

# GADING

**Jurnal  
UiTM Cawangan Pahang**



**JILID 5 BIL : 3**

**JAN-JUN 2000**

**ISSN 0128-5599**

## ***KERTAS KERJA PENYELIDIKAN / RESEARCH PAPERS***

**VARIATION OF MOISTURE CONTENTS AND DENSITY IN BAMBOO**  
ABD JALIL HJ. AHMAD AND JAMALUDDIN KASIM

**EFFECTS OF AGE AND HEIGHT PORTION ON THE CHEMICAL PROPERTIES OF BULUH SEMANTAN**  
JAMALUDDIN KASIM

**STRENGTH PROPERTIES OF ENGINEERED WOOD I-JOIST WITH FINGER JOINTED ORIENTED STRAND BOARD (OSB) WEB AND LAMINATED VENEER LUMBER FLANGES (LVL)**  
WAN MOHD NAZERI WAN AHMAD

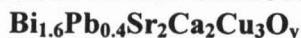
**PENCIRIAN SIFAT-SIFAT KESUPERKONDUKSIAN SERAMIK**  
H. AZHAN, S.A. HALIM, S.Y.S. YUSAINEE DAN K. AZMAN

**DETERMINATION OF HEAVY METALS IN AIR PARTICULATE MATTER BY ION CHROMATOGRAPHY**  
MOHD ZAHARI ABDULLAH @ RAFIE, RAMALAN AHMAD

**VARIATION IN FIBRE MORPHOLOGY AND POROSITY OF RUBBERWOOD (HEVEA BRASILIENSIS)**  
SUHAIMI MUHAMMED, MOHD HAMIMI SAHRI

**THE PROPERTIES OF RECONSTITUTED PANEL MANUFACTURED FROM OIL PALM FRONDS**  
CHEN FUNG WOO & SUHAIMI MUHAMMED

## PENCIRIAN SIFAT-SIFAT KESUPERKONDUKSIAN SERAMIK

H. AZHAN <sup>a</sup>, S. A. HALIM <sup>b</sup>, S. Y. S. YUSAINEE <sup>a</sup> dan K. AZMAN <sup>a</sup>

<sup>a</sup>Universiti Teknologi MARA,  
Kampus Jengka,  
26400 Bandar Jengka,  
Pahang Darul Makmur.

<sup>b</sup>Makmal Superkonduktor dan Saput Tipis,  
Jabatan Fizik,  
Universiti Putra Malaysia,  
43400 Serdang,  
Selangor Darul Ehsan.

## ABSTRAK

Dua sampel seramik  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  telah disediakan melalui kaedah konvensional tindakbalas keadaan pepejal dengan suhu dan jangkamasa sinteran yang berbeza. Pencirian sifat-sifat kesuperkonduksian telah dikaji melalui kaedah pembelauan sinar-x, pengukuran rintangan, dan kerentanan a.u masing-masingnya untuk penentuan struktur, suhu genting dan sifat diamagnet. Secara amnya, kedua-dua sampel menunjukkan sifat logam pada suhu melebihi  $T_{C(\text{onset})}$  (110 K).  $T_{C(R=0)}$  bagi sampel pra-sinteran dan sinteran diperolehi masing-masingnya pada suhu 54 K dan 100 K. Analisa struktur menunjukkan sampel pra-sinteran di dominasi oleh fasa suhu rendah 2212 manakala sampel sinteran di dominasi oleh fasa suhu tinggi 2223. Pengukuran kerentanan a.u. menunjukkan sampel sinteran mempunyai sifat diamagnet yang lebih baik berdasarkan isipadu pemerisaian diamagnet dan suhu puncak pepasangan,  $T_p$  yang diperolehi pada suhu yang lebih tinggi berbanding sampel pra-sinteran. Jenis simpangan Josephson merujuk kepada darjah kekuatan hubungan lemah antara butiran bagi sampel pra-sinteran adalah S-I-S yang didominasi oleh fasa 2212 dan S-N-S bagi sampel sinteran yang didominasi oleh fasa 2223.

Kata Kunci: Superkonduktor dan BSCCO.

