

**ANALISIS STRUKTUR FASA T_c - TINGGI
SUPERKONDUKTOR SISTEM BSCCO
DENGAN METODE RIETVELD**

Celah
DESRIAL. SUKRI
21 01 1995

0-03-96
#-MIPA
1.215
Hadias
2622-03-025-



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
UJUNG PANDANG**

1995

S K R I P S I

Oleh :

DESRIZAL LUWU
91 03 097



JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
UJUNG PANDANG
1995

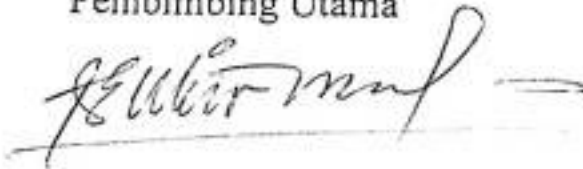
**ANALISIS STRUKTUR FASA T_c - TINGGI
SUPERKONDUKTOR SISTEM BSCCO
DENGAN METODE RIETVELD**

Oleh

DESRIZAL LUWU
91 03 097

Disetujui Oleh

Pembimbing Utama



Drs. Engkir Sukirman M.Sc.
Nip. 33 000 2792

Pembimbing Pertama



Dr. Dadang Ahmad Suriamihardja
Nip. 130 878 050

Pembimbing Kedua



Drs. Bualkar Abdullah M.Eng.Sc.
Nip. 130 675 572

Pada Tanggal, 22 Desember 1995

PENGANTAR DAN UCAPAN TERIMA KASIH

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Assalamualaikum Wr... Wbr...

Syukur Alhamdulillah hirabbil alamin, hanya kata ini yang pantas penulis hanturkan atas pelimpahan rahman dan rahim-Nya kepada penulis, dan atas hidayah-Nya jualah penyusunan tugas akhir ini dapat terselesaikan.

Sebagai bagian dari suatu perjalanan yang masih panjang, penulis menyadari masih banyaknya kekurangan dan kelemahan di dalamnya. Namun demikian, penulis tetap optimis untuk menggunakan kesempatan-kesempatan selanjutnya dalam berbuat yang lebih baik.

Adapun judul tugas akhir ini adalah "*Analisis Struktur Fasa T_c - Tinggi Superkonduktor sistem BSCCO Dengan Metode Rietveld*", yang disusun dalam rangka memenuhi syarat untuk memperoleh gelar sarjana Fisika dalam bidang Fisika Zat Padat di Universitas Hasanuddin.

Penulis sangat menyadari bahwa rampungnya penyusunan tugas akhir ini juga karena adanya motivasi dan kasih sayang serta bantuan dari berbagai pihak . Untuk itu,

pada kesempatan ini penulis menyampaikan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

- Ibunda Kasmiati M. dan Ayahanda Muh. Zein Masinang serta keluarga atas kasih sayang, dukungan moral maupun moril yang tiada hentinya.
- Para pembimbing :
 - Pembimbing Utama : Drs. Engkir Sukirman M.Sc.
 - Pembimbing Pertama : DR. Dadang Ahmad
 - Pembimbing Kedua : Drs. Bualkar Abdullah M.Eng.Scatas ketulusan budi, kesabaran, dan keikhlasan yang diberikan secara penuh.
- Prof. DR. Marsongkohadi sebagai Ka. Pusat Penelitian Sains Materi - Badan Tenaga Atom Nasional (PPSM - BATAN) serta para stafnya dalam memberikan izin penelitian dan penggunaan fasilitas yang ada.
- DR. Ridwan sebagai Ka. Bidang Fisika Zat Mampat serta para stafnya yang selalu memberikan bimbingan dan pengarahan selama penelitian di bidang ini.
- Ketua Jurusan Fisika Universitas Hasanuddin atas dorongan yang diberikan.
- Staf pengajar dan staf jurusan yang memberikan kesan dan arti khusus dalam penyusunan dan penyelesaian skripsi.
- Teman-teman fisika angkatan '91, khususnya Mustaid Yusuf, Nunung, A.Asni Agub, Tuti F., Irawaty, Tuti Jumriah A., Nirwana, A.Wahid, Aris Arifin, Dani,

dan Nurhayati, yang selalu bersama dalam suka maupun duka diberbagai aktifitas dan kesempatan.

- Keluarga besar Himpunan Mahasiswa Fisika UNHAS atas kerja samanya yang baik .
- Keluarga besar RAMSIS UNHAS khususnya Blok 2 E/F yang memberikan banyak bantuan dan dorongan.
- Teman - teman KKN Gel. 49 Desa Maccini Baji Kab. Jeneponto, Fian, Mamat, Diba K., Wati dan Wiah atas dorongan dan motivasi penyelesaian akhir skripsi ini.

Disadari sepenuhnya bahwa kandungan tulisan ini masih banyak kekeliruan sehingga segala saran dan keritikan yang bersifat membangun sangat diharapkan. Namun penulis tetap berharap semoga tulisan ini dapat memberikan sedikit masukan bagi pengembangan IPTEK di Indonesia.

Akhirul kalam, Semoga apa yang kami cita-citakan dapat tercapai dengan baik.

Wassalamualaikum Wr...Wbr...

Ujung Pandang , 22 Desember 1995

Penulis

Desrizal Luwu

ABSTRAK

Telah dibuat cuplikan superkonduktor keramik sistem (Bi,Pb) - Sr - Ca - Cu - O menggunakan reaksi padatan dengan periode sintering selama 96 jam. Transisi kritis superkonduktor mulai terjadi pada suhu $T_{c,onset} = 103$ K dan nilai hambatan listrik mencapai nol tercatat pada, $T_{c,nol} = 87$ K. Kedua T_c ini lebih rendah dari pada yang diperoleh Xing Zhu dkk.[12] yaitu $T_{c,onset}$ pertama = 105 K dan $T_{c,onset}$ kedua = 96 K, sedangkan $T_{c,nol} = 93$ K. Dua "step" hasil suseptibilitas yang diperoleh Xing Zhu ini menunjukkan terbentuknya dua fasa dalam bahan.

Struktur kristal fasa superkonduktor telah ditentukan dengan analisis Rietveld (RIETAN94) untuk teknik difraksi sinar-x dengan pola serbuk, dan hasilnya memperlihatkan bahwa cuplikan terdiri dari dua fasa yaitu fasa 2212 dan fasa 2223. Karakterisasi cuplikan dilakukan dengan pengujian efek Meissner, pengukuran suseptibilitas magnetik, dan metode " Four Point Probe " yang memberikan rapat arus kritis sebesar $J_c = 217,5$ A/cm², nilai ini lebih besar dari pada J_c yang diperoleh Motohide Matsuda dkk. [32] yaitu sebesar 17,5 A/cm² dengan periode sintering 24 jam pada suhu 845 C. Proporsi fasa 2212 dalam cuplikan adalah sebesar 23,39 % dengan struktur ortorombik : $a = 5,6(7)$ Å ; $b = 5,2(0)$ Å ; $c = 30,4(5)$ Å, dan dengan grup ruang Fmmm (no.69). Sedangkan proporsi fasa 2223 sebesar 76,61 %, dengan struktur tetragonal :

$a = b = 3,8(2) \text{ \AA}$; $c = 37,1(2) \text{ \AA}$, dan dengan grup ruang $I4 mmm$ (No.139). Struktur fasa 2223 ini sama dengan yang diperoleh Xing Zhu baik dalam hal grup ruang maupun parameter kisi. Namun demikian, struktur ini berbeda dengan yang diperoleh Edi C.L.[34] yang menempatkan atom (Bi,Pb), Ca, Cu, dan Sr pada posisi $(0\ 0\ 0)$ dan $(1/2\ 1/2\ 0)$ dalam satu lapisan bidang.

Kata Kunci :

Superkonduktor, Temperatur kritis, Efek Meissner, Struktur kristal, Difraksi sinar - x serbuk, Analisis Rietveld, Sistem (Bi,Pb) - Sr - Ca - Cu - O.

ABSTRACT

The ceramic superconductor of the (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O system was prepared using the method of solid state reaction with a sintering periode of 96 hours. The Critical Transition Superconductor appears to begin at a temperature of $T_{c,onset} = 103$ K, and a zero resistance of $T_{c,zero} = 87$ K. These value of T_c are lower than those of Xing Zhu et al. [12]. He found the susceptibility in two steps which show that there are two phases in the same sample. The firts $T_{c,onset}$ occurs at 105 K, and the second $T_{c,onset}$ occurs at 96 K, while $T_{c,zero}$ starts at 93 K.

The phases of the crystal structure of the superconductor BSCCO have been obtained by utilization of the Rietveld Analysis (Rietan94) for x-ray powder diffraction, and the results show that its structure contains two phases, a 2212 phase and a 2223 phase. The characterization of the sample has been carried out by the methode of the Meissner effect, magnetic susceptibility and four point probes which gave the critical current density at $J_c = 217.5$ A/cm². This value is higher than that of Motohide Matsuda et.al[32], i.e. $J_c = 17.5$ A/cm² having a sintering periode of 24 hours at a temperature 845 C. The phase of 2212 of the sample contains 23.39 % , with an orthorhombic structure : $a=5.6(7)$ Å, $b=5.2(0)$ Å, $c=30.4(5)$ Å, its space group of $Fmmm$ is of No.69 of the International Table.

The phase of 2223 is of 76,61 % in content and has tetragonal structure : $a=b=3.8(2) \text{ \AA}$, $c=37.1(2) \text{ \AA}$, its space group of $I4/mmm$ is of No.139 of the International Table. This phase of structure 2223 has the same structure as that of Xing Zhu et al.[12] also in space group as well as in lattice parameters. Nevertheless, compared to Edi's result [34], the obtained structure is quite different in the position of (Bi,Pb), Ca, Cu, and Sr.

Keywords :

Superconductor, Critical temperature, Meissner effect, Crystal structure, X-ray powder diffraction, Rietveld analysis, (Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O system.

DAFTAR ISI

	<i>Halaman</i>
PENGANTAR DAN UCAPAN TERIMA KASIH	iv
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I. PENDAHULUAN	1
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	6
II.1 Makroskopis Superkonduktifitas	6
II.1.1 Efek Meisner	7
II.1.2 Tipe-tipe Superkonduktor	9
II.2 Struktur Kristal dan Group Ruang	12
II.3 Superkonduktifitas Keramik Sistem BSCCO	15
II.3.1 Struktur Superkonduktor sistem BSCCO	15
II.3.2 Sifat Fisika Superkonduktor BSCCO	18
II.4 Difraksi Sinar - X	20

II.5. Metode Analisis Rietveld (RIETAN)	24
BAB III. METODOLOGI	32
III.1 Penyiapan cuplikan	32
III.2 Pengujian dan pengukuran Superkonduktor	35
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	39
BAB V. PENUTUP	63
DAFTAR PUSTAKA	66
LAMPIRAN	69

DAFTAR GAMBAR

	<i>Halaman</i>
GAMBAR 1. Efek Meissner pada bahan Superkonduktor	8
GAMBAR 2. Diagram Grup ruang $P 2_1 2_1 2_1 (D_2^4)$	13
GAMBAR 3. Struktur Kristal $Bi_2 Sr_2 Ca_{n-1} Cu_n O_{2(n+1)+y}$	17
GAMBAR 4. Diagram alir sintesis superkonduktor BSCCO	34
GAMBAR 5. Skema pengukuran J_c Metode "Four Point Probe"	37
GAMBAR 6. Hasil pemotretan pengujian efek Meissner	39
GAMBAR 7. Hasil pengukuran Suseptibilitas	40
GAMBAR 8. Hasil pengukuran Suseptibilitas oleh Xing Zhu dkk (12)	42
GAMBAR 9. Hasil pengukuran difraksi Sinar-X	43
GAMBAR 10. Pola Intensitas hasil penghalusan Struktur Ortorombik (Fmmm No.69)	46
GAMBAR 11. Pola Intensitas difraksi hasil penghalusan (14/mmm No.139)	47
GAMBAR 12. Pola Intensitas difraksi hasil penghalusan Multifasa	48
GAMBAR 13. Struktur atom Superkonduktor fasa 2212 (Fmmm No.69)	52
GAMBAR 14. Struktur atom fasa 2223 Superkonduktor sistem BSCCO (14/mmm No.139)	55
GAMBAR 15. Struktur Kristal Fasa 2223 oleh Edi C.L.(46) (Fmmm No.69)	58

DAFTAR TABEL

Halaman

TABEL I.	Daftar senyawa oksida superkonduktor, suhu Transisi Kritis dan penemuannya hingga tahun 1993	2
TABEL II.	Data Perhitungan persen berat oksida penyusun senyawa BSCCO fasa 2223	33
TABEL III.	Data hasil pengukuran difraksi Sinar-X	44
TABEL IV.	Faktor Reabilitas struktur tetragonal dan ortorombik	45
TABEL V.	Koordinat fraksi dan faktor hunian atom-atom penyusun hasil penghalusan fasa 2212	51
TABEL VI.	Koordinat fraksi dan faktor hunian atom-atom hasil penghalusan fasa 2223	54

DAFTAR LAMPIRAN

	<i>Halaman</i>
LAMPIRAN I. Data Intensitas Difraksi	69
LAMPIRAN II. Paramter Input Multifasa	71
LAMIRAN III. Hasil Rietan Multifasa	76

B A B I

P E N D A H U L U A N

I.1 LATAR BELAKANG

Pada tahun 1911, H. Kamerling Onnes di Leiden (Belanda) untuk pertama kalinya menemukan bahwa hambatan listrik Merkuri (Hg) turun secara tajam menuju nol pada temperatur 4,2 K [1]. Fenomena ini dinamakan " Superkonduktifitas ", sedangkan logam yang menimbulkan fenomena ini disebut " Superkonduktor ". Temperatur pada saat hambatan listrik bahan menjadi nol disebut temperatur kritis, T_c . Temperatur kritis tertinggi untuk logam murni ditemukan pada Niobium sebesar 9,25 K dan terendah pada Tungsten sebesar 0,0154 K.

Penelitian bahan superkonduktor ini tidak hanya dilakukan pada logam murni tetapi juga pada paduan logam dan bahan keramik. Pada tahun 1987, C.Michel dkk. [2] menemukan fenomena superkonduktifitas pada senyawa Bi - Sr - Cu - O yang merupakan awal penemuan superkonduktor temperatur kritis tinggi tanpa mengandung unsur tanah jarang. Senyawa ini memiliki komposisi kimia $Bi_2 Sr_2 Cu O_6$ dengan temperatur transisi kritis 7 s/d 22 K. Pada tahun 1988 H.Maeda dkk.[3] menemukan superkonduktor dengan temperatur kritis 105 K, pada

oksida yang merupakan senyawa Bi - Sr - Ca - Cu - O . Tabel I menunjukkan tahun penemuan beserta T_c superkonduktor oksida hingga tahun 1993 [4].

Tabel I. Daftar senyawa oksida superkonduktor, suhu transisi kritis dan penemuannya hingga tahun 1993 .

Senyawa Oksida	T_c K	Tahun
Ba Pb _{1-x} Bi _x O ₃	13	1974
La - Ba - Cu - O	30 ~ 40	1986
La _{1,8} Sr _{0,2} Cu O ₄	36,2	1986
(Y _{0,6} Ba _{0,4}) ₂ Cu O ₄ [5]	93	1987
Bi - Sr - Ca - Cu - O	75 ~ 110	1988
Ti - Ba - Ca - O [6]	120	1988
Hg - Ba - Ca - Cu - O [7]	133,5	1993

Sistem BSCCO ini mempunyai tiga fasa yaitu fasa 2201, fasa 2212 dan fasa 2223. Fasa 2223 tumbuh dari fasa 2212 pada periode sintering yang cukup lama dan merupakan fasa dengan T_c tertinggi pada sistem BSCCO . Untuk meningkatkan stabilitas fasa dan rapat arus kritis (J_c) biasanya BSCCO didoping dengan atom Pb (Plumbum) [8,9,10]. Dengan pendopongan ternyata juga dapat menurunkan

temperatur dan periode sintering [11]. Stabilitas dan rapat arus kritis ini masih merupakan sasaran penelitian dan pengembangan sistem BSCCO dewasa ini khususnya fasa 2223. Usaha ke arah ini perlu didukung dengan pengetahuan yang baik tentang ciri atau karakteristik bahan.

Salah satu ciri mendasar dalam pemahaman sifat - sifat dari suatu bahan adalah struktur kristalnya. Xing Zhu dkk.[12] mengungkapkan bahwa BSCCO fasa 2223 yang didoping Pb memiliki struktur tetragonal ($a = b = 3,82 \text{ \AA}$ dan $c = 37,074 \text{ \AA}$) dengan group ruang $I4/mmm$. Dalam analisisnya, terdapat empat penempatan atom oksigen yang masing- masing pada posisi 4c, 8g, 4e dan 4e. Posisi kedua atom oksigen yaitu pada posisi 4e berada dalam lapisan Bi - Pb. Pada hasil akhir penghalusannya diperoleh senyawa $(Bi_{0,8} Pb_{0,2})_2 Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_x$. Naoto Kijima dkk.[13] juga mendapatkan struktur tetragonal ($a = b = 5,407 \text{ \AA}$ dan $c = 37,051 \text{ \AA}$) dengan grup ruang $Bbmb$ yang mirip dengan struktur TBCCO. Ada lima posisi atom oksigen dalam sel satuannya yaitu tiga atom berada pada posisi 8h dan dua atom berada pada posisi 8l, dimana dua atom oksigen pada posisi 8l berada dalam lapisan Bi - Pb. C.J.D.Hetherington dkk.[14] mengamati struktur ini dengan mikroskop elektron beresolusi tinggi (High - Resolution Electron Microscopy) dan mendapatkan struktur ortorombik ($a = 5,41 \text{ \AA}$, $b = 5,39 \text{ \AA}$ dan $c = 38,2 \text{ \AA}$) grup ruang $Fmmm$ (no.69) dengan empat atom oksigen pada sel

satuannya. Peneliti lain yaitu Yang Ji-Lian dkk. [15] menganalisisnya dengan metode difraksi neutron. Ia mendapatkan struktur tetragonal dengan grup ruang $I4/mmm$ ($a = b = 3,8545 \text{ \AA}$, $c = 37,15 \text{ \AA}$), dan empat atom oksigen pada sel satuan dimana dua atom tersebut berada pada lapisan Bi - Pb (4e). Ia juga menguji data observasi dengan grup ruang $Pmmm$ namun tidak cocok. Selain itu didapatkan kekosongan oksigen dalam jumlah yang sangat kecil yang mungkin disebabkan karena adanya fasa pengotor .

Hasil Penelitian di atas menjelaskan bahwa struktur kristal superkonduktor BSCCO fasa 2223 masih belum terpecahkan secara tuntas. Perbedaan hasil analisis antara satu peneliti dengan peneliti lainnya mungkin dikarenakan oleh kesulitan dalam mendapatkan fasa tunggal yaitu fasa 2223 sistem BSCCO dimana sistem ini sensitif terhadap udara yang dapat menyebabkan terjadinya korosif.

I.2 RUANG LINGKUP

Penelitian superkonduktor sistem BSCCO ini mengarah kepada penumbuhan fasa 2223 yang lebih besar melalui perbandingan mol oksida penyusun tertentu dan dilakukan dengan reaksi padatan (solid state reaction) [16]. Perlakuan yang diberikan dalam penumbuhan fasa 2223 dengan penyinteran pada temperatur 850 C selama 96 jam [11].

Analisis struktur dari fasa yang terbentuk dilakukan dengan metode Rietveld melalui program RIETAN94 [17] dari data difraksi sinar - x . Penentuan grup ruang disesuaikan dengan Tabel Internasional. Sedangkan superkonduktifitas dan kualitas bahan diuji dengan efek Meissner, suseptibilitas magnetik dan metode " four point probe " yang dibahas secara garis besar dalam rangka penunjukkan sifat-sifat fisika.

Pemahaman penggunaan peralatan baik untuk pembuatan dan pengujian lebih diarahkan pada peninjauan prinsip kerja alat.

I.3 TUJUAN PENELITIAN

Penelitian ini bertujuan untuk :

- Memahami pembuatan superkonduktor sistem BSCCO dan peralatan yang digunakan .
- Mengetahui dan memahami struktur superkonduktor sistem BSCCO.
- Mengamati sifat-sifat fisika yang ditimbulkan secara makroskopis.

B A B II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 MAKROSKOPIS SUPERKONDUKTIFITAS

Superkonduktifitas merupakan fenomena suatu bahan baik merupakan logam, paduan logam, semikonduktor maupun keramik yang mempunyai hambatan jenis listrik $\rho = 0$ bila didinginkan hingga di bawah temperatur kritisnya. Sifat magnetik yang ditunjukkan oleh superkonduktor sedramatis sifat listriknya yang secara tajam menuju nol di bawah medan kritisnya. Medan magnetik yang bernilai nol pada superkonduktor tidak dapat dihitung dengan asumsi bahwa superkonduktor adalah konduktor normal dengan hambatan listrik nol.

Peralihan pada medan magnet nol dari keadaan superkonduktor ke keadaan normal diteliti menjadi transisi fasa orde-2 dimana $H = 0$ pada $T \geq T_c$. Pada fasa ini tidak ada panas laten dan lebih jauh, energi gap berkurang secara kontinyu menjadi nol dengan penambahan temperatur ke temperatur transisi. Sedangkan pada transisi fasa orde-1 terjadi perubahan dari keadaan normal ke keadaan superkonduktor dicirikan oleh adanya suatu panas laten dan terjadinya diskontinyu pada energi gap. Pada fasa transisi Orde-1 ini $H \neq 0$ pada $T < T_c$.

II.1.1 Efek Meissner

Meissner dan Ochsenfeld pada tahun 1933 menemukan bahwa jika suatu bahan didinginkan dalam suatu medan magnet di bawah temperatur kritisnya maka pada garis transisi medan magnetik induksi \vec{B} ditolak keluar sehingga medan magnetik internal \vec{B} bahan menjadi nol. Fenomena ini terjadi pada bahan superkonduktif. Ilustrasi efek Meissner dapat dilihat pada Gambar 1.

Medan magnet internal dapat lenyap dalam superkonduktor disebabkan karena adanya " arus screen " yang melingkupi bahan sehingga menolak medan eksternal masuk ke dalam bahan [18] dan medan magnet internal menjadi nol ($I = -H$ atau suseptibilitas $\chi = -1$). Suseptibilitas maksimum dari bahan diamagnetik ini dapat menunjukkan bahwa superkonduktor merupakan bahan diamagnetik sempurna. Selain dari itu, bahan superkonduktor tidak hanya merupakan bahan diamagnetik kuat tetapi juga suatu tipe baru dari bahan diamagnetik. Secara umum dapat dilihat pada persamaan (II.1).

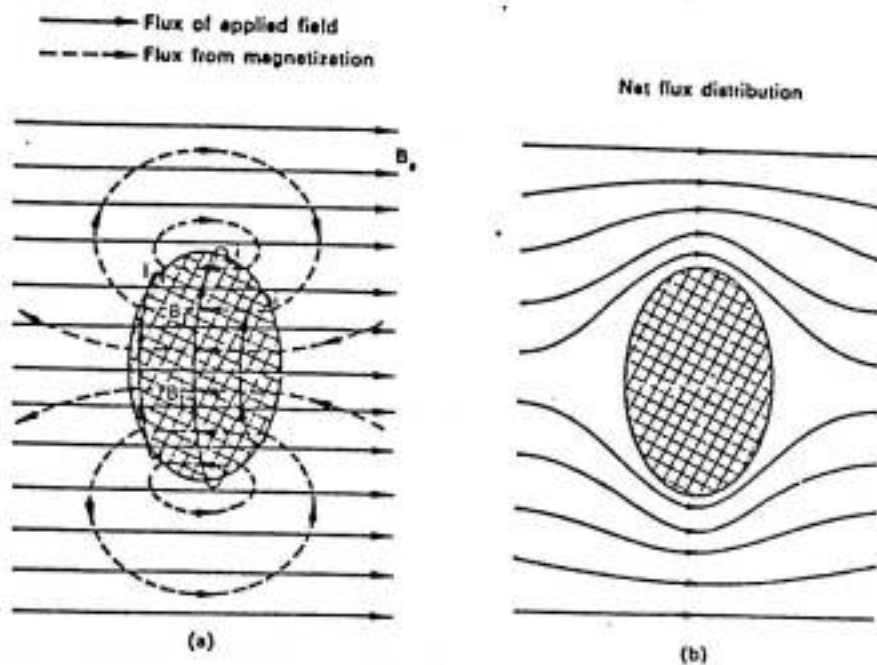
$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{I}) \quad (II.1)$$

dimana :

μ_0 = Permeabilitas ruang hampa

\rightarrow
H = Kuat medan magnet

\rightarrow
I = Arus listrik



Gambar 1. Efek Meissner pada bahan superkonduktor

Namun demikian medan \vec{B} tidak dapat melakukan penetrasi dengan sangat dalam masuk ke suatu superkonduktor. Ini dapat dilihat pada pers.(II.2) yang diturunkan dari persamaan London dan persamaan Maxwell yang solusinya memperlihatkan bahwa dalam ruang , keseragaman medan magnet tidak dapat terwujud .

$$\nabla^2 B = B / \lambda_L^2 \quad (\text{II.2})$$

Dari pers.(II.2) diperoleh solusi (dalam arah x) [19]:

$$B(x) = B(0) \exp.(-x / \lambda_L) \quad (\text{II.3})$$

dengan

$$\lambda_L = (\epsilon_0 m c / n q^2)^{1/2} \quad (\text{II.4})$$

dimana :

λ_L = Kedalaman penetrasi London

m = Massa dalam konsentrasi n

q = Muatan

II.1.2 Tipe - Tipe Superkonduktor

Superkonduktor mempunyai dua tipe yang didasarkan pada sifat magnetisasi bahan yaitu superkonduktor tipe-1 dan superkonduktor tipe-2. Kedua tipe ini tidak mempunyai perbedaan pada mekanisme superkonduktivitas. Keduanya mempunyai kesamaan sifat thermal pada transisi normal - superkonduktor dalam medan magnet nol. Namun demikian mempunyai efek Meissner yang sama sekali berbeda.

