



TESIS - TL142501

**ANALISIS PENGARUH METODE PEMBUATAN,
TEMPERATUR *SINTERING* DAN *DOPING CARBON*
NANOTUBES PADA MIKROSTRUKTUR DAN
SUPERKONDUKTIVITAS MgB_2**

YULIA PUSPA DEWI
NRP. 02511650012005

DOSEN PEMBIMBING
Dr. Widyastuti, S.Si., M.Si.
Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si.
Dr. Agung Imaduddin, M.Eng.

PROGRAM MAGISTER
MATERIAL INOVATIF
DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018



TESIS - TL142501

**EFFECT ANALYSIS OF PREPARATION METHOD,
SINTERING TEMPERATURE AND DOPING
CARBON NANOTUBES ON MICROSTRUCTURE
AND SUPERCONDUCTIVITY MgB₂**

YULIA PUSPA DEWI
NRP. 02511650012005

ADVISOR

Dr. Widyastuti, S.Si., M.Si.

Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si.

Dr. Agung Imaduddin, M.Eng.

**MASTER PROGRAM
ADVANCED MATERIAL
DEPARTMENT OF MATERIALS
FACULTY OF INDUSTRY TECHNOLOGY
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**

**LEMBAR PENGESAHAN
TESIS**

**Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Teknik (M.T.)**

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh:

Yulia Puspa Dewi

NRP. 02511650012005

Tanggal Ujian : 25 Juli 2018

Periode Wisuda : September 2018

Disetujui oleh:

- | | |
|---|---|
| <p>1. Dr. Widyastuti, S.Si., M.Si.
NIP. 197906202006042001</p> <p>2. Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si.
NIP. 197801132002121003</p> <p>3. Dr. Agung Imaduddin, M.Eng.
NIP. 197109291989121001</p> <p>4. Lukman Noerochim, S.T., M.Sc. Eng., Ph.D.
NIP. 197713032003121001</p> <p>5. Dr. Eng. Hosta Ardhyananta, S.T., M.Sc.
NIP. 198012072005011004</p> | 
(Pembimbing I)

(Pembimbing II)

(Pembimbing III)

(Penguji)

(Penguji) |
|---|---|

Dekan Fakultas Teknologi Industri – ITS



Dr. Bambang Lelono Widjiantoro, S.T., M.T.
NIP. 196905071995121001



“Halaman ini sengaja dikosongkan”



Analisis Pengaruh Metode Pembuatan, Temperatur *Sintering* dan *Doping* Carbon Nanotubes pada Mikrostruktur dan Superkonduktivitas MgB₂

Nama : Yulia Puspa Dewi
NRP : 02511650012005
Pembimbing : Dr. Widyastuti, S.Si., M.Si.
Co-Supervisor I : Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si.
Co-Supervisor II : Dr. Agung Imaduddin, M.Eng.

ABSTRAK

Sintesis superkonduktor MgB₂ telah dilakukan pada tahap I dengan 3 metode *milling* yang berbeda yaitu dengan menggunakan mortar agate selama 30 menit; *High Energy Ball Milling* (HEBM) dengan udara bebas selama 2 jam; dan HEBM dengan argon selama 2 jam. Pada tahap II dan III dilakukan sintesis superkonduktor MgB₂ dengan pemaduan mekanik menggunakan HEBM. Penelitian ini dilakukan untuk memperoleh kandidat material superkonduktor terbaik dengan melakukan variasi temperatur *sintering* 600°C, 700°C, 800°C, 850°C dan 900°C, penambahan doping CNT 0 wt%, 5 wt% dan 10 wt%. Serbuk prekursor yang digunakan adalah serbuk Mg (98.5%), serbuk B *Amorf* (98.0%) dan serbuk MW-CNT (90.0%). Bahan dicampur dengan rasio stoikiometri sesuai variasi yang ditentukan dengan menggunakan HEBM selama 2 jam dengan *vial milling* yang divakum dan dialiri gas argon dalam *Glove Box* untuk mencegah adanya oksidasi yang terbentuk saat proses *milling*, proses *sintering* dilakukan sesuai variasi yang ditentukan dengan *holding time* selama 1 jam menggunakan teknik *Powder In a Sealed Tube* (PIST) untuk mencegah evaporasi dan oksidasi Mg selama proses *sintering*. Karakterisasi yang digunakan adalah uji DTA untuk menganalisis perubahan termal, uji XRD untuk menganalisis pembentukan fasa, uji SEM-EDX untuk menganalisis mikrostruktur dan uji *Cryogenic Magnet* untuk menganalisis *resistivity* dan temperatur kritis (T_c). Hasil analisis kurva uji DTA didapatkan pembentukan fasa MgB₂ secara *solid-liquid* mulai terbentuk pada temperatur *sintering* diatas 740.9°C. Analisis uji XRD pada tahap I menunjukkan sampel MgB₂ yang disintesis dengan menggunakan mortar agate memiliki fasa superkonduktor tertinggi dibanding dengan metode HEBM yakni sebesar 94.92% fasa superkonduktor dan fasa *impurity* sebesar 5.08%. Namun, analisis SEM dan perhitungan densitas didapatkan bahwa MgB₂ yang disintesis menggunakan HEBM memiliki kerapatan yang lebih tinggi dibanding dengan MgB₂ yang disintesis menggunakan mortar agate. Hasil uji *Cryogenic Magnet* didapatkan dengan nilai T_c dari ketiga metode dapat diidentifikasi sebagai kandidat material superkonduktor dengan kualitas baik, hal ini dapat diketahui dengan terbentuknya T_c > 40 K pada semua sampel. Analisis uji XRD menunjukkan fraksi fasa superkonduktor MgB₂ sebesar 97.89% dan fasa *impurity* sebesar 2.11% terdapat pada sampel dengan temperatur *sintering* 900°C. Hasil SEM menunjukkan sampel dengan temperatur *sintering* 900°C memiliki kerapatan butir tertinggi dengan nilai *density* sebesar 2.57 g/cm³, semakin tinggi temperatur *sintering* maka



kerapatan butirnya semakin tinggi. Hasil uji *Cryogenic Magnet* didapatkan nilai T_c meningkat seiring dengan bertambahnya temperatur *sintering*, nilai $T_{c_{onset}}$ tertinggi sebesar 42.33 K dan $T_{c_{zero}}$ sebesar 40.01 K pada sampel dengan temperatur *sintering* 900°C. Material superkonduktor MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT 10 wt% memiliki fraksi fasa superkonduktor MgB_2 sebesar 96.31% dan fasa *impurity* sebesar 3.69%. Hasil uji SEM didapatkan dengan penambahan *doping* CNT 10 wt% memiliki kerapatan butir tertinggi dengan nilai *density* sebesar 2.63 g/cm³, *doping* CNT akan meningkatkan kerapatan dari MgB_2 karena CNT mensubstitusi rongga pada atom B. Hasil uji *Cryogenic Magnet* didapatkan nilai T_c menurun seiring dengan penambahan *doping* CNT, didapatkan $T_{c_{onset}}$ sebesar 40.61 K dan $T_{c_{zero}}$ sebesar 38.13 K pada sampel yang di-*doping* dengan CNT 10 wt%.

Kata Kunci : Superkonduktor, MgB_2 , *doping* CNT, Mortar Agate, *High Energy Ball Milling* dan Temperatur *Sintering*.



Effect Analysis of Preparation Method, Sintering Temperature and Doping Carbon Nanotubes on Microstructure and Superconductivity MgB₂

Name : Yulia Puspa Dewi
NRP : 02511650012005
Supervisor : Dr. Widyastuti, S.Si., M.Si.
Co-Supervisor I : Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si.
Co-Supervisor II : Dr. Agung Imaduddin, M.Eng.

ABSTRACT

The synthesis of superconducting MgB₂ has been done in stage I with three different milling methods by using mortar agate for a half hour; High Energy Ball Milling (HEBM) under air atmosphere for 2 hours; and HEBM under argon for 2 hours. In stages II and III synthesized MgB₂ superconductors by mechanical alloying by using HEBM. This research was conducted to obtain the best superconductor material candidate by sintering temperature variation 600°C, 700°C, 800°C, 850°C and 900°C, doping addition CNT 0 wt%, 5 wt% and 10 wt%. The precursor powder used was Mg powder (98.5%), B Amorphous powder (98.0%) and MW-CNT powder (90.0%). The material is mixed with the stoichiometric ratio according to the variation determined by using HEBM for 2 hours with vial milling which is vacuumed and flowed argon gas in Glove Box to prevent oxidation formed during milling process, sintering process is done according to variation determined by holding time for 1 hour using the Powder In a Sealed Tube (PIST) technique to prevent evaporation and Mg oxidation during sintering. Characterization used was DTA test to analyze thermal change, XRD test to analyze phase formation, SEM-EDX test to analyze microstructure and Cryogenic Magnet test to analyze resistivity and critical temperature (T_c). The result of DTA test curve analysis showed that the formation of MgB₂ phase solid-liquid began to form at sintering temperature above 740.9°C. XRD test analysis in phase I showed MgB₂ samples synthesized by using mortar agate has the highest superconducting phase compared with HEBM method that is equal to 94.92% superconducting phase and impurity phase of 5.08%. However, SEM analysis and density calculations found that MgB₂ synthesized using HEBM had a higher density than MgB₂ synthesized using mortar agate. Cryogenic Magnet test results obtained with T_c values of the three methods can be identified as good quality superconducting material candidates, this can be known by the formation of T_c>40K on all samples. The XRD test analysis showed the phase fraction of superconducting MgB₂ of 97.89% and the impurity phase of 2.11% was found in the sample with sintering temperature of 900°C. The SEM result shows the sample



with sintering temperature of 900°C has the highest grain density with the density value of 2.57 g/cm³, the higher the sintering temperature the higher the grain density. The result of Cryogenic Magnet test showed that T_c value increased with increasing sintering temperature, highest T_{c_{onset}} value of 42.33 K and T_{c_{zero}} of 40.01 K in sample with sintering temperature of 900°C. The superconducting material MgB₂ with the addition of 10 wt% CNT doping has a MgB₂ superconducting phase fraction of 96.31% and an impurity phase of 3.69%. SEM test results obtained with the addition of CNT doping 10 wt% has the highest grain density with density value of 2.63 g/cm³, doping CNTs will increase the density of MgB₂ because CNT substitutes cavities in atom B. The Cryogenic Magnet test results decreased T_c value with the addition of CNT doping, obtained T_{c_{onset}} of 40.61 K and T_{c_{zero}} of 38.13 K on samples doped with CNT 10 wt%.

Keywords: Superconductor, MgB₂, doping CNT, Mortar Agate, High Energy Ball Milling and Sintering Temperature.



KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang senantiasa melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Tesis yang berjudul “**Analisis Pengaruh Metode Pembuatan, Temperatur Sintering dan Doping Carbon Nanotubes pada Mikrostruktur dan Superkonduktivitas MgB₂**”. Tidak lupa shalawat serta salam tetap terlimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW sebagai tauladan yang baik bagi umat Manusia. Penulisan Tesis ini ditulis sebagai salah satu persyaratan akademis di Departemen Teknik Material Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Dengan ini penulis menyadari bahwa penulisan Tesis ini tidak akan tersusun dengan baik tanpa adanya bantuan dari pihak-pihak yang terkait. Oleh karena itu, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam kegiatan penelitian maupun dalam penyusunan penulisan Tesis ini. Ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya penulis ucapkan kepada:

1. Kedua orang tua, Bapak Chamim dan Ibu Lailatul M. serta kedua adik penulis, Andy Rizky A. dan Adrian Maulana R., yang memberikan doa dan dukungan untuk dapat menyelesaikan Tesis ini.
2. Bapak Prof. Ir. Joni Hermana, M.Sc. ES., Ph.D. selaku Rektor Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
3. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Sc. selaku Ketua jurusan Teknik Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
4. Bapak Dr. Ing. Andika Widya Pramono, M.Sc., selaku Kepala Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, Tangerang Selatan.
5. Ibu Dr. Widyastuti, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing I yang bersedia meluangkan waktunya untuk bimbingan, memberi ilmu pengetahuan dan masukan hingga Tesis ini dapat terselesaikan dengan baik dan benar.



6. Bapak Dr. Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing II yang bersedia meluangkan waktu untuk memberikan masukan dan bimbingannya hingga Tesis ini terselesaikan.
7. Bapak Dr. Agung Imaduddin, M.Eng. selaku Dosen Pembimbing III dan Ketua Peneliti bidang Superkonduktor di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, yang bersedia meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan dan ilmu tentang superkonduktor serta memberikan fasilitas sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.
8. Bapak Sigit Dwi Yudanto, S.T., M.Si. selaku Pembimbing Lapangan sekaligus partner penelitian yang bersedia meluangkan waktunya untuk memberikan ilmu tentang superkonduktor dan telah mendampingi jalannya penelitian maupun dalam penyusunan penulisan Tesis sehingga terselesaikannya Tesis ini.
9. Bapak Lukman Noerochiem, S.T., M.Sc.Eng., Ph.D. selaku Penguji I yang telah memberikan saran dan masukan hingga terselesaikannya Tesis ini.
10. Bapak Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc. selaku Penguji II yang telah memberikan saran dan masukan hingga terselesaikannya Tesis ini.
11. Peneliti di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong : Bapak Satrio Herbirowo, S.T., M.T. ; Bapak M. Yunan Hasbi, S.T. ; Bapak Hendrik, M.Sc. ; Bapak Septian Adi Chandra, A.Md. yang telah membantu penulis dalam kegiatan penelitian sehingga terselesaikannya Tesis ini.
12. Peneliti di Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN) Serpong : Bapak Wisnu, Bapak Sulistyio Giat, Bapak Bambang Sugeng yang telah membantu penulis dalam karakterisasi XRD dan analisis XRD sehingga terselesaikannya Tesis ini.
13. Peneliti di Pusat Penelitian Fisika, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong : Bapak Prof. Drs. Perdamean Sebayang, M.Sc. dan Bapak Lukman, S.T. yang telah memberikan fasilitas *Glove Box* di Laboratorium Magnet.



14. Segenap Dosen, Laboran dan Admin Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya yang senantiasa membantu dan memberikan ilmu pengetahuan yang sangat berharga.
 15. Teman-teman seperjuangan penelitian di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong.
 16. Teman-teman S2 Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS : Destri, Rifqi, Ariyok, Yoyok, Alfian dan Mashudi yang selalu memberi dukungan dan berbagi ilmu dalam penyusunan Tesis ini.
 17. Teman-teman S1 Fisika FST-UNAIR : Illiyin, Inga, Vina, Winda, Arintya dan Dila yang selalu memberikan motivasi untuk menyelesaikan Tesis ini.
- Semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung memberikan dukungan dalam penulisan tesis ini.

Surabaya, 25 Juli 2018

Penulis



“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	i
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xix
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2 KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI	5
2.1 Superkonduktor	5
2.2 Karakteristik Bahan Superkonduktor	6
2.2.1 Superkonduktivitas	7
2.2.2 Sifat Kelistrikan Superkonduktor	8
2.2.3 Sifat Kemagnetan Superkonduktor	11
2.3 Tipe-Tipe Superkonduktor	12
2.3.1 Superkonduktor Tipe I	12
2.3.2 Superkonduktor Tipe II	13
2.4 <i>Magnesium Diboride</i> (MgB_2)	14
2.4.1 Diagram Fasa MgB_2	16
2.4.2 Potensi Aplikasi Superkonduktor MgB_2	17
2.5 <i>Doping Carbon Nanotubes</i>	19
2.6 Proses <i>Sintering</i> pada MgB_2	25
2.7 Pemaduan Mekanik menggunakan <i>High Energy Ball Milling</i>	31
2.8 Metode <i>Powder In a Sealed Tube</i> (PIST)	33



2.9 Analisis Kristalinitas	35
2.10 Penelitian Sebelumnya	38
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	41
3.1 Bahan dan Alat Penelitian	41
3.1.1 Bahan Penelitian.....	41
3.1.2 Alat Penelitian	42
3.2 Diagram Alir.....	44
3.3 Prosedur Penelitian.....	47
3.3.1 Komposisi Material	48
3.3.2 Pemvakuman dan Mengaliri Gas Argon	53
3.3.3 Pemaduan Mekanik Melalui <i>High Energy Ball Milling</i>	53
3.3.4 <i>Powder In a Sealed Tube (PIST)</i>	54
3.3.5 Proses <i>Sintering</i>	55
3.4 Karakterisasi Material	58
3.4.1 Uji <i>Differential Thermal Analysis (DTA)</i>	58
3.4.2 Uji <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	59
3.4.3 Uji <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	60
3.4.4 Uji <i>Cryogenic Magnet</i>	61
3.5 <i>Roadmap</i> Penelitian.....	63
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	65
4.1 Hasil Analisis Uji <i>Differential Thermal Analysis (DTA)</i>	65
4.2 Hasil Analisis Uji <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	67
4.2.1 Analisis XRD 3 Metode <i>Milling</i> Berbeda	70
4.2.2 Analisis XRD Variasi Temperatur <i>Sintering</i>	80
4.2.3 Analisis XRD Variasi <i>Doping CNT</i>	92
4.3 Hasil Analisis Uji <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	102
4.3.1 Analisis SEM-EDX 3 Metode <i>Milling</i> Berbeda.....	106
4.3.2 Analisis SEM-EDX Variasi Temperatur <i>Sintering</i>	112
4.3.3 Analisis SEM-EDX Variasi <i>Doping CNT</i>	122
4.4 Hasil Analisis Uji <i>Cryogenic Magnet</i>	128
4.4.1 Analisis <i>Cryogenic Magnet</i> 3 Metode <i>Milling</i> Berbeda.....	129
4.4.2 Analisis <i>Cryogenic Magnet</i> Variasi Temperatur <i>Sintering</i>	133



4.4.3 Analisis <i>Cryogenic Magnet Variasi Doping CNT</i>	139
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	145
5.1 Kesimpulan	145
5.2 Saran.....	146
DAFTAR PUSTAKA	147
LAMPIRAN 1	151
LAMPIRAN 2	163
LAMPIRAN 3	169
LAMPIRAN 4	173
LAMPIRAN 5	237
LAMPIRAN 6	303
BIODATA PENULIS	311



“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Temperatur kritis dan tahun penemuan.....	6
Gambar 2.2	Interdependensi dari temperatur (T).....	7
Gambar 2.3	Grafik temperatur kritis <i>onset</i> ($T_{c_{onset}}$).....	8
Gambar 2.4	Ilustrasi pasangan cooper bergerak melalui kisi	9
Gambar 2.5	Ilustrasi pasangan cooper melalui interaksi <i>phonon</i>	9
Gambar 2.6	Skema pengukuran <i>resistivity</i> memakai metoda <i>four point probe</i> ...	10
Gambar 2.7	Efek <i>Meissner</i>	12
Gambar 2.8	Perbandingan sifat magnetik pada keadaan normal	14
Gambar 2.9	Struktur kristal MgB_2	15
Gambar 2.10	Perbandingan antara struktur kristal MgB_2	16
Gambar 2.11	Diagram fasa MgB_2	17
Gambar 2.12	<i>Magnetic Resonance Imaging</i> (MRI).....	19
Gambar 2.13	Hubungan antara T_c , J_c dan H_c	20
Gambar 2.14	Struktur Multi Walled Carbon Nanotubes	21
Gambar 2.15	Normalisasi hubungan antara <i>pinning force</i> ($F_p/F_{p_{max}}$)	22
Gambar 2.16	Grafik hubungan antara kerapatan arus kritis (J_c)	23
Gambar 2.17	Grafik hubungan antara medan kritis atas (H_{c2})	24
Gambar 2.18	Kurva hasil <i>Differential Thermal Analysis</i> (DTA).....	26
Gambar 2.19	Gambaran skematik tahap reaksi <i>solid-solid</i>	27
Gambar 2.20	Gambaran skematis proses tahap reaksi <i>solid-liquid</i>	27
Gambar 2.21	Grafik hasil XRD superkonduktor MgB_2	29
Gambar 2.22	Hasil SEM Superkonduktor MgB_2	30
Gambar 2.23	Skematis proses dampak yang terjadi selama proses <i>milling</i>	32
Gambar 2.24	Skema proses <i>Powder In A Sealed Tube</i> (PIST).....	33
Gambar 2.25	Grafik hasil XRD material <i>tube</i> SS, Fe, Cu, dan Ni.....	34
Gambar 2.26	Skema diagram ukuran partikel dan ukuran kristalit	35
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian.....	46
Gambar 3.2	Dimensi <i>tube stainless steel</i> 316	49
Gambar 3.3	Serbuk bahan superkonduktor yang digunakan	50



Gambar 3.4 <i>Glove box</i> merk LABCONCO dan tabung gas Argon.....	53
Gambar 3.5 (a) <i>High Energy Milling</i> (HEM); (b) <i>vial</i> dan <i>ball-milling</i>	54
Gambar 3.6 Mesin kompaksi (<i>Hydraulic Press</i>)	55
Gambar 3.7 <i>Muffle Furnace</i> merk Barnstead Thermolyne 47900.....	56
Gambar 3.8 Proses <i>sintering</i> pada temperatur (a) 600°C; (b) 700°C	57
Gambar 3.9 <i>Differential Thermal Analysis</i> (DTA).....	59
Gambar 3.10 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) merk Empyrean/ PANanalytical	60
Gambar 3.11 (a) <i>Auto fine coater</i> ; (b) <i>Scanning Electron Microscopy</i>	61
Gambar 3.12 (a) <i>Cryogenic magnet</i> ; (b) <i>Circulation pump</i>	62
Gambar 4.1 Hasil uji <i>Differential Thermal Analysis</i> (DTA).....	65
Gambar 4.2 Grafik hasil <i>X-Ray Diffraction</i> Magnesium.....	68
Gambar 4.3 Grafik hasil <i>X-Ray Diffraction</i> Boron.....	68
Gambar 4.4 Grafik hasil <i>X-Ray Diffraction Carbon Nanotubes</i>	69
Gambar 4.5 Grafik hasil XRD sampel MgB ₂ dengan 3 metode berbeda	71
Gambar 4.6 Pergeseran puncak 1 sampel MgB ₂ dengan 3 metode berbeda	76
Gambar 4.7 FWHM puncak 1 sampel MgB ₂ dengan mortar agate.....	77
Gambar 4.8 Grafik perbandingan nilai FWHM dengan ukuran kristal dari MgB ₂ dengan 3 metode berbeda	79
Gambar 4.9 Grafik hasil <i>X-Ray Diffraction</i> sampel MgB ₂ dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	81
Gambar 4.10 Pergeseran puncak 1 sampel MgB ₂ dengan variasi temperatur.....	88
Gambar 4.11 FWHM puncak 1 sampel MgB ₂ dengan temperatur 900°C	89
Gambar 4.12 Grafik perbandingan nilai FWHM dengan ukuran kristal dari MgB ₂ dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	91
Gambar 4.13 Grafik hasil <i>X-Ray Diffraction</i> sampel MgB ₂ dengan variasi komposisi <i>doping</i> CNT	93
Gambar 4.14 Pergeseran puncak 1 sampel MgB ₂ variasi <i>doping</i> CNT.....	99
Gambar 4.15 FWHM puncak 1 sampel MgB ₂ dengan <i>doping</i> CNT 10%	100
Gambar 4.16 Grafik perbandingan nilai FWHM dengan ukuran kristal dari MgB ₂ variasi <i>doping</i> CNT.....	101
Gambar 4.17 Hasil <i>Secondary Electron</i> SEM unsur Magnesium	103
Gambar 4.18 Hasil <i>Secondary Electron</i> SEM unsur Boron <i>Amorf</i>	105



Gambar 4.19 Hasil <i>Secondary Electron SEM</i> dari MgB_2 dengan 3 metode berbeda.....	107
Gambar 4.20 Densitas sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda	108
Gambar 4.21 Hasil <i>mapping</i> MgB_2 pada perbesaran 1.500X (a) agate mortar, (b) HEBM udara bebas dan (c) HEBM argon	110
Gambar 4.22 Morfologi ukuran partikel dari sampel MgB_2 (a) mortar agate, (b) HEBM udara bebas dan (c) HEBM argon	111
Gambar 4.23 Hasil <i>Secondary Electron SEM</i> dari MgB_2 pada perbesaran 3.000X variasi temperatur <i>sintering</i>	113
Gambar 4.24 Hasil <i>Secondary Electron SEM</i> dari MgB_2 pada perbesaran 10.000X variasi temperatur <i>sintering</i>	114
Gambar 4.25 Densitas sampel MgB_2 dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	116
Gambar 4.26 Hasil <i>mapping</i> MgB_2 dengan temperatur <i>sintering</i> (a) 600°C, (b) 700°C, (c) 800°C, (d) 850°C dan (e) 900°C	119
Gambar 4.27 Morfologi ukuran partikel dari sampel MgB_2 temperatur (a) 600°C, (b) 700°C, (c) 800°C, (d) 850°C dan (e) 900°C.....	120
Gambar 4.28 Hasil <i>Secondary Electron SEM</i> MgB_2 variasi <i>doping</i> CNT	123
Gambar 4.29 Densitas sampel MgB_2 dengan variasi <i>doping</i> CNT	124
Gambar 4.30 Hasil <i>mapping</i> MgB_2 dengan variasi <i>doping</i> CNT (a) 0 wt%, (b) 5 wt% dan (c) 10 wt%	126
Gambar 4.31 Morfologi ukuran partikel dari sampel MgB_2 dengan variasi <i>doping</i> CNT (a) 0 wt%, (b) 5 wt% dan (c) 10 wt%	127
Gambar 4.32 Grafik <i>Cryogenic Magnet</i> MgB_2 dengan 3 metode berbeda	129
Gambar 4.33 (a) Grafik perbandingan <i>resistivity</i> dan (b) Grafik normalisasi dari sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda	132
Gambar 4.34 Grafik hasil <i>Cryogenic Magnet</i> MgB_2 variasi temperatur	134
Gambar 4.35 (a) Grafik perbandingan <i>resistivity</i> dan (b) Grafik normalisasi dari sampel MgB_2 dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	138
Gambar 4.36 Grafik <i>Cryogenic Magnet</i> MgB_2 variasi <i>doping</i> CNT	140
Gambar 4.37 (a) Grafik perbandingan <i>resistivity</i> dan (b) Grafik normalisasi dari sampel MgB_2 dengan variasi <i>doping</i> CNT	143



“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Parameter material superkonduktor MgB_2	15
Tabel 2.2	Perbandingan sifat-sifat dari superkonduktor	18
Tabel 2.3	<i>Melting point</i> dan <i>boiling point</i> dari unsur Mg dan B	28
Tabel 2.4	Hasil penelitian yang telah dilaporkan sebelumnya.....	38
Tabel 3.1	Massa jenis MgB_2 , CNT, SS 304.....	50
Tabel 3.2	Hasil perhitungan komposisi dari MgB_2 dengan 3 metode berbeda.....	52
Tabel 3.3	Hasil perhitungan komposisi dari MgB_2 dengan variasi temperatur ...	52
Tabel 3.4	Hasil perhitungan komposisi MgB_2 dengan <i>doping</i> CNT	52
Tabel 3.5	Variabel penelitian MgB_2 dengan 3 metode berbeda.....	63
Tabel 3.6	Variabel penelitian MgB_2 dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	63
Tabel 3.7	Variabel penelitian MgB_2 dengan variasi <i>doping</i> CNT	63
Tabel 4.1	<i>Entry database</i> analisa kualitatif.....	70
Tabel 4.2	<i>Entry database</i> analisa kualitatif sampel MgB_2 dengan 3 metode.....	73
Tabel 4.3	Hasil analisis puncak MgB_2 menggunakan mortar agate.....	74
Tabel 4.4	Hasil analisis puncak MgB_2 menggunakan HEBM udara bebas	74
Tabel 4.5	Hasil analisis puncak MgB_2 menggunakan HEBM argon	75
Tabel 4.6	Analisis kuantitatif fraksi fasa MgB_2 dengan 3 metode berbeda.....	75
Tabel 4.7	Data hasil perhitungan FWHM observasi sampel MgB_2 3 metode	78
Tabel 4.8	Data hasil analisis FWHM instrumen MgB_2 3 metode berbeda	78
Tabel 4.9	Analisis kuantitatif ukuran kristal dan <i>inhomogeneous strain</i> sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda.....	79
Tabel 4.10	<i>Entry database</i> analisa kualitatif sampel MgB_2 variasi temperatur....	83
Tabel 4.11	Hasil analisis puncak dari sampel MgB_2 sebelum <i>sintering</i>	84
Tabel 4.12	Hasil analisis puncak dari MgB_2 dengan temperatur 600°C.....	84
Tabel 4.13	Hasil analisis puncak dari MgB_2 dengan temperatur 700°C.....	85
Tabel 4.14	Hasil analisis puncak dari MgB_2 dengan temperatur 800°C.....	85
Tabel 4.15	Hasil analisis puncak dari MgB_2 dengan temperatur 850°C.....	86
Tabel 4.16	Hasil analisis puncak dari MgB_2 dengan temperatur 900°C.....	86
Tabel 4.17	Analisis kuantitatif fraksi fasa MgB_2 variasi temperatur	87



Tabel 4.18 Data hasil perhitungan FWHM observasi sampel MgB ₂ dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	90
Tabel 4.19 Data hasil analisis FWHM instrumen sampel MgB ₂ dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	90
Tabel 4.20 Analisis kuantitatif ukuran kristal dan <i>inhomogeneous strain</i> sampel MgB ₂ dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	92
Tabel 4.21 <i>Entry database</i> analisa kualitatif sampel MgB ₂ dengan variasi <i>doping</i> CNT	95
Tabel 4.22 Hasil analisis puncak MgB ₂ tanpa penambahan <i>doping</i> CNT.....	96
Tabel 4.23 Hasil analisis puncak sampel MgB ₂ dengan penambahan <i>doping</i> CNT 5%	97
Tabel 4.24 Hasil analisis puncak sampel MgB ₂ dengan penambahan <i>doping</i> CNT 10%	97
Tabel 4.25 Analisis kuantitatif fraksi fasa sampel MgB ₂ dengan variasi <i>doping</i> CNT	98
Tabel 4.26 Data hasil perhitungan FWHM observasi sampel MgB ₂ dengan variasi <i>doping</i> CNT.....	100
Tabel 4.27 Data hasil analisis FWHM instrumen sampel MgB ₂ dengan variasi <i>doping</i> CNT	100
Tabel 4.28 Analisis kuantitatif ukuran kristal dan <i>inhomogeneous strain</i> sampel MgB ₂ dengan variasi <i>doping</i> CNT	102
Tabel 4.29 Analisa kuantitatif EDX komposisi Magnesium	104
Tabel 4.30 Analisa kuantitatif EDX komposisi Boron <i>Amorf</i>	104
Tabel 4.31 Perbandingan persentase atomik teoritis (at%) dengan persentase atomik EDX (at%) dari MgB ₂ dengan 3 metode berbeda	109
Tabel 4.32 Hasil analisis ukuran partikel dari sampel MgB ₂ dengan 3 metode berbeda.....	112
Tabel 4.33 Perbandingan persentase atomik teoritis (at%) dengan persentase atomik EDX (at%) dari MgB ₂ variasi temperatur <i>sintering</i>	117
Tabel 4.34 Hasil analisis ukuran partikel dari sampel MgB ₂ dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	121



Tabel 4.35 Perbandingan persentase atomik teoritis (at%) dengan persentase atomik EDX (at%) dari MgB_2 variasi <i>doping</i> CNT	125
Tabel 4.36 Hasil analisis ukuran partikel dari sampel MgB_2 dengan variasi <i>doping</i> CNT	128
Tabel 4.37 Hasil analisis temperatur kritis dari sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda	130
Tabel 4.38 Hasil analisis RRR MgB_2 dengan 3 metode berbeda.....	132
Tabel 4.39 Hasil analisa temperatur kritis dari sampel MgB_2 dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	134
Tabel 4.40 Hasil analisis RRR MgB_2 dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	137
Tabel 4.41 Hasil analisis temperatur kritis dari sampel MgB_2 dengan variasi <i>doping</i> CNT.....	139
Tabel 4.42 Hasil analisis RRR MgB_2 dengan variasi <i>doping</i> CNT	142



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Senyawa intermetalik *Magnesium Diboride* atau MgB_2 merupakan material superkonduktor dengan temperatur kritis (T_c) sebesar 39 K dan memiliki struktur kristal *Hexagonal Closed Pack* (HCP) serta mempunyai fasa heksagonal MgB_2 pada *space group* P6/mmm (Nagamatsu Jun, 2001). Dalam proses sintesis superkonduktor MgB_2 ada beberapa parameter yang perlu diperhatikan untuk terbentuknya fasa heksagonal MgB_2 yang meliputi komposisi stoikiometri, proses *milling* dan proses *sintering*. Parameter waktu dan temperatur *sintering* memiliki pengaruh signifikan terhadap superkonduktivitas dan mengontrol sifat mikrostruktur dari superkonduktor MgB_2 (Yamamoto, 2014).

