

**PENGARUH KOMPOSISI PADA SIFAT STRUKTUR DAN
SUPERKONDUKTIVITAS Fe(Se,Te) DIPREPARASI DENGAN
METODE METALURGI SERBUK**

SKRIPSI



YULIA PUSPA DEWI

**PROGRAM STUDI S1 FISIKA
DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS AIRLANGGA
2016**

**PENGARUH KOMPOSISI PADA SIFAT STRUKTUR DAN
SUPERKONDUKTIVITAS $\text{Fe}(\text{Se},\text{F})_2$ IMPREPARASI DENGAN
METODE METALURGI SERBUK**

SKRIPSI

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains
Bidang Fisika pada Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga**

Oleh :

YULIA PUSPA DEWI
091211331007

Tanggal Lulus : 26 Juli 2016

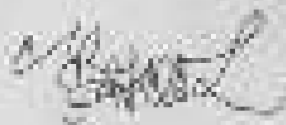
Dipangajui Oleh :

Pembimbing I



Andi Hamim Zaidan, Ph.D
NIP. 19830612001004101

Pembimbing II



M. Didiand Anand, Ph.D
NIP. 198106042004011001

LEMBAR PENGESAHAN NASKAH SKRIPSI

Judul : Pengaruh Komposisi pada Sifat Struktur dan Superkonduktivitas Fe₂Se_{1-x}Te_x Diperoleh dengan Metode Metalurgi Serbuk.

Penyusun : Yulia Puspa Dewi

NIM : 081211331007

Pembimbing I : Andi Hamza Zaidan, Ph.D

Pembimbing II : M. Ichlasul Amal, Ph.D

Tanggal Seminar : 26 Juli 2016

Ditandatangani :

Pembimbing I



Andi Hamza Zaidan, Ph.D
NIP. 19830422006041001

Pembimbing II



M. Ichlasul Amal, Ph.D
NIP. 19810604204811401

Mengetahui,

**Ketua Program Studi S1 Fisika
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Airlangga**



Dr. Mch Yasin, M.Si
NIP. 196703121991021041

PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI

Skripsi ini tidak dipublikasikan, namun tersedia di perpustakaan dalam lingkungan Universitas Airlangga, diperkenankan untuk dipakai sebagai referensi kepustakaan, tetapi pengutipan harus seizin penyusun dan harus menyebutkan sumbernya sesuai kebiasaan ilmiah. **Dokumen skripsi ini merupakan hak milik Universitas Airlangga**

SURAT PERNYATAAN TENTANG ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Yulia Puspa Dewi
NPM : 081211331007
Program Studi : Fisika
Fakultas : Sains dan Teknologi
Jenjang : Sarjana (S1)

Menyatakan bahwa saya tidak melakukan kegiatan plagiat dalam penulisan skripsi saya yang berjudul :

PENGARUH KOMPOSISI PADA SIFAT STRUKTUR DAN SUPERKONDUKTIVITAS $Pb_1-xSr_xTe_2$ DIPREPARASI DENGAN METODE METALURGI SERBUK

Apabila suatu saat nanti terbukti melakukan tindakan plagiat, maka saya akan menerima sanksi yang telah ditetapkan.

Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya

Surabaya, 25 Juli 2016



Yulia Puspa Dewi
NPM 081211331007

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang senantiasa melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga skripsi yang berjudul **“Pengaruh Komposisi pada Sifat Struktur dan Superkonduktivitas Fe(Se,Te) Dipreparasi dengan Metode Metalurgi Serbuk”** ini dapat terselesaikan dengan baik. Shalawat serta salam tetap terlimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW sebagai teladan yang baik bagi umat manusia.

Selama proses penelitian skripsi hingga proses penulisan laporan penelitian skripsi ini, penulis telah banyak mendapatkan berbagai ilmu pengetahuan, pengalaman serta pelajaran yang sangat berharga. Oleh karena itu, penulis tidak lupa mengucapkan terima kasih kepada :

1. Allah SWT, atas pertolongan dan petunjuk serta senantiasa memberikan saya kekuatan dan kesabaran dalam menyelesaikan skripsi ini.
2. Kedua orang tua, Bapak Chamim dan Ibu Lailatul Mukarromah serta kedua adik saya, Andy Rizky Amrullah dan Adrian Maulana Rizky yang memberikan doa dan semangat untuk dapat menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak Dr. Moh. Yasin, M.Si. selaku Ketua Program Studi S1 Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.
4. Bapak Siswanto, M.Si. selaku Dosen Wali penulis di Program Studi S1 Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.
5. Bapak Andi Hamim Zaidan, Ph.D. selaku Dosen Pembimbing I yang selalu meluangkan waktunya untuk berkonsultasi, memberi ilmu pengetahuan, saran dan masukan sehingga skripsi ini dapat diselesaikan.

6. Bapak M. Ikhlasul Amal, Ph.D. selaku Dosen Pembimbing II yang selalu meluangkan waktunya untuk bimbingan dan memberi ilmu pengetahuan sehingga terselesaikannya skripsi ini.
7. Ibu Dyah Hikmawati, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji I yang telah memberikan saran dan masukan sehingga terselesaikannya skripsi ini.
8. Bapak Drs. Pujiyanto, M.S. selaku Dosen Penguji 2 yang telah memberikan saran dan masukan sehingga terselesaikannya skripsi ini.
9. Bapak Dr. Agung Imaduddin selaku Ketua Peneliti bidang Superkonduktor di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, yang telah mamberikan fasilitas, waktu, serta bimbingannya sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.
10. Ibu Bintoro Siswayanti, M.Si. selaku Pembimbing Lapangan yang telah mendampingi jalannya penelitian sehingga terselesaikannya skripsi ini.
11. Seluruh Peneliti di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong terutama Bapak Sigit Dwi Yudanto, M.Si. yang telah membantu penulis dalam belajar *Software Match*, *Software ICDD*, *Software PowDLL* dan *Software KaleidaGraph*.
12. Bapak Chandra selaku Teknisi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong.
13. Bapak Bambang Sugeng selaku Teknisi *X-Ray D iffraction* (XRD) di Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) Serpong.
14. Bapak Parno selaku Teknisi *Quartz A mpoule* di Laboratorium Fisika Material, Universitas Indonesia, Depok.

15. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si. selaku Dosen Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya yang telah memberikan ilmu dalam analisis hasil *X-Ray Diffraction* (XRD).
16. Seluruh Dosen pengajar Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga yang telah memberikan bekal ilmu kepada penulis.
17. Sahabat-sahabatku Inga, Illiyin, Vina, Winda, Dewi, Arin dan Dilla serta teman-teman Program Studi S1 Fisika 2012 Universitas Airlangga.
18. Adek angkatanku Arreta Hestinola Sindilas dan Kakak angkatanku Siska Ariyani W, S.Si. yang selalu memberikan dukungan dan motivasi.
19. Seluruh warga HIMAFI (Himpunan Mahasiswa Departemen Fisika) Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga dan seluruh anggota FORMASI (Forum Mahasiswa Fisika Jawa Timur).

Penulis sangat menyadari bahwa dalam penyusunan laporan penelitian skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan. Oleh karena itu, saran dan kritik yang membangun dari semua pihak akan sangat berguna bagi penulis. Semoga laporan penelitian skripsi ini dapat menjadi pijakan penelitian selanjutnya.

Surabaya, 26 Juli 2016

Penulis,

Yulia Puspa Dewi

Yulia Puspa Dewi, 081211331007, 2016, Pengaruh Komposisi pada Sifat Struktur dan Superkonduktivitas Fe(Se,Te) Dipreparasi dengan Metode Metalurgi Serbuk. Skripsi ini dibawah bimbingan Andi Hamim Zaidan, Ph.D dan M. Ikhlasul Amal, Ph.D, Program Studi Fisika, Departemen Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga.

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian yang berjudul Pengaruh Komposisi pada Sifat Struktur dan Superkonduktivitas Fe(Se,Te) Dipreparasi dengan Metode Metalurgi Serbuk. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh parameter komposisi stoikiometri terhadap sifat struktur dan superkonduktivitas Fe(Se,Te) sehingga dapat dijadikan sebagai salah satu kandidat superkonduktor berbasis besi. Variasi komposisi stoikiometri yang digunakan adalah $Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5}$ ($x = 0.9, 1.0, 1.1, 1.2$). Bahan baku yang mengandung kemurnian Fe (90,0%) dan Se (99,0%) didopan dengan Te (99,0%) menjadi paduan (Alloy) Fe(Se,Te). Metode yang digunakan adalah metode metalurgi serbuk dengan pemaduan mekanik menggunakan *High Energy Milling* (HEM) selama 2 jam, dengan proses pengepresan (*compacting*) menjadi pelet dengan alat *Hydraulic Press* dan memasukkan pelet ke dalam *Quartz Ampoules* dan proses sintesis terakhir adalah *sintering* menggunakan *furnace* dengan *holding time* 6 jam 15 menit pada suhu 550°C. Karakterisasi yang dilakukan adalah uji *X-Ray Diffraction* (XRD), uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDX) dan uji *resistivity* pada temperatur rendah. Hasil karakterisasi XRD didapatkan analisis kualitatif semua sampel dominan fasa tetragonal β -FeSe (*space group* P4/nmm) yang merupakan fasa superkonduktor Fe(Se,Te) akan tetapi masih terdapat fasa baru seperti δ -FeSe, Fe_3O_4 dan Fe. Penambahan parameter komposisi stoikiometri Fe pada $Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5}$ ($x = 0.9, 1.0, 1.1, 1.2$) menunjukkan bahwa semakin besar komposisi Fe maka semakin dominan fasa tetragonal β -FeSe, didapatkan fasa tetragonal β -FeSe sebesar 32,67% pada sampel 1, 56,24% pada sampel 2, 63,14% pada sampel 3 dan 68,27% pada sampel 4. Analisa kuantitatif dengan SEM-EDX sampel 1 mengandung Fe 52,96 at%, Se 29,41 at% dan Te 6,58 at%. Sampel 2 mengandung Fe 53,23 at%, Se 22,66 at% dan Te 12,82 at%. Sampel 3 mengandung Fe 45,89 at%, Se 19,9 at% dan Te 12,43 at%. Sampel 4 mengandung Fe 48,07 at%, Se 20,35 at% dan Te 12,82 at%. Hasil uji *resistivity* pada temperatur rendah yang menunjukkan nilai temperatur kritis *onset* (T_c^{onset}) yakni 15,32 K pada sampel 1, 16,27 K pada sampel 2, 16,50 K pada sampel 3 dan 16,63 K pada sampel 4. Akan tetapi pada semua sampel tidak mempunyai temperatur kritis nol (T_c^{zero}).

Kata Kunci : Superkonduktor berbasis besi, Fe(Se,Te), *High Energy Milling* (HEM), metode metalurgi serbuk, suhu *sintering*, temperatur kritis.

Yulia Puspa Dewi, 081211331007, 2016, Composition Effect on Fe(Se,Te) Structure and Superconductivity are Prepared with Powder Metallurgy Method. This final assignment under guidance Andi Hamim Zaidan, Ph.D and M. Ikhlusal Amal, Ph.D, Physics Study Programs, Physics Department, Faculty of Science and Technology, Airlangga University.

ABSTRACT

The research of Composition Effect on Fe(Se,Te) Structure and Superconductivity are Prepared with Powder Metallurgy Method has been done. The purpose from this research are knowing the influence of stoichiometric composition parameters to Fe(Se,Te) structure and superconductivity so it can be iron-based superconductors candidate. The stoichiometric composition of variation that use of $Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5}$ ($x = 0.9, 1.0, 1.1, 1.2$). The ingredients have purity of Fe (90,0%) and Se (99,0%) were dopanted with Te (99,0%) into Fe(Se,Te) Alloy. The method using powder metallurgy method with mechanical integration using a High Energy Milling (HEM) for 2 hours. With compact processing (compacting) up to be pellet by means of Hydraulic Press, and the pellet entry to Quartz Ampoules and final synthesis process is a sintering using a furnace with holding time 6 hours 15 minutes at temperature 550°C. The sample has been obtained doing the characterization are the test of X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM-EDX) and resistivity at low temperatures. The XRD characterization results obtained qualitative analysis that all samples dominant tetragonal phase β -FeSe (space group $P4/nmm$) are a superconducting phase Fe(Se,Te) therefore it have the new phases such as δ -FeSe, Fe_3O_4 and Fe. The Fe stoichiometric composition parameters added at $Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$) show that Fe composition highly is dominant tetragonal phase β -FeSe, tetragonal phase β -fese obtained by 32.67% in sample 1, 56.24% in sample 2, 63.14% in samples 3 and 68.27% in samples 4. The quantitative analysis with SEM-EDX sample 1 obtained Fe 52.96 at%, Se 29.41 at% and Te 6.58 at%. Sample 2 obtained Fe 53.23 at%, Se 22.66 at% and Te 12.82 at%. Samples 3 obtained Fe 45.89 at%, Se 19.9 at% and Te 12.43 at%. Sample 4 obtained Fe 48.07 at%, Se 20.35 at% and Te 12.82 at%. The resistivity test results at low temperatures showed value of the onset critical temperature (T_c^{onset}) is 15.32 K on samples 1, 16.27 K on sample 2, 16.50 K on samples 3 and 16.63 K on samples 4. Therefore the all of samples don't have zero critical temperature (T_c^{zero}).

Key Word : iron-based superconductors, Fe(Se,Te), High Energy Milling (HEM), powder metallurgy method, sintering temperature, critical temperature.

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PERNYATAAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
PEDOMAN PENGGUNAAN SKRIPSI	iv
SURAT PERNYATAAN TENTANG ORISINALITAS	v
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	ix
ABSTRACT	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xviii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Batasan Masalah.....	6
1.4 Tujuan Penelitian	6
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Superkonduktor	8
2.1.1 Karakteristik Superkonduktor	10
2.1.2 Tipe-tipe Superkonduktor	18
2.2 Mekanisme Pasangan Elektron Superkonduktor Berbasis Besi..	20
2.2.1 Struktur Pita	20
2.2.2 Interaksi Elektron	23
2.2.3 Interaksi Elektron-Hole.....	24
2.3 Superkonduktor FeSe	25
2.4 Efek Dopan (<i>Doping Effect</i>)	29
2.5 Paduan Logam (<i>Alloy</i>).....	35
2.6 Metalurgi Serbuk.....	36

2.7 Pemaduan Mekanik (<i>Mechanical Alloying</i>).....	38
2.8 <i>Sintering</i>	40
2.9 Karakterisasi Superkonduktor Fe(Se,Te).....	42
2.9.1 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	42
2.9.2 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	44
2.9.3 <i>Resistivity</i> Pada Temperatur Rendah.....	47
2.10 Aplikasi Superkonduktor	50
BAB III METODE PENELITIAN	53
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	53
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	54
3.2.1 Bahan-bahan Penelitian.....	54
3.2.2 Peralatan Penelitian.....	55
3.3 Variabel Penelitian	56
3.4 Prosedur Sintesis Sampel	57
3.4.1 Perhitungan Komposisi Material.....	59
3.4.2 Penyusunan (<i>Compounding</i>).....	61
3.4.3 Pemvakuman dan Mengaliri Gas Argon (Ar) pada <i>Vial</i> <i>Milling</i>	62
3.4.4 Pencampuran (<i>Blending</i>).....	64
3.4.5 Penekanan (<i>Compacting</i>)	65
3.4.6 Pemasukkan Pelet ke dalam <i>Quartz Ampoules</i>	66
3.4.7 <i>Sintering</i>	68
3.5 Karakterisasi.....	70
3.5.1 Uji <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	71
3.5.2 Uji <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	74
3.5.3 Uji <i>Resistivity</i> pada Temperatur Rendah.....	75
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	79
4.1 Sintesis	79
4.2 Karakterisasi.....	84
4.2.1 Hasil Uji <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	84
4.2.2 Hasil Uji <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	105
4.2.3 Hasil Uji <i>Resistivity</i> pada Temperatur Rendah	115

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	124
5.1 Kesimpulan	124
5.2 Saran.....	125
DAFTAR PUSTAKA	126

DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul Gambar	Halaman
Gambar 2.1	Grafik suhu kritis terhadap tahun penemuan	9
Gambar 2.2	Interdependensi dari temperatur (T), medan magnet (B), dan kepadatan arus listrik (J)	11
Gambar 2.3	Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur bahan superkonduktor	12
Gambar 2.4	Ilustrasi pasangan cooper bergerak melalui kisi	13
Gambar 2.5	Ilustrasi pasangan cooper melalui interaksi <i>phonon</i>	14
Gambar 2.6	Contoh Grafik hubungan antara resistansi terhadap suhu	15
Gambar 2.7	Efek <i>Meissner</i>	16
Gambar 2.8	Perbandingan sifat magnetik pada keadaan normal superkonduktor (a) tipe I dan (b) tipe II	19
Gambar 2.9	Struktur pita diperoleh dengan LDA	22
Gambar 2.10	Sepuluh 3d orbital Wannier	23
Gambar 2.11	Interaksi multiorbital elektron-elektron	23
Gambar 2.12	Spin RPA dan konfigurasi statis berputar	25
Gambar 2.13	Struktur kristal superkonduktor FeSe	27
Gambar 2.14	Diagram fase biner Fe-Se	28
Gambar 2.15	Grafik ketergantungan suhu terhadap resistivitas FeSe dan FeTe	31
Gambar 2.16	Diagram fase dari $Fe_{1+d}Te_{1-x}Se_x$ dengan tinggi rendahnya komposisi Se	32
Gambar 2.17	Pengaruh konten dopan Te pada kisi-kisi dan temperatur kritis	33
Gambar 2.18	Skema difraksi sinar-X oleh atom dalam Kristal	43
Gambar 2.19	Prinsip kerja <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	45
Gambar 2.20	Skema pengukuran <i>resistivity</i> memakai metoda FPP	49
Gambar 2.21	(a) HTS kabel transmisi listrik, (b) daya grid superkonduktor di Albany, New York and (c) SMES	51
Gambar 3.2	Diagram alir sintesis sampel	57

Gambar 3.3	Dimensi Ukuran Pelet.....	59
Gambar 3.4	Neraca Digital.....	62
Gambar 3.5	Pemvakuman dan mengalirkan Gas Argon (Ar) pada <i>vial milling</i>	63
Gambar 3.6	(a) <i>High Energy Milling</i> (HEM), (b) <i>vial</i> dan <i>ball-milling</i>	65
Gambar 3.7	Mesin kompaksi hidrolik (<i>Hydraulic Press</i>), (b) cetakan pelet (<i>dyse</i>).....	66
Gambar 3.8	<i>Quartz ampoule</i>	67
Gambar 3.9	Pemvakuman dan mengalirkan Gas Argon (Ar) ke dalam <i>quartz ampoule</i>	68
Gambar 3.10	<i>Furnace</i>	69
Gambar 3.11	Grafik proses <i>sintering</i>	70
Gambar 3.12	Sampel pada <i>sample holder</i>	71
Gambar 3.13	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	73
Gambar 3.14	<i>Auto Fine Coater</i>	74
Gambar 3.15	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	75
Gambar 3.16	Sampel pada <i>holder pcb</i>	76
Gambar 3.17	(a) <i>Cryogenic magnet</i> ,(b) <i>Circulation pump</i> ,(c) Kompresor gas Helium,(d) <i>Temperature and magnet controller</i>	78
Gambar 4.1	Hasil Fe(Se,Te) sesudah di- <i>milling</i>	80
Gambar 4.2	(a) Pelet variasi 1, (b) Pelet variasi 2, (c) Pelet variasi 3, (d) Pelet variasi 4.....	82
Gambar 4.3	Pelet didalam <i>quartz ampoule</i>	83
Gambar 4.4	Hasil uji XRD sampel $Fe_{0.9}Se_{0.5}Te_{0.5}$	85
Gambar 4.5	Hasil uji XRD sampel $Fe_{1.0}Se_{0.5}Te_{0.5}$	89
Gambar 4.6	Hasil uji XRD sampel $Fe_{1.1}Se_{0.5}Te_{0.5}$	92
Gambar 4.7	Hasil uji XRD sampel $Fe_{1.2}Se_{0.5}Te_{0.5}$	95
Gambar 4.8	Perbandingan pola difraksi sinar-x semua sampel Fe(Se,Te)	98
Gambar 4.9	Perbandingan puncak hasil Fe(Se,Te) terhadap hasil puncak pada literatur.	99
Gambar 4.10	Pola difraksi sinar-x puncak tertinggi sampel Fe(Se,Te).....	101
Gambar 4.11	Hasil uji SEM perbesaran 500X	105

Gambar 4.12 Grafik Perbandingan komposisi massa teoritis dengan hasil massa EDX pada perbesaran 500X	107
Gambar 4.13 Grafik perbandingan persentase atomik teoritis dengan persentase atomik EDX pada perbesaran 500X	110
Gambar 4.14 Hasil uji SEM perbesaran 3.000X	113
Gambar 4.15 Hasil <i>mapping</i> $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ pada perbesaran 3.000X	114
Gambar 4.16 Grafik hubungan antara resistivity terhadap perubahan suhu pada suhu 300 K – 1,5 K.....	116
Gambar 4.17 Grafik hubungan antara resistivity terhadap perubahan suhu pada suhu 25 K – 1,5 K.....	120
Gambar 4.18 Normalisasi Grafik uji <i>resistivity</i> pada temperatur rendah ...	122
Gambar 4.19 Kurva perbandingan resistivity sampel 1 hingga sampel 4 ..	123

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul Tabel	Halaman
Tabel 2.1	Titik lebur dan titik didih unsur Fe, Se dan Te.....	41
Tabel 3.1	Variasi komposisi sampel.....	59
Tabel 3.2	Massa Fe(Se,Te) sampel 1.....	61
Tabel 3.3	Massa Fe(Se,Te) yang dibutuhkan masing-masing sampel	61
Tabel 4.1	Perbandingan massa awal sebelum <i>milling</i> dan massa akhir sesudah <i>milling</i>	81
Tabel 4.2	Data hasil pencarian puncak yang teridentifikasi sebagai fasa β -FeSe dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	86
Tabel 4.3	<i>Entrydatabase</i> analisa kualitatif sampel $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	88
Tabel 4.4	Data hasil pencarian puncak yang teridentifikasi sebagai fasa β -FeSe dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	89
Tabel 4.5	<i>Entrydatabase</i> analisa kualitatif sampel $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	91
Tabel 4.6	Data hasil pencarian puncak yang teridentifikasi sebagai fasa β -FeSe dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	92
Tabel 4.7	<i>Entrydatabase</i> analisa kualitatif sampel $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	94
Tabel 4.8	Data hasil pencarian puncak yang teridentifikasi sebagai fasa β -FeSe dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	95
Tabel 4.9	<i>Entrydatabase</i> analisa kualitatif sampel $\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	97
Tabel 4.10	Perbandingan fraksi volume semua sampel Fe(Se,Te)	100
Tabel 4.11	Hasil perhitungan derajat kristalinitas 3 puncak tertinggi.....	103
Tabel 4.12	Rata-rata derajat kristalinitas dan derajat amorf pada 3 puncak tertinggi Fe(Se,Te)	104
Tabel 4.13	Perbandingan persentase komposisi massa teoritis (wt%) sampel dengan persentase komposisi massa EDX (wt%)	106
Tabel 4.14	Perbandingan persentase atomik teoritis (wt%) sampel dengan persentase atomik EDX (wt%).....	109
Tabel 4.15	Perbandingan mol secara teoritis terhadap mol hasil EDX.....	111
Tabel 4.16	Hasil uji <i>resistivity</i> pada temperatur rendah	120

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan massa Fe(Se,Te) yang dibutuhkan masing-masing sampel

Lampiran 2. Dokumentasi kegiatan penelitian

Lampiran 3. Hasil uji *X-Ray Diffraction* (XRD)

Lampiran 4. Hasil uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Lampiran 5. Hasil uji *Resistivity* pada Temperatur Rendah

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Heike Kamerlingh Onnes menemukan bahan superkonduktor pada tahun 1911. Seiring dengan perkembangan teknologi, penemuan superkonduktor tersebut memberikan peluang aplikasi sangat luas yang mengacu pada efisiensi energi serta biaya dalam jangka lama. Superkonduktor menjadi kajian menarik bagi para peneliti, hal tersebut disebabkan bahan superkonduktor mempunyai sifat menolak medan magnet dan resistivitasnya nol pada suhu di bawah temperatur kritis (T_c). Aplikasi bahan superkonduktor suhu rendah dibidang energi meliputi sistem kabel transmisi daya (*transmission cable system*) (L. Rostila, 2006), sistem penyimpanan energi magnetik (*superconducting magnetic energy storage system*) (P.Tixador, 2010) dan peralatan sensor *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) *spectrometer*.

Superkonduktor merupakan suatu material yang tidak memiliki hambatan ($R=0$) dan diamagnetisme sempurna (efek Meissner) ketika di bawah suatu nilai suhu tertentu, sehingga dapat menghantarkan arus listrik tanpa kehilangan daya sedikitpun (Rusdi, 2010). Suatu superkonduktor dapat berupa konduktor, semikonduktor ataupun isolator pada suhu ruang. Suhu dimana terjadi perubahan sifat konduktivitas menjadi superkonduktor disebut dengan temperatur kritis (T_c) (Ismunandar & C. Sen, 2004). Dilihat dari temperatur kritis (T_c), bahan superkonduktor dibagi menjadi 2 kategori, pertama yaitu *Low Temperature Superconductors* (LTS) atau superkonduktor suhu rendah dengan T_c lebih rendah

dari Nitrogen yaitu $T_c < 77$ K, dan kategori kedua yaitu *High Temperature Superconductors* (HTS) atau superkonduktor suhu tinggi dengan $T_c > 77$ K.

Pada superkonduktor arus yang dihasilkan berlawanan dengan medan magnet, sehingga medan magnet tersebut tidak dapat menembus material superkonduktor. Hal ini terjadi karena superkonduktor menghasilkan medan magnet dalam bahan yang berlawanan arah dengan medan magnet luar yang diberikan, fenomena ini disebut sebagai diamagnetisme sempurna (efek Meissner) (Rusdi, 2010). Bahan magnetik seperti Besi tidak bisa digunakan sebagai material superkonduktor karena mempunyai arus searah dengan medan magnet, namun dengan penemuan yang dilakukan oleh Kamihara *et al* pada tahun 2008, Besi dapat digunakan sebagai material superkonduktor. Salah satu superkonduktor berbasis Besi (Fe) adalah superkonduktor FeSe. Sebagian besar superkonduktor FeSe memiliki temperatur kritis *onset* (T_c^{onset}) sebesar 8 K (Hsu F. C. *et al*, 2008) dengan memiliki struktur kristal Tetragonal β -FeSe. Meskipun superkonduktor FeSe memiliki T_c yang tidak setinggi superkonduktor FeAs, superkonduktor FeSe memiliki banyak keuntungan antara lain superkonduktor FeSe tidak mengandung elemen arsenik beracun, memiliki struktur kristal yang sederhana sehingga lebih mudah dipelajari, superkonduktor FeSe memiliki anisotropi rendah, medan ireversibilitas yang tinggi, medan kritis yang tinggi dan sifat mekanik yang lebih baik.

Dalam superkonduktor FeSe ada beberapa parameter yang harus diperhatikan untuk mendapatkan jenis struktur kristal tetragonal β -FeSe. Parameter mengendalikan superkonduktivitas secara umum dikendalikan oleh dua parameter utama yang terdiri dari sifat intrinsik seperti T_c dan mikrostruktur

(batas butir dan pengotor), dan sifat ekstrinsik seperti rapat arus kritis (J_c). Komposisi stoikiometri merupakan parameter yang paling berpengaruh dalam struktur superkonduktor (T. Mousavi, 2014). Sampel dengan komposisi Fe rendah ($x < 1$) pada $Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5}$ menunjukkan T_c tambahan (Chen *et al*, 2014). Parameter lain yang menentukan kondisi optimum dari superkonduktor adalah waktu dan temperatur pemanasan, temperatur yang tepat akan didapatkan superkonduktor FeSe struktur kristal Tetragonal β -FeSe, jika temperatur pemanasan terlalu tinggi akan terdapat fase-fase pengotor. Oleh karena itu, sulit untuk membentuk murni β -FeSe menggunakan metode suhu tinggi, sehingga penentuan komposisi stoikiometri Fe dan penentuan temperatur pemanasan yang tepat sangat berpengaruh dalam pembuatan superkonduktor.

Dalam metalurgi (ilmu pengkajian logam) pembuatan paduan material (alloy) dimaksudkan untuk memperbaiki atau menghubungkan beberapa sifat material sehingga diperoleh paduan yang mempunyai keunggulan tertentu. Bahan superkonduktor dapat dipadu dengan dopan untuk meningkatkan T_c , adapun dopan adalah menambahkan atau mensubstitusi atom-atom dopan ke dalam atom-atom asli superkonduktor. Superkonduktor Fe(Se,Te) menunjukkan bahwa T_c^{onset} mencapai maksimum 15,2 K setelah disubstitusi dengan Te (Yeh *et al*, 2008). Yeh *et al* menjelaskan bahwa pemberian dopan Te dalam FeSe mempengaruhi perubahan struktural dan peningkatan T_c .

Penelitian sebelumnya dilakukan oleh Sudesh *et al*, pada tahun 2012 mensintesis superkonduktor menggunakan metode pemaduan mekanik dengan komposisi stoikiometri $Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5}$ ($x = 0,95, 1,00, 1,05$ dan $1,10$) dan diperoleh hasil T_c^{onset} secara berurutan sebesar 10,0 K, 12,4 K, 12,3 K dan 11,7 K. Pada

tahun 2013, Sala *et al* mensintesis superkonduktor dengan variasi komposisi stoikiometri $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,97, 0,98, 0,99, 1,00$) dan diperoleh hasil T_c^{onset} sebesar 13,3 K pada semua variasi. Sudesh *et al* dan Sala *et al* melaporkan tidak ada pengaruh antara superkonduktivitas terhadap variasi komposisi stoikiometri Fe. Pada tahun berikutnya 2014, Zhuang *et al* mensintesis superkonduktor dengan komposisi stoikiometri $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,8, 0,9, 1,0$) dan diperoleh hasil T_c^{onset} secara berurutan sebesar 21 K, 19 K dan 16 K. Zhuang *et al* melaporkan bahwa dengan meningkatnya kadar Fe didapatkan temperatur kritis (T_c) yang lebih rendah dibandingkan dengan yang mempunyai kadar Fe rendah. Ketiga penelitian tersebut terbukti bahwa pengaruh dari komposisi kadar Fe pada superkonduktivitas masih belum jelas. Atas dasar latar belakang tersebut, pada penelitian ini dilakukan kajian untuk mengetahui pengaruh komposisi Fe pada sifat struktur dan superkonduktivitas $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dipreparasi dengan metode metalurgi serbuk.

Pada penelitian kali ini menggunakan material dengan kemurnian Fe (90,0%) dan Se (99,0%) didopan dengan Te (99,0%) menjadi paduan (Alloy) $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dengan dengan variasi komposisi stoikiometri $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$), rasio Se/Te adalah 1:1. Metode yang digunakan dalam sintesis superkonduktor $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dalam penelitian ini adalah metode metalurgi serbuk dengan pemaduan mekanik menggunakan *High Energy Milling* (HEM) dan dilanjutkan dengan proses pengepresan (*compacting*) menjadi pelet dengan alat *Hydraulic Press*, selanjutnya di *sintering* dengan menggunakan *furnace* untuk menjadi padatan (*Dense Alloys*). Metode ini digunakan karena sederhana dan

menghasilkan produk yang baik serta lebih efisien karena tidak ada material yang terbuang selama proses.

Sampel yang sudah berhasil disintesis, dikarakterisasi dengan uji *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan fasa-fasa yang terbentuk dari sampel, uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsur dari sampel, dan uji *resistivity* pada temperatur rendah untuk analisa temperatur kritis (T_c) dari sampel. Sintesis dan karakterisasi superkonduktor Fe(Se,Te) ini diharapkan untuk mengetahui sejauh mana pengaruh variasi komposisi stoikiometri pada sifat struktur dan superkonduktivitas Fe(Se,Te). Superkonduktor berbasis besi merupakan fenomena baru dari superkonduktivitas suatu material superkonduktor di mana pada umumnya besi diketahui merupakan material bersifat konduktor yang baik. Dengan berbagai kondisi dan penambahan unsur-unsur baru dapat dihasilkan suatu material yang memiliki superkonduktivitas yang baik. Adanya fenomena ini, tidak menutup kemungkinan suatu saat nanti akan tercipta material baru yang berbahan baku ekonomis dan juga memiliki sifat superkonduktivitas yang baik.

1.2 Rumusan Masalah

Dari latar belakang yang telah diuraikan di atas, dapat dibuat rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi komposisi terhadap fasa-fasa yang terbentuk dan morfologi permukaan superkonduktor Fe(Se,Te) melalui uji XRD dan uji SEM?

2. Bagaimana pengaruh variasi komposisi pada sifat superkonduktivitas Fe(Se,Te) melalui uji *resistivity* pada temperatur rendah?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Material superkonduktor yang digunakan adalah Fe (90,0%) dan Se (99,00%) didopan dengan Te (99,00%), variasi komposisi stoikiometri sampel adalah $Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$), dengan rasio stoikiometri Se/Te adalah 1:1.
2. Sintesis yang digunakan pada Fe(Se,Te) menggunakan metode metalurgi serbuk.
3. Karakterisasi superkonduktor Fe(Se,Te) ini menggunakan uji XRD untuk mengetahui struktur kristal dan fasa-fasa yang terbentuk dari sampel, uji SEM untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsur dari sampel, dan uji *resistivity* pada temperatur rendah untuk analisa temperatur kritis (T_c).

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui pengaruh variasi komposisi terhadap fasa-fasa yang terbentuk dan morfologi permukaan superkonduktor Fe(Se,Te) melalui uji XRD dan SEM.
2. Mengetahui pengaruh variasi komposisi pada sifat superkonduktivitas Fe(Se,Te) melalui uji *resistivity* pada temperatur rendah.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang seberapa besar pengaruh variasi komposisi pada sifat struktur dan superkonduktivitas Fe(Se,Te) dengan variasi komposisi stoikiometri $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$) yang dipreparasi menggunakan metode metalurgi bubuk serta hasil penelitian ini dapat dijadikan sumber informasi dan referensi untuk penelitian lanjutan dalam pembuatan superkonduktor Fe(Se,Te).

BAB II

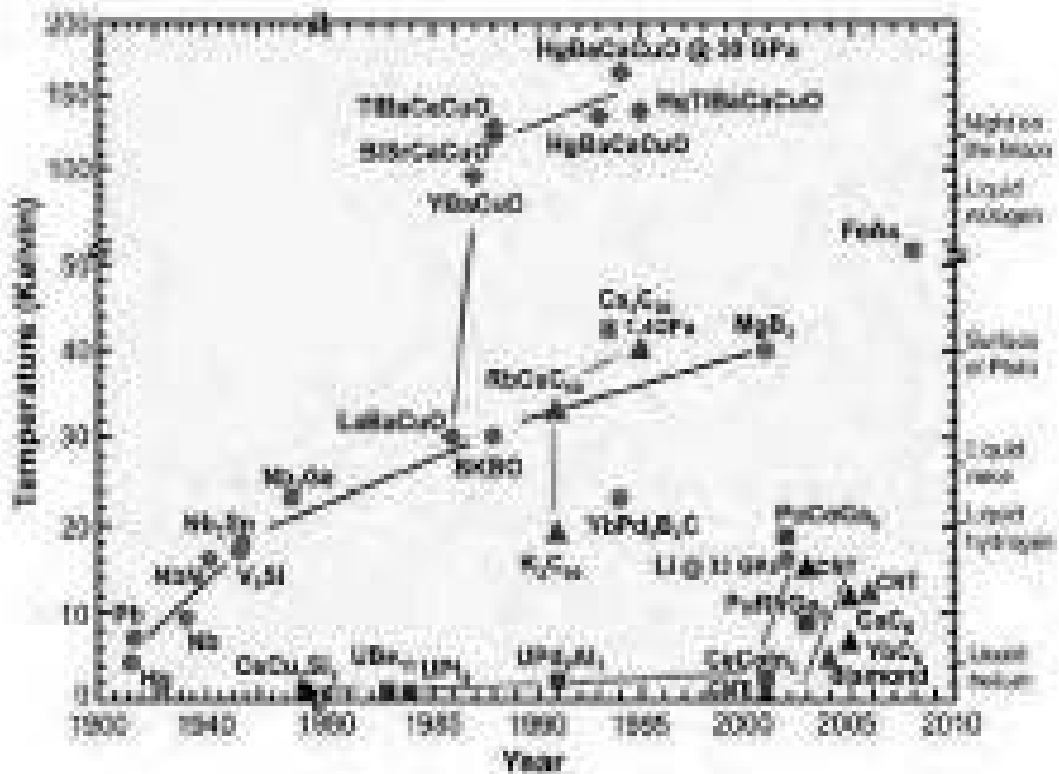
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Superkonduktor

Bahan superkonduktor merupakan material yang dapat menghantarkan arus listrik tanpa adanya hambatan, sehingga dapat mengalirkan arus listrik tanpa kehilangan daya sedikitpun (Suprihatin, 2008). Superkonduktor tidak memiliki hambatan di bawah temperatur kritis (T_c) tertentu. Pada keadaan suhu ruang, superkonduktor dapat berupa konduktor, semikonduktor ataupun insulator (Ismunandar, 2004). Dilihat dari T_c , bahan superkonduktor dibagi menjadi 2 kategori, pertama yaitu *Low T emperature S uperconductors* (LTS) atau superkonduktor suhu rendah dengan $T_c < 77$ K, dan kategori kedua yaitu *High Temperature Superconductors* (HTS) atau superkonduktor suhu tinggi dengan $T_c > 77$ K.

Bahan superkonduktor pertama kali ditemukan pada tahun 1911 oleh seorang fisikawan Belanda dari Universitas Leiden yaitu Heike Kamerlingh Onnes. Pada tanggal 10 Juli 1908, Onnes mencairkan Helium dengan cara mendinginkan hingga suhu 4 K / -269°C . Kemudian Onnes pada tahun 1911 mulai mempelajari sifat-sifat listrik dari logam pada suhu yang sangat dingin. Pada saat itu diketahui bahwa hambatan dari suatu logam akan menurun ketika didinginkan di bawah suhu ruang, tetapi belum ada yang dapat mengetahui berapa batas bawah hambatan yang dicapai ketika suhu logam mendekati 0 K atau nol mutlak (Widodo, 2009).

Tiga orang fisikawan yaitu Barden, Cooper dan Schrieffer mengajukan teori tentang superkonduktor yaitu bahwa elektron-elektron dalam superkonduktor selalu dalam keadaan berpasangan-pasangan dan seluruhnya berada dalam keadaan kuantum yang sama. Pasangan-pasangan ini disebut pasangan Cooper. Teori ini dikenal dengan nama teori BCS (Barden, Cooper dan Schrieffer) yang dikemukakan pada tahun 1957 (Pikatan, 1989). Grafik suhu kritis terhadap tahun penemuan dapat dilihat pada Gambar 2.1 sebagai berikut:



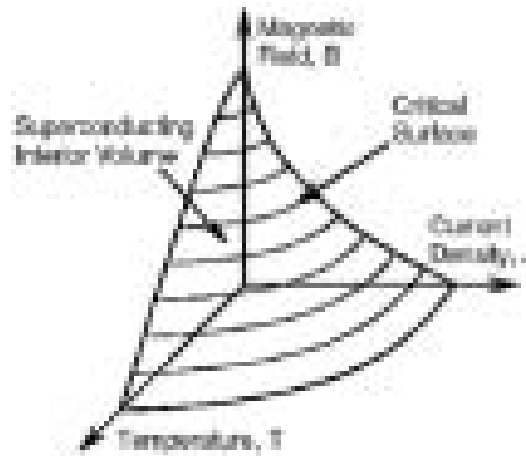
superkonduktor berbasis besi arsenik FeAs pada tahun 2008 (Kamihara Y *et al*, 2008) telah memicu banyak penelitian hingga kini.

2.1.1 Karakteristik Superkonduktor

Superkonduktivitas suatu material dapat dilihat dari sifat kelistrikan dan sifat kemagnetan bahan. Suatu bahan dapat dibedakan berdasarkan sifat konduktivitas elektrik atau resistivitasnya. Ada empat kelompok bahan berdasarkan resistivitasnya, yaitu : isolator (10^6 - 10^{20} Ω m), semikonduktor (10^{-4} - 10^6 Ω m), konduktor (10^{-8} - 10^{-4} Ω m), dan superkonduktor (nilai resistivitasnya nol) (Juhari, 2005).

a. Superkonduktivitas

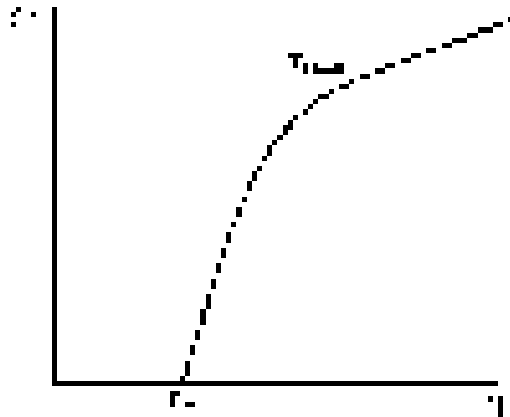
Superkonduktivitas adalah keadaan kesetimbangan termodinamika yang mempengaruhi sifat listrik dan sifat magnetik bahan. Fenomena superkonduktivitas tidak hanya ditentukan oleh T_c saja, tetapi juga ditentukan oleh dua parameter lain yakni pada kepadatan arus listrik kritis dan medan magnet kritis yang terbatas. Nilai maksimum dari temperatur (T_c), kepadatan arus listrik (J_c), dan kuat medan magnet (H_c) saling berketergantungan satu sama lain. Ketika ketiga sifat kritis, J_c , T_c , dan H_c diplot pada grafik tiga dimensi akan terbentuk sebuah permukaan yang dikenal sebagai permukaan kritis, *critical surface*, seperti terlihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Interdependensi dari temperatur (T), medan magnet (B), dan kepadatan arus listrik (J) (Flukiger, 2012).

Superkonduktivitas muncul dari interaksi yang menarik antara pasangan elektron dan interaksi dengan getaran kisi. Jika pada suhu ruang, elektron yang berada pada benda padat akan sulit terdeteksi karena kondisi ini sangat ekstrim bagi elektron, akibat tingginya suhu bagi ion yang mengeluarkan elektron, maka ion tersebut bergetar/bervibrasi dan menyebabkan sifat asli elektron yang dikeluarkan tidak mudah terdeteksi, sehingga untuk mempelajari superkonduktivitas, bahan harus diturunkan suhunya di bawah temperatur kritis bahan (Flukiger, 2012). Karakteristik signifikan superkonduktivitas adalah pengamatan resistivitas bernilai nol di bawah temperatur kritis (T_c) dibandingkan dengan logam biasa yang mempertahankan beberapa sisa resistivitas pada suhu rendah. Resistivitas dari bahan superkonduktor di keadaan normal sebanding dengan atau lebih tinggi dari resistivitas logam. Superkonduktor memiliki temperatur kritis *onset* (T_c^{onset}) dan temperatur kritis

$zero$ (T_c^{zero}). T_c^{onset} adalah titik dimana pada suhu tertentu resistivitas bahan akan turun, sedangkan T_c^{zero} adalah titik di mana pada suhu tertentu resistivitas bahan bernilai 0 (nol). Berikut merupakan hubungan resistivitas terhadap temperatur bahan superkonduktor terdapat pada Gambar 2.3.

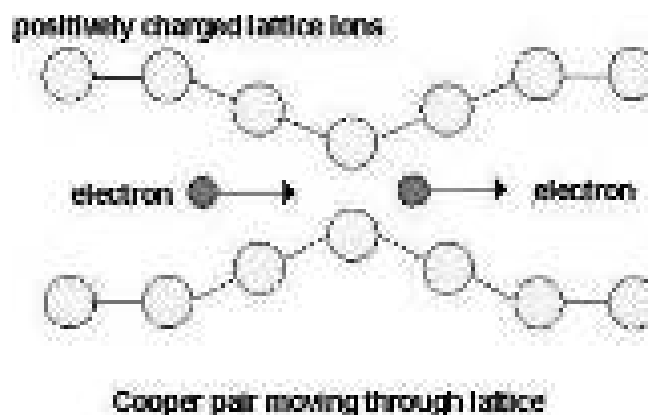


Gambar 2.3 Grafik hubungan resistivitas terhadap temperatur bahan superkonduktor.

b. Sifat kelistrikan superkonduktor

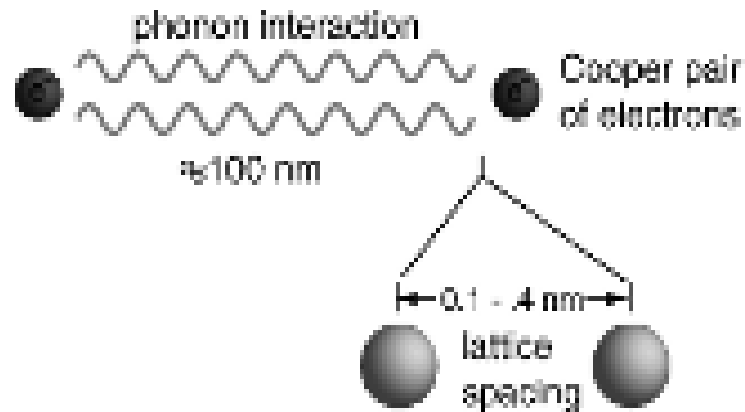
Bahan logam tersusun dari kisi-kisi dan basis serta elektron bebas. Ketika medan listrik diberikan pada bahan, elektron akan mendapat percepatan. Medan listrik akan menghamburkan elektron ke segala arah dan menumbuk atom-atom pada kisi. Hal ini mengakibatkan adanya hambatan listrik pada logam konduktor. Pada bahan superkonduktor terjadi juga interaksi antara elektron dan inti atom. Namun elektron dapat melewati inti tanpa mengalami hambatan dari atom kisi. Efek ini dapat dijelaskan oleh teori BCS bahwa

elektron-elektron dalam superkonduktor selalu dalam keadaan berpasangan dan seluruhnya berada dalam keadaan kuantum yang sama. Pasangan-pasangan elektron ini disebut pasangan cooper. Ketika elektron melewati kisi, inti yang bermuatan positif menarik elektron yang bermuatan negatif dan mengakibatkan elektron bervibrasi/ bergetar. Ilustrasi pasangan cooper bergerak melewati kisi dapat dilihat pada Gambar 2.4 sebagai berikut:



Gambar 2.4 Ilustrasi pasangan cooper bergerak melalui kisi
(Flukiger, 2012).

Gambar 2.4 merupakan ilustrasi pasangan cooper bergerak melalui kisi. Jika ada dua buah elektron yang melewati kisi, elektron kedua akan mendekati elektron pertama karena gaya tarik dari inti atom-atom kisi lebih besar. Gaya ini akan melebihi gaya tolak-menolak antar elektron sehingga kedua elektron bergerak berpasangan. Ilustrasi pasangan cooper melalui interaksi *phonon* dapat dilihat pada Gambar 2.5 sebagai berikut:



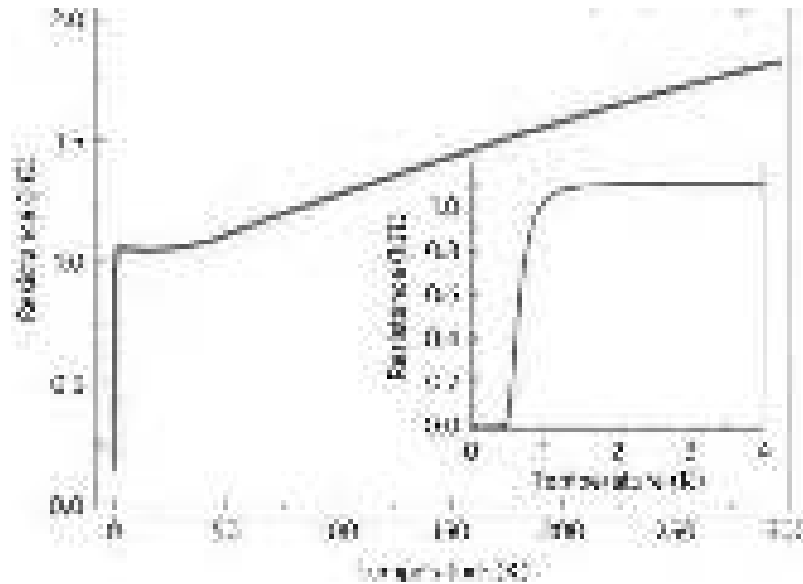
Gambar 2.5 Ilustrasi pasangan cooper melalui interaksi *phonon*

(Flukiger, 2012).