II.1.2.1 Superkonduktor Tipe - 1

Dilihat dari bentuk bahan, superkonduktor tipe - 1 ini disebut juga superkonduktor lembut. Jika medan eksternal lebih besar dari medan kritis H_c maka medan tersebut akan menjangkau seluruh sampel dan bahan menjadi keadaan normal secara praktis serentak, sehingga \vec{H} internal sama dengan \vec{H} eksternal.

Keadaan transisi dari tipe - 1 ini disebut juga sebagai " Intermediate State " yang mempunyai faktor diamagnetik tidak nol dan kemunculannya bergantung pada bentuk bahan. Struktur dari " Intermediate State " ini relatif kasar dan kenampakan global dapat dilihat dengan mata telanjang. " Intermediate State " ini terletak pada daerah $(1-n)H_c < H < H_c$ dengan n faktor demagnetisasi. Pada keadaan ini medan internal H_i sama dengan medan kritis H_c .

Superkonduktor tipe - 1 mempunyai panjang koheren, $\xi >$ kedalaman penetrasi, λ sehingga ξ / λ lebih kecil dari 1 ($k < 1$). Panjang koheren ini adalah jarak di dalam konsentrasi elektron superkonduktif yang tidak mengalami perubahan secara drastis pada suatu variasi-ruang medan magnet. Panjang koheren ini bergantung pada kemurnian suatu logam yang akan berkurang dengan kehadiran pengotor logam.

II.1.2.2 Tipe - 2 Superkonduktor

Superkonduktor tipe - 2 mempunyai bentuk yang lebih kompleks dibandingkan superkonduktor tipe-1 dan masih memerlukan penjelasan terperinci. Superkonduktor tipe ini mempunyai medan kritis rendah H_{c1} dan medan kritis tinggi H_{c2} . Keadaan antara H_{c1} dan H_{c2} ini disebut " Mixed State ". " Mixed State " ini merupakan suatu kenampakan intrinsik dari superkonduktor tipe-2 dan muncul jika sampel mempunyai faktor demagnetisasi nol.

Suatu bahan superkonduktor tipe - 2 akan mengalami transisi ke keadaan normal secara berangsur-angsur yang terjadi jika medan eksternal lebih besar dari H_{c2} . Apabila medan eksternal lebih kecil dari H_{c1} maka tidak ada penetrasi oleh medan. Medan eksternal berada antara H_{c1} dan H_{c2} maka medan akan menembus secara parsial dan bahan menjadi struktur mikroskopik yang kompleks dimana wilayah normal dan superkonduktor bercampur (mixed state).

Superkonduktor tipe - 2 mempunyai kedalaman penetrasi yang lebih besar dari panjang koheren sehingga $k > 1$. Dengan $\lambda > \xi$ menyebabkan energi permukaan superkonduktor (S) negatif, ini dapat dilihat pada pers.(II.5):

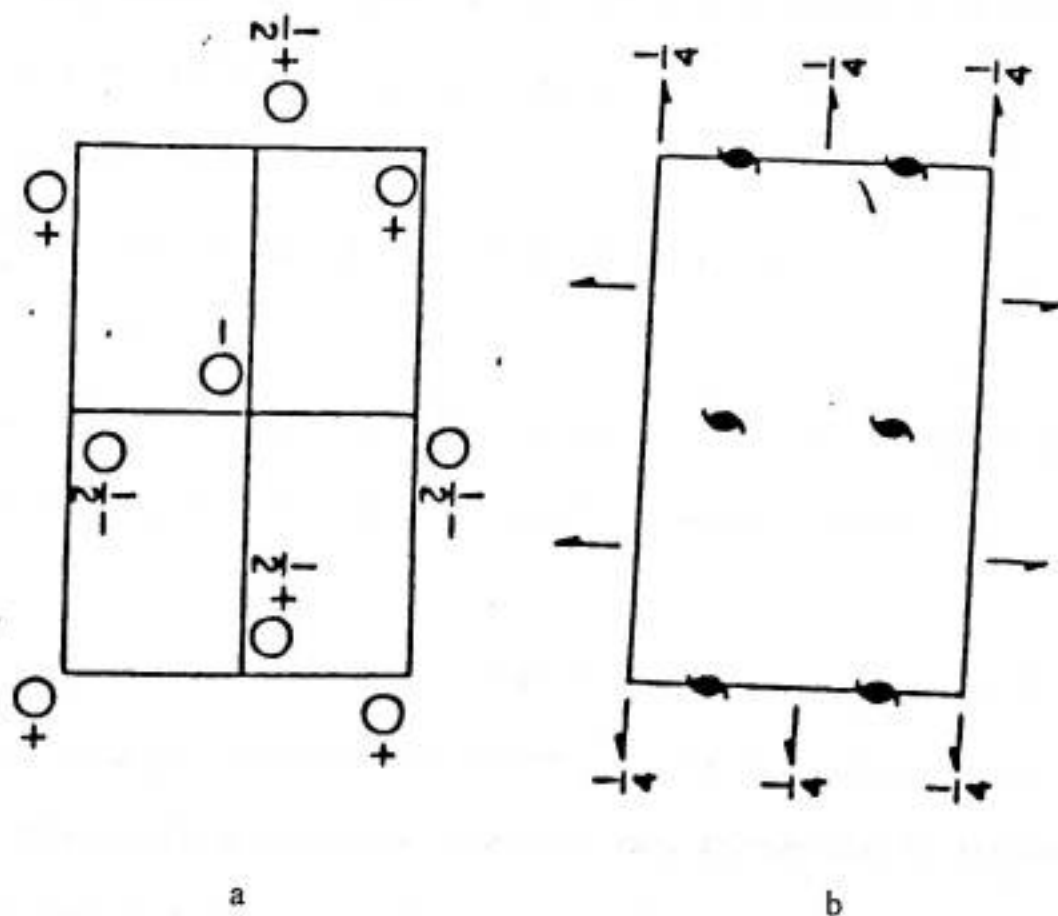
$$S = 1/2 \mu_0 H_c^2 (\xi - \lambda) \quad (II.5)$$

II.2 STRUKTUR KRISTAL DAN GROUP RUANG

Partikel penyusun zat padat tidak bebas bergerak melainkan terikat pada titik keseimbangan. Pola susun partikel zat padat dibagi dalam dua jenis yaitu kristal dan amorf. Kristal dapat didefinisikan sebagai suatu zat padat dengan susunan atom-atomnya yang teratur dan berulang secara periodik dalam ruang. Sedangkan bahan amorf atom - atomnya tersusun secara acak dan tidak mempunyai keteraturan dalam ruang. Susunan atom-atom pada kristal atau pada titik Bravaisnya disebut struktur kristal dengan kata lain merupakan gabungan antara kisi (Bravais) . Sistem kristal memiliki tujuh jenis yang dibedakan oleh parameter kisinya ($\alpha, \beta, \gamma, a, b, c$), dan empat belas macam kisi Bravaisnya . Tipe struktur kristal dibedakan berdasarkan tempat atom pada tiap sel satuan yaitu : struktur Kubik Pusat Badan (BCC), Kubik Pusat Muka (FCC) dan struktur Heksagonal (HCP).

Ada dua operasi simetri pada grup ruang yaitu operasi putar (screw operation) yang merupakan kombinasi dari operasi rotasi dengan operasi translasi dan operasi gerak (glide operation) yang merupakan kombinasi operasi refleksi dan translasi [20]. Sedangkan pada operasi simetri titik hanya melibatkan unsur yang terdiri dari identitas (I), rotasi (R), inversi (i) dan refleksi (m). Dari operasi simetri ini dapat dilihat pengaruh yang ditimbulkan terhadap suatu titik (atom) pada posisi r yang mana menghasilkan titik lain yang ekuivalen. Posisi titik ini disebut posisi

ekuivalen umum. Berbeda dengan posisi khusus dimana atom-atomnya berada pada elemen simetri, misalnya atom-atom yang terletak pada bidang refleksi. Jumlah posisi khusus ini dihitung setengah dari jumlah atom pada posisi ekuivalen umum. Ada beberapa informasi yang dapat diketahui dari suatu grup ruang, misalnya pada sistem ortorombik dengan grup ruang $P 2_1 2_1 2_1 (D_2^4)$ (no 19). Grup ruang ini mempunyai arti bahwa kisiya adalah primitif (P) dengan "screw operation" 2_1 yang masing-masing paralel dengan a, b dan c. Diagram group ruang ini dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Diagram grup ruang $P 2_1 2_1 2_1 (D_2^4)$

Grup titik dari grup ruang ini adalah $222 (D_2)$ yang mempunyai empat operasi simetri yaitu $1, 2[001], 2[010],$ dan $2[100]$ ($E, C_2[001], C_2[010]$ dan $C_2[100]$) serta mempunyai empat posisi umum ekuivalen tiap unit sel. Operasi 2_1 yang paralel dengan sumbu a dijalankan pada $[001]$ diperoleh $(-1/2, -y, 1/2+z)$. Jika ditempatkan operasi $2_1[001]$ yang melewati titik $(1/4, 0, 0)$ sebagaimana Gambar 2(a), maka harus ditambahkan suatu translasi koordinat $2(1/4, 0, 0) = (1/2, 0, 0)$ selama sumbu 2_1 terletak di tengah antara titik yang berhubungan. Posisi umum ekuivalen menjadi $(1/2 - x, -y, 1/2 + z)$ sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 2(b). Operasi ini dapat dituliskan sbb:

$$\{2[001] | r(0,0,1/2)\} r + (1/2,0,0) = (1/2 - x, -y, 1/2 + z) \quad (II.6)$$

Dengan menggunakan prosedur yang sama untuk rotasi "screw" yang lain diperoleh: $(x, y, z); (1/2-x, -y, 1/2+z); (1/2+x, 1/2-y, -z)$ dan $(-x, 1/2+y, 1/2-z)$.

Informasi lain yang dapat diperoleh dari Tabel Internasional adalah adanya posisi khusus pada $4a$ dengan titik simetri i . Angka 4 menunjukkan empat posisi yang mungkin dan a adalah notasi Wickoff yang menunjukkan posisi atom pada struktur kristal yang disusun mulai dari posisi dengan simetri yang lebih tinggi (high-simetri) ke posisi simetri yang lebih rendah.

II.3 SUPERKONDUKTIFITAS KERAMIK SISTEM BSCCO

Setelah C.Michel dkk. [2] menemukan superkonduktifitas sistem BSCCO, muncul respon yang besar untuk menelaah lebih lanjut sistem ini baik struktur sebelum dan setelah pendopongan maupun sifat - sifat fisika dan kimia yang ditimbulkan. Semua ini ditujukan untuk memperoleh pemahaman penuh dari fenomena superkonduktor guna mendapatkan superkonduktor dengan T_c pada temperatur kamar yang dapat digunakan lebih luas dalam meningkatkan efisiensi khususnya pada sistem BSCCO.

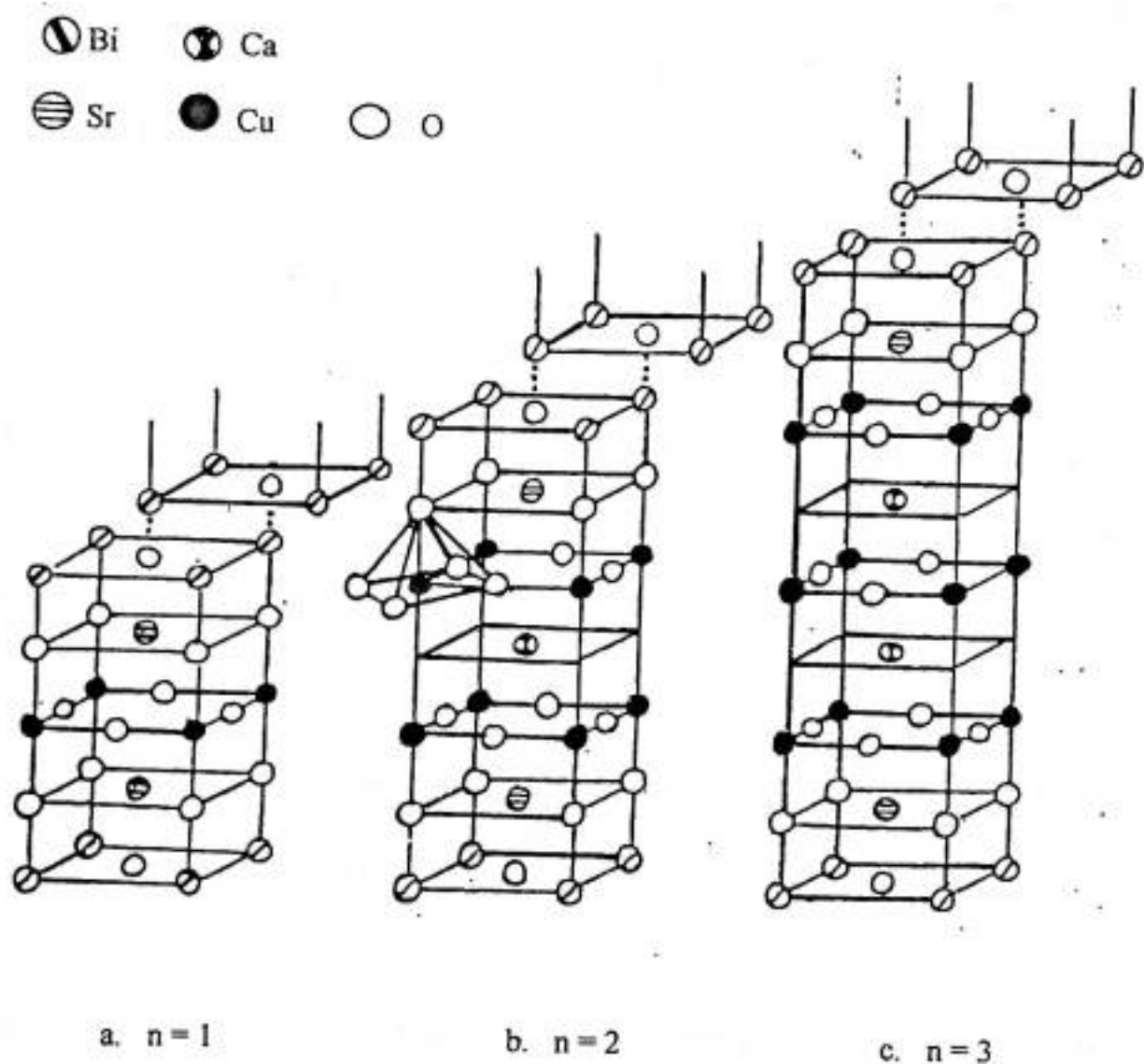
II.3.1 Struktur Superkonduktor Sistem BSCCO

Superkonduktor sistem B S C C O mempunyai tiga fasa kristalin yaitu:

- Fasa 2201 dengan komposisi senyawa $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{Cu O}_x$, memiliki $T_c = 10$ yang merupakan fasa tanpa Ca.
- Fasa 2212 dengan senyawa $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_1 \text{Cu}_2 \text{O}_x$, memiliki $T_c = 80\text{K}$.
- Fasa 2223 dengan komposisi senyawa $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_2 \text{Cu}_3 \text{O}_x$, memiliki $T_c = 110\text{K}$ yang merupakan fasa tinggi dari sistem Bismut ini.

Ketiga fasa ini secara umum dapat diformulasikan sebagai $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_{n-1} \text{Cu}_n \text{O}_{2(n+1)+y}$ dengan $n = 1, 2$ dan 3 [21]. Struktur ketiga fasa ini sama yaitu tetragonal (pseudo)

ini tidak ada oksigen sedangkan atom Cu hanya mempunyai lima oksigen terdekat yang membentuk koordinasi piramida. Secara umum struktur 2212 ini dapat dituliskan sebagai SrO / CuO₂ / Ca / CuO₂ / SrO dan diapit oleh lapisan ganda Bi - O. Secara detilnya, struktur dari fasa 2212 ini adalah sangat sulit oleh karena adanya penumpukan kecacatan, modulasi dari oksigen dan disorder kation.



Gambar 3. Struktur kristal Bi₂ Sr₂ Ca_{n-1} Cu_n O_{2(n+1)+y}

atau ortorombik (pseudo) dengan parameter kisi c berbeda. Dari berbagai penelitian, diperoleh harga rata-rata parameter kisi c ini adalah 24, 30 dan 37 Å masing-masing untuk fasa 2201, 2212 dan 2223. Perbedaan parameter kisi ini disebabkan karena adanya perubahan pada lapisan Cu - O dan lapisan atom Ca [22]. Pada fasa 2201 mempunyai satu lapisan Cu - O, fasa 2212 mempunyai dua lapisan Cu - O dan fasa 2223 mempunyai tiga lapisan Cu - O yang masing-masing terletak antara dua lapisan Bi - O [23]. Struktur ketiga fasa ini dapat dilihat pada Gambar 3 [22], yang membentuk struktur ortorombik.

Dari Gambar 3a. dapat dilihat bahwa struktur fasa 2201 pada sistem BSCCO tersusun dari bidang segiempat yang terbentuk oleh koordinasi oksigen O_1 dan atom Cu, berada di antara dua lapisan Sr - O_2 . Oksigen O_2 terletak dengan serta merta di atas dan di bawah oksigen O_1 , kemudian membentuk suatu Oktahedron CuO_6 diperpanjang. Stronsium mempunyai sembilan oksigen terdekat dengan jarak interatomik Sr - O rata-rata adalah 2,7 Å. Mengapit modul Sr - Cu - Sr adalah dua lapisan $Bi_2 O_2$. Empat ikatan Bi - O_3 dekat bidang (001) berjarak 2,2 - 2,9 Å jika ikatan Bi - O_2 yang menghubungkan Bi ke lapisan Sr - O_2 adalah kecil ($\pm 2,0$ Å).

Struktur fasa 2212 merupakan salah satu fasa sistem BBSCO yang mengandung atom Ca seperti terlihat pada Gambar 3b. Pada struktur ini, lapisan Cu - O ditempati oleh $CuO_2 / Ca/CuO_2$ dan kalsium mengambil delapan koordinasi. Pada lapisan Ca

Pada fasa 2223, strukturnya tidak jauh berbeda dengan struktur fasa 2212. Penambahan CuO_2 dan lapisan Ca yang disisipkan pada $\text{CuO}_2 / \text{Ca} / \text{CuO}_2$ dari fasa 2212, yang menghasilkan suatu kelompok lapisan $\text{CuO}_2 / \text{Ca} / \text{CuO}_2 / \text{Ca} / \text{CuO}_2$, diapit oleh Sr - O dan Bi - O yang membentuk suatu koordinasi oktahedral.

Seri homolog dari komposit $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_{n-1} \text{Cu}_n \text{O}_{2(n+1)+y}$ dengan $n = 1, 2$ dan 3 ini mempunyai kemungkinan kehadiran struktur dengan lapisan Cu yang lebih banyak seperti yang dideteksi melalui mikroskop elektron bersolusi tinggi dimana ada struktur dengan fasa $n = 4$ yang membentuk senyawa $\text{Bi}_2 \text{Sr}_2 \text{Ca}_3 \text{Cu}_4 \text{O}_{8+y}$.

II.3.2 Sifat - Sifat Fisika Superkonduktor BSCCO

Sifat fisika superkonduktor keramik khususnya sistem BSCCO belum diketahui sepenuhnya. Ini disebabkan karena sistem ini sangat sensitif dan sulit mendapatkan sampel fasa tunggal dengan kualitas tinggi. Sehingga sifat-sifat fisika yang ditemukan dari berbagai penelitian hanya menghususkan pada sampel yang dibuat dengan penyuguhan pembuatan yang berbeda.

Sifat fisika sistem BSCCO dapat dipelajari melalui lapisan Cu - O yang membentuknya. T. Yonena dkk.[24] mendapatkan bahwa kompresibilitas linier sepanjang arah sumbu c dua kali lebih besar dari kompresibilitas linier pada arah

sumbu a. Ini disebabkan karena adanya ikatan yang mirip dengan ikatan Van der Waals antara lapisan - lapisan Bi - O. Pengaruh tekanan pada T_c mengakibatkan adanya perubahan jarak antar atom Cu dan oksigen apikal.

Hasil pengukuran magnetisasi mengindikasikan bahwa superkonduktor BSCCO adalah tertutup untuk tipe-2 superkonduktor ideal yang disebabkan karena adanya gaya jepit (pinning force) yang lemah untuk flux [25]. Magnetisasi sistem ini bertambah secara perlahan dengan berkurangnya temperatur dan menjangkau peron hingga 65 K. Dengan pendopongan Pb bahan menjadi lebih irreversibel dan histeritisnya meningkat secara substansial. Rapat arus kritis yang merupakan fungsi medan magnet, pada suhu 77 K berkurang dengan penambahan medan magnet. Khusus pada sampel BSCCO yang disinter pada 700 C, penurunan tajam pada rapat arus kritis terjadi pada medan $H < 0.2$ KOe [22]. Dari model keadaan kritis Bean, rapat arus kritis adalah sebanding dengan perbedaan antara medan magnet yang meningkatkan magnetisasi M_+ dan medan magnet yang mengurangi magnetisasi M_- atau dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$M_+ - M_- = A \cdot J_c \cdot r \quad (II.7)$$

dimana :

A = Faktor geometri

r = Jari-jari sampel

Jika suatu logam, semikonduktor dan superkonduktor ditempatkan pada suatu medan magnet \vec{B} dan rapat arus \vec{J} yang melewatinya, akan muncul medan listrik transfer \vec{E}_H yang dipengaruhi oleh koefisien Hall, R_H dan dapat dirumuskan dengan :

$$\vec{E}_H = R_H (\vec{B} \times \vec{J}) \quad (II.8)$$

Pada sistem BSCCO, koefisien Hall adalah positif dan bertambah dengan pengurangan temperatur [26]. Positif atau negatif suatu nilai R_H menunjukkan muatan yang dibawanya. Semakin banyak muatan yang dibawa maka R_H akan semakin kecil demikian pula sebaliknya.

II.4 DIFRAKSI SINAR - X

Adanya struktur kristal dapat dibuktikan dengan percobaan difraksi sinar-x maupun difraksi neutron. Sinar-x adalah gelombang elektromagnetik berfrekuensi tinggi yang mempunyai panjang gelombang yang hampir sama dengan jarak antar bidang dan memenuhi hukum Bragg yaitu :

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl} \quad (II.9)$$

dimana :

n = Orde difraksi

λ = Panjang gelombang difraksi

d_{hkl} = Jarak antar bidang difraksi

θ_{hkl} = Sudut difraksi .

Sinar - x yang ditembakkan pada suatu cuplikan akan menghasilkan puncak-puncak difraksi apabila memenuhi hukum Bragg. Untuk penganalisisan suatu cuplikan, diperlukan harga intensitas dan sudut hamburan Bragg dari pola difraksi yang dihasilkan oleh bahan tersebut. J.J. Thomson mendapatkan bahwa intensitas dari sinar yang dihamburkan oleh suatu elektron tunggal adalah [27]:

$$I = I_0 \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \sin^2 \alpha \quad (II.10)$$

dimana :

I_0 = Intensitas mula - mula

e = Muatan elektron

m = Massa elektron

c = Kecepatan cahaya

r = Jari-jari difraktometer

α = Sudut antara arah hamburan dengan arah percepatan elektron.