Superkonduktor secara komersial diaplikasikan dalam bentuk kawat, seperti alat diagnosis *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) yang membutuhkan kerapatan arus kritis (J_c) dan medan kritis atas (H_{c2}) yang tinggi. Aplikasi ini menggunakan superkonduktor tipe NbTi dan Nb_3Sn dengan memakai logam Nb yang sangat langka sumber dayanya dan juga memiliki T_c sangat rendah (sekitar 16 K) sehingga membutuhkan Helium cair yang sangat mahal dalam pendinginannya. Hal ini yang membuat masalah utama penggunaan material superkonduktor pada aplikasi industri.

Material superkonduktor MgB_2 memberikan solusi dari permasalahan tersebut, superkonduktor MgB_2 memakai bahan Mg dengan sumber daya melimpah, tidak termasuk bahan langka, tersedia murah, mudah disintesis dan memiliki T_c yang tinggi dari NbTi dan Nb_3Sn sehingga dapat didinginkan menggunakan *cryocooler* yang lebih murah (X. Zeng, 2002). Namun, superkonduktor MgB_2 memiliki *flux pinning* lemah yang membuat nilai J_c dan H_{c2} MgB_2 murni menjadi turun saat medan magnet luar diaplikasikan.

Pada penelitian yang pernah diteliti didapatkan fasa tunggal MgB_2 hampir diperoleh pada temperatur *sintering* 750°C - 900°C selama 1 jam dengan T_c tertinggi sebesar 38,7 K dan mikrostruktur heksagonal fasa MgB_2 meningkat



seiring dengan meningkatnya temperatur *sintering* dari 700°C - 900°C (Erhan Aksu, 2013). Nilai J_c meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur *sintering* dari 775°C - 805°C selama 2 jam dan didapatkan T_c tertinggi sebesar 38,7 K (H. Kobayashi, 2015). Upaya untuk meningkatkan nilai J_c - H_{c2} dari superkonduktor MgB_2 telah diteliti menggunakan beberapa teknik, termasuk iradiasi (M. Putti, 2005), doping kimia (Qi Cai, 2013), annealing medan magnet (Y. W. Ma, 2006) dan metode *ball-milling* (Byung-Hyuk J, 2015).

Doping kimia dianggap sebagai metode yang paling efektif digunakan untuk meningkatkan nilai J_c dan H_{c2} dari superkonduktor MgB_2 karena MgB_2 memiliki panjang koherensi yang besar. *Doping* kimia yang digunakan adalah senyawa berbasis karbon untuk mensubstitusi atom B seperti SiC, C, *Carbon Nanotubes* (CNT) dan Hidrokarbon yang semua pada dasarnya menurunkan T_c . Namun, efek substitusi senyawa karbon telah diteliti untuk meningkatkan superkonduktivitas J_c dan H_{c2} (H.Kumakura, 2004), dari semua *doping* senyawa berbasis karbon, *doping* CNT mempunyai jari-jari atom yang paling mendekati atom B dibanding dengan *doping* karbon lain dan CNT memiliki panjang koherensi mendekati MgB_2 (G. Pasquini, 2013). CNT memiliki sifat listrik yang baik, sifat termal dan sifat mekanik yang baik, ketika medan magnet masuk menerobos material superkonduktor, diantara medan magnet tersebut terdapat CNT yang mengalirkan medan listrik sehingga arus kritis (J_c) naik saat medan magnet $H > 0$ diterapkan (J.H. Kim, 2006). CNT yang tidak bereaksi memberikan penguatan *flux pinning* pada superkonduktor MgB_2 sehingga meningkatkan nilai H_{c2} (W. K. Yeoh, 2006).

Teknik pembuatan yang ekonomis, mudah dan sering digunakan pada superkonduktor MgB_2 adalah metode pemaduan mekanik dan *Powder In A Sealed Tube* (PIST) (R.G. Abhilash Kumar, 2006). Pada metode ini, serbuk Mg dan B dengan komposisi stoikiometri yang tepat dipadu dengan menggunakan *High Energy Ball Milling* dan dimasukkan kedalam tabung *stainless steel* 304, kedua ujung tabung di-*press* untuk mencegah evaporasi dan oksidasi pada Magnesium selama proses *sintering*.

Berdasarkan uraian diatas, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* dan penambahan *doping* CNT pada superkonduktor MgB_2 . Pengaruh temperatur *sintering* dan



penambahan *doping* CNT dipilih sebagai variabel sintesis dikarenakan pemilihan temperatur yang tepat dapat berpengaruh terhadap pembentukan fasa superkonduktor MgB_2 dan penambahan *doping* CNT pada superkonduktor MgB_2 bertujuan untuk memperbaiki superkonduktivitas J_c dan H_{c2} pada MgB_2 .

Metode pencampuran yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode pemaduan mekanik dengan *High Energy Ball Milling* untuk homogenitas campuran yang lebih baik, reaktivitas yang baik dan peningkatan superkonduktivitas J_c yang meningkat. Teknik perlakuan panas yang dilakukan menggunakan teknik *Powder In a Sealed Tube* (PIST), pemilihan teknik ini karena lebih mudah, ekonomis, dapat mencegah evaporasi dan oksidasi Magnesium saat proses perlakuan panas. Sampel yang sudah disintesis, dilakukan pengujian untuk analisis sifat thermal, analisa struktur kristal dan fasa yang terbentuk, analisa morfologi dan komposisi unsur dari sampel, serta analisa resistivitas dan T_c dari sampel.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh metode pembuatan yang berbeda terhadap mikrostruktur dan superkonduktivitas MgB_2 ?
2. Bagaimana pengaruh variasi temperatur *sintering* terhadap mikrostruktur dan superkonduktivitas MgB_2 ?
3. Bagaimana pengaruh penambahan *doping carbon nanotubes* terhadap mikrostruktur dan superkonduktivitas MgB_2 ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menganalisis pengaruh metode pembuatan yang berbeda terhadap mikrostruktur dan superkonduktivitas MgB_2 .
2. Menganalisis pengaruh variasi temperatur *sintering* terhadap mikrostruktur dan superkonduktivitas MgB_2 .
3. Menganalisis pengaruh penambahan *doping carbon nanotubes* terhadap mikrostruktur dan superkonduktivitas MgB_2 .



1.4 Batasan Penelitian

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pengujian superkonduktivitas hanya meliputi pengukuran resistivitas untuk mengetahui temperatur kritis (T_c).
2. Kecepatan putar *vial ball mill* ketika proses milling dianggap konstan.
3. Segala perlengkapan proses *milling* dianggap tidak mempengaruhi persentase paduan yang dicampur.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan pemahaman dan kontribusi bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi, khususnya mengenai pengaruh temperatur *sintering* dan penambahan *doping carbon nanotubes* pada mikrostruktur dan superkonduktivitas MgB_2 melalui metode pemaduan mekanik menggunakan *high energy ball milling* dan teknik *Powder In A Sealed Tube* (PIST) serta memberikan gambaran tentang proses sintesis superkonduktor MgB_2 yang efektif, efisien dan dapat diterapkan dalam skala industri.

BAB 2

KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

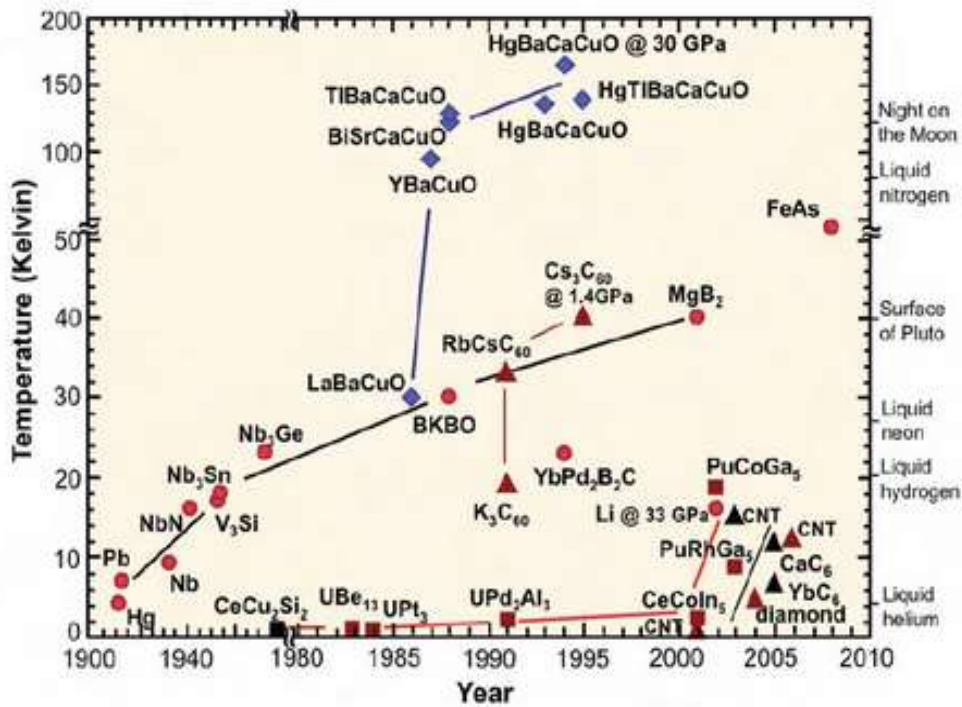
2.1 Superkonduktor

Bahan superkonduktor merupakan suatu material yang tidak memiliki hambatan ($R=0$) dan diamagnetisme sempurna (efek Meissner) ketika di bawah suatu nilai temperatur tertentu, sehingga dapat menghantarkan arus listrik tanpa kehilangan daya sedikitpun. Suatu superkonduktor dapat berupa konduktor, semikonduktor ataupun isolator pada temperatur ruang. Temperatur dimana terjadi perubahan sifat konduktivitas menjadi superkonduktor disebut dengan temperatur kritis (T_c). Dilihat dari T_c , bahan superkonduktor dibagi menjadi 2 kategori, pertama yaitu *Low Temperatur Superconductors* (LTS) atau superkonduktor temperatur rendah dengan T_c lebih rendah dari Nitrogen yaitu $T_c < 77$ K, dan kategori kedua yaitu *High Temperatur Superconductors* (HTS) atau superkonduktor temperatur tinggi dengan $T_c > 77$ K.

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

Tiga orang fisikawan yaitu Barden, Cooper dan Schrieffer mengajukan teori tentang superkonduktor yaitu bahwa elektron-elektron dalam superkonduktor selalu dalam keadaan berpasang-pasangan dan seluruhnya berada dalam keadaan kuantum yang sama. Pasangan-pasangan ini disebut pasangan *Cooper Pairs*. Padahal dua elektron tersebut memiliki muatan yang sama maka hal ini bertentangan dengan hukum *Coulomb* yang mengatakan bahwa dua buah partikel dengan muatan yang sama akan saling tolak-menolak. Alasannya, karena pada saat sebuah elektron bertumbukan dengan sebuah atom positif, hal itu

menghasilkan muatan positif dengan konsentrasi kecil pada elektron. Akhirnya elektron tersebut tertarik oleh elektron lain yang bermuatan negatif sehingga membentuk pasangan *Cooper*. Teori ini dikenal dengan nama teori BCS (Barden, Cooper dan Schrieffer) yang dikemukakan pada tahun 1957 (Pikatan, 1989). Grafik hubungan antara temperatur kritis terhadap tahun penemuan dapat dilihat pada Gambar 2.1 sebagai berikut:



Gambar 2.1 Temperatur kritis dan tahun penemuan (Flukiger, 2012)

Gambar 2.1 di atas merupakan grafik hubungan antara temperatur kritis terhadap tahun penemuan di atas maka dapat diketahui superkonduktor MgB_2 ditemukan pada tahun 2001 dengan temperatur kritis sebesar 39 K.

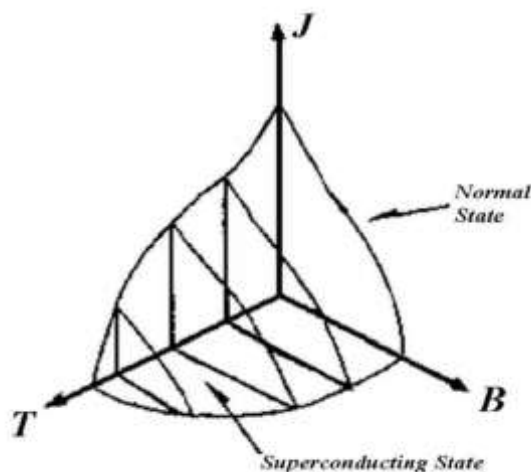
2.2 Karakteristik Bahan Superkonduktor

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 - $10^{20} \Omega m$), semikonduktor (10^{-4} - $10^6 \Omega m$), konduktor (10^{-8} - $10^{-4} \Omega m$), dan superkonduktor (resistivitasnya nol).



2.2.1 Superkonduktivitas

Superkonduktivitas adalah keadaan kesetimbangan termodinamika yang mempengaruhi sifat listrik dan sifat magnetik bahan. Apabila arus yang besar dialirkan pada superkonduktor, ia akan berubah kedalam keadaan normalnya, walaupun dibawah T_c . Hal ini dikarenakan arus listrik pada kawat superkonduktor membuat medan magnet disekitarnya. Kekuatan medan magnet meningkat dengan menguatnya arus pada kawat. Jika medan magnetnya mencapai titik kritis maka superkonduktor akan kembali ke keadaan normal. Nilai maksimum medan magnet pada temperatur tertentu dinamakan medan magnet kritis (H_c). Oleh karena itu akan ada arus maksimum yang dapat dibawa superkonduktor dinamakan kerapatan arus kritis (J_c). Fenomena superkonduktivitas ditentukan oleh tiga parameter yang saling berketergantungan satu sama lain yaitu T_c , H_c dan J_c . Ketika ketiga sifat kritis, T_c , J_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.

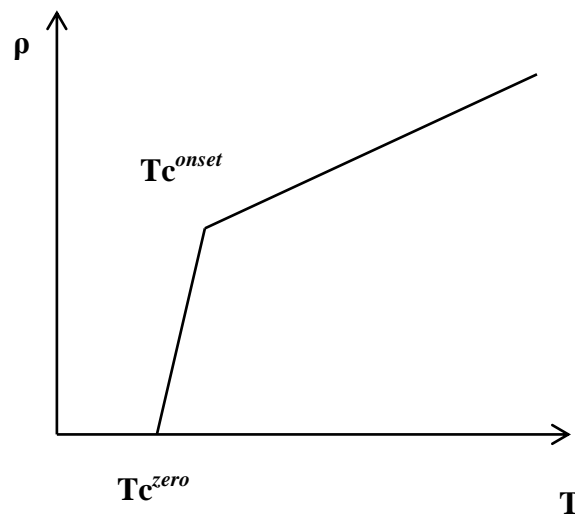


Gambar 2.2 Interdependensi dari temperatur (T), medan magnet (B), dan kerapatan arus listrik (J) (Wang, 2012)

Superkonduktivitas muncul dari interaksi yang menarik antara pasangan elektron dan interaksi dengan getaran kisi. Jika pada temperatur ruang, elektron yang berada pada benda padat akan sulit terdeteksi karena kondisi ini sangat ekstrim bagi elektron, akibat tingginya temperatur 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 temperaturnya di bawah temperatur kritis bahan (Flukiger, 2012). Karakteristik signifikan superkonduktivitas adalah pengamatan resistivitas bernilai nol di bawah T_c dibandingkan dengan logam biasa yang mempertahankan beberapa sisa resistivitas pada temperatur 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 temperatur tertentu resistivitas bahan akan turun, sedangkan $T_{c_{zero}}$ adalah titik di mana pada temperatur tertentu resistivitas bahan bernilai 0 (nol). Berikut merupakan Grafik temperatur kritis *onset* ($T_{c_{onset}}$) dan temperatur kritis *zero* ($T_{c_{zero}}$) dapat dilihat pada Gambar 2.3.



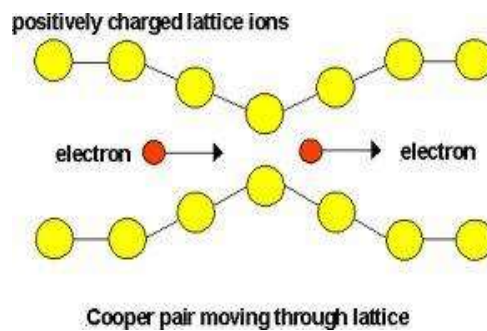
Gambar 2.3 Grafik temperatur kritis *onset* ($T_{c_{onset}}$) dan temperatur kritis *zero* ($T_{c_{zero}}$) (Wang, 2012)

2.2.2 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.

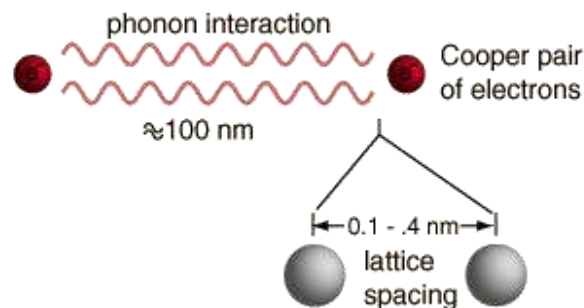


Efek ini dapat dijelaskan oleh teori BCS bahwa elektron-elektron dalam superkonduktor selalu dalam keadaan berpasangan-pasangan dan seluruhnya berada dalam keadaan kuantum yang sama. Pasangan-pasangan elektron ini disebut pasangan cooper. Ketika elektron melewati kisi, inti yang bermuatan positif menarik elektron yang bermuatan negatif dan mengakibatkan elektron bervibrasi/bergerak. 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:

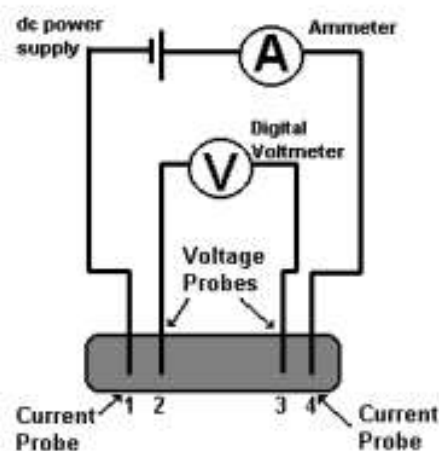


Gambar 2.5 Ilustrasi pasangan cooper melalui interaksi *phonon* (Flukiger, 2012)



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 temperatur rendah, bahan superkonduktor memiliki resistivitas sama dengan nol ($R=0$). Material yang diturunkan temperaturnya dalam nitrogen cair atau helium cair, resistivitasnya akan turun seiring dengan penurunan temperatur. Pada temperatur tertentu, resistivitas material akan turun secara drastis menjadi nol menyebabkan arus mengalir tanpa batas waktu dan tanpa kehilangan daya sedikitpun (Pikatan, 1989). Dalam superkonduktor tidak ada perbedaan tegangan yang dibutuhkan untuk mempertahankan arus. Di atas kepadatan arus, superkonduktivitas akan hilang dalam materi. Skema pengukuran *resistivity* memakai metoda *four point probe* dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Skema pengukuran *resistivity* memakai metoda *four point probe* (ASTM F42-93, 1997)

Arus dilewatkan melalui dua *probe* terluar dan beda potensial diukur melalui *probe* lainnya. Untuk material superkonduktor, selama arus (I) tidak melebihi arus kritis (I_c) maka beda potensial (V) akan bernilai nol, namun ketika arus (I) sama dengan arus kritis (I_c) maka V mempunyai harga tertentu. Sedangkan untuk menghitung *resistivity*, dipakai perhitungan seperti di bawah ini.



$$R = \rho \frac{L}{A} \quad (2.1)$$

Dimana :

- ρ = Resistivity (Ohm.cm)
- A = luas penampang (cm²)
- L = panjang (cm)

2.2.3 Sifat Kemagnetan Superkonduktor

Suatu bahan dikatakan sebagai superkonduktor jika menampilkan sifat diamagnetik, yaitu medan magnet (B) sama dengan nol jika bahan diturunkan temperaturnya hingga di bawah T_c dan medan magnet yang diberikan tidak perlu terlalu tinggi (Sukirman, 2003). Hal ini terjadi karena superkonduktor menolak fluks magnet yang mencoba memasuki bahan superkonduktor (Cyrot & 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 2.2.

$$\bar{B} = \mu_0(\bar{H} + \bar{M}) = 0 \quad (2.2)$$

- 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 :

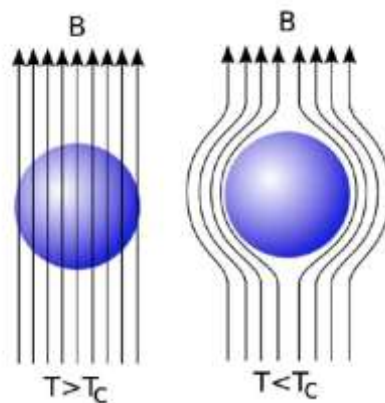
$$\bar{M} = \chi_m \bar{H} \quad (2.3)$$

dengan, χ_m : suseptibilitas magnetik

Substitusi Persamaan (2.2) ke Persamaan (2.3), maka didapat :

$$\begin{aligned} \bar{B} &= \mu_0(\bar{H} + \chi_m \bar{H}) = 0 \\ \text{atau, } \chi_m &= -1 \end{aligned} \quad (2.4)$$

Keadaan suseptibilitas magnetik = -1 dinamakan keadaan diamagnetisme sempurna. Efek *Meissner* ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Efek *Meissner* (Wang, 2012)

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*) $\chi = -1$. 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 temperatur 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).

2.3 Tipe - Tipe Superkonduktor

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

2.3.1 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:

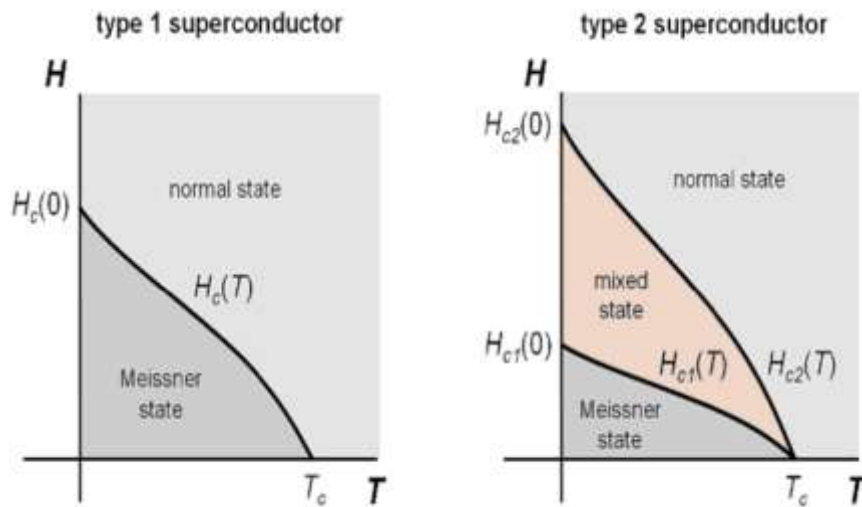
- Temperatur dinaikkan melebihi temperatur kritis ($T > T_c$).
- Medan magnet dinaikkan melebihi medan magnet kritis ($H > H_c$)

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

2.3.2 Superkonduktor Tipe II

Superkonduktor tipe II banyak dijumpai dalam bentuk campuran logam (*alloy*), diantaranya NbTi, Nb₃Sn, Nb₃Ge, MgB₂ dan FeSe yang masing-masing mempunyai temperatur kritis sebesar 9 K, 18 K, 23 K, 39 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} , fluks yang menerobos masuk bahan superkonduktor inilah yang dinamakan *flux pinning*. 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.

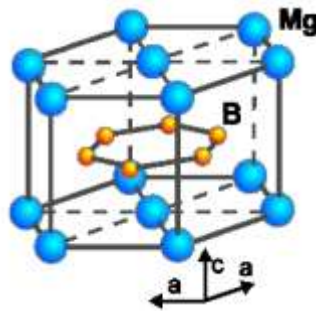


Gambar 2.8 Perbandingan sifat magnetik pada keadaan normal superkonduktor: (a) tipe I dan (b) tipe II (Wang, 2012)

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}).

2.4 Magnesium Diboride (MgB_2)

Superkonduktivitas pada *Magnesium Diboride* (MgB_2) pertama kali ditemukan oleh Akimitsu Jun pada tahun 2001 (Jun, 2001). MgB_2 merupakan superkonduktor intermetalik biner yang mempunyai temperature kritis paling tinggi yaitu dengan temperatur kritis 39 K (diatas Helium cair), dengan kerapatan arus kritis yang tinggi sebesar 10^6 - 10^7 A/cm² dan medan magnet 0 pada temperatur rendah. Struktur kristal MgB_2 adalah *Hexagonal Closed Pack* (HCP), termasuk dalam sistem kristal heksagonal dengan *space group* P6/mmm no. 191 (J. Nagamatsu, 2001). Struktur kristal MgB_2 dapat dilihat pada Gambar 2.8. Struktur kristal MgB_2 sesuai dengan Gambar 2.9 berbentuk heksagonal AlB_2 (*space group* P6/mmm, no 191). Ikatan antara MgB_2 terdiri dari ikatan campuran antara atom Mg dan B yang berikatan secara ionik, ikatan antar atom Mg yang berikatan logam, lalu ikatan antar atom B yang berikatan secara kovalen (Buzea & Yamashita, 2001).