Pada Gambar 2.5 di atas merupakan ilustrasi pasangan cooper melalui interaksi phonon. Ketika elektron pertama pada pasangan cooper melewati inti atom kisi. Elektron yang mendekati inti atom kisi akan bergetar/bervibrasi memancarkan *phonon*, sedangkan elektron lainnya menyerap *phonon*. Pertukaran *phonon* ini mengakibatkan gaya tarik menarik antar elektron. Pasangan elektron ini akan melalui kisi tanpa gangguan dengan kata lain tanpa hambatan.

Pada suhu rendah, bahan superkonduktor memiliki resistivitas sama dengan nol ($\rho = 0$). Material yang diturunkan suhunya dalam nitrogen cair atau helium cair, resistivitasnya akan turun seiring dengan penurunan suhu. Pada suhu tertentu, resistivitas material akan turun secara drastis menjadi nol menyebabkan arus mengalir tanpa batas waktu dan tanpa kehilangan daya sedikitpun. Suhu dimana resistivitas material turun drastis menjadi nol ini disebut temperatur kritis (T_c), yaitu terjadi transisi dari keadaan normal ke keadaan superkonduktor (Pikatan, 1989). Dalam superkonduktor tidak ada

perbedaan tegangan yang dibutuhkan untuk mempertahankan arus. Di atas kepadatan arus, superkonduktivitas akan hilang dalam materi. Contoh Grafik hubungan antara resistansi terhadap suhu dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Contoh Grafik hubungan antara resistansi terhadap suhu

(Miguel M. *et al*, 2015).

c. Sifat kemagnetan superkonduktor

Suatu bahan dikatakan sebagai superkonduktor jika menampilkan sifat diamagnetik, yaitu medan magnet (B) sama dengan nol jika bahan diturunkan suhunya hingga di bawah T_c dan medan magnet yang diberikan tidak perlu terlalu tinggi (Sukirman dkk, 2003). Hal ini terjadi karena superkonduktor menolak fluks magnet yang mencoba memasuki bahan superkonduktor (Cyrat & Pavuna, 1992). Keadaan penolakan medan luar ini disebut diamagnetis

sempurna, sedangkan peristiwa tersebut disebut dikenal sebagai Efek *Meissner*.

Gejala efek *Meissner* pada superkonduktor dinyatakan oleh Persamaan 2.1

$$\bar{B} = \mu_0(\bar{H} + \bar{M}) = 0 \quad (2.1)$$

Dengan, \bar{B} : induksi magnet

\bar{H} : medan magnet luar

\bar{M} : magnetisasi bahan

μ_0 : permeabilitas ruang hampa

Pada bahan anisotropik linier besarnya magnetisasi adalah :

$$\bar{M} = \chi_m \bar{H} \quad (2.2)$$

dengan, χ_m : suseptibilitas magnetik

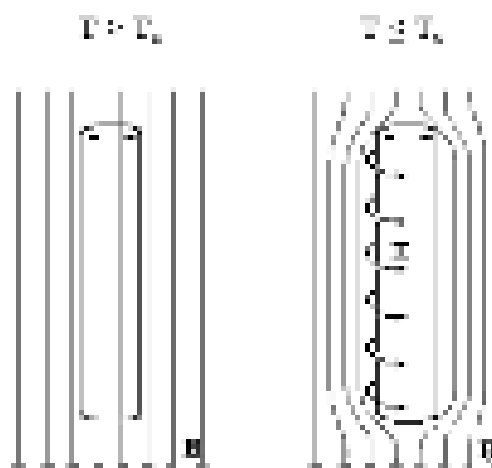
Substitusi Persamaan (2.1) ke Persamaan (2.2), maka didapat :

$$\bar{B} = \mu_0(\bar{H} + \chi_m \bar{H}) = 0$$

atau, $\chi_m = -1$ (2.3)

Keadaan suseptibilitas magnetik = -1 dinamakan keadaan diamagnetisme sempurna.

Efek *Meissner* ditunjukkan pada gambar 2.7.



Gambar 2.7 Efek *Meissner* (Cyrot & Pavuna, 1992).

Pada Gambar 2.7, ketika $T \leq T_c$ bahan superkonduktor menolak medan magnet. Sehingga apabila sebuah magnet tetap diletakkan di atas bahan superkonduktor, maka magnet tersebut akan melayang seperti ditunjukkan pada Gambar 2.7 Jadi kerentanan magnetnya (*susceptibility*) $\chi = -1$, sedangkan konduktor biasa memiliki kerentanan magnet $\chi = -10^{-5}$. Fenomena ini dikenal dengan nama efek Meissner. Jika bahan non superkonduktor diletakkan di atas suatu medan magnet, maka fluks magnet akan menerobos ke dalam bahan, sehingga terjadi induksi magnet di dalam bahan. Sebaliknya, jika bahan superkonduktor yang berada di bawah suhu kritisnya dikenai medan magnet, maka superkonduktor akan menolak fluks magnet yang mengenainya. Hal ini terjadi karena superkonduktor menghasilkan medan magnet dalam bahan yang berlawanan arah dengan medan magnet luar yang diberikan (Pikatan, 1989).

d. Sifat kuantum superkonduktor

Teori dasar kuantum untuk superkonduktor dirumuskan melalui teori BCS pada tahun 1957. Fungsi gelombang BCS penyusun partikel pasangan elektron. Teori BCS menjelaskan bahwa :

- Interaksi tarik menarik antar elektron dapat menyebabkan keadaan dasar terpisah dengan keadaan tereksitasi oleh energi gap.
- Interaksi antar elektron-elektron dan kisi menyebabkan adanya energi gap yang teramati. Mekanisme interaksi yang tidak langsung ini terjadi ketika satu elektron berinteraksi dengan kisi dan merusaknya. Elektron kedua memanfaatkan keuntungan dari deformasi kisi. Kedua elektron ini berinteraksi melalui deformasi kisi.

2.1.2 Tipe-Tipe Superkonduktor

Superkonduktor pada umumnya dibedakan menjadi 2 tipe, yakni superkonduktor tipe 1 dan superkonduktor tipe 2.

a. Superkonduktor tipe 1

Pada umumnya superkonduktor tipe 1 terbuat dari logam murni, seperti Hg, Pb, Nb yang masing-masing mempunyai temperatur kritis sebesar 4,2 K, 7,2 K dan 9,2 K. Unsur-unsur atau elemen tunggal lainnya yang dapat menjadi superkonduktor pada kondisi di bawah tekanan, diantaranya Si, Ge, P, As, S, Se, Sr, Sb, Te, Bi, Bo, Y, Cr, Cs, Ce, dan U.

Sifat superkonduktivitas bahan dapat kembali ke keadaan normal apabila:

- Temperatur dinaikkan melebihi temperatur kritis ($T > T_c$).
- Medan magnet dinaikkan melebihi medan magnet kritis ($H > H_c$)

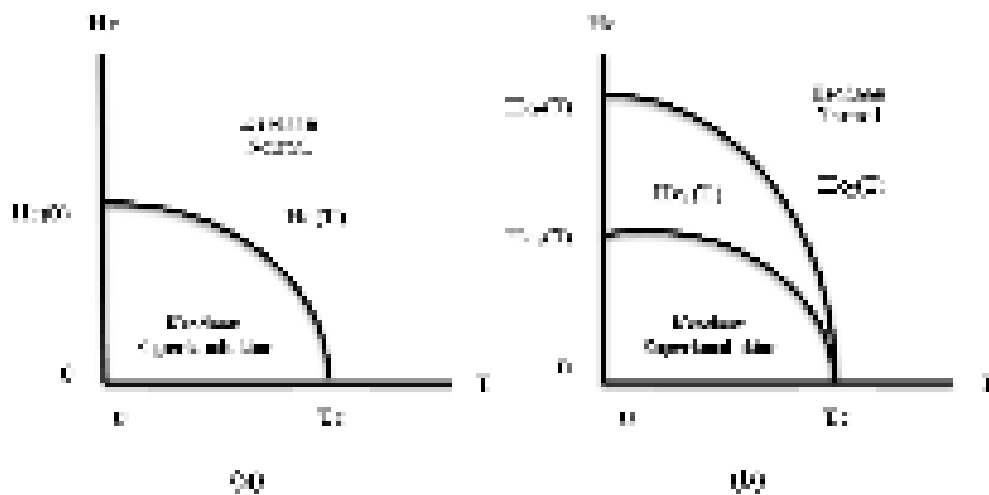
Berdasarkan harga medan magnet yang diberikan ($H > H_c$) dapat menghilangkan keadaan diamagnetik sempurna di dalam bahan superkonduktor.

b. Superkonduktor tipe II

Superkonduktor tipe II banyak dijumpai dalam bentuk campuran logam (*alloy*), diantaranya NbTi, Nb₃Sn dan Nb₃Ge, FeSe yang masing-masing mempunyai temperatur kritis sebesar 9 K, 18 K, 23 K dan 55 K. Jika dibandingkan dengan superkonduktor tipe I, maka temperatur kritis pada tipe II lebih tinggi daripada tipe I.

Pada superkonduktor tipe II ini mempunyai dua medan magnet kritis yaitu medan magnet kritis rendah H_{c1} dan medan magnet kritis tinggi H_{c2} . Pada

daerah dibawah medan magnet kritis rendah H_{c1} maka fluks magnet akan ditolak secara sempurna oleh bahan. Hal ini dapat diartikan bahwa jika harga medan magnet yang diberikan lebih kecil dari medan magnet kritis ($H < H_{c1}$) maka superkonduktor tipe II ini akan bersifat seperti superkonduktor tipe I. Pada keadaan di atas medan magnet kritis H_{c1} , sebagian fluks akan menembus keadaan interior bahan superkonduktor sampai rentang daerah medan kritis H_{c2} . Apabila $H > H_{c2}$ maka bahan akan kembali ke keadaan normal. Perbandingan sifat magnetik pada keadaan normal superkonduktor tipe I dan superkonduktor tipe II dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Perbandingan sifat magnetik pada keadaan normal superkonduktor:

(a) tipe I dan (b) tipe II (Pikatan, 1989).

Berdasarkan Gambar 2.8, superkonduktor tipe I memiliki satu nilai medan magnet kritis (H_c), sedangkan superkonduktor tipe II memiliki dua nilai medan magnet kritis (H_{c1} dan H_{c2}).

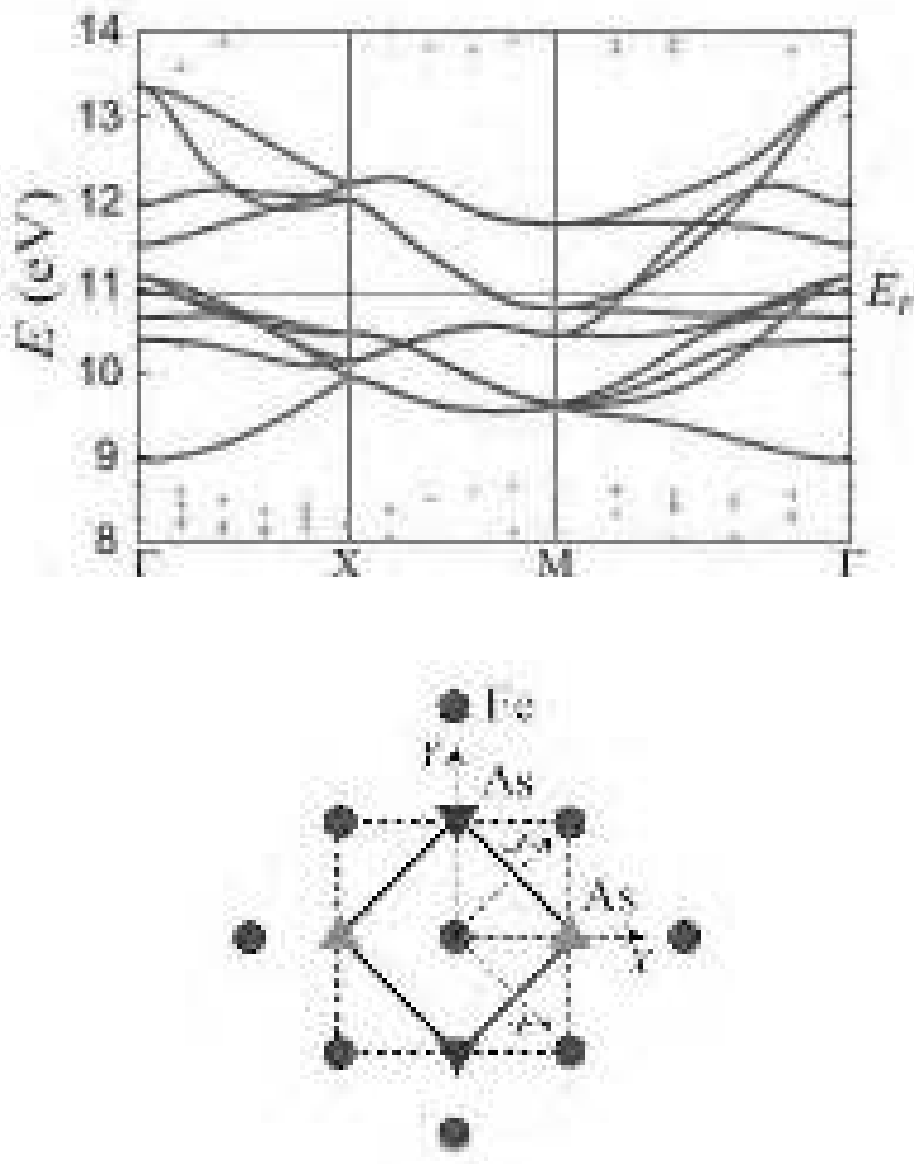
2.2 Mekanisme Pasangan Elektron Superkonduktor Berbasis Besi

2.2.1 Struktur Pita

Atom-atom dalam hampir semua zat padat kristaline, baik logam atau non-logam, terletak sangat berdekatan, sehingga elektron valensinya membentuk sistem tunggal dari elektron milik bersama dari kristal keseluruhan. Prinsip eksklusif dipatuhi oleh sistem elektron seperti itu, karena keadaan energi elektron kulit terluar dari atom-atom sedikit berubah karena terdapat interaksi. Sebagai ganti dari masing-masing tingkat energi karakteristik yang terdefiniskan secara tepat dari setiap atom individual, kristal keseluruhan memiliki pita energi yang terdiri dari banyak sekali tingkat energi terpisah yang letaknya sangat berdekatan. Karena banyaknya tingkat energi terpisah ini sama banyak dengan jumlah atom dalam kristal, pita tidak dapat dibedakan dari sebaran malar yang diizinkan untuk energi. Kehadiran pita energi, jurang (gap) yang terdapat diantaranya, dan beberapa banyak pita itu terisi elektron, tidak saja menentukan perilaku listrik suatu zat padat, tetapi juga merupakan landasan penting untuk sifat-sifat lainnya.

Secara teori untuk mengetahui efek korelasi elektron, perlu untuk mendapatkan model Hamiltonian yang benar untuk menggambarkan sifat fisiknya dalam skala energi yang relevan. Model Hamiltonian terdiri dari bagian energi kinetik dan interaksi elektron-elektron. Untuk mengetahui bahan tertentu yang diberikan, perlu menghitung struktur pita yang akurat, terutama ketika materi menunjukkan struktur pita khusus atau permukaan Fermi. Energi kinetik bagian dalam ini dapat dijelaskan oleh kekuatan yang mengikat struktur pita di sekitar level Fermi yang diperoleh dari perhitungan prinsip-prinsip pita.

Salah satu model yang mengikat kuat (bagian energi kinetik) dari LaFeAsO diadopsi dalam berbagai studi teoritis. Pertama meninjau pembuatan model ini, LaFeAsO memiliki struktur lapis tetragonal, dimana atom Fe membentuk kisi persegi di setiap lapisan, yang terjepit oleh atom As (Gambar 2.7). Karena kondisi tetrahedral dari As, ada dua atom Fe per unit sel. Struktur pita diperoleh dengan *Local Density Approximation* (LDA) menggunakan pesawat gelombang (Quantum-ESPRESSO) ditunjukkan pada Gambar 2.9. Dalam perhitungan ini, eksperimen ditentukan parameter kisi telah dipakai. Dekat tingkat Fermi, ada sepuluh pita yang berasal dari Fe 3d orbital. Ada sepuluh pita karena terdapat dua atom besi per unit sel (Kuroki, 2008). Maksimal sepuluh orbital Wannier dibangun dari pita menggunakan kode yang dikembangkan oleh Mostofi *et al.* Orbital Wannier berpusat di dua lokasi Fe di sel satuan, memiliki lima orbital simetri $d_{3Z^2-R^2}$, d_{XZ} , d_{YZ} , $d_{X^2-Y^2}$, d_{XY} seperti yang ditunjukkan gambar 2.8. (Dimana setelah $3Z^2-R^2$ akan disingkat Z^2) Disini, X, Y, Z merujuk pada sumbu sel satuan dengan dua Fe seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.10. Perlu dicatat di sini bahwa meskipun Wannier ini orbital utama terdiri dari Fe 3d orbital, mereka juga mengandung beberapa seperti 4p karena pada orbital terdapat efek hibridisasi. Dua orbital Wannier dengan sama simetri dalam setiap sel satuan yang setara dalam setiap atom Fe memiliki pengaturan yang sama dari atom sekitarnya. Oleh karena itu, dapat mengambil sel unit yang hanya berisi satu orbital (untuk masing-masing orbital yang simetri).



Gambar 2.9 Struktur pita diperoleh dengan *Local Density Approximation* (LDA)

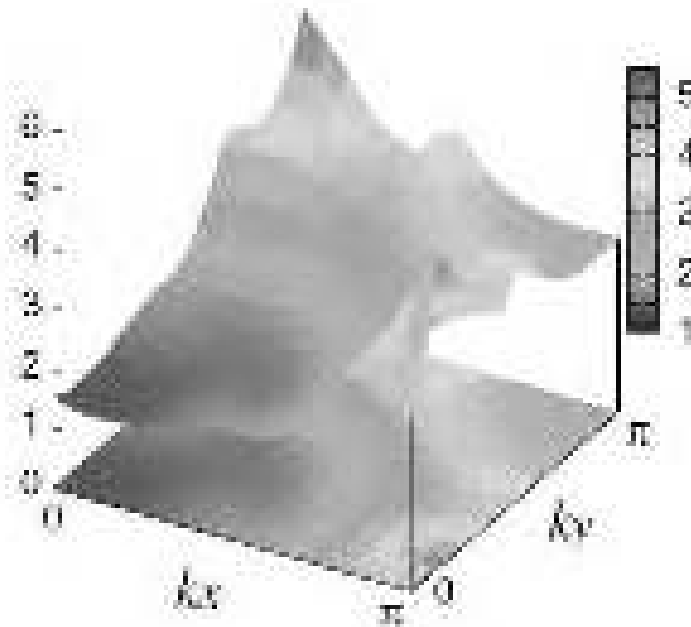
(Kuroki, 2008).

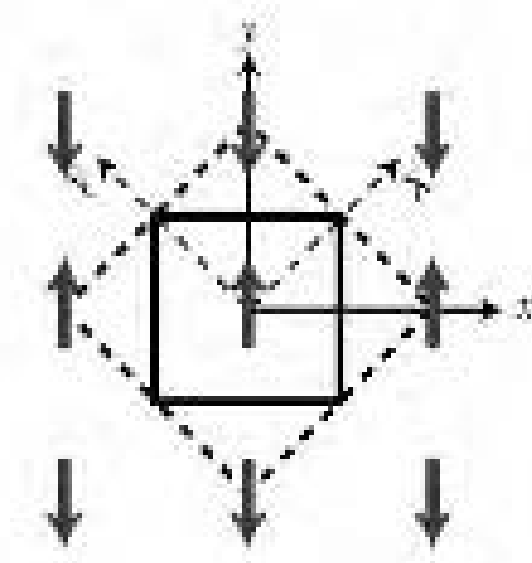
Pada Gambar 2.9 dimana $(\Delta X, \Delta Y)$ adalah vektor melompat dan μ, ν adalah label lima orbital Wannier ($\mu, \mu = 1, 2, 3, 4, \text{ dan } 5$ sesuai dengan Z^2, XZ, YZ, X^2-Y^2 dan XY , masing-masing). Energi di tempat untuk lima orbital $(\epsilon_1, \epsilon_2, \epsilon_3, \epsilon_4, \epsilon_5) = (10.75, 10.96, 10.96, 11.12, 10.62)$ eV.

nilai-nilai tertentu, dan interaksi ditentukan oleh derivatif dari energi orbital. Pendekatan lain adalah *Random Phase Approximation* (RPA), di mana Coulomb yang berinteraksi dihitung dalam teori gangguan.

2.2.3 Interaksi Elektron-Hole

Pada Gambar 2.12 menunjukkan spin RPA *suceptibility* $X_s(K)$ dari lima orbital model A di zona Brillouin. Interaksi elektron-elektron yang diambil sebagai orbital, dan nilai nilai yang dianut adalah $U = 1.2$, $U' = 0.9$, $J = J' = 0.15$ eV. Dengan mengisi pita $n = 6.1$, sesuai dengan doping 10% elektron, dan suhu $T = 0,02$ eV. Hal ini dapat dilihat bahwa ada puncak-puncak gelombang vektor $Q = (\pi, 0)$ dan $(0, \pi)$. Konfigurasi statis berputar sesuai dengan vektor gelombang $(0, \pi)$ ditunjukkan pada bagian bawah Gambar 2.12 sebagai berikut:





Gambar 2.12 Spin RPA dan konfigurasi statis berputar

(Kuroki, 2008).

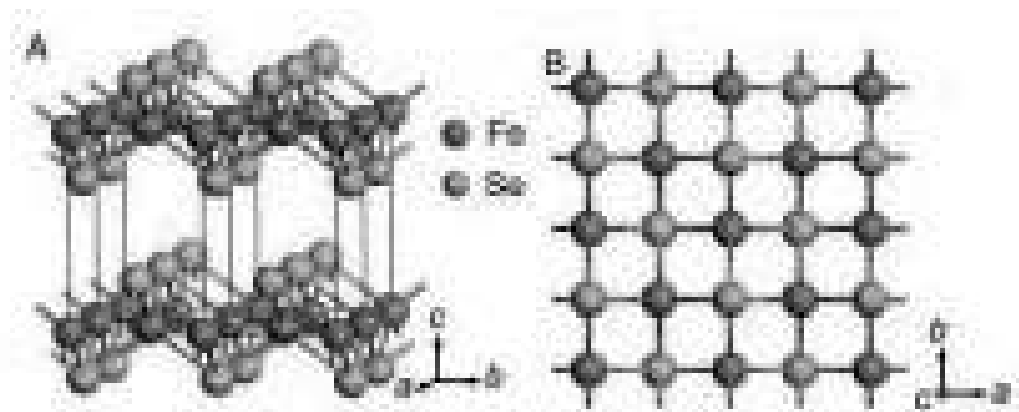
Puncak dalam *suceptibility* spin dianggap berasal dari elektron dan lubang permukaan Fermi, yang memang dipisahkan oleh vektor gelombang $(\pi, 0) / (0, \pi)$.

2.3 Superkonduktor FeSe

Superkonduktor berbasis besi ditemukan pada tahun 2008 (Kamihara Y *et al*, 2008). Penemuan superkonduktor berbasis besi tersebut memberikan dua dampak dari adanya superkonduktor berbasis besi, yaitu pertama adalah melanggar hal yang telah diterima secara luas bahwa Besi tidak bisa digunakan sebagai material superkonduktor, dengan penemuan superkonduktor berbasis besi menyebabkan terbukanya batasan dalam bahan superkonduktor. Hal ini telah menjadi jelas melalui penelitian intensif beberapa tahun terakhir bahwa besi biasa menjadi teman yang baik untuk superkonduktor. Kedua adalah memperbanyak variasi interaksi pasangan pada kandidat bahan superkonduktor. Superkonduktor

berbasis besi diklasifikasikan menjadi dua. Pertama, besi *pnictides* yang mengandung zat besi dan *pnictogen* (Elemen dari golongan VA dalam tabel periodik, terutama Fosfor dan Arsenik). Kedua, besi *chalcogenides* yang mengandung zat besi dan *chalcogen* (Elemen dari golongan VIA dalam tabel periodik, terutama Selenium dan Telurium). Penemuan yang paling baru ditemukan dari superkonduktor berbasis besi *chalcogenides* yang terkenal adalah fase '11'. Superkonduktor berbasis besi ini terdiri dari FeS, FeSe dan FeTe (Hsu, 2008). Semua superkonduktor berbasis besi *chalcogenides* memiliki struktur kristal tetragonal seperti pada Gambar 2.13.

FeSe ditemukan menjadi superkonduktor oleh Hsu *et al* pada tahun 2008 (Hsu, 2008) dengan temperatur kritis (T_c) 8K. FeSe memiliki struktur kristal PbO, yang terdiri dari tumpukan lapisan Fe_2Se_2 yang dikoordinasikan dalam bentuk tetragonal. Superkonduktor FeSe memiliki struktur yang sederhana sehingga mudah dipelajari di antara senyawa-senyawa lain. Studi teoritis menunjukkan kesamaan dalam sifat elektronik superkonduktor berbasis besi *chalcogenides* (FeS, FeSe dan FeTe). Superkonduktor FeSe memiliki struktur yang sederhana dan kemudahan proses pembuatan (Hsu, 2008). Meskipun suhu transisi superkonduktor berbasis besi *chalcogenides* tidak setinggi superkonduktor berbasis besi *pnictides*, besi *chalcogenides* memiliki beberapa keuntungan. Pertama, ia tidak mengandung elemen Arsenik beracun. Kedua, memiliki struktur sederhana sehingga mudah dipelajari. Hal ini juga lebih mudah untuk mempelajari mekanisme superkonduktivitas. FeSe mempunyai sistem sederhana yang mudah dipelajari dibandingkan dengan superkonduktor berbasis *cuprates*. Struktur kristal dari FeSe dapat dilihat pada Gambar 2.13 sebagai berikut.



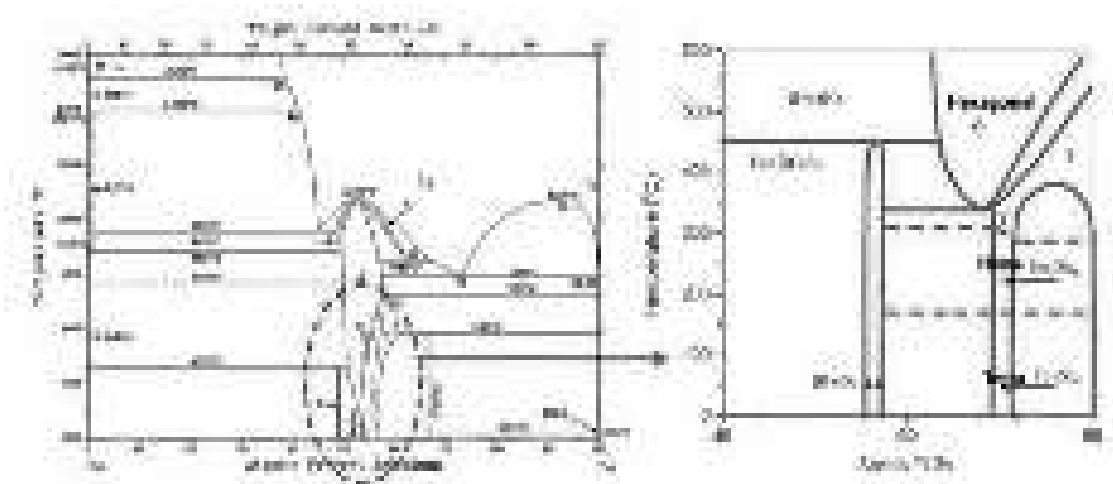
Gambar 2.13 Struktur kristal superkonduktor FeSe (Hsu, 2008).

Gambar 2.13 di atas merupakan struktur kristal superkonduktor FeSe dengan struktur tetragonal, dimana $a = b < c$. Parameter pengendali superkonduktivitas dari FeSe secara umum terdapat dua parameter utama. Pertama, yang mempengaruhi struktur dan sifat intrinsik superkonduktor seperti T_c dan mikrostruktur (misalnya batas butir dan pengotor). Kedua, yang mengendalikan sifat ekstrinsik seperti rapat arus kritis (J_c). Komposisi stoikiometri merupakan parameter yang paling berpengaruh dalam struktur superkonduktor (T. Mousavi, 2014). Tidak seperti superkonduktor berbasis besi lainnya, FeSe menunjukkan T_c pada suhu rendah, yang memiliki korelasi yang kuat dengan simetri magnetik dan terjadinya superkonduktivitas. Mizuguchi dkk, menganggap struktur FeSe yang menjadi alasan FeSe memiliki temperatur kritis (T_c) rendah adalah transisi lebih luas dan fraksi volume superkonduktor yang lebih kecil pada FeSe dibandingkan dengan superkonduktor berbasis besi lainnya.

Diagram fase biner Fe-Se menunjukkan fase kesetimbangan sebagai berikut:

1. Jenis Tetragonal β -fase dengan rentang stabilitas yang sempit (Dari $\text{Fe}_{1.01}\text{Se}$ ke $\text{Fe}_{1.04}\text{Se}$) yang muncul di bawah 450°C .
2. Jenis NiAl heksagonal δ -fase yang stabil pada suhu tinggi.
3. NiAs jenis fase heksagonal (Fe_7Se_8) dengan kisaran keberadaan yang lebih luas yang mengubah ke tetragonal sekitar pada suhu 150°C .
4. Fase FeSe_2 dengan marcasite struktur ortorombik.

Telah dilaporkan bahwa δ -FeSe muncul sebagai fase pengotor, jika suhu pengolahan melebihi 400°C (Hsu, 2008). Oleh karena itu, sulit untuk membentuk murni β -FeSe menggunakan metode suhu tinggi. McQueen *et al* menemukan bahwa sifat superkonduktor sangat bergantung pada variasi kecil dalam kandungan Fe, dengan temperatur kritis (T_c) tertinggi 9K dicatat untuk senyawa $\text{Fe}_{1.01}\text{Se}$. Meningkatkan kandungan Fe menyebabkan penurunan drastis temperatur kritis (T_c), untuk β - $\text{Fe}_{1.02}\text{Se}$ dengan T_c 5K, dan superkonduktivitas benar-benar ditekankan untuk β - $\text{Fe}_{1.03}\text{Se}$ (McQueen, 2009). Ketergantungan temperatur kritis (T_c) pada komposisi stoikiometri ditunjukkan pada Gambar 2.14 sebagai berikut.



Gambar 2.14 Diagram fase biner FeSe (Okamoto, 1991).

Diagram 2.14 di atas merupakan diagram fase biner FeSe, diagram tersebut menunjukkan bahwa komposisi stoikiometri Se yang tepat dibutuhkan untuk terjadinya superkonduktivitas. Pada grafik fase β -FeSe murni didapatkan pada rentang 300°C - 450°C. Jika di bawah kisaran tersebut akan terbentuk fase hexagonal dominan dan di atas kisaran tersebut akan terbentuk fase δ -FeSe yang merupakan fase pengotor.

Survei literatur menunjukkan bahwa bahan polikristalin FeSe terutama memiliki dua fasa yang berbeda, yaitu β -FeSe (stabil pada suhu kamar) dan δ -FeSe (stabil pada suhu tinggi). Bersama dengan fasa ini, feromagnetik heksagonal Fe_7Se_8 , monoklin Fe_3Se_4 , Fe_3O_4 dan Fe murni sebagai fasa pengotor dapat diamati disistem ketika siklus pemanasan tidak diterapkan. Menurut hasil yang diperoleh, δ -FeSe struktur heksagonal (P63/mmc) tumbuh pada suhu tinggi sementara fasa β -FeSe tumbuh terutama selama tahap pendinginan sebagai struktur tetragonal dengan simetri kristal (P4/nmm). Baru-baru ini ditunjukkan bahwa suhu rendah fasa β -FeSe dengan mudah dapat dikelilingi oleh fasa δ -FeSe selama pendinginan dan mencegah atau mengurangi pembubaran fasa β -FeSe ke matriks utama (McQueen, 2009).

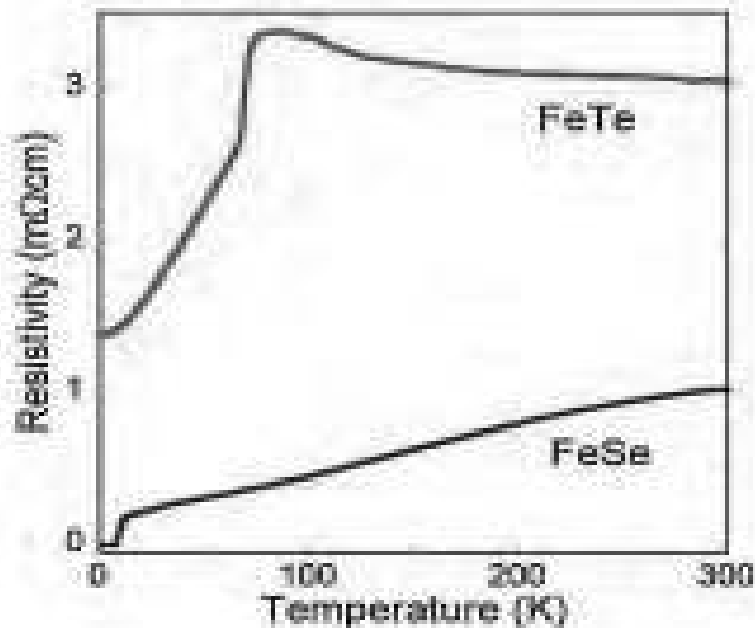
2.4 Efek Dopan (*Doping Effect*)

Dopan dapat berupa substitusi artinya mengganti atom asli di dalam superkonduktor dengan atom dopan yang ukurannya tidak jauh berbeda dengan ukuran atom aslinya atau dapat berupa penambahan artinya menambahkan atom-atom dopan ke dalam atom-atom asli superkonduktor. Superkonduktor Tc

tinggi dapat diekstensifikasi melalui substitusi khusus dari elemen-elemen tunggal.

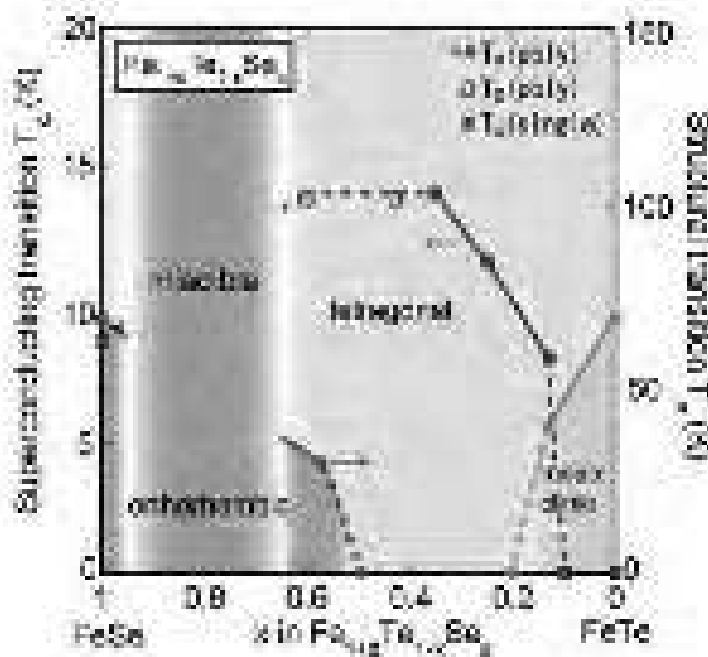
Tergantung pada komposisi unsur, proses sintesis termasuk suhu dan tekanan. Besi *chalcogenides* dapat membentuk beberapa jenis struktur kristal. Hingga kini, tiga PbO jenis senyawa *chalcogenides* biner terdiri dari FeS, FeSe, dan FeTe. FeTe adalah fase paling stabil diantara yang lain, dan *single* fase dapat disintesis dengan metode reaksi padatan (F. Gronvold, 1954). Dengan penurunan radius ion *chalcogenide*, struktur tetragonal cenderung tidak stabil. *Chalcogenide* besi biner juga dapat didopan dengan *chalcogenes* lainnya. Tc tertinggi muncul dalam $\text{FeTe}_{1-x}\text{Se}_x$ dengan x dekat dengan 0.5, yang memiliki struktur tetragonal tanpa struktur transisi dari struktur tetragonal ke orthorhombic disuhu rendah, dibanding dengan fase yang banyak mengandung Se ($0.5 \leq x \leq 1$). FeTe murni dengan transisi dari struktur tetragonal monoklinik bersama dengan penampilan jangka panjang *antiferromagnetic* (AFM) memiliki suhu rendah, tidak menunjukkan superkonduktivitas. Perhitungan teoritis disarankan stabilitas yang lebih tinggi temperatur kritis (T_c) dan kemagnetan untuk FeTe tetragonal daripada FeSe dan FeS (A. Subedi, 2008).

Superkonduktor FeSe dan FeTe memiliki sifat fisik yang sangat berbeda. Gambar 2.15 menunjukkan resistivitas vs pengukuran suhu FeSe dan FeTe. FeSe menunjukkan penurunan monoatomik resistivitas dan mempunyai temperatur kritis (T_c) Sekitar 13K. Sebaliknya, FeTe menunjukkan AFM sekitar 70K dimana resistivitas muncul dengan transisi superkonduktor (Y. Mizuguchi, 2009).



Gambar 2.15 Grafik ketergantungan suhu terhadap resistivitas FeSe dan FeTe (Y. Mizuguchi, 2009).

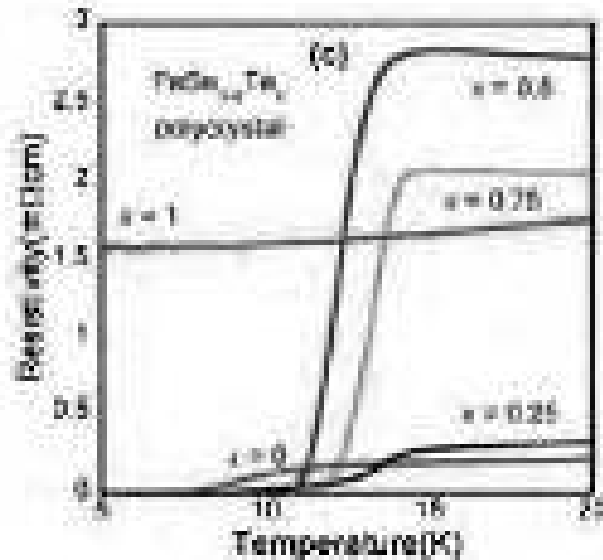
Pada Gambar 2.15 menunjukkan grafik hubungan suhu terhadap resistivitas dari FeSe dan FeTe. FeSe menunjukkan perilaku logam dengan transisi superkonduktor pada suhu rendah. Sebaliknya, FeTe pemeran AFM mempunyai temperatur kritis (T_c) sekitar 70K tanpa superkonduktivitas. Komposisi dan struktur merupakan parameter signifikan untuk mengendalikan superkonduktivitas $Fe_y(Se_{1-x}Te_x)$ seperti pada FeSe. Stoikiometri Fe (nilai y) sangat penting dalam menentukan terjadinya superkonduktivitas, dan rasio Se/Te juga penting karena langsung mempengaruhi anisotropi sel satuan (c /rasio). Diagram fase dari $Fe_{1+d}Te_{1-x}Se_x$ dengan rendah tingginya komposisi Fe dapat dilihat pada Gambar 2.16 sebagai berikut:



Gambar 2.16 Diagram fase dari $\text{Fe}_{1+d}\text{Te}_{1-x}\text{Se}_x$ dengan tinggi rendahnya komposisi Se (K. Kuroki, 2009).

Pada Gambar 2.16 di atas merupakan diagram fase dari $\text{Fe}_{1+d}\text{Te}_{1-x}\text{Se}_x$ dengan rendah tingginya komposisi Se. Pengaruh konten dopan Te pada kisi-kisi dan temperatur kritis (T_c) dapat ditunjukkan pada Gambar 2.17. Substitusi Te terhadap FeSe memperluas parameter kisi pada sumbu c memungkinkan lebih besar kenaikan temperatur kritis (T_c) dari 8K menjadi lebih tinggi 15K. Salah satu perbedaan yang jelas antara struktur dari FeSe dan $\text{Fe}(\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x)$ adalah gangguan di situs anion yang diperkenalkan oleh dopan Te. Sebuah perbedaan secara signifikan antara tinggi anion dari Te dan Se yang telah dilaporkan. Fenomena lain yang penting dalam $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ adalah sistem pemisah fase. Analisis mikrostruktur menunjukkan bahwa kristal tunggal $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ pada sampel menunjukkan sifat kimia yang signifikan dan struktur homogen, terutama pada

superkonduktor yang kaya Te dari diagram fase, dimana superkonduktivitas dan ketertiban magnetik ditemukan berdampingan (S.C. Speller, 2011).



Gambar 2.17 Pengaruh konten dopan Te pada kisi-kisi dan temperatur kritis (T_c)

(Y. Mizuguchi, 2010).

Penelitian sebelumnya dilakukan oleh Sudesh *et al*, pada tahun 2012 mensintesis superkonduktor dengan komposisi stoikiometri $Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5}$ ($x = 0.95, 1.00, 1.05$ dan 1.10) dan diperoleh temperatur kritis *onset* (T_c^{onset}) secara berturut-turut sebesar 10.0 K, 12.4 K, 12.3 K dan 11.7 K. Superkonduktor $Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5}$ ($x = 0.95, 1.00, 1.05$ dan 1.10) ini disintesis dengan metode pemaduan mekanik Fe, Se dan Te dengan menggunakan *High Energy Milling* dalam suasana Gas Argon, kemudian dikompaksi dan di-*sintering* pada suhu 650°C selama 20 jam dalam tabung *quartz ampoule*. Setelah diperoleh *reground* dikompaksi lagi menjadi pelet dan di-*sintering* lagi pada suhu 700°C selama 30 jam dalam *quartz ampoule* dan diikuti dengan *annealing* pada suhu 400°C selama 30 jam untuk menstabilkan struktur Tetragonal.

Pada tahun 2013, Sala *et al* mensintesis superkonduktor dengan variasi komposisi stoikiometri $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0.97, 0.98, 0.99, 1.00$) dan diperoleh T_c^{onset} sebesar 13.3 K pada semua sampel. Superkonduktor $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0.97, 0.98, 0.99, 1.00$) disintesis dengan metode pemaduan mekanik serbuk Fe, Se dan Te dicampur dengan rasio stoikiometri yang tepat, dikompaksi menjadi pelet kemudian disegel dalam tabung *quartz am poule* dan dipanaskan untuk memungkinkan reaksi *solid state* berlangsung. Titik leleh unsur Selenium sangat rendah yakni 217°C . Setelah mencair *furnace* dimatikan dan sampel didinginkan pada suhu kamar, kemudian sampel di-sintering pada suhu 550°C selama 15 jam.

Sudesh *et al* dan Sala *et al* melaporkan tidak ada korelasi yang signifikan antara temperatur kritis (T_c) dengan pengurangan kadar Fe. Pada tahun berikutnya 2014, Zhuang *et al* mensintesis superkonduktor dengan komposisi stoikiometri $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0.8, 0.9, 1.0$) dan diperoleh T_c^{onset} secara berturut-turut sebesar 21 K, 19 K dan 16 K. Superkonduktor $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0.8, 0.9, 1.0$) disintesis dengan menggunakan metode paduan mekanik serbuk Fe, Se dan Te dicampur bersama dalam rasio stoikiometri yang tepat kemudian di-sintering pada suhu 850°C selama 12 jam didalam *quartz am poule*. Setelah *sintering*, campuran di-*reground* dan dicetak menjadi pelet. Selanjutnya pelet di-sintering lagi pada suhu 400°C selama 6 jam dalam *quartz am poule* untuk membuat target padatan. Zhuang *et al* melaporkan bahwa dengan meningkatnya kadar Fe didapatkan temperatur kritis (T_c) yang lebih rendah dibandingkan dengan yang mempunyai kadar Fe rendah.

2.5 Paduan Logam (*Alloy*)

Logam memiliki bentuk ikatan yang khas yang disebut ikatan logam. Di dalam sebuah logam, elektron-elektron pada pita valensinya tidak terikat pada atom-atom tertentu. Gas elektron ini dapat bergerak bebas menelusuri kisi kristal dan mengikat susunan ion positif menjadi satu. Karena gas elektron tersebut tidak memiliki kecenderungan untuk menempati lokasi tertentu, maka keberadaannya tidak akan mengganggu keteraturan pola dalam kristal (Beisser, 1992). Bentuk ikatan seperti ini menyebabkan susunan atom-atom logam seperti bola berukuran sama yang disusun serapat mungkin.

Atom-atom logam menyusun diri sedemikian rupa sehingga volume ruang yang ditempati seminimum mungkin. Oleh sebab itu kebanyakan logam memiliki struktur kristal FCC (*Face Centered Cubic*), HCP (*Hexagonal Centered Cubic*) dan BCC (*Body Centered Cubic*). Suatu kristal mempunyai bagian terkecil yaitu sel satuan. Kumpulan dari sel satuan yang susunannya teratur membentuk kisi kristal. Kisi kristal terbagi dalam tujuh bentuk yaitu triklinik, monoklinik, orthorhombik, tetragonal, kubik, trigonal, hexagonal. Berdasarkan geometrinya maka kisi kristal dikenal sebagai sistem kristal.

Pembentukan paduan logam (*alloy*) dimaksudkan untuk memperbaiki atau menghubungkan beberapa sifat logam sehingga diperoleh paduan yang mempunyai keunggulan tertentu. Beberapa logam yang telah banyak dipakai untuk pembuatan paduan antara lain : besi (karena kekuatan dan kekerasan tinggi), aluminium (karena tahan panas), magnesium (karena sifatnya ringan dan ulet), nikel (karena kuat dan tahan korosi) dan hampir semua logam dibuat paduan

dengan sifat-sifat yang spesifik. Salah satu syarat supaya logam dibuat sebagai paduan yang baik adalah memiliki jari-jari ion yang hampir sama antara logam yang satu dengan yang lain.

Sintesis superkonduktor $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ dengan kelebihan Fe ($x > 1$) akan merusak superkonduktivitas bahan. Kelebihan kadar Fe menunjukkan perilaku lebih logam daripada superkonduktivitas, sehingga penentuan komposisi stoikiometri Fe yang tepat sangat berpengaruh dalam pembuatan superkonduktor.

2.6 Metalurgi Serbuk

Metalurgi serbuk adalah suatu kegiatan yang mencakup pembuatan bahan komersil dari serbuk logam melalui penekanan. Proses ini dapat disertai *milling*, penekanan dan pemanasan. Selama proses penekanan atau sesudahnya disebut sinter, menghasilkan pengikat partikel halus, dengan demikian kekuatan dan sifat fisis lainnya meningkat. Produk hasil metalurgi serbuk dapat terdiri dari produk campuran serbuk berbagai logam atau dapat berupa bahan bukan logam untuk meningkatkan ikatan partikel dan mutu benda secara keseluruhan.

Ukuran serbuk, partikel, bentuk dan distribusi logam mempengaruhi karakteristik dan sifat fisis dari benda yang dimampatkan, serbuk dibuat menurut spesifikasi antara lain bentuk, kehalusan, distribusi ukuran, mampu alir, berat jenis dan sifat sinter (Amstead, 1995).

Ada tiga macam metode pencetakan serbuk (kompaksi), yaitu *Uniaxial Pressing*, *Isotatic Pressing*, *Hot Pressing*. Pada metode *Uniaxial Pressing*, serbuk dimampatkan dengan menggunakan logam yang ditekan pada satu arah sehingga

terbentuk seperti silinder yang keras. Metode ini dilakukan pada pembuatan serbuk yang sederhana. Pada metode *Isotatic Pressing*, bahan serbuk ditahan dalam karet pembungkus dengan ditekan menggunakan fluida isotatic (sama di segala arah). Metode ini dapat membuat bentuk yang lebih kompleks dibandingkan dengan metode pertama, tetapi metode ini membutuhkan waktu lama dan biaya tinggi. Pada metode *Hot Pressing*, penekanan dan pemanasan dilakukan secara simultan, serbuk ditekan pada suhu yang dinaikan secara linier.

