejana gelas (Baker Glass) sampai semua padatan larut didalamnya.
- Ukur volume  $Y(NO_3)_3$ ,  $Cu(NO_3)_2$  dan TMAOH
- Campurkan  $Y(NO_3)_3$ ,  $Cu(NO_3)_2$  dan  $Ba(NO_3)_2$  dalam wadah yang sama.
- Presipitasi dapat dimulai dengan memompa TMAOH kedalam campuran diatas.



# SANDIA CO-PRECIPIATION METHOD

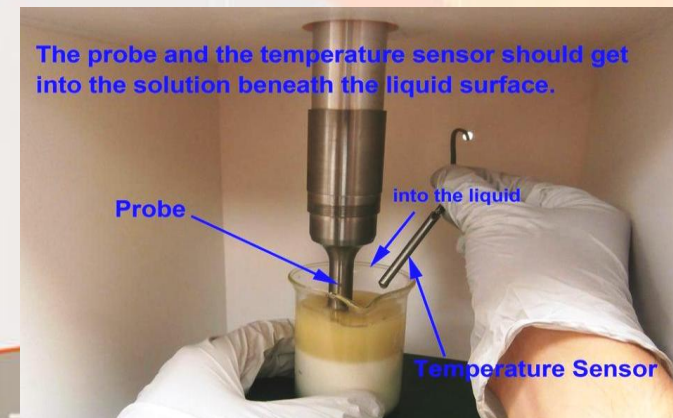
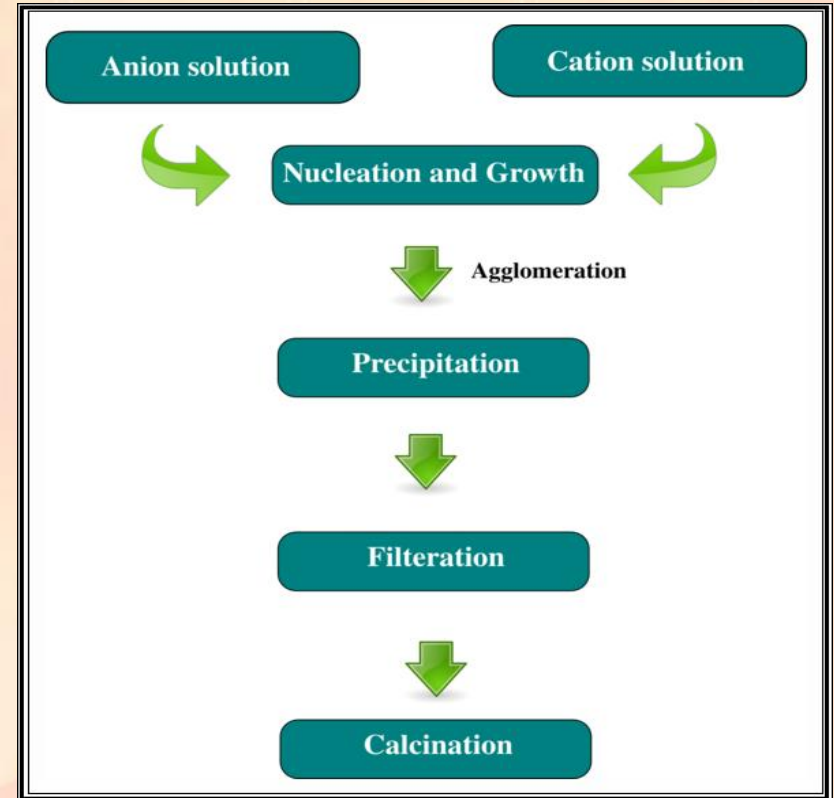
Materials	Molarity (molar)	Volume or Weight	Moles
Y(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> or Nd(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> solution	2.596	0.0642 liter	0.16662
Ba(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> . x H <sub>2</sub> O Crystal	261.35	87.091 gram	0.33323
Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> solution	3.5	0.1428 liter	0.49985
TMAOH solution	364.6	0.833 liter	