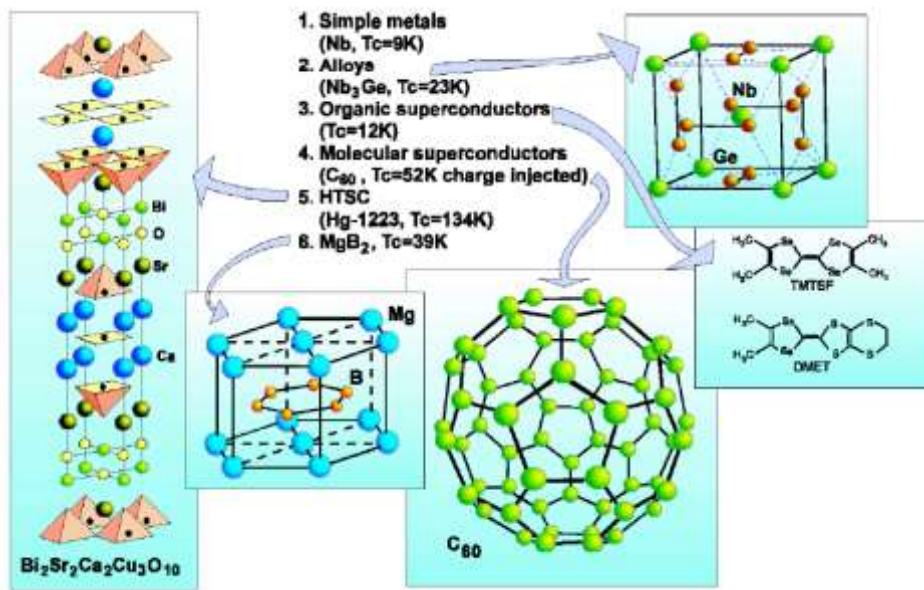
Gambar 2.9 Struktur kristal MgB_2 (Wang, 2012)

Dalam setiap lapisan boron, tiap hexagon terdiri dari 6 atom boron sehingga mendapat rasio 1:2 Mg-B di unit sel. MgB_2 merupakan bahan intermetalik dengan bahan anisotropik (sifatnya sama di segala arah) superkonduktor tipe II dan merupakan material superkonduktor temperatur rendah. MgB_2 dapat disintesis dengan berbagai bagian, yang paling sederhana adalah dengan reaksi temperatur tinggi antara boron dan serbuk magnesium dengan pembentukan dimulai pada $650^\circ C$ (C. Larbalestier, 2001). Parameter material superkonduktor MgB_2 terdapat pada Tabel 2.1 dan perbandingan struktur kristal superkonduktor MgB_2 dengan superkonduktor lainnya pada Gambar 2.10.

Tabel 2.1 Parameter material superkonduktor MgB_2

Parameter	Nilai
Tc	39 – 40 K
Kisi Heksagonal	$a = 0.3086 \text{ nm}$; $b = 0.3524 \text{ nm}$
Koef. Tekanan	-1.1 - 2 K/Gpa
Densitas teoritis	2.57 g/cm^3
Densitas pembawa muatan	$1.7 - 2.8 \times 10^{23} \text{ holes/cm}^3$
Efek isotope	$\alpha_B + \alpha_{Mg} = 0.3 - 0.02$
Medan kritis bawah	$H_{c1}(0) = 27 - 48 \text{ mT}$
Medan ireversibelitas	$H_{irr}(0) = 6 - 35 \text{ T}$
Panjang koherensi	$\xi_{ab} = 3.7 - 12 \text{ nm}$ $\xi_c = 1.6 - 3.6 \text{ nm}$
Kedalaman penetrasi	$\lambda(0) = 85 - 180 \text{ nm}$
Energy gap	$\Delta(0) = 1.8 - 7.5 \text{ meV}$
Temperatur Debye	$\Theta_D = 750 - 880 \text{ K}$
Rapat arus kritis (J_c)	$J_c(4.2K, 0T) > 10^7 \text{ A/cm}^2$ $J_c(4.2K, 4T) = 10^6 \text{ A/cm}^2$ $J_c(4.2K, 10T) > 10^5 \text{ A/cm}^2$

Sumber : Buzea, 2001



Gambar 2.10 Perbandingan antara struktur kristal MgB_2 dengan superkonduktor lain (Buzea, 2001)

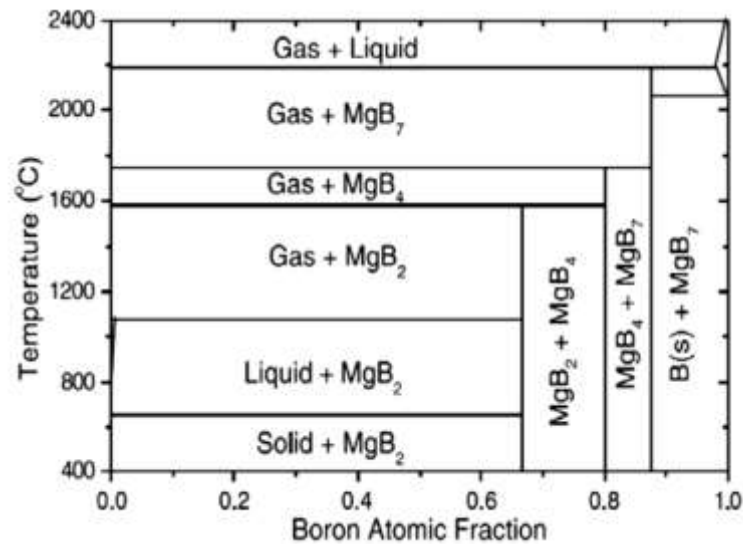
Apabila dibandingkan dengan superkonduktor struktur lain dapat dilihat pada Gambar 2.10 terlihat bagaimana struktur MgB_2 lebih sederhana dibanding superkonduktor lain seperti BSCCO, Nb_2Ge , Nb_3SN . Pada penelitian baru-baru ini (Rajput, 2017) didapat bahwa temperatur kritis MgB_2 makin bertambah temperatur kritis MgB_2 mencapai 41 K. Superkonduktor MgB_2 akan menjadi material yang mempunyai kualitas tinggi dalam aplikasi tingkat besar dan alat-alat elektronik dikarenakan temperatur kritisnya yang tinggi (T_c), kerapatan arus kritis yang tinggi (J_c), struktur kristalnya yang sederhana, dan besarnya medan magnet kritis tinggi H_{c2} (Larbalestier, 2001).

2.4.1 Diagram Fasa MgB_2

Diagram fasa adalah diagram yang menunjukkan hubungan antara temperature dengan fasa yang terbentuk pada material. Diagram fasa ini sebagai acuan untuk fabrikasi, pemilihan komposisi dan aplikasi bahan dan produk kimianya. Gambar 2.11 menunjukkan diagram fasa Mg-B pada tekanan atmosfer. Label *liquid*, *solid*, dan *gas* merupakan fasa Mg. Dari gambar terlihat bahwa Mg mulai mencair ketika temperatur di atas $650^\circ C$ dan rasio atom Mg : B lebih besar dari 1 : 2, Mg mencair dan berdampirkan dengan fasa MgB_2 . Ketika fraksi atom



B melebihi $2/3$ maka akan terbentuk fasa MgB_4 , MgB_7 , atau bahkan menyisakan B yang tak bereaksi. Sedangkan jika fraksi atom B kurang dari $2/3$, maka akan menyisakan Mg dalam fasa padat, cair atau gas disamping MgB_2 tergantung temperatur pemanasan.



Gambar 2.11 Diagram fasa MgB_2 (Wang, 2012)

Magnesium memiliki *melting point* sebesar 650°C dan *boiling point* sebesar 1.091°C , sedangkan Boron memiliki *melting point* sebesar 2.076°C dan *boiling point* sebesar 3.927°C . Superkonduktor MgB_2 mulai terbentuk fasa superkonduktor MgB_2 jika temperatur *sintering* lebih dari 650°C hingga 1.100°C , jika kurang dari 650°C akan terbentuk fasa Mg solid yang belum bereaksi dengan B dan jika lebih dari 1.100°C akan terbentuk fasa Mg gas dan fasa MgB_4 yang merupakan fasa pengotor.

2.4.2 Potensi Aplikasi Superkonduktor MgB_2

MgB_2 merupakan superkonduktor yang menjanjikan pada aplikasi dalam skala industri. Penggunaan doping atau penambahan senyawa karbon telah terbukti meningkatkan nilai kerapatan arus kritis (J_c), medan kritis atas (H_{c2}) dan *flux pinning* (Braccini, 2005). Superkonduktor secara komersial diaplikasikan dalam bentuk kawat, seperti alat diagnosis *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) yang membutuhkan kerapatan arus kritis (J_c) dan medan kritis atas (H_{c2}) yang tinggi.



Aplikasi ini menggunakan superkonduktor tipe NbTi dan Nb₃Sn dengan memakai logam Nb yang sangat langka sumber dayanya dan juga memiliki T_c sangat rendah (sekitar 16 K) sehingga membutuhkan *liquid* Helium yang sangat mahal dalam pendinginannya. Sedangkan superkonduktor tipe MgB₂ dibuat dari bahan Mg dengan sumber daya melimpah, tidak termasuk bahan langka, tersedia murah, mudah disintesis dan memiliki T_c yang relatif tinggi dibanding superkonduktor tipe NbTi dan Nb₃Sn, yaitu 39 K sehingga dapat didinginkan menggunakan *cryocooler* yang lebih murah (X. Zeng, 2002). Dilihat dari segi ekonomi, MgB₂ memiliki keuntungan dari material penyusunnya dan biaya pendinginan yang lebih murah dibanding superkonduktor berbasis Nb, sehingga dapat menekan biaya produksi dalam skala industri. Namun, superkonduktor MgB₂ memiliki *flux pinning* lemah yang membuat nilai J_c dan H_{c2} MgB₂ murni menjadi turun saat medan magnet luar diaplikasikan, sehingga perlu adanya metode tertentu untuk meningkatkan nilai J_c dan H_{c2}. Instrumen MRI selanjutnya dapat menggunakan kumparan MgB₂ sebagai pengganti NbTi, aplikasi ini membutuhkan J_c dan H_{c2} yang tinggi dalam pengaplikasiannya. Kumparan MgB₂ dapat beroperasi tanpa menggunakan helium cair (*liquid helium*) untuk pendinginannya. Berikut ini adalah Tabel 2.2 perbandingan sifat-sifat dari superkonduktor.

Tabel 2.2 Perbandingan sifat-sifat dari superkonduktor

Parameter	NbTi	Nb ₃ Sn	MgB ₂	YBCO	Bi-2223
T _c (K)	9	18	39	92	110
Anisotropy	Negligible	Negligible	1.5~5	5~7	50~200
J _c at 4.2 K (A/cm ²)	~10 ⁶	~10 ⁶	~10 ⁶	~10 ⁶	~10 ⁷
H _{c2} at 4.2 K (T)	11-12	25-29	15-20	>100	>100
H _{irr} at 4.2 K (T)	10~11	21~24	6~12	5~7(77K)	0.2(77K)
Coherence length ξ(0) (nm)	4~5	3	4~5	1.5	1.5
Penetration depth λ(0) (nm)	240	65	100~140	150	150
Resistivity ρ (T _c) (μΩcm)	60	5	0.4	150~800	40~60

Sumber : Buzea, 2001



Metode pembuatan kawat superkonduktor MgB_2 terdapat 2 metode yakni *in-situ* dan *ex-situ*. Metode *in-situ* adalah metode pembuatan kawat superkonduktor yang deformasi dan pembentukan kawat jadi satu didalam *stainless steel* kemudian dilanjutkan proses pemanasan sedangkan metode *ex-situ* adalah metode pembuatan kawat superkonduktor yang sintesis dan perlakuan panas dilakukan diluar *stainless steel* kemudian dimasukkan *stainless steel* untuk dilakukan deformasi. Metode *in-situ* memiliki nilai *Packing Factor* (PF) yang rendah sekitar 50% karena mencairnya Mg saat proses pemanasan, nilai PF yang rendah membuat batas butirnya terlihat jelas/lebar, batas butir yang terlihat jelas/lebar akan mempermudah gerakan pasanganan elektron (*cooper pairs*) sehingga stress yang dibutuhkan dislokasi melewati batas butir rendah, rendahnya stress tersebut menyebabkan konektivitas di batas butir rendah, konektivitas inilah yang mempengaruhi kerapatan arus kritis (J_c) pada MgB_2 . Sedangkan pada metode *ex-situ* memiliki nilai PF yang lebih tinggi sekitar 75% sehingga konektivitas di batas butir lebih tinggi dibandingkan dengan metode *in-situ* (Y. Shimada, 2016). Pada Penelitian sebelumnya (Razeti, 2008) telah dibuat *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) *Free Cryogen* berkekuatan 0,5 T dengan magnet MgB_2 yang terdiri dari gulungan gulungan pita MgB_2 . MRI tersebut berhasil mengambil gambar kepala dan tulang belakang seperti pada Gambar 2.12.



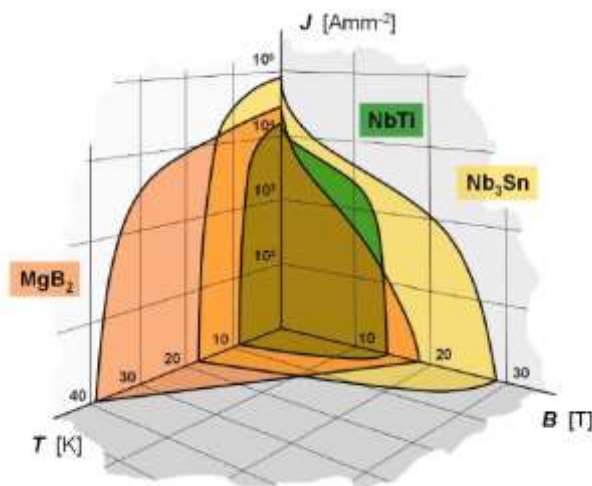
2

Gambar 2.12 *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) berbasis MgB_2 (kiri) dan citra otak pertama yang diperoleh MRI dengan basis MgB_2 (kanan) (Razeti, 2008)

2.5 Doping Carbon Nanotubes

Kerapatan arus kritis MgB_2 murni adalah sekitar 10^6 A/cm² pada temperatur 20-25 K. Gambar 2.13 menunjukkan hubungan antara T_c , J_c dan H_c untuk MgB_2 ,

NbTi dan Nb₃Sn. Dapat dilihat bahwa nilai J_c MgB₂ murni turun dengan cepat seiring dengan meningkatnya medan magnet eksternal karena *flux pinning* yang lemah. *Flux pinning* merupakan fenomena dimana sebagian fluks medan magnet eksternal akan menembus keadaan interior bahan superkonduktor sampai rentang daerah medan kritis H_{c2} .



Gambar 2.13 Hubungan antara T_c , J_c dan H_c untuk MgB₂, NnTi dan Nb₃Sn (Tomáš Holúbek, 2008)

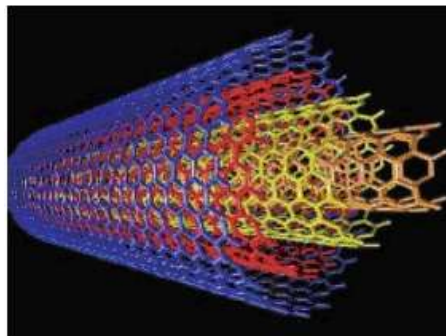
Doping dapat berupa substitusi artinya mengganti atom asli di dalam superkonduktor dengan atom dopan yang ukurannya tidak jauh berbeda dengan ukuran atom aslinya atau dapat dapat berupa penambahan artinya menambahkan atom-atom *doping* ke dalam atom-atom asli superkonduktor. Tujuan dari *doping* pada superkonduktor MgB₂ adalah untuk meningkatkan nilai J_c - H_{c2} dan *flux pinning* MgB₂. Upaya untuk meningkatkan nilai J_c - H_{c2} dari superkonduktor MgB₂ telah diteliti menggunakan beberapa teknik, termasuk iradiasi (M. Putti, 2005), *doping* kimia (Qi Cai, 2015), *annealing* medan magnet (Y. W. Ma, 2006) dan metode *ball-milling* (Byung-Hyuk Jun, 2015). Dibandingkan dengan teknik lain, *doping* kimia dianggap sebagai metode yang paling efektif digunakan untuk meningkatkan J_c dan H_{c2} dari superkonduktor MgB₂. Keadaan elektronik, konstanta kisi dan kristalinitasnya diharapkan bisa diubah dengan *doping* kimia. Efek lain yang diharapkan dari *doping* kimia adalah pertumbuhan butir MgB₂.

Substitusi unsur pada B memiliki pengaruh yang lebih signifikan terhadap sifat superkonduktor MgB₂, karena superkonduktivitas muncul di kisi B. Efek



substitusi di B pada MgB_2 telah diteliti untuk Si (C. Y. Zhang, 2010), C (A. V. Pogrebnyakov, 2004) dan O (Xianping Zhang, 2007), yang semua pada dasarnya menurunkan T_c . Namun, efek substitusi C telah diteliti untuk meningkatkan superkonduktivitas H_{c2} dan J_c .

Carbon nanotubes memiliki struktur *carbon* berbentuk seperti silinder dengan diameter dalam orde nanometer. *Carbon nanotube* merupakan turunan dari struktur *carbon*. *Carbon nanotubes* dapat dideskripsikan sebagai lembaran grafit setebal 1 atom yang digulung menyerupai silinder dan memiliki diameter dengan orde nanometer. Lembaran ini memiliki struktur seperti sarang lebah (*honeycomb*) yang terdiri dari ikatan-ikatan atom *carbon*. Penggunaan *doping* CNT terdapat tiga tipe yaitu *single-walled* (SW), *double-walled* (DW) dan *multi-walled* (MW), dari ketiga tipe tersebut penggunaan MW-CNT pada MgB_2 lebih baik dari tipe lainnya karena MW-CNT mampu mensubstitusi B dengan lebih homogen dengan menghindari aglomerasi *nanotubes* (W. K. Yeoh, 2006). Struktur dari MW-CNT dapat dilihat pada Gambar 2.14.



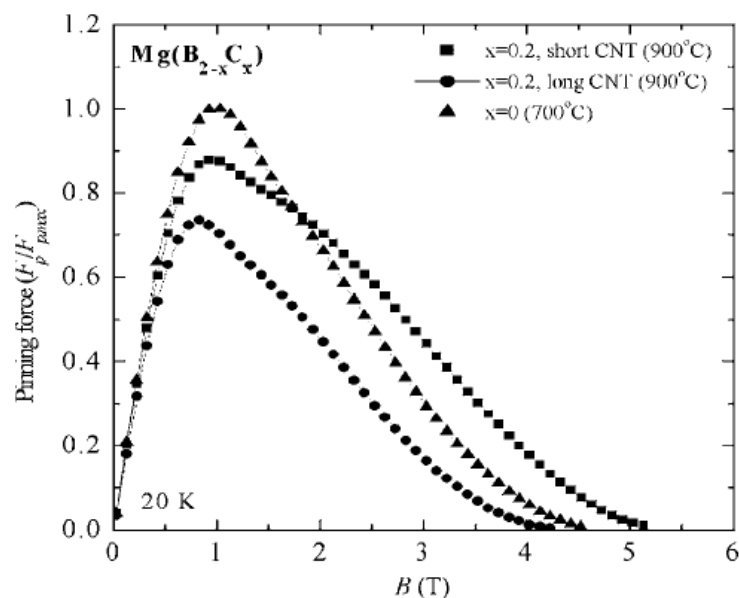
Gambar 2.14 Struktur Multi Walled Carbon Nanotubes (W.K. Yeoh, 2006)

CNT mempunyai jari-jari atom yang paling mendekati atom B dibanding dengan *doping* karbon lain CNT memiliki panjang koherensi mendekati MgB_2 sekitar $\xi_{ab}(0) \sim 3.7-12$ nm; $\xi_c(0) \sim 1.6-3.6$ nm (G. Pasquini, 2013), sebagian karbon dalam CNT dapat mensubstitusi B di dalam kisi kristal MgB_2 , sedangkan CNT yang tidak bereaksi dapat bertindak sebagai pusat *pinning* yang efektif sehingga menghasilkan medan ireversibilitas (Hirr) yang lebih baik, pemberian *doping* CNT pada MgB_2 memberikan penguatan *flux pinning* MgB_2 sehingga nilai J_c dan H_{c2} meningkat. Hal ini karena CNT memiliki sifat listrik yang baik, sifat

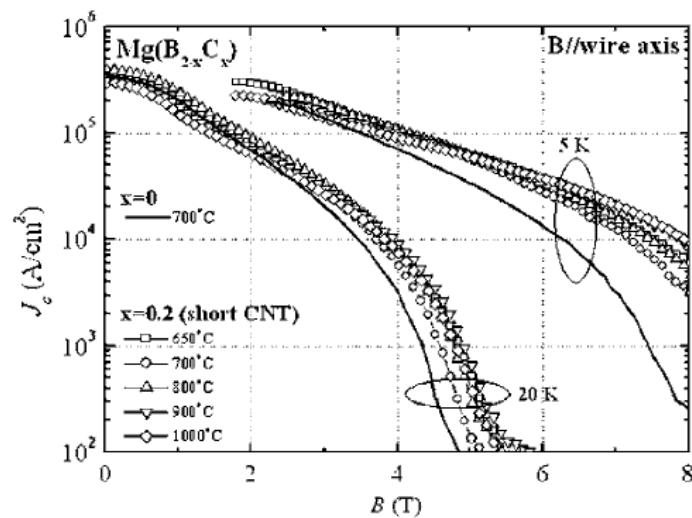


termal dan sifat mekanik yang baik, ketika medan magnet masuk menerobos material superkonduktor, diantara medan magnet tersebut terdapat CNT yang mengalirkan medan listrik sehingga arus kritis (J_c) naik saat medan magnet $H > 0$ diterapkan (J.H. Kim, 2006) dan CNT yang tidak bereaksi memberikan penguatan *flux pinning* pada superkonduktor MgB_2 sehingga meningkatkan nilai H_{c2} (W. K. Yeoh, 2006). Superkonduktor MgB_2 yang di-*doping* dengan CNT mengalami peningkatan nilai J_c dan H_{c2} tetapi mengalami penurunan T_c saat medan magnet luar diberikan (Q. Cai, 2013).

Pada penelitian sebelumnya dilakukan oleh J. H. Kim pada tahun 2006 melakukan penelitian superkonduktor MgB_2 di-*doping* dengan CNT panjang dan CNT pendek, dari hasil penelitian didapatkan sampel yang di-*doping* dengan CNT pendek memiliki peningkatan nilai *pinning force* saat medan magnet yang besar diberikan. Gambar 2.15 merupakan normalisasi hubungan antara *pinning force* dengan medan magnet pada superkonduktor MgB_2 yang di-*doping* CNT. Penambahan *doping* CNT pada MgB_2 mengalami peningkatan nilai J_c seiring dengan bertambahnya temperatur sintering, Grafik hubungan antara kerapatan arus kritis (J_c) dan medan magnetik (B) pada MgB_2 yang di *doping* CNT dengan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Gambar 2.16.



Gambar 2.15 Normalisasi hubungan antara *pinning force* (F_p/F_{pmax}) dengan medan magnet (B) pada superkonduktor MgB_2 yang di-*doping* CNT (J. H. Kim, 2006)

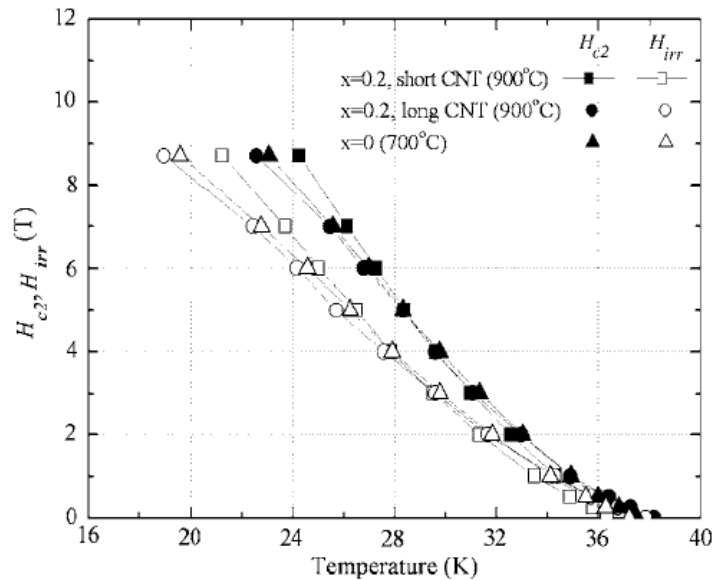


Gambar 2.16 Grafik hubungan antara kerapatan arus kritis (J_c) dan medan magnetik (B) pada MgB_2 yang di *doping* CNT dengan variasi temperatur *sintering* (J. H. Kim, 2006)

Pada Gambar 2.15 dapat diketahui bahwa *pinning force* sampel MgB_2 yang di-*doping* dengan CNT pendek mengalami peningkatan dibandingkan dengan sampel MgB_2 murni, hal tersebut dapat diidentifikasi bahwa dengan penambahan *doping* CNT mampu memberikan penguatan *flux pinning* pada superkonduktor MgB_2 . Gambar 2.16 merupakan grafik hubungan antara kerapatan arus kritis (J_c) dan medan magnetik (B) pada MgB_2 yang di-*doping* CNT dengan variasi temperatur *sintering*, dari grafik dapat diketahui dengan penambahan *doping* CNT pada MgB_2 mengalami peningkatan nilai J_c dibanding dengan MgB_2 murni. Nilai J_c pada MgB_2 yang di-*doping* CNT mengalami peningkatan seiring dengan bertambahnya temperatur *sintering*, hal tersebut kemungkinan terkait dengan peningkatan ukuran butir MgB_2 karena pencampuran yang tidak homogen. Dari hasil FWHM pada MgB_2 yang di-*doping* CNT mengalami penyempitan FWHM seiring dengan peningkatan temperatur *sintering*, penyempitan FWHM menunjukkan bahwa ukuran butir meningkat. Beberapa penelitian melaporkan bahwa peningkatan ukuran butir pada MgB_2 merupakan faktor penting yang berhubungan dengan nilai J_c , sehingga dapat diidentifikasi bahwa dengan penambahan *doping* CNT dapat meningkatkan nilai J_c pada superkonduktor MgB_2 . Hubungan antara medan kritis atas (H_{c2}) dan



medan ireversibilitas (H_{irr}) terhadap temperatur pada MgB_2 yang di doping CNT dapat dilihat pada Gambar 2.17.



Gambar 2.17 Grafik hubungan antara medan kritis atas (H_{c2}) dan medan ireversibilitas (H_{irr}) terhadap temperatur pada MgB_2 yang di doping CNT (J. H. Kim, 2006)

Pada Gambar 2.17 didapatkan bahwa dengan penambahan *doping* CNT pendek sebesar 20 wt% akan meningkatkan nilai H_{c2} dan H_{irr} dari superkonduktor MgB_2 murni namun dengan penambahan *doping* CNT mengakibatkan penurunan temperatur kritis dan penurunan nilai *Residual Resistivity Ratio* (RRR) dari 2.02 untuk MgB_2 murni menjadi 1.63 untuk MgB_2 yang di-*doping* dengan CNT. RRR merupakan rasio nilai resistivitas pada temperatur kamar dibagi dengan resistivitas pada temperatur rendah untuk menentukan kemurnian suatu logam. Semakin tinggi nilai RRR menunjukkan sifat yang lebih murni dari konduktivitas logam, MgB_2 memiliki nilai $RRR > 2$ (Rajput S., 2010). Nilai RRR dapat diketahui dengan menggunakan rumus:

$$RRR = \frac{\rho(250\text{ K})}{\rho(45\text{ K})} \quad (2.5)$$

Pada penelitian sebelumnya menunjukkan penurunan nilai T_c saat MgB_2 di-*doping* dengan CNT dan batas kelarutan C dalam MgB_2 sekitar 20 wt% (W. K. Yeoh, 2006), akan tetapi semakin banyak *doping* CNT maka semakin turun T_c sehingga perlu adanya kontrol *doping* CNT untuk tidak melebihi 20 wt%. MgB_2



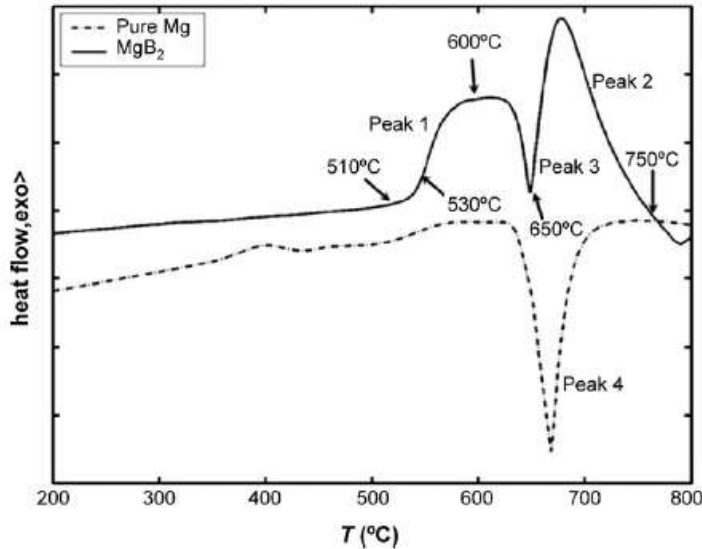
yang di-*doping* dengan CNT mengalami perubahan parameter kisi, dimana parameter kisi a meningkat dan parameter kisi c tetap, hal tersebut yang membuat pergeseran puncak pada superkonduktor MgB_2 yang di-*doping* CNT.

2.6 Proses *Sintering* pada MgB_2

Sebelum melakukan proses *sintering* perlu dilakukan analisis termal superkonduktor MgB_2 menggunakan alat *Differential Thermal Analysis* (DTA), analisis termal dapat didefinisikan sebagai pengukur sifat-sifat fisik dan kimia material sebagai fungsi dari temperatur. Tujuan analisis termal adalah untuk menjadi acuan/memonitor pada perlakuan panas (*Heat Treatment*) superkonduktor MgB_2 . DTA merupakan suatu teknik pengukuran perbedaan temperatur antara sampel dengan *reference* (dalam keadaan inert) sebagai fungsi waktu atau temperatur. Temperatur sampel dan *reference* akan sama apabila tidak terjadi perubahan, namun pada saat terjadi beberapa peristiwa termal, seperti pelelehan, pemaduan mekanik, dekomposisi atau perubahan struktur kristal pada sampel, temperatur dari sampel dapat berada di bawah (apabila perubahannya bersifat endotermik) ataupun di atas (apabila perubahan bersifat eksotermik) temperatur *reference*. Data yang dihasilkan berupa kurva temperatur sampel terhadap waktu atau temperatur dan kurva temperatur *reference* terhadap waktu atau temperatur (Prasetyoko, 2016).