Secara umum metode metalurgi serbuk adalah proses-proses yang meliputi sebagai berikut:

a. Penyusunan (*Compounding*)

Penyusunan (*Compounding*) adalah pemilihan bahan yang sesuai dengan kebutuhan, dan penimbangan bahan yang digunakan sebagai sampel. Pemilihan bahan ini berkaitan dengan sifat-sifat fisik maupun sifat mekanis bahan, sehingga sifat bahan alloy yang dibutuhkan dapat benar-benar diperkirakan.

b. Pencampuran (*Blending*)

Proses pencampuran merupakan tahapan berikutnya pada metalurgi serbuk ini dalam mempengaruhi sifat mekanis alloy, karena dalam tahap ini pengukuran komposisi bahan-bahan penyusun alloy dibutuhkan kecermatan. setelah pencampuran, maka dilanjutkan dengan *milling* agar ukuran antar butir homogen. *milling* sendiri adalah pemecahan material besar menjadi material berukuran kecil.

c. Penekanan (*Compacting*)

Proses selanjutnya adalah pemadatan serbuk dengan cara penekanan. Setelah ditentukan komposisi dari masing-masing bahan penyusunnya,

campuran selanjutnya dimasukkan ke dalam cetakan yang telah dibuat sesuai dengan model produk yang diinginkan.

d. Pemanasan (*Sintering*)

Tahap terakhir dari metode metalurgi serbuk adalah sintering, sintering merupakan tahap lanjutan untuk meningkatkan kekuatan ikat antar butir. Hal-hal yang perlu diperhatikan selama proses sintering yaitu temperatur, waktu sintering yang sangat menentukan kuat ikat butiran.

2.7 Pemaduan Mekanik (*Mechanical Alloying*)

Pemaduan mekanik atau *Mechanical Alloying* (MA) adalah metode metalurgi serbuk yang melibatkan dua serbuk penyusun atau lebih dengan distribusi ukuran yang heterogen yang akan mempengaruhi sifat bahan dan mekanisme pembentukan fasa suatu bahan. Proses tersebut menghasilkan perubahan ukuran butir dan ukuran kristal sehingga homogenitas bahan menjadi lebih baik dan mengurangi terjadinya porositas (Pratapa, 2009). Tujuan dari pemaduan mekanik ini adalah memecahkan material besar menjadi material berukuran kecil dengan pemanfaatan energi tumbukan antara bola-bola penghancur dan dinding wadah penggilingan yang bergerak dengan energi tinggi. *Milling* merupakan proses yang sering digunakan untuk mereduksi ukuran material. Proses *milling* menghasilkan serbuk berukuran kecil dengan menggunakan gaya sentrifugal. Parameter yang mempengaruhi proses *milling* diantaranya adalah waktu *milling*, konsentrasi massa dan perbandingan massa serbuk. Ketiga parameter tersebut perlu diperhatikan karena sangat mempengaruhi ukuran serbuk yang dihasilkan. Peningkatan waktu *milling* 2 hingga 4 jam

mempengaruhi energi yang dihasilkan sehingga sangat signifikan untuk mereduksi ukuran partikel. Meningkatkan konsentrasi dan perbandingan massa dapat menaikkan distribusi energi pada proses *milling* yang menyebabkan interaksi antar partikel dan media penumbuk (Borhan *et al*, 2013).

Alat penggiling bola yang mutakhir adalah *High Energy Milling* (HEM). Prinsip kerja dari HEM adalah pemanfaatan energi tumbukan antara bola-bola penghancur dan dinding wadah penggilingan yang diputar dan digerakkan mengikuti pola gerakan wadah penggilingan yang berbentuk elips. Pergerakan wadah penggilingan saat proses penggilingan menyerupai angka 8 sehingga proses penghancuran serbuk menjadi lebih cepat dan lebih homogen. Tingginya frekuensi yang terjadi antara campuran serbuk dengan bola-bola penggiling disebabkan karena wadah penggilingan diputar pada kecepatan tinggi dan bentuk pola gerakan berbentuk elips tiga dimensi tersebut (Agusetiani dkk, 2013). Jika kecepatan penggilingan terlalu tinggi maka temperatur komponen pemaduan mekanik meningkat sehingga mempercepat proses pemaduan mekanik tetapi hal ini dapat menyebabkan kontaminasi pada campuran serbuk. Waktu penggilingan bergantung pada jenis mesin penggiling, intensitas penggilingan, *ball to powder ratio* dan temperatur penggilingan. Waktu penggilingan yang terlalu lama dapat menyebabkan terjadinya kontaminasi pada campuran serbuk.

Beberapa penelitian telah menyelidiki proses pemaduan mekanik dalam proses sintesis superkonduktor berbasis besi. Xia *et al* merupakan yang pertama mensintesis superkonduktor berbasis besi β -FeSe melalui metode pemaduan mekanik (Xia *et al*, 2009). Sebuah proses *milling* energi tinggi dapat membantu

pembentukan fase superkonduktor pada Fe(Se,Te). Waktu *milling* harus diperhatikan, terlalu lama pada proses penggilingan mengakibatkan formasi fase δ -FeSe yang merupakan fase non-superkonduktor. Li *et al* menemukan bahwa dengan waktu *milling* tidak terlalu lama akan meningkatkan fase superkonduktor β -FeSe yang membantu untuk meningkatkan sifat superkonduktivitas. Li *et al* mensintesis dengan FeSeTe dengan waktu *milling* 20 jam dan didapatkan temperatur kritis (T_c) sebesar 14K sementara dengan waktu *milling* 80 jam, sampel tidak menunjukkan sifat superkonduktivitas (Li *et al*, 2013).

2.8 Sintering

Proses *sintering* disebut sebagai pemadatan atau pematangan dari bahan yang dibentuk pada temperatur tinggi (di bawah titik leleh) untuk menjadi padatan (*Dense Alloys*). Selama proses *sintering* terjadi pengurangan pori-pori dan disertai penumbuhan butir, sehingga terjadi ikatan yang kuat antara masing-masing butir. Peristiwa ini dapat terjadi karena adanya suatu mekanisme gerakan material di antara butir (proses difusi) dan sumber energi untuk mengaktifkan gerakan tersebut, dapat berupa energi yang digunakan untuk menggerakkan atau kontak antara butir dan energi tegangan permukaan.

Pada superkonduktor berbasis besi, untuk mendapatkan superkonduktivitas di tetragonal FeSe sangat sensitif terhadap stoikiometri dan gangguan. Selain itu juga sensitif terhadap Oksigen (McQueen, 2009) sehingga dalam proses *sintering* agar terbebas dari Oksigen, sampel di masukkan kedalam *quartz ampoule* yang sudah divakum dan dialiri Gas Argon (Ar). Suhu yang tepat saat *sintering* dalam

furnace, akan didapatkan superkonduktor berbasis besi dengan memiliki struktur kristal tetragonal β -FeSe. Suhu *sintering* yang terlalu tinggi pada superkonduktor FeSeTe dapat mengakibatkan penguapan Selenium. Hal ini dikarenakan ada perbedaan titik lebur yang berbeda antara ketiga unsur tersebut. Berikut merupakan tabel perbandingan titik leleh dan titik didih FeSeTe disajikan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Titik lebur dan titik didih unsur Fe, Se dan Te

Unsur	Titik Lebur (°C)	Titik Didih (°C)
Fe	1.538	2.862
Se	217	685
Te	449,5	1.261

Tabel di atas dapat diketahui bahwa unsur Selenium mempunyai titik didih yang paling rendah dari ketiga unsur yakni 217°C, untuk menghindari penguapan unsur Selenium (Titik lebur paling rendah) maka dilakukan pemanasan bertahap. Pemanasan bertahap ini dimaksudkan agar Selenium (Titik lebur paling rendah) mempunyai waktu untuk atom-atom saling bervibrasi sebelum suhu titik leburnya. Suhu pada proses *sintering* biasanya dilakukan dibawah titik leleh bahan dasarnya (sekitar 60% - 80% dari titik lebur bahan dasarnya) (Van Vlack, 1995).

Selama proses *sintering* berlangsung, terjadi proses perpindahan materi (proses difusi) proses ini berupa gerakan-gerakan dari atom-atom sepanjang permukaan dan pada bahan. Akibatnya, setelah proses sintering terjadi pengurangan pori-pori, penyusutan dan pembentukan fasa baru. Laju penyusutan (*shrinkage*) dipengaruhi oleh lama dan temperatur sintering.

2.9 Karakterisasi Superkonduktor Fe(Se,Te)

Karakterisasi superkonduktor Fe(Se,Te) dalam penelitian ini antara lain yaitu uji *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), uji *resistivity* pada temperatur rendah.

2.9.1 *X-Ray Diffraction* (XRD)

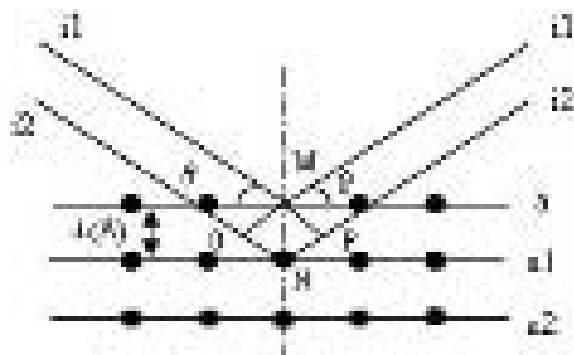
Sinar-X ditemukan pertama kali oleh Wilhelm Conrad Rontgen pada tahun 1895. Karena asalnya tidak diketahui waktu itu maka disebut sinar-X. Sinar-X digunakan untuk tujuan pemeriksaan yang tidak merusak pada material maupun manusia. Di samping itu, sinar-X dapat juga digunakan untuk menghasilkan pola difraksi tertentu yang dapat digunakan dalam analisis kualitatif dan kuantitatif material.

Apabila suatu bahan dikenai sinar-X maka intensitas sinar-X yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang dihantarkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi. Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal sesuai dengan persamaan hukum Bragg yang menyatakan bahwa perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X harus merupakan kelipatan panjang gelombang, secara matematis dirumuskan:

$$n.\lambda = 2.d.\sin\theta \quad (2.4)$$

Dengan $n = 1, 2, 3, \dots$ (orde difraksi), $\lambda =$ panjang gelombang, d (hkl) = jarak antar bidang, $\theta =$ sudut difraksi, dan hkl = indeks miller. Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan menghamburkan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dihamburkan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi.

Prinsip kerja XRD secara umum adalah sebagai berikut : XRD terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X, tempat objek yang teliti, dan detektor sinar-X. Sinar-X dihasilkan di tabung sinar-X yang berisi katoda memanaskan filamen, sehingga menghasilkan elektron. Perbedaan tegangan menyebabkan percepatan elektron akan menembaki objek. Ketika elektron mempunyai tingkat energi yang tinggi dan menabrak elektron dalam objek sehingga dihasilkan pancaran sinar-X. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar-X. Kemudian detektor merekam elektron dan diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Terjadinya difraksi sinar-X oleh atom ditunjukkan pada Gambar 2.18 berikut.



Gambar 2.18 Skema difraksi sinar-X oleh atom dalam kristal (Cullity, 1992).

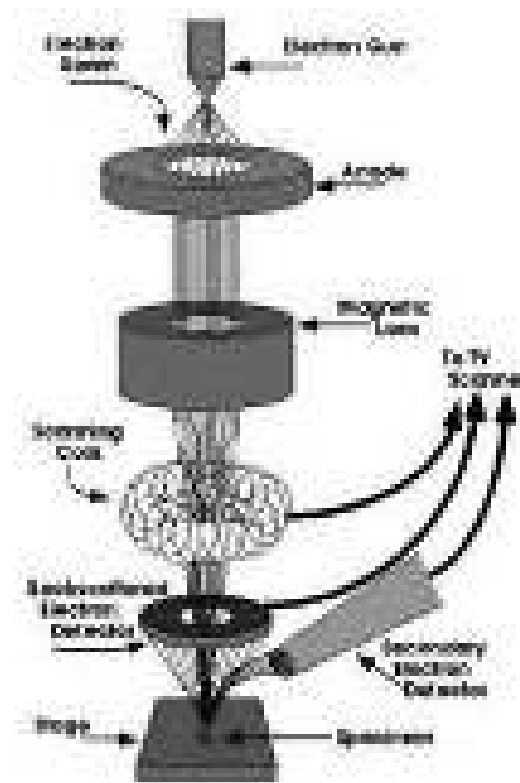
Berdasarkan Gambar 2.18, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan menghamburkan elektron yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dihamburkan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas penghamburan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material (Zakaria, 2003).

Keluaran yang diperoleh dari XRD dianalisis dengan menggunakan *Software Match*, yaitu dengan cara mengkonversi keluaran tersebut ke dalam bentuk grafik untuk mencari puncak-puncak yang menunjukkan informasi sampel. Sampel yang dideteksi dengan XRD menghasilkan spektrum dengan puncak-puncak intensitas pada sudut 2θ tertentu. Jika jalan sinar yang terdifraksi oleh kisi kristal tersebut memenuhi hukum Bragg pada persamaan (2.4), maka akan terbentuk puncak pada pola difraksi.

2.9.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM digunakan untuk mengetahui morfologi dan komposisi dari suatu bahan. Prinsipnya adalah sifat gelombang dari elektron yakni difraksi pada sudut yang sangat kecil. Elektron dapat dihamburkan oleh sampel yang bermuatan (karena sifat listriknya). Prinsip kerja SEM mirip dengan mikroskop optik, hanya saja berbeda dalam perangkatnya, pertama berkas elektron disejajarkan dan

difokuskan oleh magnet yang didesain khusus berfungsi sebagai lensa. Energi elektron biasanya 100 keV, yang menghasilkan panjang gelombang kira-kira 0,04 nm. Spesimen sasaran sangat tipis agar berkas yang dihantarkan tidak diperlambat atau dihamburkan terlalu banyak. Bayangan akhir diproyeksikan ke dalam layar pendar atau film. Berbagai distorsi yang terjadi akibat masalah pemfokusan dengan lensa megnetik membatasi resolusi hingga seperepuluh nanometer (Tipler, 1991). Prinsip kerja dari *Scanning Electron Microscopy* (SEM) ditunjukkan pada Gambar 2.19.



Gambar 2.19 Prinsip kerja *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

(Kroschwitz, 1990)

Pada Gambar 2.19 dapat diketahui Metode SEM menggunakan rangkaian alat yang memiliki filamen dengan tegangan pemercepat 2-30 kV sebagai sumber

penghasil berkas elektron. Berkas tersebut dilewatkan melalui sederet lensa elektromagnetik untuk menghasilkan citra dari sumber elektron pada sampel dengan resolusi 10 nm atau kurang. Filamen yang biasa digunakan berupa benang halus tungsten sebagai sumber elektron dengan tekanan vakum sekitar 10^{-5} torr. Citra yang lebih terang dan jelas dapat dicapai dengan penembak LaB_6 pada 10^{-6} torr, sedangkan untuk citra yang lebih halus digunakan sumber emisi yang beroperasi 10^{-9} torr. Sebelum melewati lensa elektromagnetik terakhir berkas elektron dibelokkan sehingga dapat memindai permukaan sampel. Sinkronisasi pemindaian dengan tabung sinar katoda dan gambar dibuat pada daerah yang dipindai dari sampel tersebut. Kontras pada gambar sinar katoda disebabkan adanya variasi refleksitas sepanjang permukaan sampel.

Pada saat berkas elektron menumbuk permukaan sampel, ada beberapa kemungkinan yang terjadi yaitu sebagian elektron dipantulkan kembali sebagai elektron hamburan balik (*back scattered electron* / BSE) atau elektron sebagian terlepas sebagai elektron sekunder berenergi rendah (SE). Emisi radiasi elektromagnetik dari sampel terjadi pada berbagai panjang gelombang, namun yang menjadi perhatian adalah panjang gelombang cahaya tampak (*cathodoluminescence*) dan sinar-X.

Elektron hamburan balik (BSE) dan elektron sekunder (SE) yang dipantulkan dari sampel dikumpulkan oleh scintilator yang menghasilkan suatu pulsa cahaya pada saat kedatangan satu elektron. Cahaya yang dipancarkan kemudian diubah dalam bentuk sinyal listrik dan dikuatkan oleh *photomultiplier*. Setelah mengalami berbagai perlakuan sinyal tersebut dilewatkan pada grid tabung sinar katoda. Scintilator biasanya dipasang pada potensial antara 5-10 kV

untuk mempercepat elektron terpancar berenergi rendah agar elektron tersebut dapat memancarkan cahaya pada saat menembak scintilator. Scintilator diberi perisai untuk mencegah pembelokkan berkas elektron primer karena adanya tegangan yang sangat tinggi pada scintilator. Adanya kontras pada tabung sinar katoda sebagai hasil akhir proses SEM disebabkan oleh beberapa faktor yaitu topografi dan arah permukaan sampel, sifat kimia dari permukaan sampel dan perbedaan tegangan listrik pada permukaan sampel.

Cuplikan yang akan dianalisis dalam kolom SEM perlu dipersiapkan dahulu, walaupun telah ada jenis SEM yang tidak memerlukan penyepuhan (*coating*) cuplikan. Sistem penyinaran dan lensa pada SEM sama dengan mikroskop cahaya biasa. Pada pengamatan yang menggunakan SEM lapisan cuplikan harus bersifat konduktif agar dapat memantulkan berkas elektron dan mengalirkannya ke *ground*. Bila lapisan cuplikan tidak bersifat konduktif maka perlu dilapisi dengan emas.

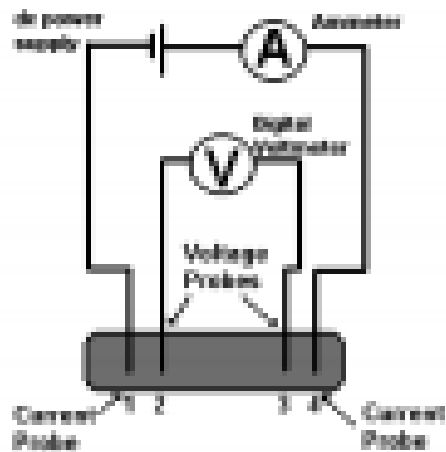
2.9.3 Resistivity Pada Temperatur Rendah

Sifat asli elektron pada benda padat dapat dilihat dengan alat yang dapat mengkondisikan lingkungan menjadi suhu super rendah, untuk menciptakan kondisi super dingin tersebut, dipakai media pendingin berupa cairan Nitrogen (hingga 79K) maupun cairan Helium (4,2K). Perkembangan teknologi peralatan pendukung suhu super dingin, maka untuk pendinginnya dapat juga memakai gas Helium yang di *compress/expand* untuk menurunkan suhunya, sedangkan untuk

melihat sifat magnet material yang disebabkan oleh spin elektron, dibutuhkan kondisi medan magnet tinggi.

Setiap benda padat memiliki sifat spin elektron yang menentukan sifat magnetik benda tersebut, dengan memberi medan magnet dari luar, memaksa spin elektron mengikuti medan magnet luar. Sifat perubahan arah spin tersebut terhadap medan magnet luar, dapat mengetahui sifat magnetik pada benda tersebut. Alat yang bisa dibuat untuk analisa sifat elektron tersebut yaitu *Cryogenic Magnet*. Alat ini dapat digunakan untuk analisis resistivitas (hambatan jenis listrik) dan efek Hall dari bahan. Adapun parameter perubahan yang bisa dilakukan : suhu (1,5-300K), medan magnet (0-8T) dan sudut sampel terhadap medan magnet (0-180°).

Cryogenic ini memakai sistem *Pulse Tube Cryocooler* untuk mendinginkan gas Helium. Sistem pendinginan ini tidak memerlukan penanganan cairan Helium yang dipersiapkan untuk pendinginan, namun hanya memerlukan gas Helium yang akan diekspan/dimampatkan oleh kompresor sehingga suhu gas Helium akan turun. Pengukuran *resistivity* dengan metoda *four point probe*, skema pengukuran dapat dilihat pada Gambar 2.20 di bawah ini.



Gambar 2.20 Skema pengukuran *resistivity* memakai metoda *four point probe*

(ASTM, 1997)

$$\text{Dimana : } R = \frac{V}{I} \quad (2.5)$$

$R = \text{Resistance (Ohm)}$

$V = \text{Voltage (Volt)}$

$I = \text{Current (Amp)}$

Sedangkan untuk menghitung *resistivity*, dipakai perhitungan seperti di bawah ini.

$$\rho = R \frac{A}{l} \quad (2.6)$$

Dimana :

$\rho = \text{Resistivity (Ohm.cm)}$

$A = \text{luas penampang (cm}^2\text{)}$

$l = \text{panjang (cm)}$

Temperatur kritis adalah suhu transisi dimana bahan superkonduktor tepat berubah dari keadaan bersifat superkonduktif (resistivitas $\rho = 0$) menjadi bersifat

resistif (mempunyai hambatan resistansi). Uji Temperatur kritis (T_c) dilakukan untuk mengetahui hubungan antara resistivitas dengan suhu, dimana dari grafik dapat diketahui nilai suhu kritisnya. Resistivitas material akan turun seiring dengan penurunan suhu. Pada suhu tertentu, resistivitas material akan turun secara drastis menjadi nol. *Resistivity* logam pada suhu rendah dapat dinyatakan dengan rumus *Mathiessen* (Rossiter, 1987).

$$\rho = \rho_{\text{res}} + \rho_{\text{ph}}(T) + \rho_m \quad (2.7)$$

ρ_{res} adalah *resistivity* sisa akibat unsur pengotor pada logam, $\rho_{\text{ph}}(T)$ adalah *resistivity* yang bergantung perubahan suhu akibat interaksi elektron dan *phonons*, dan ρ_m adalah *resistivity* akibat medan magnet luar. Pada suhu yang mendekati suhu $T = 0\text{K}$, nilai $\rho_{\text{ph}}(T)$ mendekati nilai 0, akibat hilangnya interaksi elektron di dalam atom. Sehingga pada suhu yang mendekati nilai $T = 0\text{K}$, ρ_{res} merupakan nilai yang menentukan *resistivity* benda. Untuk itulah kemudian dipakai perbandingan nilai *resistivity* pada suhu ruangan dibagi *resistivity* pada suhu rendah untuk menentukan kemurnian suatu logam. Nilai perbandingan tersebut dinyatakan dalam RRR (*Residual Resistivity Ratio*). Semakin tinggi nilai RRR menunjukkan semakin murninya sifat konduktivitas logam tersebut.

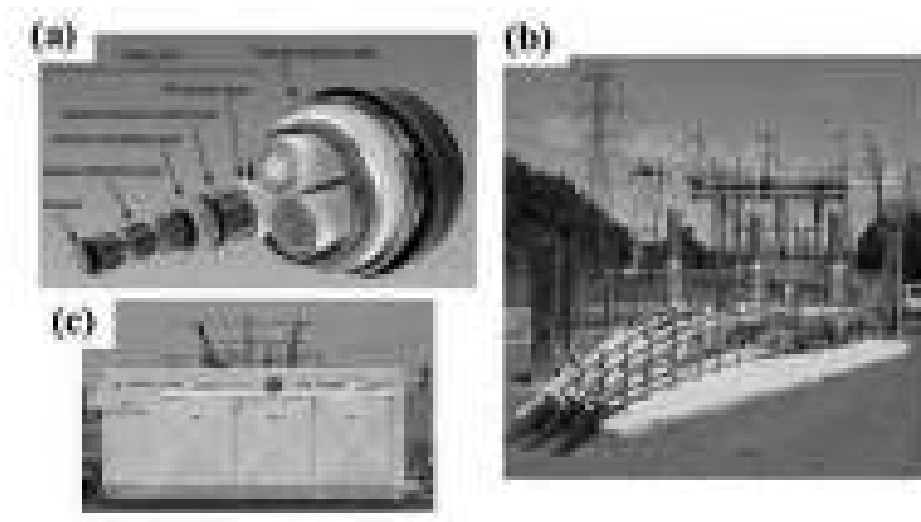
2.10 Aplikasi Superkonduktor

Penerapan superkonduktor adalah salah satu alasan yang paling penting mengapa begitu banyak penelitian dilakukan pada superkonduktor. Aplikasi

superkonduktor terutama didasarkan pada karakteristik resistensi nol dan efek *Meissner*.

Penerapan teknologi superkonduktor dalam skala besar diantaranya:

- a. Sistem kabel transmisi daya (*transmission cable system*).
- b. Sistem penyimpanan energi magnetik (*superconducting magnetic energy storage system*).
- c. Kereta api super cepat yang dikenal dengan sebutan *magnetic levitation* (Efek *Meissner*).
- d. Akselerator energi tinggi yang digunakan pada penelitian fisika material.
- e. Magnet bermedan tinggi yang digunakan pada studi permukaan fermi zat padat.
- f. Spektrometer NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) untuk analisis bahan organik dan MRI (*Magnetic Resonance Imaging*) untuk analisis medis.
- g. Motor dan generator listrik berefisiensi tinggi.



Gambar 2.21 (a) HTS kabel transmisi listrik, (b) daya grid superkonduktor di Albany, New York and (c) SMES (Adrian, 2008)

Pada Gambar 2.21 merupakan beberapa contoh aplikasi skala besar dari superkonduktor. Superkonduktor berbasis besi yang baru ditemukan memiliki temperatur kritis (T_c) relatif rendah. Bidang kritis atas jauh lebih tinggi daripada superkonduktor suhu tinggi seperti *cuprate* dan itu mendukung superkonduktor sebagai sistem penyimpanan energi dimana energi yang tersimpan sebanding dengan B^2 . Selain itu, sifat superkonduktor berbasis besi yang lemah anisotropik yang membuatnya sangat berguna untuk aplikasi magnet.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan selama 6 bulan (Januari 2016 – Juni 2016). Bulan Januari hingga April untuk proses sintesis dan karakterisasi sampel, sedangkan pada bulan Mei hingga Juni untuk proses analisis dan pengerjaan laporan. Proses sintesis dan karakterisasi sampel dilakukan di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, Tangerang Selatan, sedangkan proses analisis dan laporan penelitian dilakukan di Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga Surabaya. Adapun Laboratorium yang digunakan adalah:

1. Laboratorium Korosi Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, Tangerang Selatan. Laboratorium Korosi digunakan untuk proses perhitungan dan penimbangan bahan, serta digunakan untuk proses pemvakuman dan mengalirkan Gas Argon (Ar) ke dalam sampel $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ sebelum proses *milling* dan digunakan untuk proses perlakuan panas sampel $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.
2. Laboratorium Pembentukan, Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, Tangerang Selatan. Laboratorium Pembentukan digunakan untuk proses *milling* dan proses pencetakan sampel $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ menjadi pelet.

3. Laboratorium Fisika Material, Universitas Indonesia Depok. Laboratorium Fisika Material digunakan untuk proses pemasukkan pelet $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ke dalam *Quartz Ampoules*.
4. Laboratorium *Cryogenic*, Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, Tangerang Selatan. Laboratorium *Cryogenic* digunakan untuk proses karakterisasi Temperatur kritis (T_c) sampel $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.
5. Laboratorium *Mineralogy* Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, Tangerang Selatan. Laboratorium *Mineralogy* digunakan untuk proses karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) sampel $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.
6. Laboratorium Karakterisasi Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) Serpong, Tangerang Selatan. Laboratorium Karakterisasi digunakan untuk proses karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) sampel $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan-bahan Penelitian

Bahan-bahan yang akan dilakukan dalam penelitian ini adalah :

1. Serbuk Besi (Fe) kemurnian 99,0%, merk *Kanto Chemical*, Jepang .
2. Serbuk Selenium (Se) kemurnian 99,0%, merk *Kanto Chemical*, Jepang.
3. Serbuk Telurium (Te) kemurnian 99,0%, merk *Kanto Chemical*, Jepang.
4. Pasir Silika (SiO_2).

5. Gas Argon (Ar).
6. Etanol (C₂H₅OH).
7. Pasta Perak (Ag).
8. *Epoxy Hardener*.
9. Kawat Timah (Sn).

3.2.2 Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam proses sintesis adalah :

1. Neraca digital merk Adventure Ohaus.
2. Kertas Timbang.
3. Spatula besi.
4. Solder Listrik.
5. *Holder pcb*.
6. Voltmeter.
7. Pinset.
8. Cawan (*Crucible*).
9. Gelas Ukur.
10. Jangka Sorong.
11. Gerinda.
12. *Vacuum Cleaner*.
13. HEM (*High Energy Milling*) dengan merk Shaker Mill PPF-UG dan tabung *vial* serta *ball-mill* buatan PPF-LIPI Serpong, Tangerang Selatan.
14. *Quartz ampoules* merk Pyrex.

15. Mesin kompaksi hidrolik (*Hydraulic Press*) dengan total energi kompaksi sebesar 100 ton dan pencetak pelet.
16. Tungku pemanas (*Furnace*).
17. *Auto Fine Coater* merk JECK tipe JFC-1600.

Peralatan yang digunakan untuk keperluan karakterisasi adalah :

1. *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan fasa-fasa dari sampel, merk *Empyrean/PANalytical* dengan sumber $\text{CuK}\alpha$.
2. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi sampel dan distribusi komposisi sampel, merk JEOL tipe JSM-6390A.
3. *Cryogenic Magnet* “Cryotron FR” untuk mengetahui *resistivity* (hambatan jenis listrik) buatan *Oxford*.

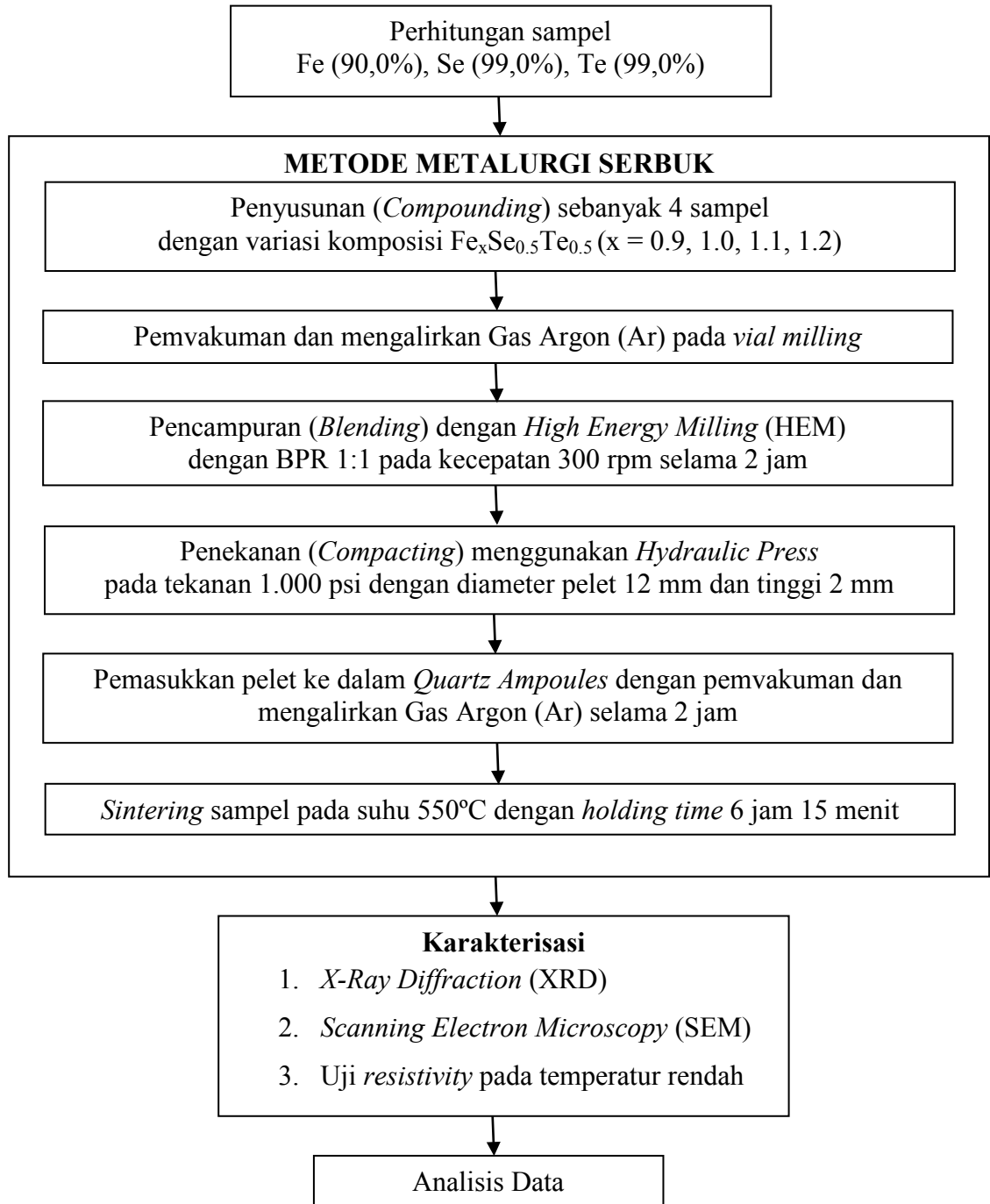
3.3 Variabel Penelitian

Beberapa variabel yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Variabel bebas : Komposisi $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$).
2. Variabel terikat : Temperatur kritis.
3. Variabel kontrol : Suhu *sintering*, waktu *sintering*, BPR, waktu *milling*, kecepatan *milling*.

3.4 Prosedur Sintesis Sampel

Prosedur sintesis sampel dapat dilihat pada Gambar 3.1.

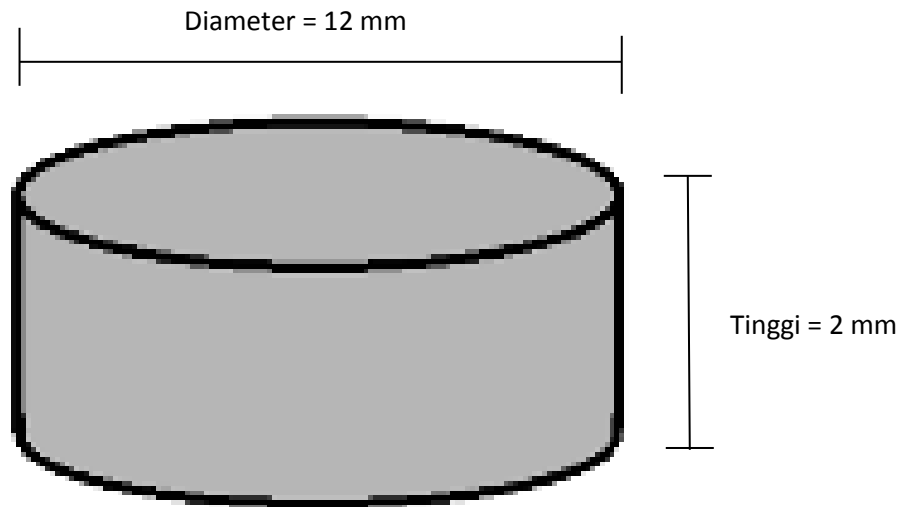


Gambar 3.1 Diagram alir sintesis sampel.

Pada Gambar 3.1, dapat diketahui sintesis sampel dengan variasi komposisi $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$), rasio Se/Te adalah 1:1. Metode yang digunakan dalam sintesis superkonduktor Fe(Se,Te) dalam penelitian ini adalah metode metalurgi serbuk yang meliputi penyusunan (*compounding*) sebanyak 4 buah sampel, pemvakuman dan mengalirkan Gas Argon (Ar) ke dalam sampel selama 5 menit, pencampuran (*blending*) menggunakan *High Energy Milling* (HEM) dengan BPR 1:1 selama 2 jam pada kecepatan 300 rpm, penekanan (*compacting*) dengan *Hydraulic Press* untuk menjadi pelet, memasukkan pelet ke dalam *quartz ampoules* dengan pemvakuman dan mengalirkan Gas Argon (Ar) selama 2 jam dan dilanjutkan dengan proses pemanasan bertahap pada suhu 175°C selama 2 jam dan pada suhu 350°C selama 2 jam, dan sintesis terakhir adalah proses *sintering* dengan *holding time* 6 jam 15 menit pada suhu 550°C. Pelet yang dibentuk mempunyai ukuran diameter 12 mm dengan tinggi 2 mm.

3.4.1 Perhitungan Komposisi Material

Pada penelitian ini dibuat 4 sampel dengan variasi komposisi stoikiometri $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$). Sampel yang akan dibuat menggunakan material serbuk Besi (Fe) (99,0%) dan serbuk Selenium (Se) (99,0%) didopan dengan serbuk Telurium (Te) (99,0%) menjadi paduan (Alloy) Fe(Se,Te). Paduan (Alloy) tersebut diproses dengan menggunakan metode metalurgi serbuk dan dihasilkan sampel berbentuk pelet dengan ukuran diameter 12 mm dan tinggi 2 mm. Berikut adalah dimensi ukuran pellet terdapat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Dimensi Ukuran Pelet.

Sintesis sampel Fe(Se,Te) dibuat sebanyak 4 sampel dan disusun dengan komposisi stoikiometri yang berbeda-beda. Variasi komposisi stoikiometri sampel tersebut adalah $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0.9, 1.0, 1.1, 1.2$) sehingga dihasilkan perbandingan mol yang ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Variasi komposisi sampel.

Sampel	Perbandingan mol Fe : Se : Te
$\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	0,9 : 0,5 : 0,5
$\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	1,0 : 0,5 : 0,5
$\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	1,1 : 0,5 : 0,5
$\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	1,2 : 0,5 : 0,5

Massa masing-masing unsur sampel 1, 2, 3 dan 4 dapat dicari melalui perhitungan sebagai berikut :

Untuk perhitungan pada sampel 1 yakni komposisi $\text{Fe}_{0,9}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ sehingga memiliki perbandingan mol :

$$\text{Fe} : \text{Se} : \text{Te} = 0,9 : 0,5 : 0,5$$

Untuk mempersiapkan campuran awal, berat molekul untuk $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ harus diketahui setiap unsurnya.

- BM Fe = 55,845 gram/mol
- BM Se = 78,96 gram/mol
- BM Te = 127,60 gram/mol

Massa masing-masing unsur:

- Massa Fe = $\frac{0,9}{1}$ mol x 55,845 gram/mol = 50,26 gram
- Massa Se = $\frac{0,5}{1}$ mol x 78,96 gram/mol = 39,48 gram
- Massa Te = $\frac{0,5}{1}$ mol x 127,60 gram/mol = 63,8 gram

Jumlah massa semua unsur yang diperoleh:

$$\begin{aligned} \text{Massa Fe} + \text{Massa Se} + \text{Massa Te} &= (50,26 + 39,48 + 63,8) \text{ gram} \\ &= 153,54 \text{ gram} \end{aligned}$$

Pada penelitian ini, total massa bahan awal yang dibutuhkan adalah 20 gram, maka massa FeSeTe adalah 20 gram setiap sampel.

$$\frac{153,54 \text{ gram}}{20 \text{ gram}} = 7,677$$

Normalisasi >>> **Massa Total 20 gram**

$$\frac{1}{7,677} \times 50,256 \text{ gram} = 6,55 \text{ gram}$$

$$\frac{1}{7,677} \times 39,48 \text{ gram} = 5,14 \text{ gram}$$

$$\frac{1}{7,677} \times 63,8 \text{ gram} = 8,31 \text{ gram}$$

Massa masing-masing unsur yang dibutuhkan Fe(Se,Te) pada sampel 1 dapat diketahui pada Tabel 3.2 sebagai berikut:

Tabel 3.2 Massa Fe(Se,Te) sampel 1.

Unsur	Massa Unsur (gram)
Fe	6,55
Se	5,14
Te	8,31
Total	20 gram

Perhitungan untuk sampel ke 2 hingga ke 4 menggunakan cara yang sama seperti pada cara diatas. Dan didapatkan hasil perhitungan komposisi masing-masing sampel disajikan dalam Tabel 3.3.

Tabel 3.3 Massa Fe(Se,Te) yang dibutuhkan masing-masing sampel.

No.	Sampel	Massa Fe (gram)	Massa Se (gram)	Massa Te (gram)
1.	$\text{Fe}_{0,9}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	6,55	5,14	8,31
2.	$\text{Fe}_{1,0}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	7,02	4,96	8,02
3.	$\text{Fe}_{1,1}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	7,46	4,79	7,75
4.	$\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	7,87	4,64	7,49

3.4.2 Penyusunan (*Compounding*)

Setelah proses perhitungan komposisi material, maka proses berikutnya adalah penyusunan material. Penyusunan (*Compounding*) adalah pemilihan bahan

yang sesuai dengan kebutuhan dan penimbangan bahan dengan neraca digital sesuai dengan perhitungan komposisi pada Tabel 3.3. Penyusunan (*Compounding*) dalam penelitian ini terdiri dari 4 sampel dengan variasi komposisi stoikiometri $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$) . Sebelum penimbangan, neraca digital dibersihkan dengan etanol untuk membersihkan sisa-sisa penimbangan dan selanjutnya neraca digital dikalibrasi agar tidak terdapat noise saat penimbangan. Neraca digital yang digunakan sebagai penimbangan komposisi $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$) dapat dilihat pada Gambar 3.3 sebagai berikut :



Gambar 3.3 Neraca Digital.

3.4.3 Pemvakuman dan Mengaliri Gas Argon (Ar) pada *Vial Milling*

Proses berikutnya adalah pemvakuman dan mengaliri Gas Argon (Ar) dalam *vial milling* selama 5 menit agar *vial milling* bebas Oksigen saat proses *milling* berlangsung sehingga mengurangi FeO yang terbentuk. Keseluruhan proses preparasi sampel dilakukan dalam keadaan tanpa udara untuk

meminimalkan Oksida pada sampel. Cara yang dilakukan yaitu, dengan memasukkan sampel serbuk *vial milling* dan *ball milling* ke dalam plastik besar. Kemudian, udara didalam plastik dikeluarkan dengan menggunakan *vacuum cleaner* dengan keadaan ujung plastik diikat kuat pada pipa *vacuum*. Setelah udara dikeluarkan, plastik di beri Gas Argon (Ar) hingga sedikit mengembang untuk mempermudah proses preparasi. Setelah *vial milling* divakum dan dialiri Gas Argon (Ar) kemudian memasukkan *ball mill* dan sampel 1 ($\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$) yang sudah ditimbang sebanyak 20 gram ke dalam *vial milling* dalam suasana bebas Oksigen. Sesudah proses pemvakuman dan mengalirkan Gas Argon (Ar) pada *vial milling* kemudian dilanjutkan dengan proses *milling*. Proses pemvakuman dan mengalirkan Gas Argon (Ar) pada *vial milling* ini dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Pemvakuman dan mengalirkan Gas Argon (Ar) pada *vial milling*.

3.4.4 Pencampuran (*Blending*)

Proses berikutnya adalah pencampuran material Fe, Se dan Te dengan pemaduan mekanik menggunakan *High Energi Milling* (HEM) tipe Shaker Mill PPF UG dengan *vial* berdiameter 4 cm dan tinggi 8 cm, *ball-mill* yang digunakan merupakan bola baja yang masing-masing memiliki massa 0,25 gram dengan diameter 0,39 cm. Pada proses *milling* ini merupakan proses penghancuran suatu material yang bertujuan untuk memperkecil ukuran partikel sehingga ukuran partikel homogen. Mesin HEM ini di-*setting* satu kali vibrasi yaitu 3 menit, kemudian alat membutuhkan *rest time* selama 1 menit, hal ini dilakukan seterusnya hingga mencapai waktu yang telah ditentukan sebelumnya. Syarat lain yang harus dipenuhi pada proses *milling* yaitu ukuran sampel dan *ball-mill* maksimal yang dapat dimasukkan ke dalam tabung yaitu setengah dari volume *vial*, hal ini dimaksudkan agar bola dan sampel dapat bervibrasi secara optimal. Pada proses *milling* ini menggunakan perbandingan massa serbuk terhadap massa total bola atau *Ball to Powder Weight Ratio* (BPR) sebesar 1:1, laju dan waktu *milling* sebesar 300 rpm selama 2 jam. Untuk membersihkan sisa-sisa variasi serbuk sampel yang menempel pada *vial* dan *ball mill* maka dilakukan pembersihan basah dengan menggunakan etanol kemudian dikeringkan dan dilanjut dengan pembersihan kering dengan dilakukan *milling* menggunakan pasir silika (SiO_2) selama 10 menit kemudian dilanjutkan dengan pembersihan basah lagi menggunakan etanol dan dikeringkan. Pembersihan ini dilakukan disetiap pergantian *milling* sampel 1 hingga 4. Komponen-komponen yang diperlukan dalam proses *milling* terdiri dari *High Energi Milling* (HEM), *vial* dan *ball-milling* yang dapat dilihat pada Gambar 3.5 sebagai berikut :

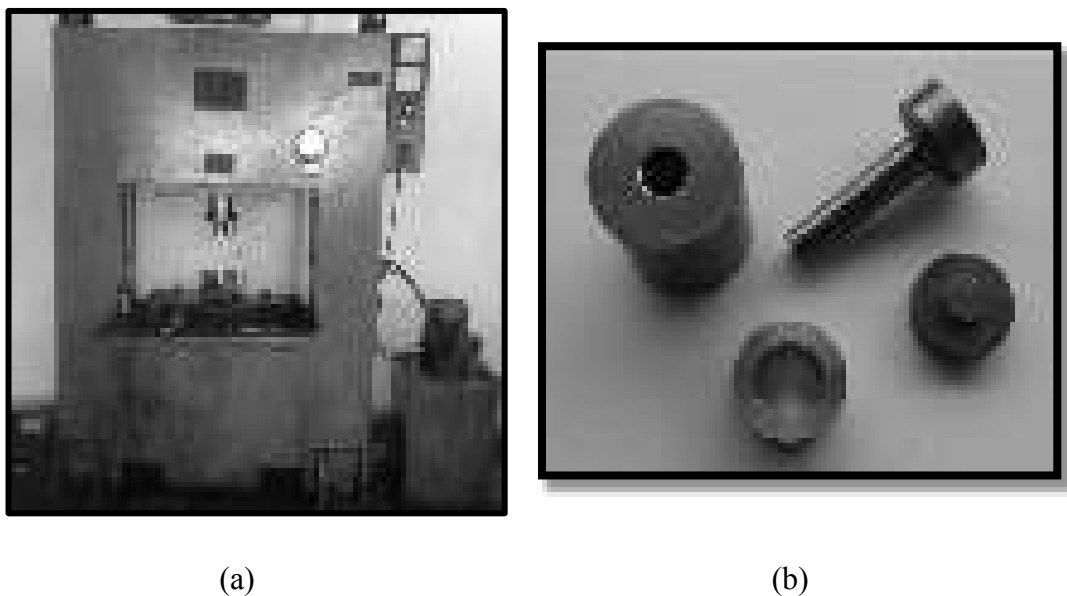


Gambar 3.5 (a) *High Energy Milling* (HEM), (b) *vial* dan *ball-milling*.

3.4.5 Penekanan (*Compacting*)

Proses selanjutnya setelah di *milling* adalah penekanan (*Compacting*), serbuk sampel 1 ditimbang masing-masing 1,2 gram untuk dimasukkan ke dalam cetakan pelet (*dyse*) berbentuk silinder dengan diameter 12 mm. Setelah itu sampel dalam cetakan tersebut dikompaksi menggunakan mesin kompaksi hidrolis (*Hydraulic Press*). Kompaksi dilakukan dengan memberikan beban setara dengan massa 100 ton dan tekanan yang diberikan pada sampel adalah sebesar 1000 psi. Pembuatan pelet ini bertujuan agar partikel bahan campuran tersusun rapat dan padat sehingga apabila diberi perlakuan panas yang tepat akan terjadi proses difusi atom dan terbentuk ikatan yang kuat antar partikel. Pelet yang didapat pada masing-masing variasi adalah 10 buah pelet jadi didapatkan sebanyak 40 buah pelet dengan diameter 12 mm dan tinggi 2 mm.