## PENGENALAN

Superkonduktor sistem BSCCO yang diwakili oleh formula umum  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_n\text{Cu}_{n+1}\text{O}_{2n+6}$  ( $n=1, 2$  dan  $3$ ) [1] mengandungi tiga fasa kesuperkonduksian dengan nisbah komposisi dan nilai suhu genting,  $T_C$  yang berbeza [2]. Ianya di kenali dengan fasa 2201 ( $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_1\text{O}_y$ ), 2212 ( $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_1\text{Cu}_2\text{O}_y$ ) dan 2223 ( $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ ) yang masing-masing mempunyai suhu genting,  $T_C$  pada suhu 7-22 K, 80 K dan 110 K [3, 4, 5]. Walau bagaimanapun, untuk menyediakan fasa tunggal samada fasa 2212 dan 2223 agak sukar berikutan masalah aturan kedudukan (seperti Ca menduduki tapak Sr dan sebagainya). Justeru itu, Green et al. [6] mencadangkan sedikit plumbum (Pb) dimasukkan ke tapak Bi bagi menstabilkan fasa suhu tinggi 2223 dan seterusnya meningkatkan sifat-sifat kesuperkonduksian sistem BSCCO.

Terdapat pelbagai kaedah untuk menyediakan sampel superkonduktor sistem BSCCO. Antara yang paling popular adalah kaedah tindakbalas keadaan pepejal. Kaedah ini memerlukan beberapa siri pencampuran, penghancuran dan ulangan pemanasan dengan suhu dan jangkamasa yang berbeza. Untuk mengoptimumkan sifat-sifat kesuperkonduksian bagi superkonduktor sistem BSCCO dengan dominasi fasa 2223, suhu sintiran terbaik adalah diantara 840 °C hingga 855 °C dan masa yang diperlukan adalah lebih dari 100 jam [6, 7, 8, 9].

Dalam kajian ini, kami melaporkan sifat-sifat kesuperkonduksian bagi dua sampel  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  yang disediakan melalui kaedah tindakbalas keadaan pepejal dengan suhu dan jangkamasa sintiran yang berbeza. Analisa sifat-sifat ini ditumpukan terhadap sifat elektrik, magnet dan struktur bahan tersebut.

### KAEDAH EXPERIMEN

Dua sampel dengan komposisi  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  telah disediakan dengan mengadunkan serbuk-serbuk berketulinan tinggi (sekurang-kurangnya 99%)  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{CuO}$  dengan larutan etanol dan seterusnya di "milling" selama 24 jam untuk menghomogenkan sebatian tersebut. Selepas itu, sebatian ini telah dikeringkan di dalam oven pada suhu 100 °C selama 6 jam dan kemudiannya di masukkan ke dalam relau untuk proses pra-sinteran pada suhu 800 °C selama 24 jam dan dibiarkan sejuk pada suhu bilik. Polikristal yang diperolehi ini agak keras dan proses penghancuran menggunakan lesung dan alu perlu dilakukan bagi menghasilkan serbuk. Seterusnya, proses pra-sinteran yang kedua dijalankan pada suhu 830 °C selama 24 jam keatas sampel-sampel ini (serbuk dan pelet berbentuk cakera berdiameter 12 mm dengan ketebalan 1 mm). Bagi sampel yang kedua (serbuk dan pelet), proses sintiran dilakukan pada suhu 850 °C selama 150 jam.

Ujian pembelauan sinar-x (diimbis dari sudut 2° hingga 65°) dijalankan terhadap sampel-sampel serbuk untuk mengenalpasti struktur hablur. Untuk sampel-sampel pelet, pengukuran rintangan melawan suhu dengan menggunakan penduga empat titik dilakukan bagi menentukan suhu genting,  $T_C$ . Manakala sifat diamagnet ditentukan melalui pengukuran kerentanan a.u. melawan suhu pada frekuensi tetap 125 Hz dengan pelbagai nilai medan magnet luaran,  $H_{\text{ext}}$  iaitu dari 0.1 Oe hingga 10 Oe dengan menggunakan alat AC Susceptometer.

### KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

Corak yang diperolehi daripada pembelauan sinar-x menunjukkan sampel pra-sinteran dan sintiran masing-masing didominasi oleh fasa suhu rendah 2212 dan fasa suhu tinggi 2223 seperti yang dipamirkan oleh rajah 1. Puncak-puncak L(002), L(013) dan LL(013) hanya ujud pada sampel pra-sinteran sahaja. Manakala bagi sampel sintiran, puncak-puncak ini telah hilang. Dengan pertambahan suhu (850 °C) dan jangkamasa sintiran (150 jam), muncul puncak-puncak fasa 2223 seperti H(002), H(011), H(115) dan H(0010). Terdapat juga peningkatan keamatan relatif bagi puncak-puncak fasa 2223 dalam sampel sintiran berbanding sampel pra-sinteran seperti puncak H(117) dan H(119). Kedua-dua sampel pra-sinteran dan sintiran mempunyai struktur hablur

yang sama iaitu berbentuk tetragonal (panjang kekisi  $a=b \neq c$ ) dimana sampel pra-sinteran dengan panjang kekisi  $a=b=5.3998$  ① dan  $c=30.9725$  ①. Bagi sampel sinteran, panjang kekisi yang dikira dari corak pembelauan sinar-x adalah  $a=b=5.3918$  ① dan  $c=37.8371$  ①. Berdasarkan kepada panjang kekisi  $c$ , sampel pra-sinteran dan sinteran masing-masing cenderung kepada struktur fasa 2212 dan 2223 [10, 11].

Rajah 2 menunjukkan keluk rintangan yang dinormalkan pada suhu bilik melawan suhu bagi kedua-dua sampel. Semua sampel mempamerkan sifat normal logam pada suhu melebihi  $T_{\text{Conset}}$ . Berdasarkan kecerunan garis lurus melebihi  $T_{\text{Conset}}$ , didapati bahawa sampel pra-sinteran mengandungi lebih banyak bendasing berbanding sampel sinteran. Sampel pra-sinteran juga menunjukkan dua suhu peralihan iaitu pada 74 K dan 110 K. Manakala suhu  $T_{C(R=0)}$  diperhatikan pada suhu 54 K. Ini membuktikan wujud fasa bercampur antara fasa 2212 dan fasa 2223 sepertimana yang dilihat dalam corak pembelauan sinar-x. Bagi sampel sinteran, wujud satu suhu peralihan iaitu pada suhu 110 K dan suhu  $T_{C(R=0)}$  mencapai 100 K sekaligus membuktikan dominasi fasa 2223. Perbezaan suhu  $\Delta T$  ( $T_{\text{Conset}} - T_{C(R=0)} \sim 10$  K) agak kecil berbanding sampel pra-sinteran  $\sim 56$  K. Peningkatan nilai  $\Delta T$  dalam sampel pra-sinteran ini disebabkan oleh pertambahan hubungan lemah yang mengurangkan pemasangan antara butiran [12].

Kerentanan magnet a.u bagi superkonduktor suhu tinggi dicirikan melalui bahagian nyata,  $\chi'(T)$  yang memberikan maklumat berkenaan perlakuan pemerisaian diamagnet. Manakala bahagian khayalan,  $\chi''(T)$  yang bergabung dengan komponen kehilangan a.u dapat menerangkan mengenai kesan pemasangan antara butiran di dalam bahan superkonduktor [13, 14]. Rajah 3 menunjukkan keluk  $\chi'(T)$  bagi sampel pra-sinteran dan sinteran dengan dikenakan pelbagai nilai medan magnet luaran,  $H_{\text{ext}}$  iaitu dari 0.1 Oe hingga 10 Oe. Secara umumnya, kedua-dua sampel menunjukkan suhu peralihan diamagnet,  $T_{\text{Con}}$  pada 110 K. Bagi sampel pra-sinteran, isipadu pemerisaian diamagnet terlampau kecil pada julat suhu antara 64 K hingga 110 K jika dibandingkan dengan sampel sinteran. Ini disebabkan oleh kehadiran fasa 2212 yang lebih dominan dan peningkatan hubungan lemah dalam sampel tersebut. Keputusan ini adalah seiringan dengan analisa pembelauan sinar-x dan pengukuran rintangan. Hubungan lengkungan kerentanan  $\chi'$  dengan pelbagai nilai  $H_{\text{ext}}$  pula menunjukkan bahawa pada suhu dibawah 64 K, sedikit sahaja fluks magnet dapat menembusi ke daerah pedalaman bahan superkonduktor kerana wujud arus pusar yang disebabkan oleh pemasangan butiran menolak keluar fluks magnet. Selepas suhu tersebut, pemasangan antara butiran menjadi semakin lemah dan seterusnya membenarkan lebih banyak fluks magnet menembusi bahan sehinggalah pada suhu 110 K, keseluruhan bahan telah ditembusi oleh fluks magnet tersebut. Keupayaan penembusan fluks magnet bertambah apabila  $H_{\text{ext}}$  ditingkatkan seperti yang dilihat pada variasi keluk  $\chi'(T)$  dimana isipadu pemerisaian berkurang dengan pertambahan  $H_{\text{ext}}$ .