Pada penelitian sebelumnya (Q. Z. Shi, 2008) menganalisis tentang proses pembentukan fasa MgB_2 dengan menggunakan *Differential Thermal Analysis*, dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2.18. Pada gambar tersebut menunjukkan kurva DTA dari sampel campuran Mg : B = 1 : 2. Untuk membuat perbandingan, serbuk Mg murni juga disiapkan dan hasilnya diilustrasikan pada Gambar 2.18 (garis putus-putus). Menurut kurva, reaksi antara serbuk Mg dan B dimulai sekitar 520°C dan kemudian puncak eksotermik (puncak 1) muncul sampai Mg mencair sekitar 620°C . Selanjutnya puncak endotermik (puncak 3) yang disebabkan oleh Mg yang meleleh pada temperatur 650°C , lebih kecil dari puncak 3 terdapat puncak 4 yang merupakan serbuk Mg murni, hal ini menunjukkan bahwa fasa MgB_2 antara serbuk Mg dan B tidak lengkap sebelum Mg meleleh. Fase MgB_2

mulai terbentuk pada temperatur yang lebih rendah dari titik leleh Mg murni, tapi tidak lengkap sampai temperatur *sintering* melebihi 750°C.



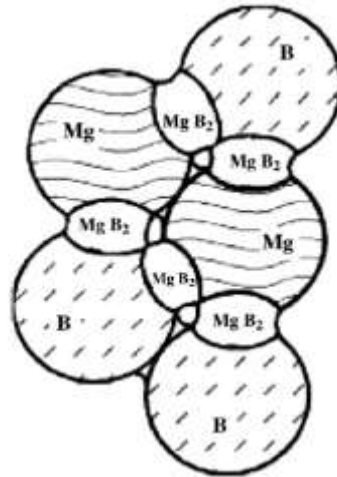
Gambar 2.18 Kurva hasil *Differential Thermal Analysis* (DTA) (Q. Z. Shi, 2008)

Proses *sintering* merupakan proses penyatuan partikel-partikel bahan dengan difusi zat padat. 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. Tahapan-tahapan proses *sintering* sebagai berikut, kedua partikel saling berkontak atau berdekatan, mulai terjadi penyatuan pada daerah kontak karena adanya proses difusi akibatnya mulai terjadi pengurangan pori-pori dan benda paduan secara keseluruhan mulai menyusut serta terjadi ikatan yang sangat kuat diantara partikel-partikel.

Terdapat 2 tahapan pada proses *sintering* superkonduktor MgB_2 , yakni tahap reaksi *solid-solid* dan tahap reaksi *solid-liquid*. Pada Gambar 2.19 merupakan ilustrasi skematik tahapan reaksi *solid-solid* antara partikel Mg dan B melalui mekanisme antar difusi. Karena fasa MgB_2 berada dalam skala mikroskopis dan jumlahnya sedikit, hampir tidak dapat dideteksi dengan analisis *X-Ray Diffraction*. Jadi fasa utama masih campuran zat dari Mg dan B pada tahap

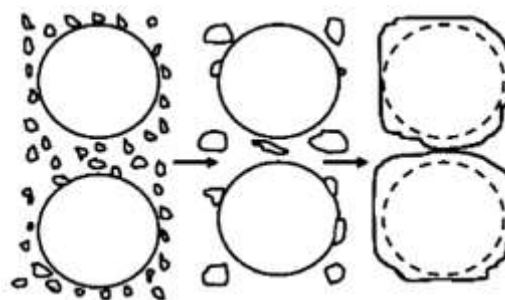


ini terjadi saat proses *mechanical alloying*. Hasil ini sesuai dengan pengamatan magnetisasi dengan temperatur (Feng, 2004).



Gambar 2.19 Gambaran skematik tahap reaksi *solid-solid* antara partikel Mg dan B melalui mekanisme antar difusi (Y. C. Liu, 2007)

Pada tahap kedua pada proses *sintering* superkonduktor MgB_2 adalah tahap reaksi *solid-liquid*. Gambar 2.20 mengilustrasikan diagram skematik proses pertumbuhan *grain* untuk tahap reaksi *solid-liquid*. *Grain* MgB_2 yang kecil memiliki kelarutan yang lebih tinggi daripada MgB_2 besar. Larutan liquid Mg yang mencair akan larut dan mengendap pada beberapa bagian *grain*, maka *grain* akan tumbuh dengan cepat. Tahap reaksi *solid-liquid* ini terjadi pada saat proses *sintering*.



Gambar 2.20 Gambaran skematis proses tahap reaksi *solid-liquid* (Y. Liu, 2007)

Proses sintesis superkonduktor MgB_2 ada beberapa parameter yang perlu di perhatikan untuk terbentuknya fasa heksagonal MgB_2 yang meliputi komposisi stoikiometri, proses pencampuran dan proses *sintering*. Parameter waktu dan temperatur *sintering* memiliki pengaruh signifikan terhadap superkonduktivitas dan mengontrol sifat mikrostruktur dari superkonduktor MgB_2 (A. Yamamoto,



2014). Semakin meningkatnya temperatur sintering akan meningkatkan kerapatan dari sampel MgB_2 (E. A., 2013) Kerapatan butir yang baik akan menyebabkan konektivitas di batas butir tinggi, konektivitas inilah yang mempengaruhi kerapatan arus kritis (J_c) pada MgB_2 (Y. Shimada *et.al.*, 2016). Untuk mengetahui nilai kerapatan butir dapat dilihat pada persamaan 2.6. Tabel 2.3 merupakan *melting point* dan *boiling point* dari unsur Mg dan B.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2.6)$$

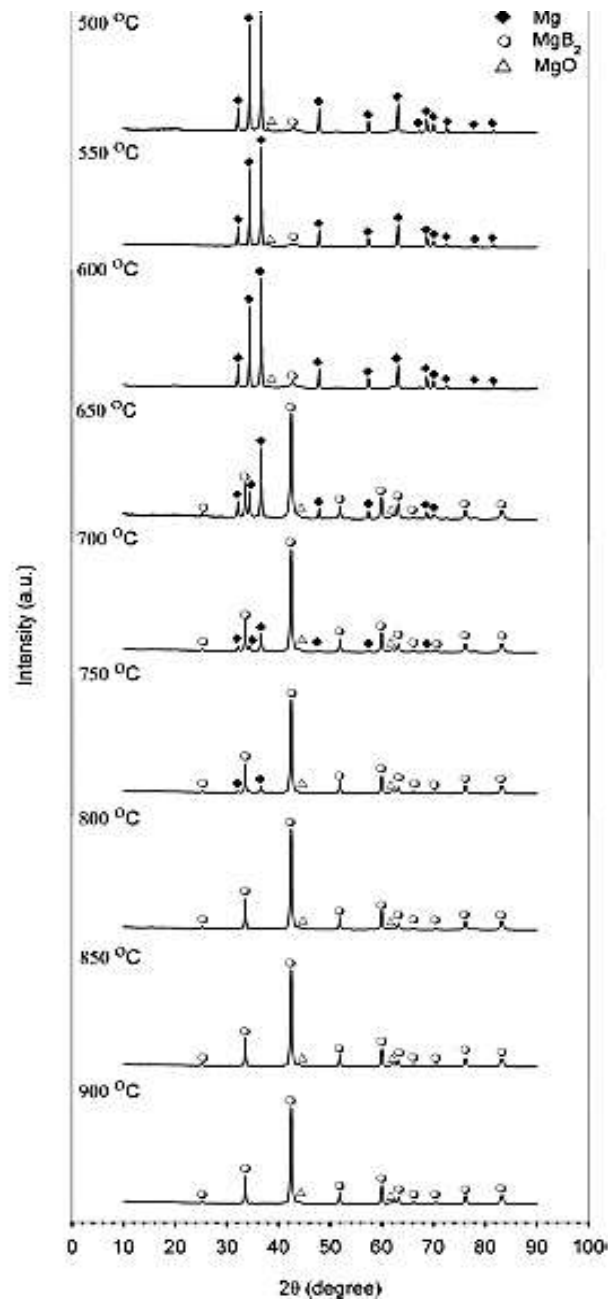
Dimana : ρ = kerapatan/*density* (g/cm^3)
 m = massa benda (gram)
 V = volume benda (cm^3)

Tabel 2.3 *Melting point* dan *boiling point* dari unsur Mg dan B

Unsur	<i>Melting point</i>	<i>boiling point</i>
Mg	650°C	1.091°C
B	2.076°C	3.927°C

Sumber : Wang, 2012

Pada penelitian sebelumnya didapatkan nilai J_c meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur *sintering* dari 775°C - 805°C selama 2 jam dan didapatkan T_c tertinggi sebesar 38,7 K (H. Kobayashi, 2015). Penelitian yang dilakukan E. Aksu pada tahun 2013 dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 menggunakan metode *High Energy Ball Milling* (HEBM) pada temperatur *sintering* 500 - 900°C dengan *holding time* selama 1 jam, didapatkan hasil XRD dengan fasa Mg dan MgO pada temperatur 500, 550, 600°C. Namun, fasa MgB_2 bertahap menjadi fasa dominan untuk sampel yang di-*sintering* pada temperatur diatas 600°C, fasa tunggal MgB_2 hampir diperoleh pada temperatur *sintering* diatas 750°C - 900°C selama 1 jam dengan T_c sebesar 38,7 K (E. Aksu, 2013). Grafik hasil *X-Ray Diffraction* (XRD) superkonduktor MgB_2 pada temperatur *sintering* 500 - 900°C dapat dilihat pada Gambar 2.21.

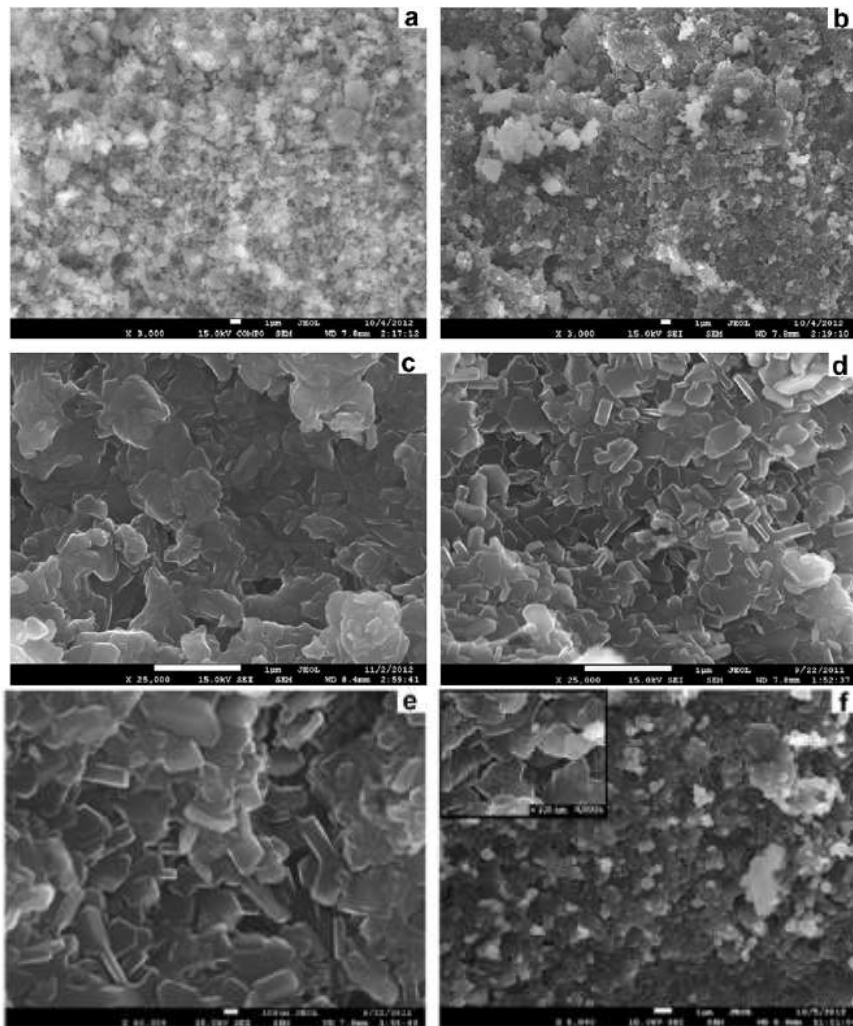


Gambar 2.21 Grafik hasil XRD superkonduktor MgB_2 pada temperatur *sintering* 500 - 900°C (E. Aksu, 2013)

Mikrostruktur MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* 500 - 900°C yang dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dapat dilihat pada Gambar 2.22. Pada Gambar 2.22 didapatkan hasil SEM (a) morfologi *Backscattered Electron* (BSE) pada temperatur *sintering* 500°C menunjukkan adanya intensitas daerah cerah yang dapat dikaitkan dengan fasa MgO .



Selanjutnya morfologi *Secondary Electron* (SE) pada temperatur *sintering* (b) 500°C, (c) 650°C, (d) 700°C, (e) 800°C dan (f) 900°C. Gambar 2.22 (b) menunjukkan keberadaan partikel yang ukurannya berkisaran antara 0,2 dan 8 μm , pada temperatur *sintering* 500°C, Mg dan B masih dalam keadaan padat belum mencair, maka pembentukan fasa MgB_2 adalah hasil interaksi *solid* Mg dengan *solid* B. Pada Gambar 2.22 (c) pada temperatur *sintering* 650°C didapatkan mikrostruktur yang berbeda, terdapat struktur dengan berbentuk butir heksagonal yang tidak beraturan, hal ini bisa dikaitkan dengan MgB_2 , fasa bersamaan dengan butir Mg dan B yang tidak bereaksi. Pada Gambar 2.22 (d) 700°C, (e) 800°C dan (f) 900°C menunjukkan dengan jelas struktur heksagonal fasa MgB_2 .



Gambar 2.22 Hasil SEM (a) morfologi *Backscattered Electron* (BSE) temperatur *sintering* 500°C, morfologi *Secondary Electron* (SE) temperatur *sintering* (b) 500°C, (c) 650°C, (d) 700°C, (e) 800°C dan (f) 900°C (E. Aksu, 2013)

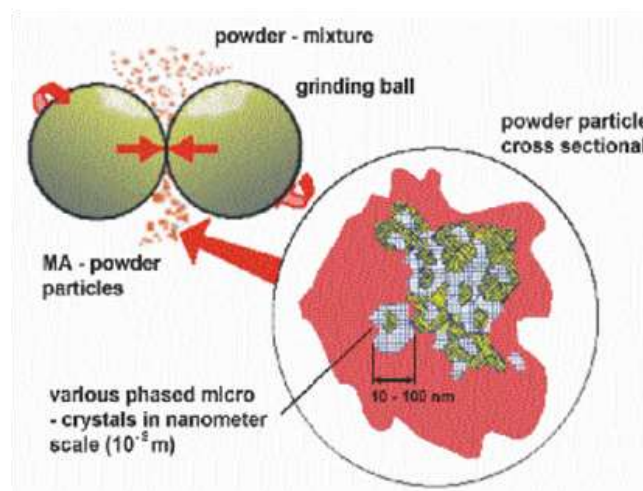


2.7 Pemaduan Mekanik menggunakan *High Energy Ball Milling*

Pemaduan mekanik atau *Mechanical Alloying* (MA) adalah metode 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 memecahan material besar menjadi material berukuran kecil dengan pemanfaatan energi tumbukan antara bola-bola penghancur dan dinding wadah penggilingan yang bergerak dengan energi tinggi guna menghasilkan pencampuran yang homogen. *Milling* merupakan proses yang sering digunakan untuk mereduksi ukuran material, alat *milling* yang mutakhir adalah *High Energy Ball Milling* (HEBM). 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. 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 yang terlalu lama juga dapat menyebabkan terjadinya kontaminasi pada campuran serbuk. Waktu penggilingan bergantung pada jenis mesin penggiling, intensitas penggilingan, *ball to powder ratio* (BPR) dan temperatur penggilingan.

Perbandingan BPR menjadi salah satu variabel sintesis yang sangat berpengaruh terhadap pembentukan ukuran partikel yang homogen. Perbandingan BPR juga berpengaruh terhadap efektivitas tumbukan yang terjadi ketika proses *milling*. Efektivitas tersebut disebabkan oleh tingginya jumlah tumbukan yang terjadi per satuan waktu, seiring dengan meningkatnya perbandingan jumlah bola keramik terhadap jumlah sampel serbuk didalam *vial ball mill* (Kuziora, 2014). Namun, jika perbandingan masa sampel serbuk terhadap jumlah bola keramik di dalam *vial ball mill* terlalu tinggi, maka perpindahan energi *milling* ke dalam sampel powder akan semakin turun dan akan berdampak pada persebaran ukuran partikelnya.

Selama proses *milling* dapat dijelaskan melalui 3 tahap, pertama dimulai dari reduksi ukuran partikel dan penyusunan ulang bentuk partikel. Kemudian dilanjutkan dengan deformasi plastis dan elastis, dan diakhiri dengan fraktur partikel (Alves, 2013). Partikel yang mengalami slip terhadap partikel lainnya akan mengalami perubahan bentuk dan fraktur minimum, dapat menghasilkan bentuk partikel yang lebih halus dan tidak teratur. Kedua, partikel akan mengalami deformasi plastis dan elastis yang menyebabkan terjadinya *cold welding* (penyatuan dingin) diantara semua partikel. Terakhir terjadinya fraktur partikel, dimana proses tersebut akan menghasilkan perubahan bentuk dan fragmentasi dari partikel. Penurunan ukuran *fragment* (pecahan), akan cenderung meningkatkan penggumpalan, dan resistansi retakan.



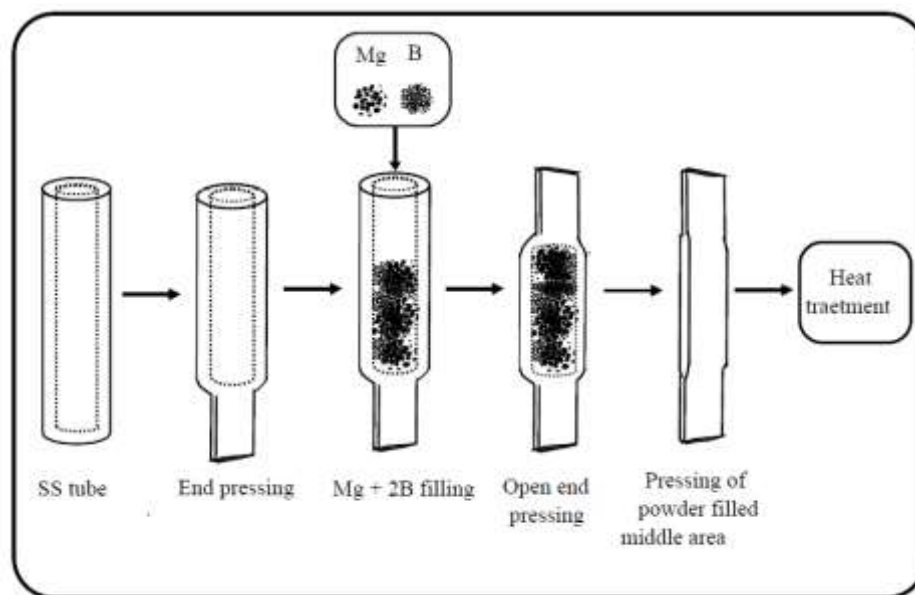
Gambar 2.23 Skematis proses impact yang terjadi selama proses milling dimana tumbukan sebagai proses utama dari perpindahan energi (Alves, 2013)

Mechanical Alloying (MA) telah terbukti sebagai teknik yang efektif untuk memperbaiki serbuk prekursor untuk lebih homogen, reaktivitas yang lebih baik dan peningkatan superkonduktivitas yang lebih baik pada superkonduktor MgB_2 . Hasil penelitian menunjukkan bahwa milling serbuk B dengan *doping* C secara efektif dapat meningkatkan J_c dan H_{c2} pada superkonduktor MgB_2 (Byung-Hyuk Jun, 2015). Sebuah penelitian mendapatkan bahwa 2 jam *milling* merupakan kondisi optimum di sistem untuk memperbaiki superkonduktivitas MgB_2 (Y.-J. Kim, 2009).



2.8. Metode *Powder In a Sealed Tube* (PIST)

Metode sintesis superkonduktor yang sangat sederhana adalah teknik *Powder In a Sealed Tube* (PIST), yang telah digunakan untuk menghasilkan kawat superkonduktor MgB_2 skala besar (H. Yamada, 2006). Tujuan utama penggunaan teknik PIST ini adalah untuk mencegah evaporasi dan oksidasi Magnesium pada saat proses perlakuan panas. Kunci keuntungan untuk proses PIST adalah biaya rendah dan proses fabrikasi yang sederhana, keuntungan lain dari metode PIST ini adalah pemanasan dapat dilakukan pada kondisi atmosfer tanpa pengkondisian dengan menggunakan Gas Inert serta tidak perlu divakumkan. Prosedur dari metode PIST ada tiga langkah yaitu menyiapkan serbuk prekursor dan memasukkannya ke dalam tabung *stainless steel* (SS) yang sudah di-press salah satu ujungnya, selanjutnya melakukan *press* diujung lainnya dan terakhir adalah *sintering*. Tiap ujung pipa SS di-press untuk mencegah kontak antara serbuk dengan udara luar agar tidak terjadi oksidasi. Skema proses PIST dapat dilihat pada Gambar 2.24 sebagai berikut:

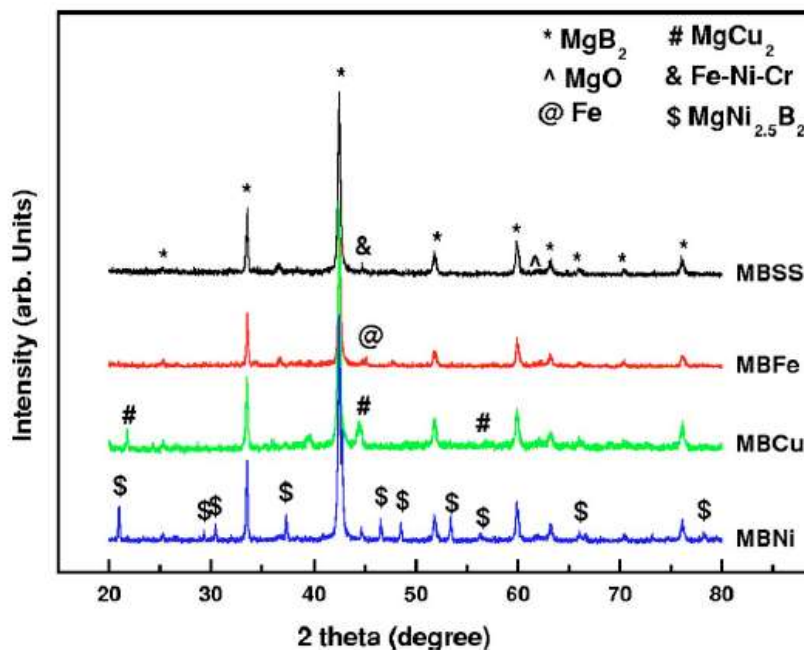


Gambar 2.24 Skema proses *Powder In A Sealed Tube* (PIST) (Wang, 2012)

Dalam pembuatan superkonduktor menggunakan metode *powder in a sealed tube* (PIST) diperlukan material *tube* untuk membuatnya. Dalam memilih material *tube* harus memainkan peran penghalang difusi untuk Mg yang mudah



menguap dan reaktif, dan harus kompatibel secara kimia dengan Mg atau B tanpa adanya degradasi sifat superkonduktor dari inti MgB_2 (Varghese, 2007). Banyak sekali material *tube* yang telah digunakan seperti contohnya Ni (Suo, 2001), Cu dan Ag (Glowacki, 2002), Fe (Jin Mavoori, 2001) dan juga *stainless steel* (SS). Pada penelitian (Varghese, 2007) diuji berbagai material *tube* seperti SS, Fe, Cu, dan Ni pada temperatur *sintering* 825°C dan didapatkan hasil bahwa material yang lebih optimal untuk digunakan sebagai material *tube* adalah Fe dan SS karena material tersebut tidak bereaksi ketika dipanaskan dan menghasilkan sampel MgB_2 dengan temperatur kritis yang lebih tinggi dibandingkan material lain. Berikut merupakan Grafik hasil XRD material *tube* SS, Fe, Cu, dan Ni pada temperatur *sintering* 825°C terdapat pada Gambar 2.25 sebagai berikut:



Gambar 2.26 Grafik hasil XRD material *tube* SS, Fe, Cu, dan Ni (Varghese, 2007)

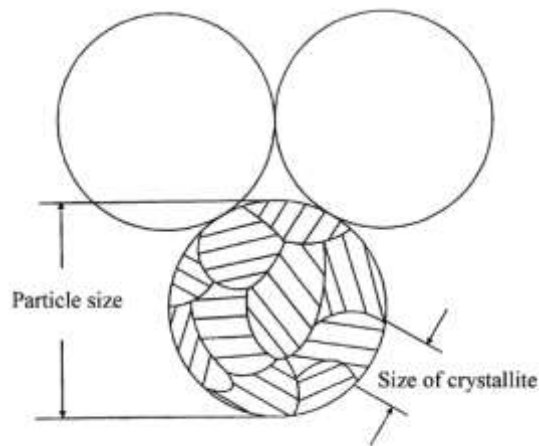
Stainless steel 304 adalah *stainless steel* yang memiliki kandungan kromium - nikel dan karbon rendah, SS 304 paling fleksibel dan banyak digunakan dari baja tahan karat austenitik. Tipe SS 304 memiliki harga yang ekonomis, tahan terhadap oksidasi, tahan terhadap korosi, dan memiliki daya tahan untuk pencegahan kontaminasi produk, sehingga pemakaian SS tipe 304 sangat tepat untuk pembuatan superkonduktor MgB_2 dengan metode PIST.



2.9 Analisis Kristalinitas

Kristal terbentuk dari komposisi atom-atom, ion-ion atau molekul-molekul zat padat yang memiliki susunan berulang dan jarak yang teratur dalam tiga dimensi. Pada hubungan lokal yang teratur, suatu kristal harus memiliki rentang yang panjang pada koordinasi atom-atom atau ion dalam pola tiga dimensi sehingga menghasilkan rentang yang panjang sebagai karakteristik dari bentuk kristal tersebut.

Susunan khas atom-atom dalam kristal disebut struktur kristal. Struktur kristal dibangun oleh sel satuan (*unit cell*) yang merupakan sekumpulan atom yang tersusun secara khusus, secara periodik berulang dalam tiga dimensi dalam suatu kisi kristal (*crystal lattice*). Geometri kristal dalam ruang dimensi tiga yang merupakan karakteristik kristal memiliki pola yang berbeda-beda. Struktur kristal yang terdiri dari jutaan atom dan *unit cell* dapat dinyatakan dengan ukuran, bentuk, dan susunan sel satuan yang berulang dengan pola pengulangan. Ukuran kristalit merupakan ukuran dari bebarapa kristal. Skema diagram ukuran partikel dan ukuran kristal dapat dilihat pada Gambar 2.26.



Gambar 2.26 Skema diagram ukuran partikel dan ukuran kristalit
(Y. Waseda, 2011)

Kristalinitas dari puncak-puncak yang terbentuk dapat dihitung menggunakan parameter FWHM (*Full Width at Half Maximum*). Untuk mengetahui FWHM dapat dilakukan dengan 2 cara, pertama dengan menggunakan *Software HighScore* (FWHM instrumen) dan yang kedua dengan



analisis menggunakan perhitungan (FWHM observasi), pengukuran FWHM dapat dianalisis menggunakan *Software KaleidaGraph*. Perhitungan FWHM observasi dapat dilakukan dengan mengukur lebar puncak difraksi pada setengah intensitas tertinggi dalam suatu grafik hasil XRD.

Nilai FWHM suatu puncak menentukan ukuran kristalinitas, dimana semakin sempit nilai FWHM maka semakin besar ukuran kristalinitasnya, hubungan antara ukuran kristalinitas dengan FWHM dapat diketahui dengan menggunakan rumus *Scherrer's* sebagai berikut:

$$t = \frac{0.9\lambda}{B_{1/2} \cos \theta_B} \quad (2.7)$$

Dimana :
t = Ukuran kristalit (nm)
 $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ (CuK α)
B_{1/2} = FWHM (radian)
 θ_B = Sudut puncak (derajat)

Ukuran kristalit yang diukur dengan metode *Scherrer's* hanya menunjukkan diameter kristal yang sesuai dengan puncak FWHM yang terukur. Namun, semua FWHM memiliki lebar terukur yang timbul dari beberapa faktor seperti pancaran divergensi dan lebar dari sumber sinar-X, bahkan jika pengaturan penyelarasan optik untuk difraktometer dilakukan dengan tidak sempurna maka perhitungan ukuran kristalit menggunakan metode *Scherrer's* menjadi kurang akurat. Metode *Scherrer's* hanya mengacu pada perluasan FWHM karena efek ukuran kristalit saja. Untuk memperoleh hasil estimasi ukuran kristalit yang lebih akurat maka, nilai FWHM harus dikoreksi oleh "Instrumental Line Broadening". Secara khusus, bentuk puncak difraksi didekatkan dengan distribusi *Gaussian* dan nilai FWHM Br yang terkait dengan perubahan ukuran kristalit dapat dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$Br^2 = B_{obs}^2 - B_i^2 \quad (2.8)$$

Dimana :
B_{obs} = FWHM observasi
B_i = FWHM instrumen

Sampel polikristalin terdiri dari banyak butir kristal, terjadi deformasi plastis, terdapat *defect* berupa slip disetiap butir kristal yang bervariasi bentuknya.