Kompaksi sampel 2 hingga 4 dilakukan dengan prosedur yang sama seperti sampel 1. Untuk menghindari sisa-sisa serbuk yang menempel pada cetakan sampel, maka setiap pergantian variasi dibersihkan dengan etanol dan dikeringkan. Komponen-komponen yang diperlukan dalam proses kompaksi terdiri dari mesin kompaksi hidrolik (*Hydraulic Press*) dan cetakan pelet yang dapat dilihat pada Gambar 3.6.

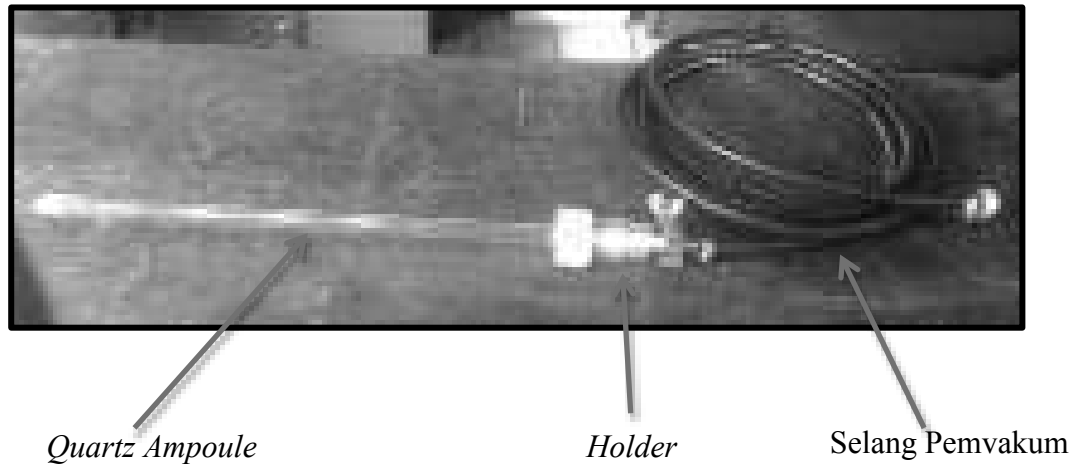


Gambar 3.6 Mesin kompaksi hidrolik (*Hydraulic Press*), (b) cetakan pelet (*dyse*).

3.4.6 Pemasukkan Pelet ke dalam *Quartz Ampoules*

Sampel 1 hingga sampel 4 yang sudah menjadi pelet dimasukkan ke dalam *quartz ampoule* sepanjang 60 cm dengan diameter 1,8 cm, pelet yang dimasukkan masing-masing 2 buah pelet setiap variasinya, sehingga didapatkan total 8 buah pellet yang dimasukkan ke dalam *quartz am poule*. Agar tidak terjadi

pencampuran maka antar sampel diberi sekat berbahan Alumina (Al_2O_3), bahan sekat ini bisa tahan pada kondisi pemanasan $\pm 1700^\circ\text{C}$. *Quartz ampoule* dapat dilihat pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7 *Quartz ampoule*.

Quartz ampoule dengan panjang 20 cm dari ujung sampel kemudian dipanaskan dengan oksi-asetilen yaitu pembakaran menggunakan Gas asetilen (C_2H_2). Bagian *quartz ampoule* yang sudah dipanaskan akan ditarik agar diameter *quartz ampoule* pada panjang 20 cm tersebut lebih kecil. Selanjutnya, *quartz ampoule* dipasang dengan *holder* berdiameter 1,8 cm divakum pada tekanan 0 bar dan dialiri Gas Argon (Ar) pada tekanan 1 bar sebanyak 7 kali berturut-turut selama ± 2 jam. Dilanjutkan pada pengaliran Gas Argon (Ar) ke 8 dengan diberikan tekanan 0,8 bar sehingga *quartz ampoule* terisi dengan Gas Argon (Ar). Selanjutnya *quartz ampoule* pada panjang 20 cm dipanaskan kembali dan ditarik hingga *quartz ampoule* tidak berlubang sehingga sampel dalam keadaan inert bebas Oksigen. Proses tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8 Pemvakuman dan mengalirkan Gas Argon (Ar) ke dalam *quartz ampoule*.

3.4.7 Sintering

Proses berikutnya adalah proses *sintering* dalam *furnace* yang dapat dilihat pada Gambar 3.9. Tujuan *sintering* adalah agar sampel menjadi lebih mampat sehingga jarak antar partikel semakin dekat dan ikatan antar partikel semakin kuat serta pembentukan fasa baru. Selama proses *sintering* berlangsung, terjadi proses perpindahan materi (proses difusi) proses ini berupa gerakan-gerakan dari atom-atom sepanjang permukaan dan pada bahan. Akibatnya, setelah proses *sintering* terjadi pengurangan pori-pori, penyusutan dan pembentukan fasa baru. Memberikan suhu *sintering* yang tepat dapat meningkatkan jumlah fase β -FeSe yang mulai terbentuk pada proses *milling*. Suhu sintering yang terlalu tinggi akan membentuk fase δ -FeSe sebagai fase pengotor.

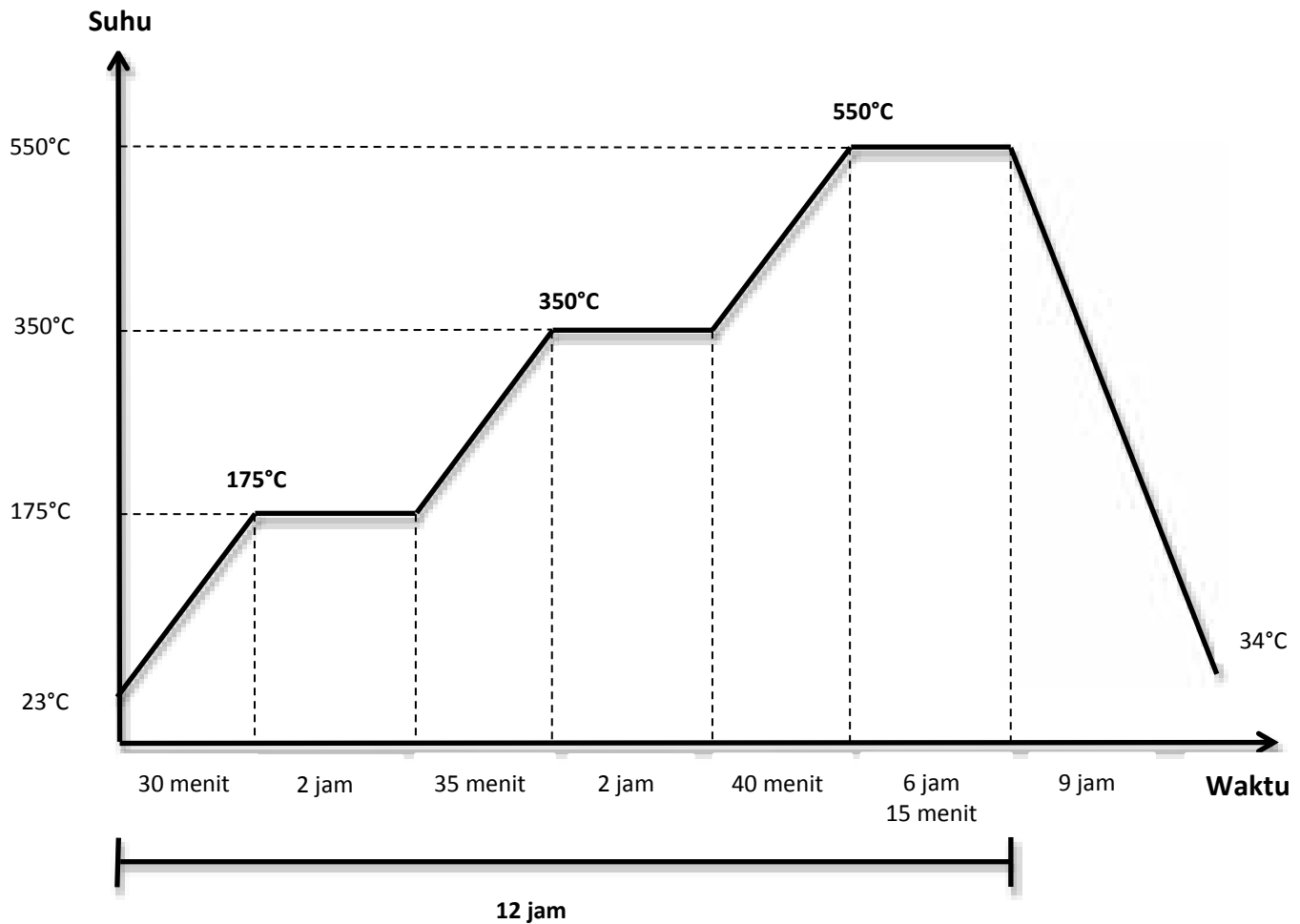


Gambar 3.9 *Furnace.*

Pelet yang berada di dalam *quartz ampoule* dipanaskan secara bertahap dimulai dengan suhu 23°C dengan laju kenaikan furnace 5°C/menit, lalu pada suhu 175°C dipertahankan selama 2 jam kemudian dinaikan pada suhu 350°C dipertahankan selama 2 jam dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu 550°C dipertahankan selama 6 jam 15 menit. Dari ketiga material Fe, Se dan Te, Selenium (Se) mempunyai nilai titik lebur paling rendah yakni sekitar 217°C, Telurium (Te) mempunyai titik lebur 449,5°C dan Besi (Fe) mempunyai titik lebur 1538°C.

Suhu pada proses *sintering* biasanya dilakukan dibawah titik leleh bahan dasarnya (sekitar 60% - 80% dari titik lebur bahan dasarnya) (Van Vlack, 1995). Sehingga pemanasan dilakukan secara bertahap pada suhu 175°C (dilihat dari 80% nilai titik lebur Selenium) dan dinaikan pada suhu 350°C (dilihat dari 80% nilai titik lebur Telurium). Pemanasan bertahap ini dimaksudkan agar Selenium (Se) dan Telurium (Te) mempunyai waktu untuk atom-atom saling bervibrasi sebelum suhu titik leburnya, jika meleleh pada suhu tinggi lebih cepat menguap.

Selama proses *sintering* dibutuhkan waktu total pemanasan 12 jam. *Quenching* dilakukan di dalam *furnace* dalam keadaan tertutup selama 9 jam sampai pada suhu 34°C. Grafik proses *sintering* ditunjukkan pada Gambar 3.10 sebagai berikut:



Gambar 3.10 Grafik proses *sintering*.

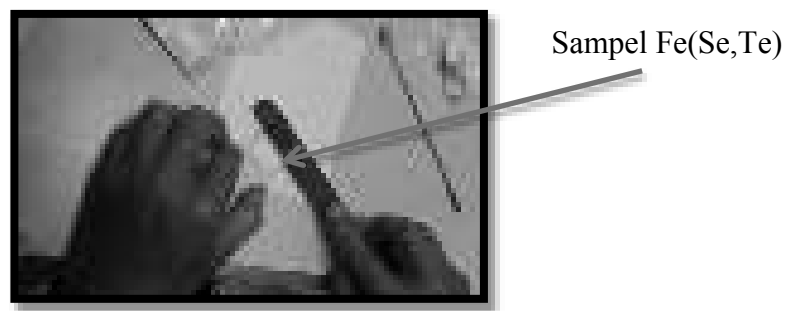
3.5 Karakterisasi

Sampel yang sudah berhasil disintesis dilanjutkan dengan karakterisasi dengan uji *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan fasa-fasa yang terbentuk dari sampel, uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk

mengetahui morfologi dan distribusi komposisi pada sampel, dan uji Cryogenic untuk analisa *resistivity*.

3.5.1 Uji *X-Ray Diffraction* (XRD)

Uji *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengidentifikasi fasa, komposisi fasa dan struktur kristal yang terkandung dalam bahan superkonduktor tersebut. Sehingga dapat digunakan untuk membuktikan bahwa bahan sampel tersebut termasuk ke dalam bahan superkonduktor atau tidak dari *peak* yang terbentuk. Tahap pertama uji XRD ini adalah meletakkan sampel serbuk pada *sample holder* dan sampel diratakan pada permukaan *sample holder* seperti yang dilihat pada Gambar 3.11.



Gambar 3.11 Wujud fisik preparasi sampel.

Sampel yang sudah diletakkan pada *sample holder* kemudian diuji XRD. Berdasarkan prinsip XRD, Sinar-X dihasilkan di suatu tabung sinar katode dengan pemanasan kawat pijar untuk menghasilkan elektron-elektron. kemudian elektron-elektron tersebut dipercepat terhadap suatu target dengan memberikan suatu voltase, dan menembak target dengan elektron. Ketika elektron-elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron-elektron dalam

target, kemudian ditangkap oleh *detector* dan karakteristik spektrum sinar-X dihasilkan. Pengujian difraksi sinar-X terhadap sampel dilakukan dengan menggunakan $\text{CuK}\alpha$.

Hasil keluaran yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan software *Match*, yaitu dengan cara mengkonversi keluaran tersebut ke dalam bentuk grafik untuk mencari *peak* yang menunjukkan informasi sampel. *Search Match* adalah pencocokan data posisi puncak difraksi terukur dengan basis data (data base) fasa-fasa yang telah dikompilasi. Hal ini dilakukan hanya sebatas mengetahui fasa apa saja yang ada pada sampel uji, tidak untuk menentukan komposisi dari masing-masing fasa. Sampel yang dideteksi dengan XRD menghasilkan spektrum dengan puncak-puncak intensitas pada sudut 2θ tertentu. Sebagai inputan untuk menjalankan *software Match* dibutuhkan data inputan file berekstensi *.xy file. Data file yang berasal dari hasil XRD merk *Empyrean/PANalytical* yang berekstensi *XRDML di conversikan ke dalam bentuk file yang berekstensi *.xy file. *Software* yang digunakan untuk mengkonversikan data file hasil XRD adalah *software* PowDLL.

Analisa puncak-puncak difraksi yang muncul menggunakan *software Match* dengan *database COD (Crystallography Open Database)*. Hasil *Search Match* ini dicocokkan dengan PDF (*Powder Diffraction File*) yang merupakan referensi utama untuk *powder diffraction* data. PDF yang digunakan adalah JCPDS-ICDD (*Joint Committee Powder Diffraction Standards – International Center for Diffraction Data*). Data hasil analisis *X-Ray Diffraction (XRD)* tersebut nantinya dapat dihitung dan diestimasi besarnya persentase fraksi volume tertentu, baik fase superkonduktif yang diinginkan maupun fase pengotor yang

terbentuk. Hasil outputan XRD di plot dengan menggunakan *software KaleidaGraph*. Untuk mengetahui fraksi volume yang terbentuk dapat menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$F_v(f_n) = \frac{I(f_n)}{I_{total}} \dots\dots\dots (3.1)$$

Sedangkan untuk mengetahui derajat kristalinitas dapat dihitung menggunakan parameter FWHM (Full Width at Half Maximum). Fraksi luas kristal atau amorf dihitung dengan mengkalikan FWHM dengan intensitas. FWHM dianggap setengah alas dan intensitas sebagai tingginya. Untuk mengetahui derajat kristalinitas dapat dihitung menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$Kristalinitas = \frac{Fraksi\ luas\ kristal}{Fraksi\ luas\ kristal + Fraksi\ luas\ Amorf} \dots\dots\dots (3.2)$$

Dimana, Fraksi luas kristal = B kristal x Intensitas dan

Fraksi luas amorf = B amorf x Intensitas

$$B = \frac{1}{2} (2\theta_2 - 2\theta_1) \dots\dots\dots (3.3)$$

Dimana B adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*)

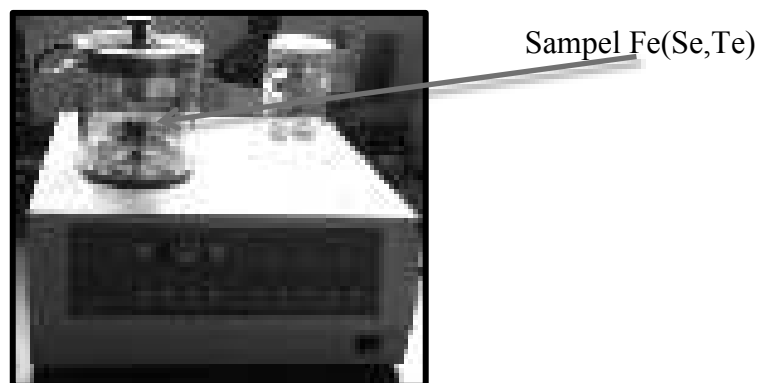
X-Ray Diffraction (XRD) dapat dilihat pada Gambar 3.12.



Gambar 3.12 *X-Ray Diffraction* (XRD)

3.5.2 Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan untuk mendapatkan gambaran morfologi dari sampel. Untuk menganalisis hasil SEM maka digunakan teknik EDX (*Energy Dispersive X-Ray*) untuk mendapatkan citra morfologi dan komposisi dari sampel. Dari citra morfologi permukaan ini dapat diamati ukuran butir kristal, distribusi kristal dan porositas dari setiap sampel, sedangkan dari komposisi didapatkan analisa komposisi dari permukaan sampel secara kuantitatif dan kualitatif. Tahap pertama pada uji SEM ini adalah meng-*coating* (melapisi) sampel yang akan diuji dengan bahan pelapis emas menggunakan alat *auto fine coater* selama ± 15 menit. Tujuan dari *coating* (pelapisan) ini adalah untuk mencegah terjadinya akumulasi dari medan elektrik statis pada sampel sehubungan dengan elektron irradiasi sewaktu proses penggambaran sampel. *Auto fine coater* dapat dilihat pada Gambar 3.13.



Gambar 3.13 *Auto Fine Coater*

Sampel yang sudah di-*coating* akan diuji menggunakan SEM dengan merk JEOL tipe JSM-6390A. Uji SEM dimulai dengan mengaktifkan program *SMARTSEM* pada PC. Membuka pintu *chamber* dengan klik menu *vacuum*, pilih *vent* untuk mengalirkan Gas Nitrogen maksimal 0,5 bar, segera aliran Gas

Nitrogen dimatikan setelah pintu terbuka. Masukkan sampel yang telah di-*coating* dan menutup kembali *chamber*, kemudian klik menu *vacuum* pilih *pump*. Memulai proses dengan klik *gun* pilih *beam on*. Setelah mendapatkan gambar yang dikehendaki tekan menu *photo* untuk menghentikan *scanning*. Menekan menu *save* untuk menyimpan gambar. Masing-masing sampel akan dianalisis pada perbesaran 500X, 1.000X, 3.000X, 5.000X, 10.000X, 15.000X dan 20.000X. Dari citra morfologi permukaan tersebut dapat dianalisis komposisi penyebaran dari Fe, Se, Te dan pengotor lainnya. Alat yang digunakan sebagai uji SEM dapat dilihat pada Gambar 3.14.



Gambar 3.14 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

3.5.3 Uji *Resistivity* pada Temperatur Rendah

Uji *resistivity* pada temperatur rendah ini bertujuan untuk analisa *resistivity* (hambatan jenis listrik) pada sampel superkonduktor. Berdasarkan data

keluaran didapatkan grafik hubungan antara resistivity terhadap perubahan suhu, dimana dari grafik tersebut dapat diketahui nilai suhu kritisnya (T_c). Uji *resistivity* ini diawali dengan pemasangan sampel yang sudah disintesis pada *holder pcb* dengan menggunakan metode *four point probe*. 1 *holder pcb* tersebut mempunyai 8 titik yakni titik 1-8 yang bisa dibuat untuk menguji 2 sampel sekaligus, titik 1-4 untuk menguji sampel ke 1 dan titik 5-8 untuk menguji sampel ke 2. *Holder pcb* disambungkan dengan kawat Tembaga (Cu) menggunakan kawat Timah (Sn) dan solder, kemudian sampel direkatkan pada *holder pcb* dengan menggunakan perekat *epoxy hardener* dan kawat Tembaga (Cu) yang sudah terhubung dengan *holder pcb* tersebut dihubungkan ke sampel dengan menggunakan perekat pasta perak (Ag). Sampel yang sudah dipasang pada *holder pcb* dapat dilihat pada Gambar 3.15.



Gambar 3.15 Sampel pada *holder pcb*

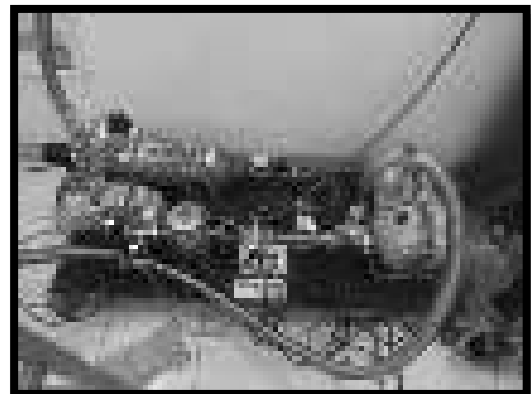
Alat yang digunakan pada uji ini adalah *cryogenic magnet "Cryotron FR"* buatan *Oxford*. *Cryogenic* ini memakai sistem *pulse tube cryocooler* untuk mendinginkan gas Helium. Sistem pendinginan ini tidak memerlukan penanganan cairan Helium yang dipersiapkan untuk pendinginan. Namun hanya memerlukan

gas Helium gas Helium yang akan diekspan/dimampatkan oleh kompresor sehingga suhu gas Helium akan turun. Komponen uji ini terdiri dari unit utama *cryogenic magnet* yang merupakan tempat dimaksukannya sampel, *circulation pump* merupakan sistem pompa sirkulasi untuk mengurangi tekanan gas Helium sehingga suhu dapat diturunkan hingga 1.5K, merupakan kompresor gas Helium yang apabila terdiri tanpa *circulation pump*, akan menurunkan suhu sampel hingga 4.5K dan *temperature and magnet controller* merupakan *controller* untuk suhu dan medan magnet, serta alat ukur *resistivity*.

Hasil keluaran yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan software *KaleidaGraph*, yaitu dengan cara menkonversi keluaran tersebut ke dalam bentuk grafik hubungan *resistivity* terhadap temperatur. Peralatan dari *cryogenic magnet* dapat dilihat pada Gambar 3.16.



(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 3.16 (a) *Cryogenic magnet*, (b) *Circulation pump*, (c) *Kompresor gas Helium*, (d) *Temperature and magnet controller*

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dan pembahasan dalam penelitian ini diulas dalam 2 subbab yang terdiri dari sintesis dan karakterisasi. Karakterisasi yang dilakukan dalam penelitian ini terdiri dari 3 macam, yaitu uji XRD, uji SEM dan uji *resistivity* pada temperatur rendah.

4.1 Sintesis

Superkonduktor Fe(Se,Te) disintesis menggunakan metode metalurgi serbuk. Penelitian ini dibuat 4 sampel dengan variasi komposisi stoikiometri $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$). Sampel yang akan dibuat menggunakan material serbuk Besi (Fe) (90,0%) dan serbuk Selenium (Se) (99,0%) didopan dengan serbuk Telurium (Te) (99,0%) menjadi paduan (Alloy) Fe(Se,Te). Tahap awal sintesis sampel ini adalah perhitungan komposisi material seperti yang sudah disajikan pada Tabel 3.3. Setelah tahap perhitungan maka material Fe, Se dan Te ditimbang dengan menggunakan Neraca Digital sesuai dengan yang dibutuhkan pada tahap perhitungan, sampel yang ditimbang mempunyai total massa 20 gram setiap variasinya.

Proses berikutnya adalah proses pemvakuman dan mengalir Gas Argon (Ar) pada *vial milling* selama 5 menit agar *vial milling* bebas Oksigen saat proses *milling* berlangsung sehingga mengurangi FeO yang terbentuk. Setelah *vial*

milling divakum dan dialiri Gas Argon (Ar) kemudian memasukkan *ball mill* dan sampel yang sudah ditimbang sebanyak 20 gram ke dalam *vial milling* dalam suasana bebas Oksigen. Proses pencampuran material Fe, Se dan Te dengan pemaduan mekanik menggunakan *High Energi Milling* (HEM) tipe Shaker Mill PPF UG dengan perbandingan massa serbuk terhadap massa total bola atau *Ball to Powder Weight Ratio* (BPR) sebesar 1:1, laju dan waktu *milling* sebesar 300 rpm selama 2 jam. Tujuan dari proses *milling* ini adalah untuk memperkecil ukuran partikel sehingga ukuran partikel homogen. Hasil Fe(Se,Te) sesudah proses *milling* dapat dilihat pada Gambar 4.1 sebagai berikut:



Gambar 4.1 Hasil Fe(Se,Te) sesudah proses *milling*.

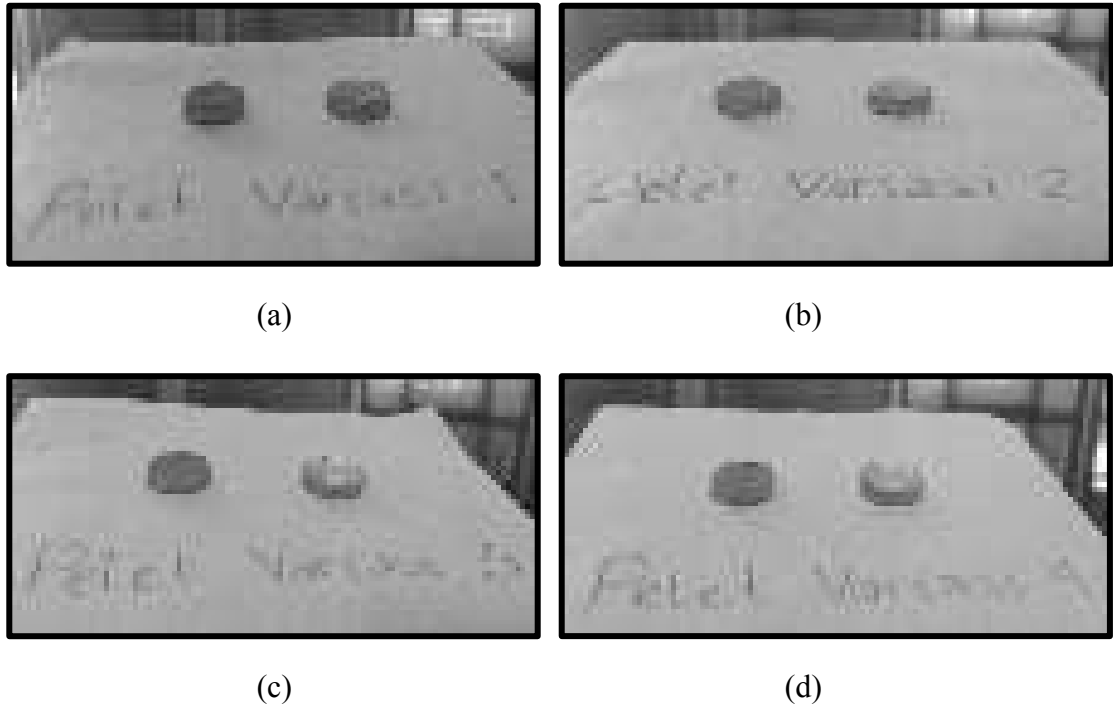
Sebelum proses *milling*, secara fisik ketiga sampel memiliki karakteristik yang berbeda seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Untuk Fe berbentuk serbuk namun sedikit kasar berwarna hitam keabu-abuan, sedangkan Se dalam bentuk serbuk halus berwarna hitam pekat, dan untuk Te berbentuk butiran-

butiran yang tidak homogen dan berwarna silver. Sesudah proses *milling* selama 2 jam didapatkan struktur fisik berbentuk serbuk halus berwarna hitam pekat. Setelah proses *milling* setiap variasi ditimbang menggunakan Neraca Digital dan didapatkan rata-rata pengurangan massa 2,95% dari massa awal. Berikut merupakan table perbandingan massa awal sebelum *milling* dan massa akhir sesudah *milling* dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perbandingan massa awal sebelum *milling* dan massa akhir sesudah proses *milling*.

Komposisi	Massa Sebelum <i>Milling</i> (gram)	Massa Sesudah <i>Milling</i> (gram)	Massa berkurang (%)
$\text{Fe}_{0,9}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	20	19,481	2,59
$\text{Fe}_{1,0}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	20	19,266	3,66
$\text{Fe}_{1,1}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	20	19,503	2,48
$\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	20	19,383	3,08

Proses selanjutnya adalah penekanan (*Compacting*), serbuk sampel hasil *milling* ditimbang masing-masing 1,2 gram untuk dimasukkan ke dalam cetakan pelet berbentuk silinder dengan diameter 12 mm. Setelah itu sampel dalam cetakan tersebut dikompaksi menggunakan mesin kompaksi hidrolis (*Hydraulic Press*) dengan memberikan beban setara dengan massa 100 ton dan tekanan yang diberikan pada sampel adalah sebesar 1000 psi. Tujuan dari kompaksi ini adalah agar partikel bahan campuran tersusun rapat dan padat sehingga apabila diberi perlakuan panas yang tepat akan terjadi proses difusi atom dan terbentuk ikatan yang kuat antar partikel. Hasil sampel yang sudah menjadi pelet disajikan pada Gambar 4.2, didapatkan wujud fisik pelet berwarna perak.



Gambar 4.2 (a) Pelet variasi 1, (b) Pelet variasi 2, (c) Pelet variasi 3, (d) Pelet variasi 4.

Setiap variasi didapatkan masing-masing 10 buah pelet, jadi total didapatkan sebanyak 40 buah pelet dengan diameter 12 mm dan tinggi 2 mm. Dari pelet tersebut didapatkan density sebagai berikut :

Diketahui : $r = 6 \text{ mm} = 0,6 \text{ cm}$

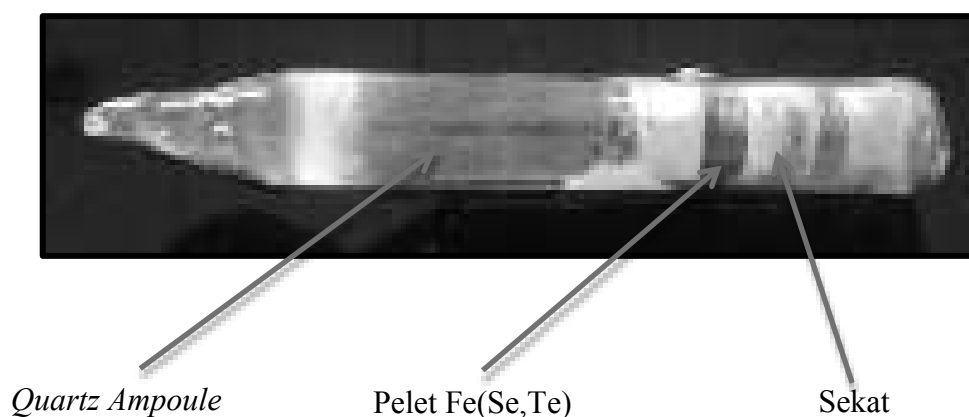
$t = 2 \text{ mm} = 0,2 \text{ cm}$

$m = 1,2 \text{ gram}$

- $V = \pi r^2 t$
 $= 3,14 (0,6 \text{ cm})^2 (0,2 \text{ cm})$
 $= 0,22608 \text{ cm}^3$
- Density = $\frac{m}{v}$
 $= \frac{1,2 \text{ gram}}{0,22608 \text{ cm}^3}$
 $= 5,308 \text{ g/cm}^3$

Dari perhitungan di atas didapatkan density masing-masing pelet adalah $5,308 \text{ gr/cm}^3$. Selanjutnya pelet dimasukkan ke dalam *quartz ampoule* sepanjang 60 cm dengan diameter 1,8 cm, pelet yang dimasukkan masing-masing 2 buah pelet setiap variasinya, sehingga didapatkan total 8 buah pelet yang dimasukkan ke dalam *quartz ampoule*. Upaya untuk menghindari percampuran setiap sampel maka antar sampel diberi sekat berbahan Alumina (Al_2O_3). Selanjutnya *quartz ampoule* divakum dan dialiri Gas Argon (Ar). *Quartz ampoule* pada panjang 20 cm dipanaskan kembali dengan oksi-asetilen menggunakan Gas Asetilen (C_2H_2) dan ditarik hingga *quartz ampoule* tidak berlubang.

Proses pemanasan dilakukan pada suhu sintering 550°C dengan *holding time* selama 6 jam 15 menit. Se yang mempunyai titik leleh 217°C diasumsikan akan menguap sebelum terjadi *melting* pada Fe yang memiliki titik leleh lebih tinggi dari Se. Selain itu, dengan adanya sedikit Argon pada *quartz ampoule* diharapkan dapat menekan sebagian Se dapat bereaksi dengan Fe sehingga membentuk fasa FeSe maupun Fe(Se,Te). Hasil dari pelet yang sudah dimasukkan kedalam *quartz ampoule* dapat dilihat pada Gambar 4.3 sebagai berikut:



Gambar 4.3 Pelet didalam *quartz ampoule*.

Setelah pelet disegel dalam *quartz ampoule* dilanjutkan dengan proses *sintering* dalam *furnace*. Pelet yang berada di dalam *quartz ampoule* dipanaskan secara bertahap dimulai dengan suhu 23°C dengan laju kenaikan *furnace* 5°C/menit, lalu pada suhu 175°C dipertahankan selama 2 jam kemudian dinaikan pada suhu 350°C dipertahankan selama 2 jam dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu 550°C dengan *holding time* selama 6 jam 15 menit. Selama proses *sintering* dibutuhkan waktu total pemanasan 12 jam. Pendinginan dilakukan di dalam *furnace* dalam keadaan tertutup selama 9 jam sampai pada suhu 34°C. Setelah proses *sintering* dilakukan, hasil pengamatan secara kasat mata terjadi perubahan pada fisik sampel. Sebelum di-*sintering*, sampel yang telah dibentuk pelet terlihat padat dan pejal serta berwarna perak. Setelah proses *sintering* bentuk pelet terlihat mengembang dengan warna hitam. Proses berikutnya adalah karakterisasi sampel yang sudah disintesis.

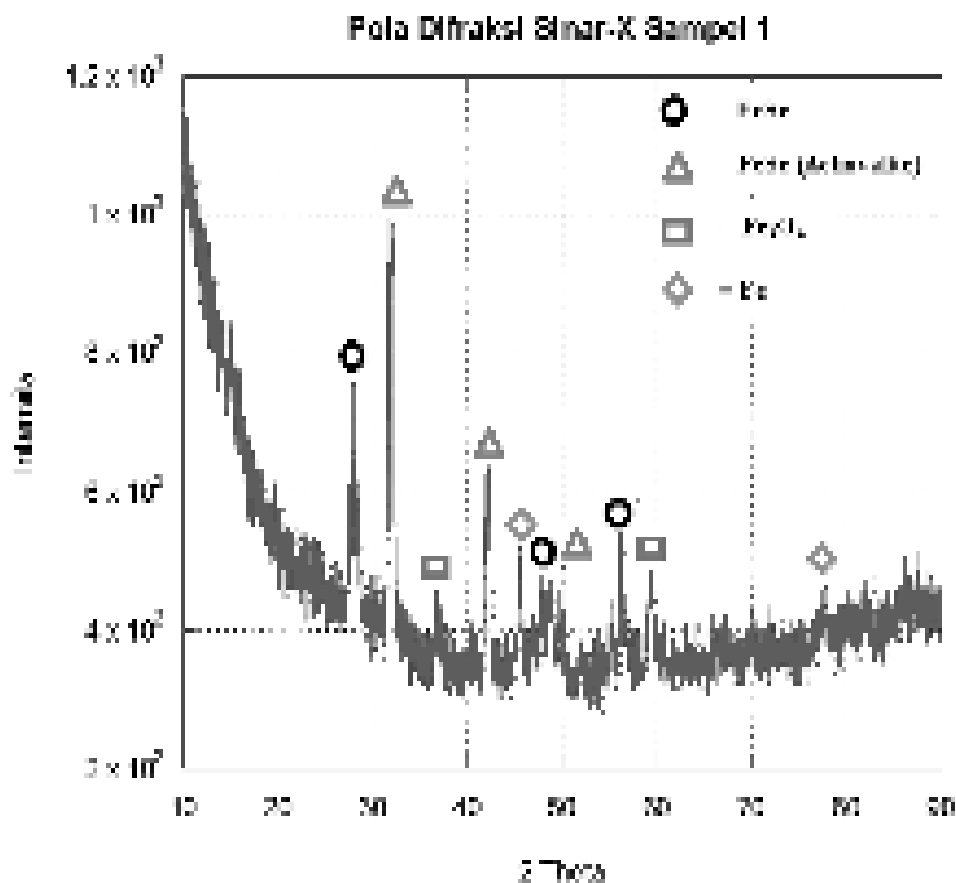
4.2 Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan adalah uji *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan fasa-fasa yang terbentuk dari sampel, uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi dan distribusi komposisi pada sampel, dan uji *resistivity* pada temperatur rendah.

4.2.1 Hasil Uji *X-Ray Diffraction* (XRD)

Uji *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengidentifikasi fasa, komposisi fasa dan struktur kristal seperti *space group*, parameter kisi, dan posisi atom yang terkandung dalam bahan superkonduktor tersebut. Hasil keluaran yang

diperoleh dianalisis secara kualitatif yaitu identifikasi fasa dengan menggunakan software *Match*, yaitu dengan cara mengkonversi keluaran tersebut ke dalam bentuk grafik untuk mencari *peak* yang menunjukkan informasi sampel. Hasil *Search Match* ini dicocokkan dengan PDF (*Powder Diffraction File*) yang merupakan referensi utama untuk *powder diffraction* data. PDF yang digunakan adalah JCPDS-ICDD (*Joint Committee Powder Diffraction Standards – International Center for Diffraction Data*). Hasil dari karakterisasi XRD untuk sampel $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ dapat dilihat pada Gambar 4.4 dan Tabel 4.2 sebagai berikut.



Gambar 4.4 Hasil uji XRD sampel $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Tabel 4.2 Data hasil pencarian puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa Superkonduktor dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{0,9}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$.

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 Theta	Int.	Fasa	2 Theta	Int.
β -FeSe	27,8806	755	δ -FeSe	31,8722	994
β -FeSe	48,7578	471	Fe_3O_4	36,6516	458
β -FeSe	56,2158	538	δ -FeSe	42,2714	635
Total		1764	Fe	45,4752	519
			δ -FeSe	50,0445	490
			Fe_3O_4	59,2357	481
			Fe	77,8545	462
			Total		4039

Nilai fraksi volume sampel $\text{Fe}_{0,9}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dapat dihitung :

$$F_v(f_n) = \frac{I(f_n)}{I_{total}}$$

- F_v Superkonduktor = $\frac{1764}{1764+4039} \times 100\% = 30,40\%$
- F_v Impurity = $\frac{4039}{4039+1764} \times 100\% = 69,60\%$

Gambar 4.4 merupakan hasil uji XRD untuk sampel $\text{Fe}_{0,9}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dan Tabel 4.2 merupakan data hasil pencarian puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa Superkonduktor dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{0,9}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$. Hasil analisa perhitungan fraksi volume sampel $\text{Fe}_{0,9}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ didapatkan fraksi volume fasa superkonduktor sebesar 30,40% dan fraksi volume fasa impurity sebesar 69,60%.

Analisa puncak-puncak difraksi yang muncul menggunakan *software Match* dengan *database COD (Crystallography Open Database)*, dari pola

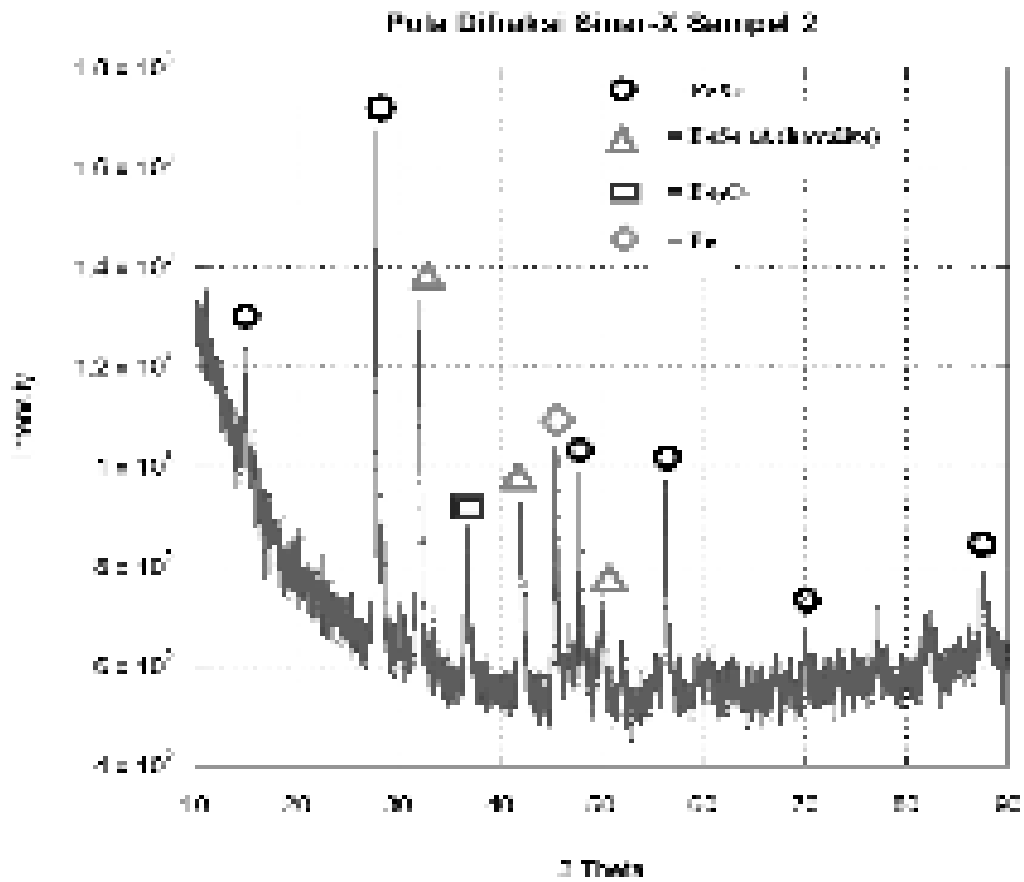
difraksi XRD yang didapat, terdapat 10 puncak yang terlihat/dominan. Analisa secara kualitatif menggunakan *Match* didapatkan 4 fasa yaitu FeSe (Achavalite) dengan *no.database* 96-101-0299, Fese dengan *no.database* 96-101-1367, Fe₃O₄ dengan *no.database* 96-900-2331 dan Fe dengan *no.database* 96-901-4447. Keempat fasa tersebut, fasa FeSe (Achavalite) dan fasa FeSe yang paling dominan pada sampel Fe_{0.9}Se_{0.5}Te_{0.5}. Hal ini dapat dibuktikan dengan melihat 3 *peak* dengan intensitas paling tinggi adalah fasa FeSe (Achavalite) pada *peak* 1 dan 2, fasa FeSe pada *peak* 3. Fasa FeSe (Achavalite) ini merupakan fasa hexagonal δ -FeSe (*space group* P63/mmc) yang merupakan salah satu fasa pengotor dalam superkonduktor FeSe. Meskipun banyak sekali pengotor, dengan ditemukannya fasa β -FeSe (*space group* P4/nmm) pada sampel Fe_{0.9}Se_{0.5}Te_{0.5} dapat dipastikan bahwa sampel tersebut merupakan kandidat material superkonduktor berbasis besi.

Pada awal penemuan superkonduktor fasa β -FeSe (*space group* P4/nmm) merupakan fasa yang diyakini sebagai superkonduktor dengan T_c~8K dan memiliki struktur kristal paling sederhana yaitu tetragonal. Terdapat fasa lain yakni fasa Fe₃O₄ dan Fe murni sebagai fasa pengotor yang dapat diamati disistem ketika siklus pemanasan tidak diterapkan. Menurut literatur, fasa superkonduktor FeSe dan fase superkonduktor Fe(Se,Te) sama-sama fasa β -FeSe (*space group* P4/nmm), yang membedakan antara superkonduktor FeSe dengan superkonduktor Fe(Se,Te) dapat dilihat dari temperatur kritis (T_c) yang menunjukkan T_c~8K pada superkonduktor FeSe dan menunjukkan T_c ~15K pada superkonduktor Fe(Se,Te). Pada Tabel 4.3 merupakan *Entrydatabase* analisa kualitatif sampel Fe_{0.9}Se_{0.5}Te_{0.5} menggunakan *Match*.

Tabel 4.3 *Entry database* analisa kualitatif sampel $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ menggunakan *Match*.

Entry No.	96-101-1367	96-101-0299	96-900-2331	96-901-4447
Mineral name	Achavalite	Iron Selenide	Magnetite	Iron
Formula sum	$\delta\text{-FeSe}$	$\beta\text{-FeSe}$	Fe_3O_4	Fe
Space group	P63/mmc (194)	P4/nmm (129)	P63mc (186)	Fm-3m (225)
Crystal system	Hexagonal	Tetragonal	Cubic	Cubic
Cell parameters	a=3.6100 Å, c=5.8700 Å	a=3.7650 Å, c=5.5180 Å	a=8.1177 Å	a=3.4680 Å
Calc. density	6.75700 g/cm ³	5.72200 g/cm ³	5.75000 g/cm ³	8.89300 g/cm ³

Proses pemaduan mekanik dengan menggunakan *High Energy Milling* (HEM) memberikan pengaruh pada proses sintesis. Beberapa penelitian yang telah dilakukan pada sintesis superkonduktor FeSe, proses yang dilakukan memerlukan waktu sintering yang lama dan bertahap, namun dengan menggunakan HEM dapat memperkecil ukuran partikel, sehingga merubah laju sintering dan mengurangi lama yang diperlukan dalam pembentukan suatu fasa tertentu. Pada sampel dengan komposisi Fe terendah ($\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$) sintesis dilakukan pada suhu 550°C dengan lama waktu 6 jam 15 menit dapat menumbuhkan kristal tetragonal $\beta\text{-FeSe}$ meskipun fasa yang dominan dalam sampel 1 adalah hexagonal $\delta\text{-FeSe}$. Hasil uji XRD sampel dengan komposisi $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ dapat dilihat pada Gambar 4.5 dan Tabel 4.4 sebagai berikut.



Gambar 4.5 Hasil uji XRD sampel $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Tabel 4.4 Data hasil pencarian puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa superkonduktor dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 Theta	Int.	Fasa	2 Theta	Int.
β -FeSe	14,9867	1238	δ -FeSe	32,2399	1335
β -FeSe	27,9594	1672	Fe_3O_4	36,8355	879
β -FeSe	47,9174	988	δ -FeSe	42,0613	928
β -FeSe	56,3471	966	Fe	45,5277	1036
β -FeSe	69,9763	669	δ -FeSe	49,9920	740
β -FeSe	87,6234	788	Total		4918
Total		6321			

Nilai fraksi volume sampel $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ dapat dihitung :

$$F_v(f_n) = \frac{I(f_n)}{I_{total}}$$

- $F_v \text{ Superkonduktor} = \frac{6321}{6321+4918} \times 100\% = 56,24\%$
- $F_v \text{ Impurity} = \frac{4918}{4918+6321} \times 100\% = 43,76\%$

Gambar 4.5 merupakan hasil uji XRD sampel $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ dan Tabel 4.4 merupakan data hasil pencarian puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa superkonduktor dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$. Hasil analisa perhitungan fraksi volume sampel $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ didapatkan fraksi volume fasa superkonduktor sebesar 56,24% dan fraksi volume fasa impurity sebesar 43,76%. Dari pola difraksi XRD yang didapat, terdapat 11 puncak yang terlihat/dominan. Analisa secara kualitatif menggunakan *Match* didapatkan 4 fasa yaitu FeSe (Achavalite) dengan *no.database* 96-101-0299, Fese dengan *no.database* 96-101-1367, Fe_3O_4 dengan *no.database* 96-900-2331 dan Fe dengan *no.database* 96-900-4447, dari keempat fasa tersebut, fasa tetragonal β -FeSe (*space group* P4/nmm) yang paling dominan pada sampel $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$. Hal ini dapat dibuktikan dengan melihat 3 *peak* dengan intensitas tertinggi adalah fasa FeSe tetragonal β -FeSe (*space group* P4/nmm) pada *peak* tertinggi 1 dan tertinggi ke 2, sedangkan pada *peak* tertinggi ke 3 merupakan fasa hexagonal δ -FeSe (*space group* P63/mmc).