SCI's Sandia Coprecipitation Process Labs 1987

# Co-Precipitation (CPT) Process

- Setelah kedua larutan disiapkan: larutan 1 (Campuran  $Y(NO_3)_3$ ,  $Cu(NO_3)_2$  dan  $Ba(NO_3)_2$  dalam wadah yang sama) terpisah dari larutan 2 (TMAOH, dalam wadah yang berbeda), maka proses co-presipitasi dapat mulai dilakukan dengan mencampurkan keduanya.
- Secara umum, larutan 1 = Cations ( $Y^{3+}$ ,  $Cu^{2+}$  &  $Ba^{2+}$ ) dicampurkan dengan larutan 2 = Anions ( $OH^-$ ) menggunakan 1200W Ultrasonic Processor untuk proses Dispersing, Homogenizing and Mixing Liquid Chemicals. Dimana terjadilah pertumbuhan nucleic partikel (YBC – OH) dan akhirnya menjadi endapan presipitasi berwarna biru. Disini kemudian hasil presipitasi di saring (blue sludge) untuk diteruskan ke proses kalsinasi (lihat bagan disebelah). Perlu dicatat disini bahwa pada proses Agglomeration dan Precipitation pH larutan campuran (presipitasi) harus diawasi berkisar antara pH 10.9 sampai dengan pH 11.0 agar terjadi keseimbangan dengan komposisi yang mendekati YBCO(123).



# Sintering & Calcinations Processes

Tahap berikutnya yaitu: proses Sintering dan Calcination. Pada proses Sintering, sludge powder yang dihasilkan dari Co-Precipitation proses di oksidasi dalam kiln calcination selama 12 jam.

Kemudian tahap berikutnya, masuk dalam proses Calcination, selama 24 jam. Dengan cara pengontrolan yang bertahap dan penggunaan oksigen yang cukup, maka hasil akhir powder dari proses ini akan berubah menjadi superkonduktif. Dari hasil akhir disini, powder sudah menjadi produk akhir Y-123 ataupun Nd-123 yang siap di gunakan untuk proses lainnya.

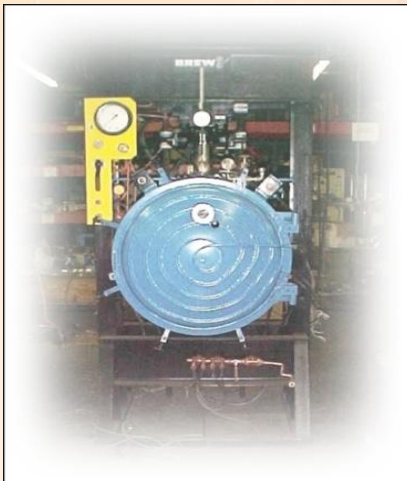
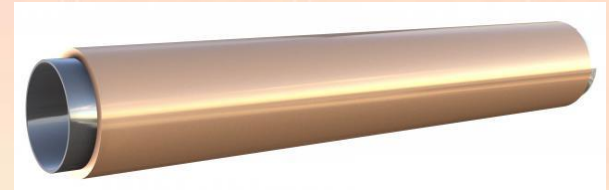


# Hot Pressing Process

Powder (bubuk) seramik REE Y-123 atau Nd-123 dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan sputtering target dengan menggunakan proses Hot Pressing teknologi. Pada proses ini, bubuk seramik Y-123 di proses dengan “Powder Metallurgy Process,” didalam suatu Hot Pressing Machine.

Produk akhir dapat berupa:

- rectangular sputtering targets
- rotatable sputtering targets
- slugs PVD



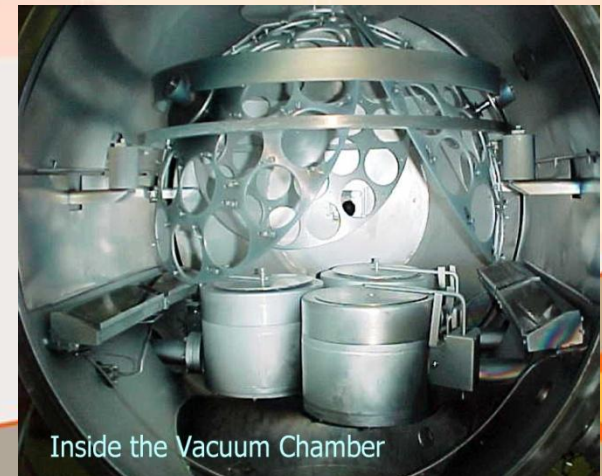
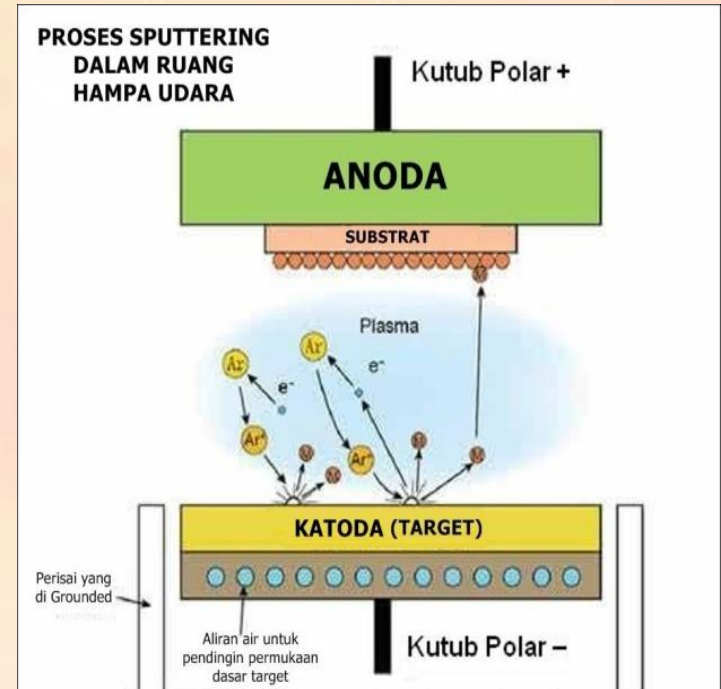
# Thin Film Deposition (Sputtering) Process

Chemical Vapor Deposition (CVD) adalah proses fisika ataupun kimia yang digunakan untuk menghasilkan produk material dengan kemurnian tinggi. Proses ini sering digunakan dalam industri semikonduktor film tipis (lihat diagram CVD sputtering process disebelah).

Sedang Sputtering adalah teknik yang digunakan untuk membuat lapisan film tipis, seperti yang ditemukan di industri semikonduktor dan FPD (Flat Panel Display). Seperti halnya pada arus searah (DC) sputtering proses melibatkan gelombang energi yang berjalan melalui gas inert untuk menciptakan ion positif.

Bahan target, yang pada akhirnya akan menjadi tempat melandasnya permukaan lapisan film tipis, ditumbuk oleh ion dan dipecah menjadi penyemprotan halus yang menutupi substrat tadi pada dasar lapisan film tipis.

Proses ini banyak sekali digunakan di industri-industri maju untuk memproduksi pelapisan film tipis untuk layar TV besar, kaca mobil, kaca-kaca jendela di gedung-gedung besar dan banyak lagi manfaat lainnya.





# DASAR TEORI TITRASI KOMPLEKSOMETRI

Titration kompleksometri adalah cara titrimetri yang di dasarkan pada kemampuan ion-ion logam membentuk senyawa kompleks yang mantap dan dapat larut dalam air. Atas dasar ini, sejumlah cara titrasi untuk menentukan kadar ion-on logam dalam cuplikan telah dikembangkan. Titrasi kompleksometri merupakan pembentukan molekul netral yang terdisosiasi dalam larutan. Persyaratan mendasar terbentuknya kompleks demikian adalah tingkat kelarutan yang tinggi. Zat pengompleks (pereaksi) yang sering digunakan adalah ligan bergigi banyak yaitu asam etilendiamintetraasetat (EDTA).