Variasi dalam bentuk satu butir kristal seharusnya tidak hanya terkait untuk gaya yang diterapkan pada sampel secara keseluruhan, tetapi pada faktanya setiap butir kristal memiliki gaya untuk menahan kontak pada batas butir dengan semua butir kristal disampingnya. Sebagai hasil butir kristal mempertahankan posisinya terhadap kontak dengan butir kristal lainnya, butir kristal yang berubah bentuk secara plastis biasanya memiliki wilayah kisi yang tertinggal secara elastis. Kemudian, profil puncak difraksi sampel polikristalin tersebut terpengaruh oleh beberapa sisa strain, hal ini membuat puncak difraksi luas.

Ketika semua butir kristal menerima strain secara seragam, jarak kristal berubah secara seragam. Namun, ketika menerapkan strain yang tidak seragam, ukuran distorsi berbeda tergantung pada tempat, jarak antar butir bervariasi dan puncak difraksi menunjukkan lebar tertentu dan terjadinya pergeseran puncak. Untuk memperkirakan pergeseran puncak pada sampel polikristalin karena efek ukuran kristalit dan strain yang tidak seragam (inhomogeneous strain) dapat diketahui dengan menggunakan persamaan metode Hall. Pergeseran puncak sampel yang disintesis menggunakan *High Energy Ball Milling* cenderung dipengaruhi oleh inhomogeneous strain, sehingga analisis menggunakan metode Hall dapat digunakan. Untuk mengetahui ukuran kristalit dan inhomogeneous strain dapat diketahui dengan menggunakan persamaan metode Hall sebagai berikut:

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\varepsilon} \quad (2.9)$$

Dimana : λ = Panjang gelombang CuK α (1.5406 Å)

2η = *Inhomogeneous strain* (radian)

$$B_r = \sqrt{B_{obs}^2 - B_i^2}$$

θ = Sudut puncak (derajat)

ε = Ukuran kristalit (nm)

Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = ax + b$ dimana $x = \sin\theta$, $y = B_r \cos\theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\varepsilon}$. Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode Least-Squares ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dan meminimalkan error perhitungan dibanding dengan metode Hall. Untuk mengetahui persentase fasa



superkonduktor (fasa MgB_2) dan fasa *impurity* yang terbentuk pada sampel maka dapat diketahui dengan fraksi fasa. Nilai fraksi fasa sampel MgB_2 dapat dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Fraksi Fasa } X = \frac{\sum \text{Intensitas Fasa } X}{\sum \text{Intensitas Semua Fasa}} \quad (2.10)$$

2.10 Penelitian Sebelumnya

Sebelumnya telah banyak dilakukan penelitian tentang pengaruh temperatur *sintering* dan penambahan *doping carbon nanotubes* pada superkonduktivitas MgB_2 seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.4 sebagai berikut:

Tabel 2.4 Hasil penelitian yang telah dilaporkan sebelumnya

No.	Penulis	Metode	Hasil
1.	H. Kobayashi <i>et.al.</i> (2015)	Metode <i>solid state reaction</i> MgB_2 pada temperatur <i>sintering</i> $775^\circ\text{C} - 805^\circ\text{C}$ dengan <i>holding time</i> 3 jam.	Hasil J_c meningkat dengan meningkatnya temperatur <i>sintering</i> dari $775^\circ\text{C} - 805^\circ\text{C}$.
2.	Qi Cai <i>et. al.</i> (2013)	Metode <i>solid state reaction</i> $MgB_2 + x \text{ wt\% CNT}$ ($x = 0$ dan 2.5) pada temperatur <i>sintering</i> 800°C dengan <i>holding time</i> 30 menit	Peningkatan nilai J_c terjadi pada sampel yang di- <i>doping</i> CNT.
3.	Byung-Hyuk Jun <i>et. al.</i> (2015)	Metode <i>powder in a sealed tube</i> (PIST) $MgB_2 + C$ pada temperatur <i>sintering</i> $600^\circ\text{C} - 1000^\circ\text{C}$ dengan <i>holding time</i> selama 0.5 - 40 jam.	Terjadi penurunan T_c terjadi pada sampel yang di- <i>doping</i> C tetapi mengalami peningkatan nilai J_c dan H_{c2} , <i>sintering</i> pada temperatur 1000°C terdapat fasa Fe_2B , MgO dan MgB_4 yang menurunkan superkonduktivitas MgB_2 .
4.	E. Aksu (2013)	Metode <i>solid state reaction</i> MgB_2 pada temperatur <i>sintering</i> 500, 550, 600, 650, 700, 750, 800, 850, 900°C dengan <i>holding time</i> selama 1 jam.	Dari hasil XRD didapatkan fasa Mg dan MgO pada temperatur 500, 550, 600°C . Namun, fasa MgB_2 bertahap menjadi fasa dominan untuk sampel yang di- <i>sintering</i> pada temperatur diatas 600°C .



5.	Rahul S. <i>et. al.</i> (2017)	Metode <i>powder in a sealed tube</i> (PIST) $\text{MgB}_2 + x \text{ wt\%}$ ($x = \text{C, SiC dan BRH}$) pada temperatur <i>sintering</i> 800°C dengan <i>holding time</i> selama 2 jam.	Pemberian <i>doping</i> (C, SiC dan BRH) mengurangi nilai T_c pada semua sampel tetapi nilai J_c semakin meningkat pada semua sampel.
6.	Wang Q. <i>et. al.</i> (2013)	Metode <i>powder in a sealed tube</i> (PIST) $\text{MgB}_{2-x}\text{C}_x$ (0.0, 0.05, 0.08, 0.10, 0.15) pada temperatur <i>sintering</i> 700°C dengan <i>holding time</i> selama 2 jam.	Nilai T_c menurun dengan seiring bertambahnya komposisi <i>doping</i> dan nilai J_c semakin meningkat seiring meningkatnya komposisi <i>doping</i> .
7.	Gianmarco B. <i>et. al.</i> (2016)	Metode <i>powder in a sealed tube</i> (PIST) MgB_2 pada temperatur <i>sintering</i> hingga 1100°C dengan <i>holding time</i> selama 24 jam.	Nilai J_c dan H_{c2} meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur <i>sintering</i> , temperatur terbaik pada 950°C , dan di atas 950°C menunjukkan penurunan nilai J_c dan H_{c2} .
8.	M. Muralidhar <i>et. al.</i> (2015)	Metode <i>solid state reaction</i> MgB_2 pada temperatur <i>sintering</i> $775^\circ\text{C} - 805^\circ\text{C}$ dengan <i>holding time</i> 3 jam.	Nilai J_c meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur <i>sintering</i> .
9.	Sigit D. Y. <i>et. al.</i> (2018)	Metode <i>powder in a sealed tube</i> (PIST) MgB_2 pada temperatur <i>sintering</i> 800°C dengan <i>holding time</i> 2 jam.	MgB_2 yang disintesis menggunakan Boron <i>Amorf</i> dengan metode pencampuran menggunakan mortar agate didapatkan $T_{c_{onset}}$ sebesar 42.678 K dan $T_{c_{zero}}$ sebesar 41.801 K.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan dan Alat Penelitian

Adapun beberapa bahan dan alat yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

3.1.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah

1. Serbuk Magnesium (Mg) dengan kemurnian 98.5 wt%, ukuran 0.06-0.3 mm, merk EMD Millipore, Austria.
2. Serbuk Magnesium (Mg) dengan kemurnian 98.0 wt%, merk Kanto Chemical CO., NC. Japan.
3. Serbuk Boron *Amorf* (B) dengan kemurnian 95 wt%, ukuran 2 μm , merk EMD Millipore, Germany.
4. *Multi-Wall Carbon Nanotube* (MW-CNT) dengan kemurnian 90 wt%, ukuran 20-40 nm.

Berfungsi sebagai bahan penunjang pada proses sintesis dan pengujian antara lain:

5. *Tube* SS 304 dengan panjang = 70 mm, diameter luar = 12 mm dan diameter dalam = 10 mm.

Berfungsi sebagai bahan *tube* dalam teknik PIST.

6. Gas Argon

Berfungsi sebagai gas inert pada *vial milling*.

7. Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)

Berfungsi sebagai bahan pembersih kimiawi pada peralatan yang digunakan.

8. Pasir Silika (SiO_2)

Berfungsi sebagai bahan pembersih *vial milling*.

9. Pasta Perak (Ag) dan Epoxy Hardener



Berfungsi sebagai perekat sampel pada *holder pcb* saat pengujian resistivitas.

10. Kawat Timah (Sn)

Berfungsi sebagai penghubung sampel saat pengujian resistivitas menggunakan metode *four point probe*.

3.1.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah

1. *High Energy Ball Milling* dengan merk Shaker Mill PPF-UG dan tabung *vial* serta *ball-mill* buatan PPF-LIPI Serpong, Tangerang Selatan.

Berfungsi sebagai *mechanical alloying* untuk menghomogenisasi serbuk.

2. Neraca Digital merk Wids Laboratory Instruments

Berfungsi untuk mengukur massa dari sampel.

3. Glove Box merk LABCONCO

Berfungsi sebagai alat vakum dan mengalirkan gas argon.

4. *Muffle Furnace* merk Barnstead Thermolyne 47900

Berfungsi sebagai alat untuk proses *sintering* sampel.

5. Spatula Besi

Berfungsi untuk memindahkan sampel.

6. Solder Listrik

Berfungsi sebagai penghubung kawat timah (Sn) pada sampel saat pengujian resistivitas.

7. *Holder PCB (printed circuit board)*

Berfungsi sebagai penghubung komponen elektronik saat pengujian resistivitas.

8. *Voltmeter*

Berfungsi untuk mengetahui adanya beda potensial saat pengujian resistivitas.

9. Pinset

Berfungsi untuk alat penjepit untuk bahan-bahan yang digunakan.

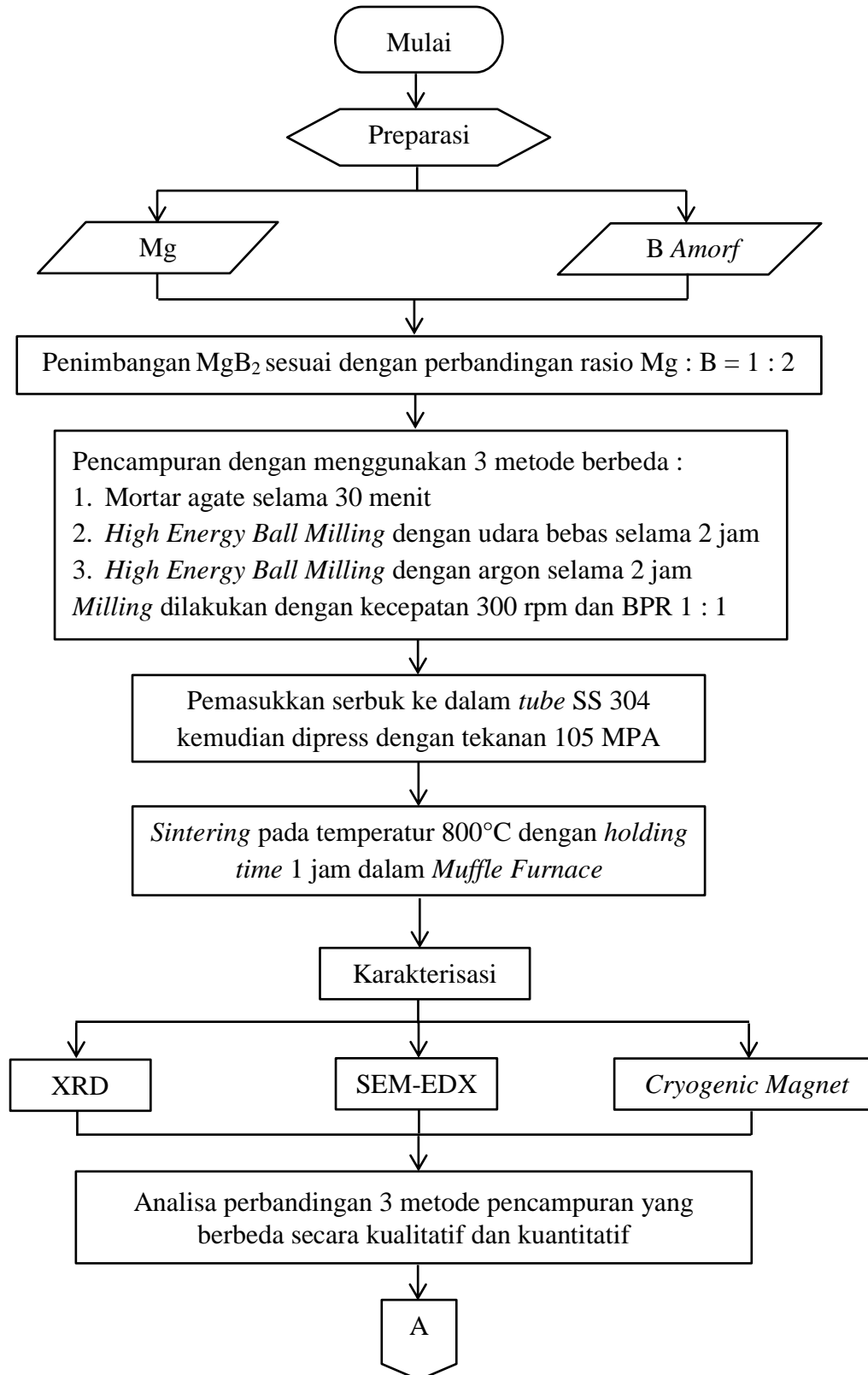


10. Cawan (*Crusible*)
Berfungsi sebagai wadah untuk pembersihan *ball mill*.
 11. Jangka Sorong
Berfungsi sebagai alat ukur dimensi tabung SS 304.
 12. Mesin Kompaksi Hidrolik (*Hydraulic Press*) BMI Simon Machinery MFG. CO. Indonesia (kapasitas 10 ton).
Berfungsi sebagai alat *press tube* SS 304 yang telah diisi serbuk.
 13. Auto Fine Coater merk JECK tipe JFC-1600
Berfungsi sebagai alat *coating* sebelum sampel di uji SEM.
 14. Gergaji Konvensional
Berfungsi sebagai alat pemotong tabung SS 304.
 15. Tisu
Berfungsi untuk membersihkan peralatan.
 16. Kertas Label
Berfungsi sebagai penanda jenis sampel.
 17. Kertas Timbang
Berfungsi sebagai wadah penampang serbuk yang ditimbang.
- Alat karakterisasi yang digunakan pada penelitian ini adalah:
18. *Differential Thermal Analysis* (DTA)
Berfungsi sebagai alat untuk menganalisa perubahan fasa dari sampel dan mengetahui temperatur pemanasan.
 19. *X-Ray Diffraction* (XRD) merk Empryan/PANalytical dengan sumber $CuK\alpha$
Berfungsi untuk menganalisa struktur kristal dan fasa-fasa yang terbentuk.
 20. *Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) merk JEOL tipe JSM-6390A
Berfungsi untuk menganalisa morfologi sampel dan distribusi komposisi.
 21. *Cryogenic Magnetic* merk Cryotron FR buatan Oxford
Berfungsi untuk menganalisa nilai *resistivity* (hambatan jenis listrik) dan temperatur kritis (T_c) dari sampel.



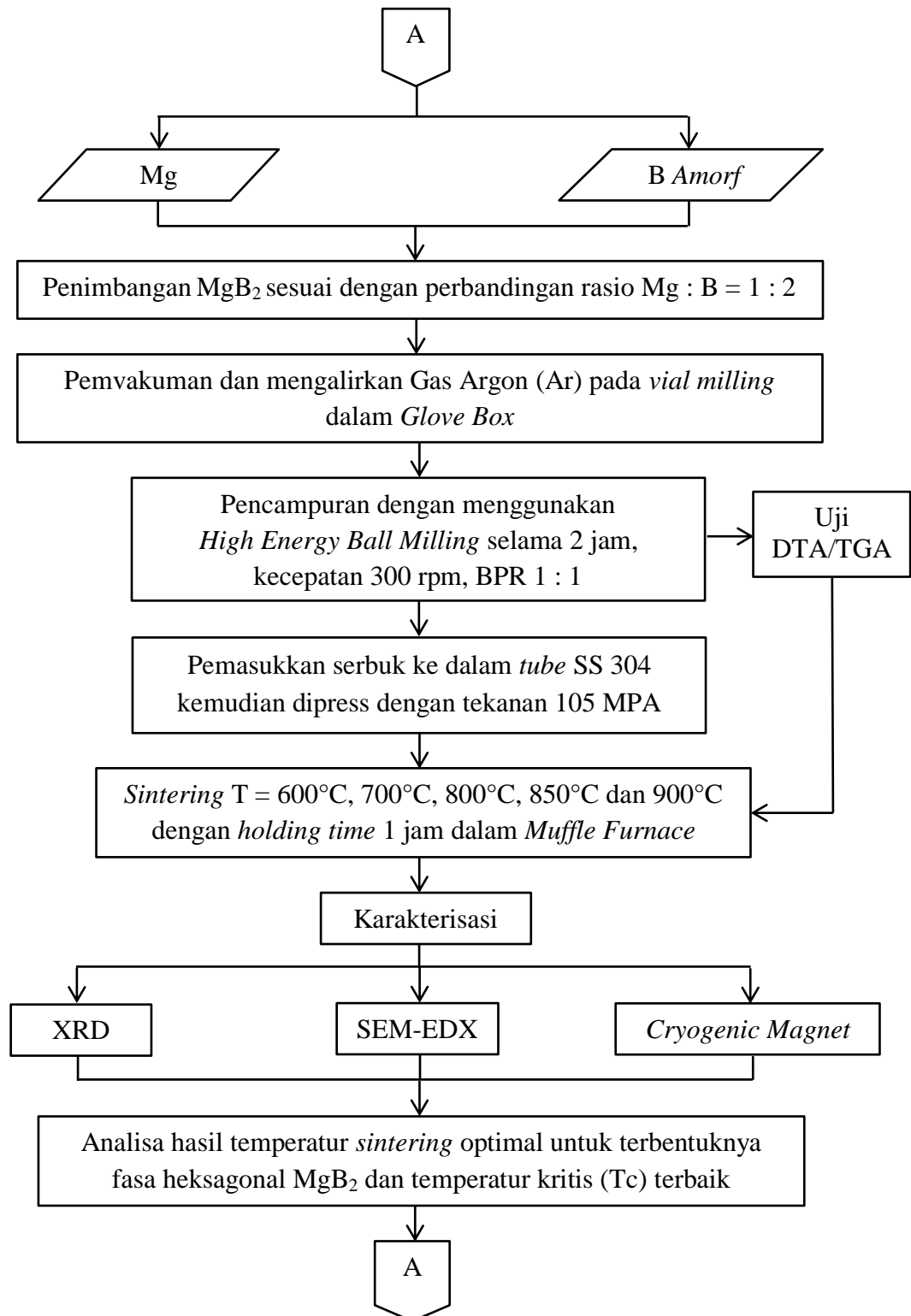
3.2 Diagram Alir

Tahap I



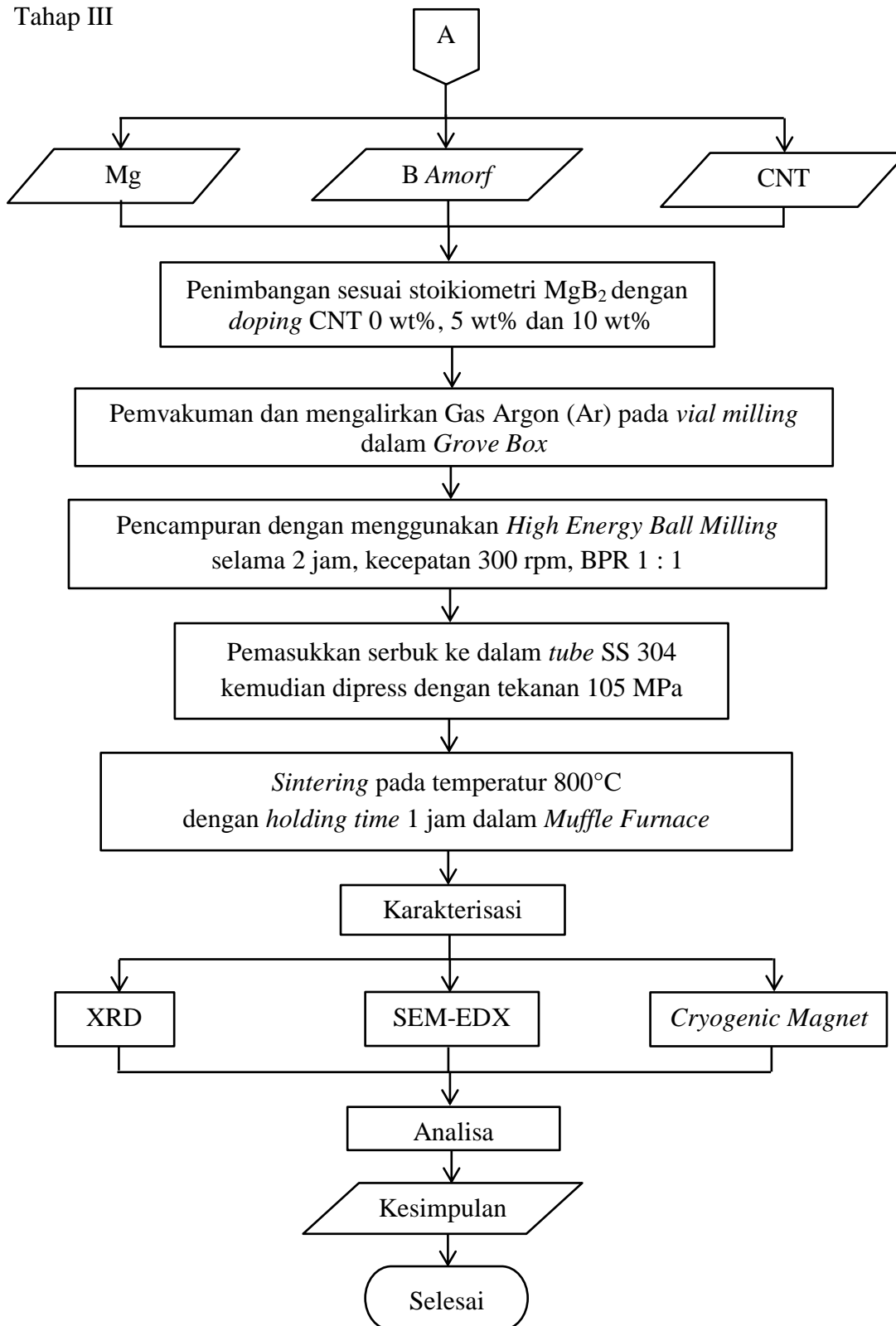


Tahap II





Tahap III



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian



3.3 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan 3 tahap, pada tahap pertama dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan 3 metode *milling* yang berbeda, tahap kedua dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* dan pada tahap ketiga dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan variasi komposisi *doping* CNT. Sampel yang sudah disintesis akan dikarakterisasi menggunakan DTA, XRD, SEM-EDX dan *Cryogenic Magnet*.

Sintesis superkonduktor MgB_2 pada tahap pertama dilakukan penimbangan serbuk Mg dan B sesuai rasio stoikiometri $\text{Mg} : \text{B} = 1 : 2$ dan dilakukan pencampuran menggunakan 3 metode yang berbeda:

1. Metode *hand milling* menggunakan mortar agate selama 30 menit.
2. Metode *mechanical alloying* menggunakan *High Energy Ball Milling* (HEBM) dengan udara bebas selama 2 jam.
3. Metode *mechanical alloying* menggunakan *High Energy Ball Milling* (HEBM) dengan argon selama 2 jam.

Tujuan dari sintesis superkonduktor MgB_2 menggunakan 3 metode pencampuran yang berbeda ini adalah untuk menganalisa perbandingan ketiga metode tersebut secara kualitatif dan kuantitatif. Metode pencampuran menggunakan mortar agate dilakukan dengan waktu pencampuran hanya 30 menit, hal ini dilakukan untuk mengurangi oksidasi yang terbentuk pada sampel MgB_2 karena adanya kontak langsung MgB_2 dengan udara bebas, dari hasil penelitian didapatkan waktu optimal pencampuran MgB_2 dengan menggunakan mortar agate adalah 30 menit (Qi Cai, 2013). Metode pencampuran dengan menggunakan HEBM dilakukan selama 2 jam, hal ini untuk mengurangi adanya oksidasi yang terbentuk selama proses *milling*, sebuah penelitian mendapatkan bahwa 2 jam *milling* merupakan kondisi optimum di sistem untuk memperbaiki superkonduktivitas MgB_2 (Y.-J. Kim, 2009).

Metode pencampuran HEBM dengan argon dilakukan pemvakuman dan pemasukan sampel kedalam *vial milling* dengan kondisi *inert* dialiri gas argon kemurnian tinggi (99%) didalam *Glove Box*, tujuan pemberian gas argon di dalam *vial milling* adalah untuk mencegah adanya oksidasi yang terbentuk ketika proses *milling* berlangsung, *milling* yang dilakukan menggunakan kecepatan 300 rpm (3



menit *on* dan 1 menit *off*) dengan BPR = 1 : 1. Semua sampel MgB₂ tahap pertama dilakukan pemasukan sampel dengan teknik PIST dan dilanjutkan proses *sintering* pada temperatur 800°C selama 1 jam didalam *muffle furnace*.

Sintesis superkonduktor pada tahap kedua, sampel MgB₂ disintesis menggunakan variasi temperatur *sintering* yang terdiri dari temperatur 600°C, 700°C, 800°C, 850°C dan 900°C dengan *holding time* 1 jam. Pemilihan rentang temperatur 600°C hingga 900°C untuk mengetahui formasi pembentukan fasa MgB₂ dimulai dari sebelum Mg mencair (650°C) sampai terbentuknya fasa MgB₂ sebagai fasa dominan, analisis dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Semua sampel disintesis menggunakan HEBM selama 2 jam dengan *vial milling* yang divakum dan dialiri gas argon dalam *Glove Box* untuk mencegah adanya oksidasi yang terbentuk saat proses *milling*, proses *sintering* dilakukan menggunakan metode *powder in a sealed tube* (PIST) untuk mengurangi oksidasi yang terbentuk dan mencegah evaporasi Magnesium ketika proses perlakuan panas berlangsung.

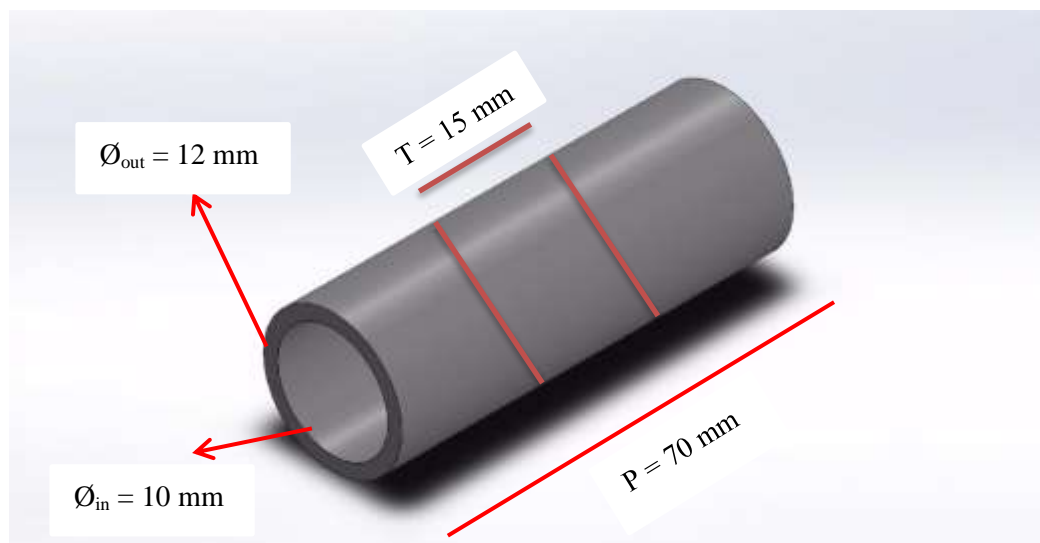
Sintesis superkonduktor pada tahap ketiga, sampel MgB₂ disintesis menggunakan variasi komposisi doping CNT yang terdiri dari 0 wt%, 5 wt% dan 10 wt%. Pemilihan *doping* CNT pada superkonduktor MgB₂ adalah untuk meningkatkan nilai kerapatan arus kritis (J_c) dan meningkatkan *flux pinning* pada MgB₂. Semua sampel dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui pengaruh penambahan *doping* CNT terhadap pembentukan fasa heksagonal MgB₂ dalam sintesis superkonduktor MgB₂ yang dipreparasi menggunakan HEBM. Sampel disintesis menggunakan HEBM selama 2 jam dengan *vial milling* yang divakum dan dialiri gas argon dalam *Glove Box* untuk mencegah adanya oksidasi yang terbentuk saat proses *milling*, proses *sintering* dilakukan menggunakan metode *powder in a sealed tube* (PIST) untuk mengurangi oksidasi yang terbentuk dan mencegah evaporasi Magnesium ketika proses perlakuan panas berlangsung. Sampel dilakukan *sintering* pada temperatur 800°C dengan *holding time* 1 jam.