Suhu kekunci fasa,  $T_{Cj}$  bagi sampel pra-sinteran dan sinteran masing-masingnya telah diperolehi pada suhu 64 K dan 102 K. Ini bermakna, apabila suhu meningkat melebihi  $T_{Cj}$ , pemasangan antara butiran mula terurai disebabkan oleh kegiatan terma kegelinciran-fasa [15]. Dari perbezaan nilai suhu peralihan diamagnet,  $T_{\text{Con}}$  dan  $T_{Cj}$ , arus Josephson maksima,  $I_0$  (superarus yang mengalir menerusi simpangan Josephson) dapat dianggarkan dengan menggunakan teori Ambegaokar-Baratoff [16] dan hubungan ini adalah seperti berikut:

$$I_0 = 1.57 \times 10^{-8} \frac{T_{\text{Con}}^2}{T_{\text{Con}} - T_{\text{cj}}}$$

Daripada persamaan ini, diperolehi nilai  $I_0$  bagi sampel pra-sinteran adalah  $4.12 \mu\text{A}$  iaitu jauh lebih rendah berbanding dengan sampel sinteran iaitu  $23.7 \mu\text{A}$ , menunjukkan kelemahan pemasangan antara butiran [17] dalam sampel pra-sinteran.

Variasi  $\chi''(T)$  bagi kedua-dua sampel dapat dilihat dalam rajah 4. Berdasarkan kepada model granular, diramalkan ujud dua puncak pada keluk  $\chi''(T)$  iaitu berhampiran suhu peralihan diamagnet,  $T_{\text{Con}}$  yang bersekutu dengan ketumpatan arus genting didalam butiran,  $J_{\text{cg}}$  dan satu lagi puncak yang bersekutu dengan ketumpatan arus genting antara butiran (matriks),  $J_{\text{cm}}$ . Puncak yang pertama dikenali dengan puncak intrinsik atau puncak intergranular, manakala puncak kedua dikenali dengan puncak pemasangan atau puncak ekstrinsik. Bagi sampel sinteran, puncak intrinsik di lihat pada suhu 102 K dan 105 K apabila masing-masing dikenakan medan luaran,  $H_{\text{ext}}$  sebanyak 5.0 Oe dan 10.0 Oe. Untuk medan yang lebih rendah puncak-puncak ini tidak kelihatan, menggambarkan bahawa terdapat terlalu sedikit kehilangan a. u. dalam butiran. Bagi sampel pra-sinteran, puncak intrinsik ini langsung tidak kelihatan walaupun di kenakan dengan pelbagai nilai  $H_{\text{ext}}$ . Suhu puncak pemasangan,  $T_p$  bagi sampel pra-sinteran dan sinteran masing-masingnya dilihat pada suhu yang lebih rendah berbanding puncak intrinsik iaitu pada 57 K dan 98 K apabila dikenakan medan magnet luaran sebanyak 0.1 Oe. Berdasarkan kepada perbezaan nilai  $T_p$  bagi kedua-dua sampel, dapatlah dikatakan bahawa sampel pra-sinteran yang didominasi oleh fasa 2212 mempunyai simpangan Josephson jenis S-I-S manakala sampel sinteran yang didominasi oleh fasa 2223 mempunyai simpangan Josephson jenis S-N-S [18]. Kedua-dua jenis simpangan ini dapat memperjelaskan darjah kekuatan hubungan lemah antara butiran. Di dapati juga, apabila magnitud  $H_{\text{ext}}$  ditingkatkan, nilai  $T_p$  teranjak ke suhu yang lebih rendah berikutan dengan kelemahan fluks "pinning" dan seterusnya mengurangkan ketumpatan arus antara butiran,  $J_{\text{cm}}$  [19].