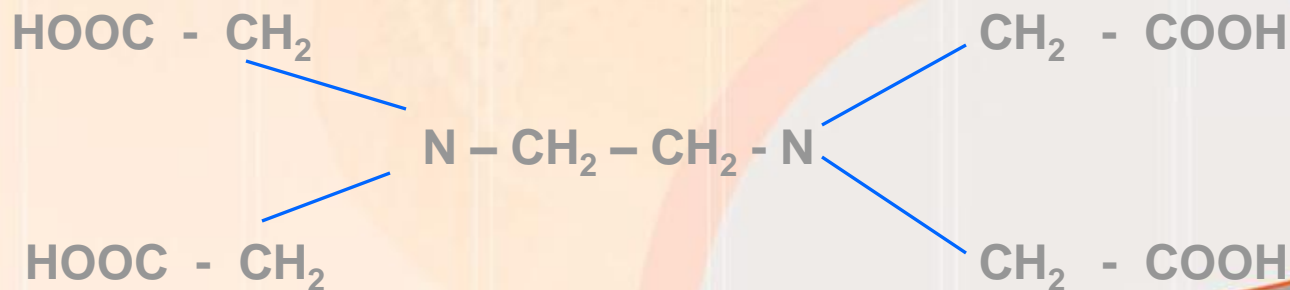
Salah satu penggunaan titrasi kompleksometri adalah digunakan untuk penentuan kesadahan air dimana disebabkan oleh adanya ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$ . Titrasi ini dapat di ukur langsung dengan EDTA pada pH 10 yang menggunakan indikator EBT, titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna dari merah menjadi biru.

Reaksi kesetimbangan pembentuk kompleks banyak digunakan dalam titrimetri. Cara titrimetri ini didasarkan pada kemampuan ion-ion logam membentuk senyawa kompleks yang mantap dan dapat larut dalam air. Karena itu cara ini sering disebut titrasi kompleksometri. Atas dasar ini, sejumlah cara titrasi untuk menentukan kadar ion-ion logam dalam cuplikan telah dikembangkan oleh para ahli.

# DASAR TEORI TITRASI ... lanjutan 1

Reaksi-reaksi kesetimbangan pembentukan kompleks banyak digunakan dalam titrimetri. Cara titrimetri ini didasarkan pada kemampuan ion-ion logam membentuk senyawa kompleks yang mantap dan dapat larut dalam air. Karena itu cara ini sering disebut titrasi kompleksometri.

Titrasi kompleksometri adalah cara titrimetri yang didasarkan pada kemampuan ion-ion logam membentuk senyawa kompleks yang mantap dan dapat larut dalam air. Atas dasar ini, sejumlah cara titrasi untuk menentukan kadar-kadar ion logam dalam cuplikan telah dikembangkan. Titrasi kompleksometri merupakan pembentukan molekul netral yang terdisosiasi dalam larutan. Persyaratan mendasar terbentuknya kompleks yang demikian adalah tingkat kelarutan tinggi. Zat pengompleks (pereaksi) yang sering digunakan adalah ligan bergigi banyak, yaitu asam etilen diamin tetra asetat atau EDTA dengan rumus sebagai berikut:



# DASAR TEORI TITRASI ... lanjutan 2

Dari strukturnya, bahwa molekul tersebut (EDTA) mengandung baik donor elektron dari atom oksigen maupun donor dari atom nitrogen sehingga dapat menghasilkan khelat bercincin sampai dengan enam secara serentak. EDTA mudah larut dalam air, dapat diperoleh dalam keadaan murni, tapi karena adanya dengan jumlah yang tidak tertentu, sebaiknya distandarisasi dulu.

EDTA berpotensi sebagai ligan seksidentat yang dapat berkoordinasi dengan sebuah ion logam melalui gugus dua nitrogen dan empat karboksilnya. Dalam kasus lainnya, EDTA dapat bertindak sebagai ligan kuinkedendat atau kuadridentat dengan satu atau dua gugus karboksilnya bebas dari interaksi kuat dengan logam. Untuk mudahnya, bentuk asam bebas dari EDTA sering disingkat  $H_4y$ .