3.3.1 Komposisi Material

Pada tahap pertama penelitian ini menggunakan material serbuk Magnesium (Mg) dengan kemurnian 98.0 wt%, merk Kanto Chemical CO., NC. Japan dan serbuk Boron *Amorf* (B) dengan kemurnian 95 wt%, ukuran 2 μm,



merk EMD Millipore, Germany. Kedua bahan dipadu dengan menggunakan 3 metode berbeda sehingga menjadi senyawa intermetalik MgB_2 dengan rasio $Mg : B = 1 : 2$. Sedangkan pada sintesis superkonduktor MgB_2 tahap kedua (variasi temperatur *sintering*) dan tahap ketiga (variasi *doping* CNT) menggunakan serbuk Magnesium (Mg) dengan kemurnian 98.5 wt%, ukuran 0.06-0.3 mm, merk EMD Millipore, Austria, serbuk Boron *Amorf* (B) dengan kemurnian 95 wt%, ukuran 2 μm , merk EMD Millipore, Germany dan serbuk *Multi-Wall Carbon Nanotube* (MW-CNT) dengan kemurnian 90 wt%, ukuran 20-40 nm. Ketiga bahan tersebut dipadu dengan menggunakan *High Energy Ball Milling* dengan argon selama 2 jam. Hasil paduan tersebut dimasukkan didalam *tube* SS 304 dan akan di press pada kedua ujung untuk mengisolasi sampel dari udara luar sehingga mengurangi reaksi oksidasi saat proses *sintering*. Tabung SS 304 yang digunakan memiliki panjang = 70 mm, diameter luar = 12 mm dan diameter dalam 10 mm. Berikut adalah dimensi ukuran *tube* SS 304 terdapat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Dimensi *tube* stainless steel 304

Dimensi Tabung *Stainless Steel* (SS) 304:

- Tinggi total tabung (T total) = 70 mm
- Tinggi tabung untuk massa MgB_2 (T) = 15 mm
- Diameter dalam (Ø_{in}) = 10 mm
- Diameter luar (Ø_{out}) = 12 mm



Untuk mengetahui jumlah massa MgB_2 yang dibutuhkan dalam penelitian ini maka perlu dihitung volume tabung yang akan digunakan dan juga perlu diketahui massa jenis MgB_2 , massa jenis bahan yang digunakan dapat diketahui pada Tabel 3.1 dan Gambar serbuk bahan Mg, B *Amorf* dan CNT terdapat pada Gambar 3.3.

Tabel 3.1 Massa jenis MgB_2 , CNT, SS 304

Bahan	Massa Jenis
MgB_2	2.52 gram/cm ³
CNT	1.60 gram/cm ³
SS 304	7.99 gram/cm ³

Sumber : Wang, 2012



(a)



(b)



(c)

Gambar 3.3 Serbuk bahan superkonduktor yang digunakan: (a) Magnesium; (b) Boron *Amorf*; (c) *Carbon Nanotubes*

1. Perhitungan volume tabung *Stainless Steel* (SS) 304

Perhitungan volume tabung SS 304 dapat diketahui dengan menggunakan persamaan:

$$\text{Vol tabung} = \pi \cdot r^2 \cdot t \quad (3.1)$$

Dengan menggunakan persamaan 3.1 maka volumenya:

$$\text{Vol tabung} = \pi \cdot r^2 \cdot t$$

$$\text{Vol tabung} = 3,14 \times (5 \text{ mm})^2 \times 15 \text{ mm}$$

$$\text{Vol tabung} = 1177,5 \text{ mm}^3$$

$$\text{Vol tabung} = 1,1775 \text{ cm}^3$$



2. Perhitungan massa total MgB₂

Menurut jurnal (Akdogan, 2017) massa jenis yang digunakan tidak jauh dari massa jenis optimum, tidak di standarisasi, oleh karena itu massa jenis yang biasa digunakan 50-60% dari teori. Pada penelitian ini digunakan ± 50 % sehingga massa jenis (ρ) yang digunakan yaitu:

$$\begin{aligned}\rho \text{ MgB}_2 \text{ Standar} &= 2,52 \text{ g/cm}^3 \\ \rho \text{ MgB}_2 &= 2,52 \times 50 \% \\ \rho \text{ MgB}_2 &= 1,26 \text{ g/cm}^3\end{aligned}$$

Setelah mendapatkan massa jenisnya maka massa total MgB₂ yang digunakan ($m \text{ MgB}_2$) dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$\begin{aligned}m \text{ MgB}_2 &= \rho \text{ MgB}_2 \times \text{Vol tabung} & (3.2) \\ m \text{ MgB}_2 &= 1,26 \text{ g/cm}^3 \times 1,1775 \text{ cm}^3 \\ m \text{ MgB}_2 &= 1,48365 \text{ gram} = 1,5 \text{ gram}\end{aligned}$$

Sehingga massa total MgB₂ yang digunakan untuk 1 sampel pada PIST adalah 1,5 gram.

3. Perhitungan massa serbuk Mg dan serbuk B yang digunakan untuk superkonduktor MgB₂.

- Ar Mg = 24,305 gram/mol
- Ar B = 10,811 gram/mol
- Mr MgB₂ = 45,927 gram/mol
- Ratio stoikiometri Mg : B = 1 : 2

Komposisi massa Mg dan B dapat diketahui dengan menghitung fraksi berat (X):

$$\bullet \quad X \text{ Mg} = 1 \times \frac{Ar \text{ Mg}}{Mr \text{ MgB}_2} \quad (3.3)$$

$$X \text{ Mg} = 1 \times \frac{24,305 \text{ gram/mol}}{45,927 \text{ gram/mol}}$$

$$X \text{ Mg} = 0,529$$

$$\bullet \quad X \text{ B} = 2 \times \frac{Ar \text{ B}}{Mr \text{ MgB}_2} \quad (3.4)$$

$$X \text{ B} = 2 \times \frac{10,811 \text{ gram/mol}}{45,927 \text{ gram/mol}}$$

$$X \text{ B} = 0,471$$



Untuk total serbuk MgB_2 yang dibuat 1,5 gram setiap sampel, sehingga massa serbuk Mg (m Mg) yang dibutuhkan dapat diketahui dengan rumus :

$$m \text{ Mg} = X \text{ Mg} \times \text{massa total } MgB_2 \quad (3.5)$$

Sedangkan untuk massa B (m B) serbuk B yang dibutuhkan:

$$m \text{ B} = X \text{ B} \times \text{massa total } MgB_2 \quad (3.6)$$

Perhitungan komposisi bahan pada masing-masing sampel dapat dilihat pada Lampiran 1. Hasil perhitungan komposisi MgB_2 dengan 3 metode berbeda pada Tabel 3.2, perhitungan komposisi MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* terdapat pada Tabel 3.3 dan perhitungan komposisi MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT dapat dilihat pada Tabel 3.4.

Tabel 3.2 Hasil perhitungan komposisi dari MgB_2 dengan 3 metode berbeda

Sampel	Metode	Massa Mg (gram)	Massa B (gram)	Massa Total (gram)
1	Mortar Agate	0,794	0,706	1,5
2	HEBM Udara Bebas	0,794	0,706	1,5
3	HEBM Argon	0,794	0,706	1,5

Tabel 3.3 Hasil perhitungan komposisi dari MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Sampel	Temperatur <i>Sintering</i>	Massa Mg (gram)	Massa B (gram)	Massa Total (gram)
1	600°C	0,794	0,706	1,5
2	700°C	0,794	0,706	1,5
3	800°C	0,794	0,706	1,5
4	850°C	0,794	0,706	1,5
5	900°C	0,794	0,706	1,5

Tabel 3.4 Hasil perhitungan komposisi MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT

Sampel	<i>Doping</i> CNT	Massa MgB_2 (gram)	Massa CNT (gram)	Massa Total (gram)
1	0 wt%	1,5	-	1,5
2	5 wt%	1,71	0,09	1,8
3	10 wt%	1,62	1,8	1,8



3.3.2 Pevakuman dan Mengaliri Gas Argon pada *Vial Milling*

Sebelum proses pemaduan mekanik dilakukan pevakuman dan mengaliri gas Argon (Ar) dalam *vial milling* selama 10 menit didalam *Glove Box* agar *vial milling* bebas Oksigen saat proses *milling* berlangsung sehingga mengurangi MgO yang terbentuk saat proses pemaduan mekanik. Keseluruhan proses preparasi pemasukan serbuk prekursor kedalam *vial milling* dilakukan dalam keadaan inert, cara yang dilakukan yaitu dengan memvakum udara bebas didalam *Glove Box* kemudian dilanjutkan dengan mengalirkan gas Argon kedalam *Glove Box* selama 10 menit dan dilanjutkan dengan pemasukan *ball mill* dan serbuk MgB₂ kedalam *vial milling*. Sesudah proses pevakuman dan mengalirkan gas Argon pada *vial milling* dilanjutkan dengan proses pemaduan mekanik dengan menggunakan *High Energy Ball Milling*. *Glove Box* dan tabung gas Argon yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 *Glove box* merk LABCONCO dan tabung gas Argon

3.3.3 Pemaduan Mekanik Melalui *High Energy Ball Milling*

Pemaduan mekanik bertujuan untuk memecahan material besar menjadi material berukuran kecil dengan pemanfaatan energi tumbukan antara bola-bola penghancur dan dinding wadah penggilingan yang bergerak dengan energi tinggi sehingga ukuran partikel homogen. Alat yang digunakan untuk proses *mechanical alloying* ini adalah *High Energi Ball Milling* 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. Mesin *High Energi Ball Milling* ini di-*setting* satu kali vibrasi yaitu 3 menit *on* dan *rest time* selama 1 menit, hal ini dilakukan seterusnya hingga mencapai waktu yang telah ditentukan sebelumnya. Pada proses *milling* ini menggunakan perbandingan



massa serbuk terhadap massa total bola atau *Ball to Powder Weight Ratio* (BPR) sebesar 1:1, laju *milling* sebesar 300 rpm selama 2 jam.

Untuk membersihkan sisa-sisa variasi serbuk saat penambahan *doping* sampel yang menempel pada *vial* dan *ball mill* maka dilakukan pembersihan basah dengan menggunakan etanol kemudian dikeringkan dan dilanjutkan dengan pembersihan kering dengan dilakukan *pre-milling* menggunakan pasir silika (SiO_2) selama 30 menit kemudian dilanjutkan dengan pembersihan basah lagi menggunakan etanol dan dikeringkan, pembersihan ini dilakukan disetiap pergantian *milling* sampel. Komponen-komponen yang diperlukan dalam proses *milling* terdiri dari HEBM, *vial* dan *ball-milling* yang dapat dilihat pada Gambar 3.5 sebagai berikut :



(a)



(b)

Gambar 3.5 (a) *High energy ball milling*; (b) *vial* dan *ball-milling*

3.3.4 Powder In a Sealed Tube (PIST)

Proses kompaksi dilakukan pada sampel superkonduktor MgB_2 bertujuan untuk membuat sampel tersebut menjadi lebih padat dan memiliki dimensi tertentu sehingga dapat dijadikan sebagai spesimen pengujian resistivitas dan T_c pada superkonduktor. Sampel kompaksi secara PIST menggunakan mesin kompaksi (*Hydraulic Press*) yang dapat dilihat pada Gambar 3.6 (a). Proses pembuatan pelet superkonduktor MgB_2 dengan cara memasukkan sampel ke dalam *tube* SS 304 dengan panjang 70 mm dan diameter dalam 10 mm. *Tube* dipotong dengan menggunakan gergaji konvensional setelah pemotongan *tube* dilakukan, bagian dalam *tube* dibersihkan dengan menggunakan kertas amplas dan etanol untuk mendapatkan permukaan *tube* yang halus dan bersih. dari pengotor.



Serbuk MgB_2 yang telah ditimbang kemudian dimasukkan kedalam *tube* SS 304 yang salah satu bagian ujungnya telah ditutup dengan cara di-*press* menggunakan mesin kompaksi hidrolik (*Hydraulic Press*). Setelah serbuk dimasukkan kedalam tabung, bagian ujung tabung yang lain dilakukan proses tekan juga, ini dimaksudkan untuk mengurangi oksidasi saat dilakukan pemanasan. Setelah kedua ujung *tube* masing-masing tertutup maka bagian tengah *tube* yang terdapat sampel di dalamnya juga dikompaksi dengan tekanan 105 MPa yang bertujuan agar partikel sampel tersusun rapat dan padat sehingga tidak terjadi reaksi antara udara dan sampel serta jika dipanaskan sampel tidak evaporasi dan tertahan di dalam *tube*. Pemberian tekanan 105 Mpa ini dilakukan sesuai dengan beban dan luas penampang dari *tube*, perhitungan beban pres ada di Lampiran 1. Spesimen MgB_2 dapat dilihat seperti pada Gambar 3.6 (b)



(a)



(b)

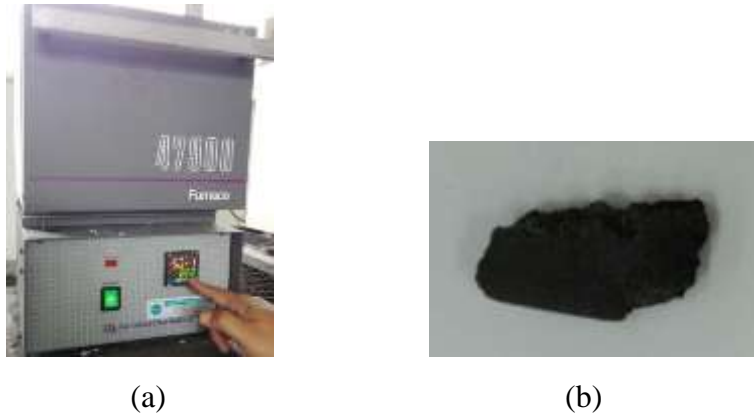
Gambar 3.6 (a) mesin kompaksi (*Hydraulic Press*) BMI Simon Machinery MFG.CO. Indonesia; (b) Spesimen MgB_2 sesudah di-*press*

3.3.5 Proses *Sintering*

Proses *sintering* bertujuan 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 temperatur *sintering* yang tepat dapat meningkatkan jumlah fasa superkonduktor MgB_2 yang mulai terbentuk pada proses *milling*. Temperatur



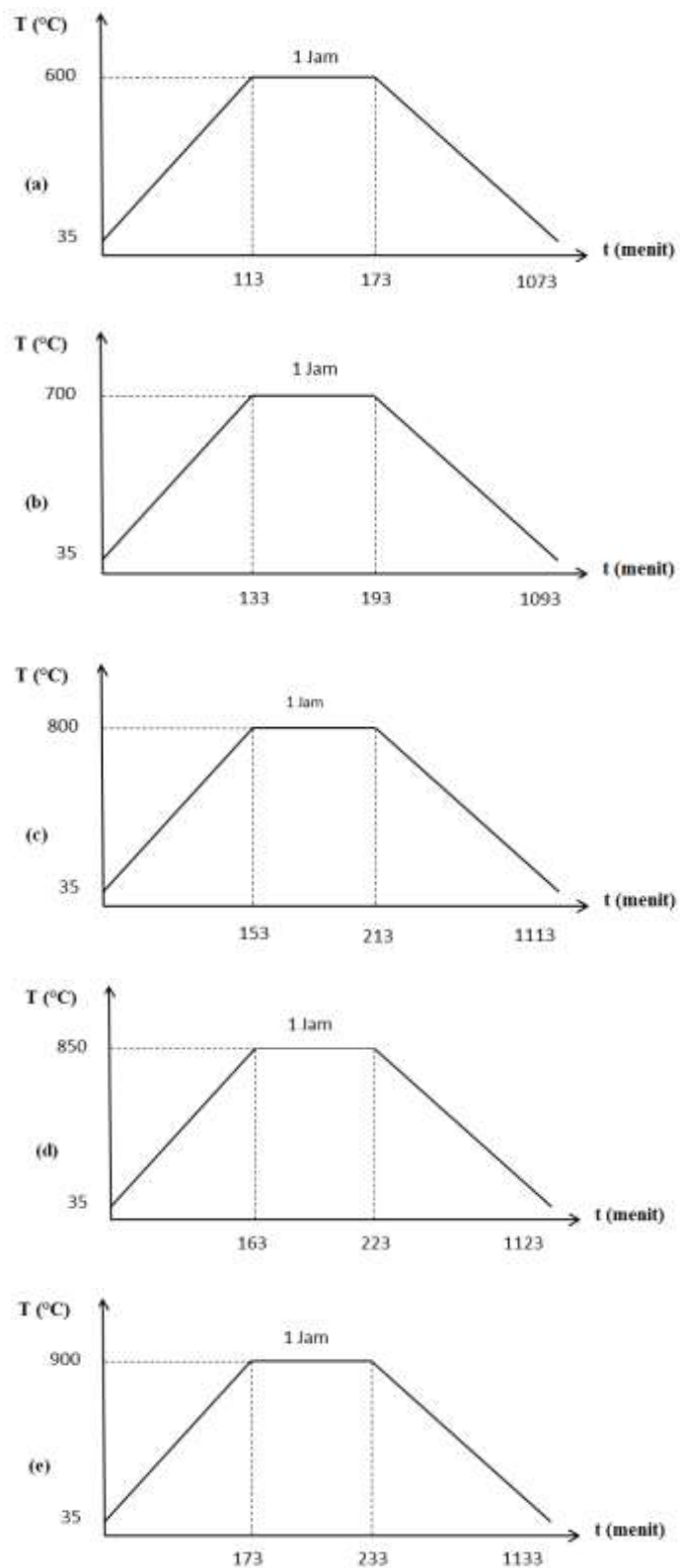
sintering yang terlalu tinggi akan membentuk fasa MgB_4 sebagai fasa pengotor. Proses *sintering* dilakukan dengan *muffle furnace* seperti yang terlihat pada Gambar 3.7 (a).



Gambar 3.7 (a) *Muffle Furnace* merk Barnstead Thermolyne 47900; (b) *Bulk* MgB_2 hasil dari proses *sintering*

Penelitian ini disintesis 3 tahap, tahap pertama yakni sintesis MgB_2 menggunakan 3 metode pencampuran yang berbeda pada temperatur *sintering* 800°C dengan *holding time* 1 jam. Tahap kedua mensintesis MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* pada temperatur 600°C , 700°C , 800°C , 850°C dan 900°C dengan *holding time* 1 jam. Tahap ketiga mensintesis superkonduktor MgB_2 dengan variasi *doping* CNT pada temperatur *sintering* 800°C dengan *holding time* 1 jam. Pemanasan dilakukan dengan laju pemanasan $5^\circ\text{C}/\text{menit}$ dan setelah *holding time* selesai, sampel dibiarkan dingin didalam *furnace* sampai temperatur kamar selama 15 jam. Grafik proses *sintering* ditunjukkan pada Gambar 3.8.

Magnesium memiliki *melting point* sebesar 650°C dan *boiling point* sebesar 1.091°C , sedangkan Boron memiliki *melting point* sebesar 2.076°C dan *boiling point* sebesar 3.927°C . Superkonduktor MgB_2 mulai terbentuk fasa superkonduktor MgB_2 jika temperatur *sintering* lebih dari 650°C hingga 1.100°C , jika kurang dari 650°C akan terbentuk fasa Mg solid yang belum bereaksi dengan B dan jika lebih dari 1.100°C akan terbentuk fasa Mg gas dan fasa MgB_4 yang merupakan fasa pengotor (Wang, 2012). Setelah proses *sintering*, sampel dikeluarkan dari *muffle furnace* kemudian dipotong ujungnya menggunakan alat pemotong, selanjutnya *bulk* hasil sintesis dikeluarkan dari dalam SS 304 *tube*.



Gambar 3.8 Proses *sintering* pada temperatur (a) 600 $^{\circ}\text{C}$; (b) 700 $^{\circ}\text{C}$; (c) 800 $^{\circ}\text{C}$; (d) 850 $^{\circ}\text{C}$; (e) 900 $^{\circ}\text{C}$



3.4 Karakterisasi Material

Sampel yang sudah disintesis dilanjutkan dengan karakterisasi uji *Differential Thermal Analysis* (DTA) untuk mengetahui pengaruh temperatur pemanasan terhadap pembentukan fasa MgB_2 , uji *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan fasa-fasa yang terbentuk dari sampel, uji *Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) untuk mengetahui morfologi dan komposisi pada sampel, dan uji *Cryogenic Magnet* untuk analisa resistivitas dan temperatur kritis.

3.4.1 Uji *Differential Thermal Analysis* (DTA)

Differential Thermal Analysis (DTA) merupakan analisis termal yang mengukur perbedaan temperatur antara sampel yang akan diukur dan material inert sebagai referensi. Sampel dan material referensi dipanaskan dalam satu tempat yang berisi lingkungan gas yang telah distandarisasi. Perbedaan temperatur yang terjadi direkam selama proses pemanasan, lalu ditampilkan dalam bentuk kurva entalpi. Kurva DTA dapat menangkap transformasi saat penyerapan ataupun penyerapan kalor/panas. Data hasil DTA ini dapat dijadikan acuan pada perlakuan panas (*Heat Treatment*) sintesis superkonduktor MgB_2 untuk mengetahui pada temperatur berapa fasa heksagonal MgB_2 mulai terbentuk dan dapat memahami hasil uji XRD untuk melihat pengaruh temperatur pemanasan terhadap pembentukan fasa MgB_2 . Analisis termal superkonduktor MgB_2 menggunakan alat *Differential Thermal Analysis* (DTA) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.9.

Tujuan analisis termal adalah untuk melihat pengaruh temperatur pemanasan terhadap pembentukan fasa MgB_2 . DTA mengukur perbedaan temperatur antara sampel dan material referensi, yang kemudian dikonversi menjadi perubahan entalpi. Ada dua kurva yang terbentuk yakni kurva endotermik (bawah) dan kurva eksotermik (atas), kurva eksotermik biasanya menandakan adanya perubahan fisik, sementara kurva endotermik menandakan adanya perubahan (reaksi) kimia. Kurva endotermik yang tajam menandakan adanya perubahan kristalinitas dan kurva endotermik yang lebar menandakan adanya



reaksi dehidrasi. Analisa DTA dilakukan dengan pemindaian sampel pada temperatur 20 – 1200°C dengan kecepatan pemanasan 10°C/menit.



Gambar 3.9 *Differential Thermal Analysis (DTA)*

3.4.2 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 fasa yang terbentuk, fasa yang dicari adalah fasa heksagonal MgB_2 pada *space group* P6/mmm no. 191. XRD yang digunakan menggunakan merk Empryean/PANalytical dengan menggunakan sumber $\text{CuK}\alpha$. Tahap pertama uji XRD ini adalah meletakkan sampel serbuk pada *sample holder* dan sampel diratakan pada permukaan *sample holder* kemudian diuji dengan alat XRD.

Hasil keluaran yang diperoleh dianalisis secara kualitatif untuk mengidentifikasi fasa dengan menggunakan *Software Search Match*, yaitu dengan cara mengkonversi keluaran tersebut ke dalam bentuk grafik untuk mencari *peak* yang menunjukkan informasi sampel kemudian diolah dengan menggunakan *Software KaleidaGraph*. 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 Standart – International Center for Diffraction Data*). Analisis kuantitatif dilakukan untuk mengetahui ukuran kristal dan komposisi fasa yang terkandung pada material superkonduktor MgB_2 . XRD dapat dilihat pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10 X-Ray Diffraction (XRD) merk Empyrean/ PANalytical

3.4.3 Uji Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

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 distribusi unsur 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*. 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 3.11 (a). Sampel yang sudah di-*coating* akan diuji menggunakan SEM dengan merk JEOL tipe JSM-6390A.

Analisis secara kualitatif pada uji SEM dilakukan beberapa kali perbesaran, perbesaran skala kecil untuk mengetahui morfologi dan distribusi penyebaran partikel (kehomogenan), perbesaran skala besar untuk mengetahui topografi dan porositas partikel, analisa distribusi penyebaran unsur pada setiap sampel dapat diketahui dengan *mapping*. Uji ini dilakukan pada perbesaran 100X,



500X, 1.500X, 3.000X, 5.000X, 10.000X, 15.000X, 20.000X. Alat yang digunakan sebagai uji SEM dapat dilihat pada Gambar 3.11 (b).



(a)



(b)

Gambar 3.11 (a) *Auto fine coater*; (b) *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

3.4.4 Uji *Cryogenic Magnet*

Uji *cryogenic magnet* ini bertujuan untuk analisa *resistivity* (hambatan jenis listrik) dan T_c pada sampel superkonduktor dengan memakai metoda *four point probe*. Berdasarkan data keluaran didapatkan grafik hubungan antara *resistivity* terhadap perubahan temperatur, dimana dari grafik tersebut dapat diketahui nilai T_c . Uji *cryogenic magnet* ini diawali dengan pemasangan sampel yang sudah disintesis pada *holder pcb* dengan pemasangan sampel pada *holder pcb*, alat ukur ini didasarkan pada 4 buah *probe* dengan 2 *probe* berfungsi untuk mengalirkan arus listrik dan 2 *probe* yang lain untuk mengukur tegangan listrik. Satu *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).

Alat yang digunakan pada uji ini adalah *cryogenic magnet "Cryotron FR"* buatan *Oxford*. Alat ini dapat digunakan untuk analisis resistivitas (hambatan jenis listrik). Adapun parameter perubahan yang bisa dilakukan adalah temperatur (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, gas Helium yang akan diekspan/dimampatkan oleh kompresor sehingga temperatur 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 temperatur dapat diturunkan hingga 1.5K, kompresor gas Helium yang apabila terdiri tanpa *circulation pump*, akan menurunkan temperatur sampel hingga 4.5K dan *temperature and magnet controller* merupakan *controller* untuk temperatur dan medan magnet, serta alat ukur *resistivity*. Hasil keluaran yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan software *KaleidaGraph*, yaitu dengan cara mengkonversi keluaran ke dalam bentuk grafik hubungan *resistivity* terhadap temperatur. Peralatan dari *cryogenic magnet* dapat dilihat pada Gambar 3.12.



(a) *Cryogenic magnet*



(b) *Circulation pump*



(c) *Temperature and magnet controller*



(d) Kompresor gas helium

Gambar 3.12 (a) *Cryogenic magnet*; (b) *Circulation pump*; (c) *Temperature and magnet controller*; (d) Kompresor gas Helium



3.5 Roadmap Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan 3 tahap, pada tahap pertama dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan 3 metode *milling* yang berbeda, tahap kedua dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* dan pada tahap ketiga dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan variasi komposisi *doping* CNT. Tabel variabel penelitian dapat dilihat pada Tabel 3.5 hingga Tabel 3.7.

Tabel 3.5 Variabel penelitian MgB_2 dengan 3 metode berbeda

Metode	XRD	SEM-EDX	Cryogenic Magnet
Mortar Agate	✓	✓	✓
HEBM Udara Bebas	✓	✓	✓
HEBM Argon	✓	✓	✓

Tabel 3.6 Variabel penelitian MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Temp. Sintering	XRD	SEM-EDX	Cryogenic Magnet	DTA
600°C	✓	✓	✓	
700°C	✓	✓	✓	
800°C	✓	✓	✓	✓
850°C	✓	✓	✓	
850°C	✓	✓	✓	

Tabel 3.7 Variabel penelitian MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

Doping CNT	XRD	SEM-EDX	Cryogenic Magnet
0 wt%	✓	✓	✓
5 wt%	✓	✓	✓
10 wt%	✓	✓	✓



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

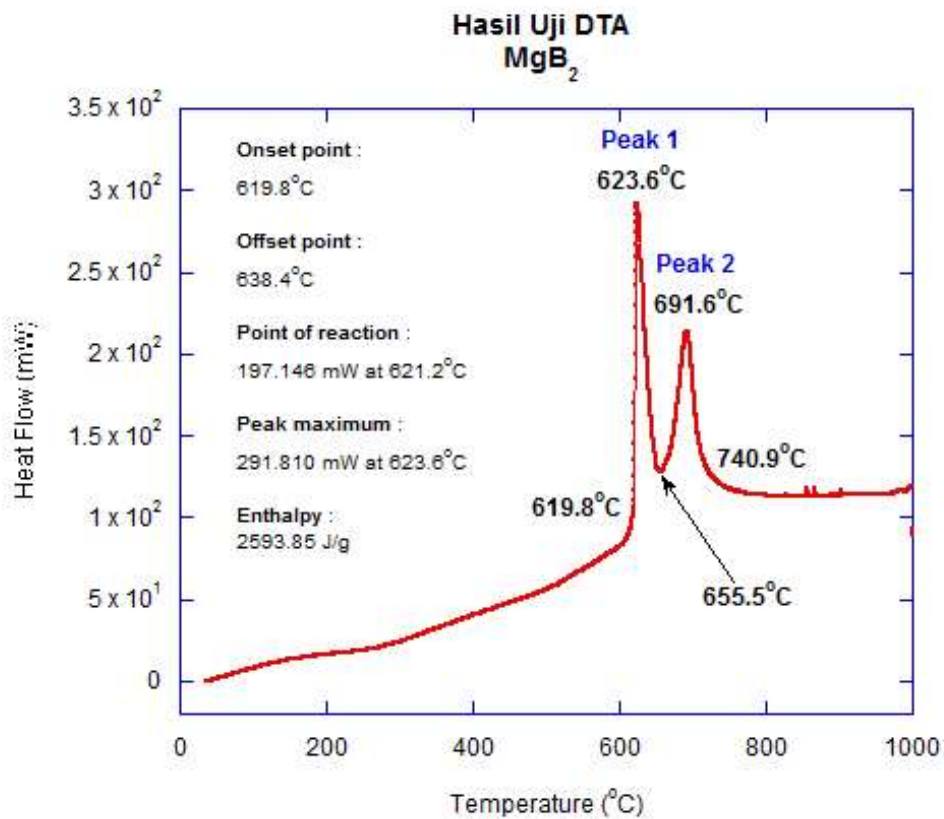
BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dan pembahasan dalam penelitian ini diulas dalam 4 subbab yang terdiri dari data hasil uji *Differential Thermal Analysis* (DTA), data hasil uji *X-Ray Diffraction* (XRD), data hasil uji *Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) dan data hasil uji *Cryogenic*.