Besaran intensitas bahan yang dihasilkan dipengaruhi oleh beberapa faktor. Secara umum ada 6 faktor yang berperan dalam menentukan besaran intensitas relatif dari puncak-puncak Bragg yaitu :

a. Faktor Polarisasi

b. Faktor Struktur

c. Faktor Multiplisitas

d. Faktor Lorentz

e. Faktor Absorpsi

f. Faktor Temperatur

Intensitas difraksi sinar - x yang dihamburkan ke arah θ_k setelah dikoreksi dengan faktor-faktor tersebut maka pers.(II.10) menjadi :

$$I(\theta_k) = s |F_k(hkl)|^2 m_k L(\theta_k) \quad (\text{II.11})$$

$$I(\theta_k) = \frac{I_0 e^4}{m^2 c^4} \left(\frac{\lambda^3 a}{32 \pi r} \right) \frac{s}{v^2} |F_k(hkl)|^2 m_k \frac{1}{2\mu}$$

$$\cdot \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta_k}{\sin^2 \theta_k \cos \theta_k} \right) e^{-2M} \quad (\text{II.11a})$$

dengan :

$$F_k(hkl) = A \sum_r e^{2\pi i (h u_{i,r} + k v_{i,r} + l w_{i,r})} \quad (\text{II.12})$$

$$M = Q (\sin \theta_k / \lambda)^2 \quad (\text{II.13})$$

dimana :

- $I(\theta_k)$ = Intensitas hamburan bahan
- a = Luas penampang sinar-x datang
- λ = Panjang gelombang
- V = Volume sel satuan
- $F_k(hkl)$ = Faktor struktur untuk bidang (hkl)
- m_k = Faktor multiplisitas
- θ_k = Sudut hamburan Bragg
- μ = Koefisien absorpsi linier bahan
- s = Faktor sekala
- A = Faktor hamburan atom ke i pada suatu sel satuan.
- Σ = Penjumlahan terhadap seluruh posisi ekuivalen.
- Q = Parameter temperatur isotropis.
- u, v, w = Koordinat fraksi atomik.

II.5 METODE ANALISIS RIETVELD (RIETAN)

Dalam metode RIETAN (Rietveld Analysis), setiap titik pola difraksi dipandang sebagai suatu pengamatan tunggal yang mungkin mengandung kontribusi dari sejumlah refleksi Bragg yang berbeda sehingga dapat mengatasi adanya puncak-puncak refleksi dari suatu difraksi yang saling tumpang tindih (overlap). Ini berbeda dengan metode intensitas terintegrasi yang dapat menyebabkan hilangnya rincian informasi pada profil puncak difraksi [28,29].

Profil difraksi sinar - x mempunyai bentuk yang lebih kompleks dibanding hasil difraksi neutron sehingga profil puncak intensitasnya tidak dapat didekati dengan bentuk distribusi puncak Gauss. Ada beberapa model yang dapat digunakan antara lain bentuk puncak Lorentzian, Lorentzian yang dimodifikasi, Lorentzian lanjutan, pseudo-Voigt dan fungsi Perason VII [17].

Fungsi yang membentuk profil ke pendekatan pembentukan puncak dari profil simetri [$\varphi (\Delta 2\theta)$] dan suatu koreksi asimetri [$\varphi ^{\prime} (\Delta 2\theta)$] adalah [28]:

$$\Phi (\Delta 2\theta) = \varphi (\Delta 2\theta) . \varphi ^{\prime} (\Delta 2\theta) \quad (II.14)$$

Pada program RIETAN 94 dari hasil pengembangan oleh F. Izumi [30], fungsi bentuk puncak yang digunakan adalah fungsi pseudo-Voigt dari Thomson yang dimodifikasi lebih luas oleh Cox & Heistings (1987). Fungsi ini merupakan konvolusi dari fungsi Lorentz dan fungsi Gauss yang didekati dengan kombinasi linier dari keduanya :

$$\begin{aligned} \Phi(\Delta 2\theta) &= \eta \phi_L(\Delta 2\theta) + (1-\eta) \phi_G(\Delta 2\theta) \\ &= \eta \frac{2}{\pi H_k} \left[1 + 4 \left(\frac{\Delta 2\theta}{H_k} \right)^2 \right]^{-1} + (1-\eta) \cdot \\ &\quad \cdot \frac{2 \sqrt{\ln 2}}{\sqrt{\pi} H_k} \exp \left[-4 \ln 2 \left(\frac{\Delta 2\theta}{H_k} \right)^2 \right] \end{aligned} \quad (II.15)$$

dengan :

$$\begin{aligned} \eta &= 1,36603 \left(\frac{H_{kL}}{H_k} \right) - 0,47719 \left(\frac{H_{kL}}{H_k} \right)^2 + \\ &\quad 0,11116 \left(\frac{H_{kL}}{H_k} \right)^3 \end{aligned} \quad (II.16)$$

$$\begin{aligned} H_k &= (H_{kG}^5 + 2,69269 H_{kG}^4 H_{kL} + 2,42843 H_{kG}^3 H_{kL}^2 + \\ &\quad 4,47163 H_{kG}^2 H_{kL}^3 + 0,07842 H_{kG} H_{kL}^4 + H_{kL}^5)^{0,2} \end{aligned} \quad (II.17)$$

dimana :

i = Bilangan langkah

k = Bilangan refleksi

$2\theta_i$ = Sudut difraksi pada langkah ke i

θ_k = Sudut Bragg untuk refleksi ke h

ϕ_L = Fungsi normalisasi Lorentz

ϕ_G = Fungsi normalisasi Gauss

η = Fraksi komponen Lorentz

H_k = Full-width-at-half-maximum (FWHM)

H_{kG} adalah berhubungan ke variasi dari komponen Gauss σ^2 yang dirumuskan :

$$H_{kG} = \sqrt{8 \sigma^2 \ln 2} \quad (\text{II.18})$$

dengan :

$$\sigma^2 = U \tan^2 \theta_k + V \tan \theta_k + W + P \sec^2 \theta_k \quad (\text{II.19})$$

Dengan demikian H_{kG} merupakan suatu fungsi dari tiga parameter Gaussian FWHM (U , V dan W) dan koefisien Scherrer (P) untuk perluasan Gaussian.

H_{kL} bervariasi dengan θ_k sebagai :

$$H_{kL} = (X + X_c \cos \varphi_k) \sec \theta_k + (Y + Y_c \cos \varphi_k) \tan \theta_k \quad (\text{II.20})$$

dimana:

X dan Y = Koefisien perluasan isotropik

X_e dan Y_e = Koefisien perluasan anisotropik

φ_k = Sudut antara vektor hambiran Q dan sumbu perluasan anisotropik.

Keasimetrian yang muncul pada puncak - puncak intensitas dimana bergesernya tinggi maksimum suatu puncak ke sudut yang lebih rendah memerlukan suatu koreksi. Profil asimetri ini didahului oleh penggunaan suatu multi bentuk aturan integrasi Simpson yang dilengkapi oleh Howard (1982). Pada metode ini, n simetri fungsi pembentuk profil dengan koefisien Simpson yang berbeda untuk berat g_j dan berbeda f_j adalah ditempatkan secara asimetri dan "superimposed" satu dengan yang lainnya. Profil asimetri ini dapat dirumuskan sbb. :

$$\phi'(\Delta 2\theta) = \frac{1}{3(n-1)} \sum_j^n g_j \phi(\Delta 2\theta') \quad (II.21)$$

dengan :

$$\Delta 2\theta = \Delta 2\theta_k + f_j A_s \cot 2\theta + Z + D_s \cos \theta_k + T_s \sin 2\theta_k \quad (II.22)$$

$$f_j = \left\{ (j-1) / (n-1) \right\}^2 \quad (II.23)$$

dimana :

φ'(Δ2θ) = Fungsi asimetri pseudo-Voigt

A_s = Variabel perbedaan 2θ profil asimetri

- Z = Variabel pemisah puncak titik - nol pada komponen profil.
- D_s = Variabel pemisah puncak pada perpindahan sampel
- T_s = Variabel pemisah puncak pada transparansi
- n = Koefisien Simpson.

Faktor yang mempengaruhi intensitas total adalah faktor intensitas latar belakang yang muncul karena adanya interferensi yang saling melemahkan. Fungsi latar belakang Y_{ib} ini, pada tahap ke i didekati dengan suatu penjumlahan berhingga dari polinomial Legendre, $F_j(x_j)$, orthogonal relatif ke integrasi pada interval $[-1,1]$ yang dapat dirumuskan sbb.:

$$Y_{ib} = \sum_{j=0}^{11} b_j F_j(x_i) \quad (II.24)$$

dimana :

b_j = Parameter latar belakang yang dihaluskan dalam RIETAN .

$$X_i = \frac{2\theta_i - \theta_{\max} - \theta_{\min}}{\theta_{\max} - \theta_{\min}} \quad (II.25)$$

Kecenderungan orientasi seharusnya dikoreksi dengan suatu fungsi yang bebas dari geometri difraksi dan dapat digunakan untuk sampel kristal plat dan selinder. Rietan94 menggunakan fungsi March-Dollase (March, 1932; Dollase 1986) dalam koreksi ini :

$$P_k = \frac{1}{m_k} \sum_{j=1}^{m_k} (r^2 \cos^2 \alpha_j + r^{-1} \sin^2 \alpha_j)^{-3/2} \quad (\text{II.26})$$

dimana :

r = Parameter penyesuaian

α_j = Sudut antara arah kecenderungan difraksi dan anggota ke j kedudukan simetri ekuivalen dari bidang difraksi m_k .

Intensitas profil pola difraksi pada posisi $2\theta_i$ merupakan hasil kali intensitas difraksi sinar-x yang dihamburkan ke arah θ_k pada pers.(II.11) dengan fungsi pembentuk profil pada pers.(II.14). Setelah dikoreksi dengan fungsi latar belakang $Y_{ib}(c)$, fungsi kecenderungan orientasi dan intensitas observasi $Y_i(o)$ pada titik ke i maka intensitas kalkulasi adalah :

$$Y_i(c) = \sum_k s |F_k|^2 m_k P_k L(\theta_k) \phi(\Delta 2\theta_{ik}) + Y_{ib}(c) \quad (\text{II.27})$$

dengan :

$$|F_k|^2 = |F_k(\text{krist.})|^2 + |F_k(\text{magn.})|^2 \quad (\text{II.28})$$

Keberhasilan penghalusan melalui program RIETAN dapat dilihat pada indeks reliabilitas, dimana semakin kecil harga indeksnya berarti semakin tinggi tingkat kesesuaian antara model perhitungan dengan data pengukuran. Faktor reliabilitas (Faktor R) ini dideduksi sbb. [31]:

dimana :

$I_k ('o')$ = Intensitas terintegrasi dari penjumlahan konstribusi puncak ke k.

$I(c)$ = Intensitas terintegrasi yang dihitung dari penghalusan parameter struktur.

N_p = Bilangan titik data.

N_r = Bilangan parameter penghalusan.

N_c = Bilangan konstrain.

w_i = Berat dari perhitungan statistik.

R_{wp} = Perbandingan intensitas observasi dan kalkulasi.

R_p = Faktor R iterasi tanpa berat statistik.

R_l = Faktor R setelah penghalusan dilakukan.

R_F = Faktor R yang digunakan untuk analisa sinar-x kristal tunggal.

R_e = Nilai R_{wp} yang diharapkan secara statistik.

Selain faktor R, dari hasil penghalusan diperoleh juga antara lain : data parameter profil dan parameter puncak , posisi puncak-puncak Bragg, harga jarak antar bidang refleksi dan harga faktor struktur .

BAB III

METODOLOGI

Superkonduktor keramik sistem BSCCO yang didoping Pb dapat disintesis dengan beberapa metode antara lain metode kimia basah dan reaksi padatan. Dalam penelitian ini metode yang digunakan adalah reaksi padatan. Pendopongan dirancang agar atom Pb menempati sebahagian titik kisi atom Bi di dalam sel satuan kristal BSCCO. Jadi setelah pendopongan diperoleh senyawa oksida $(\text{Bi}_{1-x}\text{Pb}_x)\text{-Sr-Ca-Cu-O}$. Pembuatan ini diarahkan pada penumbuhan fasa Tc tinggi sistem BSCCO (fasa 2223).

III.1 PENYIAPAN CUPLIKAN

Senyawa $(\text{Bi}_{1-x}\text{Pb}_x)\text{-Sr-Ca-Cu-O}$ dibentuk dari oksida-oksida : PbO , SrCO_3 , CaCO_3 , Bi_2O_3 dan CuO buatan " Stream Chemical " dengan kemurnian 99,999 % . Cuplikan BSCCO ini disintesis dengan perbandingan tertentu dari oksida penyusun, ini dapat dilihat pada Tabel II. [11].

Setelah pemilihan oksida penyusun, bahan ditimbang sesuai dengan perbandingan persen beratnya dengan menggunakan " Electronic Balance " no.seri 2912351. Penyampuran bahan hingga homogen dilakukan selama 6 jam 15

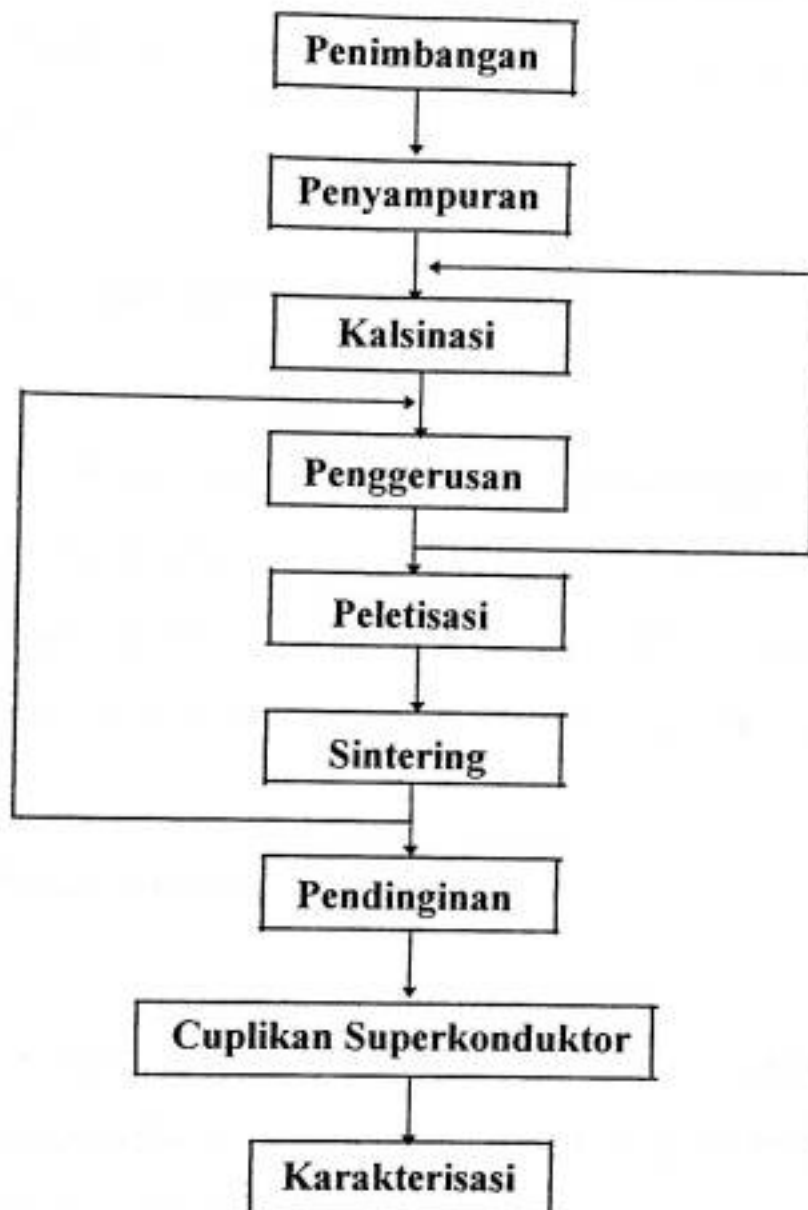
menit dengan " Mortar Agate ". Bahan ini dikalsinasi selama 24 jam dalam " Furnace Advantec KL-600 " nomor seri 011001 pada suhu 810 - 811 C, kemudian didinginkan dalam tungku pemanas selama 24 jam. Proses ini dilakukan dua kali dengan penggggerusan selama 2 jam setiap selesai pendinginan agar campuran benar-benar homogen dengan ukuran partikel yang serba sama ± 200 mesh.

Tabel II. Data perhitungan persen berat oksida penyusun senyawa BSCCO fasa 2 2 2 3.

Besaran	Bi ₂ O ₃	PbO	SrCO ₃	CaCO ₃	CuO
Berat Molekul	466	223,2	147,63	100,09	79,55
Perbandingan Atom Penyusun	1,84	0,34	2	2	3
Per. Berat (g) Oksida Penyusun	857,4	75,89	295,26	200,18	238,65
Persen Berat (%) Oksida Penyusun	51,42	4,55	17,71	12,01	14,31

Cuplikan yang telah dikalsinasi ini dibentuk menjadi pelet dengan diameter 2,10 cm dan tebal 0,2 cm. Tekanan yang diberikan sebesar 8 ton selama 2 menit dengan alat " Moore " no. seri 440D. Sampel berbentuk pelet ini disintering selama 96 jam pada suhu 850 - 851C yang kemudian didinginkan secara cepat (quenching). Setelah digerus selama 2 jam cuplikan dibentuk pelet kembali dan disinter selama 48 jam. Pendinginan dilakukan secara lambat (anealling) pada

temperatur 700C, 600C dan 400C kemudian tungku pemanas dimatikan . Proses kalsinasi dapat diulang beberapa kali, demikian pula setelah proses kalsinasi.



Gambar 4. Diagram alir sintesis superkonduktor BSCCO

III.2 PENGUJIAN DAN PENGUKURAN SUPERKONDUKTOR

Pengujian dan pengukuran fenomena dan sifat - sifat superkonduktor BSCCO ini dilakukan dengan : pengujian efek Meissner, pengukuran Suseptibilitas AC, pengukuran rapat arus kritis dan difraksi sinar-x.

III.2.1 Pengujian Efek Meissner

Cuplikan yang berbentuk pelet dicelupkan ke dalam nitrogen cair (LN_2) yang mempunyai titik didih 77 K hingga tercapai kesetimbangan thermal, kemudian ditempatkan di atas magnet permanen SmCo. Apabila cuplikan melayang di atas magnet permanen maka cuplikan adalah superkonduktor demikian pula sebaliknya.

III.2.2 Pengukuran Suseptibilitas AC

Pengukuran suseptibilitas ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh magnetis yang diberikan pada cuplikan, mengetahui jumlah fasa yang terbentuk dan dapat juga mengetahui temperatur kritis cuplikan.

Cuplikan dimasukkan ke dalam rangkaian induktor dengan alat pengontrol temperatur yang dihubungkan dengan komputer, kemudian induktor ini

dicelupkan dalam LN₂. Pengukuran dilakukan mulai dari suhu ruang hingga suhu nitrogen cair. Data suhu diubah menjadi data frekuensi ternormalisasi, yang dapat dirumuskan :

$$f(N) = \frac{f_{\max} - f(T)}{f_{\max} - f_{\min}} \quad (\text{III.1})$$

dimana :

f_{\max} = Frekuensi tertinggi dari data

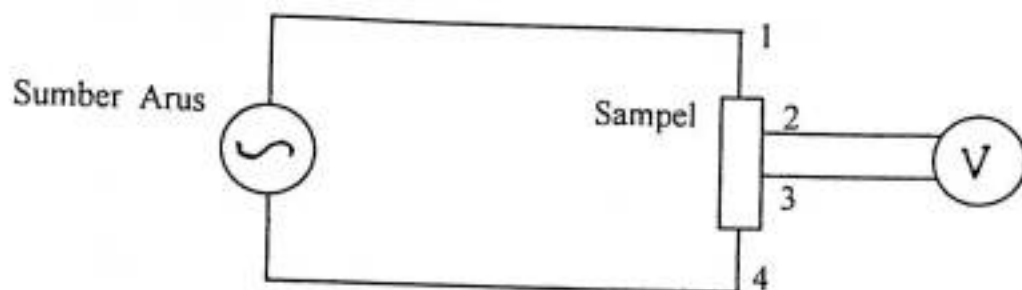
f_{\min} = Frekuensi terendah dari data

$f(T)$ = Frekuensi data dari pengukuran suhu

Pengukuran ini dilakukan dengan peralatan yang dibuat oleh P3FT - LIPI serpong.

III.2.3 Pengukuran Rapat Arus Kritis (J_c)

Pengukuran J_c dilakukan dengan metode " Four Point Probe " yaitu penggunaan empat titik pada cuplikan sebagai pengukuran arus dan tegangan yang masing - masing dua titik. Agar kawat yang menghubungkan cuplikan menyentuh dengan baik maka ditambahkan pasta Ag pada keempat titik tersebut. Sekema pengukuran ini dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Skema pengukuran J_c metode " Four Point Probe "

Data yang ada dibentuk grafik dan diperoleh arus kritis dimana pada arus ini muncul tegangan. Untuk mendapatkan rapat arus kritisnya, arus kritis ini dibagi dengan luas penampang cuplikan yang diukur.

III.2.4 Pengukuran Difraksi Sinar - X

Analisis struktur bahan dilakukan dengan RIETAN dari data difraksi sinar-x. Pengambilan data ini dilakukan dengan satu persatu untuk tiap sudut (Step Mode).

Parameter teknis yang digunakan dalam pengukuran ini adalah :

Difraktometer	: Shimadzu XD - 610
Receiving slit	: 0,3 (mm)

Detektor	: Scintillation
Monokromator	: Pyrolytic Graphite
Goniometer	: Horizontal
Tegangan	: 30 kV
A r u s	: 30 mA
Preset time	: 4,0 s
Sumber radiasi	: Cu K α
Sudut awal	: 3,0 (degree)
Sudut Akhir	: 51,0 (degree)
Scan Mode	: STEP
Scan Speed	: 0,05 (degree)
Sampling Pitch	: 0,05 (degree)
Full scale	: 0,5 (kcps)
Smoothing Point	: 11
Divergen slit	: 1 (degree)
Scatter slit	: 1 (degree)

B A B IV

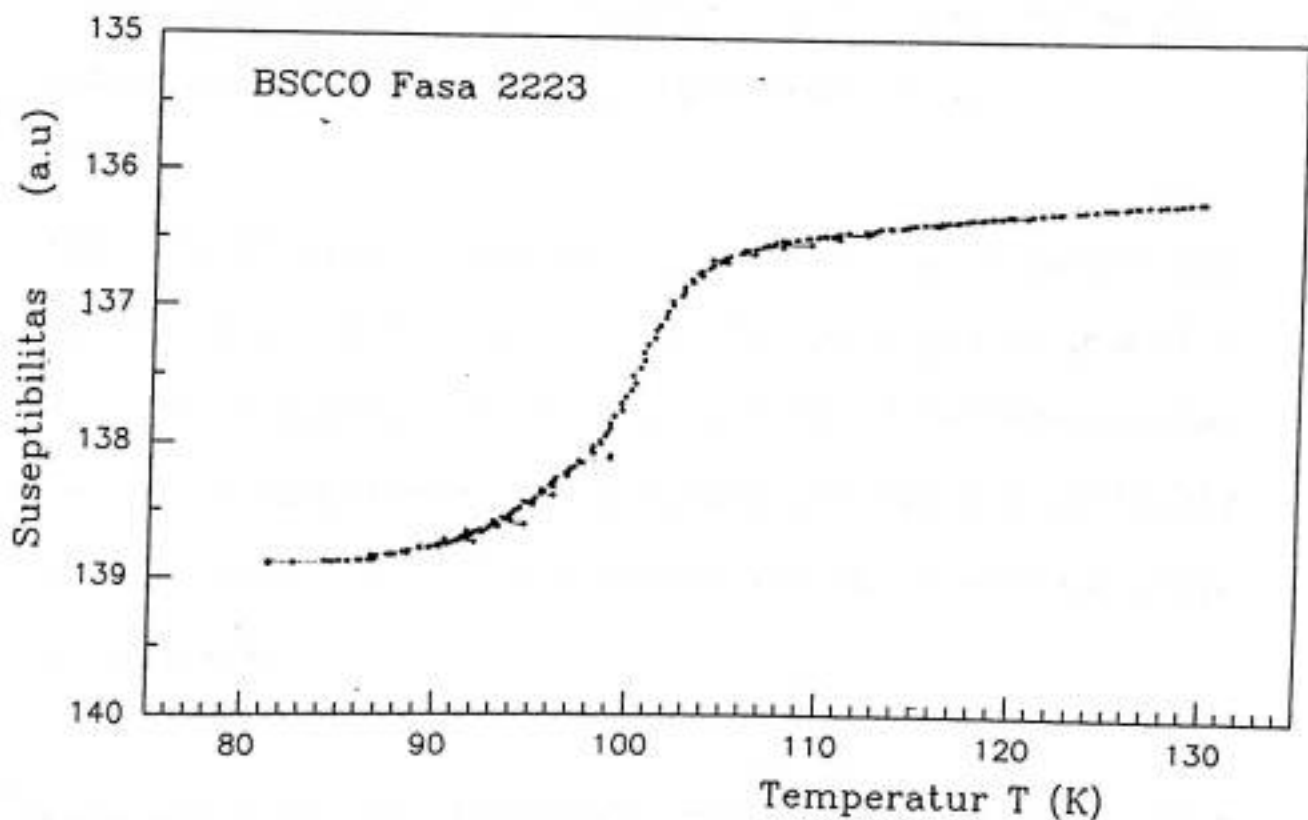
HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi cuplikan BSCCO dengan pengujian efek Meissner menunjukkan bahwa cuplikan adalah superkonduktor yang ditandai dengan melayangnya bahan di atas magnet permanen SmCo pada suhu nitrogen cair. Daya angkat yang merata menunjukkan bahwa fasa superkonduktif yang terbentuk terdistribusi merata pada seluruh cuplikan. Setelah beberapa detik, cuplikan turun ke permukaan magnet secara perlahan, dan suhu sampel mengalami keseimbangan panas dengan lingkungannya, sehingga sistem menuju ke keadaan normal. Penurunan secara perlahan ini merupakan indikasi bahwa superkonduktor ini termasuk tipe-2.