Karena EDTA mengandung enam situs basa-empat karbosilat oksigen dan dua nitrogen. Maka enam spesies asam dapat hadir :  $H_6y^{2+}$ ,  $H_5y^+$ ,  $H_4y$ ,  $H_3y^-$ ,  $H_2y^{2-}$ , dan  $H_3y^{3-}$ . Dua asam pertama adalah asam-asam yang relatif kuat dan biasanya tidak penting dalam perhitungan kesetimbangan. Dari sekian banyak ligan organik, asam-asam Paramino-karboksilat (komplekson) merupakan ligan yang sangat penting dalam pemeriksaan kimia.

# DASAR TEORI TITRASI ... lanjutan 3

Sifat yang sangat penting dan khas dari senyawa-senyawa komplekson adalah kemampuannya membentuk senyawa kompleks kelat bertangan banyak, karena kompleks EDTA sangat mantap, maka jelaslah bahwa di daerah titik kesetaraan kepekatan ion logam akan menurun sangat tajam.

EDTA adalah asam tetraprotik dengan 4 macam tetapan disosiasi yaitu:

$$\begin{array}{ll} K_1 = 1 \cdot 10^{-2} & K_3 = 6.9 \cdot 10^{-7} \\ K_2 = 2.1 \cdot 10^{-3} & K_4 = 7 \cdot 10^{-11} \end{array}$$

Dari harga tetapan disosiasi tersebut, jelas bahwa hanya 2 proton yang bersifat asam kuat. Pada pH tersebut reaksi pembentukan kompleks dari EDTA dengan ion logam polivalen :  $Mn^{n+}$ , dinyatakan sebagai berikut:

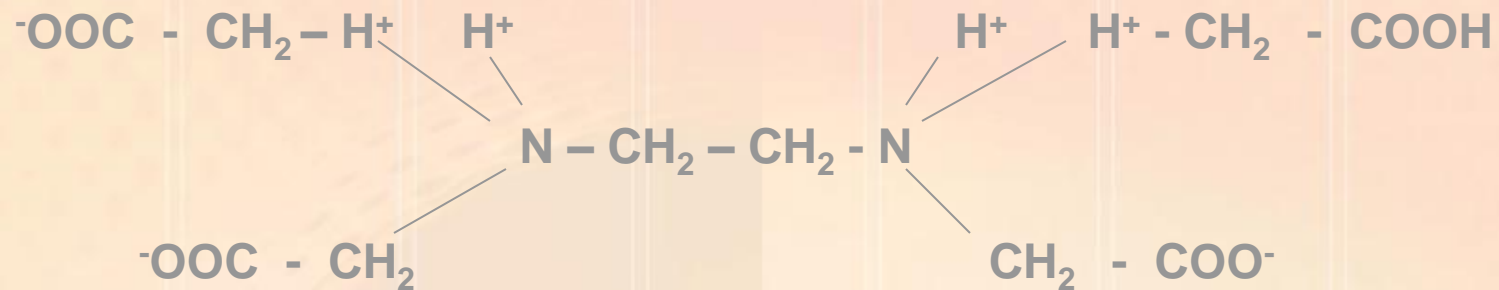


Reaksi tersebut bolak balik (reversible) dan ke arah pembentukan kompleks logam disertai dengan pelepasan  $H^+$ . Bila keasaman larutan tinggi (pH rendah) maka kompleks logam akan terdisosiasi dan kesetimbangan akan bergeser ke kiri. Bila larutan alkalis (pH tinggi) maka kemungkinan akan terbentuk hidroksida dari logam yang bersangkutan.

# DASAR TEORI TITRASI ... lanjutan 4

Untuk menjaga hal ini maka dilakukan penambahan pH tertentu. Makin rendah stabilitas kompleks metal EDTA, maka pada titrasi harus digunakan pH yang tinggi.

Bukti yang menunjukkan bahwa EDTA mempunyai rumus bangun "zwitter" rangkap yaitu sebagai berikut:



Senyawa ini biasanya digunakan dalam bentuk garam natriumnya yang sering digunakan juga disebut EDTA atau kadang-kadang  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ . Pelepasan empat proton dari molekul EDTA menyebabkan ligan ini mempunyai enam pasang elektron bebas. Untuk mencegah perubahan digunakan larutan buffer pada titrasi kompleksometri ini. Salah satu penggunaan titrasi kompleksometri adalah digunakan untuk penentuan kesadahan air dimana disebabkan oleh adanya ion  $\text{Ca}^{2+}$  dan  $\text{Mg}^{2+}$ .