Menurut literatur, fasa superkonduktor FeSe dan fase superkonduktor Fe(Se,Te) sama-sama fasa β -FeSe (*space group* P4/nmm), yang membedakan antara superkonduktor FeSe dengan superkonduktor Fe(Se,Te) dapat dilihat dari

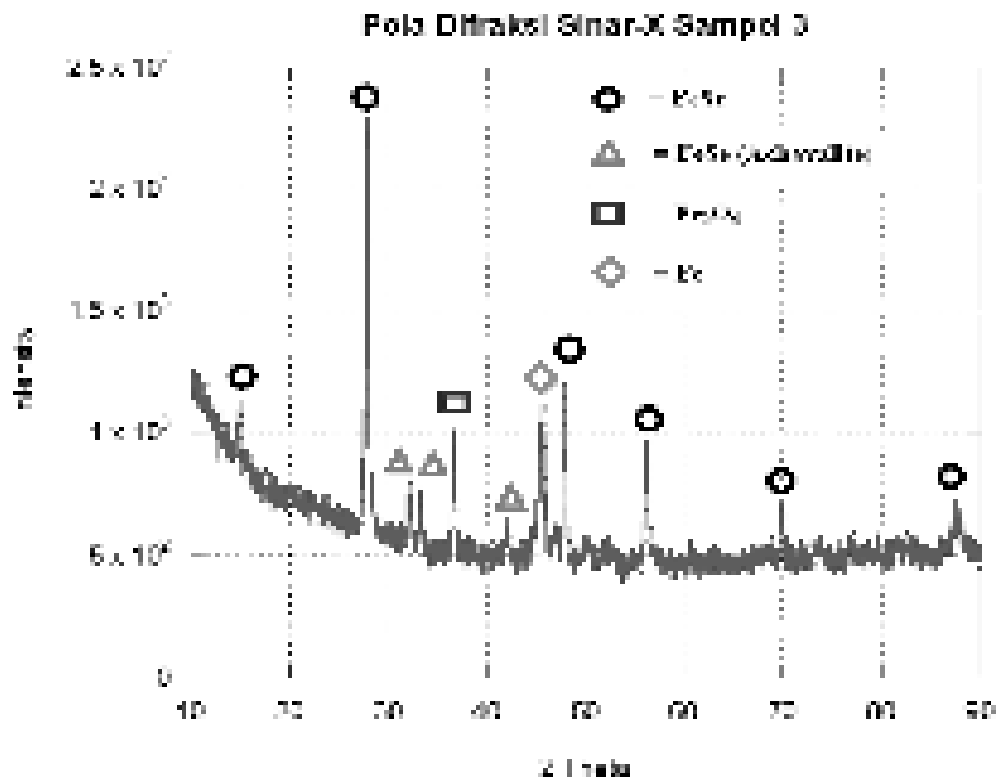
temperatur kritis (T_c) yang menunjukkan $T_c \sim 8K$ pada superkonduktor FeSe dan menunjukkan $T_c \sim 15K$ pada superkonduktor Fe(Se,Te).

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD meskipun fasa tetragonal β -FeSe (*space group* P4/nmm) yang paling dominan pada sampel $Fe_{1.0}Se_{0.5}Te_{0.5}$ akan tetapi masih belum menunjukkan *single crystal* karena adanya fasa lain yaitu δ -FeSe, Fe_3O_4 dan Fe murni. Pertumbuhan fasa δ -FeSe (hexagonal) terjadi pada suhu pemanasan tinggi sedangkan β -FeSe kebanyakan tumbuh selama proses pendinginan dibawah suhu tertentu dan membentuk struktur tetragonal dengan simetri kristal P4/nmm. Meskipun banyak sekali pengotor, dengan ditemukannya fasa β -FeSe (*space group* P4/nmm) pada sampel $Fe_{1.0}Se_{0.5}Te_{0.5}$ dapat dipastikan bahwa sampel tersebut merupakan kandidat material superkonduktor berbasis besi. Pada Tabel 4.5 merupakan *Entrydatabase* analisa kualitatif sampel $Fe_{1.0}Se_{0.5}Te_{0.5}$ menggunakan *Match*.

Tabel 4.5 *Entrydatabase* analisa kualitatif sampel $Fe_{1.0}Se_{0.5}Te_{0.5}$ menggunakan *Match*.

<i>Entry No.</i>	96-101-1367	96-101-0299	96-900-2331	96-901-4447
<i>Mineral name</i>	Achavalite	Iron Selenide	Magnetite	Iron
<i>Formula sum</i>	δ -FeSe	β -FeSe	Fe_3O_4	Fe
<i>Space group</i>	P63/mmc (194)	P4/nmm (129)	P63mc (186)	Fm-3m (225)
<i>Crystal system</i>	Hexagonal	Tetragonal	Cubic	Cubic
<i>Cell parameters</i>	a=3.6100 Å, c=5.8700 Å	a=3.7650 Å, c=5.5180 Å	a=8.1177 Å	a=3.4680 Å
<i>Calc. density</i>	6.75700 g/cm ³	5.72200 g/cm ³	5.75000 g/cm ³	8.89300 g/cm ³

Hasil uji XRD sampel dengan komposisi $Fe_{1.1}Se_{0.5}Te_{0.5}$ dapat dilihat pada Gambar 4.6 dan Tabel 4.6 sebagai berikut.



Gambar 4.6 Hasil uji XRD sampel $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Tabel 4.6 Data hasil pencarian puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa superkonduktor dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 Theta	Int.	Fasa	2 Theta	Int.
β -FeSe	15,0129	1196	δ -FeSe	32,3186	685
β -FeSe	27,9857	2253	δ -FeSe	33,4216	652
β -FeSe	47,9699	1049	Fe_3O_4	36,8092	940
β -FeSe	56,3471	943	δ -FeSe	42,3239	559
β -FeSe	70,0551	647	Fe	45,6590	1113
β -FeSe	87,6497	764	Total		3949
Total		6852			

Nilai fraksi volume sampel $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ dapat dihitung :

$$F_v(f_n) = \frac{I(f_n)}{I_{total}}$$

- $F_v \text{ Superkonduktor} = \frac{6852}{6852+3949} \times 100\% = 63,14\%$
- $F_v \text{ Impurity} = \frac{3949}{3949+6852} \times 100\% = 36,86\%$

Gambar 4.6 merupakan hasil uji XRD untuk sampel $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ dan Tabel 4.6 merupakan data hasil pencarian puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa superkonduktor dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$. Hasil analisa perhitungan fraksi volume sampel $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ didapatkan fraksi volume fasa superkonduktor sebesar 63,14% dan fraksi volume fasa impurity sebesar 36,86%. Terdapat 11 puncak yang terlihat/dominan. Analisa secara kualitatif menggunakan *Match* didapatkan 4 fasa yaitu FeSe (Achavalite) dengan *no.database* 96-101-0299, Fese dengan *no.database* 96-101-1367, Fe_3O_4 dengan *no.database* 96-900-2331 dan Fe dengan *no.database* 96-901-6026, dari keempat fasa tersebut fasa FeSe yang paling dominan pada sampel $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$. Hal ini dapat dibuktikan dengan melihat 3 *peak* dengan intensitas tertinggi adalah fasa FeSe tetragonal $\beta\text{-FeSe}$ (*space group* P4/nmm) pada *peak* tertinggi 1 dan tertinggi ke 3, sedangkan pada *peak* tertinggi ke 2 merupakan fasa Fe murni (*space group* Fm-3m (225)). Fasa Fe murni sebagai fasa pengotor dapat diamati disistem ketika siklus pemanasan tidak diterapkan. Fasa Fe(Se,Te) tidak terdeteksi karena keterbatasan *database*. Meskipun banyak sekali pengotor, dengan ditemukannya fasa $\beta\text{-FeSe}$ (*space group* P4/nmm) pada sampel $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ dapat dipastikan

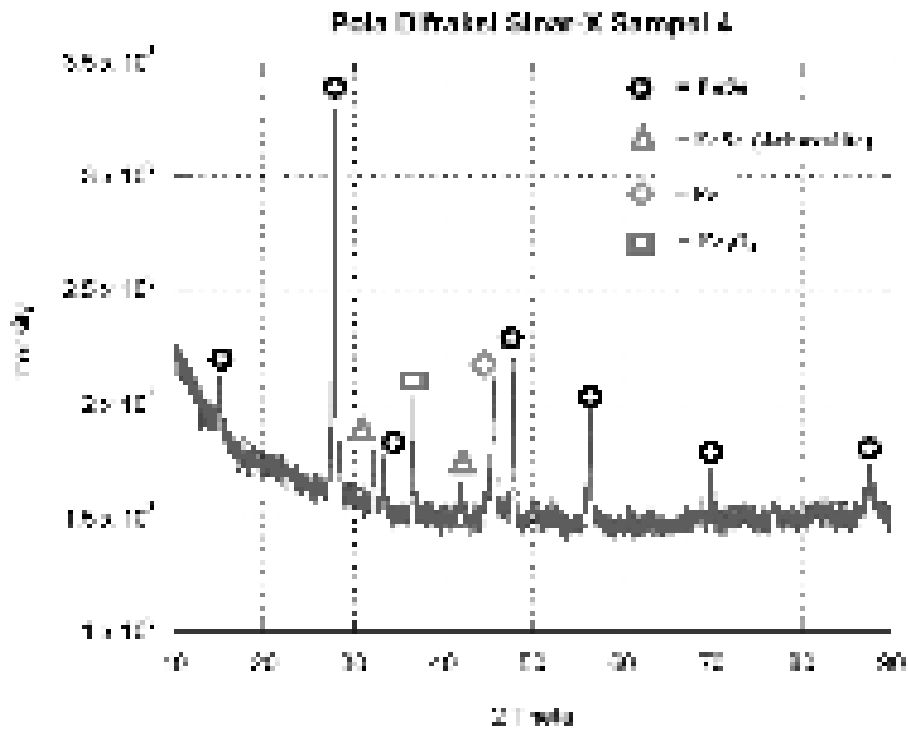
bahwa sampel tersebut merupakan kandidat material superkonduktor berbasis besi.

Menurut literatur, fasa superkonduktor FeSe dan fase superkonduktor Fe(Se,Te) sama-sama fasa β -FeSe (*space group* P4/nmm), yang membedakan antara superkonduktor FeSe dengan superkonduktor Fe(Se,Te) dapat dilihat dari temperatur kritis (T_c) yang menunjukkan $T_c \sim 8K$ pada superkonduktor FeSe dan menunjukkan $T_c \sim 15K$ pada superkonduktor Fe(Se,Te). Pada Tabel 4.7 merupakan *Entrydatabase* analisa kualitatif sampel $Fe_{1.1}Se_{0.5}Te_{0.5}$ menggunakan *Match*.

Tabel 4.7 *Entrydatabase* analisa kualitatif sampel $Fe_{1.1}Se_{0.5}Te_{0.5}$ menggunakan *Match*.

Entry No.	96-101-1367	96-101-0299	96-900-2331	96-901-6026
Mineral name	Achavalite	Iron Selenide	Magnetite	Iron
Formula sum	δ -FeSe	β -FeSe	Fe_3O_4	Fe
Space group	P63/mmc (194)	P4/nmm (129)	P63mc (186)	Fm-3m (225)
Crystal system	Hexagonal	Tetragonal	Cubic	Cubic
Cell parameters	a=3.6100 Å, c=5.8700 Å	a=3.7650 Å, c=5.5180 Å	a=8.1177 Å	a=3.4750 Å
Calc. density	6.75700 g/cm ³	5.72200 g/cm ³	5.75000 g/cm ³	8.83900 g/cm ³

Hasil uji XRD sampel dengan komposisi $Fe_{1.1}Se_{0.5}Te_{0.5}$ dapat dilihat pada Gambar 4.7 dan Tabel 4.8 sebagai berikut.



Gambar 4.7 Hasil uji XRD sampel $\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Tabel 4.8 Data hasil pencarian puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa superkonduktor dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 Theta	Int.	Fasa	2 Theta	Int.
β -FeSe	15,0129	1124	δ -FeSe	32,1611	804
β -FeSe	27,9069	2284	Fe_3O_4	36,7829	1026
β -FeSe	33,2903	729	δ -FeSe	41,9563	655
β -FeSe	47,8386	1200	Fe	45,7115	1114
β -FeSe	56,2945	970	Total		3599
β -FeSe	70,0026	709			
β -FeSe	87,6497	727			
Total		7743			

Nilai fraksi volume sampel $\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dapat dihitung :

$$F_v(f_n) = \frac{I(f_n)}{I_{total}}$$

- $F_v \text{ Superkonduktor} = \frac{7743}{7743+3599} \times 100\% = 68,27\%$
- $F_v \text{ Impurity} = \frac{3599}{3599+7743} \times 100\% = 31,73\%$

Gambar 4.7 merupakan hasil uji XRD untuk sampel $\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dan Tabel 4.8 merupakan data hasil pencarian puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa superkonduktor dan fasa impurity pada sampel $\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$. Hasil analisa perhitungan fraksi volume sampel $\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ didapatkan fraksi volume fasa superkonduktor sebesar 68,27% dan fraksi volume fasa impurity sebesar 31,73%. Terdapat 11 puncak yang terlihat/dominan. Analisa secara kualitatif menggunakan *Match* didapatkan 4 fasa yaitu FeSe (Achavalite) dengan *no.database* 96-101-0299, Fese dengan *no.database* 96-101-1367, Fe_3O_4 dengan *no.database* 96-900-2331 dan Fe dengan *no.database* 96-900-0668, dari keempat fasa tersebut, fasa tetragonal β -FeSe (*space group* P4/nmm) yang paling dominan pada sampel $\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$. Hal ini dapat dibuktikan dengan melihat 3 *peak* dengan intensitas tertinggi adalah fasa FeSe tetragonal β -FeSe (*space group* P4/nmm) pada *peak* tertinggi 1 dan tertinggi ke 2, sedangkan pada *peak* tertinggi ke 3 merupakan fasa Fe murni (*space group* Im-3m(229)). Fasa Fe murni sebagai fasa pengotor dapat diamati disistem ketika siklus pemanasan tidak diterapkan. Meskipun banyak sekali pengotor, dengan ditemukannya fasa β -FeSe (*space group* P4/nmm) pada sampel $\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dapat dipastikan bahwa sampel

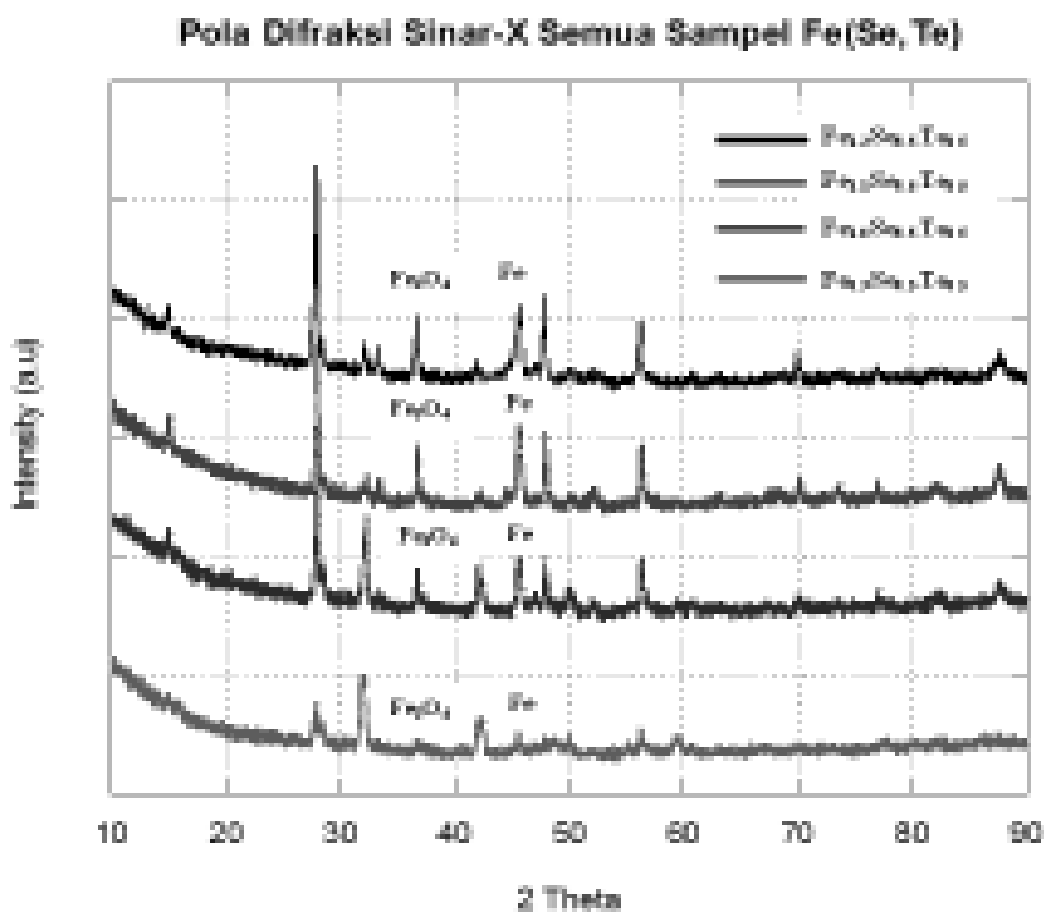
tersebut merupakan kandidat material superkonduktor berbasis besi. Fasa Fe(Se,Te) tidak terdeteksi karena keterbatasan *database*.

Hasil karakterisasi XRD didapatkan fasa tetragonal β -FeSe (*space group* P4/nmm) yang paling dominan pada sampel Fe_{1.2}Se_{0.5}Te_{0.5} akan tetapi masih belum menunjukkan *single crystal* karena adanya fasa lain yaitu δ -FeSe, Fe₃O₄ dan Fe murni. Sampel Fe_{1.2}Se_{0.5}Te_{0.5} merupakan sampel paling baik dibandingkan dengan sampel lainnya, hal ini dapat dibuktikan bahwa pada sampel Fe_{1.2}Se_{0.5}Te_{0.5} lebih banyak terdapat fasa tetragonal β -FeSe (*space group* P4/nmm) dibanding dengan sampel lainnya. Menurut literatur, fasa superkonduktor FeSe dan fase superkonduktor Fe(Se,Te) sama-sama fasa β -FeSe (*space group* P4/nmm), yang membedakan antara superkonduktor FeSe dengan superkonduktor Fe(Se,Te) dapat dilihat dari temperatur kritis (T_c) yang menunjukkan T_c~8K pada superkonduktor FeSe dan menunjukkan T_c ~15K pada superkonduktor Fe(Se,Te). Pada Tabel 4.9 merupakan *Entrydatabase* analisa kualitatif sampel Fe_{1.2}Se_{0.5}Te_{0.5} menggunakan *Match*.

Tabel 4.9 *Entrydatabase* analisa kualitatif sampel Fe_{1.2}Se_{0.5}Te_{0.5} menggunakan *Match*.

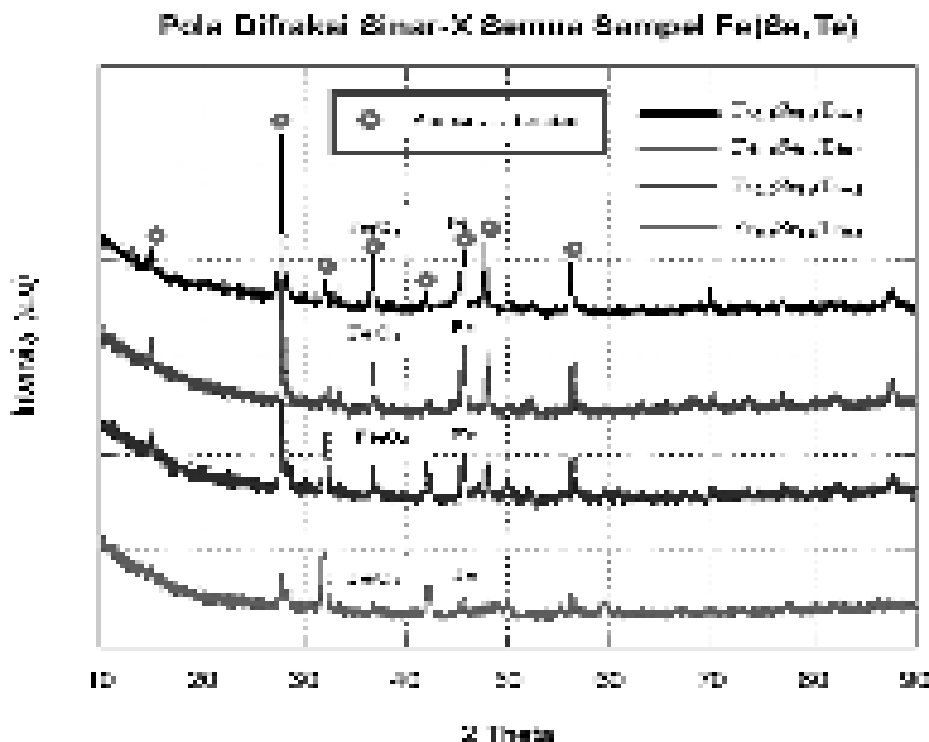
<i>Entry No.</i>	96-101-1367	96-101-0299	96-900-2331	96-900-0668
<i>Mineral name</i>	Achavalite	Iron Selenide	Magnetite	Iron
<i>Formula sum</i>	δ -FeSe	β -FeSe	Fe ₃ O ₄	Fe
<i>Space group</i>	P63/mmc (194)	P4/nmm (129)	P63mc (186)	Fm-3m (225)
<i>Crystal system</i>	Hexagonal	Tetragonal	Cubic	Cubic
<i>Cell parameters</i>	a=3.6100 Å, c=5.8700 Å	a=3.7650 Å, c=5.5180 Å	a=8.1177 Å	a=2.8190 Å
<i>Calc. density</i>	6.75700 g/cm ³	5.72200 g/cm ³	5.75000 g/cm ³	8.27800 g/cm ³

Jika dibandingkan antara pola difraksi sinar-x sampel pada komposisi Fe terendah ($\text{Fe}_{0,9}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$) sampai dengan sampel pada komposisi Fe tertinggi ($\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$) yang diharapkan memiliki fasa $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$, terdapat perbedaan. Perbedaan jelas terlihat pada jumlah nilai intensitas yang jauh berbeda dan posisi puncak-puncak yang muncul. Pada sampel $\text{Fe}_{0,9}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ jelas terlihat bahwa sampel baru memulai untuk membentuk suatu kristal baru dan fasa yang terbentuk adalah fasa hexagonal $\delta\text{-FeSe}$. Sedangkan pada sampel $\text{Fe}_{1,0}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$, $\text{Fe}_{1,1}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$, $\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dominan terbentuk fasa tetragonal $\beta\text{-FeSe}$, meskipun ada fasa baru seperti $\delta\text{-FeSe}$, Fe_3O_4 dan Fe. Perbandingan pola difraksi sinar-x semua sampel dapat dilihat pada Gambar 4.8 sebagai berikut.



Gambar 4.8 Perbandingan pola difraksi sinar-x semua sampel $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$.

Gambar 4.8 merupakan perbandingan pola difraksi sinar-x semua sampel Fe(Se,Te). Pada semua sampel terlihat adanya fasa pengotor Fe_3O_4 , hal ini menunjukkan pada semua sampel mengalami oksidasi meskipun pada skala yang kecil, selain itu pada semua sampel terdapat fasa Fe murni. Pada perbandingan pola difraksi sinar-x semua sampel Fe(Se,Te) di atas didapatkan diketahui bahwa sampel $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ memiliki perbedaan dibanding dengan sampel lainnya, terlihat terdapat beberapa *peak* yang berbeda dengan sampel lainnya, hal ini dapat dikarenakan pada sampel $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ terdapat banyak fasa impurity. Literatur menunjukkan terdapat kesamaan puncak yang terbentuk, berikut merupakan perbandingan puncak-puncak hasil pola difraksi sinar-X terhadap literatur yang dilakukan oleh Zhuang *et al*, 2014.



Gambar 4.9 Perbandingan puncak hasil Fe(Se,Te) terhadap hasil puncak pada literatur.

Gambar 4.9 merupakan perbandingan puncak hasil Fe(Se,Te) terhadap puncak pada literatur yang dilakukan oleh Zhuang *et al*, 2014. Terdapat kesamaan puncak yang terbentuk dengan puncak pada literatur. Pada literatur menunjukkan bahwa polikristalin FeSe terutama memiliki dua fasa yang berbeda, yaitu β -FeSe (stabil pada suhu kamar) dan δ -FeSe (stabil pada suhu tinggi). Bersama dengan fasa ini, feromagnetik heksagonal Fe₇Se₈, monoklin Fe₃Se₄, Fe₃O₄ dan Fe murni sebagai fasa pengotor dapat diamati disistem ketika siklus pemanasan tidak diterapkan. Menurut hasil yang diperoleh, δ -FeSe struktur heksagonal (P63/mmc) tumbuh pada suhu tinggi sementara fasa β -FeSe tumbuh terutama selama tahap pendinginan sebagai struktur tetragonal dengan simetri kristal (P4/nmm).

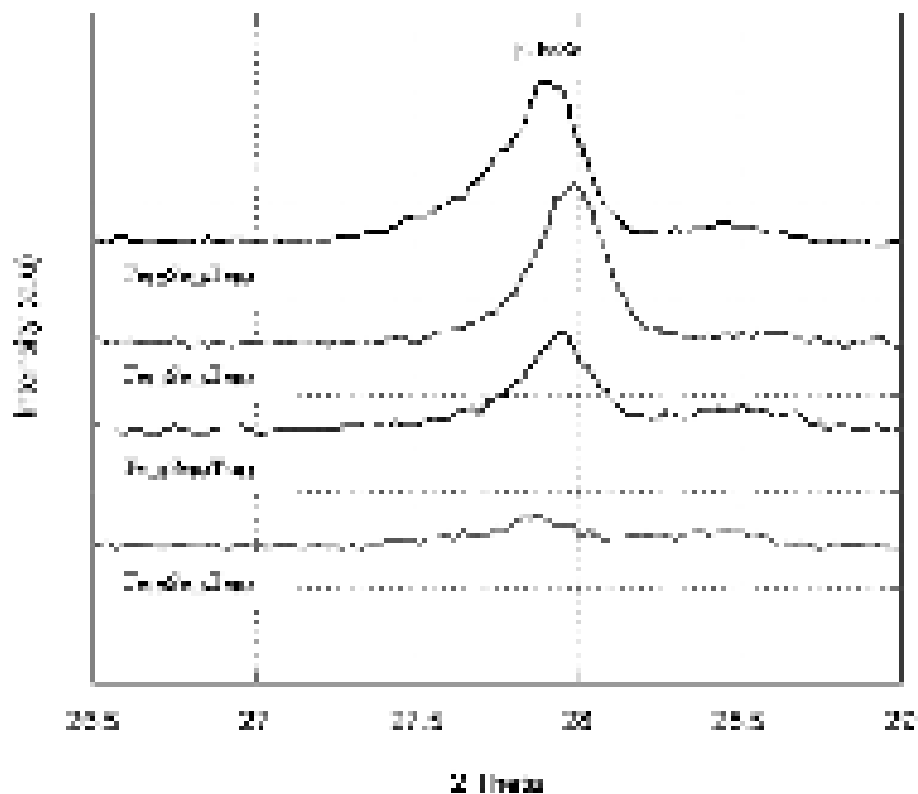
Literatur menunjukkan bahwa pada suhu rendah fasa β -FeSe dengan mudah dapat dikelilingi oleh fasa δ -FeSe selama pendinginan dan mencacah atau mengurangi pembubaran fasa β -FeSe ke matriks utama (McQueen *et al*, 2009). Fasa β -FeSe mempunyai struktur tetragonal ($a = b \neq c$) dengan memiliki parameter kisi $a = 3.7650 \text{ \AA}$, $c = 5.5180 \text{ \AA}$, sedangkan fasa δ -FeSe mempunyai struktur hexagonal ($a = b \neq c$) dengan memiliki parameter kisi $a = 3.6100 \text{ \AA}$, $c = 5.8700 \text{ \AA}$. Berikut merupakan perbandingan fraksi volume setiap sampel dapat dilihat pada Tabel 4.10.

Tabel 4.10 Perbandingan fraksi volume semua sampel Fe(Se,Te).

Sampel	Fasa Superkonduktor	Fasa Impurity
Fe _{0,9} Se _{0,5} Te _{0,5}	32,67%	67,33%
Fe _{1,0} Se _{0,5} Te _{0,5}	56,24%	43,76%
Fe _{1,1} Se _{0,5} Te _{0,5}	63,14%	36,86%
Fe _{1,2} Se _{0,5} Te _{0,5}	68,27%	31,73%

Pada tabel 4.10 merupakan perbandingan fraksi volume semua sampel Fe(Se,Te) dan dapat dilihat bahwa sampel $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ mempunyai fasa impurity lebih banyak dibandingkan dengan fasa superkonduktor yang dicari, semakin tinggi komposisi Fe maka semakin banyak fasa superkonduktor ($\beta\text{-FeSe}$) yang dicari. Pada semua sampel terdapat fasa $\beta\text{-FeSe}$ (*space group* P4/nmm) dan dapat dipastikan bahwa semua sampel tersebut merupakan kandidat material superkonduktor berbasis besi. Pada Gambar 4.9 berikut dapat terlihat pergeseran *peak* pada *peak* dengan intensitas tertinggi (pada kisaran intensitas 26,5–29) dari sampel $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ dan $\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Pola Difraksi Sinar-X Puncak Tertinggi Semua Sampel Fe(Se,Te)



Gambar 4.10 Pola difraksi sinar-x puncak tertinggi semua sampel Fe(Se,Te)

Gambar 4.10 merupakan pola difraksi sinar-X puncak tertinggi semua sampel Fe(Se,Te). Pada grafik dapat diketahui bahwa dengan penambahan komposisi Fe terdapat pergeseran puncak semakin bertambahnya komposisi Fe maka puncak akan bergeser ke arah kanan atau bergeser ke arah 2θ yang lebih besar. Puncak-puncak tersebut dapat diketahui derajat kristalinitas, untuk mengetahui derajat kristalinitas dapat dihitung menggunakan parameter FWHM (Full Width at Half Maximum). Fraksi luas kristal atau amorf dihitung dengan mengkalikan FWHM dengan intensitas. FWHM dianggap setengah alas dan intensitas sebagai tingginya. Untuk mengetahui derajat kristalinitas dapat dihitung menggunakan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{Fraksi luas kristal}}{\text{Fraksi luas kristal} + \text{Fraksi luas Amorf}}$$

Dimana, Fraksi luas kristal = B kristal x Intensitas dan

Fraksi luas amorf = B amorf x Intensitas

$$B = \frac{1}{2} (2\theta_2 - 2\theta_1)$$

Dimana, B adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*)

Dengan memasukkan fraksi luas kristal dan amorf kedalam persamaan didapatkan derajat kristalinitas, berikut merupakan perhitungan derajat kristalinitas 3 puncak tertinggi pada semua sampel Fe(Se,Te) terdapat pada Tabel 4.11.

Tabel 4.11 Hasil perhitungan derajat kristalinitas 3 puncak tertinggi (a) puncak tertinggi 1, (b) puncak tertinggi 2, (c) puncak tertinggi 3 pada semua sampel Fe(Se,Te).

Sampel	Amorf			Kristal			Fraksi Luas		Kristalinitas (%)
	20 ₂	20 ₁	I	20 ₂	20 ₁	I	Amorf	Kristal	
Fe _{0,9} Se _{0,5} Te _{0,5}	32,66	31,15	120	32,28	31,67	994	90,6	303,475	77,01
Fe _{1,0} Se _{0,5} Te _{0,5}	28,75	27,50	65	28,06	27,81	1672	40,625	209	83,72
Fe _{1,1} Se _{0,5} Te _{0,5}	28,76	27,55	60	28,10	27,85	2253	36,3	281,625	88,58
Fe _{1,2} Se _{0,5} Te _{0,5}	28,80	27,25	50	28,03	27,75	2284	38,75	349,76	90,02

(a)

Sampel	Amorf			Kristal			Fraksi Luas		Kristalinitas (%)
	20 ₂	20 ₁	I	20 ₂	20 ₁	I	Amorf	Kristal	
Fe _{0,9} Se _{0,5} Te _{0,5}	28,68	27,38	55	28,02	27,73	755	35,75	109,475	75,38
Fe _{1,0} Se _{0,5} Te _{0,5}	32,44	31,80	90	32,34	32,12	1335	28,8	146,85	83,69
Fe _{1,1} Se _{0,5} Te _{0,5}	47,60	46,66	60	47,98	47,68	1049	28,2	157,35	84,80
Fe _{1,2} Se _{0,5} Te _{0,5}	48,30	47,38	50	48,12	47,78	1200	23	204	89,86

(b)

Sampel	Amorf			Kristal			Fraksi Luas		Kristalinitas (%)
	20 ₂	20 ₁	I	20 ₂	20 ₁	I	Amorf	Kristal	
Fe _{0,9} Se _{0,5} Te _{0,5}	42,78	41,55	100	42,58	41,85	623	61,5	227,395	78,71
Fe _{1,0} Se _{0,5} Te _{0,5}	46,30	45,10	60	45,73	45,45	1036	36	145,04	80,11
Fe _{1,1} Se _{0,5} Te _{0,5}	46,80	45,02	55	45,90	45,46	1113	48,95	244,86	83,34
Fe _{1,2} Se _{0,5} Te _{0,5}	46,10	44,40	50	45,94	45,38	1114	42,5	311,92	88,01

(c)

Pada Tabel 4.11 merupakan hasil perhitungan derajat kristalinitas 3 puncak tertinggi pada semua sampel Fe(Se,Te). Lebar pada setengah peak XRD (*Half Width Peak*) dapat digunakan untuk mengukur kristalinitas suatu mineral. Prosedur standar yang dilakukan adalah dengan menghaluskan kurva XRD secara manual, menentukan garis latar belakang untuk setiap sisi, dan kemudian mengukur derajat 2-theta pada lebar peak di posisi setengah intensitas maksimum.

Dari hasil perhitungan didapatkan bahwa rata-rata derajat kristalinitas dan derajat amorf pada 3 puncak tertinggi dapat dilihat pada table 4.12 sebagai berikut.

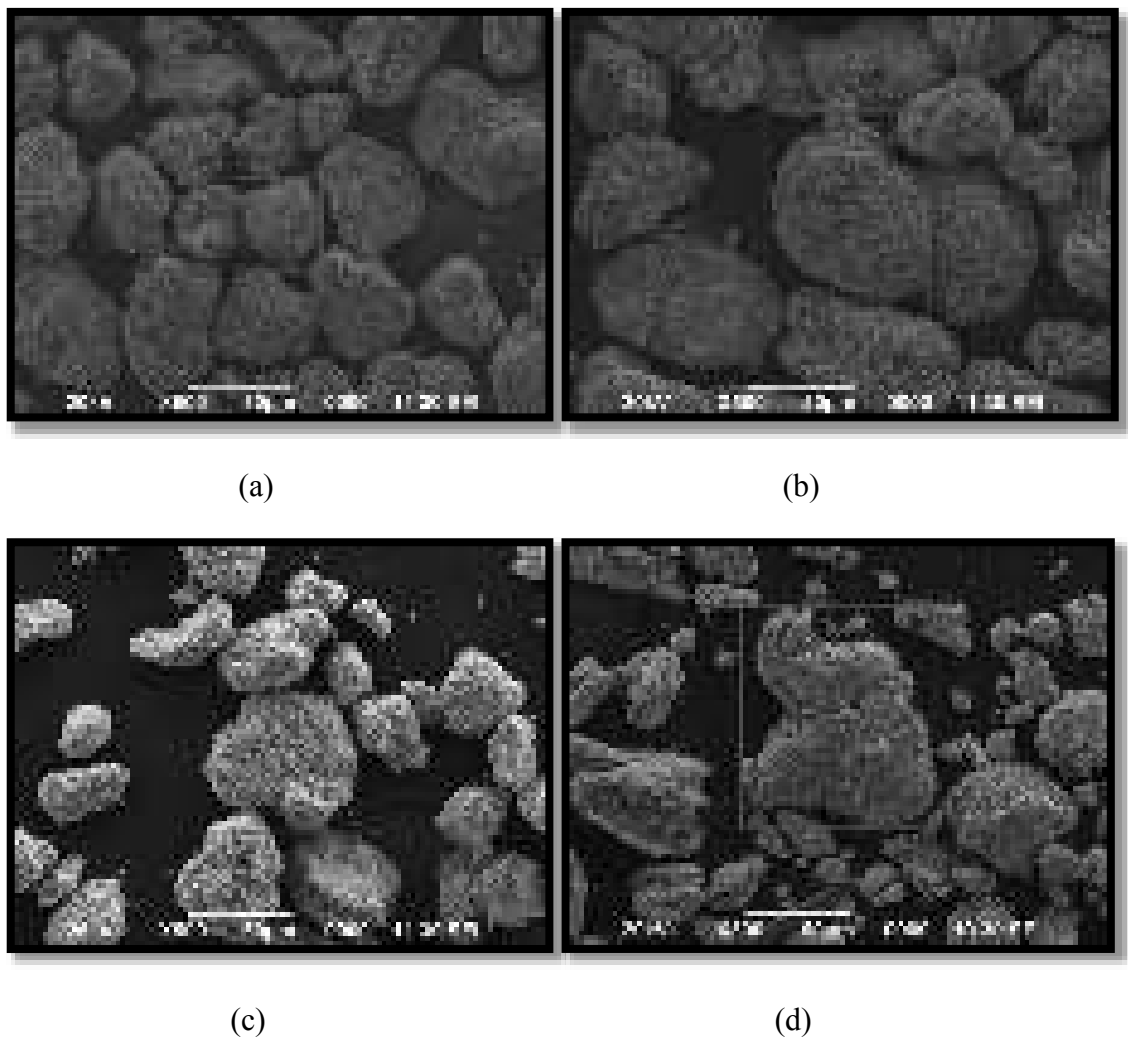
Tabel 4.12 Rata-rata derajat kristalinitas dan derajat amorf pada 3 puncak tertinggi Fe(Se,Te).

Sampel	Derajat Amorf (%)			Derajat Kristalinitas (%)			Rata-rata (%)	
	Peak 1	Peak 2	Peak 3	Peak 1	Peak 2	Peak 3	Derajat Amorf	Derajat Kristalinitas
Fe _{0,9} Se _{0,5} Te _{0,5}	22,99	24,62	21,29	77,01	75,38	78,71	22,97	77,03
Fe _{1,0} Se _{0,5} Te _{0,5}	16,28	16,31	19,89	83,72	83,69	80,11	17,49	82,51
Fe _{1,1} Se _{0,5} Te _{0,5}	11,42	15,20	16,66	88,58	84,80	83,34	14,43	85,57
Fe _{1,2} Se _{0,5} Te _{0,5}	9,98	10,14	11,99	90,02	89,86	88,01	10,70	89,30

Pada Tabel 4.12 merupakan rata-rata derajat kristalinitas dan derajat amorf pada 3 puncak tertinggi Fe(Se,Te), pada Tabel 4.12 tersebut dapat diketahui bahwa dengan semakin bertambahnya komposisi Fe maka memiliki rata-rata derajat kristalinitas yang lebih tinggi. Menurut literatur, unsur Se dan Te merupakan unsur chalcogenic yang apabila derajat amorf melebihi 5% maka cenderung bersifat semikonduktor. Dalam penelitian ini terdapat derajat amorf lebih dari 5% pada semua sampel, hal ini menyebabkan tidak adanya T_c^{zero} pada uji resistivity pada keadaan cryogenic. Hal tersebut dapat diasumsikan karena adanya proses *Quenching* yang kurang sempurna. Dalam penelitian ini proses *Quenching* dilakukan di dalam *furnace* dalam keadaan tertutup selama 9 jam, waktu 9 jam tersebut sudah menunjukkan suhu ruang. Sedangkan dalam literatur proses *Quenching* dilakukan minimal 12 jam baru menunjukkan suhu ruang, hal tersebut dapat diasumsikan *furnace* mengalami fluktuasi noise yang menyebabkan *Quenching* kurang sempurna.

4.2.2 Hasil Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Uji SEM *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi dan distribusi komposisi pada sampel. Uji ini dilakukan pada semua sampel dengan perbesaran 500X, 1.000X, 3.000X, 5.000X, 10.000X, 15.000X, 20.000X. Hasil uji SEM pada perbesaran 500X ditampilkan pada Gambar 4.11.



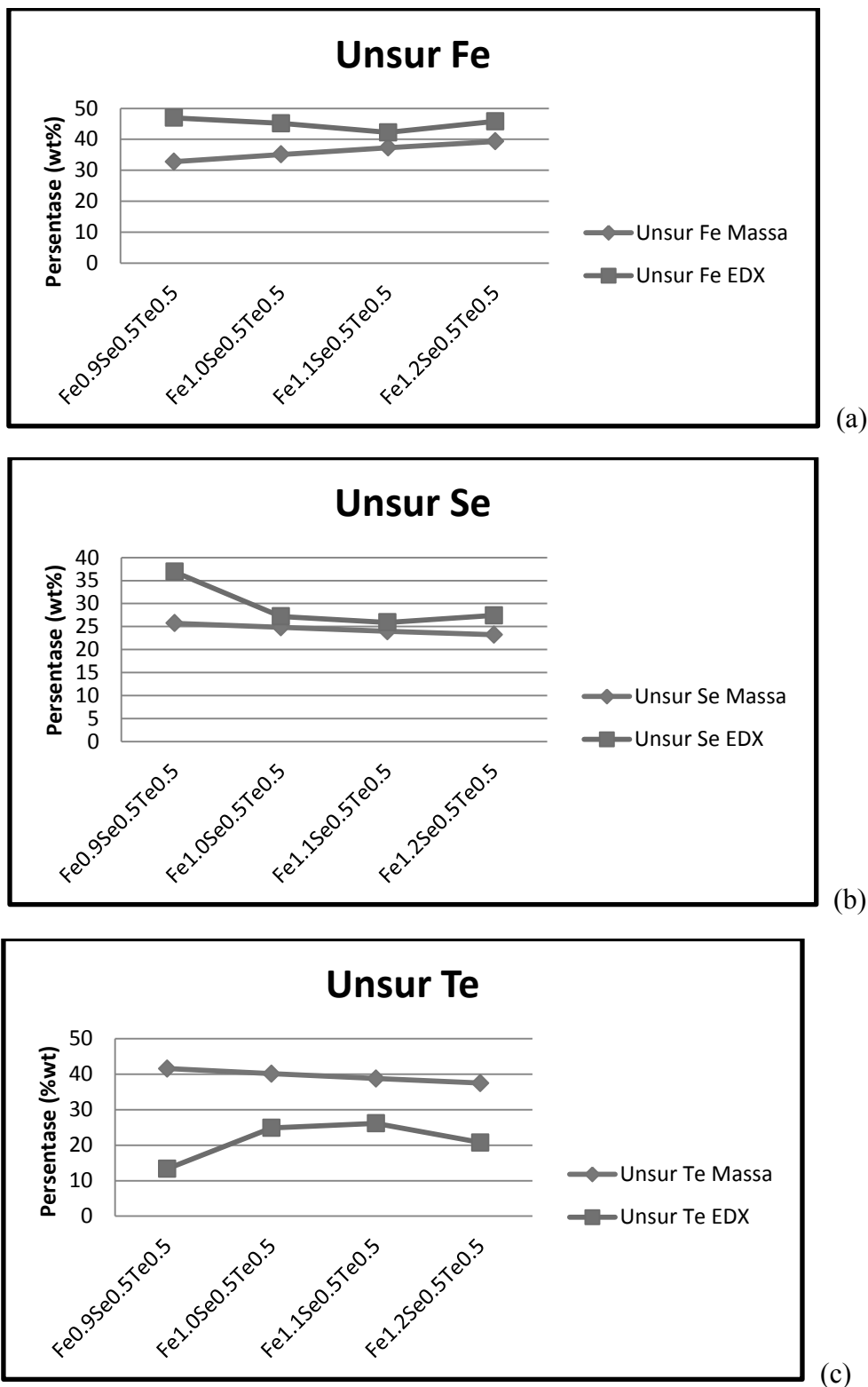
Gambar 4.11 Hasil uji SEM perbesaran 500X (a) $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (b) $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (c) $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (d) $\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Gambar 4.11 (a) hingga (d) berturutan menunjukkan hasil uji SEM (a) $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (b) $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (c) $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (d) $\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$. Dari foto mikroskopis pada perbesaran 500X yang diperoleh dari uji SEM dapat dilihat morfologi permukaan setiap sampel membentuk granul-granul yang mana merupakan karakteristik dari superkonduktor $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ yang disintesis melalui metode metalurgi serbuk. Ukuran butir setiap butirnya $\pm 50 \mu\text{m}$. Pada sampel 1 dan 2 mempunyai morfologi permukaan yang homogen, sedangkan pada sampel 3 dan 4 mempunyai morfologi yang heterogen setiap butirnya. Untuk mengetahui hasil analisa kuantitatif distribusi komposisi kimia pada setiap sampel dapat dilihat dari hasil EDX (*Energy Dispersive X-Ray*). Hasil EDX persentase massa (wt%) setiap sampel pada perbesaran 500X dapat dilihat pada Tabel 4.13.

Tabel 4.13 Perbandingan persentase komposisi massa teoritis (wt%) sampel dengan persentase komposisi massa EDX (wt%) pada perbesaran 500X.

Sampel	Unsur Fe		Unsur Se		Unsur Te	
	Massa Teoritis (wt%)	Massa EDX (wt%)	Massa Teoritis (wt%)	Massa EDX (wt%)	Massa Teoritis (wt%)	Massa EDX (wt%)
$\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	32,75	46,98	25,7	36,89	41,55	13,33
$\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	35,1	45,18	24,8	27,2	40,1	24,87
$\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	37,3	42,23	23,95	25,9	38,75	26,14
$\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	39,35	45,81	23,2	27,42	37,45	20,75

Tabel 4.13 dapat dilihat dengan jelas dengan Grafik pada Gambar 4.12 sebagai berikut.



Gambar 4.12 Grafik Perbandingan komposisi massa teoritis (a) unsur Fe, (b) unsur Se, (c) unsur Te sampel dengan hasil massa EDX pada perbesaran 500X.

Gambar 4.12 dapat diketahui Grafik perbandingan persentase komposisi massa teoritis (wt%) terhadap persentase massa EDX (wt%) dari masing-masing unsur Fe, Se dan Te. Pada semua sampel menunjukkan wt% unsur Fe bertambah pada hasil EDX, persentase massa (wt%) Se bertambah, sedangkan unsur Te mengalami pengurangan persentase massa EDX (wt%). Hasil persentase massa (wt%) EDX menunjukkan Fe berlebih disemua sampel, hasil uji XRD juga diketahui terdapat *peak* unsur Fe, hal ini biasa diasumsikan bahwa sebagian Fe belum berikatan sempurna dengan Se dan Te, sehingga perlu adanya penambahan waktu *milling* yang lebih lama agar Fe berikatan sempurna dengan Se dan Te. Untuk pengurangan persentase massa (wt%) unsur Te dan penambahan persentase massa (wt%) unsur Se, diasumsikan karena sebagian unsur Te telah menyusup kedalam fasa FeSe dan terjadi substitusi Te kedalam Se.

Selain unsur Fe, Se dan Te, terdapat pula Oksigen (O) pada sampel 1 hingga sampel 4 sebesar 2,81 wt%, 2,75 wt%, 5,74 wt%, 6,02 wt%. Oksigen yang terkandung pada setiap sampel menunjukkan bahwa sampel mengalami oksidasi walaupun dengan jumlah sedikit, dari hasil XRD ditemukan fasa Fe_3O_4 pada semua sampel, hal ini menunjukkan bahwa semua sampel mengalami oksidasi, dari hasil *mapping* dapat diketahui bahwa distribusi komposisi kimia Fe, Se dan Te tersebar merata pada setiap butir. Adanya Oksigen pada semua sampel mengakibatkan sampel tidak memiliki temperatur kritis *zero* (T_c^{zero}).