Gambar 6. Hasil pemotretan pengujian efek Meissner

Cuplikan mempunyai temperatur kritis $T_c = 103$ K dapat dilihat pada Gambar 7 kurva suseptibilitas. Mulai temperatur 103 K kurva turun secara drastis hingga 87 K. Selang antara 103 K - 87 K adalah daerah transisi fasa diamagnetik antara fasa normal dan fasa superkonduktif. Di bawah temperatur 87 K cuplikan dalam keadaan superkonduktif. Kurva suseptibilitas pada Gambar 7 menampilkan transisi fasa diamagnetik satu "step", hal ini menunjukkan bahwa cuplikan mempunyai komposisi yang cukup homogen tanpa ada fasa lain, sejauh yang dapat dideteksi alat ukur. Komposisi fasa - fasa dalam cuplikan akan dikonfirmasi dengan metode Rietveld.



Gambar 7. Hasil pengukuran suseptibilitas

Transisi fasa diamagnetik cuplikan menampilkan ekor yang mulai terbentuk pada temperatur 87 K . Ini berarti bahwa fasa diamagnetik sudah terbentuk dengan baik. Awal terbentuknya ekor ini menunjukkan temperatur hambatan bahan menjadi nol, $T_c(0)$.

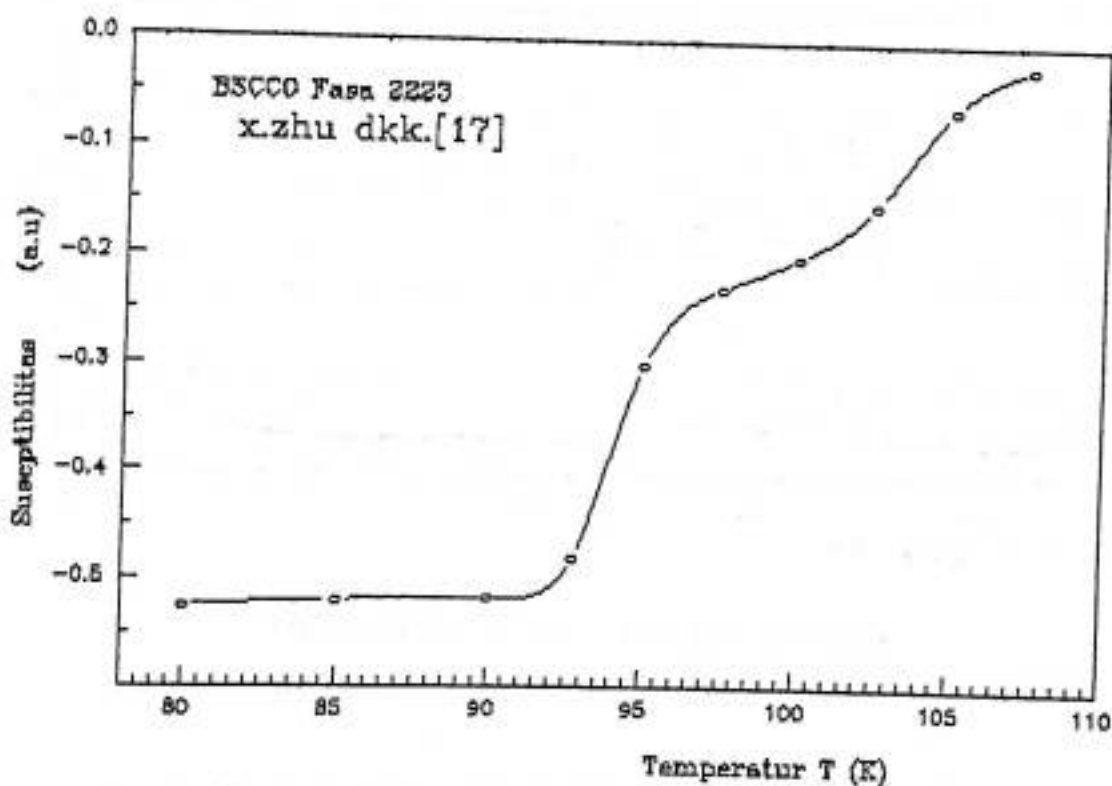
Temperatur hambatan nol yang rendah ini menunjukkan bahwa proses pendinginan lambat (annealing) belum baik. Sebagaimana yang dilaporkan oleh M. Matsuda dkk. [32] bahwa cuplikan yang didinginkan secara lambat pada temperatur 700 C terjadi pengurangan temperatur hambatan nol, $T_c(0)$. Hal ini disebabkan karena tahanan pada keadaan normal dari cuplikan yang di " annealing " pada temperatur 700 C lebih besar dari pada cuplikan yang disinter.

Dari harga temperatur kritis yang teramati ($T_c = 103 K$) cuplikan yang terbentuk adalah fasa 2223 superkonduktor sistem BSCCO (fasa T_c tinggi). Namun demikian pengukuran ini tidak menjamin bahwa cuplikan benar - benar murni tanpa fasa pengotor atau fasa superkonduktif lain terutama fasa T_c rendah (fasa 2212). Hal ini disebabkan karena keterbatasan alat yang hanya mampu mengukur hingga temperatur 81 K.

Kurva suseptibilitas yang menampilkan transisi fasa diamagnetik dua "step" dapat dilihat pada Gambar 8 oleh Xing Zhu dkk.[12], dengan pemberian medan

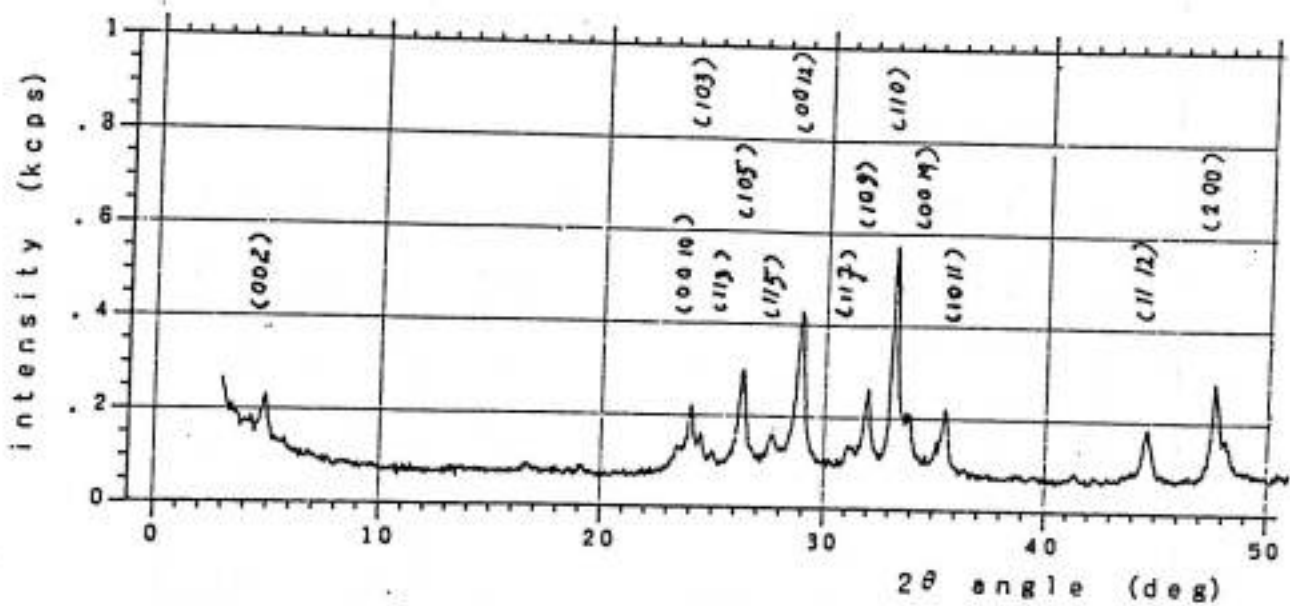
sebesar 10 Gauss. Sampel yang diperolehnya ini dilakukan dengan pemanasan pendahuluan pada 850 - 870 C untuk 36 - 40 jam, kemudian disinter pada suhu 860 - 870 C untuk 70 -150 jam.

Fasa diamagnetik dua "step" ini menunjukkan dua fasa yang terbentuk pada sampel yaitu fasa 2212 dan fasa 2223. Pada " step " pertama terjadi penurunan pada suhu 105 K dan "step" kedua pada suhu 96 K. Cukup tingginya $T_{c,onset}$ pada kedua fasa dapat menunjukkan proses pemanasan pendahuluan yang dilakukan cukup baik.



Gambar 8. Hasil pengukuran Suseptibilitas oleh Xing Zhu dkk [12].

Pola difraksi sinar - x cuplikan BSCCO terdiri dari puncak-puncak difraksi yang tajam. Hal ini menunjukkan bahwa oksida Bi-Pb-Sr-Ca-Cu telah mengkristal dengan baik. Data intensitas difraksi diperoleh sebanyak 961 titik. Data difraksi dianalisis dengan menganggap cuplikan berfasa tunggal struktur tetragonal grup ruang $I4/mmm$ (No.139), kemudian dicoba struktur ortorombik grup ruang $Fmmm$ (No.69). Atom-atom Bi, Pb, Sr, Ca, Cu dan O menempati posisi dan koordinat fraksi yang sesuai daftar Internasional Volume I. Analisis multifasa juga dilakukan dengan memasukkan kedua bentuk struktur tersebut sebagai parameter input.



Gambar 9. Hasil pengukuran difraksi sinar-x

Pada Gambar 9, terdapat empat belas puncak difraksi dengan intensitas yang cukup besar dengan tiga puncak yang sangat kuat yaitu $2\theta = 26,250^\circ$; $28,850^\circ$ dan $33,20^\circ$. Bidang refleksi hasil penghalusan dapat dilihat pada Tabel III.

Tabel III. Data hasil pengukuran Difraksi Sinar - X

No.	2θ (deg)	d (Å)	Intensitas (kcps)	Bidang Refleksi (h k l)
1	4,75	18,2040	0,038	(0 0 2)
2	24,0	3,7047	0,082	(0 0 10)
3	24,4	3,6449	0,043	(1 0 3)
4	25,0	3,5588	0,022	(1 1 3)
5	26,25	3,3921	0,129	(1 0 5)
6	27,60	3,2291	0,046	(1 1 5)
7	28,85	3,0920	0,215	(0 0 12)
8	31,15	2,8687	0,032	(1 1 7)
9	31,95	2,7987	0,103	(1 0 9)
10	33,20	2,6961	0,285	(1 1 0)
11	33,80	2,6496	0,078	(0 0 14)
12	35,50	2,5266	0,083	(1 0 11)
13	44,55	2,0321	0,072	(1 1 12)
14	47,60	1,9087	0,126	(2 0 0)

Faktor kecendrungan orientasi pada penghalusan dikhususkan pada bidang (001) mengingat fasa - fasa dalam sistem BSCCO merupakan struktur " perovskite " yang bertumpuk dalam arah sumbu c.

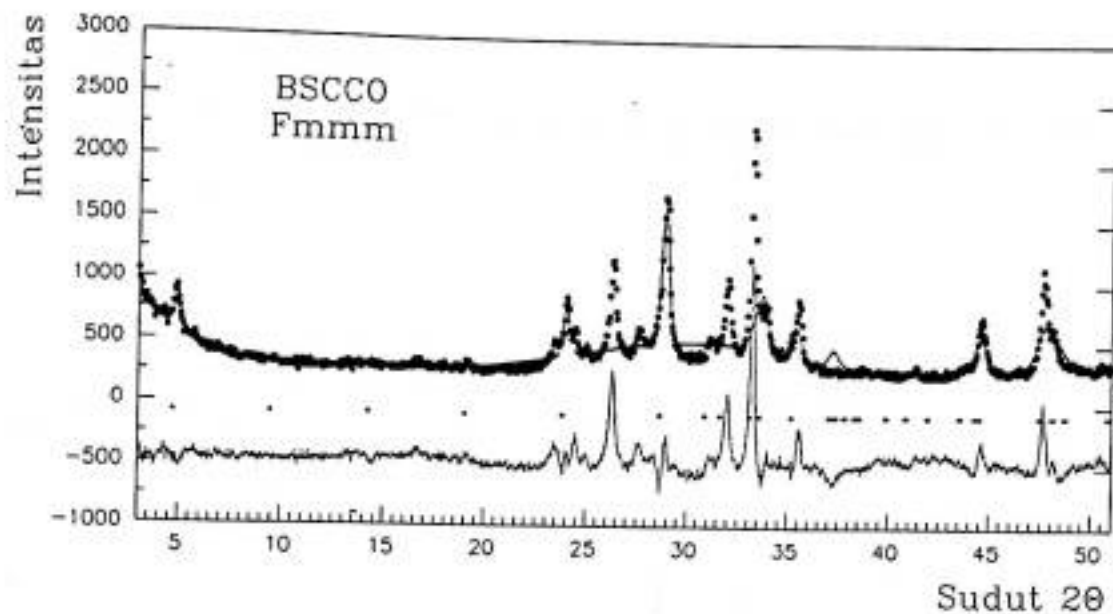
Hasil analisis RIETAN94 untuk struktur tetragonal dengan grup ruang I4/mmm (No.139) memiliki faktor reliabilitas yang lebih kecil dari pada struktur ortorombik dengan grup ruang Fmmm (No. 69) . Perbandingan ini dapat dilihat pada Tabel IV .

Tabel IV. Faktor Reliabilitas struktur tetragonal dan ortorombik.

Faktor R	R_{WP}	R_p	R_I	R_F	R_e
Tetragonal	13,15	10,08	17,77	10,56	4,72
Ortorombik	19,70	13,14	4,72	32,38	10,41

Ini berarti struktur tetragonal lebih cocok. Pola hasil penghalusan kedua struktur ini dapat dilihat pada Gambar 10 dan Gambar 11.

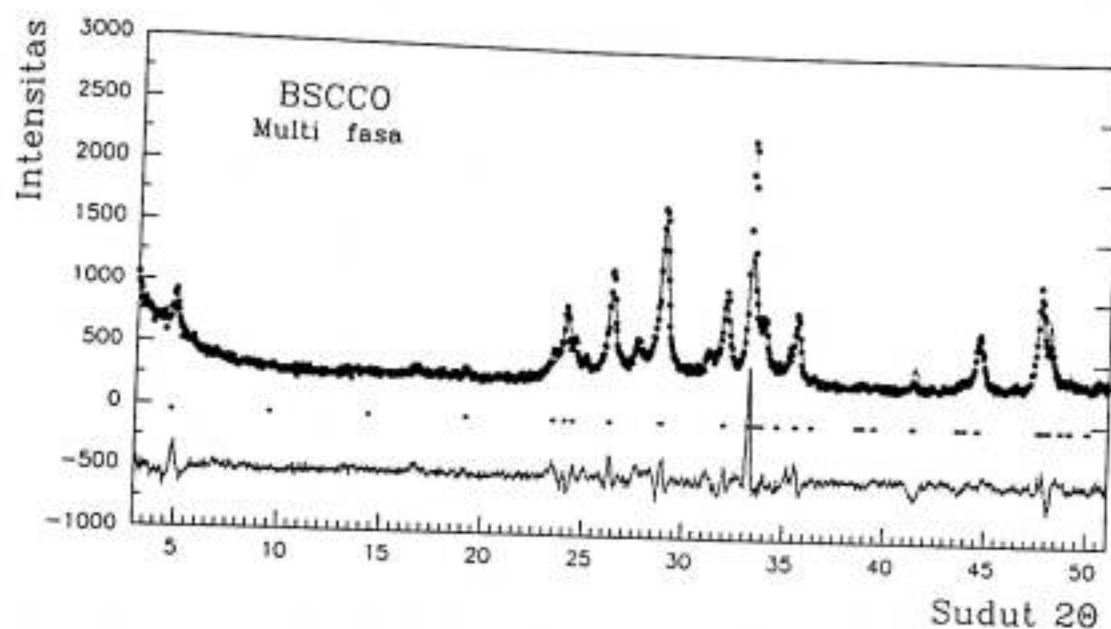
Garis malar (solid line) pada Gambar 10 mewakili pola intensitas perhitungan teoritis sedangkan yang ditandai dengan titik-titik mewakili pola intensitas observasi. Titik - titik hitam kecil di bawah pola intensitas menandakan posisi refleksi Bragg yang jumlahnya 56 buah. Garis-garis paling bawah merupakan selisih harga cacahan hasil pengamatan dan hasil perhitungan.



Gambar 10. Pola intensitas hasil penghalusan struktur ortorombik (Fmmm No.69).

Pada Gambar 10 dapat dilihat bahwa sebahagian besar puncak intensitas hasil observasi tidak tercocokkan dengan baik, khususnya pada sudut difraksi yang mempunyai intensitas yang tinggi. Ketidacocokan ini diperlihatkan dengan besarnya selisih intensitas observasi dan cacahan pada garis paling bawah. Selain itu muncul intensitas cacahan yang tidak ada pada hasil observasi dan terjadinya beberapa pelebaran puncak difraksi akibat faktor Lorentz yang besar.

Melihat kenyataan di atas maka cuplikan akan dianalisis lebih lanjut dengan multi fasa. Untuk fasa 2223 dianalisis dengan struktur tetragonal ($I4/mmm$, no 139) dan fasa 2212 dengan struktur ortorombik ($Fmmm$, no.69).



Gambar 12. Pola Intensitas difraksi hasil penghalusan Multifasa.

Hasil penghalusan ini menunjukkan adanya dua puncak pada bidang refleksi Bragg (002) yaitu pada sudut $2\theta = 4,7^\circ$ untuk fasa 2223 dan sudut $2\theta = 5,7^\circ$ untuk fasa 2212 seperti yang diperoleh X. Zhu dkk. [12]. Penentuan fasa 2212 pada sampel didasarkan adanya fasa $T_c \leq 80$ untuk sistem BSCCO yang mengandung Ca.

Dominannya fasa 2223 ini dapat dilihat dengan tingginya puncak pada sudut $2\theta = 4,7^\circ$ dibandingkan dengan fasa 2212. Besarnya fraksi berat fasa 2223 dan fasa 2212 dihitung berdasarkan persamaan (IV.1):

$$W_i = S_i \rho_i / \sum_{j=1}^n S_j \rho_j \quad (IV.1)$$

dimana :

S = Besarnya faktor skala.

ρ = Rapat masa fasa.

W_i = Fraksi berat fasa yang akan ditentukan.

\sum_j = Jumlah keseluruhan dari tiap fasa.

Diperoleh fasa 2223 sebesar 76,61 % dengan $S = 4,46283 \times 10^{-6}$ dan $\rho = 6,502822 \text{ g/cm}^3$. Sedangkan fasa 2212 sebesar 23,39 % dengan $S = 1,349122 \times 10^{-6}$ dan $\rho = 6,567099 \text{ g/cm}^3$. Bish dan Howard [33] mengungkapkan bahwa kesalahan metode analisis Rietveld umumnya kurang dari 1 %. Mengambil tingkat kesalahan yang tertinggi maka fraksi berat untuk fasa 2223 adalah 75,61 % - 77,61 % dan fasa 2212 adalah 22,39 % - 23,39 %.

Analisis multi fasa menunjukkan kesesuaian yang cukup tinggi dengan diperolehnya faktor R yang kecil yaitu : $R_{wp} = 10,63$; $R_p = 7,87$; $R_R = 31,18$; $R_e = 4,68$. Sedangkan untuk faktor R_I dan R_F masing-masing fasa berbeda.

Parameter panas isotropik bahan diperoleh $2,64092 \text{ \AA}^2$. Dalam penghalusan, parameter ini tidak boleh negatif karena berkaitan dengan vibrasi atom-atom dalam cuplikan. Semakin besarnya nilai parameter ini berarti semakin besarnya amplitudo vibrasi panas yang terjadi, sehingga terjadi pengurangan intensitas perhitungan difraksi. Dengan demikian kecocokan akan semakin sulit dicapai.

a. Fasa 2212 Superkonduktor BSCCO

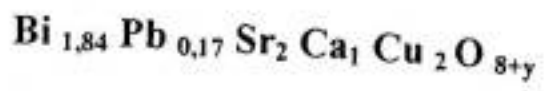
Parameter kisi hasil penghalusan multi fasa diperoleh struktur sampel yang ortorombik dengan $a = 5,6(7) \text{ \AA}$; $b = 5,2(0) \text{ \AA}$ dan $c = 30,4(5) \text{ \AA}$. Untuk koordinat fraksi dan faktor hunian atom-atom hasil penghalusan dapat dilihat pada Tabel V. Sedangkan faktor R_1 dan R_F masing - masing adalah 5,46 dan 3,21.

Koordinat fraksi menunjukkan posisi atom - atom dalam sel satuan, sedangkan faktor hunian merupakan nilai keberadaan atom-atom dalam koordinat fraksinya. Faktor hunian ini berkisar antara 0 dan 1, dengan 0 menunjukkan tidak adanya atom dan 1 untuk keberadaan penuh. Apabila faktor hunian ini lebih besar dari 1 atau negatif maka tidak mempunyai arti keberadaan.

Tabel V. Koordinat fraksi dan faktor hunian atom-atom penyusun hasil penghalusan fasa 2212

Atom	Posisi	X	Y	Z	Fak. Hunian
Bi	8i	0	0	$\pm 0,180$	0,92
Pb	4a	0	0	0	0,17
Sr	8i	0	0,5	$\pm 0,112$	1,0
Ca	4b	0	0,5	0	1,0
Cu	8i	0	0	$\pm 0,051$	1,0
O1	16j	0,25	0,25	$\pm 0,114$	1,0
O2	8i	0	0,5	$\pm 0,316$	1,0
O3	8i	0	0	$\pm 0,043$	1,0

Berdasarkan faktor hunian dan multiplisitas posisi Wyckoff pada Tabel V maka senyawa fasa 2212 pada cuplikan adalah $\text{Bi}_{1,84} \text{Pb}_{0,17} \text{Sr}_2 \text{Ca}_1 \text{Cu}_2 \text{O}_{8+y}$. Pada senyawa ini atom-atom membentuk ion Bi^{3+} , Pb^{3+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} , Cu^{2+} dan O^{2-} .