# DASAR TEORI TITRASI ... lanjutan 5

Titration is direct with EDTA at pH 10 using the indicator Erichrom Black T ( $H_3In$ ). The endpoint of the titration is marked by a color change from red to blue. At pH 10, EBT ( $Hin$  = blue) reacts with Mg to form a red complex.

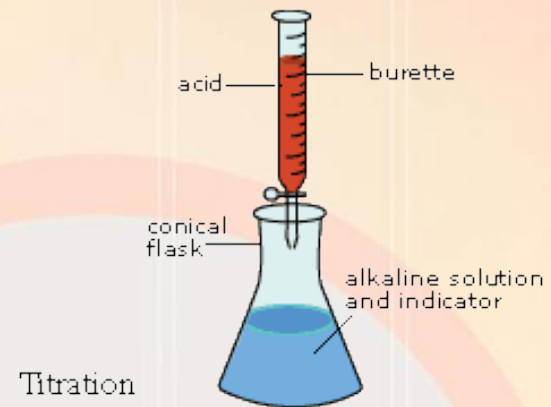
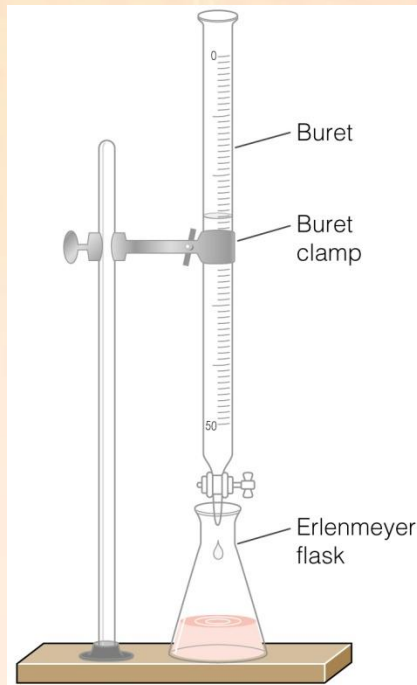
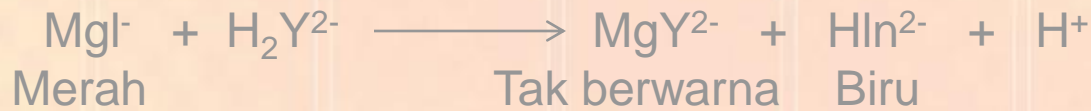


Metal chelate is formed with EBT by the loss of hydrogen ions from the phenolate groups OH and the formation of bonds between metal ions and oxygen atoms. The EBT molecule is usually present in abbreviated form as a triprotic acid,  $H_3In$ . The sulfonate acid species shown in the picture as a terionized form, this is a strong acid group that is stable in a solution of any pH, so the structure shown is  $H_2In$ .

The complex is formed 1:1, stable, and red, with a number of cations such as  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ , and  $Ni^{2+}$ . Many EDTA titrations are carried out in a buffer of pH 8 to 10. In this range, the dominant form of EBT is  $Hin^{2-}$ .

# DASAR TEORI TITRASI ... lanjutan 6

Kompleks yang dibentuk indikator dengan ion logam lebih lemah daripada kompleks antara ion logam dengan EDTA (kompleks  $MgIn$  lebih lemah dari  $MgY^{2-}$ ) dengan demikian kelebihan EDTA akan mengikat  $Mg$  dari  $MgIn$  membentuk kompleks  $Mg^{2+}$ .



# DAFTAR PUSTAKA & GAMBAR

1. Bambang Sartono Abdurrahman, YBCO (123), CPT Sandia National Lab's Processes, Superconductive Components, Inc., 1987 – 1990, Columbus, Ohio, USA.
2. Sebagian gambar-gambar ilustrasi CPT etc. di dapat dari <http://en.wikipedia.org/wiki/Coprecipitation>
3. Dasar Teori Titrasi Kompleksometri Asam Basa, Kimia Analisis Seri

SELESAI