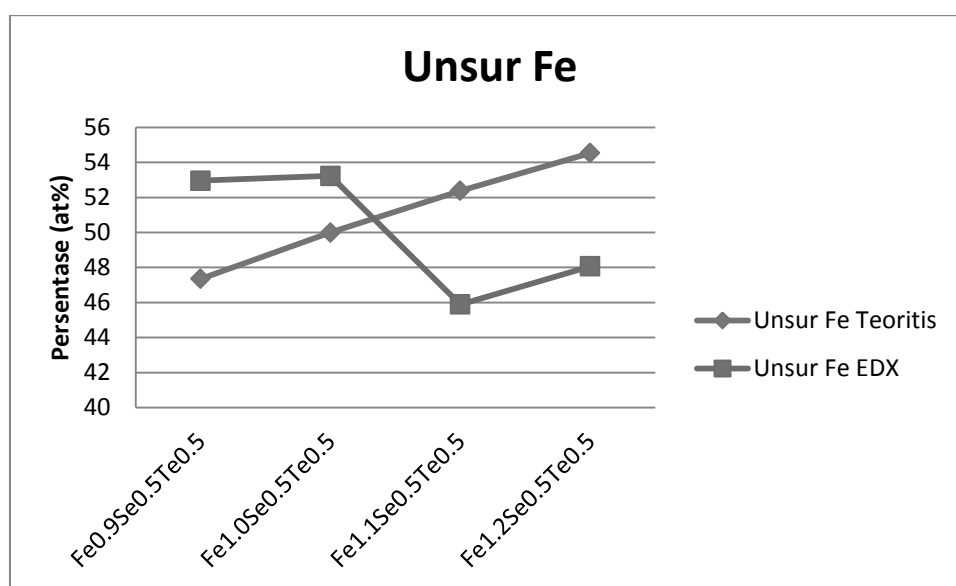
Adanya unsur Se dan Te pada pusat butir, dapat diasumsikan bahwa selama proses *milling* atom Se dan Te masuk ke dalam Fe. Selain itu, dapat disimpulkan bahwa senyawa Fe(Se,Te) yang terbentuk selama proses *milling* sangat sensitif terhadap rasio Fe:Se:Te, sedangkan dilihat dari persentase atomik

teoritis (at%) terhadap hasil persentase atomik EDX (at%) pada perbesaran 500X dapat dilihat pada Tabel 4.14 sebagai berikut.

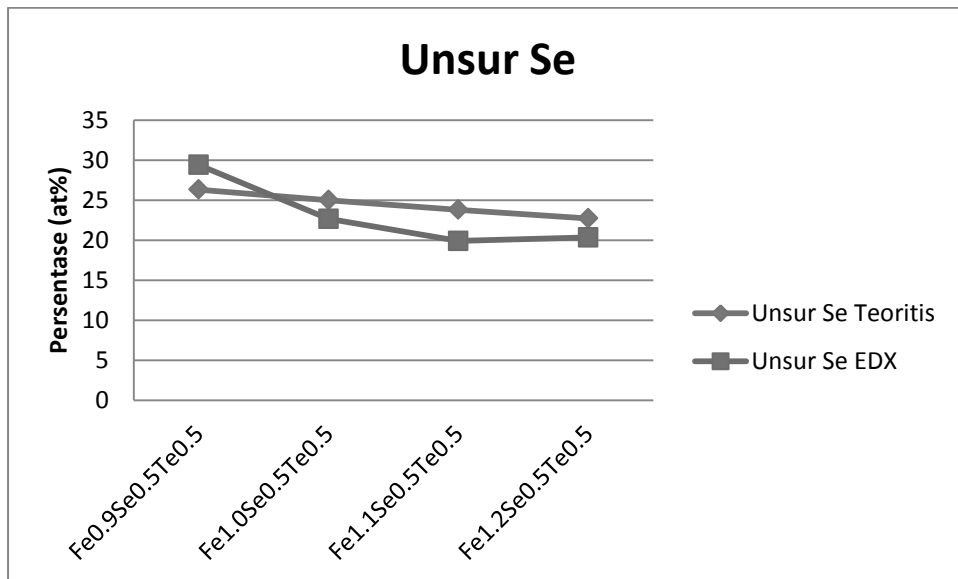
Tabel 4.14 Perbandingan persentase atomik teoritis (wt%) sampel dengan persentase atomik EDX (wt%) pada perbesaran 500X.

Sampel	Unsur Fe		Unsur Se		Unsur Te	
	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)
Fe _{0.9} Se _{0.5} Te _{0.5}	47,36	52,96	26,32	29,41	26,32	6,58
Fe _{1.0} Se _{0.5} Te _{0.5}	50	53,23	25	22,66	25	12,82
Fe _{1.1} Se _{0.5} Te _{0.5}	52,38	45,89	23,81	19,9	23,81	12,43
Fe _{1.2} Se _{0.5} Te _{0.5}	54,54	48,07	22,73	20,35	22,73	9,53

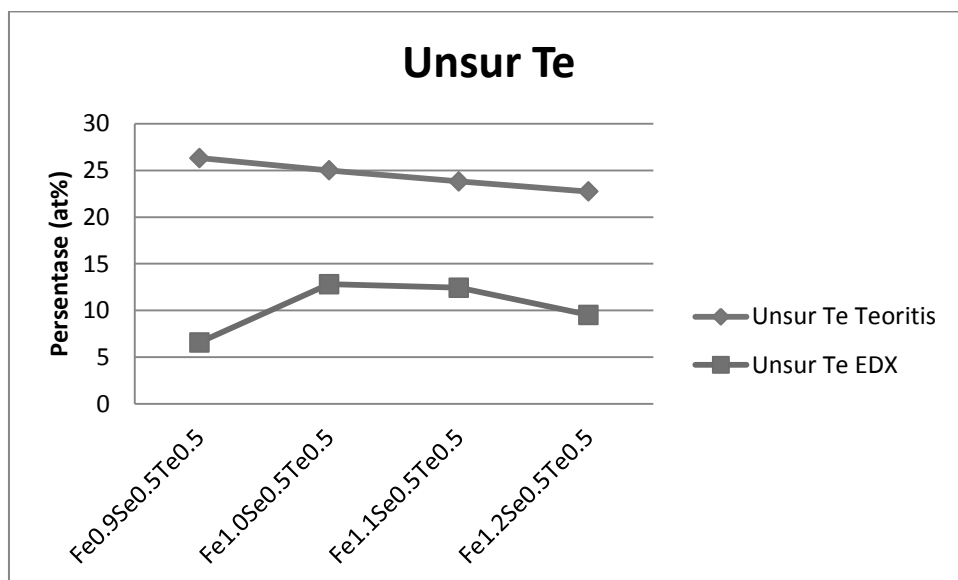
Dari hasil Tabel 4.14 dapat dilihat dengan jelas dengan Grafik pada Gambar 4.13. Grafik perbandingan persentase atomik teoritis (at%) sampel dengan persentase atomik EDX (at%) pada perbesaran 500X dapat dilihat sebagai berikut:



(a)



(b)



(c)

Gambar 4.13 Grafik perbandingan persentase atomik teoritis (a) unsur Fe, (b) unsur Se, (c) unsur Te sampel dengan persentase atomik EDX pada perbesaran 500X.

Pada Gambar 4.13 diketahui Grafik perbandingan persentase atomik teoritis (at%) terhadap persentase atomik EDX (at%) dari masing-masing unsur Fe, Se dan Te. Unsur Fe at% menunjukkan penambahan persentase atomik (at%)

pada sampel 1 dan 2, akan tetapi mengalami penurunan persentase atomik pada sampel 3 dan 4 jika dibandingkan dari hasil persentase atomik EDX (at%) terhadap persentase atomik teoritis (at%). Unsur Se at% menunjukkan penambahan persentase atomik (at%) pada sampel 1, dan menunjukkan penurunan persentase atomik (at%) pada sampel 2, 3 dan 4. Sedangkan unsur Te at% mengalami penurunan persentase atomik (at%) pada semua sampel.

Selain unsur Fe, Se dan Te, terdapat pula Oksigen (O) pada sampel 1 hingga sampel 4 sebesar 11,05 at%, 11, 29 at%, 21,78 at%, 22,05 at%. Oksigen yang terkandung pada setiap sampel menunjukkan bahwa sampel mengalami oksidasi. Perbandingan mol secara teoritis terhadap mol hasil EDX dapat dilihat pada Tabel 4.15.

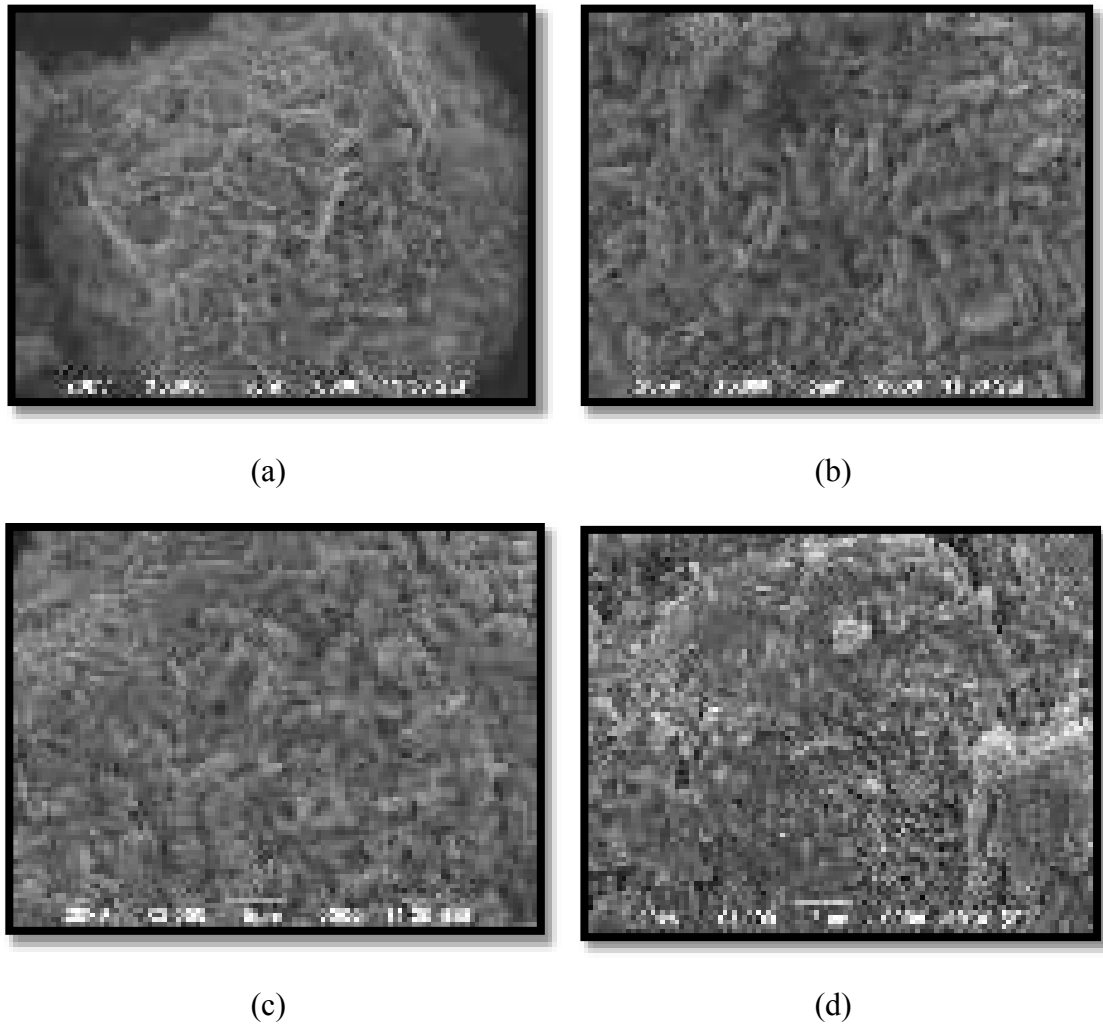
Tabel 4.15 Perbandingan mol secara teoritis terhadap mol hasil EDX.

Sampel	Teoritis	EDX
1	$\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	$\text{Fe}_{1.00}\text{Se}_{0.56}\text{Te}_{0.12}$
2	$\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	$\text{Fe}_{1.06}\text{Se}_{0.45}\text{Te}_{0.25}$
3	$\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	$\text{Fe}_{0.96}\text{Se}_{0.42}\text{Te}_{0.26}$
4	$\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	$\text{Fe}_{1.06}\text{Se}_{0.45}\text{Te}_{0.21}$

Pada Tabel 4.15 di atas merupakan perbandingan mol secara teoritis terhadap mol hasil EDX. Didapatkan fluktuasi nilai antara mol secara teoritis terhadap mol hasil EDX. Perbandingan mol secara teoritis terhadap hasil mol EDX ini kurang bisa dijadikan acuan analisis secara kuantitatif karena yang diamati hanya 1 area, sehingga akan lebih baik jika yang di EDX tidak hanya 1

area setiap sampelnya untuk mengetahui distribusi komposisi unsur secara lebih akurat.

Morfologi setiap butir dapat dilihat lebih jelas pada perbesaran 3.000X. Hasil uji SEM pada perbesaran 3.000X ditampilkan pada Gambar 4.14.

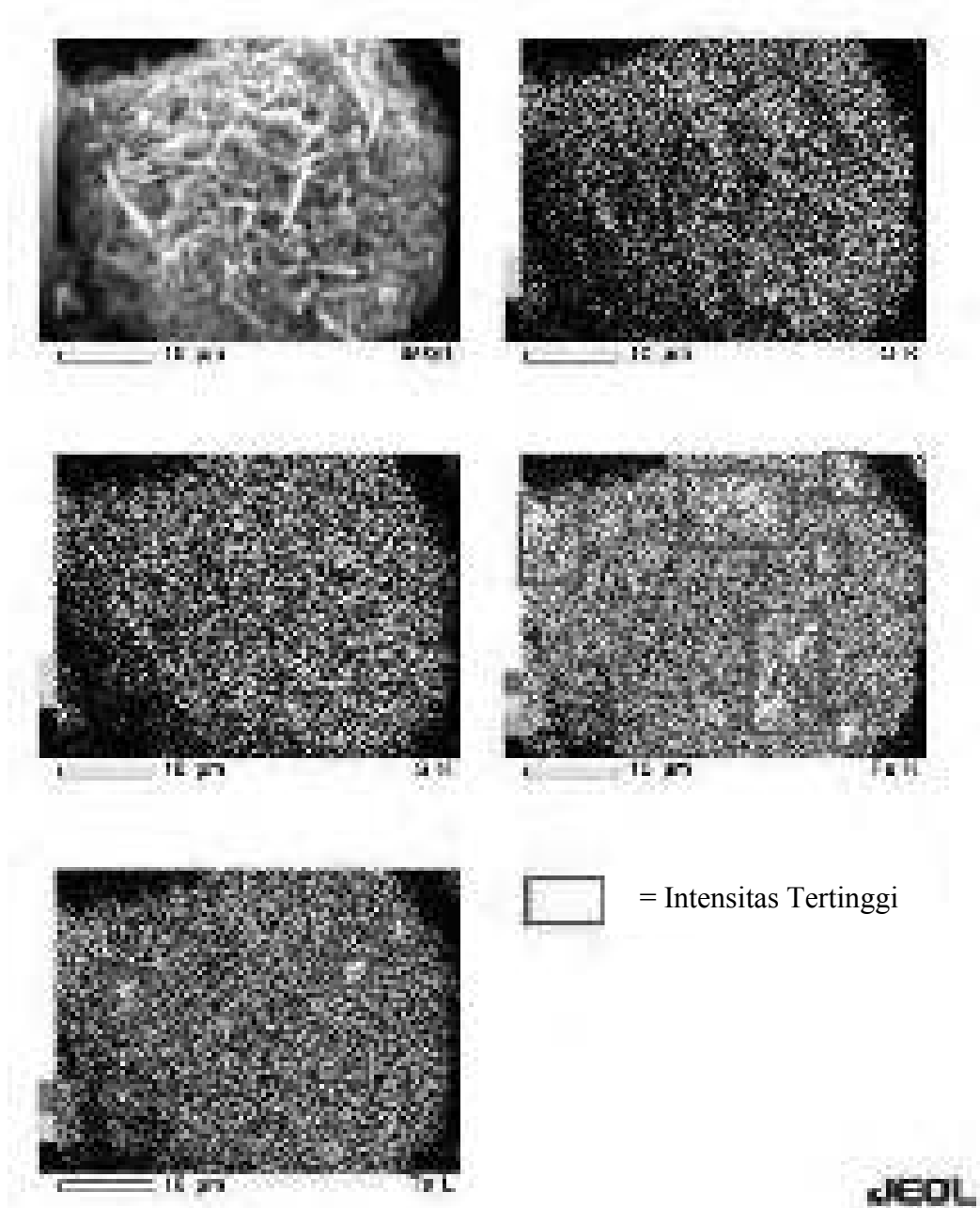


Gambar 4.14 Hasil uji SEM perbesaran 3.000X (a) $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (b) $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (c) $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (d) $\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Pada Gambar 4.14 merupakan hasil uji SEM pada perbesaran 3.000X terlihat morfologi permukaan secara keseluruhan dari sampel. Pada sampel 1 terdapat beberapa bagian yang menyatu dan dibagian yang lain membentuk

kristal-kristal memanjang. Pada sampel 2 dan sampel 3 menunjukkan granul-granul yang teraglomerasi menjadi gumpalan-gumpalan dengan ukuran yang lebih besar menandakan bahwa sampel satu sama lain saling berikatan. Sedangkan pada sampel 4 menunjukkan morfologi permukaan terlihat lebih acak dan terlihat sampel membentuk lapisan tipis yang tidak teratur. Lapisan ini merupakan awal mula dari fasa Fe(Se,Te) yang terbentuk namun jumlahnya masih sedikit.

Proses *milling* mempengaruhi pembentukan fasa, energi tinggi dapat membantu pembentukan fase superkonduktor pada Fe(Se,Te). Waktu *milling* harus diperhatikan, terlalu lama pada proses penggilingan mengakibatkan formasi fase δ -FeSe yang merupakan fase non-superkonduktor. Li *et al* menemukan bahwa dengan waktu *milling* tidak terlalu lama akan meningkatkan fase superkonduktor β -FeSe yang membantu untuk meningkatkan sifat superkonduktivitas. Pada hasil *mapping* diketahui bahwa persebaran unsur tidak homogen pada setiap butirnya, hal tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.15.



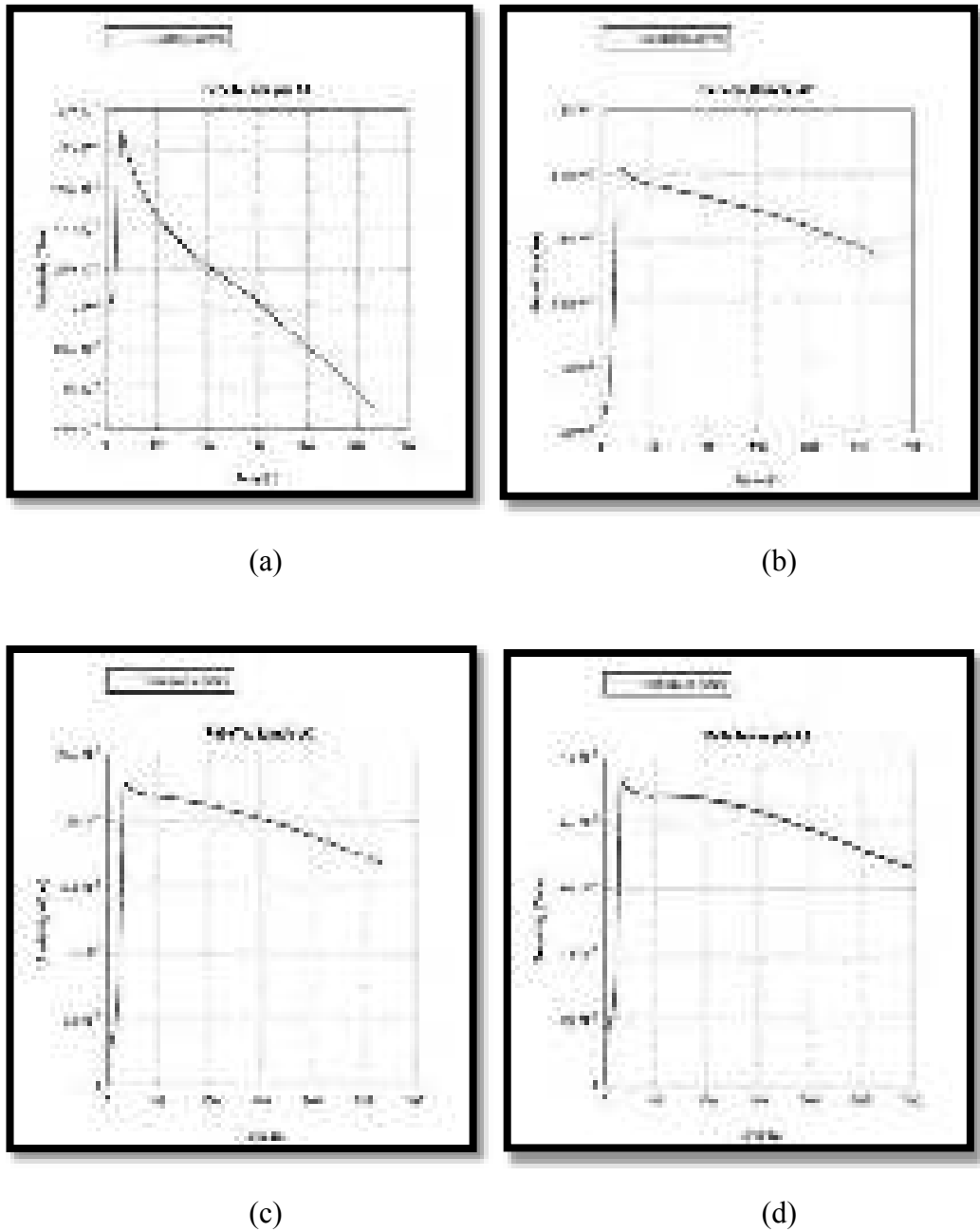
Gambar 4.15 Hasil *mapping* $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ pada perbesaran 3.000X.

Pada Gambar 4.15 dapat diketahui bahwa unsur Fe, Se dan Te tidak menyebar secara merata pada setiap butir sampel, hal ini dapat diketahui dari hasil SEM-EDX yang menunjukkan perbedaan persentase hasil teoritis terhadap hasil

SEM-EDX. Hasil *mapping* dapat diketahui bahwa unsur Oksigen (O) dan Selenium (Se) tersebar merata, sedangkan unsur Besi (Fe) dan Telurium (Te) tidak tersebar merata dan ada bagian-bagian tertentu yang memiliki intensitas tinggi unsur Fe dan Te, akan tetapi dibagian lain sangat kekurangan Fe dan Te. Hal tersebut bisa terjadi karena kurangnya waktu proses *milling*, proses *milling* yang dilakukan adalah 2 jam dengan menggunakan *High Energy Milling* (HEM), sehingga dibutuhkan waktu yang lebih lama dari 2 jam agar unsur Fe, Se dan Te homogen pada setiap butirnya. Hasil *mapping* untuk sampel ke 2 hingga ke 4 dapat dilihat pada Lampiran 2.

4.2.3 Hasil Uji *Resistivity* pada Temperatur Rendah

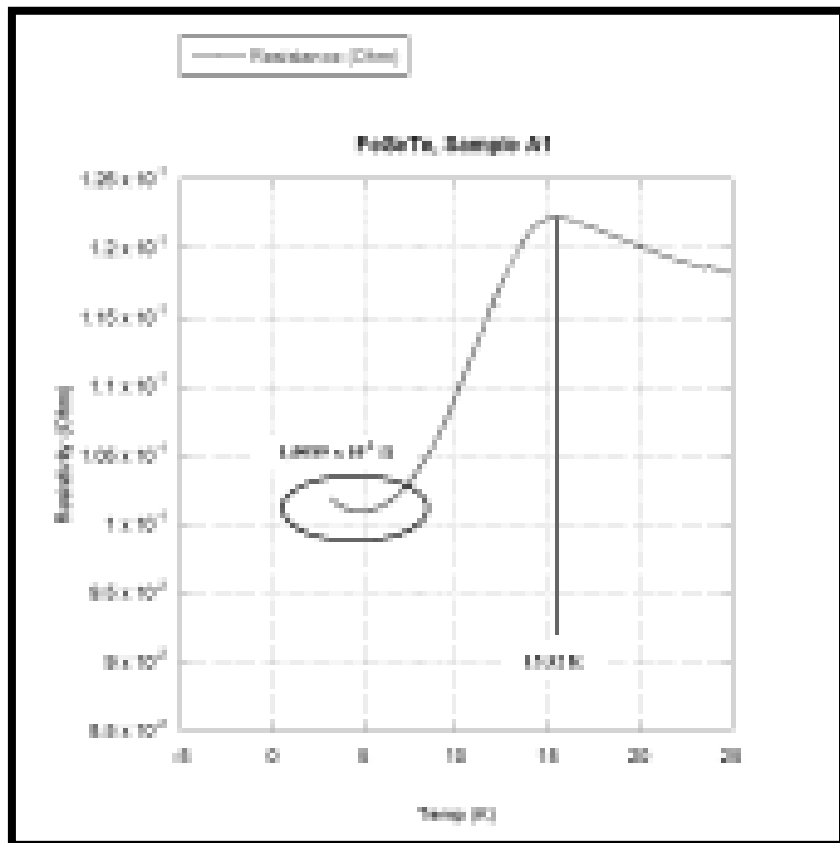
Uji *resistivity* pada temperatur rendah ini dilakukan untuk analisa *resistivity* (hambatan jenis listrik) pada sampel superkonduktor. Berdasarkan data keluaran didapatkan grafik hubungan antara *resistivity* terhadap perubahan suhu, di mana dari grafik tersebut dapat diketahui nilai suhu kritisnya (T_c). Grafik hasil uji *resistivity* pada temperatur 300 K – 1,5 K dari $Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$) dapat dilihat pada Gambar 4.16 sebagai berikut.



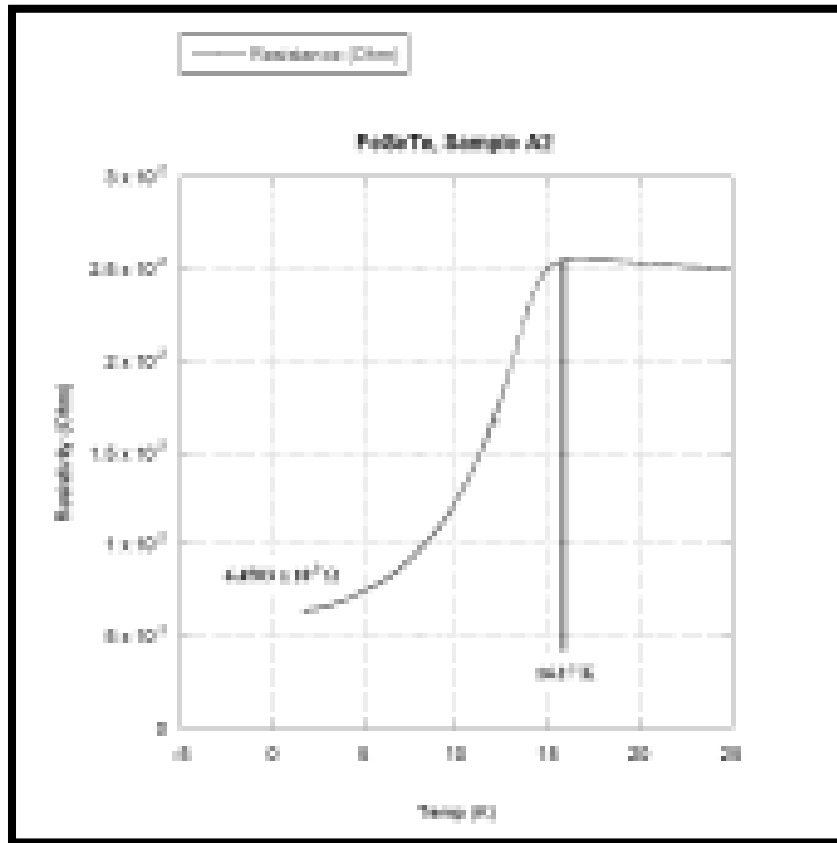
Gambar 4.16 Grafik hubungan antara resistivity terhadap perubahan suhu pada suhu 300 K – 1,5 K (a) $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (b) $\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (c) $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (d) $\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$.

Pada kurva yang didapat menunjukkan bahwa sampel 1 hingga 4 yang merupakan fasa β -FeSe memiliki sifat superkonduktor. Hal ini terlihat pada kurva

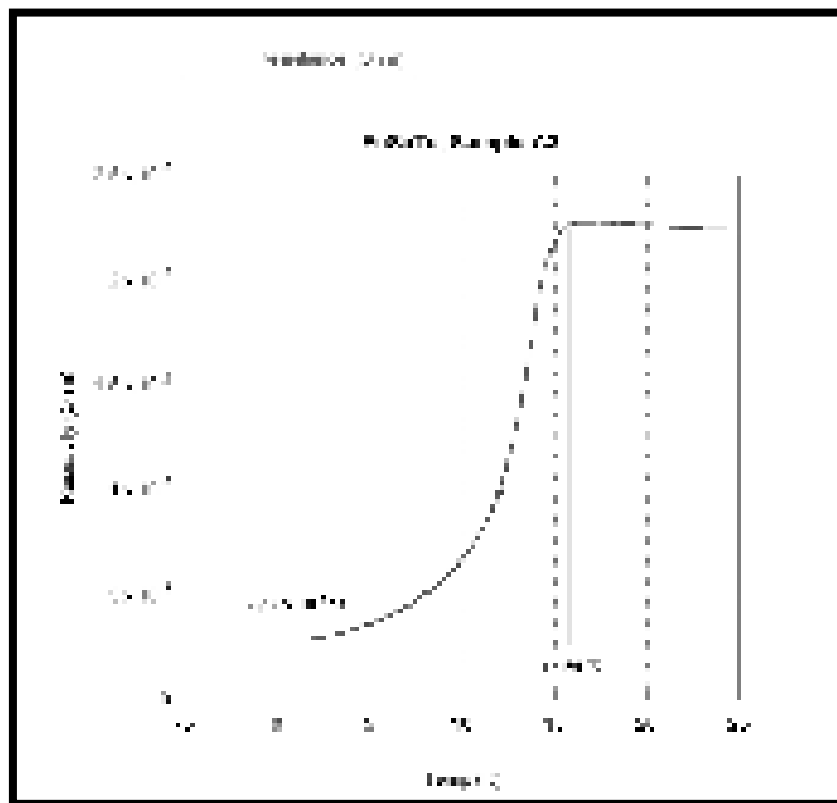
yang menunjukkan adanya nilai T_c^{onset} akan tetapi pada semua sampel tidak menunjukkan T_c^{zero} , dilihat dari kurva pada T_c^{onset} , *resistivity* turun secara landai, hal ini menunjukkan tidak hanya terdapat *single fasa* β -FeSe tetapi terdapat fasa baru lain. Dari hasil uji *resistivity* pada temperatur rendah tidak adanya nilai T_c^{zero} dapat diasumsikan sampel teroksidasi. Hasil uji XRD dapat diketahui bahwa ada beberapa fasa baru seperti δ -FeSe dan Fe. Terdapat pula fasa Fe_3O_4 , fasa ini menunjukkan bahwa semua sampel mengalami oksidasi. Pada uji SEM-EDX juga terlihat bahwa pada semua sampel terdapat Oksigen. Walaupun nilai T_c^{zero} dari sampel tidak terlihat karena suhu yang sangat rendah, akan tetapi dapat dipastikan bahwa sampel 1 hingga sampel 4 merupakan superkonduktor, namun, hal ini masih perlu dibuktikan hingga didapatkan nilai Tc yang diharapkan. Kurva hasil uji *resistivity* dapat dilihat lebih jelas pada suhu dibawah T_c^{onset} yang terdapat pada Gambar 4.17 dan Tabel 4.16 sebagai berikut.



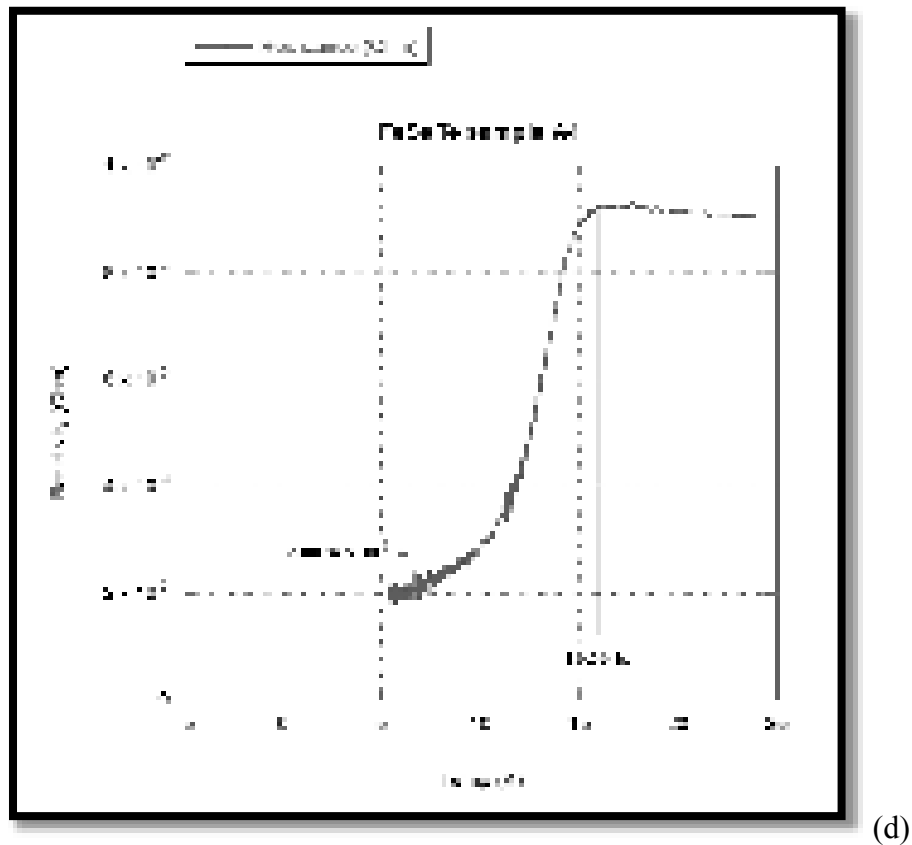
(a)



(b)



(c)



Gambar 4.17 Grafik hubungan antara resistivity terhadap perubahan suhu pada suhu 25 K – 1,5 K (a) Fe_{0.9}Se_{0.5}Te_{0.5}, (b) Fe_{1.0}Se_{0.5}Te_{0.5}, (c) Fe_{1.1}Se_{0.5}Te_{0.5},
(d) Fe_{1.2}Se_{0.5}Te_{0.5}.

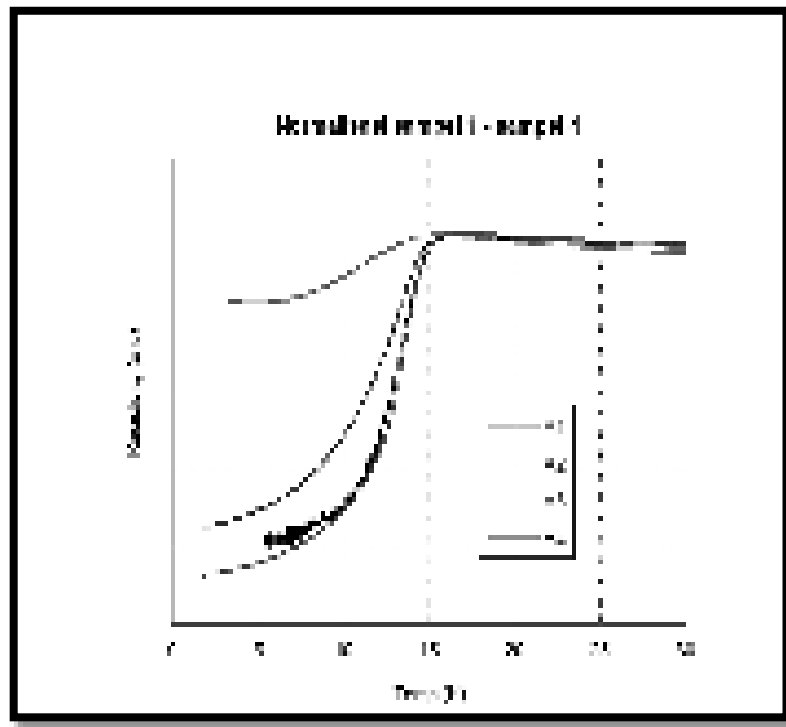
Tabel 4.16 Hasil uji *resistivity* pada temperatur rendah

Sampel	Hambatan (Ω)	T _c ^{onset} (K)	T _c ^{zero} (K)
Fe _{0.9} Se _{0.5} Te _{0.5}	1,0089 x 10 ⁻¹	15.32	-
Fe _{1.0} Se _{0.5} Te _{0.5}	6,4503 x 10 ⁻³	16.27	-
Fe _{1.1} Se _{0.5} Te _{0.5}	2,87 x 10 ⁻³	16.50	-
Fe _{1.2} Se _{0.5} Te _{0.5}	2,0076 x 10 ⁻³	16.63	-

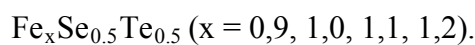
Gambar 4.17 merupakan Grafik hubungan antara resistivity terhadap perubahan suhu pada suhu 25 K – 1,5 K sampel 1 hingga sampel 4, sedangkan pada Tabel 4.16 merupakan hasil uji *resistivity* pada temperatur rendah. Pada

Grafik sampel 1 menunjukkan T_c^{onset} sebesar 15.32 K dan tidak mempunyai T_c^{zero} dengan hambatan $1,0089 \times 10^{-1} \Omega$. Pada Grafik sampel 1 menunjukkan kenaikan resistivity pada suhu 4,75 K, kenaikan kurva ini merupakan tanda-tanda kurva mirip dengan sifat dari semikonduktor. Hal ini juga diperkuat dengan perhitungan derajat amorf yang didapatkan cukup tinggi yakni 22,97%.

Menurut literatur, unsur Se dan Te merupakan unsur *chalcogenic* yang apabila derajat amorf melebihi 5% maka cenderung bersifat semikonduktor. Pada Grafik sampel 2 menunjukkan T_c^{onset} sebesar 16.27 K dan tidak mempunyai T_c^{zero} dengan hambatan $6,4503 \times 10^{-3} \Omega$. Pada Grafik sampel 3 menunjukkan T_c^{onset} sebesar 16.50 K dan tidak mempunyai T_c^{zero} dengan hambatan $2,87 \times 10^{-3} \Omega$, sedangkan pada Grafik sampel 4 menunjukkan T_c^{onset} sebesar 16.63 K dan tidak mempunyai T_c^{zero} dengan hambatan $2,0076 \times 10^{-3} \Omega$. Semua sampel mempunyai T_c^{onset} dan pada semua sampel tidak mempunyai T_c^{zero} . Adanya T_c^{onset} ini menunjukkan bahwa semua sampel merupakan superkonduktor. Grafik normalisasi sampel 1 – sampel 4 dapat dilihat pada Gambar 4.18 sebagai berikut.

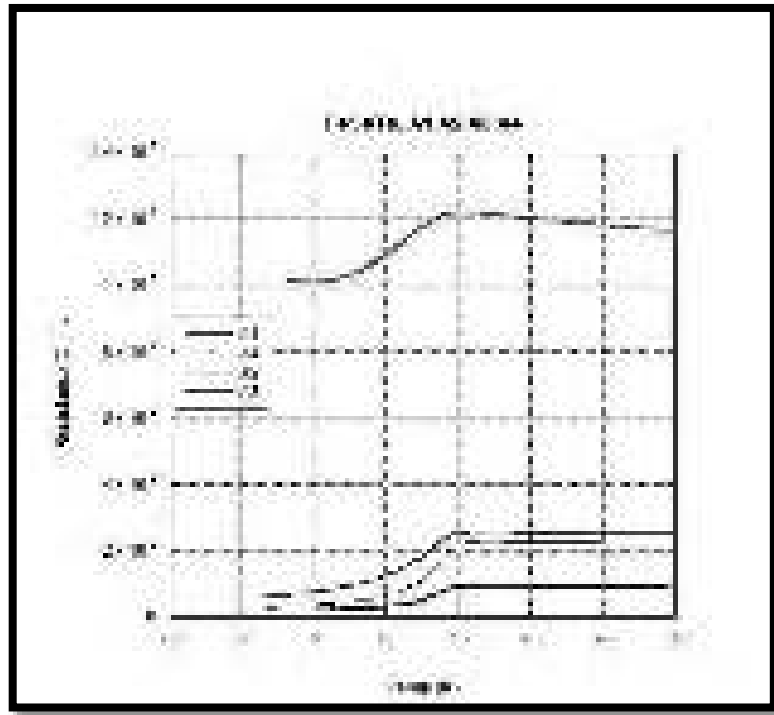


Gambar 4.18 Normalisasi Grafik uji *resistivity* pada temperatur rendah sampel



Gambar 4.18 merupakan normalisasi uji *resistivity* sampel 1 – sampel 4. Normalisasi ini bertujuan untuk mengetahui pergeseran kurva, semakin landai kurva maka semakin banyak fasa-fasa baru atau fasa pengotor pada sampel tersebut. Pada 4 sampel $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1,1, 1,2$) dapat dilihat sampel 1 ($\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$) menunjukkan lebih landai daripada sampel lainnya, hal ini dapat diketahui bahwa sampel 1 memiliki fasa baru atau fasa pengotor yang lebih dominan daripada fasa $\beta\text{-FeSe}$, dari perhitungan hasil uji XRD didapatkan fasa Impurity (fasa pengotor) pada sampel 1 sebesar 69,60%, sampel 2 sebesar 43,76%, sampel 3 sebesar 36,86% dan sampel 4 sebesar 31,73%, hal tersebut jelas pada sampel 1 memiliki fasa pengotor yang lebih tinggi daripada fasa $\beta\text{-FeSe}$. Hasil uji *resistivity* pada temperatur rendah ini dapat direlasikan dengan hasil uji

XRD yang menunjukkan bahwa semua sampel terbentuk fasa dominan tetragonal β -FeSe, akan tetapi masih terdapat fasa baru seperti δ -FeSe, Fe_3O_4 dan Fe. Grafik perbandingan resistivity sampel 1 hingga sampel 4 dapat dilihat pada Gambar 4.19 sebagai berikut.



Gambar 4.19 Kurva perbandingan resistivity sampel 1 hingga sampel 4

Gambar 4.19 merupakan Kurva perbandingan resistivity sampel 1 hingga sampel 4. Gambar tersebut menunjukkan semakin banyak komposisi Fe, maka semakin rendah hambatan. Hasil uji *resistivity* pada temperatur rendah ini dapat direlasikan dengan hasil uji XRD yang menunjukkan bahwa semua sampel memiliki fasa Fe_3O_4 yang membuktikan bahwa semua sampel mengalami oksidasi, dari hasil SEM-EDX juga menunjukkan bahwa semua sampel terdapat Oksigen. Karena semua sampel mengalami oksidasi maka hal tersebut yang membuat semua sampel memiliki hambatan dan tidak memiliki T_c^{zero} .

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Penambahan parameter komposisi stoikiometri Fe pada $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1.1, 1,2$) menunjukkan bahwa semakin besar komposisi Fe maka semakin dominan fasa tetragonal $\beta\text{-FeSe}$. Semakin dominan fasa tetragonal $\beta\text{-FeSe}$ maka kualitatif sifat superkonduktivitas $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$. Morfologi pada sampel 1 terdapat beberapa bagian yang menyatu dan di bagian yang lain membentuk kristal-kristal memanjang, untuk sampel 2 dan sampel 3 membentuk granul-granul yang teraglomerasi menjadi gumpalan-gumpalan dengan ukuran yang lebih besar menandakan bahwa sampel satu sama lain saling berikatan, sedangkan pada sampel 4 menunjukkan morfologi permukaan terlihat lebih acak dan terlihat sampel membentuk lapisan tipis yang tidak teratur, menurut literature lapisan ini merupakan karakteristik dari fasa $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ yang terbentuk namun jumlahnya masih sedikit.
2. Bertambahnya komposisi Fe pada $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0,9, 1,0, 1.1, 1,2$) menunjukkan bahwa tidak terlalu berpengaruh terhadap sifat superkonduktivitas, hal ini dapat dilihat dari hasil uji *resistivity* pada temperatur rendah yang menunjukkan nilai temperatur kritis *onset* (T_c^{onset}) yakni 15,32 K pada sampel 1, 16,27 K pada sampel 2, 16,50 K pada sampel 3 dan 16,63 K pada sampel 4. Akan tetapi pada semua sampel tidak mempunyai temperatur kritis nol (T_c^{zero}), dan didapatkan semakin bertambahnya komposisi Fe maka semakin rendah hambatan yang terjadi, hal ini karena

semakin besar komposisi Fe maka semakin dominan pula fase tetragonal β -FeSe.

5.2 Saran

1. Saran untuk kelanjutan penelitian setelahnya agar menggunakan bahan Fe, Se, Te dengan kemurnian tinggi (99,99%) untuk mengurangi adanya fasa-fasa pengotor yang terbentuk.
2. Selama proses penimbangan seharusnya ditimbang dalam keadaan ruang vakum di dalam *glove box* untuk mengurangi adanya oksidasi yang terbentuk.
3. Perlu adanya penambahan waktu *milling* yang lebih lama dari 2 jam agar Fe(Se,Te) lebih homogen dan berikatan sempurna.
4. Perlu memperhatikan proses *Quenching* yang sesuai dengan literatur agar menghasilkan fase yang diinginkan.
5. Penelitian selanjutnya diharapkan mengkaji fenomena superkonduktivitas tidak hanya dengan uji T_c saja, tetapi juga mengkaji dua parameter lain yakni kepadatan arus listrik (J_c) dan medan magnet kritis (H_c).

DAFTAR PUSTAKA

- A. Sala, A. Palenzona, C. Bernini, F. Caglieris, M. R. Cimberle, C. Ferdeghini, G. Lamura, A. Martinelli, M. Pani, and M. Putti, *Physica C* 494, 69, 2013.
- Adrian Cho, "The Hot Question: How New Are The New Superconductors?," *Science*, vol. 320, pp. 870-871, 2008.
- Amstead, B.H., Djaprie, S. 1995. *Teknologi Mekanik Edisi ke-7 Jilid I*. Jakarta: Erlangga.
- Beiser Arthur. 1992. *Konsep Fisika Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Borhan et al. 2013. *Optimization of ball milling parameters to produce Centella asiatica herb nanopowders*. Selangor, Malaysia. *Journal Of Nanostructure in Chemistry*.
- C. Dong, H. Wang, Z. Li, J. Chen, H. Q. Yuan, M. Fang. 2011. *Superconductors*. *Phys. Rev. B* 84. Diakses 17 November 2015. <http://dx.doi.org/10.1103/physRevB.84.224506>.
- Chen X H. *et al* 2008. *Superconductors*. *Nature*. 453 : 761.
- Cullity B.D. and Stock S.R. 2001. *Elements of X-Ray Diffraction*. New Jersey: Prentice Hall.
- Cullity, B. D. 1992. *Element of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. USA.
- Cyrot, M and Pavuna, D. 1992. *Introduction to Superconductivity and High-Tc Materials*. Word Scientific Publishing, Inc. Singapore.
- H. Okamoto: 'The FeSe (iron-selenium) system', *J. Phase Equilib.*, 1991, 12, 383.
- Hsu FC, Luo JY, Yeh KW, Chen TK, Huang TW, Wu PM, *et al*. 2008. *Superconductivity in The PbO Type Structure α -FeSe*. *Proc Natl Acad Sci U.S.A.* 105 : 14262-4.
- Ismunandar dan C. Sen. 2006. *Mengenal Superkonduktor*. (Jurnal Online LIPI). Diakses 10 November 2015. <http://www.fisikanet.lipi.go.id/utma.cgi>.