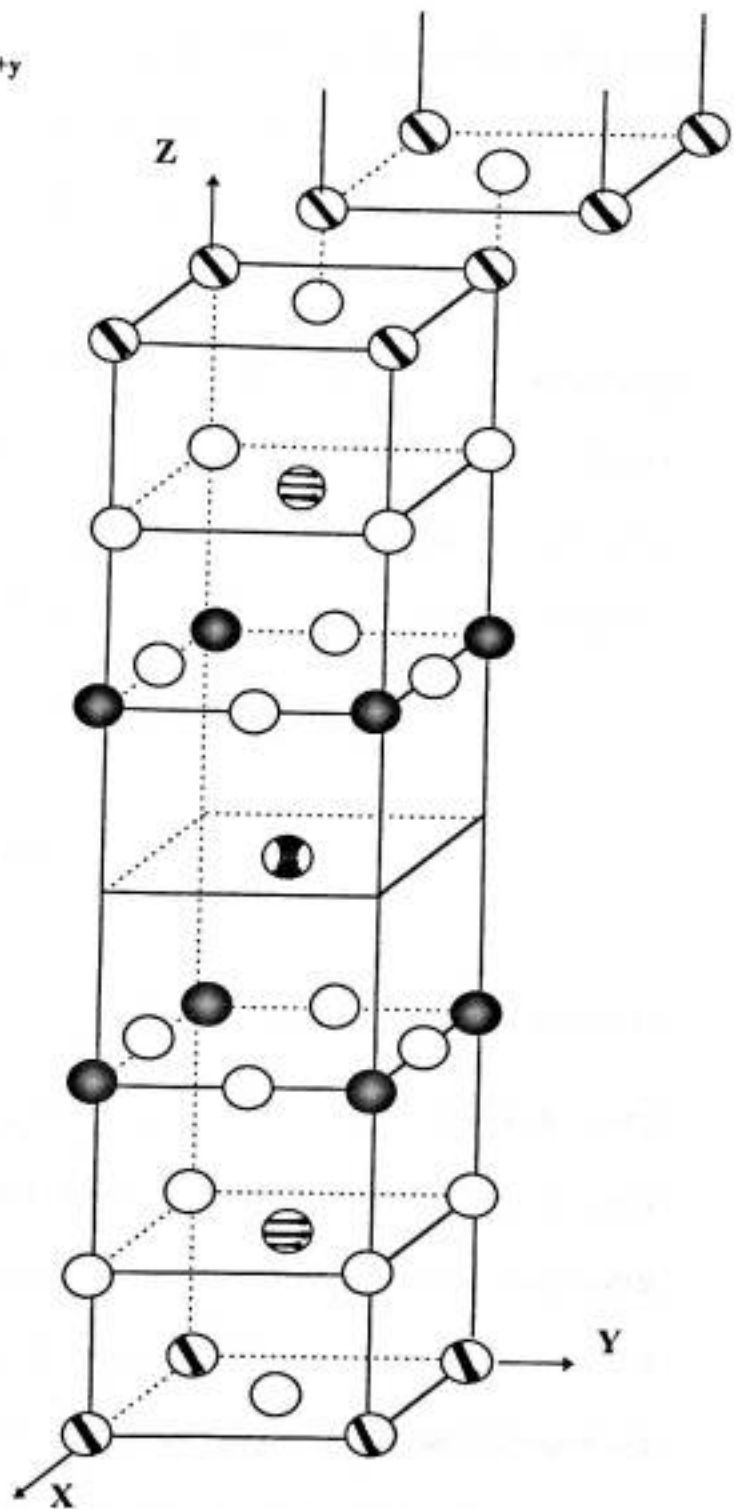
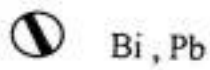


Grup Ruang : Fmmm

$a = 5,6(7) \text{ \AA}$

$b = 5,2(0) \text{ \AA}$

$c = 30,4(5) \text{ \AA}$



Gambar 13. Struktur atom Superkonduktor fasa 2212 (Fmmm No. 69).

Grup ruang $Fm\bar{3}m$ mempunyai koordinat posisi ekuivalen di $(0, 0, 0)$, $(0, 1/2, 1/2)$, $(1/2, 0, 1/2)$ dan $(1/2, 0, 1/2)$. Dengan memperhatikan posisi atom yang sesuai dengan notasi Wyckoff, faktor multiplisitas dan kesimetrian posisi maka struktur fasa 2212 dapat digambarkan, terlihat pada Gambar 13.

Pada Gambar 13 dapat dilihat bahwa atom Ca menempati pusat struktur yang diapit oleh bidang Cu - O dengan posisi $(0, 1/2, 0)$. Secara berturut-turut bidang Cu - O / Ca / Cu - O diapit oleh bidang Sr - O dan Bi - O. Pada atom Ca tidak terdapat oksigen, namun membentuk ikatan koordinasi oktahedral dengan bidang-bidang Cu-O.

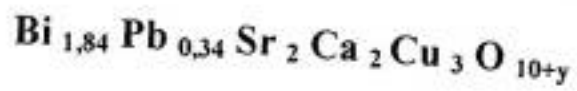
b. Fasa 2223 Superkonduktor BSCCO

Pada fasa ini diperoleh faktor R_I dan R_F masing - masing adalah 4,75 % dan 2,86 % dengan parameter kisi $a = 3,8(2) \text{ \AA}$, $b = 3,8(2) \text{ \AA}$ dan $c = 37,1(2) \text{ \AA}$ yang membentuk struktur tertagonal. Untuk koordinat fraksi dan faktor hunian dapat dilihat pada Tabel VI. Berdasarkan faktor hunian pada Tabel VI diperoleh senyawa $\text{Bi}_{1,84} \text{Pb}_{0,34} \text{Sr}_2 \text{Ca}_2 \text{Cu}_3 \text{O}_{10+y}$ dengan masing-masing atom membentuk ion $(\text{Bi,Pb})^{3+}$, Sr^{2+} , Ca^{2+} , Cu^{2+} dan O^{2-} . Ion - ion yang terbentuk sama dengan ion pada oksida penyusunnya yang dapat menunjukkan terjadinya reaksi difusi.

Tabel VI. Koordinat fraksi dan faktor hunian atom - atom hasil penghalusan fasa 2223.

Atom	Posisi	X	Y	$\pm Z$	Fak. Hunian
Bi	4e	0	0	0,21	0,9
Pb	4e	0	0	0,21	0,1
Sr	4e	0,5	0,5	0,13	1,0
Ca	4e	0,5	0,5	0,04	1,0
Cu1	2a	0	0	0	1,0
Cu2	4e	0	0	0,09	1,0
O1	4c	0	0,5	0	1,0
O2	8g	0	0,5	0,08	1,0
O3	4e	0	0	0,29	1,0
O4	4e	0,5	0,5	0,08	1,0

Grup ruang $I4/mmm$ ini mempunyai koordinat posisi ekuivalen di $(0, 0, 0)$ dan $(1/2, 1/2, 1/2)$. Dengan memperhatikan koordinat posisi atom yang sesuai dengan notasi Wcykoff dan memperhitungkan multiplisitas serta kesimetrian posisi maka struktur fasa 2223 dapat digambarkan, terlihat pada Gambar 14.

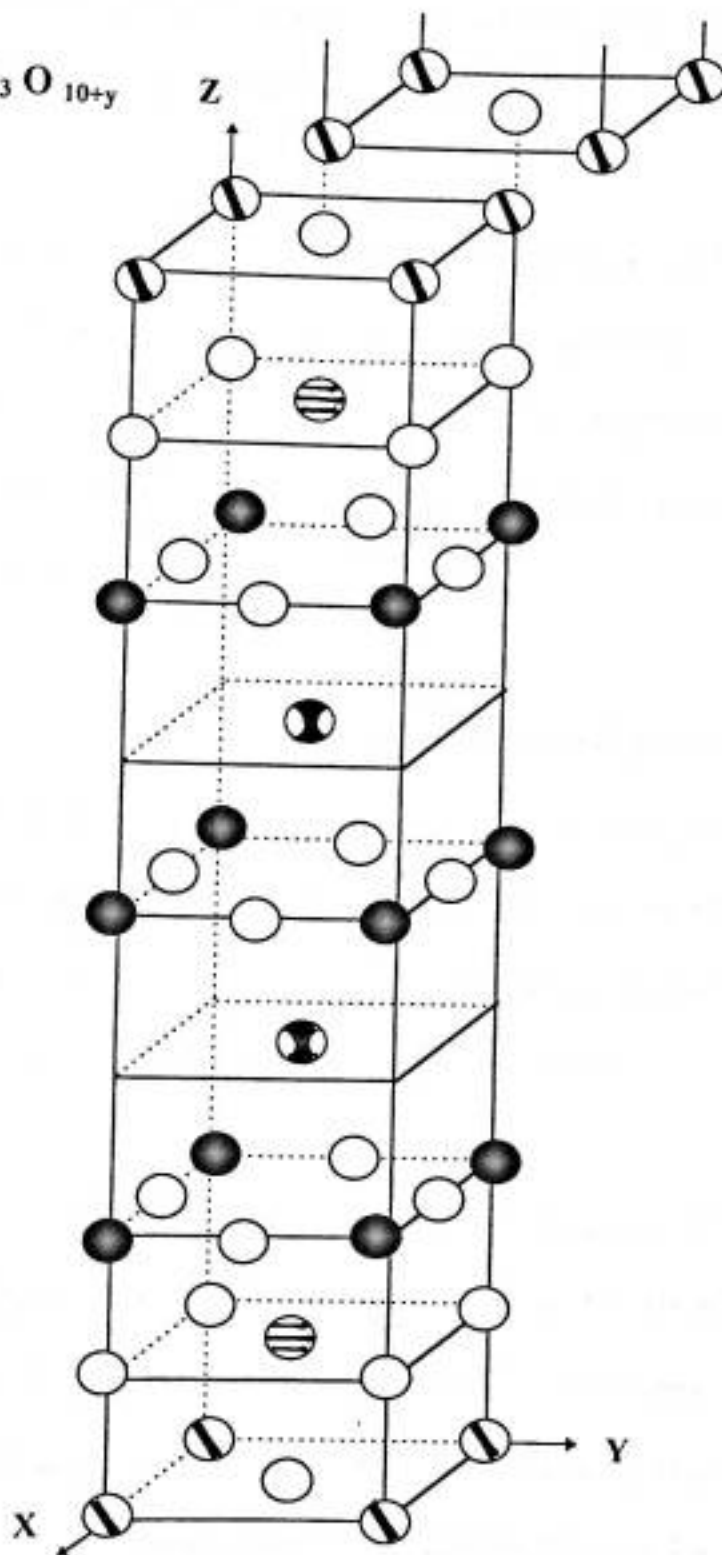


Grup Ruang : $I4/mmm$

$a = 3,8(2) \text{ \AA}$

$b = 3,8(2) \text{ \AA}$

$c = 37,1(2) \text{ \AA}$



Gambar 14. Struktur atom fasa 2223 Superkonduktor sistem

BSCCO ($I4/mmm$ No. 139)

Pada Tabel VI terlihat bahwa adanya penambahan satu atom Cu dan oksigen yang berarti terjadi penambahan bidang Cu - O pada struktur atom fasa 2212.

Pada Gambar 14 tampak bahwa terjadi penambahan bidang Cu - O yaitu Cu1-O1 pada bidang dasar dan Cu2-O2 pada bidang kedua. Penyusupan CuO₂ dan Ca pada bidang CuO₂ / Ca / CuO₂ fasa 2212 tampak dengan jelas. Bidang ini diapit oleh bidang Sr - O. Atom Ca tidak mempunyai oksigen dan membentuk ikatan koordinasi oktahedral dengan bidang Cu - O.

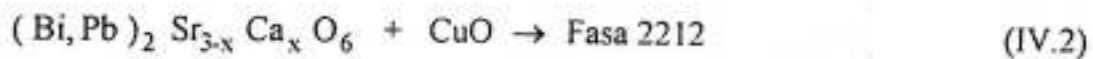
Struktur yang diperoleh pada fasa 2223 ini sama dengan struktur yang diperoleh oleh Xing Zhu dkk.[12] melalui analisis Rietveld dari sampel yang berfasa tunggal (fasa 2223), dengan grup ruang (I4/mmm) dan koordinat fraksi yang sama. Senyawa yang diperoleh adalah (Bi_{0,8} Pb_{0,2})₂ Sr₂ Ca₂ Cu₃ O₁₀ dengan faktor kesesuaian yang tinggi yaitu : R_{WP} = 0,19, R_P = 0,18 dan R_f = 0,12.

Namun demikian, struktur fasa 2223 yang diperoleh pada Gambar 14 berbeda dengan struktur yang diperoleh Edi C.[46], yang dapat dilihat pada Gambar 15. Grup ruang yang digunakan adalah Fmmm (No.69) dengan struktur ortorombik. Perbedaan yang jelas dilihat adalah adanya susunan atom Bi yang menempati posisi (0 0 0) dan (1/2 1/2 0) dalam satu bidang, demikian pula dengan atom Ca, Cu dan atom Sr. Pada Gambar 14, hal ini hanya dimungkinkan untuk dua bidang

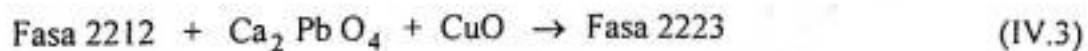
lapisan, baik itu Bi, Sr, Cu maupun atom Ca. Sedangkan urutan posisi bidang atom yang diperoleh adalah sama dengan hasil penelitian.

Fasa 2223 yang diperoleh di Ed.C ini jumlahnya sangat kecil bila dibandingkan fasa 2212, sehingga faktor dominannya fasa 2212 ini dapat mempengaruhi analisis struktur dari fasa 2223 yang ada.

Adanya fasa 2212 pada bahan hasil penelitian kemungkinan disebabkan karena belum sempurnanya proses sintering yang dilakukan. Sebagaimana yang dilaporkan oleh Xi Zhengping dkk.[35] mendapatkan keberadaan senyawa $(\text{Bi,Pb})_2 \text{Sr}_{3-x} \text{Ca}_x \text{O}_6$ dan $\text{Ca}_2 \text{PbO}_4$ dengan nilai x yang bervariasi dari 0 hingga 1,5 pada sampel yang kalsinasi suhu 800 C.



Sintering kedua pada suhu 851C, fasa 2212 bereaksi dengan $\text{Ca}_2 \text{PbO}$ dan CuO sehingga membentuk fasa 2223.



FASA 2223

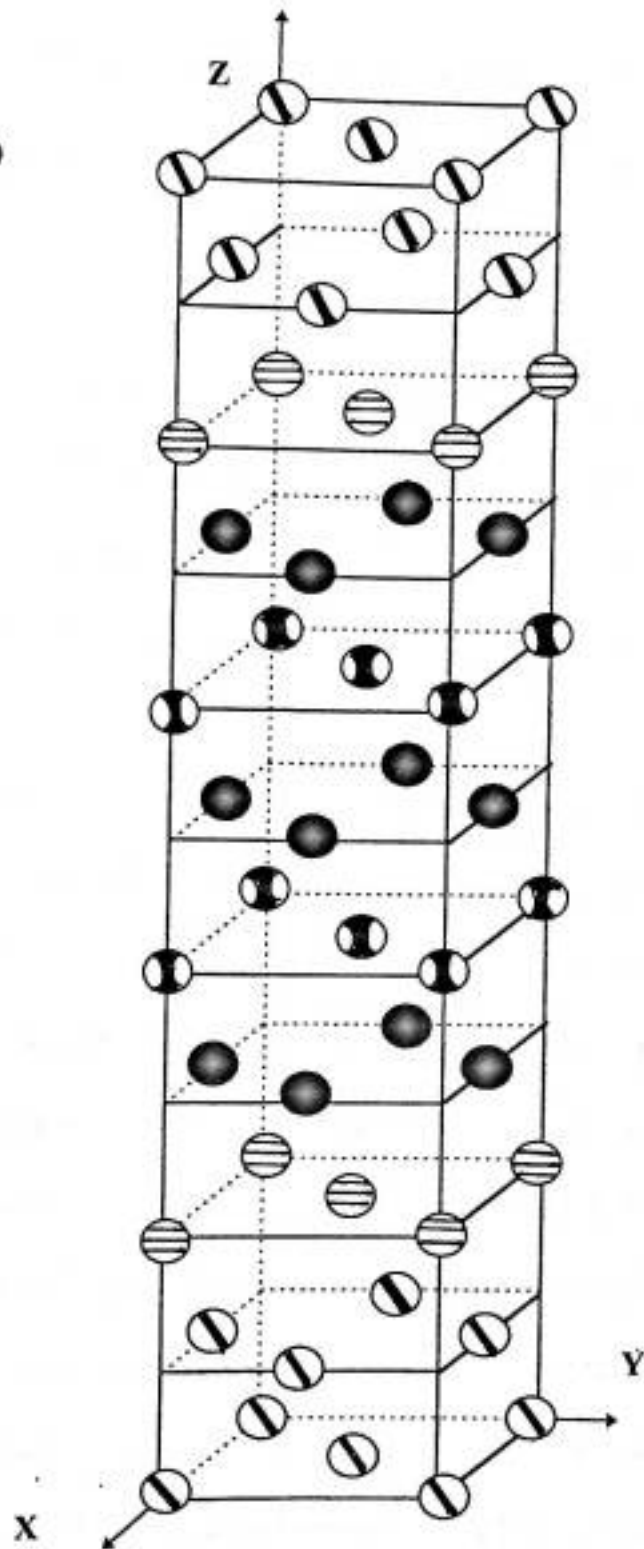
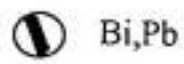
(Bi,Pb)-Sr-Ca-Cu-O

Group Ruang : Fmmm

$$a = 5,41 \text{ \AA}$$

$$b = 5,40 \text{ \AA}$$

$$c = 37,52 \text{ \AA}$$



Gambar 15. Struktur kristal Fasa 2223 oleh Edi C.L. [46](Fmmm No. 69).

Proses sintering yang baik sangat menentukan pembentukan fasa 2223 karena pada proses ini fasa 2212 bereaksi dengan senyawa Ca_2PbO_4 dan CuO sebagaimana ditunjukkan pada pers.(IV.3).

Proses sintering yang tidak sempurna ini terjadi pada sintering awal selama 96 jam. Proses ini terhenti selama 55 menit akibat mati listrik dan menurunkan suhu hingga 572 C. Keadaan kembali normal pada suhu 851 C setelah lima belas menit kemudian sehingga selang waktu penghentian adalah selama satu jam sepuluh menit.

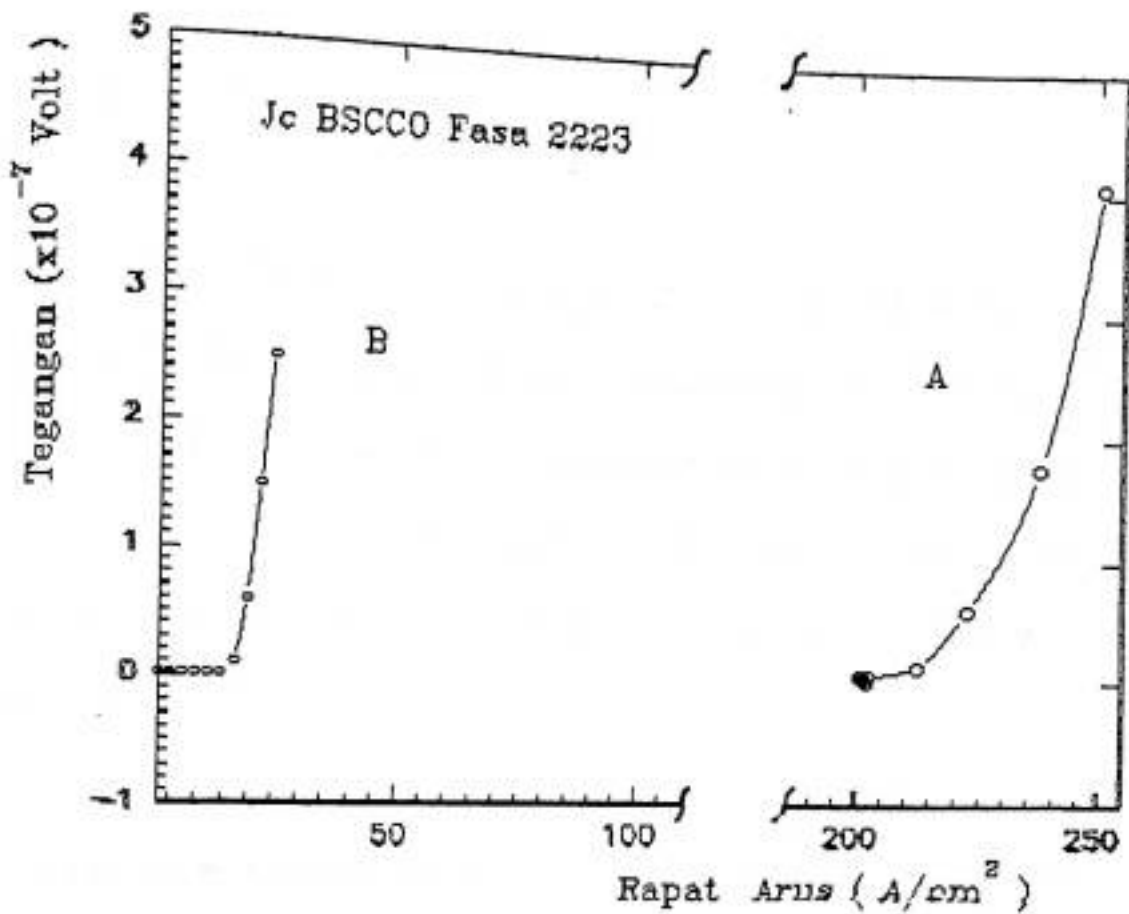
Pada dasarnya senyawa sistem BSCCO ini adalah non - stokiometri sehingga pembentukan senyawa ini sangat bergantung pada preparasi yang dilakukan. Dari senyawa kedua fasa yang terbentuk terlihat non - stokiometri pada oksigennya. Faktor keberadaan atom oksigen tidak dihaluskan tetapi ditetapkan pada 1,0 sehingga jumlahnya disesuaikan dengan jumlah pada sampel yang dijadikan acuan (real species and amount of substances), mengingat faktor kekosongan oksigen tidak banyak berpengaruh pada superkonduktifitas bahan BSCCO. Dari kedua senyawa tidak terjadi kesetimbangan valensi (jumlah valensi senyawa tidak sama dengan nol) sehingga nilai y pada oksigen untuk fasa 2212 adalah 0,015 sedangkan fasa 2223 adalah 0,27. Jadi kandungan oksigen fasa 2212 adalah 8,015 dan fasa 2223 adalah 10,27.

Besarnya jumlah oksigen yang dikandung suatu bahan dipengaruhi oleh proses pendinginan cepat (quenching) maupun pendinginan lambat (annealing). Dengan pendinginan cepat oksigen dari udara tidak dapat berdifusi masuk ke bahan sedangkan pendinginan lambat oksigen dengan leluasa masuk berdifusi ke dalam cuplikan sehingga diharapkan terbentuk volume fraksi fasa 2223 yang lebih besar. Selain itu jumlah kekosongan oksigen pada posisi tertentu dapat dikurangi.

Keberadaan oksigen sendiri dalam bahan kurang dapat terdeteksi dengan baik oleh difraksi sinar - x. Ini disebabkan karena oksigen merupakan atom ringan dan mempunyai elektron yang sedikit bila dibandingkan dengan atom lain sehingga refleksinya kecil. Keberadaan ini akan terdeteksi dengan baik bila menggunakan difraksi neutron yang merupakan fungsi inti atom.

Hasil akhir penghalusan menampilkan refleksi Bragg yang mungkin yang didasarkan pada parameter penghalusan. Hasil ini menunjukkan ada 134 refleksi Bragg yang mungkin untuk fasa 2223 dan fasa 2212 yang jumlahnya lebih besar bila dibandingkan dengan analisis fasa tunggal baik struktur tetragonal maupun ortorombik. Intensitas fasa 2212 lebih kecil dibandingkan fasa 2223 sehingga lebih bersifat intensitas latar belakang.