4.1 Hasil Analisis Uji *Differential Thermal Analysis* (DTA)

Superkonduktor MgB_2 dilakukan pengujian termal menggunakan *Differential Thermal Analysis* (DTA) untuk melihat pengaruh temperatur pemanasan terhadap pembentukan fasa MgB_2 . Sampel uji dipanaskan mulai dari temperatur ruang 20°C sampai 1000°C dengan kecepatan pemanasan $10^\circ\text{C}/\text{menit}$. Hasil analisis DTA dari MgB_2 dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Hasil uji *Differential Thermal Analysis* (DTA) Superkonduktor MgB_2



Dari kurva hasil pengujian DTA diketahui perubahan aliran panas (*heat flow*), dapat dilihat bahwa serbuk MgB_2 yang diberikan perlakuan panas pada temperatur kamar sampai $500^\circ C$ belum terlihat adanya perubahan fasa, hal tersebut ditandai dengan tidak adanya puncak eksotermal maupun endotermal yang terbentuk pada temperatur $500^\circ C$. Serbuk MgB_2 mulai terjadi perubahan fasa pada temperatur $619.8^\circ C$ dengan menunjukkan adanya proses eksotermal (*peak 1*) dimana sampel mulai melepas panas/kalor, hal tersebut dapat diidentifikasi sebagai Magnesium melepas panas/kalor pada proses eksotermal pertama (*peak 1*). Puncak eksotermal (*peak 1*) muncul dari temperatur $619.8^\circ C$ sampai sekitar $655.5^\circ C$ dengan puncak maksimum $623,6$. Puncak eksotermal pertama pada temperatur $619.8^\circ C$ adalah mulai mencairnya Magnesium hingga terbentuk reaksi secara *solid-liquid* antara B dan Mg yang mencair. Puncak eksotermal kedua (*peak 2*) terjadi dengan puncak maksimum $691.6^\circ C$ dimana sampel masih melepas panas/kalor, hal tersebut dapat diidentifikasi sebagai Boron melepas panas/kalor pada proses eksotermal kedua (*peak 2*).

Penelitian yang dilakukan oleh Jain *et al*, didapatkan puncak eksotermal secara tajam di kurva uji DTA menunjukkan bahwa terjadi pembakaran Boron pada proses eksotermal, terjadi pelepasan panas pembentukan B_2O_3 sekitar $-1255 \text{ kJ.mol}^{-1}$ (Jain *et al*, 2010). Berdasarkan hasil penelitian Q. Z. Shi *et al*, didapatkan hasil kurva uji DTA terjadi reaksi antara serbuk Mg dan B dimulai sekitar $520^\circ C$ dan puncak eksotermal muncul sampai Mg mencair sekitar $620^\circ C$. Terdapat puncak endotermal yang disebabkan oleh Mg yang meleleh pada temperatur $650^\circ C$. Pembentukan fasa MgB_2 mulai terbentuk secara *solid-solid* pada temperatur yang lebih rendah dari titik leleh Mg murni ($650^\circ C$) dan mulai terbentuk fasa MgB_2 secara *solid-liquid* pada temperatur diatas $750^\circ C$ (Q. Z. Shi, 2008).

Hasil analisis kurva uji DTA didapatkan pembentukan fasa MgB_2 secara *solid-liquid* mulai terbentuk pada temperatur *sintering* diatas $740.9^\circ C$, hal ini dapat diperkuat dengan hasil uji XRD untuk mengetahui pembentukan fasa MgB_2 sebelum proses *sintering* (*solid-solid*) dan sesudah proses *sintering* (*solid-liquid*). Berdasarkan analisis uji DTA dapat diketahui tahapan termal sampel MgB_2 , hasil analisa DTA dapat dijadikan sebagai bahan referensi pada proses *sintering* dengan



pemilihan rentang temperatur 600°C hingga 900°C untuk mengetahui formasi pembentukan fasa MgB_2 dimulai dari sebelum Mg mencair (650°C) sampai terbentuknya fasa heksagonal MgB_2 sebagai fasa dominan. Berdasarkan hasil penelitian Kim *et al*, diagram fasa menunjukkan bahwa temperatur diatas 850°C pada MgB_2 (Rasio Mg:B = 1:2) mulai dekomposisi menjadi MgB_4 dan bereaksi dengan Mg membentuk MgB_2 (Kim *et al*, 2009).

Terdapat 2 tahapan pada proses pembentukan fasa MgB_2 , yakni tahap reaksi *solid-solid* dan tahap reaksi *solid-liquid*. Reaksi secara *solid-solid* terjadi karena adanya *cold welding* (penyatuan dingin) diantara partikel pada saat proses *milling* dan proses reaksi secara *solid-liquid* mulai terjadi saat proses sintering pada temperatur 650°C, pada temperatur 650°C Magnesium mulai mencair, semakin tinggi temperatur sintering maka semakin banyak fasa heksagonal MgB_2 yang terbentuk karena Magnesium mencair sempurna dan berdifusi masuk ke rongga-rongga Boron sehingga membentuk ikatan MgB_2 secara *solid-liquid*.

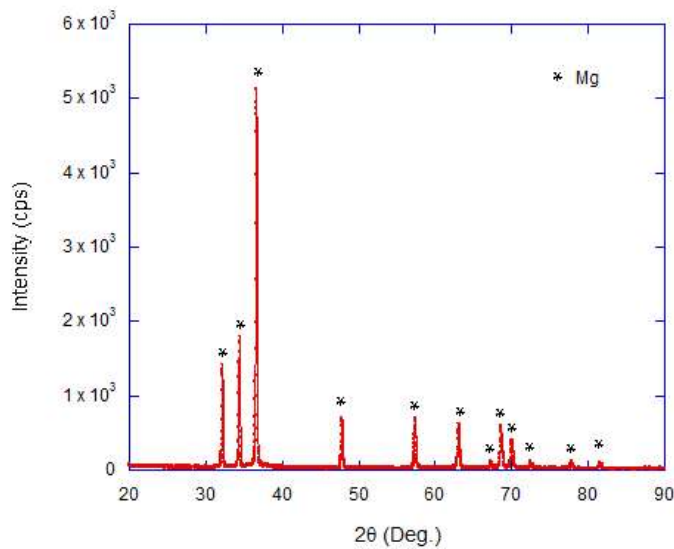
4.2 Hasil Analisis Uji X-Ray Diffraction (XRD)

Uji *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengidentifikasi pembentukan fasa, ukuran butir kristal dan komposisi fasa yang terkandung dalam material superkonduktor tersebut. XRD menggunakan sumber radiasi $CuK\alpha$ dengan panjang gelombang (λ) = 0.15406 nm, dan daerah pengukuran $2\theta = 10^\circ - 90^\circ$. Hasil keluaran yang diperoleh dianalisis secara kualitatif untuk mengidentifikasi fasa dengan menggunakan *Software Search Match*, yaitu dengan cara mengkonversi keluaran tersebut ke dalam bentuk grafik untuk mencari *peak* yang menunjukkan informasi sampel kemudian diolah dengan menggunakan *Software KaleidaGraph*. 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 Standart – International Center for Diffraction Data*). Analisis kuantitatif dilakukan untuk mengetahui ukuran kristal dan komposisi fasa yang terkandung pada material superkonduktor MgB_2 .

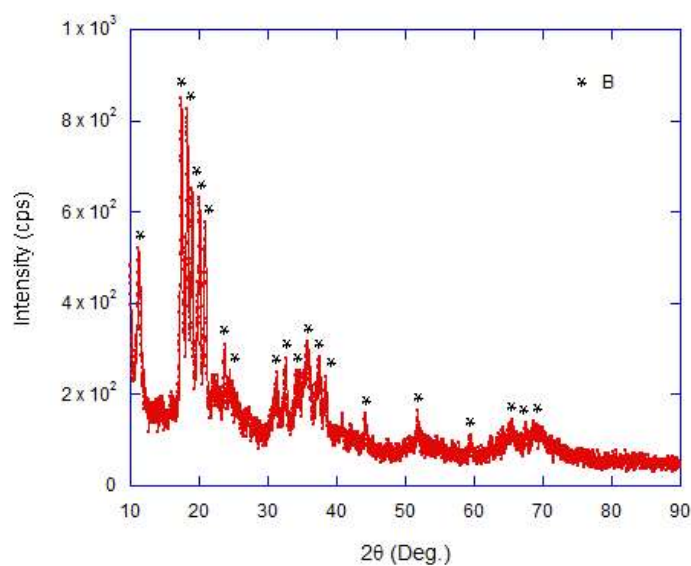
Bahan yang digunakan adalah Magnesium (98.5 wt.% purity, 0.06-0.3 mm, EMD Milipore Corporation, Austria), Boron *Amorf* (95 wt.% purity, 2 μ m,



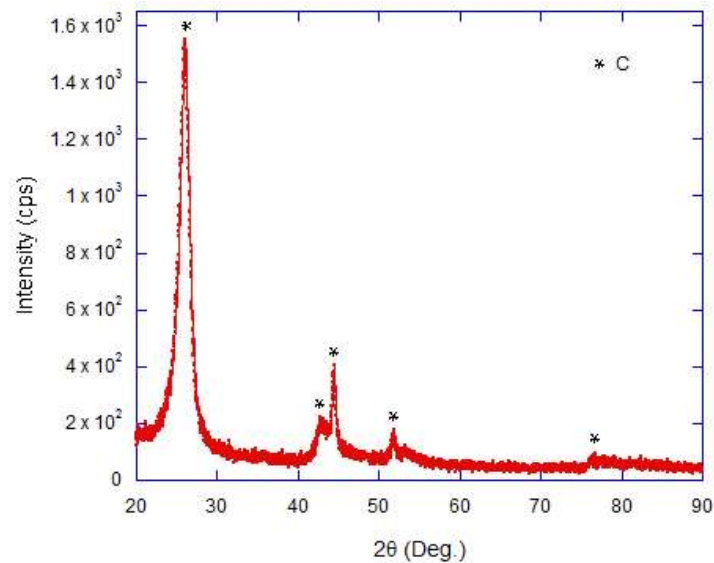
EMD Millipore Corporation, Germany) dan *Multi-Wall Carbon Nanotubes* (MW-CNT) *purity* > 90 wt.%. Untuk mengetahui fasa yang terbentuk dari ketiga bahan sebelum dilakukan perlakuan, maka ketiga bahan tersebut diuji XRD untuk memastikan bahan yang digunakan memiliki fasa tunggal sehingga hasil yang didapatkan pada MgB_2 lebih efektif. Grafik hasil uji XRD dari ketiga bahan yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 4.2 sampai dengan Gambar 4.4.



Gambar 4.2 Grafik hasil X-Ray Diffraction Magnesium



Gambar 4.3 Grafik hasil X-Ray Diffraction Boron



Gambar 4.4 Grafik hasil *X-Ray Diffraction Carbon Nanotubes*

Gambar 4.2 merupakan grafik hasil uji XRD dari serbuk Magnesium, analisis secara kualitatif didapatkan fasa Mg sebagai fasa tunggal dengan kristalinitas yang baik dan tidak terdeteksi adanya fasa pengotor, Gambar 4.3 merupakan grafik uji XRD dari serbuk Boron *Amorf*, analisis secara kualitatif didapatkan fasa B sebagai fasa tunggal dan tidak terdeteksi adanya fasa pengotor dan Gambar 4.4 merupakan grafik hasil uji XRD dari *Carbon Nanotubes*, analisis secara kualitatif didapatkan fasa C sebagai fasa tunggal sehingga dapat diasumsikan bahwa *Carbon Nanotubes* yang digunakan tidak memiliki fasa pengotor. Analisis secara kualitatif dari ketiga bahan memiliki fasa tunggal tanpa adanya fasa pengotor. Analisis kualitatif menggunakan *Software Match* didapatkan fasa Mg (Magnesium) *no.database* 00-035-0821 dengan struktur kristal *hexagonal* pada *space group* P63/mmc nomor 194, fasa B (Boron) *no.database* 00-085-0409 dengan struktur kristal *rhombohedral* pada *space group* R-3m nomor 166, dan fasa C (Graphite) *no.database* 00-065-6212 dengan struktur kristal *hexagonal* pada *space group* P6/mmm nomor 194. Pada Tabel 4.1 merupakan *entry database* analisa kualitatif bahan yang digunakan dalam superkonduktor MgB₂.



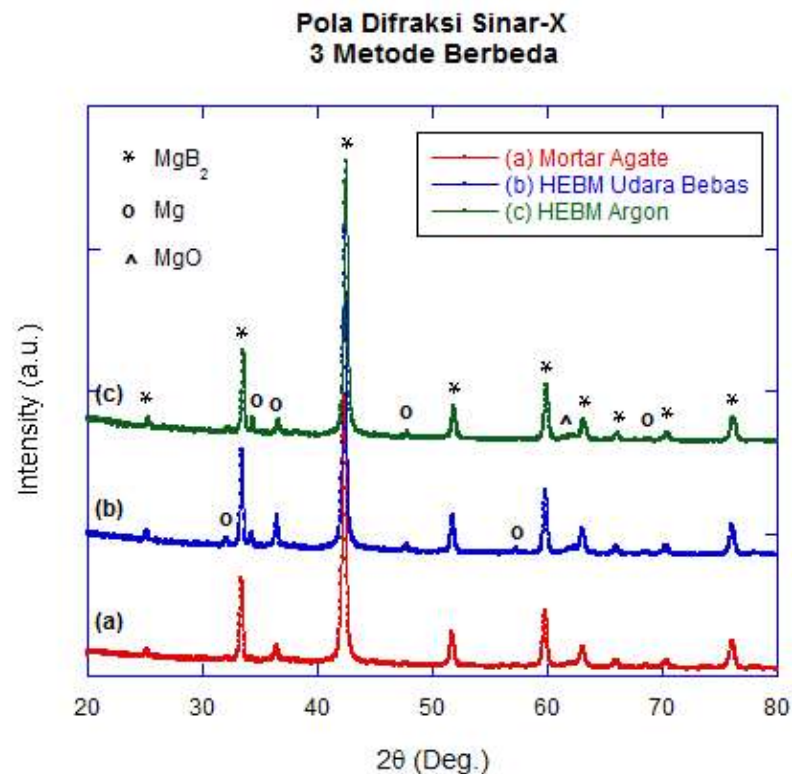
Tabel 4.1 *Entry database* analisa kualitatif bahan yang digunakan dalam superkonduktor MgB₂

Entry No.	00-035-0821	00-085-0409	00-065-6212
Mineral name	Magnesium	Boron	Graphite
Formula sum	Mg	B	C
Space group	P63/mmc (194)	R-3m (166)	P63/mmc (194)
Crystal system	Hexagonal	Rhombohedral	Hexagonal
Cell parameters	a=3.20936 Å, c=5.2112Å	a=10.9466 Å c=23.9034 Å	a=2.464 Å, c=6.711 Å,

Pada penelitian ini dilakukan 3 tahap, pada tahap pertama dilakukan sintesis superkonduktor MgB₂ dengan 3 metode *milling* yang berbeda, tahap kedua dilakukan sintesis superkonduktor MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering* dan pada tahap ketiga dilakukan sintesis superkonduktor MgB₂ dengan variasi komposisi *doping* CNT. Ketiga tahapan tersebut dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui perubahan fasa yang terbentuk secara kualitatif dan kuantitatif.

4.2.1 Analisis X-Ray Diffraction (XRD) 3 Metode Milling Berbeda

Sampel MgB₂ disintesis menggunakan 3 metode pencampuran yang berbeda : 1). Metode *hand milling* menggunakan mortar agate selama 30 menit, 2). Metode *mechanical alloying* menggunakan *High Energy Ball Milling* (HEBM) dengan udara bebas selama 2 jam dan 3). Metode *mechanical alloying* menggunakan *High Energy Ball Milling* (HEBM) dengan argon selama 2 jam. Pembentukan fasa dari ketiga metode tersebut dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk membandingkan metode mana yang paling efektif dalam sintesis superkonduktor MgB₂. Semua sampel MgB₂ dilakukan *sintering* pada temperatur 800°C dengan *holding time* 1 jam didalam *muffle furnace*. Pemilihan temperatur *sintering* 800°C karena dari hasil analisis uji DTA sampel MgB₂ mulai terbentuk fasa MgB₂ secara *solid-liquid* pada temperatur diatas 740.9°C. Hasil analisis uji XRD secara kualitatif pada sampel MgB₂ yang disintesis dengan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.5 sebagai berikut:



Gambar 4.5 Grafik hasil *X-Ray Diffraction* sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda

Gambar 4.5 merupakan perbandingan hasil XRD sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode yang berbeda, dari hasil analisis puncak-puncak difraksi yang muncul menggunakan *Software Match* dengan *database COD* (*Crystallography Open Database*) didapatkan 3 fasa pada semua sampel. Analisis kualitatif menggunakan *Software Match* didapatkan fasa MgB_2 (Boron Magnesium) *no.database* 00-038-1369 dengan struktur kristal *hexagonal* pada *space group* P6/mmm nomor 191, fasa Mg (Magnesium) *no.database* 00-035-0821 dengan struktur kristal *hexagonal* pada *space group* P63/mmc nomor 194 dan fasa MgO (Magnesium Oxide) *no.database* 00-045-0946 dengan struktur kristal *cubic* pada *space group* Fm-3m nomor 225.

Hasil analisis secara kualitatif menunjukkan bahwa semua sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda memiliki fasa superkonduktor MgB_2 sebagai fasa dominan dan terdapat fasa *impurity*. Fasa *impurity* merupakan fasa selain fasa MgB_2 seperti fasa Mg dan fasa MgO. Sampel yang disintesis



menggunakan mortar agate memiliki fasa hexagonal MgB_2 sebagai fasa dominan dengan intensitas tertinggi, terdapat 3 puncak fasa Mg dan 1 puncak fasa MgO sebagai fasa *impurity*. Sampel yang disintesis menggunakan HEBM dengan udara bebas didapatkan fasa MgB_2 sebagai fasa dominan, dengan terdapat fasa *impurity* berupa 6 puncak fasa Mg dan 1 puncak fasa MgO . Sedangkan pada sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM dengan Argon didapatkan fasa MgB_2 sebagai fasa dominan, dengan diikuti fasa *impurity* berupa 4 puncak fasa Mg dan 1 puncak fasa MgO .

Penelitian yang dilakukan Sungtae *et al* didapatkan adanya fasa Mg yang tidak bereaksi dengan B, dimana sebagian komposisi Mg yang mencair berdampungan dengan fasa MgB_2 (Sungtae *et al*, 2009). Fase Mg yang tidak bereaksi pada sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan mortar agate dapat diidentifikasi karena temperatur *sintering* yang kurang tinggi, sedangkan pada sampel yang disintesis menggunakan HEBM terdapat lebih banyak fasa Mg yang tidak bereaksi dengan B dibandingkan dengan sampel yang disintesis menggunakan mortar agate, hal ini dapat diidentifikasi dengan adanya serbuk B yang melekat pada *vial* dan *ball mill* selama proses *milling* sehingga terjadinya unstoikiometri dan terlalu lama proses *milling* bisa terjadi adanya oksidasi pada Mg sehingga membentuk fasa MgO karena meningkatnya temperatur komponen *vial milling* sehingga mudah teroksidasi. Jika dilihat dari diagram sisa fasa Mg selalu berdampungan dengan fasa MgB_2 . Penelitian yang dilakukan oleh Muralidhar *et. al.* dengan menggunakan metode pencampuran menggunakan mortar agate selama 30 menit didapatkan fasa MgB_2 sebagai fasa dominan dengan sedikit fasa pengotor Mg dan MgO pada temperatur *sintering* $800^\circ C$ dan fasa Mg mulai hilang pada temperatur *sintering* $825^\circ C$ (Muralidhar *et. al.*, 2015). E. Aksu melakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan menggunakan metode pencampuran *High Energy Ball Milling* didapatkan fasa tunggal MgB_2 dengan sedikit fasa MgO terbentuk pada temperatur *sintering* $800^\circ C$ (Aksu E, 2013).

Adanya perbedaan hasil XRD dalam penelitian ini dengan referensi dapat terjadi karena perbedaan kadar kemurnian bahan yang digunakan dan perbedaan ukuran serbuk yang digunakan. Tidak adanya fasa Fe pada semua sampel dapat menunjukkan material *stainless steel* SS304 tidak terjadi reaksi dengan material



MgB₂ sehingga tidak menjadi pengotor pada sampel MgB₂. Menurut penelitian bahan tabung yang optimal digunakan untuk sintesis superkonduktor menggunakan metode *powder in a sealed tube* (PIST) adalah Fe dan SS karena material tersebut tidak bereaksi ketika diberi perlakuan panas dan menghasilkan superkonduktor MgB₂ dengan temperatur kritis (T_c) yang tinggi dibandingkan bahan lain (Varghese N *et al*, 2007). Adanya sejumlah kecil fasa MgO pada semua sampel menunjukkan bahwa tabung *stainless steel* SS304 dapat mengurangi oksidasi dan mencegah evaporasi Mg ketika proses perlakuan panas berlangsung. Pada grafik uji XRD semua sampel MgB₂ yang *disintering* tidak terdapat fasa B karena Boron yang digunakan adalah Boron *Amorf*.

Analisis secara kualitatif dapat dipastikan bahwa semua sampel tersebut merupakan kandidat material superkonduktor MgB₂, hal ini dapat dibuktikan dengan melihat 3 puncak dengan intensitas tertinggi adalah fasa MgB₂ sebagai fasa dominan. Jika dianalisa secara kualitatif hasil XRD maka sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan mortar agate dan HEBM mempunyai pembentukan fasa yang hampir sama sehingga dapat diidentifikasi bahwa MgB₂ yang disintesis dengan 3 metode berbeda tidak mengalami perbedaan yang signifikan. Pada Tabel 4.2 merupakan *entry database* analisa kualitatif sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda.

Tabel 4.2 *Entry database* analisa kualitatif sampel MgB₂ dengan 3 metode berbeda

Entry No.	00-038-1369	00-035-0821	00-045-0946
Mineral name	Boron Magnesium	Magnesium	Magnesium Oxide
Formula sum	MgB ₂	Mg	MgO
Space group	P6/mmm (191)	P63/mmc (194)	Fm-3m (225)
Crystal system	Hexagonal	Hexagonal	Cubic
Cell parameters	a=3.0864 Å, c=3.5215 Å	a=3.20936 Å, c=5.2112 Å	a=4.2112 Å



Data hasil analisis puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa superkonduktor dan fasa impurity pada sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Tabel 4.3 hingga Tabel 4.5.

Tabel 4.3 Hasil analisis puncak dari sampel MgB_2 menggunakan mortar agate

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	25.1037	240.49	Mg	36.5503	546.67
MgB_2	33.3786	2827.29	Mg	47.8248	46.53
MgB_2	42.3814	8718.84	Mg	68.4932	137.79
MgB_2	51.7165	1063.2	MgO	61.98	167.57
MgB_2	59.8052	1896.39			
MgB_2	63.0362	657.66			
MgB_2	65.9715	213.52			
MgB_2	70.367	262.58			
MgB_2	76.0462	927.69			
Total Int.		16807.66	Total Int.		898.56

Tabel 4.4 Hasil analisis puncak dari sampel MgB_2 menggunakan HEBM udara bebas

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	25.1668	354.99	Mg	32.0206	254.65
MgB_2	33.4211	3384.32	Mg	34.3391	448.62
MgB_2	42.3345	10995.18	Mg	36.4974	1076.89
MgB_2	51.822	1271.14	Mg	47.7897	209.43
MgB_2	59.8263	2210.38	Mg	57.218	110.46
MgB_2	63.0937	844.22	Mg	68.5416	115.48
MgB_2	65.9949	267.42	MgO	62.0513	191.13
MgB_2	70.2963	303.42			
MgB_2	76.0006	888.05			
Total Int.		20519.12	Total Int.		2406.66



Tabel 4.5 Hasil analisis puncak dari sampel MgB_2 menggunakan HEBM argon

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	25.2978	269.53	Mg	34.3728	528.05
MgB_2	33.5604	2900.2	Mg	36.6169	479.06
MgB_2	42.4631	9396.52	Mg	47.8523	235.52
MgB_2	51.8905	1136.04	Mg	68.6819	81.94
MgB_2	59.8879	1760.83	MgO	62.0513	181.18
MgB_2	63.1442	607.74			
MgB_2	66.1566	242.15			
MgB_2	70.4165	259.02			
MgB_2	76.1095	816.09			
Total Int.		17388.12	Total Int.		1505.75

Analisis secara kuantitatif dilakukan perhitungan nilai fraksi fasa sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda untuk mengetahui persentase fasa superkonduktor (fasa MgB_2) dan fasa *impurity* yang terbentuk pada sampel. Nilai fraksi fasa sampel MgB_2 dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.10. Hasil perhitungan fraksi fasa dari sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Tabel 4.6 dan perhitungannya dapat dilihat pada Lampiran 4.

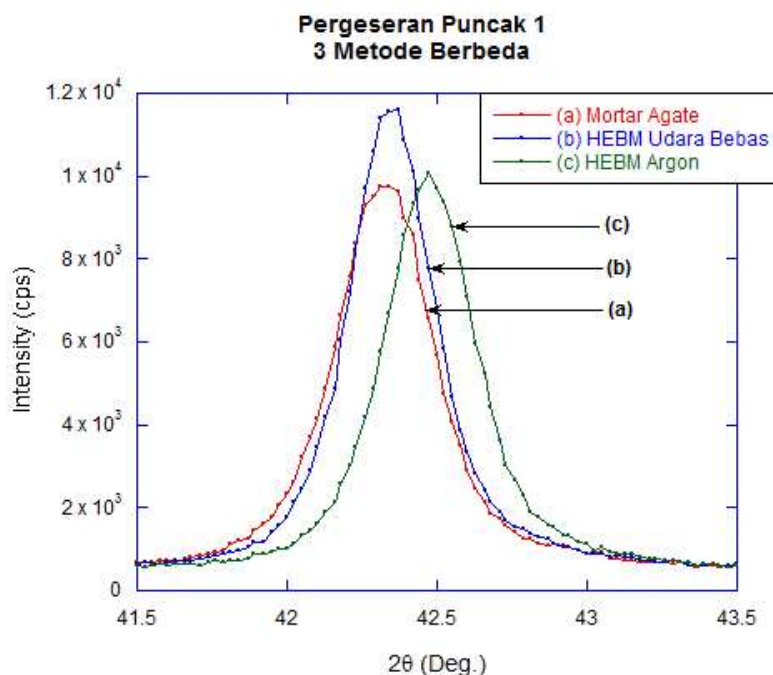
Tabel 4.6 Analisis kuantitatif fraksi fasa sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda

Metode	Fraksi Fasa (% Volume)	
	Fasa Superkonduktor	Fasa Impurity
Mortar Agate	94.92	5.08
HEBM Udara Bebas	89.5	10.5
HEBM Argon	92.03	7.97

Dari hasil perhitungan fraksi fasa sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda menunjukkan bahwa sampel yang disintesis



menggunakan mortar agate memiliki fasa superkonduktor MgB_2 paling besar dibandingkan dengan metode lain yakni sebesar 94.92% fasa superkonduktor dan fasa *impurity* sebesar 5.08%. Fasa *impurity* merupakan fasa selain fasa MgB_2 seperti fasa Mg dan fasa MgO. Pada sampel yang disintesis menggunakan mortar agate memiliki fasa superkonduktor MgB_2 paling tinggi dibandingkan sampel lain, sampel yang disintesis menggunakan HEBM terdapat lebih banyak fasa Mg yang tidak bereaksi dengan B dibandingkan dengan sampel yang disintesis menggunakan mortar agate, hal ini dapat diidentifikasi dengan adanya serbuk B yang melekat pada *vial* dan *ball mill* selama proses *milling* sehingga terjadinya unstoikiometri dan terlalu lama proses *milling* bisa terjadi adanya oksidasi pada Mg sehingga membentuk fasa MgO karena meningkatnya temperatur komponen *vial milling* sehingga mudah teroksidasi. Pada sampel polikristalin terdiri dari banyak butir kristal, terjadi deformasi plastis, terdapat *defect* berupa slip disetiap butir kristal yang bervariasi bentuknya sehingga terjadi pergeseran puncak, pergeseran puncak ini karena pada sampel polikristalin terdapat ketidakseragaman strain. Hasil analisis secara kualitatif pergeseran puncak 1 pada sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.6.