## KESIMPULAN

Daripada kajian ini didapati, suhu dan masa sinteran mempengaruhi pembentukan fasa-fasa kesuperkonduksian. Faktor ini dapat dilihat dengan jelas melalui analisa corak pembelauan sinar-x yang menunjukkan sampel pra-sinteran di dominasi oleh fasa 2212 dengan  $T_{\text{C}(R=0)} = 54 \text{ K}$  dan sampel sinteran oleh fasa 2223 dengan  $T_{\text{C}(R=0)} = 100 \text{ K}$ . Suhu yang menghampiri takat lebur bahan iaitu  $850^\circ\text{C}$  dan masa disekitar 150 jam diperlukan untuk menghasilkan seramik  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  dengan sifat kesuperkonduksian yang optimum. Analisa pengukuran kerentanan melawan suhu menunjukkan sampel sinteran mempunyai pemasangan butiran yang jauh lebih baik berbanding sampel pra-sinteran yang masing-masing mempunyai simpangan Josephson jenis S-N-S dan S-I-S merujuk kepada dominasi fasa kesuperkonduksian. Peningkatan hubungan lemah dalam sampel pra-sinteran juga mengurangkan ketumpatan arus,  $J_{\text{cm}}$  yang mengalir pada sempadan antara butiran.

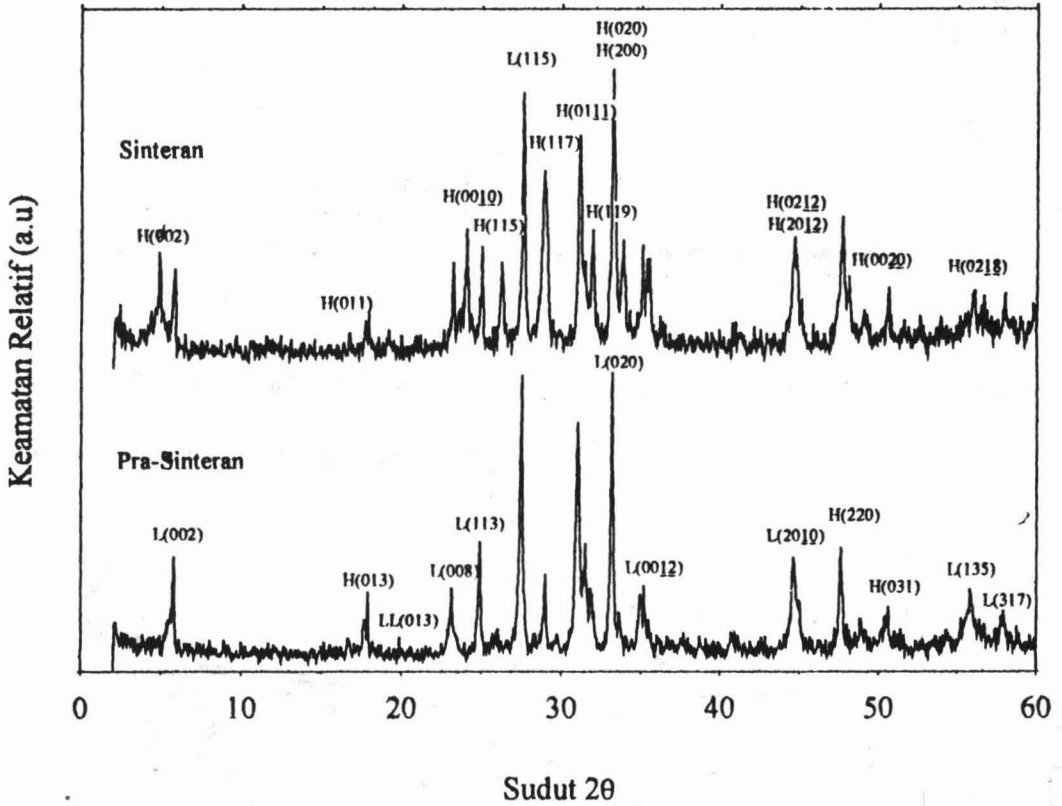
## PENGHARGAAN

Bantuan kewangan dari Kementerian Sains, Teknologi dan Alam sekitar di bawah IRPA dengan vot. penyelidikan: 4-07-05-026 (Bahan superkonduktor suhu tinggi dan aplikasi peranti) adalah amat-amat dihargai.