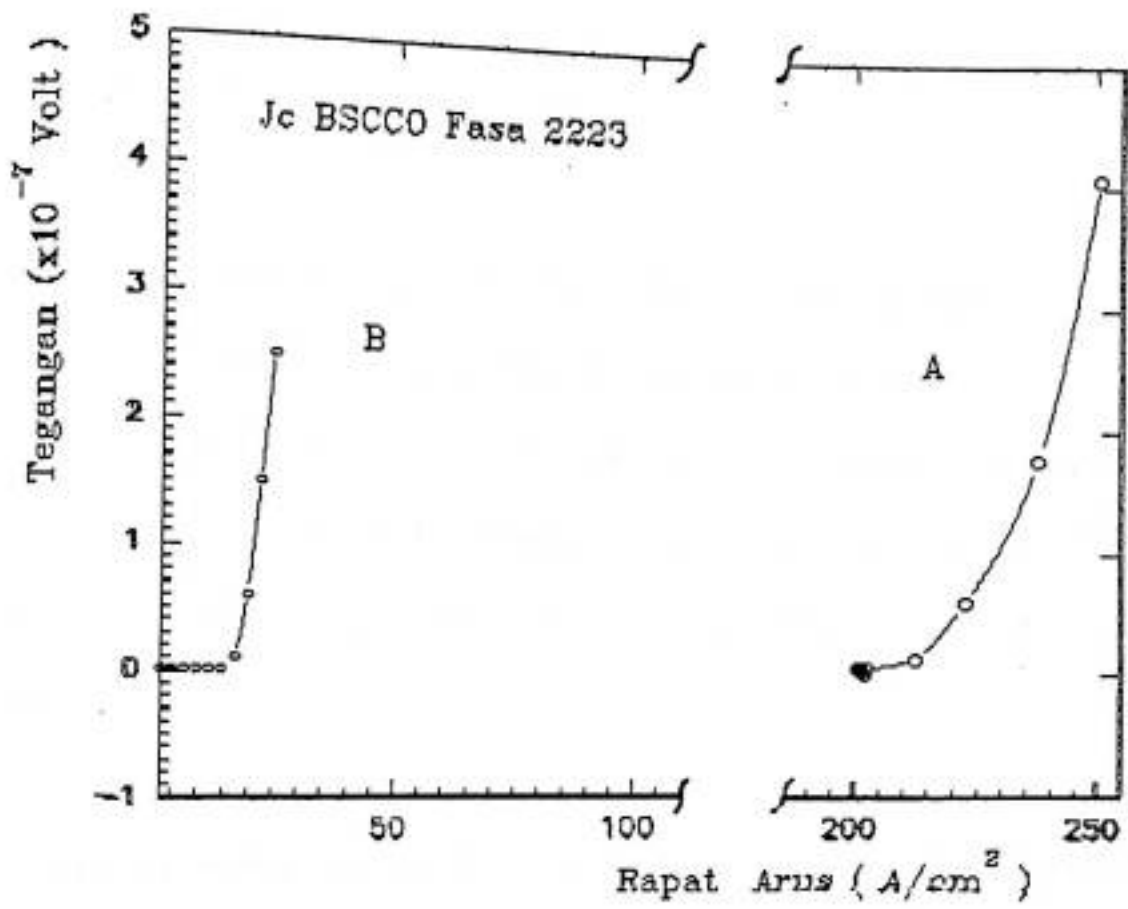
tekanan yang dilakukan menyebabkan bulir-bulir teraglomerasi dengan baik sehingga memudahkan pembentukan ikatan antara partikel.



Gambar 16. Hasil Pengukuran J_c metode " Four Point Probe "

Tidak adanya deviasi linieritas pada daerah konduktor pada Gambar 16A menunjukkan tidak adanya fasa pengotor (impurity). Namun dilihat dari pengukuran data yang diambil dengan selang (daerah) pengukuran yang cukup besar maka kemungkinan fasa pengotor tersebut tidak terdeteksi.

tekanan yang dilakukan menyebabkan bulir-bulir teraglomerasi dengan baik sehingga memudahkan pembentukan ikatan antara partikel.



Gambar 16. Hasil Pengukuran J_c metode " Four Point Probe "

Tidak adanya deviasi linieritas pada daerah konduktor pada Gambar 16A menunjukkan tidak adanya fasa pengotor (impurity). Namun dilihat dari pengukuran data yang diambil dengan selang (daerah) pengukuran yang cukup besar maka kemungkinan fasa pengotor tersebut tidak terdeteksi.

B A B V

P E N U T U P

V.1 KESIMPULAN

Cuplikan superkonduktor sistem BSCCO yang didoping Pb telah berhasil dibuat dengan menggunakan metode reaksi padatan. Hal ini dibuktikan dengan adanya efek Meissner, data hasil pengukuran susceptibilitas dan metode " Four Point Probe ". Harga $T_{c,onset}$ berada disekitar 103 K, sedangkan $T_{c,nol}$ tercatat pada 87 K. Ini lebih rendah dari perolehan Xing Zhu dkk.[12] yaitu $T_{c,onset}$ pertama = 105 K dan $T_{c,onset}$ kedua = 96 K.

Cuplikan ini mempunyai dua fasa yaitu fasa 2212 dengan senyawa $Bi_{1,84} Pb_{0,74} Sr_2 Ca_1 Cu_2 O_{8+y}$ (FTR) dan fasa 2223 dengan senyawa $Bi_{1,84} Pb_{0,34} Sr_2 Ca_2 Cu_3 O_{10+y}$ (FTT). Penumbuhan FTT dimulai dari proses pengintian FTR, kemudian penumbuhan FTR dan selanjutnya penumbuhan FTT dari FTR. Proses pengintian dan penumbuhan FTR terjadi pada saat kalsinasi dan penumbuhan FTT dari FTR berlangsung pada proses sintering.

Medan magnet internal pada cuplikan dalam keadaan superkonduktor adalah nol. Ini disebabkan karena terbentuknya "arus screen" yang melingkupi bahan

dan menolak medan penetrasi keluar bahan. Selain itu cuplikan mempunyai arus kritis 8,7 A dengan $J_c = 217,5 \text{ A/cm}^2$, dengan periode sintering selama 96 jam. Rapat arus kritis ini lebih besar dari perolehan Motohie Matsuda [32] yaitu $17,5 \text{ A/cm}^2$ dengan periode sintering selama 24 jam pada 845 C.

Fasa 2212 dari cuplikan mempunyai struktur ortorombik grup ruang Fmmm (No.69) dengan parameter kisi $a = 5,6(7) \text{ \AA}$; $b = 5,2(0) \text{ \AA}$ dan $c = 30,4(5) \text{ \AA}$. Sedangkan fasa 2223 mempunyai struktur tetragonal grup ruang I4/mmm (No.139) dengan parameter kisi $a = b = 3,8(2) \text{ \AA}$ dan $c = 37,1(2) \text{ \AA}$. Perbedaan harga c yang cukup besar ini disebabkan fasa 2223 mendapat tambahan satu lapisan Cu-O dan satu lapisan atom Ca.

Khusus fasa 2223 mempunyai kesamaan struktur dengan struktur yang didapatkan Xing Zhu dkk. [12] dalam bentuk fasa tunggal, baik itu grup ruang maupun parameter kisinya. Perberdaan besar terjadi pada struktur yang diperoleh Edi C.L.[34] dengan struktur ortorombik, grup ruang Fmmm untuk fasa 2223 ($a = 5,41 \text{ \AA}$; $b = 5,40 \text{ \AA}$; $c = 37,52 \text{ \AA}$). Perbedaan ini terjadi karena penempatan atom (Bi,Pb) pada posisi (0 0 0) dan (1/2 1/2 0) secara bersama dalam satu lapisan bidang, demikian pula untuk atom Ca, Cu dan Sr.

V.2 SARAN - SARAN

Mengingat bahan cukup peka terhadap udara, sebaiknya penggerusan dilakukan pada ruang hampa sehingga korosif bahan atau terinteraksinya dengan Hidrogen (H_2) dapat dihindari.

Sebaiknya selama proses sintering tidak terjadi gangguan yang dapat menghalangi proses pembentukan fasa T_c - tinggi dari sistem BSCCO ini (fasa 2223).

Perlu penelitian lebih lanjut untuk proses pembuatan pada sistem ini baik dengan pendopongan unsur lain atau penyinteran yang berulang guna mendapatkan kualitas yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

1. Abrikosov, A.A, "Fundamentals of the Theory of Metals", North-Holland, 1988.
2. Michel, C., et al., *z. phys. B Condensed Matter* 68, 421 (1988).
3. Maeda, H., Y. Tanaka, M. Fukutomi dan T. Asano, *Jpn. J. of Appl. Phys. B* 27, 209 (1988).
4. Ginsburg, V.L., *Int. J. of Mod. Phys. B* 1, 651 (1987).
5. *Physics World*, 6, 23 (juli 1993).
6. Sheng, Z.Z., Y.H. Liu, X. Fei, L. Sheng, C. Dong, W.G. Hovter dan A.M. Herman, *Mod. Phys. Lett. B* 3, 249 (1989).
7. Van, K. Y. dan M. Franluis, *z. phys.* 1376, 413 (1989).
8. Yamada, Y. dan S. Murase, *Jpn. J. of Appl. Phys. B* 27, 996 (1988).
9. Rhee, C.K., C.J. Kim, H.G. Lee, I.H. Kuk, J.M. Lee, I.S. Cang, C.S. Kim, P.S. Han, S.I. Dyun dan D.Y. Won, *Jpn. J. of Appl. Phys. B* 28, 1137 (1989).
10. Kim, S.H, Y. Y. Kim, S.H. Lee dan K.H. Kim, *Physica C* 196, 27 (1992).
11. Sukirman, Engkir, " Sintesis Superkonduktor Keramik Sistem YBCO dan BSCCO dengan Metode Reaksi Padatan ", Pusat Penelitian Sains Materi, Batan Serpong.
12. Zhu, Xing, S. Feng, J. Zhang, G. Lu, K. Chen, K. Wu dan Z. Gan, *Mod. Phys. Lett. B* 3, 707 (1989).

13. Kijima,N., H.Endo, J.Tsuchiya, A.Sumiyama, M.Mizundo dan Y.Oguri, *Jpn.J.of Appl.Phys. B* 28 , 787 (1989).
14. Hetherington,C.J.D., R.Ramesh, M.A.O'Keefe, R.Kilaas dan G.Thomas, *Appl.Phys.Lett.* 53, 1016 (1988).
15. Ji-hang, Y., Y.Chu-tang, Z.Bai-sheng, L.J.Zhou, K.Jian dan D.Yong-fan, *Mod.Phys.Lett B* 4, 791 (1990).
16. Shimo,I., *J.of the Ceramic Society of Jpn.* 101 , 503 (1993)
17. Izumi,F., *The Rigaku Journal* 6, 10 (1989).
18. Kachhava,C.M., " *Solid State Physics* ", McGraw-Hill, New Delhi, 1990.
19. Kittel,C., " *Introduction of Solid State Physics* ", John wiley & Sons Inc., New York, 1986.
20. Burns,G. dan A.M.Glazer, " *Space Group for Solid State Scientist* ", Academic press, San Diego, 1990.
21. Borik,M., M.Chernicov, I.Dubov, V.Osiko, V.Veselago, Yu Yakawets dan V.Stepankin, *Supercond.Sci.Technol.* 5 , 151 (1992).
22. Escudero,R., E.Chavira dan D.Rios-jara, *Appl. Phys. Lett.* 54, 1576 (1989).
23. Huang,H.C., D.H.Li, S.N.Zheng,A.L.Li, F.Chen, H.C.Sun dan S.Y.Zhu, *Mod. Phys. Lett. B* 4, 993 (1990).
24. Yoneda,T., Y.Mori, Y.Akahama, M.Kobayashi dan H.Kawamura, *Jpn.J.of Appl.Phys.* 29, 1396 (1990).

13. Kijima,N., H.Endo, J.Tsuchiya, A.Sumiyama, M.Mizundo dan Y.Oguri,
Jpn.J.of Appl.Phys. B 28 , 787 (1989).
14. Hetherington,C.J.D., R.Ramesh, M.A.O'Keefe, R.Kilaas dan G.Thomas,
Appl.Phys.Lett. 53, 1016 (1988).
15. Ji-hang,Y., Y.Chu-tang, Z.Bai-sheng, L.J.Zhou, K.Jian dan D.Yong-fan,
Mod.Phys.Lett B 4, 791 (1990).
16. Shimo,I., J.of the Ceramic Society of Jpn. 101 , 503 (1993)
17. Izumi,F., The Rigaku Journal 6, 10 (1989).
18. Kachhava,C.M., " Solid State Physics ", McGraw-Hill, New Delhi, 1990.
19. Kittel,C., "Introduction of Solid State Physics" , John wiley & Sons Inc.,
New York, 1986.
20. Burns,G. dan A.M.Glazer, " Space Group for Solid State Scientist ",
Academic press, San Diego, 1990.
21. Borik,M., M.Chernicov, I.Dubov, V.Osiko, V.Veselago, Yu Yakawets dan
V.Stepankin, Supercond.Sci.Technol. 5 , 151 (1992).
22. Escudero,R., E.Chavira dan D.Rios-jara, Appl. Phys. Lett. 54, 1576
(1989).
23. Huang,H.C., D.H.Li, S.N.Zheng,A.L.Li, F.Chen, H.C.Sun dan S.Y.Zhu, Mod.
Phys. Lett. B 4, 993 (1990).
24. Yoneda,T., Y.Mori, Y.Akahama, M.Kobayashi dan H.Kawamura,
Jpn.J.of Appl.Phys. 29, 1396 (1990).

24. Guchang,Han., W.Yugui, W.Jinsong, W.Nanlin dan J.Xinping, Solid state Comunication 69, 543 (1989).
26. Maeda,A., K.Noda, K.Uchinokura dan S.Tanaka, Jpn.J.of Appl.Phys. 28 , 543 (1989).
27. Cullity,B.D., " Element of X - Ray Difrraction ", Addison-wesley Inc. 1978.
28. Rietveld,H.M., J.Appl.Cryst. 2 , 65 (1969).
29. Rietveld,H.M., Acta Cryst. 22 , 151 (1967).
30. Izumi,F., "A rietveld-Refinement progran RIETAN-94 for angle dispersive X-ray and Neutron powder diffraction ", Ibaraki , 1994.
31. Izumi,F., " RIETAN a software package ", Ibaraki 1989.
32. Matsuda,M., A.Kikuchi, M.Takata, M.Ishii, T.Yamashita dan H.Konimura, Jpn. J .of Appl. phys. 28, 940 (June 1 9 8 9).
33. Bish,D.L., dan Howard,S.A., J. Appl. Cryst. 21, 86, (1 9 8 9).
34. Luhurbudi,E.C., " Analisa struktur superkonduktor sistem BSCCO dengan Metode Rietveld " skripsi fisika, FMIPA Univ.Indonesia, 1992.
35. Zhengping,Xi., Z.Lian dan Ji Chunlin, Supercond. Sci. Technol. 5 , 240 (1992).

LAMPIRAN I :

DATA INTENSITAS DIFRAKSI

961 3.00 0.0500

1060	980	965	922	833	847	772	790	850	777
796	795	755	775	750	727	655	693	687	688
718	701	685	698	671	737	726	685	601	676
671	678	702	705	792	784	894	875	927	811
755	687	642	609	530	546	567	543	526	534
516	520	523	524	505	552	506	473	480	471
440	453	463	425	434	458	425	426	388	451
426	404	401	401	390	424	445	444	407	391
418	409	403	389	371	370	383	366	405	360
348	343	399	371	386	366	342	329	349	323
329	337	364	358	339	354	365	358	367	346
326	360	337	359	331	343	320	333	303	354
320	332	318	300	338	328	329	335	325	334
330	309	347	320	346	325	310	318	311	314
282	310	296	287	313	293	295	290	315	285
313	315	322	279	293	340	247	289	303	287
284	338	289	279	319	278	282	282	340	284
289	305	274	299	305	299	290	301	284	264
307	266	290	268	309	303	282	284	282	284
287	295	284	286	285	298	280	258	320	289
268	295	324	324	282	338	308	320	308	249
317	311	321	320	311	331	309	278	304	291
304	315	309	304	309	296	289	326	300	296
304	278	319	294	307	301	313	266	290	304
294	297	293	292	299	298	280	271	306	303
300	277	296	292	277	305	286	275	317	281
300	279	308	299	301	285	309	325	290	311
354	360	321	364	353	359	304	329	326	295
318	315	322	329	278	277	310	280	277	306
311	301	293	308	288	324	268	317	283	339
290	309	302	299	291	283	269	283	278	323
302	316	314	320	273	263	304	300	278	310
353	320	333	353	332	296	298	308	266	304
311	284	289	282	278	262	280	295	246	298
257	258	280	258	301	264	271	265	268	279
281	284	307	288	279	309	283	288	280	291
301	305	322	257	266	282	281	303	294	289

326	335	322	314	294	326	359	324	348	342
355	390	369	420	428	435	425	497	537	512
505	518	487	536	503	531	599	588	704	823
889	829	790	623	599	541	542	593	597	640
604	517	492	452	434	408	440	426	466	473
494	473	442	405	400	370	376	409	396	397
413	396	390	423	453	449	505	469	514	579
575	682	729	906	1022	1183	1198	1139	968	771
715	586	549	515	530	511	477	440	429	453
472	414	468	400	463	474	494	449	510	554
595	636	637	626	620	556	558	504	522	503
536	503	532	530	501	531	569	598	663	652
734	807	913	962	1209	1385	1562	1722	1692	1633
1374	1137	930	754	654	605	557	503	514	476
478	467	423	399	435	427	401	404	394	437
437	404	368	398	440	397	417	422	374	386
384	372	446	419	398	376	424	420	403	492
492	530	563	555	521	532	535	547	464	503
488	564	543	541	587	655	716	832	923	979
1051	989	812	695	624	586	519	521	503	464
442	492	441	462	478	500	549	565	646	754
885	1209	1573	2028	2294	2233	1929	1387	1083	967
850	837	788	808	737	852	764	837	796	824
705	606	564	521	471	456	489	463	436	412
405	446	406	488	415	422	410	424	426	457
457	494	549	605	503	560	625	630	717	776
884	846	826	686	579	468	416	391	394	396
364	366	364	319	332	353	353	368	380	355
346	345	303	285	335	329	340	319	305	281
301	326	326	290	311	303	298	302	317	335
316	272	316	302	290	277	282	306	298	287
288	284	284	287	280	293	278	303	304	303
317	307	275	324	320	334	296	312	317	288
323	283	274	270	290	281	296	306	306	314
317	317	305	297	290	263	268	311	280	261
288	310	291	256	269	275	296	307	247	256
278	249	293	276	260	285	263	301	289	282
282	298	282	306	308	322	338	348	338	306
309	283	278	265	271	282	279	304	250	252
252	273	263	259	318	300	312	293	289	283
272	273	257	256	286	284	285	319	303	278
287	289	286	277	307	285	287	275	288	327
334	347	309	312	332	342	330	372	334	347
334	376	341	354	372	410	420	456	536	614
669	720	740	703	616	591	556	479	446	407
357	335	343	310	349	330	340	335	281	312
308	328	298	282	301	306	301	270	292	269
297	300	305	291	301	326	307	290	323	347
295	306	309	298	314	277	278	327	298	341
323	330	354	353	430	429	441	520	588	681
815	967	1150	1049	1022	921	880	724	672	598
635	669	638	653	568	587	517	471	421	411
432	389	380	364	369	362	388	372	383	337
364	370	386	376	375	341	319	314	365	327
317	330	353	317	340	314	341	316	347	328

LAMPIRAN II :

Parameter Input Multifasa

```
# This is a template file for neutron Rietveld analysis of a single-phase
# sample.

# In this latest version, RIETAN has been considerably modified to achieve a
# much more user-friendly and intelligible interface for beginners of Rietveld
# analysis, in particular, for Ayako Yamamoto.

# In the present template of file #5, we can learn very easily which data (or
# datum) should be input in each line because many comment lines are included
# whose first columns are '#'. Of course, these lines can be deleted, and data
# separately input in two or more lines can be combined together.

# If the first word in a line is a variable name (INTEGER, REAL, or CHARACTER)
# and "=" plus the value of the variable follows it, the line is decoded by
# the program, and the value of an integer (e.g. 2), a real (e.g. 3.142), or
# a string ('CU') is read in from the line. A colon (:) placed after the value
# and characters following it are regarded as a comment. The name of an integer
# variable is also read in by RIETAN and referred to in logical expressions
# described below.

# When a logical expression placed between 'if' and 'then' is false, all lines
# between the 'if ..... then' and 'end if' lines are automatically skipped.
# If the logical expression is true, data in these lines are read in by RIETAN.

# Title (CHARACTER*80)
  MULTIFASA XRD

# NBEAM = 0: Neutron powder diffraction.
# NBEAM = 1: Conventional X-ray powder diffraction (characteristic X rays).
# NBEAM = 2: Synchrotron X-ray powder diffraction.

# NMODE = 0: Rietveld analysis of powder diffraction data.
# NMODE = 1: Calculation of powder diffraction intensities (plus simulation).

# NPRINT = 0: Minimal output.
# NPRINT = 1: Standard output.
# NPRINT = 2: Detailed output.

if NBEAM = 1 then
  TNAME = 'Cu': Radiation ('Cr', 'Fe', 'Co', 'Cu', 'Mo', or 'Ag').
  R12 = 0.497: I(K-alpha2)/I(K-alpha1).
  CTHM = 0.8009: (cos(alpha))**2 for the monochromator (alpha: Bragg angle).
end if
```

```

If NBEAM <> 1 then
  XLMD = 1.8215: Wavelength of neutrons or synchrotron X rays.
end if

If NBEAM = 0 then
  RADIUS = 1.0: Radius of the cell/cm.
  DENSITY = 0.0: Density of the sample/g.cm-3.
  # REAL SPECIES AND AMOUNTS OF SUBSTANCES /
  'Bi' 1.84 'Pb' 0.34 'Sr' 2.0 'Ca' 2.03 'Cu' 3.06 'O' 10 /
  'Bi' 1.84 'Pb' 0.34 'Sr' 2.0 'Ca' 1.03 'Cu' 2.06 'O' 8 /
end if

If NBEAM > 0 then
  'Bi' 'Pb' 'Sr' 'Ca' 'Cu' 'O' /
end if

# Input one imaginary species per line in the following way:
'BSC' 'Bi' 0.92 'Pb' 0.17 / }
# 'M2' 'Nd' 0.675 'Ce' 0.325 / }
# For the above species, cf. F. Izumi et al., Physica C 160 (1989) 235.

# Phase No.1 : FTT

PHNAME = 'BSC2223': Phase name (CHARACTER*25)

VNS = 'I-139': (Vol. No.)-(Space group No.)-(Setting No.) in Int. Tables.

LSPSYM = 0: Information on the space group is read from the data base.
# LSPSYM = 1: In addition to LSPSYM = 0, reflection conditions are specified.
# LSPSYM = 2: A non-standard axes-setting method is adopted.

INDIV = 0: The overall isotropic thermal parameter (Q) is input.
# INDIV = 1: Isotropic and/or anisotropic thermal parameters are input.

# NPROR = 0: Preferred orientation is not corrected.
# NPROR = 1: Plate crystals (Sasa-Uda function).
# NPROR = 2: Needle-like crystals (Sasa-Uda function).
NPROR = 3: March-Dollase function.

IH = 0: \
IK = 0: --> Preferred-orientation vector, hp, kp, lp.
IL = 1: /

# LSUM = 0: The POF is not summed over equivalent reflections.
LSUM = 1: The POF is summed over equivalent reflections.

IHA = 1: \
IKA = 0: --> Anisotropic-broadening axis, ha, ka, la.
ILA = 1: /

# Phase No.2 : FTR

PHNAME = 'BSC2212': Phase name (CHARACTER*25)

VNS = 'I-69': (Vol. No.)-(Space group No.)-(Setting No.) in Int. Tables.

```

LSPSYM = 0: Information on the space group is read from the data base.
LSPSYM = 1: In addition to LSPSYM = 0, reflection conditions are specified.
LSPSYM = 2: A non-standard axes-setting method is adopted.

INDIV = 0: The overall isotropic thermal parameter (Q) is input.
INDIV = 1: Isotropic and/or anisotropic thermal parameters are input.

NPROR = 0: Preferred orientation is not corrected.
NPROR = 1: Plate crystals (Sasa-Uda function).
NPROR = 2: Needle-like crystals (Sasa-Uda function).
NPROR = 3: March-Dollase function.

IH = 0: \
IK = 0: --> Preferred-orientation vector, hp, kp, lp.
IL = 1: /

LSUM = 0: The POF is not summed over equivalent reflections.
LSUM = 1: The POF is summed over equivalent reflections.