- Ismunandar. 2004. *Teori Superkonduktivitas dan Superfluiditas*. Diakses 19 November 2015. <http://www.fisikanet.lipi.go.id/utma.cgi>.
- J. C. Zhuang. 2014. *Enhancement of transition temperature in Fe_xSe_{0.5}Te_{0.5} film via iron vacancies*. Australian Institute for Innovative Materials. Australia.
- J.G. Bednorz, K.A. Müller, Z. 1986. *Superconductors*. Phys. B 64 : 189.
- Juhari, S. 2005. *Variasi Suhu kritis dan Sifat Intermittensi dalam Sintesis Bahan Superkonduktor Bi-2212*. Skripsi S1 Fisika FMIPA Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- K. Ishida, Y. Nakai, and H. Hosono, "To What Extent Iron-Pnictide New Superconductors Have Been Clarified: A Progress Report," *J Phys Soc Jpn*, vol. 78, 2009.
- K. Kuroki, H. Usui, S. Onari, R. Arita, and H. Aoki, "Pnictogen height as a possible switch between high-T_c nodeless and low-T_c nodal pairings in the iron-based superconductors," *Phys Rev B*, vol. 79, 2009.
- Kamihara Y. T. Watanabe, M. Hirano, H. Hosono. *et al.* 2008. *Superconductors*. J. AM. Chem. Soc. 130: 3296.
- Kroschwitz, Jacqueline. 1990. *Polymer Characterization and Analysis*. Canada: John Wiley and Sons.
- L. Rostila, J. Lehtonen, M. Mastin, N. Lallouet, J. M. Saugrain, A. Allais, K. Schippel, G.B F. Schmidt, G. Marot, A. Ravex, A. Usoskin, F. Gomory, B. Klinic, *et al.* 2006. *Design of a 30 m Long 1 k A YBCO Cable*. Superconductor Science & Technology. 19 : 418.
- Medvedev S, McQueen TM, Troyan IA, Palasyuk T, Eremin MI, Cava RJ, *et al.* 2009. *Electronic and Magnetic Phase Diagram of β -Fe_{1.01}Se with Superconductivity at 36,7 K Under Pressure*. Nat Mater. 8 : 630-3.
- Miguel M. Ugeda *et al.* Characterization of collective ground states in single-layer NbSe₂, *Nature Physics*. 2015.
- Organisjan, Karen. 2012. *Unconventional Superconductivity in MgB₂: Influence of Doping, Intra-band and Inter-band Scattering on Properties of a Superconductor with a Double Energy Gap*. Poland : Institut of Low Temperature and Structure Research, Polish Academy of Science.

- P. Tixador. 2010. *Development of Superconducting Power Device in Europe*. Physica C. 470 : 971-979.
- Pikatan, S. 1989. *Mengenal Superkonduktor*. Diakses 01 Desember 2015. <http://geocities.com/mipa/article/superkonduktor.pdf>.
- Ratnasari. 2009. *Pengaruh Substitusi Sb pada Bi Terhadap Struktur Kristal dan Efek Meissner D dalam Sintesis Superkonduktor Bi-Pb-Sr-Ca-Cu-O Menggunakan Metode Padatan*. Skripsi S1 Fisika FMIPA UNS. Surakarta.
- Rusdi, Ariawan. 2010. *Superkonduktor*. Universitas Udayana. Bali.
- S. C. Speller, C. Aksoy, M. Saydam, H. Taylor, G. Burnell, A. T. Boothroyd and C. R. M. Grovenor: 'Analysis of FeSe_{1-x}Te_x thin films grown by radio frequency sputtering', Supercond. Sci. Technol., 2011, 24, 075023.
- Smallman, R.E. 2000. *Metalurgi Fisik Modern & rekayasa Material*. Edisi keenam. Jakarta: Erlangga.
- Sudesh dkk. 2012. *Effect of Fe Composition on the Superconducting Properties of Fe_xSe_{1/2}Te_{1/2} (x = 0.95, 1.00, 1.05 and 1.10)*. Department of Physics, Indian Institute of Technology Roorkee, Roorkee-247667. India.
- Sukirman, E., Adi, W. A., Winatapura, D. S., Sulungbudi, G. C. 2003. *Review Kegiatan Litbang Superkonduktor T_c Tinggi di P3IB-BATAN*. Jurnal Sains Materi Indonesia. Vol. 4.
- Suprihatin. 2008. *Pengaruh Variasi Suhu Sintesis Superkonduktor Bi-2212 dengan Doping Pb (BPSCCO) pada Suhu Kalsinasi 970°C*. Seminar Nasional Sains dan Teknologi II. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- T. M. McQueen, A. J. Williams, P. W. Stephens, J. Tao, Y. Zhu, V. Ksenofontov, F. Casper, C. Felser, and R. J. Cava, "Tetragonal-to-Orthorhombic Structural Phase Transition at 90 K in the Superconductor Fe_{1.01}Se," *Phys Rev Lett*, vol. 103, p. 057002 2009.
- Tipler, P. 1991. *Fisika untuk Sains dan Teknik Edisi Ketiga Jilid 1*. Jakarta : Erlangga.
- Van Vlack, L. H. 1989. *Ilmu dan Teknologi Bahan (Ilmu Logam dan Bukan Logam) Edisi ke-5*. Terjemahan Sriati. Jakarta: Erlangga.

- Van Vlack, Lawrence H; alih bahasa Sriati Djaprie. 1995. "Ilmu dan teknologi bahan : ilmu logam dan bukan logam". Jakarta: Erlangga.
- Widodo, Henry. 2009. *Nanokristalisasi Superkonduktor $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\alpha}$ dan $Bi_{16}Pb_{0.4}Sr_2Ca_2Cu_3O_{10+\alpha}$ dengan K opresipitasi dan P encampuran Basah*. Tugas Akhir Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya.
- Y. Mizuguchi, F. Tomioka, S. Tsuda, T. Yamaguchi, and Y. Takano, "Superconductivity in S-substituted FeTe," *Appl Phys Lett*, vol. 94, p. 012503 2009.
- Yulianti, Tatik. 2010. *Sintesis Superkonduktor B PSCCO/Ag M menggunakan Metode Padatan*. Skripsi S1 Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret. Surakarta.
- Zakaria. 2003. Analisis Kandungan Mineral Magnetik pada Batuan Beku dari Daerah Istimewe Yogyakarta dengan Metode X-Ray Diffraction. Skripsi Universitas Haluoleo: Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan. 67 hlm.
- Zhang, Shengnan. 2015. *Optimization of FeSe Superconductors with the High-Energy Ball Milling Assisted Sintering Processes*. Superconducting Materials Research Center, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xian, 710016. China.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan massa Fe(Se,Te) yang dibutuhkan masing-masing sampel

Sintesis sampel Fe(Se,Te) dibuat sebanyak 4 sampel dan disusun dengan komposisi stoikiometri yang berbeda-beda. Variasi komposisi stoikiometri sampel tersebut adalah $\text{Fe}_x\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($x = 0.9, 1.0, 1.1, 1.2$).

#SAMPEL 1

Perhitungan pada sampel 1 yakni komposisi $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ sehingga memiliki perbandingan mol :

$$\text{Fe} : \text{Se} : \text{Te} = 0,9 : 0,5 : 0,5$$

Berat Molekul untuk FeSeTe :

- BM Fe = 55,845 gram/mol
- BM Se = 78,96 gram/mol
- BM Te = 127,60 gram/mol

Massa masing-masing unsur:

- Massa Fe = $\frac{0,9}{1}$ mol x 55,845 gram/mol = 50,26 gram
- Massa Se = $\frac{0,5}{1}$ mol x 78,96 gram/mol = 39,48 gram
- Massa Te = $\frac{0,5}{1}$ mol x 127,60 gram/mol = 63,8 gram

Jumlah massa semua unsur yang diperoleh:

$$\begin{aligned} \text{Massa Fe} + \text{Massa Se} + \text{Massa Te} &= (50,26 + 39,48 + 63,8) \text{ gram} \\ &= 153,54 \text{ gram} \end{aligned}$$

Massa Total FeSeTe yang akan digunakan = 20 gram setiap sampel

$$\frac{153,54 \text{ gram}}{20 \text{ gram}} = 7,677$$

Normalisasi >>> **Massa Total 20 gram**

$$\frac{1}{7,677} \times 50,256 \text{ gram} = 6,55 \text{ gram}$$

$$\frac{1}{7,677} \times 39,48 \text{ gram} = 5,14 \text{ gram}$$

$$\frac{1}{7,677} \times 63,8 \text{ gram} = 8,31 \text{ gram}$$

Jadi, massa masing-masing unsur yang dibutuhkan pada sampel 1

Unsur	Massa Unsur (gram)
Fe	6,55
Se	5,14
Te	8,31
Total	20 gram

#SAMPEL 2

Perhitungan pada sampel 2 yakni komposisi FeSe_{0,5}Te_{0,5} sehingga memiliki perbandingan mol :

$$\text{Fe} : \text{Se} : \text{Te} = 1 : 0,5 : 0,5$$

Berat Molekul untuk FeSeTe :

- BM Fe = 55,845 gram/mol
- BM Se = 78,96 gram/mol
- BM Te = 127,60 gram/mol

Massa masing-masing unsur:

- Massa Fe = $\frac{1}{1}$ mol x 55,845 gram/mol = 55,845 gram
- Massa Se = $\frac{0,5}{1}$ mol x 78,96 gram/mol = 39,48 gram
- Massa Te = $\frac{0,5}{1}$ mol x 127,60 gram/mol = 63,8 gram

Jumlah massa semua unsur yang diperoleh:

$$\begin{aligned} \text{Massa Fe} + \text{Massa Se} + \text{Massa Te} &= (55,845 + 39,48 + 63,8) \text{ gram} \\ &= 159,12 \text{ gram} \end{aligned}$$

Massa Total FeSeTe yang akan digunakan = 20 gram setiap sampel

$$\frac{159,12 \text{ gram}}{20 \text{ gram}} = 7,956$$

Normalisasi >>> **Massa Total 20 gram**

$$\frac{1}{7,956} \times 55,845 \text{ gram} = 7,02 \text{ gram}$$

$$\frac{1}{7,956} \times 39,48 \text{ gram} = 4,96 \text{ gram}$$

$$\frac{1}{7,956} \times 63,8 \text{ gram} = 8,02 \text{ gram}$$

Jadi, massa masing-masing unsur yang dibutuhkan pada sampel 2

Unsur	Massa Unsur (gram)
Fe	7,02
Se	4,96
Te	8,02
Total	20 gram

#SAMPEL 3

Perhitungan pada sampel 3 yakni komposisi $\text{Fe}_{1,1}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ sehingga memiliki perbandingan mol :

$$\text{Fe} : \text{Se} : \text{Te} = 1,1 : 0,5 : 0,5$$

Berat Molekul untuk FeSeTe :

- BM Fe = 55,845 gram/mol
- BM Se = 78,96 gram/mol
- BM Te = 127,60 gram/mol

Massa masing-masing unsur:

- Massa Fe = $\frac{1,1}{1}$ mol x 55,845 gram/mol = 61,42 gram
- Massa Se = $\frac{0,5}{1}$ mol x 78,96 gram/mol = 39,48 gram
- Massa Te = $\frac{0,5}{1}$ mol x 127,60 gram/mol = 63,8 gram

Jumlah massa semua unsur yang diperoleh:

$$\text{Massa Fe} + \text{Massa Se} + \text{Massa Te} = (61,42 + 39,48 + 63,8) \text{ gram}$$

$$= 164,7 \text{ gram}$$

Massa Total FeSeTe yang akan digunakan = 20 gram setiap sampel

$$\frac{164,7 \text{ gram}}{20 \text{ gram}} = 8,235$$

Normalisasi >>> **Massa Total 20 gram**

$$\frac{1}{8,235} \times 61,42 \text{ gram} = 7,46 \text{ gram}$$

$$\frac{1}{8,235} \times 39,48 \text{ gram} = 4,79 \text{ gram}$$

$$\frac{1}{8,235} \times 61,42 \text{ gram} = 7,75 \text{ gram}$$

Jadi, massa masing-masing unsur yang dibutuhkan pada sampel 3

Unsur	Massa Unsur (gram)
Fe	7,46
Se	4,79
Te	7,75
Total	20 gram

#SAMPEL 4

Perhitungan pada sampel 4 yakni komposisi $\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ sehingga memiliki perbandingan mol :

$$\text{Fe} : \text{Se} : \text{Te} = 1,2 : 0,5 : 0,5$$

Berat Molekul untuk FeSeTe :

- BM Fe = 55,845 gram/mol
- BM Se = 78,96 gram/mol
- BM Te = 127,60 gram/mol

Massa masing-masing unsur:

- Massa Fe = $\frac{1,2}{1}$ mol x 55,845 gram/mol = 67 gram
- Massa Se = $\frac{0,5}{1}$ mol x 78,96 gram/mol = 39,48 gram
- Massa Te = $\frac{0,5}{1}$ mol x 127,60 gram/mol = 63,8 gram

Jumlah massa semua unsur yang diperoleh:

$$\begin{aligned} \text{Massa Fe} + \text{Massa Se} + \text{Massa Te} &= (67 + 39,48 + 63,8) \text{ gram} \\ &= 170,28 \text{ gram} \end{aligned}$$

Massa Total FeSeTe yang akan digunakan = 20 gram setiap sampel

$$\frac{170,28 \text{ gram}}{20 \text{ gram}} = 8,514$$

Normalisasi >>> **Massa Total 20 gram**

$$\frac{1}{8,514} \times 67 \text{ gram} = 7,87 \text{ gram}$$

$$\frac{1}{8,514} \times 39,48 \text{ gram} = 4,64 \text{ gram}$$

$$\frac{1}{8,514} \times 63,8 \text{ gram} = 7,49 \text{ gram}$$




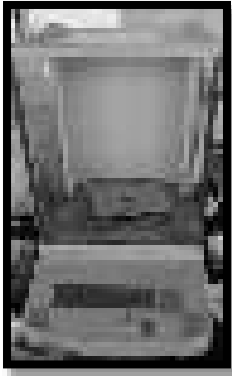
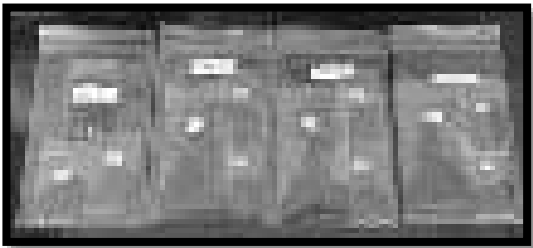
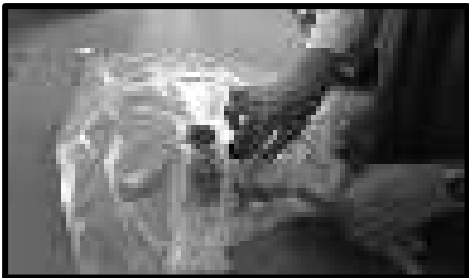
Jadi, massa masing-masing unsur yang dibutuhkan pada sampel 4

Unsur	Massa Unsur (gram)
Fe	7,87
Se	4,64
Te	7,49
Total	20 gram

Perhitungan Keseluruhan

No.	Sampel	Massa Fe (gram)	Massa Se (gram)	Massa Te (gram)
1.	$\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	6,55	5,14	8,31
2.	$\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	7,02	4,96	8,02
3.	$\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	7,46	4,79	7,75
4.	$\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$	7,87	4,64	7,49

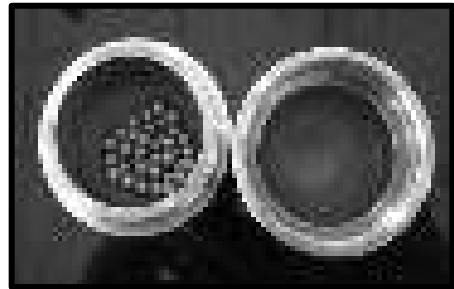
Lampiran 2. Dokumentasi kegiatan penelitian

<p>Serbuk Besi (Fe) (90,0%)</p> 	<p>Serbuk Selenium (Se) (99,0%)</p> 
<p>Serbuk Telurium (Te) (99,0%)</p> 	<p>Neraca Digital merk Adventure Ohaus</p> 
<p>Massa Fe(Se,Te) sesudah ditimbang</p> 	<p>Pemvakuman <i>Vial Milling</i> dengan <i>Vacuum Cleaner</i></p> 

Mengalirkan Gas Ar pada *Vial Milling*



Vial Milling dan *Ball Milling*



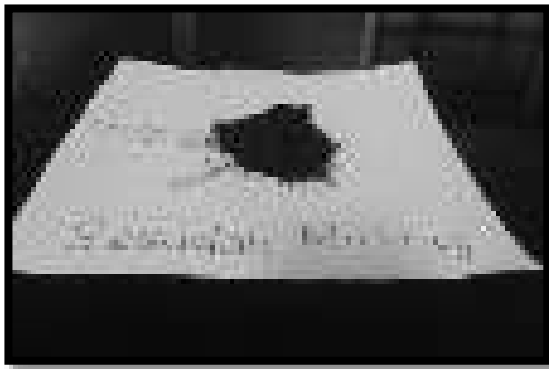
Pembersih *Vial Milling* dan *Ball Milling*



HEM (*High Energy Milling*)
dengan merk Shaker Mill PPF-UG

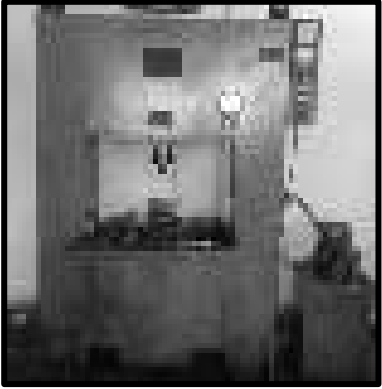

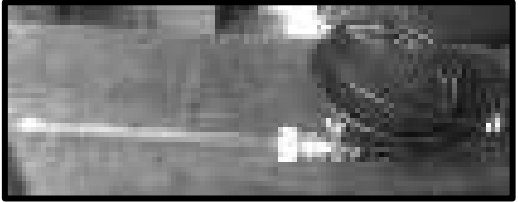
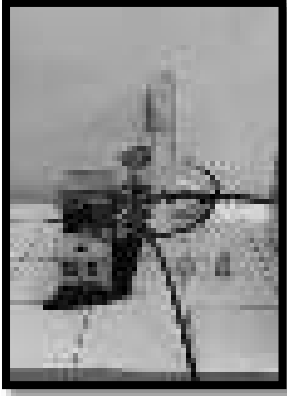

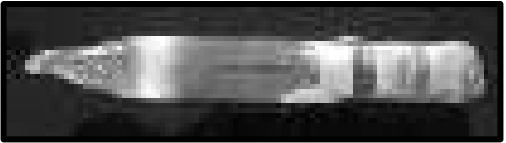


Hasil sesudah di *Milling*



Cetakan pelet (*dyse*)



<p>Mesin kompaksi hidrolik (<i>Hydraulic Press</i>)</p> 	<p>Pelet hasil kompaksi</p> 
<p><i>Quartz Ampoule dan Holder</i></p> 	<p>Pemvakum Gas Oksigen dalam <i>Quartz Ampoule</i></p> 
<p>Proses pemvakuman dan mengalirkan Gas Argon</p> 	<p>Pelet dalam <i>Quartz Ampoule</i></p> 

Proses Sintering dalam Furnace



Membuka Quartz Ampoule dengan Gerinda



Quartz Ampoule yang sudah terbuka



Coating sampel dengan Auto Fine Coater merk JECK tipe JFC-1600



Scanning Electron Microscopy (SEM) merk JEOL tipe JSM-6390A.



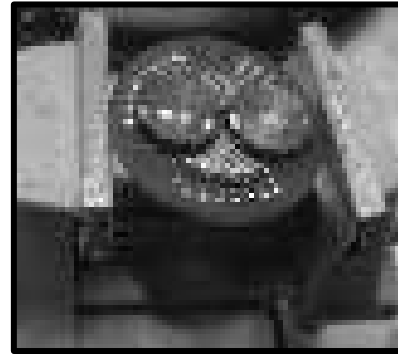
Sample Holder pada uji XRD



*X-Ray Diffraction (XRD) merk
Empyrean/PANalytical.*



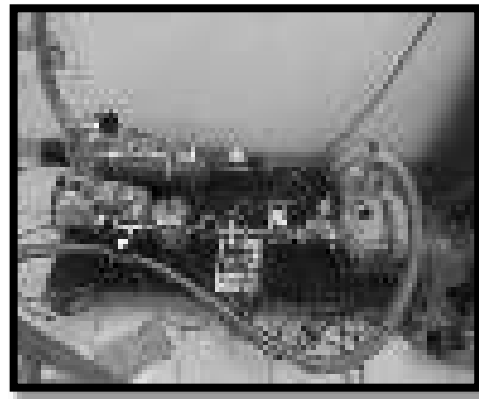
Sampel pada Holder PCB Cryogenic



Cryogenic magnet



Circulation pump



Kompresor gas Helium

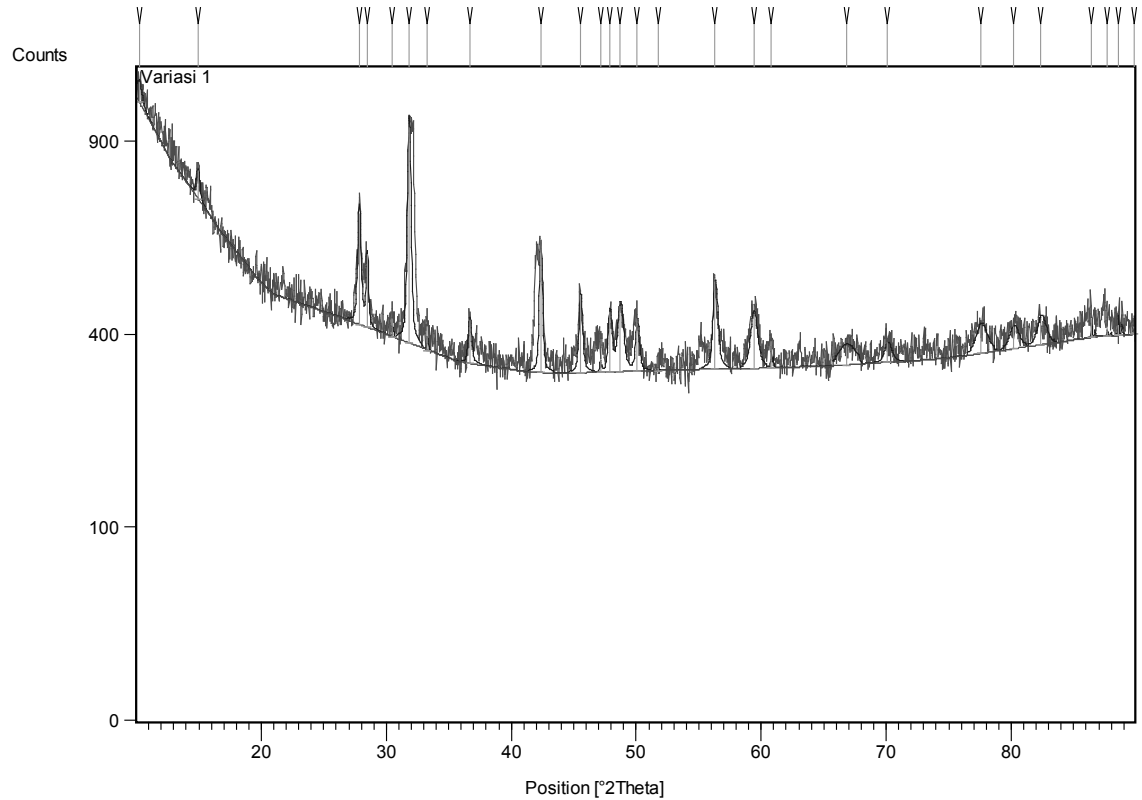


Temperature and magnet controller



Lampiran 3. Hasil uji *X-Ray Diffraction (XRD)*

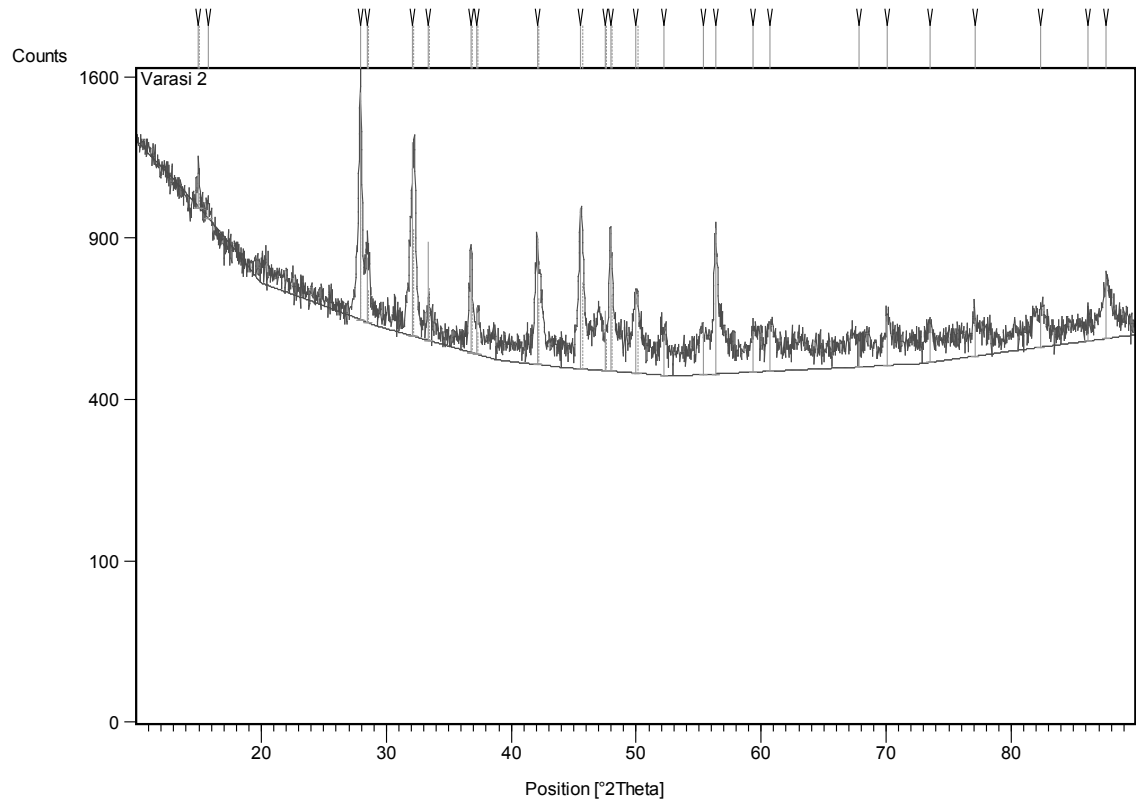
Main Graphics, Analyze View: Sampel 1 (Fe_{0.9}Se_{0.5}Te_{0.5})



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.2263	67.17	0.5117	8.65027	11.98
14.9432	80.13	0.3070	5.92872	14.30
27.8346	268.46	0.3070	3.20527	47.90
28.4580	167.43	0.2047	3.13647	29.87
30.5114	37.00	0.0900	2.92990	6.60
31.8175	560.47	0.3070	2.81255	100.00
33.2934	49.00	0.0900	2.69116	8.74

36.6794	87.63	0.3070	2.45014	15.64
42.3431	296.07	0.2558	2.13460	52.82
45.5378	161.80	0.3070	1.99201	28.87
47.1254	24.00	0.0900	1.92854	4.28
47.8774	121.10	0.3070	1.89999	21.61
48.7236	132.96	0.5117	1.86895	23.72
50.0658	106.46	0.3070	1.82195	18.99
51.7794	3.00	0.0900	1.76561	0.54
56.2982	185.03	0.4093	1.63414	33.01
59.3927	110.61	0.6140	1.55618	19.73
60.8014	51.00	0.0900	1.52346	9.10
66.7980	36.95	1.6374	1.40052	6.59
70.1068	38.52	0.6140	1.34230	6.87
77.5629	56.35	1.0234	1.23084	10.05
80.1716	45.57	0.8187	1.19723	8.13
82.3749	43.24	0.7488	1.16973	7.72
86.4374	38.00	0.0900	1.12581	6.78
87.6854	20.00	0.0900	1.11298	3.57
88.5954	19.00	0.0900	1.10388	3.39
88.5954	19.00	0.0900	1.10388	3.39
88.5954	19.00	0.0900	1.10388	3.39
89.8434	16.00	0.0900	1.09176	2.85

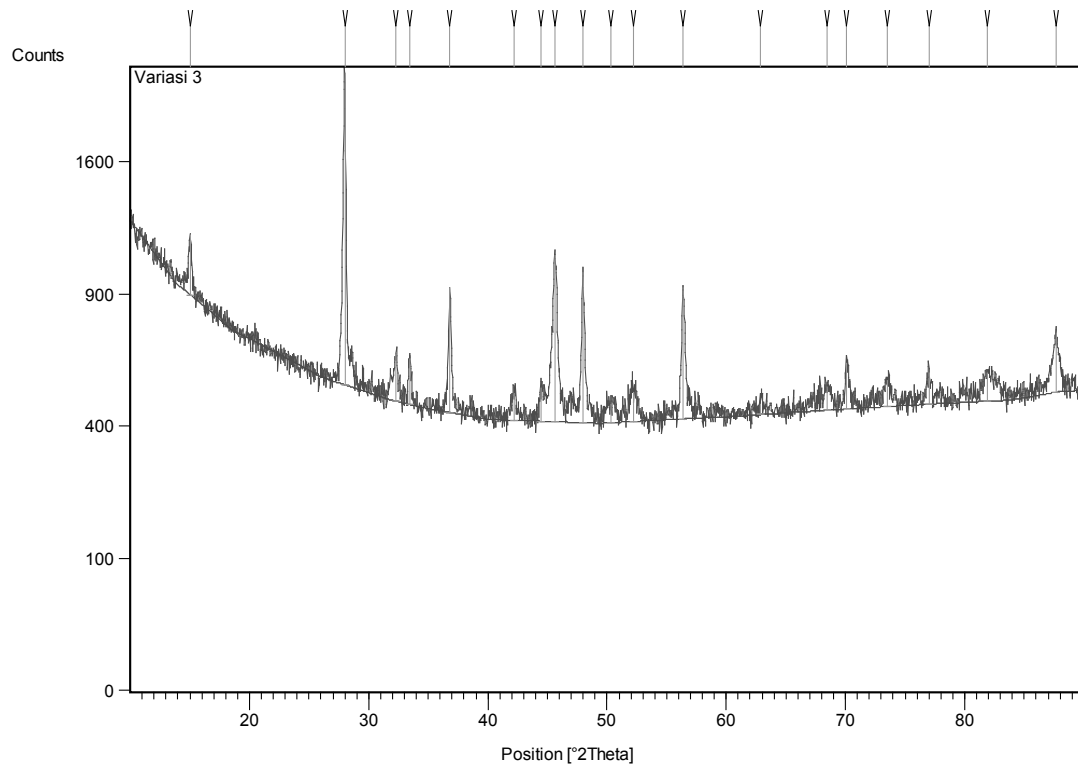
Main Graphics, Analyze View: Sampel 2 (Fe_{1.0}Se_{0.5}Te_{0.5})**Peak List:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.9829	134.90	0.2033	5.90817	14.98
15.0204	67.45	0.2033	5.90817	7.49
15.7367	54.03	0.2145	5.62684	6.00
15.7760	27.02	0.2145	5.62684	3.00
27.9100	900.67	0.2758	3.19415	100.00
27.9807	450.34	0.2758	3.19415	50.00
28.5049	213.88	0.5269	3.12882	23.75
28.5772	106.94	0.5269	3.12882	11.87

32.1399	721.63	0.5500	2.78276	80.12
32.2220	360.82	0.5500	2.78276	40.06
33.3814	327.34	1.9139	2.68205	36.34
33.4668	163.67	1.9139	2.68205	18.17
36.7516	333.77	0.2330	2.44347	37.06
36.8462	166.88	0.2330	2.44347	18.53
37.2302	139.58	4.0000	2.41315	15.50
37.3261	69.79	4.0000	2.41315	7.75
42.1082	411.71	0.7494	2.14419	45.71
42.2178	205.86	0.7494	2.14419	22.86
45.5682	535.40	0.6507	1.98910	59.44
45.6878	267.70	0.6507	1.98910	29.72
47.4914	175.83	4.0000	1.91294	19.52
47.6167	87.91	4.0000	1.91294	9.76
47.9416	459.45	0.2525	1.89602	51.01
48.0682	229.72	0.2525	1.89602	25.51
49.9803	248.22	1.6518	1.82335	27.56
50.1131	124.11	1.6518	1.82335	13.78
52.1717	115.04	0.4093	1.75181	12.77
55.3674	145.00	0.0900	1.65802	16.10
56.3366	472.04	0.2047	1.63177	52.41
59.3554	117.44	0.5117	1.55578	13.04
60.7074	134.93	0.4093	1.52433	14.98
67.8540	70.15	1.6374	1.38013	7.79
70.1200	146.01	0.3070	1.34097	16.21
73.5339	111.11	0.5117	1.28692	12.34

77.1307	101.23	0.6140	1.23563	11.24
82.3547	111.81	1.2280	1.16997	12.41
86.1254	20.00	0.0900	1.12815	2.22
87.6183	187.85	0.6240	1.11273	20.86

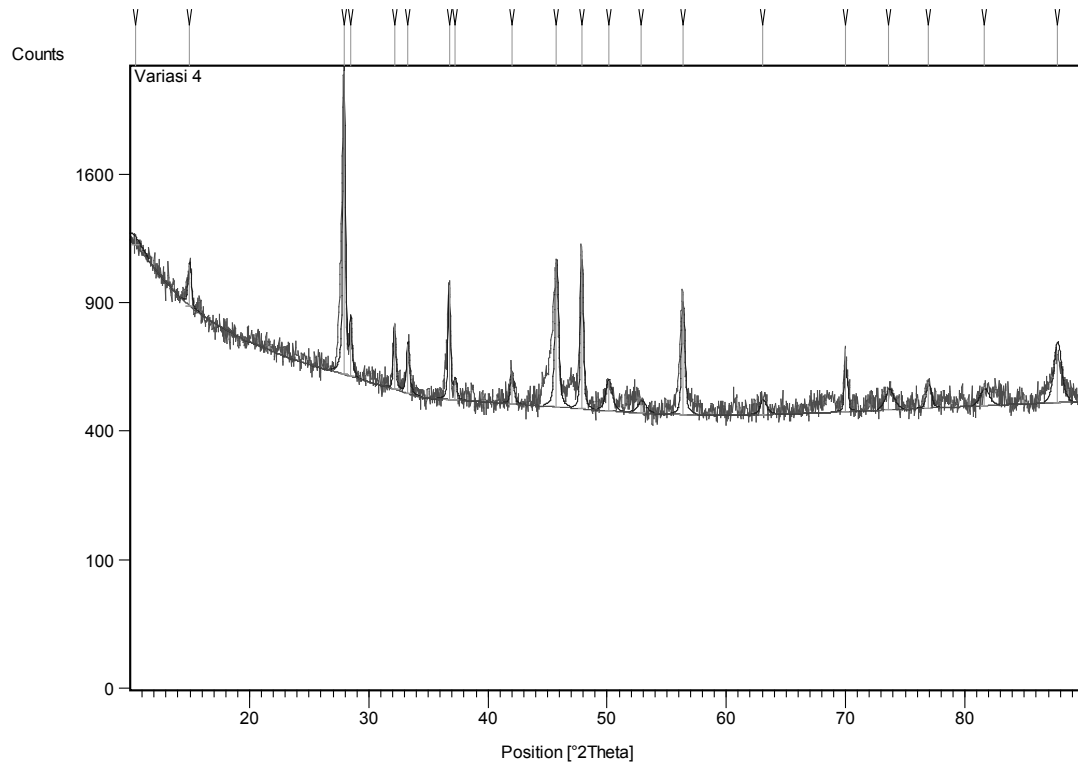
Main Graphics, Analyze View: Sampel 3 (Fe_{1.1}Se_{0.5}Te_{0.5})



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
15.0172	294.59	0.2047	5.89964	17.84
27.9896	1650.83	0.2047	3.18788	100.00
32.3195	175.75	0.2047	2.77000	10.65

33.4668	162.61	0.3070	2.67762	9.85
36.8075	485.14	0.2047	2.44191	29.39
42.1924	86.78	0.2558	2.14188	5.26
44.4888	108.91	0.2558	2.03651	6.60
45.6427	670.46	0.3070	1.98767	40.61
47.9768	587.64	0.2047	1.89628	35.60
50.3362	56.86	0.6140	1.81279	3.44
52.2369	93.30	0.6140	1.75122	5.65
56.3809	508.77	0.2558	1.63195	30.82
62.8977	33.22	1.2280	1.47764	2.01
68.4524	77.15	0.5117	1.37065	4.67
70.1124	159.82	0.2558	1.34221	9.68
73.5410	89.06	0.4093	1.28788	5.40
77.0060	106.35	0.3070	1.23834	6.44
81.9278	99.14	1.0234	1.17596	6.01
87.6446	219.91	0.2496	1.11247	13.32

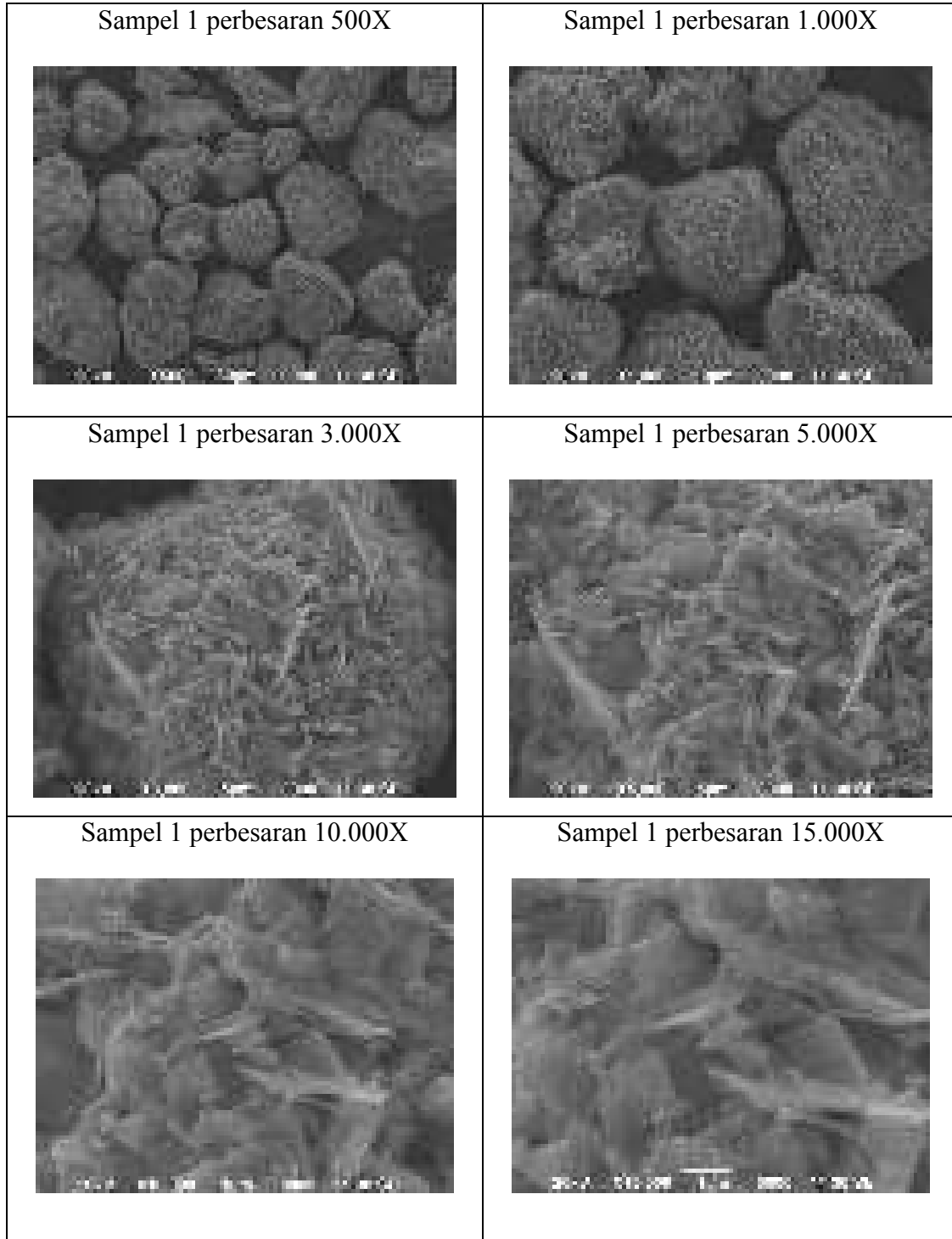
Main Graphics, Analyze View: Sampel 4 (Fe_{1.2}Se_{0.5}Te_{0.5})**Peak List:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.4183	41.10	1.6374	8.49126	2.41
14.9884	197.03	0.3070	5.91094	11.57
27.9222	1702.25	0.2047	3.19542	100.00
28.4828	220.69	0.2047	3.13379	12.96
32.1546	265.19	0.2047	2.78383	15.58
33.2914	188.86	0.3070	2.69132	11.09
36.7424	474.55	0.2047	2.44608	27.88
37.2417	69.66	0.2558	2.41443	4.09
42.0031	115.58	0.3070	2.15109	6.79

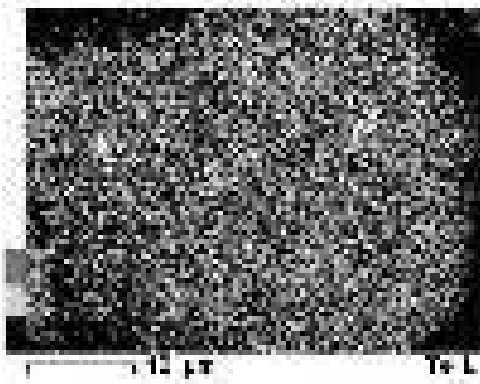
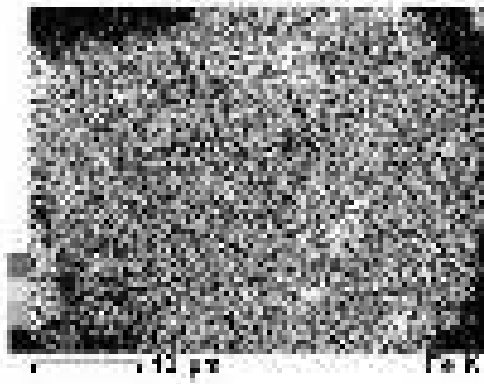
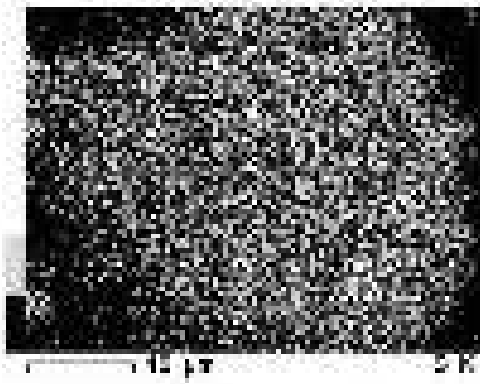
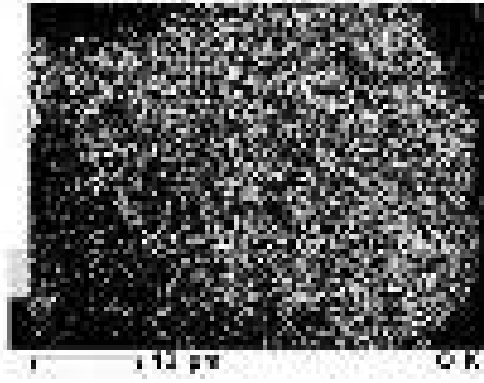
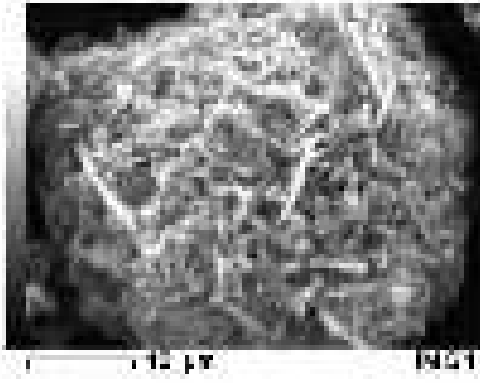
45.7493	625.52	0.3070	1.98329	36.75
47.8532	706.56	0.2047	1.90089	41.51
50.1125	103.25	0.6140	1.82036	6.07
52.8804	39.05	0.8187	1.73142	2.29
56.3508	498.74	0.2558	1.63275	29.30
63.0621	46.40	0.6140	1.47418	2.73
69.9802	229.01	0.2047	1.34442	13.45
73.6407	67.13	0.8187	1.28638	3.94
76.9203	91.00	0.4093	1.23951	5.35
81.5994	56.95	0.8187	1.17986	3.35
87.7278	174.93	0.6240	1.11163	10.28

Lampiran 4. Hasil uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Hasil SEM Sampel 1 ($\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$)



Hasil *Mapping* Sampel 1 ($\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$)



JEOL

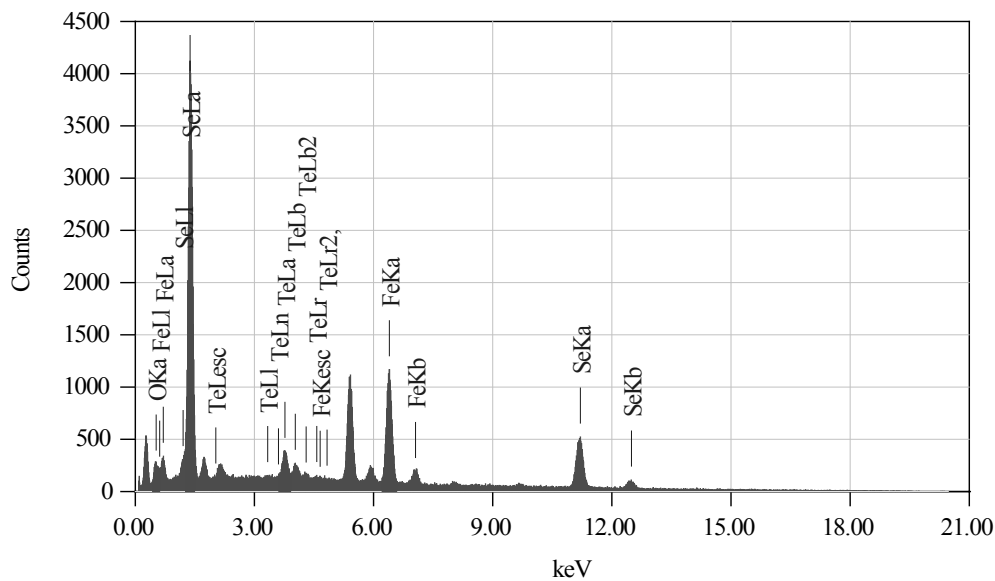
Hasil EDX Sampel 1 ($\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$) Perbesaran 3.000X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 3,000
 Date : 2016/03/08
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 83.00 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 39 %
 Counting Rate: 4818 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4754

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	3.36	0.44	13.50		2.9890		
Fe K	6.398	31.60	0.75	36.37		34.7322		
Se L	1.379	45.95	0.66	45.55		54.5285		
Te L	3.768	19.09	1.03	4.58		7.7503		
Total		100.00		100.00				

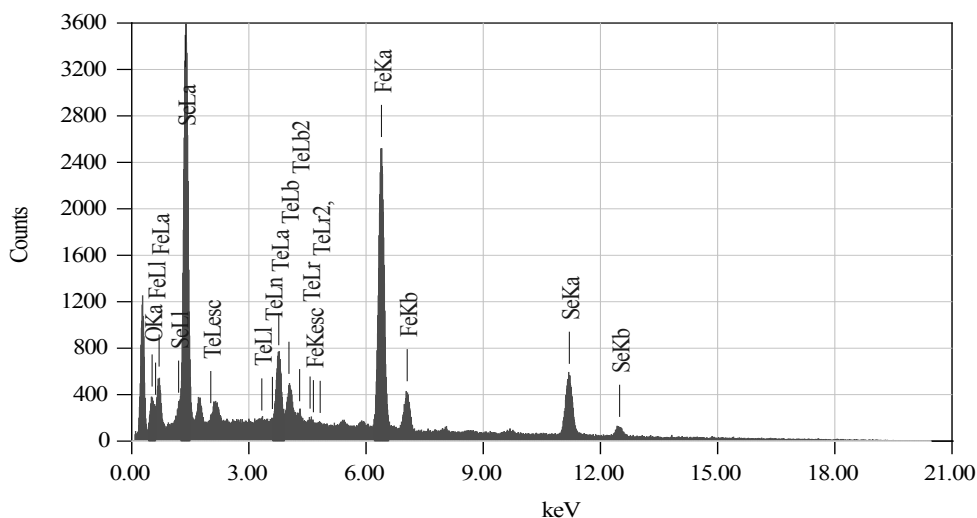
Hasil EDX Sampel 1 (Fe_{0.9}Se_{0.5}Te_{0.5}) Perbesaran 500X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20.00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2016/03/08
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 91.21 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 45 %
 Counting Rate: 5745 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