## RUJUKAN

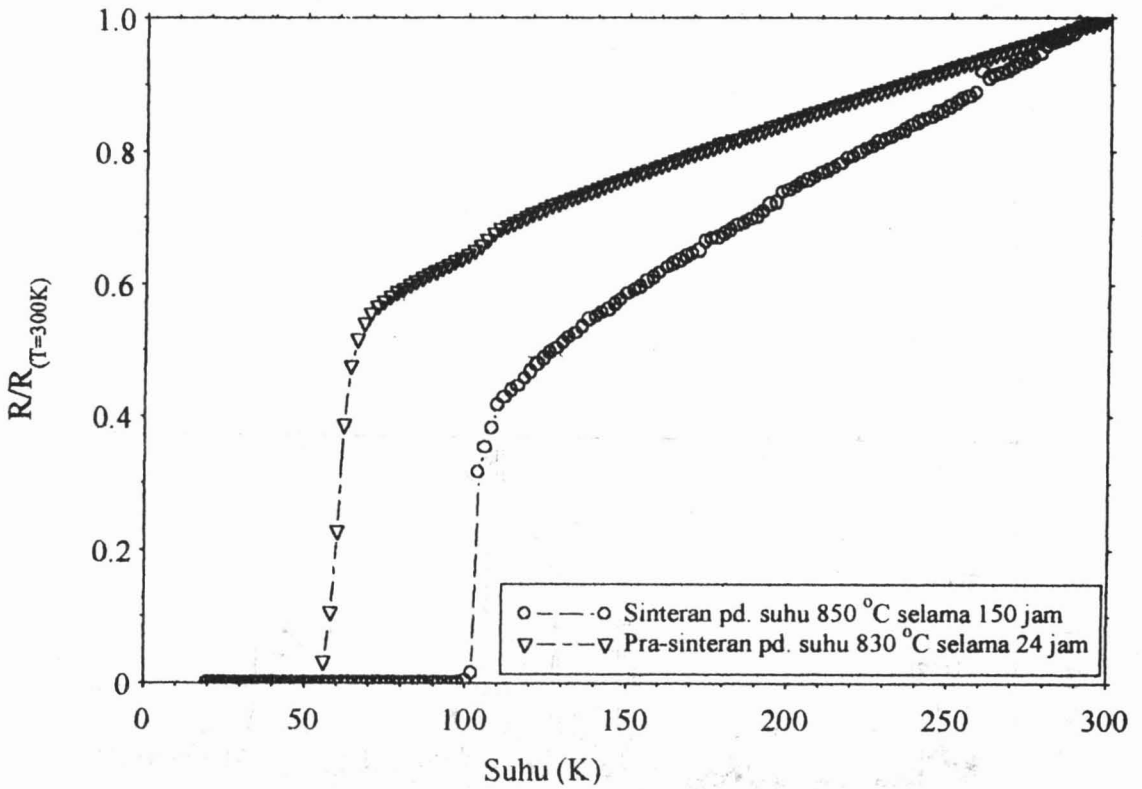
- [1] E. T. Muromachi, Y. Uchida, A. Ono, F. Izumi, M. Onoda, Y. Matsui, K. Kosuda S. Takekawa, K. Kato, *Jpn. J. Appl. Phys.* 26 (1988) L365.
- [2] H. Maeda, Y. Tanaka, M. Fukotomi, T. Asano, *Jpn. J. Appl. Phys.* 27 (1988) L209.
- [3] C. Michel, M. Hervieu, M. M. Borel, A. Grandin, F. Deslandes, J. Provost, B. Raveau, *Z. Phys. B* 68 (1987) 421.
- [4] J. M. Tarascon, Y. L. Page, P. Barboux, B. G. Gagle, L. H. Greene, W. R. Mickinnon, G. W. Hull, M. Girond, D. M. Hwang, *Phys. Rev. B* 37 (1988) 9382.
- [5] H. W. Zandbergen, Y. K. Huang, M. J. V. Menken, J. N. Li, K. Kadowksi, A. A. Menovsky, G. Van Tendeloo, S. Amelinckx, *Nature* 332 (1988) 620.
- [6] A. Oota, K. Ohba, A. Ishida, A. Kirihiyashi, K. Iwasaki, H. Kuwajima, *Jpn. J. Appl. Phys.* 29 (1989) L1171.
- [7] E. Yanagisawa, D. R. Dietderich, H. Kamakura, K., Togano, K. Takahashi, *Jpn. J. Appl. Phys.* 27 (1988) L1460.
- [6] B. Gogia, S. C. Kasyap, D. K. Pandya, K. L. Chopra, *J. Mat. Sci.* 27 (1992) 1317.
- [9] J. Jiyani, S. Yupin, Z. Fanchun, Y., Huagung, D. Jiaju, *Z. Phys. B. Cond. Matter* 77 (1988) 793.
- [10] Debsikdar, "Superconductivity and Application" edited by P. T. Wu, H. C. Ku, W. H. Lee and R. S. Liu, (Hsinco., Taiwan 1989) 275-293.
- [11] A. Bourdillon, N. X. T. Bourdillon, "High Temperature Superconductors", (Academic Press, New York, USA, 1993)
- [12] R. K. Nkum, W. R. Datars, *Supercond. Sci. Technol.* 8 (1995) 822.
- [13] M. B. Elzinga, C. Uher, *Phys. Rev. B* 32 (1985) 88.
- [14] T. Ishida, H. Mazaki, *Jpn. J. Appl. Phys.* 26 (1987) L780.