IHA = 1: \
IKA = 0: --> Anisotropic-broadening axis, ha, ka, la.
ILA = 1: /

}

Labels, parameters to calculate intensities & refinement identifiers.
Never input refinement identifiers when NMODE = 1!
Global parameters

SHIFT 3.93073E-2 1.94446E-3 -8.87078E-2 111
BKGD 319.429 -7.41466 4.76907 -5.59883E1 107.848 10.3227 20.9109
-1.36608E2 36.2097 -2.80139E1 85.1929 -5.77376E1 111111111111

Phase No. 1 : FTT

SCALE1 3.95749E-6 1
U, V, W, and P
GAUSS1 -2.32024 1.49859 -2.75771E-1 6.62843E-2 0100
X, Xe, Y, and Ye
LORENTZ1 1.50286 1.0E-2 -5.27526 9.99999E-3 1010

Asymmetry parameter
ASYM1 9.99999E-3 0
RESERVED 0.0 0.0 00
PREF1 0.882601 0.0 10

Lattice parameters and overall isotropic thermal parameter (Q)
CELQ1 3.82164 3.82164 37.1622 90.0 90.0 90.0 2.64092 1110000

Atomic positional and thermal parameter g,x,y,z,B

Bi/Bi 0.92 0.0 0.0 0.207203 0001
Pb/Pb 0.17 0.0 0.0 0.207203 0002
Sr/Sr 1.0 0.5 0.5 0.13662 0001
Ca/Ca 1.0 0.5 0.5 3.86611E-2 0001
Cu1/Cu 1.0 0.0 0.0 0.0 0000
Cu2/Cu 1.0 0.0 0.0 9.1563E-2 0001

```

01/O 1.0 0.0 0.5 0.0 0000
02/O 1.0 0.0 0.5 7.90217E-2 0001
03/O 1.0 0.0 0.0 0.320972 0001
04/O 1.0 0.5 0.5 0.116074 0001

```

SCALE2 2.11025E-6 1

```

# Phase No. 2 : FTR
# U, V, W, and P
GAUSS2 5.66642 -3.9788 0.520385 6.62843E-2 0100
# X, Xe, Y, and Ye
LORENTZ2 1.38365 1.0E-2 -4.46359 9.99999E-3 1010
# Asymmetry parameter
ASYM2 9.99999E-3 0
RESERVED 0.0 0.0 00
PREP2 1.46932 0.0 10

# Lattice parameters and overall isotropic thermal parameter (Q)
CELQ2 5.4130 5.4230 30.650 90.0 90.0 90.0 2.64092 1110000

# Atomic positional and thermal parameter g,x,y,z,B
Bi/Bi 0.92 0.0 0.0 0.192628 0001
Pb/Pb 0.17 0.0 0.0 0.0 0002
Sr/Sr 1.0 0.0 0.5 0.113904 0001
Ca/Ca 1.0 0.0 0.5 0.0 0000
Cu/Cu 1.0 0.0 0.0 6.14981E-2 0001
O1/O 1.0 0.25 0.25 4.59435E-2 0001
O2/O 1.0 0.0 0.5 0.240719 0001
O3/O 1.0 0.0 0.0 0.150668 0001
}

# Read linear constraint(s) if ID(I) = 2 for at least one parameter.
A(Pb,z)=A(Bi,x)
A(Pb,x)=A(Bi,x)
}
NEXC = 0: Use all the intensity data.
# NEXC = 1: Skip some intensity data.

If NEXC = 1 then
# DEGEXC: 2-theta ranges not to be used in the refinement.
}
end if

If NMODE = 0 then
MRANGE = 0: REFINE THE BACKGROUND
# MRANGE = 1: FIX THE BACKGROUND

# NPAT = 0: Do not create any file storing diffraction intensities.
# NPAT = 1: Create a PostScript file for Rietveld-refinement patterns.
# NPAT = 2: Create a Macplot/RietPlot file for Rietveld-refinement patterns.
# NPAT = 3: Create a PLOT file for Rietveld-refinement patterns.
# NPAT = 4: Create a SigmaPlot file for Rietveld-refinement patterns.
# NPAT = 5: Create an Igor Pro file for Rietveld-refinement patterns.
NPAT = 4
end if

```



```

If NMODE = 0 or NPAT > 0 then
    PC = 7.0: Profile cut-off.
end if

If NMODE = 0 then
    NLESQ = 0: Marquardt method (recommended in most cases).
    # NLESQ = 1: Gauss-Newton method.
    # NLESQ = 2: Conjugate-direction method.
end if

If NLESQ <= 1 then
    # NAUTO = 0: Refine all the variable parameters simultaneously.
    # NAUTO = 1: Refine incrementally (specify variable parameters).
    NAUTO = 2: Refine incrementally (automatic; recommended in most cases).
    # NAUTO = 3: In addition to NAUTO = 2, check convergence to the global min.

    NCYCL = 30: Maximum number of cycles.
    /
end if

If NLESQ = 2 then
    MITER = 3: Maximum number of iterations.
    STEP = 0.02: Coefficient to calculate the initial step interval.
    ACC = 1.0E-6: Small positive number used for convergence judgement.
    /
end if

If NPAT = 1 then
    XO = 4.0: X coordinate of the origin.
    YO = 8.0: Y coordinate of the origin.
    # FACFIG = 0.35: Magnification factor for graphic output (0.35 for ND).
    # FACFIG = 0.30: Magnification factor for graphic output (0.35 for ND).
    INC = 0: Increase per scale division of the ordinate (0 for default).
end if

    NUPDT = 0: Variable parameters in the input file remain unchanged.
# NUPDT = 1: Variable parameters are updated in the packing mode.
# NUPDT = 2: Variable parameters are updated in the overwriting mode.

    NPR = 0: No file is created which stores FOURIER data.
# NPR = 1: File #21 is created which stores FOURIER data for phase #1.
# NPR = 2: File #21 is created which stores FOURIER data for phase #2.

    NDA = 0: No file is created which store ORPFE data.
# NDA = 1: File #9 is created which store ORPFE data for phase #1.
# NDA = 2: File #9 is created which store ORPFE data for phase #2.

If NDA > 0 then
# ORPFE instructions
    201 7      28
)
end if

```

LAMPIRAN III :

Hasil Rietan Multifasa

1995.12.22

Welcome to the

```

RRRRRRRRRR      IIIIIIII      EEEEEEEEEEE      TTTTTTTTTTT      AAAAAAAAAAA      KK      KK
RRRRRRRRRR      IIIIIIII      EEEEEEEEEEE      TTTTTTTTTTT      AAAAAAAAAAA      NKK      NN
RR      RR      II      EE      TT      AA      AA      NNNN      NN
RR      RR      II      EE      TT      AA      AA      NN NN      NN
RR      RR      II      EE      TT      AA      AA      NN NN      NN
RRRRRRRRRR      II      EEEEEEEEEEE      TT      AAAAAAAAAAA      NN      NN      NN
RRRRRRRRRR      II      EEEEEEEEEEE      TT      AAAAAAAAAAA      NN      NN      NN
RR      RR      II      EE      TT      AA      AA      NN      NN      NN
RR      RR      II      EE      TT      AA      AA      NN      NN      NN
RR      RR      II      EE      TT      AA      AA      NN      NN      NN
RR      RR      II      EE      TT      AA      AA      NN      NN      NN
RR      RR      IIIIIIII      EEEEEEEEEEE      TT      AA      AA      NN      NN
RR      RR      IIIIIIII      EEEEEEEEEEE      TT      AA      AA      NN      NN

```

system for the Rietveld analysis and simulation of X-ray and neutron diffraction patterns

*** Data given by user and system ***

Title: BSCX1 XRD

NBEAM = 1 NMODE = 0 NPRINT = 1

Radiation: Cu

Wavelength(alpha1) = 1.540562 Wavelength(alpha2) = 1.544390 $1/(\alpha_2)/1/(\alpha_1) = 0.497000$ CTRM = 0.300000

Coefficients for analytic approximations of scattering factors and dispersion terms

No. Atom	a1	b1	a2	b2	a3	b3	a4	b4	c	DELTP1	DELTP2
1 Bi	33.368900	0.704000	12.951000	2.923800	16.587700	8.793700	6.469200	48.009300	13.578200	-4.011	8.931
2 Pb	31.061701	0.690200	13.063700	2.357600	18.441999	8.618000	5.959600	47.257900	13.411800	-4.075	8.506
3 Sr	17.556299	1.556400	9.818400	14.098800	5.422000	0.166400	2.669400	132.376007	2.506400	-0.353	1.820
4 Ca	8.626600	10.442100	7.387300	0.659900	1.589900	85.748399	1.021100	178.425996	1.375100	0.364	1.286
5 Cu	13.338000	3.582800	7.167600	0.247000	5.615800	11.396600	1.673500	64.812599	1.191000	-1.965	0.589
6 O	3.048500	13.277100	2.286800	5.701100	1.546300	0.323900	0.867000	32.908901	0.250800	0.049	0.032

Virtual atom, constituents, and their fractions
 7 BSC Bi 0.920000 Pb 0.170000

Phase #1: BSC2223
 Space group: I 4/m m m (VOL. I, 139)
 Crystal system and Laue-symmetry class: tetragonal, 4/mmm

Preferred-orientation correction
 NPROR = 3 Preferred-orientation vector: { 0, 0, 1} LSM = 1

Anisotropic-broadening axis: (1, 0, 1)

Phase #2: BSC2212
 Space group: F m m m (VOL. I, 69)
 Crystal system and Laue-symmetry class: orthorhombic, mmm

Preferred-orientation correction
 NPROR = 3 Preferred-orientation vector: { 0, 0, 1} LSM = 1

Anisotropic-broadening axis: (1, 0, 1)

Information on profile and structure parameters

	No.	A	ID	
SHIFT:	1	3.930730E-02	1	Zero-point shift, Z
	2	1.044460E-03	1	Specimen-displacement parameter, Ds
	3	-8.870780E-02	1	Specimen-transparency parameter, Tc
BKGD:	4	319.429	1	Background parameter, b1
	5	-7.41466	1	Background parameter, b2
	6	4.76907	1	Background parameter, b3
	7	-55.9883	1	Background parameter, b4
	8	107.848	1	Background parameter, b5
	9	10.3227	1	Background parameter, b6
	10	20.9109	1	Background parameter, b7
	11	-136.608	1	Background parameter, b8
	12	36.2097	1	Background parameter, b9
	13	-28.0139	1	Background parameter, b10
	14	85.1929	1	Background parameter, b11
	15	-57.7376	1	Background parameter, b12
SCALE1:	16	3.957490E-06	1	Scale factor, s
GAUSS1:	17	-2.32024	0	Gaussian FWHM parameter, U
	18	1.49859	1	Gaussian FWHM parameter, V
	19	-0.275771	0	Gaussian FWHM parameter, W
	20	6.628430E-02	0	Scherrer coefficient for Gaussian broadening, P
LORENTZ1:	21	1.50286	1	Lorentzian Scherrer broadening, X
	22	1.000000E-02	0	Anisotropic Scherrer broadening, Xe
	23	-5.27526	1	Strain broadening, Y
	24	9.999990E-03	0	Anisotropic strain broadening, Ye
ASYM1:	25	9.999990E-03	0	Asymmetry parameter, Ac
RESERVED:	26	0.000000E+00	0	Reserved for future extension

	27	0.000000E+00	0		Reserved for future extension
PREF1:	28	0.882601	1		Preferred-orientation parameter, r
	29	0.000000E+00	0		Not used when NPROC = 3
CELQ1:	30	3.82164	1		Lattice parameter, a
	31	3.82164	1		Lattice parameter, b
	32	37.1622	1		Lattice parameter, c
	33	90.0000	0		Lattice parameter, α
	34	90.0000	0		Lattice parameter, β
	35	90.0000	0		Lattice parameter, γ
	36	2.64092	0		Overall isotropic thermal parameter, Q
Bi:	37	0.920000	0	Bi	Occupation factor, g
	38	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, x
	39	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, y
	40	0.207203	1		Fractional coordinate, z
Pb:	41	0.170000	0	Pb	Occupation factor, g
	42	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, x
	43	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, y
	44	0.207203	2		Fractional coordinate, z
Sr:	45	1.000000	0	Sr	Occupation factor, g
	46	0.500000	0		Fractional coordinate, x
	47	0.500000	0		Fractional coordinate, y
	48	0.136620	1		Fractional coordinate, z
Ca:	49	1.000000	0	Ca	Occupation factor, g
	50	0.500000	0		Fractional coordinate, x
	51	0.500000	0		Fractional coordinate, y
	52	3.866110E-02	1		Fractional coordinate, z
Cu1:	53	1.000000	0	Cu (1)	Occupation factor, g
	54	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, x
	55	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, y
	56	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, z
Cu2:	57	1.000000	0	Cu (2)	Occupation factor, g
	58	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, x
	59	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, y
	60	9.156300E-02	1		Fractional coordinate, z
O1:	61	1.000000	0	O (1)	Occupation factor, g
	62	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, x
	63	0.500000	0		Fractional coordinate, y
	64	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, z
O2:	65	1.000000	0	O (2)	Occupation factor, g
	66	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, x
	67	0.500000	0		Fractional coordinate, y
	68	7.902170E-02	1		Fractional coordinate, z
O3:	69	1.000000	0	O (3)	Occupation factor, g
	70	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, x
	71	0.000000E+00	0		Fractional coordinate, y
	72	0.320972	1		Fractional coordinate, z
O4:	73	1.000000	0	O (4)	Occupation factor, g
	74	0.500000	0		Fractional coordinate, x
	75	0.500000	0		Fractional coordinate, y
	76	0.116074	1		Fractional coordinate, z
SCALE2:	77	2.118250E-06	1		Scale factor, s
GAUSS2:	78	5.66642	0		Gaussian FWHM parameter, U
	79	-3.97880	1		Gaussian FWHM parameter, V
	80	0.528385	0		Gaussian FWHM parameter, W
	81	6.628430E-02	0		Scherrer coefficient for Gaussian broadening, ρ

LORENTZ2:	82	1.38365	1						Lorentzian Scherrer broadening X
	83	1.000000E-02	0						Anisotropic Scherrer broadening, X _e
	84	-4.46359	1						Strain broadening, Y
	85	9.999990E-03	0						Anisotropic strain broadening, Y _e
ASYM2:	86	9.999990E-03	0						Asymmetry parameter, Δs
RESERVED:	87	0.000000E+00	0						Reserved for future extension
	88	0.000000E+00	0						Reserved for future extension
PREF2:	89	1.46932	1						Preferred-orientation parameter, r
	90	0.000000E+00	0						Not used when MPROR = J
CELQ2:	91	5.41300	1						Lattice parameter, a
	92	5.42300	1						Lattice parameter, b
	93	30.6500	1						Lattice parameter, c
	94	90.0000	0						Lattice parameter, alpha
	95	90.0000	0						Lattice parameter, beta
	96	90.0000	0						Lattice parameter, gamma
	97	2.64092	0						Overall isotropic thermal parameter, Q
Bi:	98	0.920000	0	Bi					Occupation factor, g
	99	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, x
	100	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, y
	101	0.192628	1						Fractional coordinate, z
Pb:	102	0.170000	0	Pb					Occupation factor, g
	103	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, x
	104	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, y
	105	0.000000E+00	2						Fractional coordinate, z
Sr:	106	1.00000	0	Sr					Occupation factor, g
	107	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, x
	108	0.500000	0						Fractional coordinate, y
	109	0.113904	1						Fractional coordinate, z
Ca:	110	1.00000	0	Ca					Occupation factor, g
	111	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, x
	112	0.500000	0						Fractional coordinate, y
	113	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, z
Cu:	114	1.00000	0	Cu					Occupation factor, g
	115	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, x
	116	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, y
	117	6.149810E-02	1						Fractional coordinate, z
O1:	118	1.00000	0	0	(1)				Occupation factor, g
	119	0.250000	0						Fractional coordinate, x
	120	0.250000	0						Fractional coordinate, y
	121	4.594350E-02	1						Fractional coordinate, z
O2:	122	1.00000	0	0	(2)				Occupation factor, g
	123	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, x
	124	0.500000	0						Fractional coordinate, y
	125	0.240719	1						Fractional coordinate, z
O3:	126	1.00000	0	0	(3)				Occupation factor, g
	127	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, x
	128	0.000000E+00	0						Fractional coordinate, y
	129	0.150668	1						Fractional coordinate, z

Dimensions of the reciprocal cell for BSC2223

a* = 0.26167 b* = 0.26167 c* = 0.02691
 V* = 1.842464E-03 (V = 542.751)

alpha* = 90.000 beta* = 90.000 gamma* = 90.000

Dimensions of the reciprocal cell for BSC2212

$a^* = 0.18474$ $b^* = 0.18440$ $c^* = 0.03263$
 $V^* = 1.111455E-03$ ($V = 899.721$)

$\alpha^* = 90.000$ $\beta^* = 90.000$ $\gamma^* = 90.000$

Linear constraints

$A(\text{Pb}, z) = A(\text{Bi}, z)$
 $A(\text{Pb}, z) = A(\text{Bi}, z)$

Equivalent positions for each site in BSC2223

$(0, 0, 0) + (1/2, 1/2, 1/2) +$

Equivalent positions for each site in BSC2212

$(0, 0, 0) + (0, 1/2, 1/2) + (1/2, 0, 1/2) + (1/2, 1/2, 0)$

Lattice parameters (Angstrom or degree) in BSC2223

a	b	c	alpha	beta	gamma
3.82164	3.82164	37.16220	90.0000	90.0000	90.0000

g, x, y, and z in BSC2223

	neq	* g	= n	x	y	z	
Bi	4	0.9200	3.6800	0.00000	0.00000	0.20720	-
Pb	4	0.1700	0.6800	0.00000	0.00000	0.20720	-
Sr	4	1.0000	4.0000	0.50000	0.50000	0.13662	-
Ca	4	1.0000	4.0000	0.50000	0.50000	0.03866	-
Cu (1)	2	1.0000	2.0000	0.00000	0.00000	0.00000	-
Cu (2)	4	1.0000	4.0000	0.00000	0.00000	0.09156	-
O (1)	4	1.0000	4.0000	0.00000	0.50000	0.00000	-
O (2)	8	1.0000	8.0000	0.00000	0.50000	0.07902	-
O (3)	4	1.0000	4.0000	0.00000	0.00000	0.32097	-
O (4)	4	1.0000	4.0000	0.50000	0.50000	0.11607	-

neq: multiplicity of the Wyckoff position (number of equivalent points per unit cell)
n: number of equivalent atoms per unit cell

Number and weight of each species in the unit cell, and density for BSC2223

Atom	N	* At.wt.	/ 6.02214E23 =	Wt.
Bi	3.68000	208.98038		1.277035E-21 g
Pb	0.68000	207.20000		2.339635E-22 g
Sr	4.00000	87.62000		5.819861E-22 g
Ca	4.00000	40.07800		2.662045E-22 g
Cu	6.00000	63.54600		6.331241E-22 g
O	20.00000	15.99940		5.313529E-22 g

Total = 3.523666E-21 g

$d = \text{Total}/V = 3.523666E-21 / 5.427514E-22 = 6.492228 \text{ g/cm}^3$

Lattice parameters (Angstrom or degree) in BSC2212

a	b	c	alpha	beta	gamma
5.41300	5.42300	30.65000	90.0000	90.0000	90.0000

g, x, y, and z in BSC2212

	req	* g	= n	x	y	z	
Bi	8	0.9200	7.3600	0.00000	0.00000	0.19253	-
Pb	4	0.1700	0.6800	0.00000	0.00000	0.00000	-
Sr	8	1.0000	8.0000	0.00000	0.50000	0.11399	-
Ca	4	1.0000	4.0000	0.00000	0.50000	0.00000	-
Cu	8	1.0000	8.0000	0.00000	0.00000	0.06150	-
O (1)	16	1.0000	16.0000	0.25000	0.25000	0.04594	-
O (2)	8	1.0000	8.0000	0.00000	0.50000	0.24072	-
O (3)	8	1.0000	8.0000	0.00000	0.00000	0.15067	-

req: multiplicity of the Wyckoff position (number of equivalent points per unit cell)
n: number of equivalent atoms per unit cell

Number and weight of each species in the unit cell, and density for BSC2212

Atom	N	* At.wt.	/ 6.02214E23 =	Wt.
Bi	7.36000	208.98038		2.554070E-21 g
Pb	0.68000	207.20000		2.339635E-22 g
Sr	8.00000	87.62000		1.163972E-21 g
Ca	4.00000	40.07800		2.662045E-22 g
Cu	8.00000	63.54600		8.441655E-22 g
O	32.00000	15.99940		8.501647E-22 g

Total = 5.912540E-21 g

d = Total/V = 5.912540E-21 / 8.997216E-22 = 6.571521 g/cm**3

Mass fractions of compounds contained in the sample

BSC2223	0.7288
BSC2212	0.2712

2θ(min) = 3.00 2θ(max) = 51.00

NPAT = 4

STEP = 0.050 NSTEP = 961

Cut-off = 7.00 * FWHM

*** Nonlinear least-squares fitting by the Marquardt method (NLESC = 0) ***

NAUTO = 2 NCYCL = 30 CONV = 1.000E-04 NCONV = 3

Numbers for variable parameters in preparatory cycles

Cycle # 1: 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 77
 Cycle # 2: 18 21 23 29 32 34
 Cycle # 3: 30 31 32 31 32 33
 Cycle # 4: 40 48 52 60 68 72 76 77 79 82 84 89 91 92 101 109 117 121 125 129

Calculation using initial parameters

OP = 10179.1

*** R factors, final parameters, and their estimated standard deviations ***

Rwp = 10.63 Rp = 7.87 RR = 31.18 Re = 4.68 S = 2.2704 d = 0.5371

BSC2223

RI = 4.75 RF = 2.86

BSC2212

RI = 5.46 RF = 3.21

No.	A	SIGMA	DELTA.A/SIGMA	
1	1.013410E-02	0.264260	3.066114E-07	Zero-point shift, Z
2	-3.407926E-02	0.260113	5.442287E-07	Specimen-displacement parameter, D0
3	-6.035106E-02	2.180314E-02	1.708603E-05	Specimen-transparency parameter, Ts
4	329.110	2.55437	1.314191E-04	Background parameter, b1
5	-42.9955	3.19849	2.277971E-04	Background parameter, b2
6	46.2925	6.57555	1.664984E-04	Background parameter, b3
7	-96.7695	8.80295	9.013541E-05	Background parameter, b4
8	151.226	14.0795	7.803055E-05	Background parameter, b5
9	-22.1322	9.81402	9.970120E-05	Background parameter, b6
10	10.1199	15.6256	6.921117E-05	Background parameter, b7
11	-111.952	13.3439	6.632340E-05	Background parameter, b8
12	23.1966	12.5365	6.344380E-05	Background parameter, b9
13	16.9103	18.2917	3.201217E-05	Background parameter, b10
14	35.0969	22.4419	1.512833E-05	Background parameter, b11
15	-36.3461	14.6092	8.982366E-05	Background parameter, b12
16	4.462830E-06	1.636966E-07	8.611766E-05	Scale factor, s
17	-2.32024			Gaussian FWHM parameter, U
18	1.49775	1.447288E-04	0.000000E+00	Gaussian FWHM parameter, V
19	-0.275771			Gaussian FWHM parameter, W
20	6.628430E-02			Scherrer coefficient for Gaussian broadening, P
21	1.34000	5.351679E-03	3.564019E-04	Lorentzian Scherrer broadening X
22	9.999999E-03			Anisotropic Scherrer broadening, Zc
23	-4.74896	1.988892E-02	2.637251E-04	Strain broadening, Y
24	9.999989E-03			Anisotropic strain broadening, Yc
25	9.999989E-03			Asymmetry parameter, As
26	0.000000E+00			Reserved for future extension
27	0.000000E+00			Reserved for future extension
28	1.31863	1.107069E-02	2.379729E-03	Preferred-orientation parameter, r
29	0.000000E+00			Not used when NPROR = 3

30	3.82074	0.202143	0.000000E+00	Lattice parameter, a
31	3.82074	0.202143	0.000000E+00	Lattice parameter, b
32	37.1191	1.96302	0.000000E+00	Lattice parameter, c
33	90.0000			Lattice parameter, alpha
34	90.0000			Lattice parameter, beta
35	90.0000			Lattice parameter, gamma
36	2.64092			Overall isotropic thermal parameter, Q
37	0.920000			Bi Occupation factor, g
38	0.000000E+00			Fractional coordinate, x
39	0.000000E+00			Fractional coordinate, y
40	0.207360	1.056591E-03	8.461835E-05	Fractional coordinate, z
41	0.170000			Pb Occupation factor, g
42	0.000000E+00			Fractional coordinate, x
43	0.000000E+00			Fractional coordinate, y
44	0.207360			Fractional coordinate, z
45	1.00000			Sr Occupation factor, g
46	0.500000			Fractional coordinate, x
47	0.500000			Fractional coordinate, y
48	0.135733	1.826628E-03	8.157742E-05	Fractional coordinate, z
49	1.00000			Ca Occupation factor, g
50	0.500000			Fractional coordinate, x
51	0.500000			Fractional coordinate, y
52	3.855426E-02	4.564472E-03	3.509442E-05	Fractional coordinate, z
53	1.00000			Cu (1) Occupation factor, g
54	0.000000E+00			Fractional coordinate, x
55	0.000000E+00			Fractional coordinate, y
56	0.000000E+00			Fractional coordinate, z
57	1.00000			Cu (2) Occupation factor, g
58	0.000000E+00			Fractional coordinate, x
59	0.000000E+00			Fractional coordinate, y
60	8.882792E-02	2.685919E-03	3.606124E-05	Fractional coordinate, z
61	1.00000			O (1) Occupation factor, g
62	0.000000E+00			Fractional coordinate, x
63	0.500000			Fractional coordinate, y
64	0.000000E+00			Fractional coordinate, z
65	1.00000			O (2) Occupation factor, g
66	0.000000E+00			Fractional coordinate, x
67	0.500000			Fractional coordinate, y
68	8.368067E-02	5.487694E-03	1.031843E-04	Fractional coordinate, z
69	1.00000			O (3) Occupation factor, g
70	0.000000E+00			Fractional coordinate, x
71	0.000000E+00			Fractional coordinate, y
72	0.291009	1.326417E-02	2.696196E-05	Fractional coordinate, z
73	1.00000			O (4) Occupation factor, g
74	0.500000			Fractional coordinate, x
75	0.500000			Fractional coordinate, y
76	8.546453E-02	1.493933E-02	4.388758E-05	Fractional coordinate, z
77	1.349122E-06	2.736208E-07	9.390084E-05	Scale factor, s
78	5.66642			Gaussian FWHM parameter, U
79	-3.91848	8.847076E-05	1.347443E-02	Gaussian FWHM parameter, V
80	0.528385			Gaussian FWHM parameter, W
81	6.628430E-02			Scherrer coefficient for Gaussian broadening, P
82	1.88541	4.107380E-02	5.195151E-04	Lorentzian Scherrer broadening X
83	9.999999E-03			Anisotropic Scherrer broadening, Xe
84	-5.52727	0.103215	5.636205E-04	Strain broadening, Y