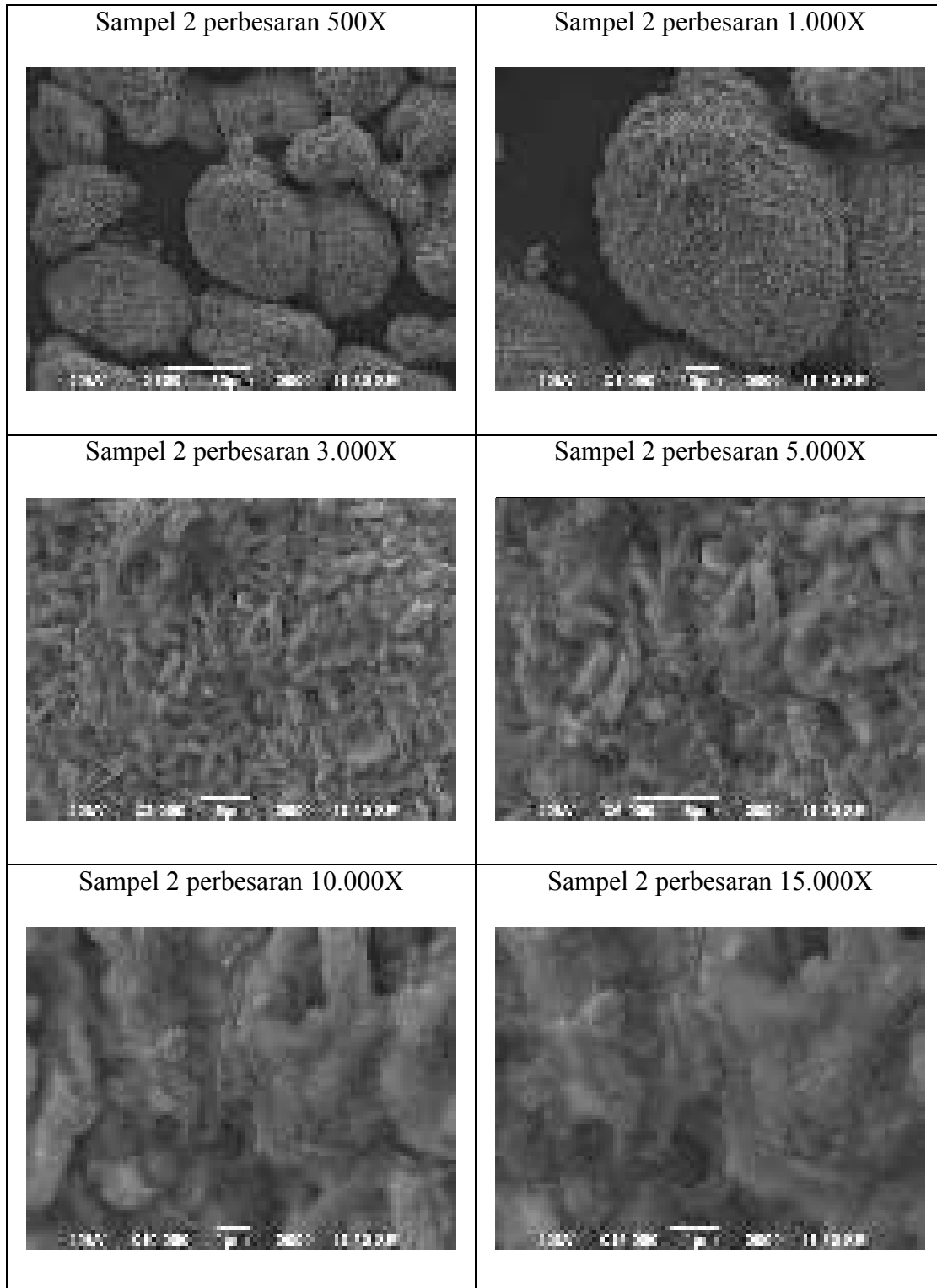


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

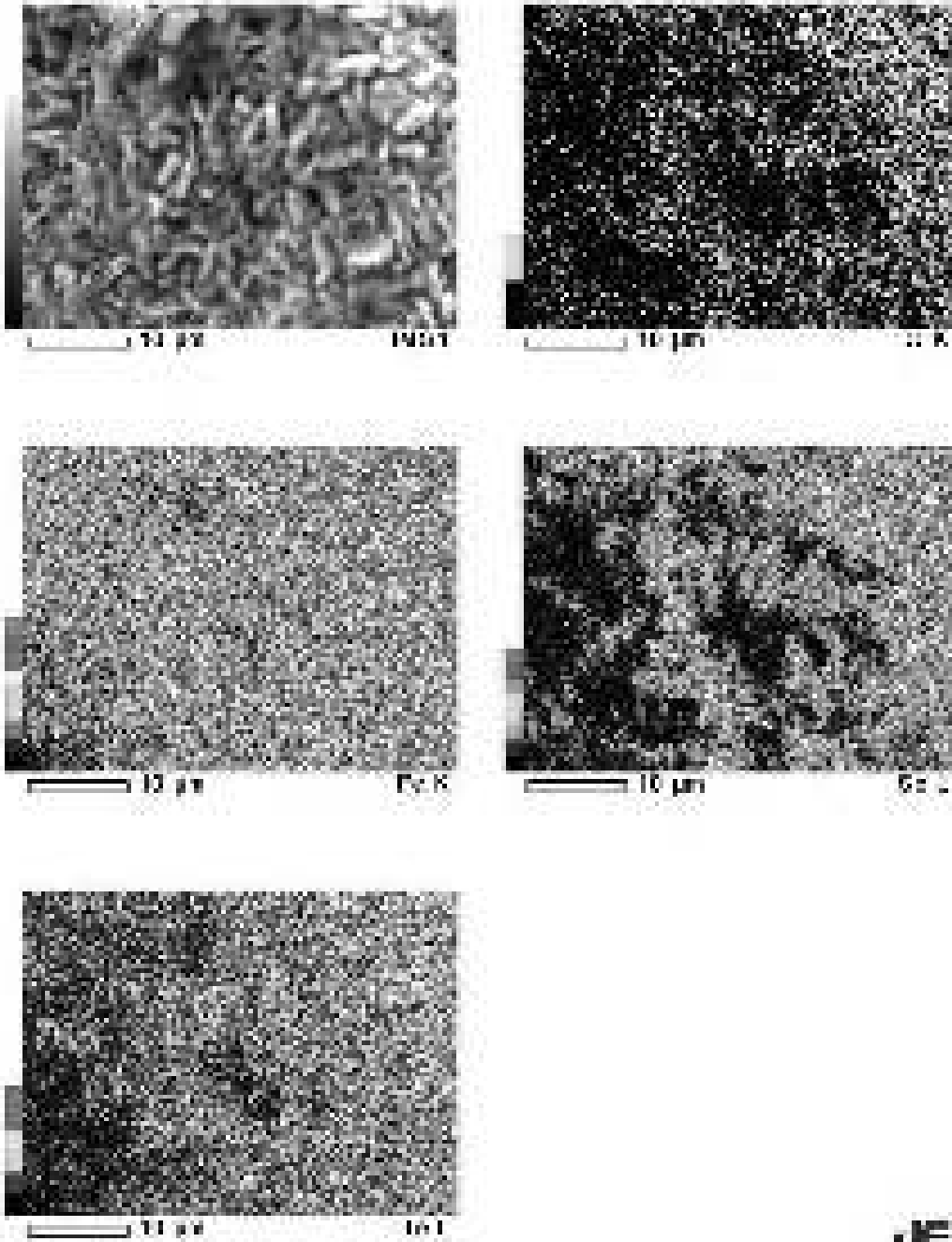
Fitting Coefficient : 0.3450

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass% Cation	K
O K	0.525	2.81	0.22	11.05		3.0563	
Fe K	6.398	46.98	0.44	52.96		53.0343	
Se L	1.379	36.89	0.44	29.41		31.7390	
Te L	3.768	13.33	0.57	6.58		12.1703	
Total		100.00		100.00			

Hasil SEM Sampel 2 ($\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$)

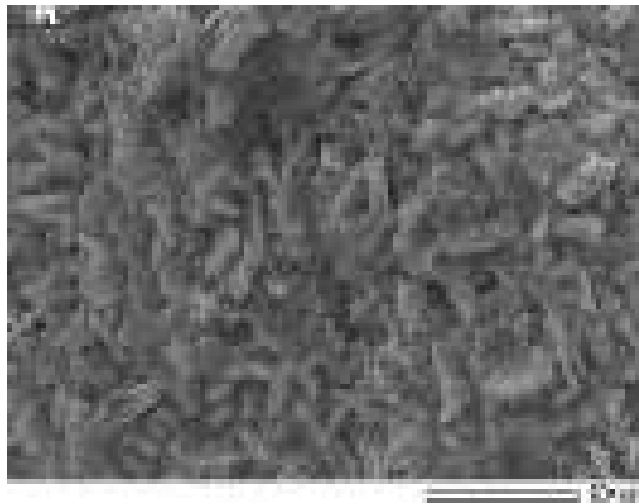


Hasil *Mapping* Sampel 2 ($\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$)



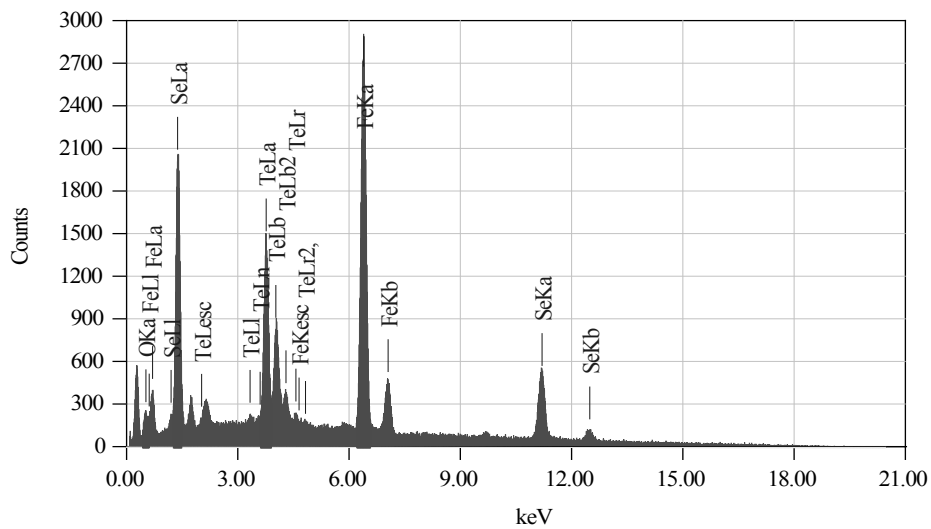
JEOL

Hasil EDX Sampel 2 ($\text{Fe}_{1.0}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$) Perbesaran 3.000X



Title : IMG2
 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 3,000
 Date : 2016/03/08
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 95.06 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 47 %
 Counting Rate: 5952 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2930

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K*	0.525	1.42	0.12	5.99		1.8176		
Fe K	6.398	50.63	0.29	61.38		56.5534		
Se L	1.379	21.97	0.32	18.84		17.0891		
Te L	3.768	25.99	0.37	13.79		24.5399		
Total		100.00		100.00				

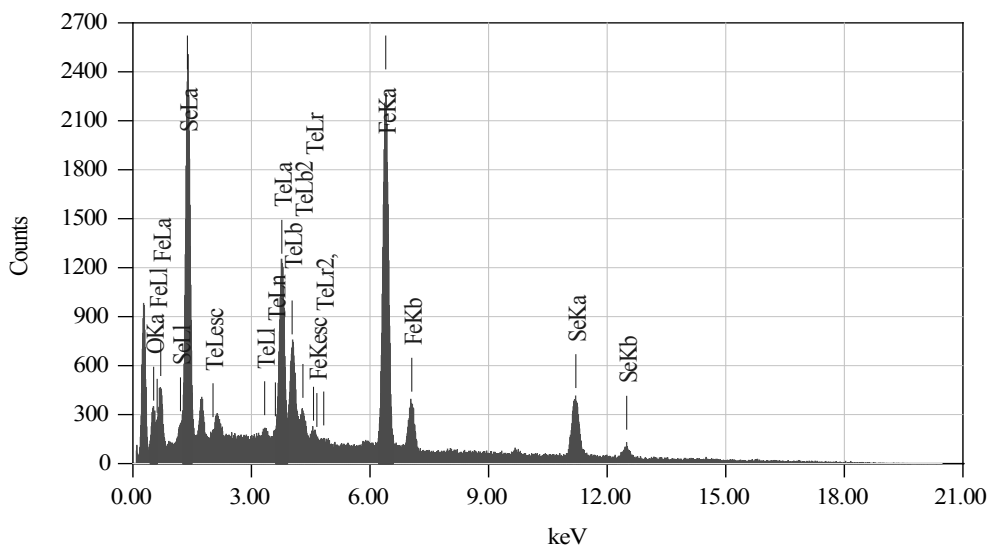
Hasil EDX Sampel 2 (Fe_{1.0}Se_{0.5}Te_{0.5}) Perbesaran 500X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2016/03/08
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 88.83 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 43 %
 Counting Rate: 5516 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



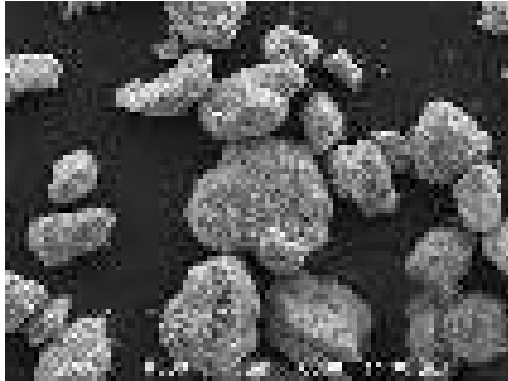
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3449

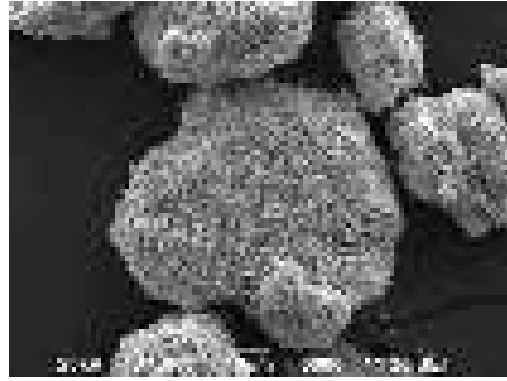
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	2.75	0.17	11.29		3.3803		
Fe K	6.398	45.18	0.39	53.23		50.9367		
Se L	1.379	27.20	0.42	22.66		22.2167		
Te L	3.768	24.87	0.50	12.82		23.4663		
Total		100.00		100.00				

Hasil SEM Sampel 3 ($\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$)

Sampel 3 perbesaran 500X



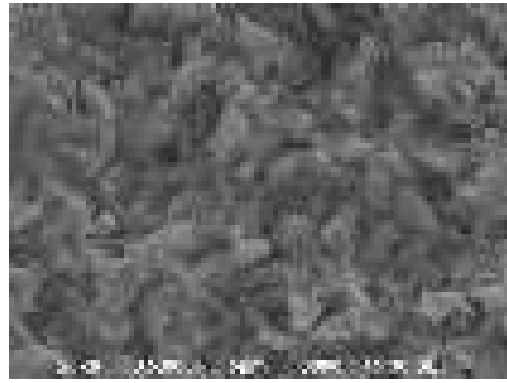
Sampel 3 perbesaran 1.000X



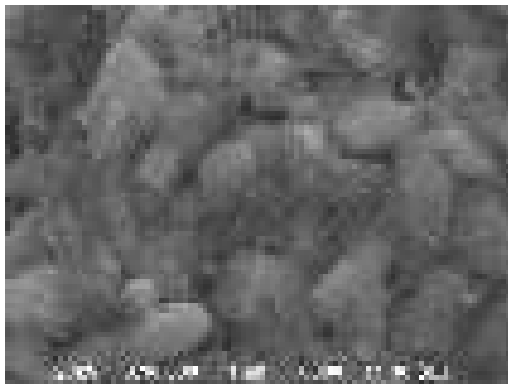
Sampel 3 perbesaran 3.000X



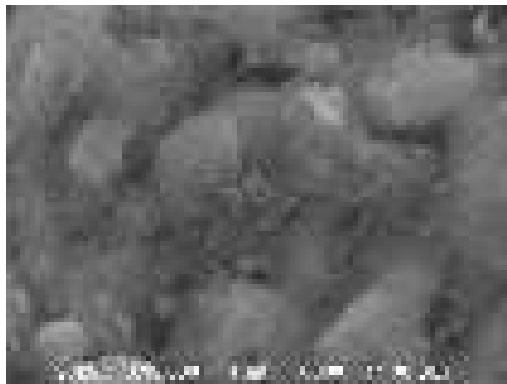
Sampel 3 perbesaran 5.000X



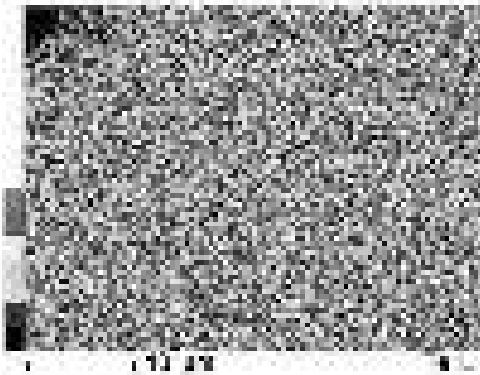
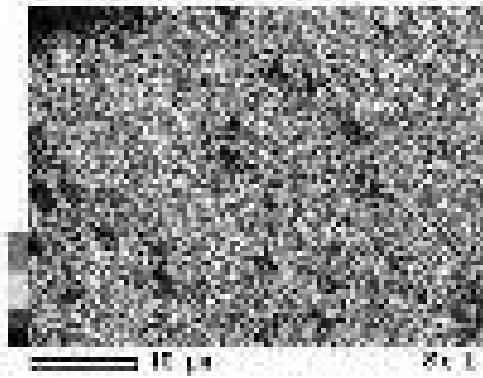
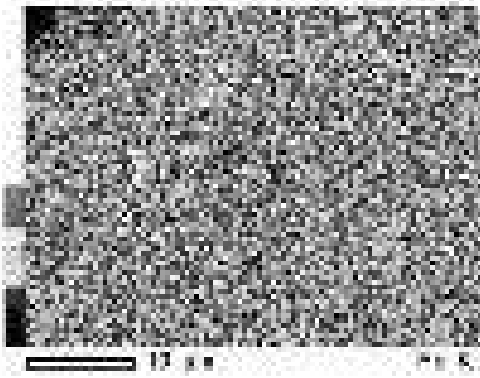
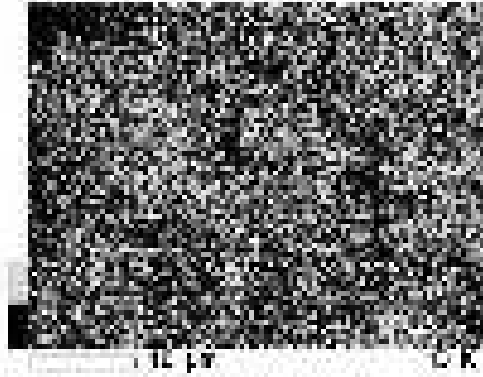
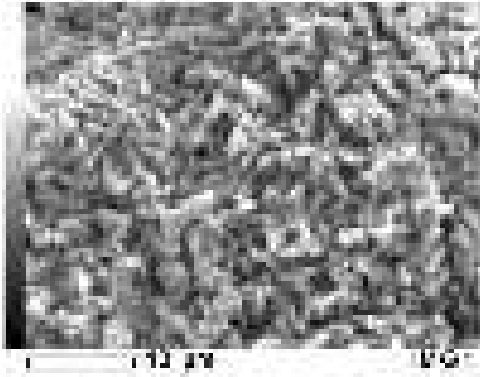
Sampel 3 perbesaran 10.000X



Sampel 3 perbesaran 15.000X

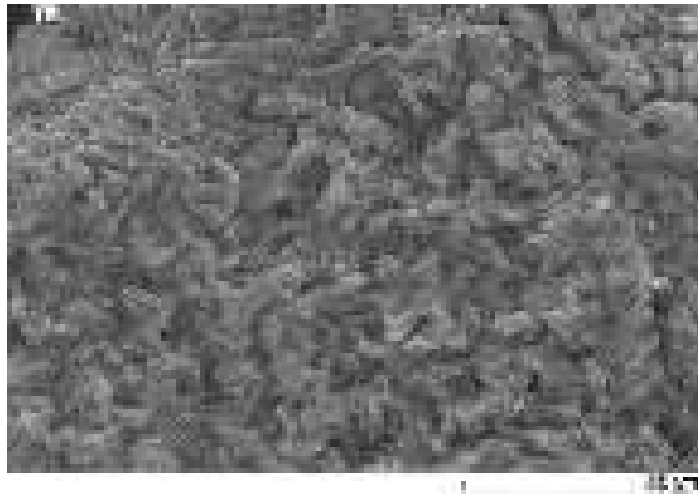


Hasil *Mapping* Sampel 3 ($\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$)



JEOL

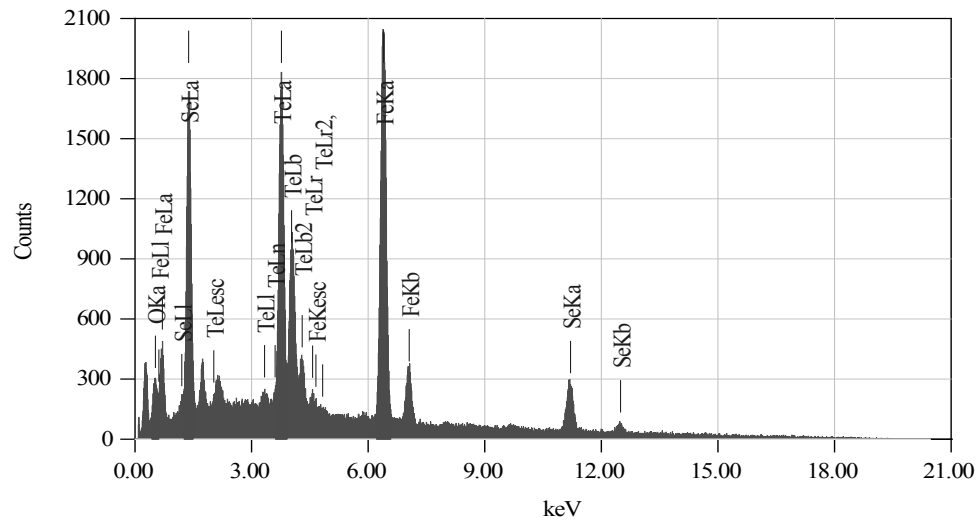
Hasil EDX Sampel 3 ($\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$) Perbesaran 3.000X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 3,000
 Date : 2016/03/08
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current : 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 84.84 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 40 %
 Counting Rate : 5071 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

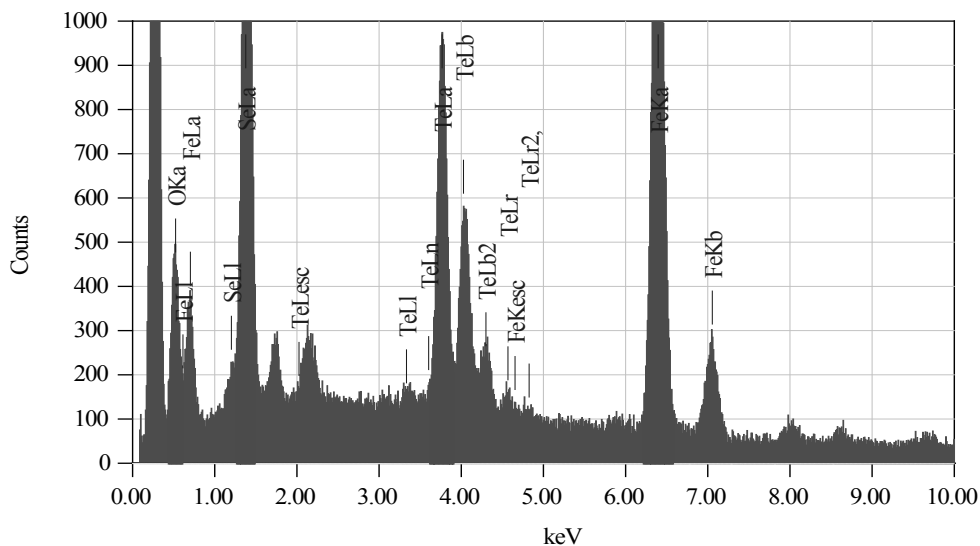
Fitting Coefficient : 0.3061

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass% Cation	K
O K	0.525	1.85	0.11	8.25		2.5074	
Fe K	6.398	41.64	0.28	53.31		46.5706	
Se L	1.379	19.66	0.31	17.80		15.4145	
Te L	3.768	36.85	0.35	20.65		35.5075	
Total		100.00		100.00			

Hasil EDX Sampel 3 (Fe_{1.1}Se_{0.5}Te_{0.5}) Perbesaran 500X



Title : IMG2
 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2016/03/08
 Pixel : 640 x 480
 Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 83.20 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 39 %
 Counting Rate: 4954 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



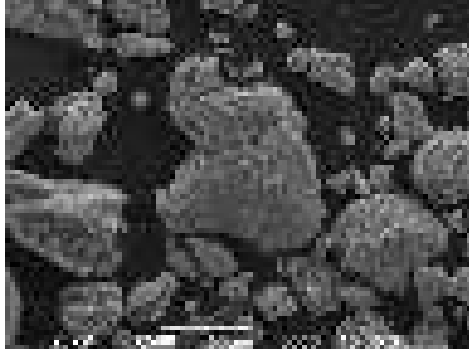
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4786

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	5.74	0.52	21.78		7.1533		
Fe K	6.398	42.23	1.21	45.89		47.2269		
Se L	1.379	25.90	1.29	19.90		21.0238		
Te L	3.768	26.14	1.53	12.43		24.5961		
Total		100.00		100.00				

Hasil SEM Sampel 4 ($\text{Fe}_{1,2}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$)

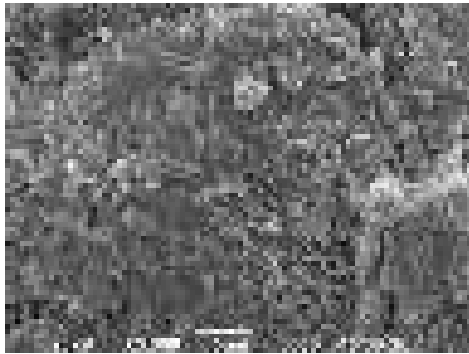
Sampel 4 perbesaran 500X



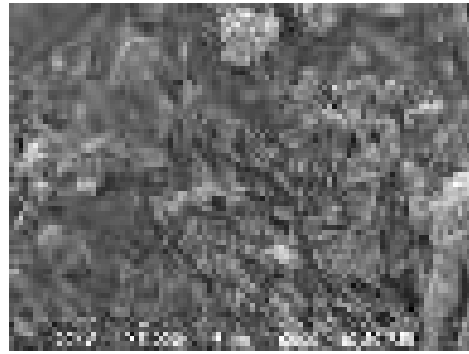
Sampel 4 perbesaran 1.000X



Sampel 4 perbesaran 3.000X



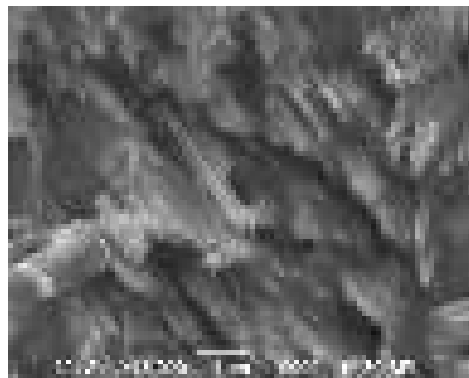
Sampel 4 perbesaran 5.000X



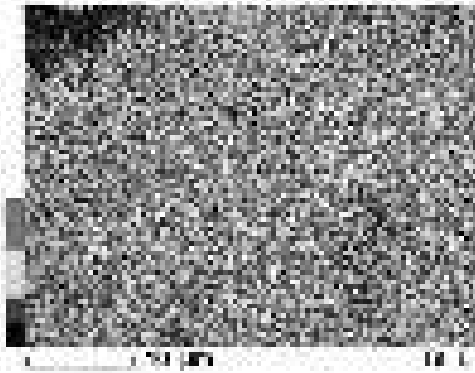
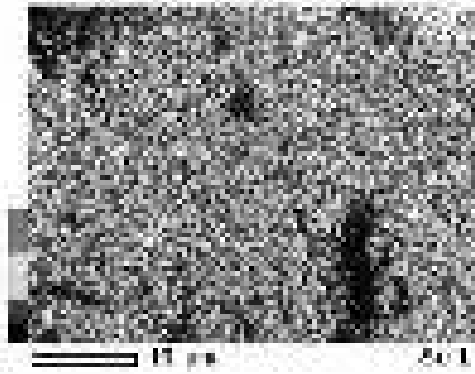
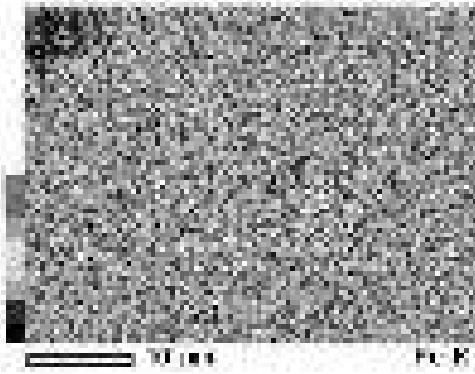
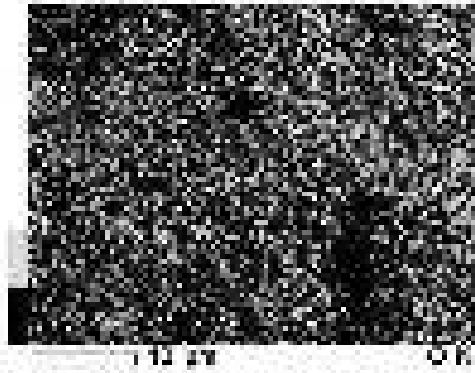
Sampel 4 perbesaran 10.000X



Sampel 4 perbesaran 15.000X



Hasil *Mapping* Sampel 4 ($\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$)



JEOL

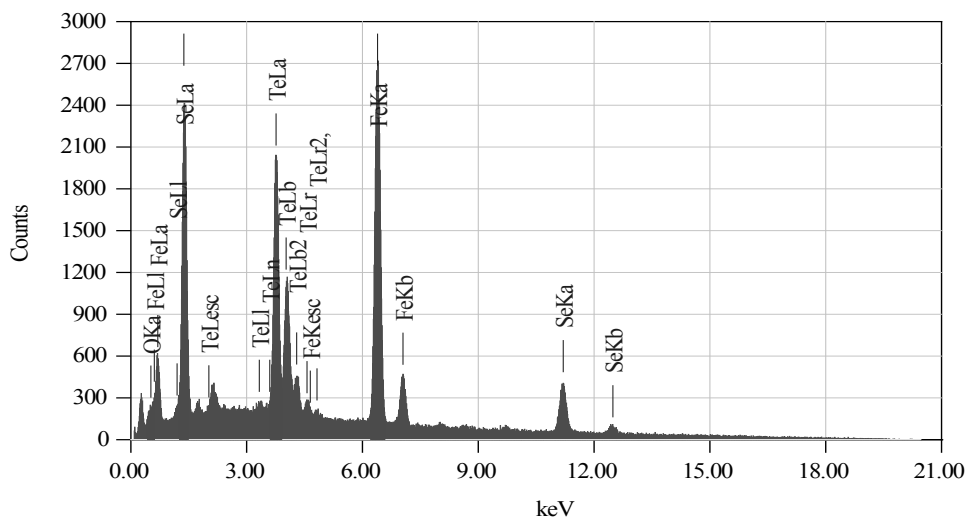
Hasil EDX Sampel 4 ($\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$) Perbesaran 3.000X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 3,000
 Date : 2016/03/08
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 96.24 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 47 %
 Counting Rate: 6294 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

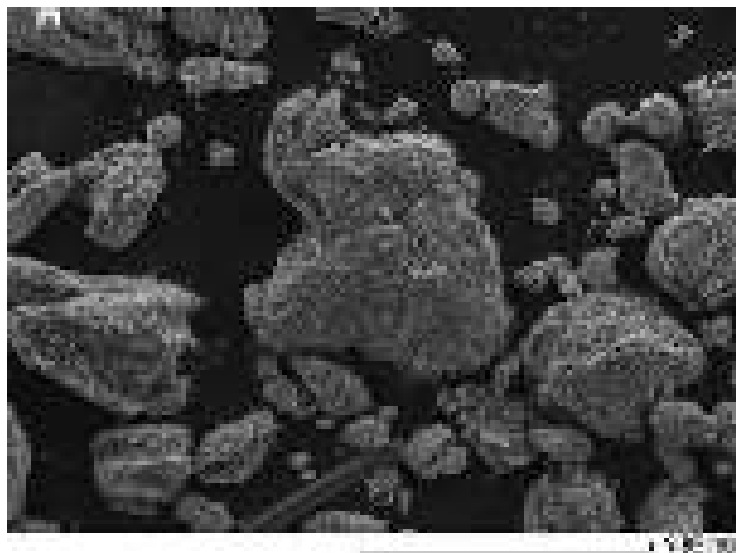


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2814

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass% Cation	K
O K*	0.525	0.50	0.11	2.32		0.6671	
Fe K	6.398	43.99	0.26	57.88		49.5939	
Se L	1.379	22.11	0.29	20.57		17.6045	
Te L	3.768	33.40	0.32	19.23		32.1345	
Total		100.00		100.00			

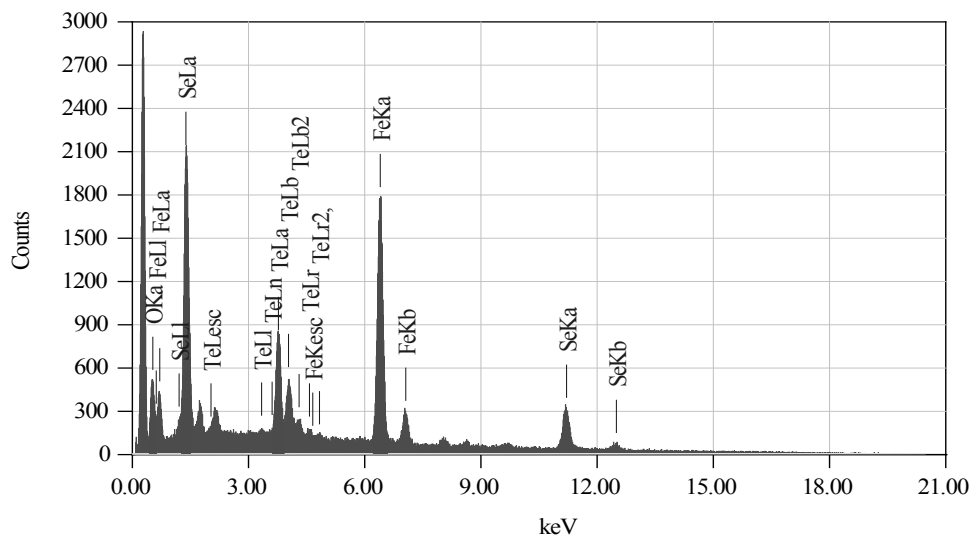
Hasil EDX Sampel 4 ($\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$) Perbesaran 500X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2016/03/08
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 84.09 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 40 %
 Counting Rate: 5028 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



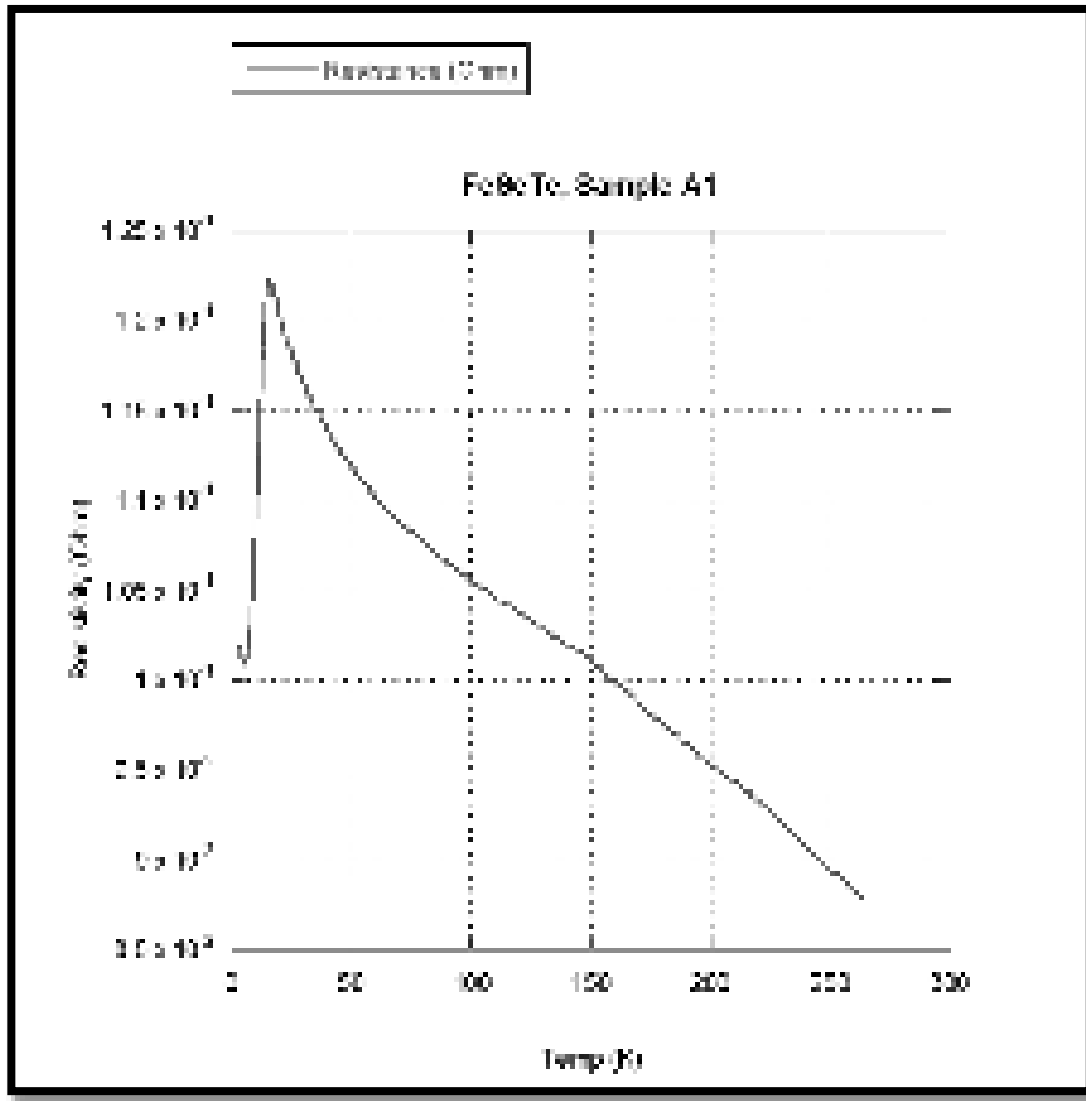
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4814

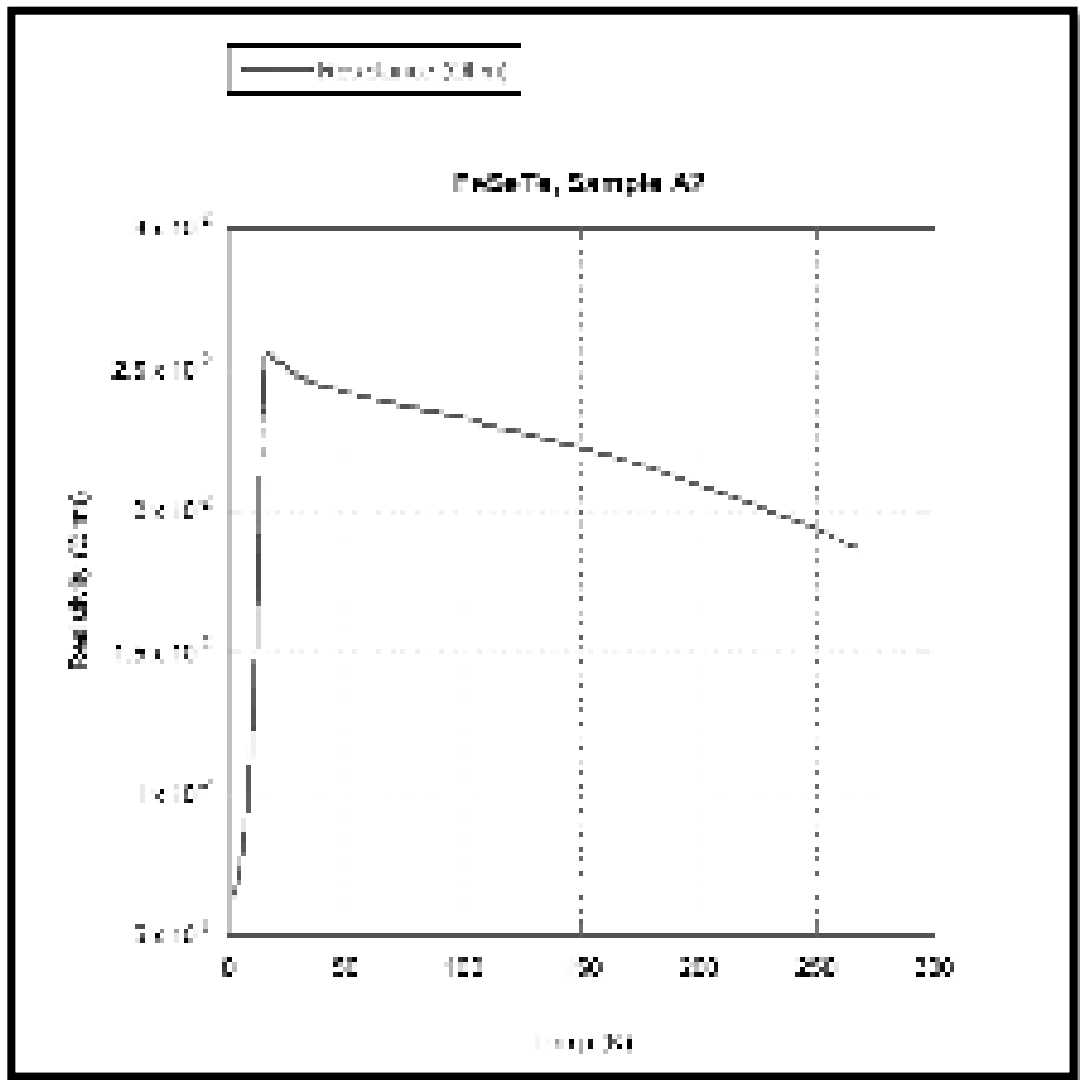
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass% Cation	K
O K	0.525	6.02	0.50	22.05		7.2639	
Fe K	6.398	45.81	1.13	48.07		51.1709	
Se L	1.379	27.42	1.21	20.35		22.2600	
Te L	3.768	20.75	1.45	9.53		19.3052	
Total		100.00		100.00			

Lampiran 5. Hasil Uji *Resistivity* pada Temperatur Rendah

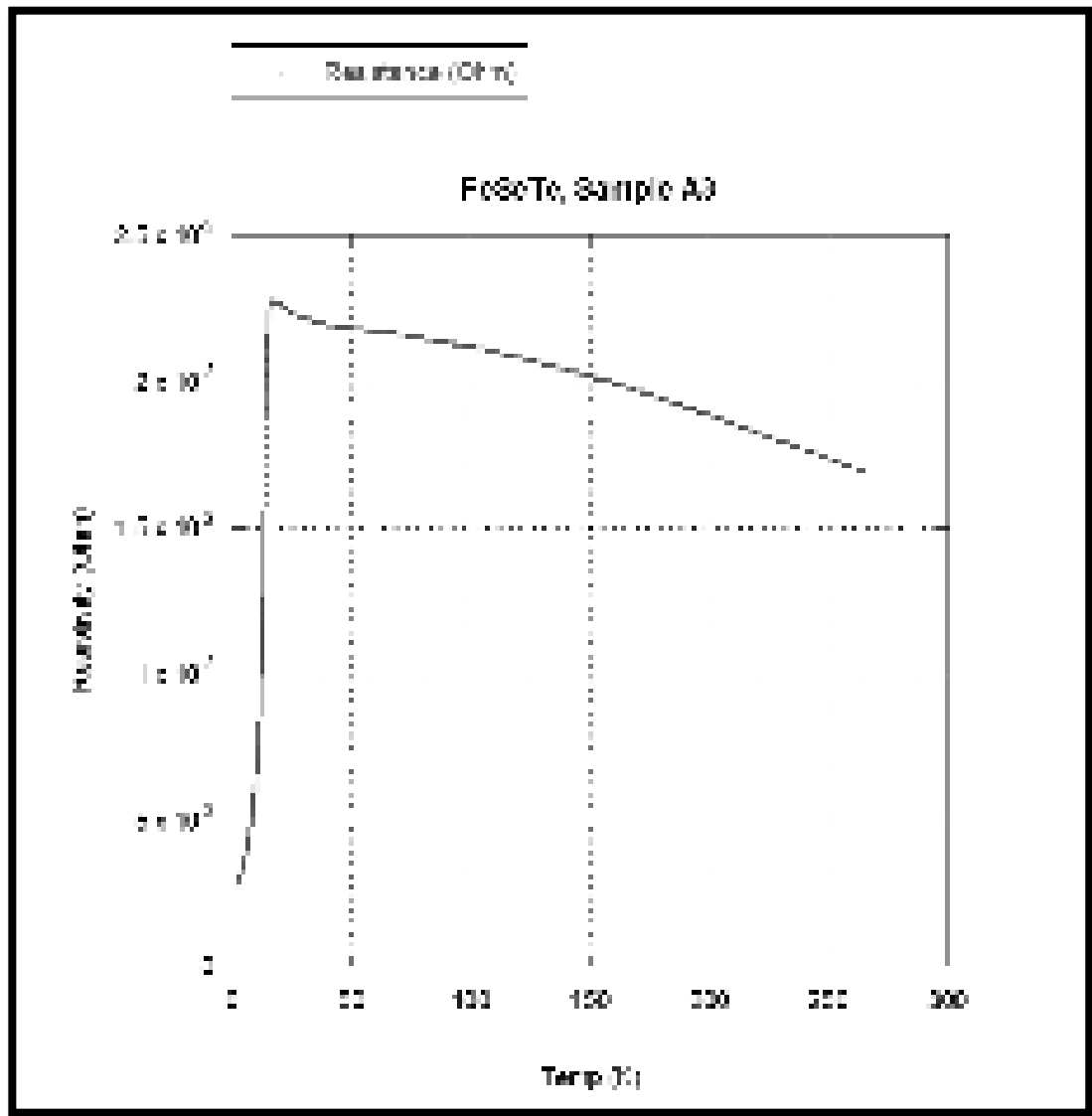
Grafik hasil uji *resistivity* pada temperatur 300 K – 1,5 K dari $\text{Fe}_{0.9}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$



Grafik hasil uji *resistivity* pada temperatur 300 K – 1,5 K dari $\text{Fe}_{1,0}\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$



Grafik hasil uji *resistivity* pada temperatur 300 K – 1,5 K dari $\text{Fe}_{1.1}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$



Grafik hasil uji *resistivity* pada temperatur 300 K – 1,5 K dari $\text{Fe}_{1.2}\text{Se}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$