- [15] J. H. P. M. Emmen, V. A. M. Brabers, W. J. M. De Jonge, C. V. D. Steen, J. H. J. Dalderop, P. M. A. Geppart, K. Kopinga, *Journal of Less Common Metals* **151** (1989) 63.
- [16] V. Ambegaokar, A. Baratoff, *Phys. Rev. Lett.* **11** (1963) 104.
- [17] R. L. Paterson, J. W. Ekin, *Phys. Rev. B.* **37** (1988) 9848.
- [18] M. Klee, S. Marbach, S., Stotz, J. W. C. De Vries, *Journal of Less Common Metals* **151** (1989) 393
- [19] S. Celebi, I. Karaca, E. Aksu, A. Gencer, *Physica C* **309** (1998) 131.

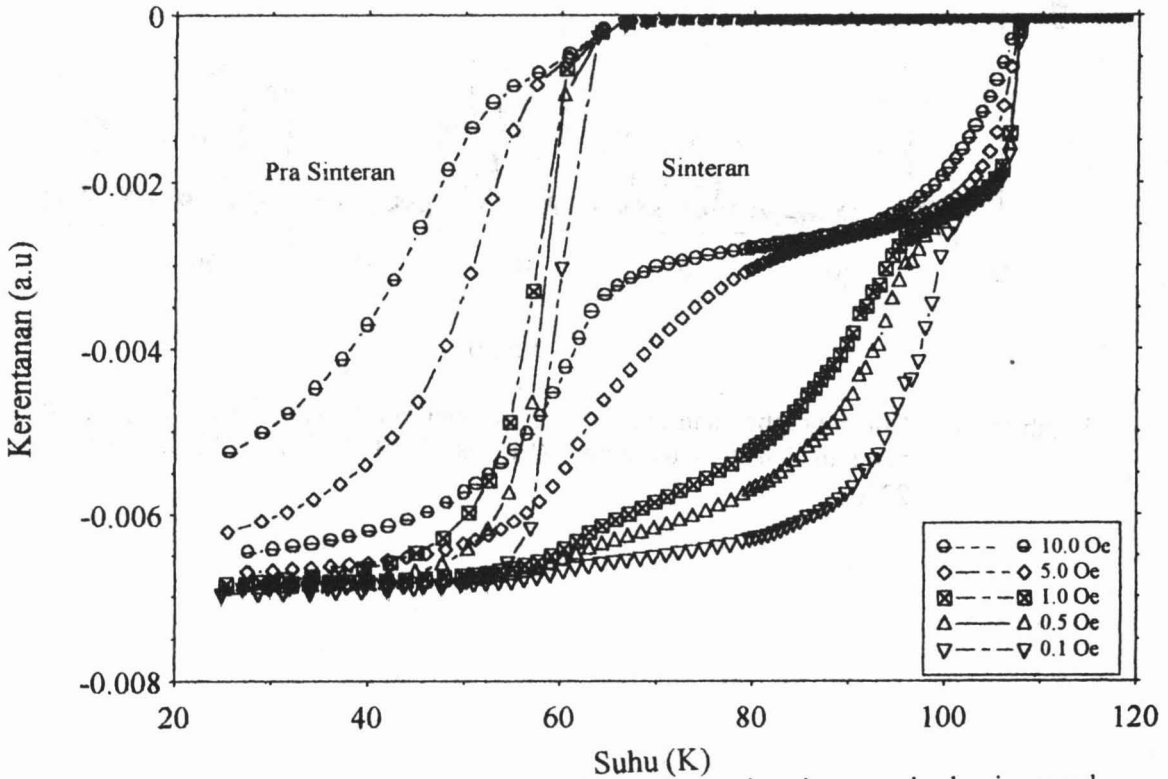


Rajah 1: Corak pembelauan sinar-x bagi sampel  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  yang di sinteran dan di pra-sinteran. (LL-fasa 2201, L-Fasa 2212 dan H-Fasa 2223)