85	9.999989E-03			Anisotropic strain broadening, γ_e
86	9.999989E-03			Asymmetry parameter, A_s
87	0.000000E+00			Reserved for future extension
88	0.000000E+00			Reserved for future extension
89	-0.640907	0.178590	5.823969E-04	Preferred-orientation parameter, r
90	0.000000E+00			Not used when NPROR = 3
91	5.67987	0.300956	4.753221E-06	Lattice parameter, a
92	5.20460	0.275282	8.660877E-06	Lattice parameter, b
93	30.4561	1.65096	1.501882E-05	Lattice parameter, c
94	90.0000			Lattice parameter, α
95	90.0000			Lattice parameter, β
96	90.0000			Lattice parameter, γ
97	2.64092			Overall isotropic thermal parameter, Q
98	0.920000			Bi
99	0.000000E+00			Occupation factor, g
100	0.000000E+00			Fractional coordinate, x
101	0.180564	6.744593E-02	2.430284E-06	Fractional coordinate, y
102	0.170000			Fractional coordinate, z
103	0.000000E+00			Pb
104	0.000000E+00			Occupation factor, g
105	0.000000E+00			Fractional coordinate, x
106	1.00000			Fractional coordinate, y
107	0.000000E+00			Fractional coordinate, z
108	0.500000			Sr
109	0.112142	2.227897E-02	5.484524E-05	Occupation factor, g
110	1.00000			Fractional coordinate, x
111	0.000000E+00			Fractional coordinate, y
112	0.500000			Fractional coordinate, z
113	0.000000E+00			Ca
114	1.00000			Occupation factor, g
115	0.000000E+00			Fractional coordinate, x
116	0.000000E+00			Fractional coordinate, y
117	5.152943E-02	6.722753E-02	2.310729E-05	Fractional coordinate, z
118	1.00000			O (1)
119	0.250000			Occupation factor, g
120	0.250000			Fractional coordinate, x
121	-0.144516	0.105719	4.905065E-05	Fractional coordinate, y
122	1.00000			Fractional coordinate, z
123	0.000000E+00			O (2)
124	0.500000			Occupation factor, g
125	0.315927	0.755638	2.760798E-06	Fractional coordinate, x
126	1.00000			Fractional coordinate, y
127	0.000000E+00			Fractional coordinate, z
128	0.000000E+00			O (3)
129	4.310204E-02	0.258082	7.751341E-06	Occupation factor, g
				Fractional coordinate, x
				Fractional coordinate, y
				Fractional coordinate, z

Dimensions of the reciprocal cell for BSC2223

$$a^* = 0.26173 \quad b^* = 0.26173 \quad c^* = 0.02694$$

$$V^* = 1.845471E-03 \quad (V = 541.867 \quad)$$

$$\alpha^* = 90.000 \quad \beta^* = 90.000 \quad \gamma^* = 90.000$$

Dimensions of the reciprocal cell for BSC2212

$$a^* = 0.17606 \quad b^* = 0.19214 \quad c^* = 0.03283$$

$$V^* = 1.110707E-03 \quad (V = 900.327 \quad)$$

$$\alpha^* = 90.000 \quad \beta^* = 90.000 \quad \gamma^* = 90.000$$

Lattice parameters (Angstrom or degree) in BSC2223

a	b	c	alpha	beta	gamma
3.82074	3.82074	37.11909	90.0000	90.0000	90.0000
0.20214	0.20214	1.96302	-	-	-

g, x, y, and z in BSC2223

	neq	* g	= n	x	y	z	
Bi	4	0.9200	3.6800	0.00000	0.00000	0.20736	-
	-	-	-	-	-	0.00106	-
Pb	4	0.1700	0.6800	0.00000	0.00000	0.20736	-
	-	-	-	-	-	-	-
Sr	4	1.0000	4.0000	0.50000	0.50000	0.13573	-
	-	-	-	-	-	0.00183	-
Ca	4	1.0000	4.0000	0.50000	0.50000	0.03855	-
	-	-	-	-	-	0.00456	-
Cu (1)	2	1.0000	2.0000	0.00000	0.00000	0.00000	-
	-	-	-	-	-	-	-
Cu (2)	4	1.0000	4.0000	0.00000	0.00000	0.08883	-
	-	-	-	-	-	0.00269	-
O (1)	4	1.0000	4.0000	0.00000	0.50000	0.00000	-
	-	-	-	-	-	-	-
O (2)	8	1.0000	8.0000	0.00000	0.50000	0.08368	-
	-	-	-	-	-	0.00549	-
O (3)	4	1.0000	4.0000	0.00000	0.00000	0.29101	-
	-	-	-	-	-	0.01326	-
O (4)	4	1.0000	4.0000	0.50000	0.50000	0.08546	-
	-	-	-	-	-	0.01494	-

neq: multiplicity of the Wyckoff position (number of equivalent points per unit cell)
 n: number of equivalent atoms per unit cell

Number and weight of each species in the unit cell, and density for BSC2223

Atom	N	* At.wt.	/ 6.02214E23	= Wt.
Bi	3.68000	208.98038		1.277035E-21 g
Pb	0.68000	207.20000		2.339635E-22 g
Sr	4.00000	87.62000		5.819861E-22 g
Ca	4.00000	40.07800		2.662045E-22 g
Cu	6.00000	63.54600		6.331241E-22 g
O	20.00000	15.99940		5.313529E-22 g

Total = 3.523666E-21 g

d = Total/V = 3.523666E-21 / 5.418672E-22 = 6.502822 g/cm**3

Lattice parameters (Angstrom or degree) in BSC2212

a	b	c	alpha	beta	gamma
5.67987	5.20460	30.45614	90.0000	90.0000	90.0000
0.30096	0.27528	1.65096	-	-	-

g, x, y, and z in BSC2212

	neq	* g	= n	x	y	z	
Bi	8	0.9200	7.3600	0.00000	0.00000	0.18056	-
	-	-	-	-	-	0.06745	-
Pb	4	0.1700	0.6800	0.00000	0.00000	0.00000	-
	-	-	-	-	-	-	-
Sr	8	1.0000	8.0000	0.00000	0.50000	0.11214	-
	-	-	-	-	-	0.02228	-
Ca	4	1.0000	4.0000	0.00000	0.50000	0.00000	-
	-	-	-	-	-	-	-
Cu	8	1.0000	8.0000	0.00000	0.00000	0.05153	-
	-	-	-	-	-	0.06723	-
O (1)	16	1.0000	16.0000	0.25000	0.25000	-0.14452	-
	-	-	-	-	-	0.10572	-
O (2)	8	1.0000	8.0000	0.00000	0.50000	0.31593	-
	-	-	-	-	-	0.75564	-
O (3)	8	1.0000	8.0000	0.00000	0.00000	0.04310	-
	-	-	-	-	-	0.25808	-

neq: multiplicity of the Wyckoff position (number of equivalent points per unit cell)
 n: number of equivalent atoms per unit cell

Number and weight of each species in the unit cell, and density for BSC2212

Atom	N	* At.wt.	/ 6.02214E23	= Wt.
Bi	7.36000	208.98038		2.554070E-21 g
Pb	0.68000	207.20000		2.339635E-22 g
Sr	8.00000	87.62000		1.163972E-21 g
Ca	4.00000	40.07800		2.662045E-22 g
Cu	8.00000	63.54600		8.441655E-22 g
O	32.00000	15.99940		8.501647E-22 g

Total = 5.912540E-21 g

d = Total/V = 5.912540E-21 / 9.003274E-22 = 6.567099 g/cm**3

Mass fractions of compounds contained in the sample

BSC2223	0.8260
BSC2212	0.1740

NUPDT = 0 NFR = 0 NDA = 0

*** Summary of possible reflections (based on the refined parameters) ***

Phase	h	k	l	Code	2θ	d	Iobs	Ical	F(nucl)	F(magn)	POF	FWHM	n	
1	1	0	0	2	1	4.757	18.55955	90338	92896	94.7425	0.0000	1.454	1.6695	2
2	1	0	0	2	2	4.769	18.55955	44712	45978	94.7425	0.0000	1.454	1.6688	2
1	2	0	0	2	1	5.799	15.22807	251	251	46.6172	0.0000	0.315	2.5418	2
1	2	0	0	2	2	5.813	15.22807	124	124	46.6172	0.0000	0.315	2.5406	2

5	1	0	0	4	1	9.523	9.27977	7940	7944	53.1801	0.0000	1.454	1.3737	2
6	1	0	0	4	2	9.547	9.27977	3927	3929	53.1801	0.0000	1.454	1.3722	2
7	2	0	0	4	1	11.613	7.61403	2190	2208	267.6914	0.0000	0.315	2.0535	2
8	2	0	0	4	2	11.642	7.61403	1083	1092	267.6914	0.0000	0.315	2.0511	2
9	1	0	0	6	1	14.305	6.18652	1466	1431	33.9075	0.0000	1.454	1.0662	2
10	1	0	0	6	2	14.341	6.18652	713	707	33.9075	0.0000	1.454	1.0638	2
11	2	0	0	6	1	17.457	5.07602	3710	3508	507.9001	0.0000	0.315	1.5426	2
12	2	0	0	6	2	17.500	5.07602	1839	1735	507.9001	0.0000	0.315	1.5386	2
13	1	0	0	8	1	19.112	4.63989	4527	4552	81.3593	0.0000	1.454	0.7299	2
14	1	0	0	8	2	19.160	4.63989	2232	2251	81.3593	0.0000	1.454	0.7263	2
15	2	1	1	1	1	23.346	3.80715	10455	10235	252.7893	0.0000	1.695	0.9707	8
16	2	0	0	8	1	23.347	3.80702	921	903	348.1693	0.0000	0.315	0.9655	2
17	1	1	0	1	1	23.386	3.80066	987	959	30.4438	0.0000	0.833	0.4490	8
18	2	1	1	1	2	23.405	3.80715	5076	4945	252.7893	0.0000	1.695	0.9642	8
19	2	0	0	8	2	23.406	3.80702	448	436	348.1693	0.0000	0.315	0.9589	2
20	1	1	0	1	2	23.445	3.80066	487	474	30.4438	0.0000	0.833	0.4504	8
21	1	0	0	10	1	23.954	3.71191	53322	52189	347.9075	0.0000	1.454	0.4515	2
22	1	0	0	10	2	24.014	3.71191	26344	25807	347.9075	0.0000	1.454	0.4527	2
23	1	1	0	3	1	24.362	3.65065	11207	10872	104.7534	0.0000	0.864	0.4674	8
24	1	1	0	3	2	24.423	3.65065	5577	5376	104.7534	0.0000	0.864	0.4683	8
25	2	1	1	3	1	24.784	3.58940	8668	8443	286.9422	0.0000	1.248	0.8005	8
26	2	1	1	3	2	24.847	3.58940	4288	4177	286.9422	0.0000	1.248	0.7924	8
27	1	1	0	5	1	26.210	3.39722	71673	68823	274.9958	0.0000	0.918	0.4839	8
28	1	1	0	5	2	26.277	3.39722	35399	34041	274.9958	0.0000	0.918	0.4842	8
29	2	1	1	5	1	27.448	3.24672	25035	24703	649.0417	0.0000	0.872	0.7564	8
30	2	1	1	5	2	27.518	3.24672	12392	12220	649.0417	0.0000	0.872	0.7583	8
31	1	1	0	7	1	28.776	3.09989	100000	100194	351.9052	0.0000	0.982	0.4834	8
32	1	0	0	12	1	28.839	3.09326	15841	15883	230.6679	0.0000	1.454	0.4770	2
33	1	1	0	7	2	28.849	3.09989	49357	49539	351.9052	0.0000	0.982	0.4831	8
34	1	0	0	12	2	28.912	3.09326	7821	7854	230.6679	0.0000	1.454	0.4768	2
35	2	0	0	10	1	29.300	3.04561	127	120	161.0298	0.0000	0.315	0.7850	2
36	2	0	0	10	2	29.375	3.04561	63	59	161.0298	0.0000	0.315	0.7858	2
37	2	1	1	7	1	31.050	2.87789	2059	1941	236.8195	0.0000	0.658	0.7978	8
38	2	1	1	7	2	31.129	2.87789	1019	960	236.8195	0.0000	0.658	0.7978	8
39	2	2	0	0	1	31.475	2.83993	22129	20835	956.4238	0.0000	1.781	0.8007	2
40	2	2	0	0	2	31.555	2.83993	10947	10302	956.4238	0.0000	1.781	0.8005	2
41	1	1	0	9	1	31.902	2.80286	43794	41327	242.3443	0.0000	1.047	0.4623	8
42	1	1	0	9	2	31.984	2.80286	21733	20438	242.3443	0.0000	1.047	0.4615	8
43	2	2	0	2	1	32.032	2.79180	22	21	23.0311	0.0000	1.619	0.7989	4
44	2	2	0	2	2	32.114	2.79180	11	10	23.0311	0.0000	1.619	0.7984	4
45	1	1	1	0	1	33.131	2.70167	80168	74181	535.5544	0.0000	0.829	0.4505	4
46	1	1	1	0	2	33.216	2.70167	39752	36668	535.5544	0.0000	0.829	0.4513	4
47	1	1	1	2	1	33.491	2.67350	16696	15334	173.3220	0.0000	0.837	0.4536	8
48	1	1	1	2	2	33.576	2.67350	8277	7580	173.3220	0.0000	0.837	0.4543	8
49	2	2	0	4	1	33.654	2.66087	99	90	56.2751	0.0000	1.288	0.7854	4
50	2	2	0	4	2	33.740	2.66087	49	45	56.2751	0.0000	1.288	0.7844	4
51	1	0	0	14	1	33.778	2.65136	32004	29208	366.3073	0.0000	1.454	0.4559	2
52	1	0	0	14	2	33.865	2.65136	15870	14437	366.3073	0.0000	1.454	0.4565	2
53	2	0	2	0	1	34.435	2.60230	17794	16026	920.9853	0.0000	1.781	0.7669	2
54	2	0	2	0	2	34.523	2.60230	8803	7926	920.9853	0.0000	1.781	0.7656	2
55	1	1	1	4	1	34.549	2.59398	1063	966	44.3618	0.0000	0.860	0.4609	8
56	1	1	1	4	2	34.638	2.59398	529	477	44.3618	0.0000	0.860	0.4614	8
57	2	0	2	2	1	34.950	2.56511	19	17	22.8335	0.0000	1.618	0.7594	4
58	2	0	2	2	2	35.040	2.56511	10	9	22.8335	0.0000	1.618	0.7579	4
59	2	1	1	9	1	35.335	2.53805	13676	12205	748.4685	0.0000	0.541	0.7574	8

60	2	0	0	12	1	35.336	2.53801												
61	2	1	1	9	2	35.426	2.53805	8	7	47.8664	0.0000	0.315	0.7542	2					
62	2	0	0	12	2	35.426	2.53801	6772	6036	748.4685	0.0000	0.541	0.7558	8					
63	1	1	0	11	1	35.462	2.52924	4	4	47.8664	0.0000	0.315	0.7525	2					
64	1	1	0	11	2	35.553	2.52924	30103	25757	207.6385	0.0000	1.107	0.4649	8					
65	2	2	0	6	1	36.214	2.47841	14876	12731	207.6385	0.0000	1.107	0.4652	8					
66	1	1	1	6	1	36.253	2.47588	1917	1660	295.3606	0.0000	0.993	0.7435	4					
67	2	2	0	6	2	36.308	2.47841	223	190	20.2973	0.0000	0.895	0.4667	8					
68	1	1	1	6	2	36.346	2.47588	940	819	295.3606	0.0000	0.993	0.7416	4					
69	2	0	2	4	1	36.457	2.46245	109	94	20.2973	0.0000	0.895	0.4668	8					
70	2	0	2	4	2	36.551	2.46245	89	79	56.8317	0.0000	1.287	0.7313	4					
71	1	1	1	8	1	38.528	2.33473	44	39	56.8317	0.0000	1.287	0.7293	4					
72	1	1	1	8	2	38.628	2.33473	1847	1824	65.6348	0.0000	0.938	0.4630	8					
73	1	0	0	16	1	38.784	2.31994	908	902	65.6348	0.0000	0.938	0.4625	8					
74	2	0	2	6	1	38.857	2.31572	3231	3443	145.8722	0.0000	1.454	0.4617	2					
75	1	0	0	16	2	38.884	2.31994	1370	1357	286.6812	0.0000	0.992	0.5689	4					
76	2	0	2	6	2	38.958	2.31572	1535	1702	145.8722	0.0000	1.454	0.4612	2					
77	1	1	0	13	1	39.362	2.28719	650	671	286.6812	0.0000	0.992	0.5657	4					
78	1	1	0	13	2	39.464	2.28719	348	335	25.9078	0.0000	1.160	0.4582	8					
79	2	2	0	8	1	39.557	2.27634	172	166	25.9078	0.0000	1.160	0.4575	8					
80	2	2	0	8	2	39.660	2.27634	1756	1734	370.3274	0.0000	0.787	0.6521	4					
81	2	1	1	11	1	40.128	2.24528	882	858	370.3274	0.0000	0.787	0.6486	4					
82	2	1	1	11	2	40.232	2.24528	984	956	254.3274	0.0000	0.473	0.6309	8					
83	1	1	1	10	1	40.232	2.24528	486	472	254.3274	0.0000	0.473	0.6296	8					
84	1	1	1	10	2	41.297	2.18435	14502	15237	199.6322	0.0000	0.984	0.4396	8					
85	2	0	0	14	1	41.405	2.18435	7199	7530	199.6322	0.0000	0.984	0.4382	8					
86	2	0	0	14	2	41.474	2.17544	626	604	513.1458	0.0000	0.315	0.6102	2					
87	2	0	2	8	1	41.582	2.17544	307	298	513.1458	0.0000	0.315	0.6081	2					
88	2	0	2	8	2	42.022	2.14835	1440	1413	356.5504	0.0000	0.786	0.5988	4					
89	2	2	0	10	1	42.131	2.14835	710	698	356.5504	0.0000	0.786	0.5963	4					
90	1	1	0	15	1	43.537	2.07705	533	644	274.4039	0.0000	0.653	0.5569	4					
91	1	1	0	15	1	43.537	2.07702	6005	6297	122.9220	0.0000	1.204	0.4023	8					
92	2	2	0	10	2	43.650	2.07705	301	318	274.4039	0.0000	0.653	0.5531	4					
93	1	1	0	15	2	43.651	2.07702	2939	3112	122.9220	0.0000	1.204	0.3998	8					
94	1	0	0	18	1	43.857	2.06217	4010	4244	185.1259	0.0000	1.454	0.3951	2					
95	1	0	0	18	2	43.982	2.06217	2011	2098	185.1259	0.0000	1.454	0.3924	2					
96	1	1	1	12	1	44.488	2.03482	33657	30280	298.2128	0.0000	1.031	0.3801	8					
97	1	1	1	12	2	44.604	2.03482	16588	14964	298.2128	0.0000	1.031	0.3771	8					
98	2	1	1	13	1	45.315	1.99956	326	315	174.6386	0.0000	0.431	0.4832	8					
99	2	1	1	13	2	45.434	1.99956	162	156	174.6386	0.0000	0.431	0.4770	8					
100	2	0	2	10	1	45.826	1.97845	552	537	265.2166	0.0000	0.652	0.4553	4					
101	2	0	2	10	2	45.947	1.97845	270	265	265.2166	0.0000	0.652	0.4482	4					
102	2	2	2	0	1	47.341	1.91862	15406	15559	895.3484	0.0000	1.781	0.3448	4					
103	2	2	2	0	2	47.466	1.91862	7508	7588	895.3484	0.0000	1.781	0.3330	4					
104	1	2	0	0	1	47.558	1.91037	32392	33632	533.0327	0.0000	0.829	0.2670	4					
105	1	2	0	0	2	47.684	1.91037	16097	16619	533.0327	0.0000	0.829	0.2602	4					
106	2	2	2	2	1	47.738	1.90357	77	80	46.8719	0.0000	1.695	0.3049	8					
107	2	0	0	16	1	47.740	1.90351	362	373	470.2389	0.0000	0.315	0.3047	2					
108	1	2	0	2	1	47.825	1.90033	1567	1604	82.6134	0.0000	0.833	0.2523	8					
109	2	2	2	2	2	47.864	1.90357	39	39	46.8719	0.0000	1.695	0.2906	8					
110	2	0	0	16	2	47.866	1.90351	180	184	470.2389	0.0000	0.315	0.2904	2					
111	1	1	0	17	1	47.948	1.89575	9566	9768	167.5689	0.0000	1.240	0.2451	8					
112	1	2	0	2	2	47.951	1.90033	776	793	82.6134	0.0000	0.833	0.2449	8					
113	2	2	0	12	1	48.037	1.89242	20	20	58.2664	0.0000	0.565	0.2695	4					
114	1	1	1	14	1	48.040	1.89233	16534	16891	237.1711	0.0000	1.075	0.2395	8					
115	1	1	0	17	2	48.074	1.89575	4713	4827	167.5689	0.0000	1.240	0.2373	8					

115	2	2	0	12	2	48.164	1.89242	10	10	59.2664	0.0000	0.565	0.2526	4
116	1	1	1	14	2	48.167	1.89233	8160	8346	237.1711	0.0000	1.075	0.2314	8
117	1	2	0	4	1	48.619	1.87113	315	323	37.4605	0.0000	0.845	0.1992	8
118	1	2	0	4	2	48.748	1.87113	157	159	37.4605	0.0000	0.845	0.1887	8
119	2	2	2	4	1	48.916	1.86047	1398	807	163.5294	0.0000	1.487	0.0951	8
120	1	0	0	20	1	49.043	1.85595	3080	2619	164.2445	0.0000	1.454	0.1616	2
121	2	2	2	4	2	49.046	1.86047	269	489	163.5294	0.0000	1.487	0.0289	8
122	1	0	0	20	2	49.173	1.85595	357	1294	164.2445	0.0000	1.454	0.1478	2
123	1	2	0	6	1	49.921	1.82533	0	36	12.7014	0.0000	0.864	0.0614	8
124	1	2	0	6	2	50.054	1.82533	50	18	12.7014	0.0000	0.864	0.0921	8
125	2	0	2	12	1	50.167	1.81695	23	18	57.6126	0.0000	0.565	0.3029	4
126	2	0	2	12	2	50.301	1.81695	11	9	57.6126	0.0000	0.565	0.3213	4
127	2	2	2	6	1	50.833	1.79470	2467	1918	324.9615	0.0000	1.248	0.3878	8
128	2	1	1	15	1	50.835	1.79466	6	5	29.1159	0.0000	0.403	0.3880	8
129	2	2	2	6	2	50.969	1.79470	750	583	324.9615	0.0000	1.248	0.4035	8
130	2	1	1	15	2	50.970	1.79466	2	2	29.1159	0.0000	0.403	0.4036	8
131	1	2	0	8	1	51.704	1.76650	0	0	53.9069	0.0000	0.889	0.2680	8
132	1	2	0	8	2	51.842	1.76650	0	0	53.9069	0.0000	0.889	0.2784	8
133	1	1	1	16	1	51.907	1.76007	0	0	116.5653	0.0000	1.116	0.2832	8
134	1	1	1	16	2	52.046	1.76007	0	0	116.5653	0.0000	1.116	0.2933	8

*** End of job ***

Elapsed time = 4 min 8 s

--- RIETAN-94. Copyleft (C) 1994, by P. Izumi. All rights released. ---