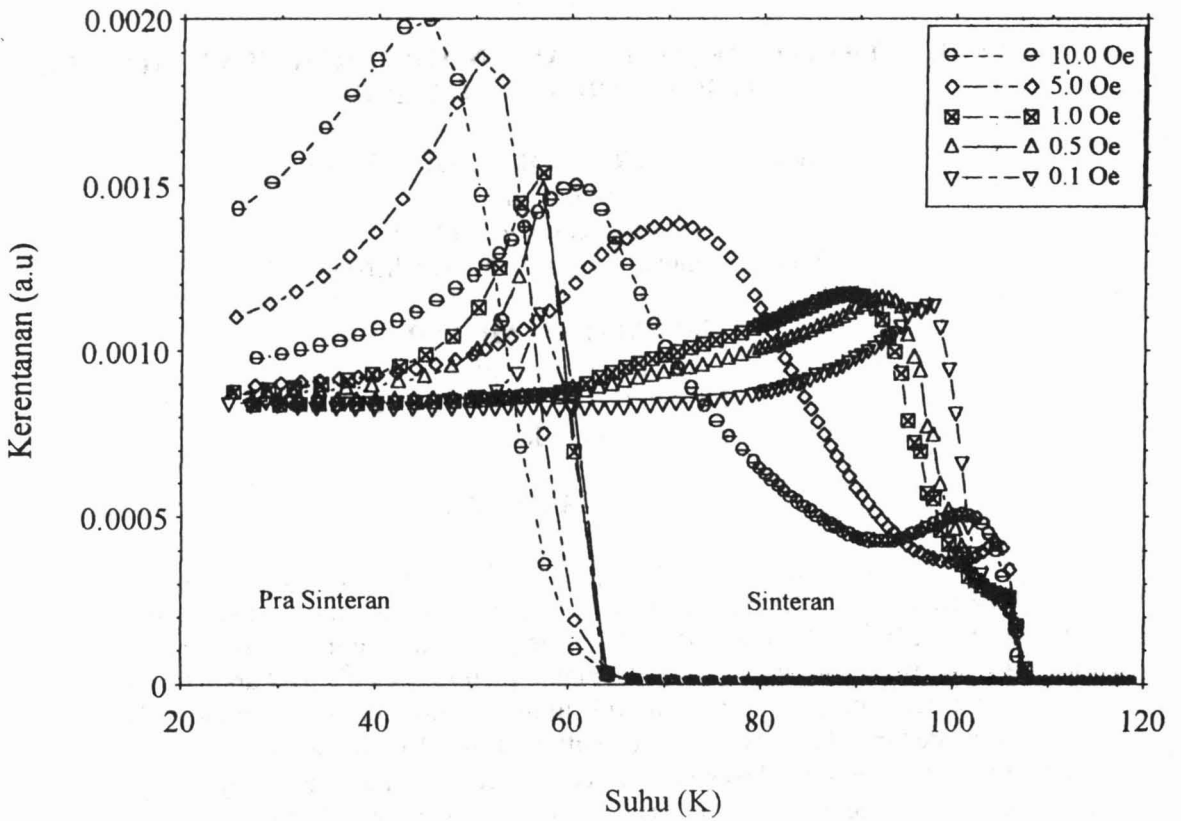




Rajah 2: Rintangan melawan suhu bagi sampel  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  yang di sinteran dan di pra-sinteran.



Rajah 3: Lengkuhan bahagian nyata kerentanan,  $\chi'$  melawan suhu bagi sampel  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  yang di sinteran dan di pra-sinteran.



Rajah 4: Lengkungan bahagian khayalan kerentanan,  $\chi''$  melawan suhu bagi sampel  $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$  yang di sinteran dan di pra-sinteran