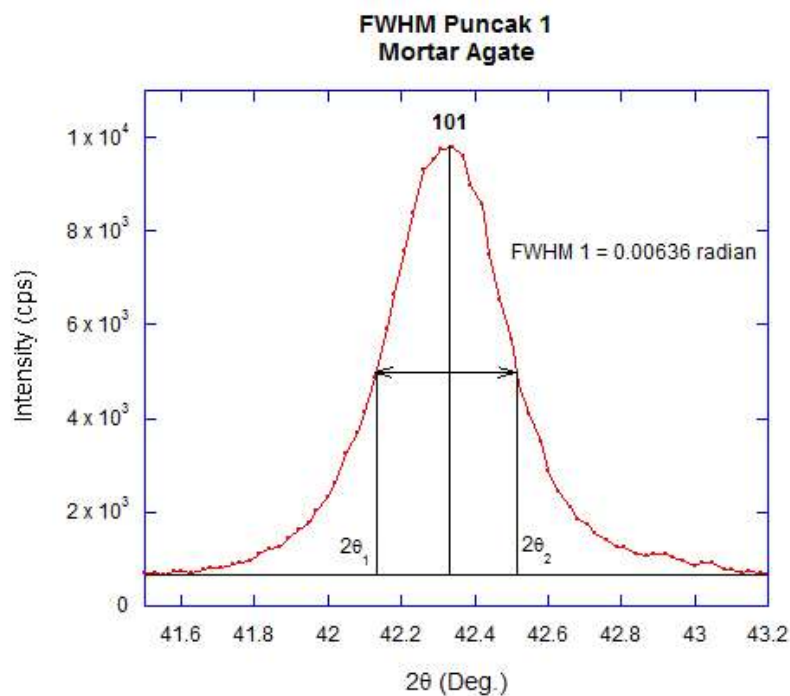


Gambar 4.6 Pergeseran puncak 1 sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda



Pada Gambar 4.6 dapat diketahui terjadi pergeseran puncak 1 pada $2\theta = 41.5^\circ - 43.5^\circ$. Pergeseran puncak dianalisis secara kualitatif menggunakan *Software KaleidaGraph*. Sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM dengan Argon terdapat pergeseran yang ke arah kanan, dari hasil analisis juga dapat dilihat bahwa sampel MgB_2 yang menggunakan HEBM dengan udara bebas memiliki intensitas paling tinggi dibanding dengan sampel lainnya. Hasil analisis XRD ini akan diselaraskan dengan data hasil uji *cryogenic magnet*.

Kristalinitas dari puncak-puncak yang terbentuk dapat dihitung menggunakan parameter FWHM (*Full Width at Half Maximum*). Untuk mengetahui FWHM dapat dilakukan dengan 2 cara, pertama dengan menggunakan *Software HighScore* (FWHM instrumen) dan yang kedua dengan analisis menggunakan perhitungan (FWHM observasi), pengukuran FWHM dapat dianalisis menggunakan *Software KaleidaGraph*. Perhitungan FWHM observasi dapat dilakukan dengan mengukur lebar puncak difraksi pada setengah intensitas tertinggi dalam suatu grafik hasil XRD. Hasil pengukuran FWHM observasi dari puncak 1 sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan mortar agate dapat dilihat pada Gambar 4.7



Gambar 4.7 FWHM puncak 1 sampel MgB_2 dengan menggunakan mortar agate



Hasil dari perhitungan FWHM observasi pada sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Tabel 4.7 dan hasil analisis dari FWHM instrumen menggunakan *Software HighScore* pada sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Tabel 4.8. FWHM yang dihitung adalah FWHM dari 3 puncak tertinggi dari masing-masing sampel dengan fasa heksagonal MgB_2 sebagai fasa dominan.

Tabel 4.7 Data hasil perhitungan FWHM observasi sampel MgB_2 3 metode berbeda

Metode	FWHM Observasi (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
Mortar Agate	0.00636	0.00541	0.00661
HEBM Udara Bebas	0.00576	0.00437	0.00611
HEBM Argon	0.00610	0.00507	0.00679

Tabel 4.8 Data hasil analisis FWHM instrumen sampel MgB_2 3 metode berbeda

Metode	FWHM Instrumen (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
Mortar Agate	0.00536	0.00446	0.00402
HEBM Udara Bebas	0.00536	0.00402	0.00536
HEBM Argon	0.00536	0.00446	0.00268

Dari analisis data didapatkan sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM udara bebas memiliki nilai FWHM puncak 1 yang sempit dibandingkan dengan sampel lain yaitu sebesar 0.00576 radian. Semakin lebar FWHM maka semakin kecil ukuran kristalinitas, begitupun sebaliknya semakin sempit FWHM maka semakin besar ukuran kristalinitasnya, sehingga dapat diasumsikan bahwa sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM udara bebas memiliki ukuran kristalinitas yang lebih besar dibanding dengan sampel lain. Ukuran kristalit yang diukur dengan pendekatan distribusi *Gaussian* dan nilai FWHM Br dapat dihitung menggunakan persamaan 2.8.

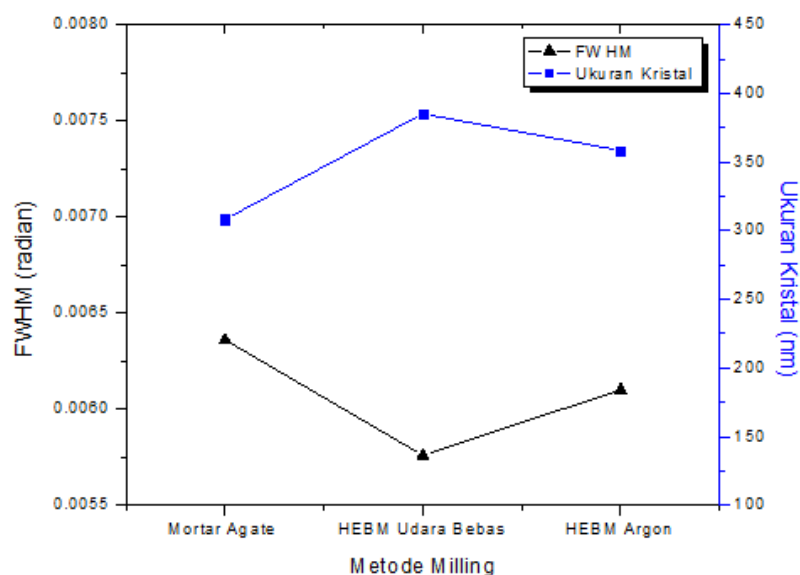
Untuk memperkirakan pergeseran puncak pada sampel polikristalin karena efek ukuran kristalit dan strain yang tidak seragam (inhomogeneous strain) dapat



diketahui dengan menggunakan persamaan metode Hall yang terdapat pada persamaan 2.9. Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dan meminimalkan error perhitungan dibanding dengan metode Hall. Perhitungan analisis secara kuantitatif dari inhomogeneous strain dan ukuran kristalit menggunakan metode Hall dan metode *Least Squares* dapat dilihat pada Lampiran 4. Nilai ukuran kristalit dan *inhomogeneous strain* dari sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Tabel 4.9. Grafik hasil perbandingan FWHM dengan ukuran kristalit dari MgB_2 dengan 3 metode berbeda terdapat pada Gambar 4.8.

Tabel 4.9 Analisis kuantitatif ukuran kristalit dan *inhomogeneous strain* sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda

Metode	Ukuran Kristalit (nm)		Inhomogeneous Strain (radian)	
	Hall	Least-Square	Hall	Least-Square
Mortar Agate	308.12	315.69	0.0079	0.0076
HEBM Udara Bebas	385.15	388.01	0.0043	0.0043
HEBM Argon	358.28	368.61	0.0057	0.0057



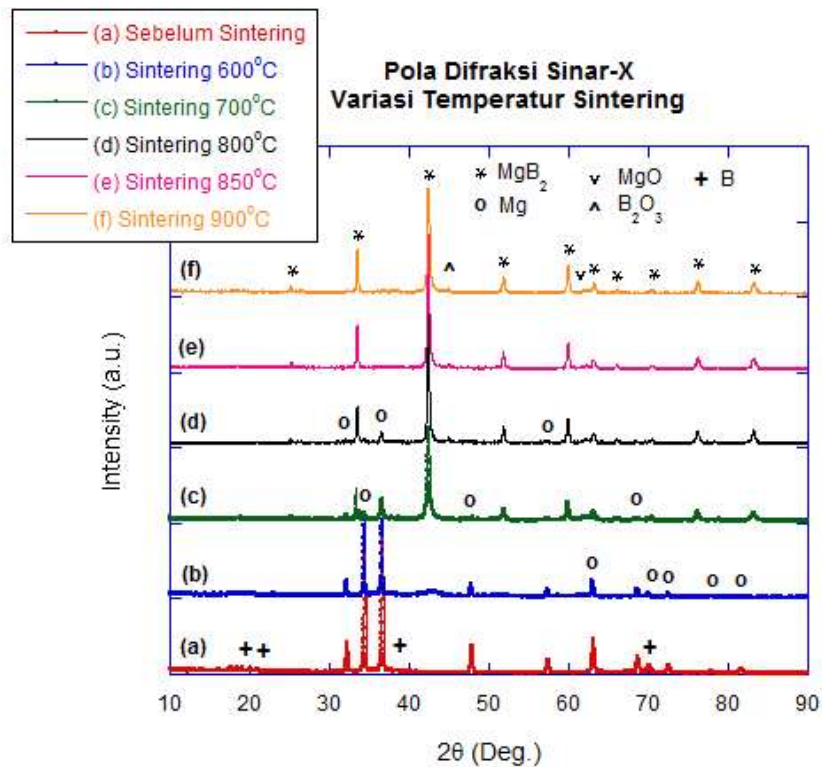
Gambar 4.8 Grafik perbandingan nilai FWHM dengan ukuran kristalit dari MgB_2 dengan 3 metode berbeda



Perhitungan ukuran kristalit menggunakan metode Hall dan metode Least-Square didapatkan hasil ukuran kristalit dan *inhomogeneous strain* yang hampir sama. Ukuran kristalit dari sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM dengan udara bebas memiliki nilai ukuran kristalit yang lebih tinggi dibanding dengan sampel yang lain, hal ini selaras dengan hasil perhitungan FWHM didapatkan nilai FWHM yang sempit dibandingkan dengan sampel lain, dimana semakin sempit FWHM maka semakin besar ukuran kristalinitasnya. Pada hasil perhitungan didapatkan pergeseran (*strain*) dari sampel dengan menggunakan mortar agate memiliki pergeseran terbesar yakni sekitar 0.0079 radian. Nilai pergeseran yang besar ini mempengaruhi nilai *lattice parameter* yang terdapat pada sampel dengan sintesis mortar agate memiliki nilai ukuran kristalit yang lebih kecil dibandingkan sampel lain. Ukuran kristalit yang besar dapat mempermudah pasangan elektron (*cooper pairs*) pada superkonduktor melewati batas butir sehingga tidak ada hambatan atau $R=0$ saat pasangan elektron melewati kisi atom.

4.2.2 Analisis X-Ray Diffraction (XRD) Variasi Temperatur Sintering

Sampel MgB_2 disintesis menggunakan variasi temperatur *sintering* yang terdiri dari temperatur 600°C, 700°C, 800°C, 850°C dan 900°C dengan *holding time* 1 jam. Pemilihan rentang temperatur 600°C hingga 900°C untuk mengetahui formasi pembentukan fasa MgB_2 dimulai dari sebelum Mg mencair (650°C) sampai terbentuknya fasa MgB_2 sebagai fasa dominan. Formasi pembentukan fasa dari semua sampel tersebut dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui berapa temperatur sintering optimal terbentuknya fasa heksagonal MgB_2 dalam sintesis superkonduktor MgB_2 yang dipreparasi menggunakan HEBM. Semua sampel disintesis menggunakan HEBM selama 2 jam dengan *vial milling* yang divakum dan dialiri gas argon dalam *Glove Box* dan proses *sintering* dilakukan menggunakan metode PIST. Hasil analisis XRD secara kualitatif pada sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* terdapat pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Grafik hasil *X-Ray Diffraction* sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Gambar 4.9 merupakan perbandingan hasil XRD sampel MgB_2 sebelum *sintering* dan sesudah *sintering* dengan menggunakan temperatur *sintering* yang berbeda, dari hasil analisis puncak-puncak difraksi yang muncul menggunakan *Software Match* dengan *database COD (Crystallography Open Database)* didapatkan 5 fasa. Analisis kualitatif menggunakan *Software Match* didapatkan fasa MgB_2 (Boron Magnesium) *no.database* 00-038-1369 dengan struktur kristal *hexagonal* pada *space group* $P6/mmm$ nomor 191, fasa Mg (Magnesium) *no.database* 00-035-0821 dengan struktur kristal *hexagonal* pada *space group* $P63/mmc$ nomor 194, fasa MgO (Magnesium Oxide) *no.database* 00-045-0946 dengan struktur kristal *cubic* pada *space group* $Fm-3m$ nomor 225, fasa B (Boron) *no.database* 00-085-0409 dengan struktur kristal *Rhombohedral* pada *space group* $R-3m$ nomor 166 dan fasa B_2O_3 (Boron Oxide) *no.database* 00-076-0781 dengan struktur kristal *Orthorhombic* pada *space group* $Ccm21$ nomor 36.

Sampel MgB_2 yang belum dilakukan proses *sintering* didapatkan 2 fasa yakni fasa Mg dan fasa B, belum terdapat fasa MgB_2 sehingga dapat diidentifikasi



bahwa pada serbuk MgB_2 yang di *milling* menggunakan HEBM selama 2 jam belum terjadi pembentukan fasa MgB_2 secara *solid-solid*. Sampel MgB_2 yang di *sintering* pada temperatur 600°C didominasi oleh fasa Mg yang belum mencair, menurut diagram fasa Mg mulai mencair pada temperatur 650°C (Wang, 2012), namun pada temperatur 600°C sudah mulai terbentuk fasa MgB_2 yang masih dalam skala yang kecil dan terdapat 1 puncak fasa MgO sebagai fasa *impurity*. Fasa *impurity* merupakan fasa lain yang terbentuk selain fasa MgB_2 . Sampel MgB_2 yang di *sintering* pada temperatur 700°C didominasi oleh fasa MgB_2 serta terdapat fasa Mg, fasa B_2O_3 dan fasa Mg sebagai fasa *impurity*, sebagian fasa Mg yang terbentuk pada temperatur *sintering* 600°C berubah menjadi fasa MgB_2 pada temperatur *sintering* 700°C .

Pada sampel MgB_2 yang di *sintering* pada temperatur 800°C semakin banyak fasa Mg yang berubah menjadi fasa MgB_2 , fasa MgB_2 menjadi fasa dominan dan masih terdapat sedikit fasa *impurity* seperti fasa Mg, fasa B_2O_3 dan fasa MgO. Pada sampel MgB_2 yang di *sintering* pada temperatur 850°C terdapat fasa MgB_2 sebagai fasa dominan dan masih terdapat sedikit fasa *impurity* seperti fasa B_2O_3 dan fasa MgO. Namun pada temperatur *sintering* 850°C sudah tidak terdapat fasa Mg. Sampel MgB_2 yang di *sintering* pada temperatur 900°C terdapat fasa MgB_2 sebagai fasa dominan dan terdapat sedikit fasa *impurity* seperti fasa B_2O_3 dan fasa Mg.

Analisis secara kualitatif dapat diidentifikasi bahwa semakin tinggi temperatur *sintering* maka semakin dominan fasa heksagonal MgB_2 yang terbentuk dan temperatur *sintering* 900°C merupakan temperatur optimal dalam sintesis superkonduktor MgB_2 . Berdasarkan hasil penelitian Kim *et al*, diagram fasa menunjukkan bahwa temperatur diatas 850°C pada MgB_2 mulai dekomposisi menjadi MgB_4 dan bereaksi dengan Mg membentuk MgB_2 (Kim *et al*, 2009). Fasa Mg dan fasa B yang tidak bereaksi menjadi fasa MgB_2 dapat diidentifikasi karena temperatur *sintering* yang kurang tinggi, fasa Mg mulai tidak terbentuk pada temperatur *sintering* 850°C keatas. E. Aksu melakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan menggunakan metode *High Energy Ball Milling* dengan variasi temperatur *sintering* dari 500°C - 900°C didapatkan fasa MgB_2



bertahap menjadi fasa dominan heksagonal MgB_2 untuk sampel yang di-*sintering* pada temperatur diatas $750^\circ C$ (E. Aksu, 2013).

Fasa Fe tidak terdapat pada semua sampel, hal ini menunjukkan material *stainless steel* SS304 tidak terjadi reaksi dengan material MgB_2 sehingga tidak menjadi pengotor pada sampel MgB_2 . Adanya sejumlah kecil fasa MgO pada semua sampel menunjukkan bahwa tabung SS304 dapat mengurangi oksidasi dan mencegah evaporasi Mg ketika proses perlakuan panas berlangsung. Terdapat fasa B_2O_3 pada temperatur *sintering* $700^\circ C$ hingga $900^\circ C$ terjadi karena adanya pembakaran Boron pada proses *sintering* secara eksotermal, hal ini sesuai dengan hasil uji DTA yang terjadi pembakaran Boron secara eksotermal.

Mg meleleh pada temperatur $650^\circ C$ dan temperatur leleh B $2.076^\circ C$, fasa MgB_2 sudah mulai terbentuk jauh dibawah temperatur leleh Mg ($>650^\circ C$), pada temperatur tersebut terjadi difusi secara *solid-solid* antara partikel Mg dan B membentuk fasa MgB_2 , pada saat temperatur mencapai titik leleh dari Mg ($600^\circ C$), Mg meleleh dan terjadi reaksi *liquid-solid* melalui difusi. Mg meleleh tetapi tetap sebagai gumpalan dan dapat dianggap sebagai partikel dalam fasa cair. Reaksi antara Mg dan B dimulai pada antarmuka Mg-B dan partikel berdifusi lebih jauh melintasi lapisan MgB_2 yang terbentuk dan reaksinya tumbuh disekitar lapisan. Tingkat difusi tergantung pada temperatur dan *holding time* saat proses *sintering*. Pada temperatur $600^\circ C$ laju difusi rendah sehingga banyak Mg yang tidak bereaksi dengan B, sedangkan pada temperatur *sintering* yang tinggi laju difusi lebih tinggi yang meningkatkan pertumbuhan butir, menghasilkan fasa MgB_2 dengan ukuran kristal yang meningkat. Saat *grain* MgB_2 tumbuh di antarmuka Mg-B, laju difusi menurun dengan peningkatan ketebalan lapisan fasa MgB_2 . Untuk partikel Mg dengan ukuran yang lebih besar dibandingkan dengan partikel B, maka beberapa Mg akan tetap tidak beraksi dan akan terjebak dalam lapisan MgB_2 sebagai inklusi karena semua Mg di dalam tidak menyebar karena tingkat difusi menurun seiring dengan pertumbuhan *grain* MgB_2 , dengan demikian reaksi antara Mg dan B praktis berhenti karena tingkat difusi mendekati nol. Tabel 4.10 merupakan *entry database* analisa kualitatif sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*.



Tabel 4.10 *Entry database* analisa kualitatif sampel MgB_2 variasi temperatur *sintering*

<i>Entry No.</i>	00-038-1369	00-035-0821	00-045-0946	00-085-0409	00-076-0781
<i>Mineral name</i>	Boron Magnesium	Magnesium	Magnesium Oxide	Boron	Boron Oxide
<i>Formula sum</i>	MgB_2	Mg	MgO	B	B_2O_3
<i>Space group</i>	P6/mmm (191)	P63/mmc (194)	Fm-3m (225)	R-3m (166)	Ccm21 (36)
<i>Crystal system</i>	Hexagonal	Hexagonal	Cubic	Rhombohedral	Orthorhombic
<i>Cell parameters</i>	a=3.0864 Å, c=3.5215 Å	a=3.20936 Å, c=5.2112Å	a=4.2112 Å	a=10.9466 Å c=23.9034 Å	a=4.613 Å b=7.803 Å c=5.2112Å

Data hasil analisis puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa superkonduktor dan fasa impurity pada sampel MgB_2 sebelum *sintering* dan sesudah *sintering* dengan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Tabel 4.11 hingga Tabel 4.16.

Tabel 4.11 Hasil analisis puncak dari sampel MgB_2 sebelum *sintering*

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
			Mg	32.2811	712.81
			Mg	34.4943	3335.61
			Mg	36.7148	3438.62
			Mg	47.9039	712.17
			Mg	57.448	349.32
			Mg	63.1482	807.89
			Mg	67.4197	45.59
			Mg	68.7049	418.3
			Mg	77.8596	46.42
			Mg	81.5965	106.03
			B	20.2152	51.62
			B	21.0431	50.68
			B	37.1467	56.76
			B	69.988	183.39
			B	72.5846	168.16
Total Int.		0	Total Int.		10483.37



Tabel 4.12 Hasil analisis puncak dari sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* $600^\circ C$

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	26.5204	61.02	Mg	32.2006	359.84
MgB_2	42.9564	74	Mg	34.3559	1863.38
MgB_2	51.3405	29.08	Mg	36.6183	1906.36
			Mg	47.7545	299.15
			Mg	57.3397	177.76
			Mg	62.9967	389.95
			Mg	68.5413	188.96
			Mg	69.9504	106.07
			Mg	72.403	85.14
			Mg	77.7459	29.63
			Mg	81.4601	41.24
			MgO	62.6417	19.05
Total Int.		164.1	Total Int.		5466.53

Tabel 4.13 Hasil analisis puncak dari sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* $700^\circ C$

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	25.2657	71.25	Mg	32.1509	128.37
MgB_2	33.4867	748.66	Mg	34.3587	156.62
MgB_2	42.4567	2420.66	Mg	36.5775	524.79
MgB_2	51.8361	279.87	Mg	47.8592	61.84
MgB_2	60.0203	436.23	Mg	57.2664	50.41
MgB_2	63.213	209.37	Mg	68.6203	50.62
MgB_2	66.0051	60.9	MgO	62.1625	85.83
MgB_2	70.3974	69.7	B_2O_3	45.0861	29.45
MgB_2	76.1344	185.65			
MgB_2	83.2073	204.15			
Total Int.		4686.44	Total Int.		1087.93



Tabel 4.14 Hasil analisis puncak dari sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* $800^\circ C$

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	25.2255	76.15	Mg	32.1434	61.17
MgB_2	33.4497	844.23	Mg	36.4734	239.52
MgB_2	42.3486	3179.12	Mg	57.16	35.46
MgB_2	51.7943	391.82	MgO	62.1193	94.21
MgB_2	59.8633	647.08	B_2O_3	44.8922	97.39
MgB_2	63.0783	244.66			
MgB_2	65.9843	105.93			
MgB_2	70.351	91.27			
MgB_2	76.076	301.12			
MgB_2	83.1075	316.3			
Total Int.		6197.68	Total Int.		527.75

Tabel 4.15 Hasil analisis puncak dari sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* $850^\circ C$

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	25.2454	100.13	MgO	62.1124	72.15
MgB_2	33.4617	1093.56	B_2O_3	44.9047	84.49
MgB_2	42.3883	3485.48			
MgB_2	51.8394	397.17			
MgB_2	59.8715	607.4			
MgB_2	63.0412	195.39			
MgB_2	66.0273	70.01			
MgB_2	70.4257	71.15			
MgB_2	76.0391	222.9			
MgB_2	83.0647	238.09			
Total Int		6481.28	Total Int.		156.64



Tabel 4.16 Hasil analisis puncak dari sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* $900^\circ C$

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	25.2018	117.11	MgO	62.0612	59.62
MgB_2	33.5072	1159.64	B_2O_3	44.9486	87.77
MgB_2	42.3648	3553.42			
MgB_2	51.8449	420.58			
MgB_2	59.8707	658.35			
MgB_2	63.1903	236.02			
MgB_2	66.0303	72.96			
MgB_2	70.398	92.35			
MgB_2	76.1071	278.37			
MgB_2	83.1143	251.84			
Total Int.		6840.64	Total Int.		147.39

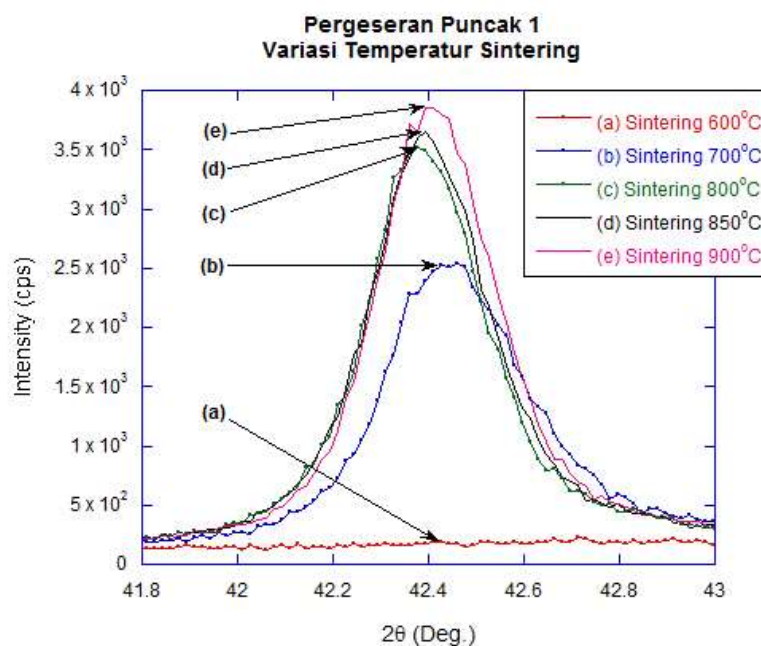
Analisis secara kuantitatif dilakukan perhitungan nilai fraksi fasa sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* untuk mengetahui persentase fasa superkonduktor (fasa MgB_2) dan fasa *impurity* yang terbentuk pada sampel. Nilai fraksi fasa sampel MgB_2 dapat diketahui dengan menggunakan persamaan 2.10. Hasil perhitungan fraksi fasa dari sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Tabel 4.17 dan perhitungannya dapat dilihat pada Lampiran 4.

Tabel 4.17 Analisis kuantitatif fraksi fasa sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Temp. Sintering	Fraksi Fasa (% Volume)	
	Fasa Superkonduktor	Fasa Impurity
Sebelum Sintering	0	100
600 $^\circ C$	2.91	97.09
700 $^\circ C$	81.16	18.84
800 $^\circ C$	91.15	8.85
850 $^\circ C$	97.64	2.36
900 $^\circ C$	97.89	2.11



Tabel 4.17 merupakan analisis kuantitatif fraksi fasa sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* $600^\circ C$, $700^\circ C$, $800^\circ C$, $850^\circ C$ dan $900^\circ C$. Pada sampel MgB_2 sebelum di-*sintering* tidak terdapat fasa MgB_2 , fasa heksagonal MgB_2 mulai terbentuk pada temperatur *sintering* $600^\circ C$ dalam skala yang kecil sekitar 2.91%. Hasil perhitungan fraksi fasa sampel MgB_2 didapatkan semakin tinggi temperatur *sintering* maka semakin dominan fasa heksagonal MgB_2 , sampel MgB_2 yang di *sintering* pada temperatur $900^\circ C$ memiliki fasa superkonduktor paling tinggi dibanding dengan sampel lain yakni 97.89% dan fasa *impurity* 2.11%. Pada sampel polikristalin terdiri dari banyak butir kristal, terjadi deformasi plastis, terdapat *defect* berupa slip disetiap butir kristal yang bervariasi bentuknya sehingga terjadi pergeseran puncak. Hasil analisis secara kualitatif pergeseran puncak 1 pada sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Gambar 4.10.



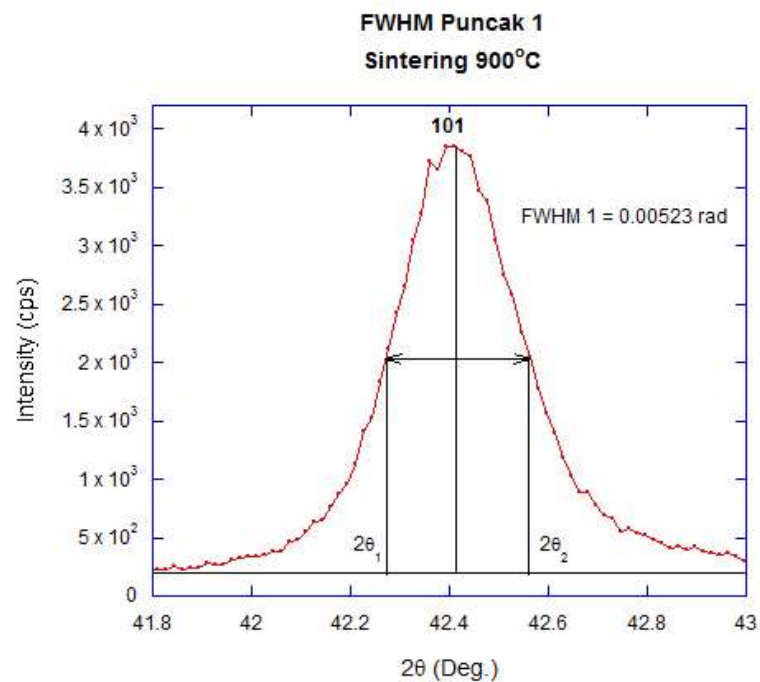
Gambar 4.10 Pergeseran puncak 1 sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Pada Gambar 4.10 dapat diketahui terjadi pergeseran puncak 1 pada $2\theta = 41.8^\circ - 43^\circ$. Pergeseran puncak dianalisis secara kualitatif menggunakan *Software KaleidaGraph*. Sampel MgB_2 dengan penambahan temperatur *sintering* terdapat pergeseran ke arah kanan, dari hasil analisis juga dapat dilihat bahwa sampel



MgB₂ dengan penambahan temperatur *sintering* maka semakin tinggi intensitas yang terbentuk, hal ini terjadi karena dengan penambahan temperatur *sintering* membuat semakin dominan fasa MgB₂. Hasil analisis XRD ini akan diselaraskan dengan data hasil uji *cryogenic magnet*.

Analisis kuantitatif kristalinitas dari puncak-puncak yang terbentuk dapat dihitung menggunakan parameter FWHM (*Full Width at Half Maximum*). Untuk mengetahui FWHM dapat dilakukan dengan 2 cara, pertama dengan menggunakan *Software HighScore* (FWHM instrumen) dan yang kedua dengan analisis menggunakan perhitungan (FWHM observasi), pengukuran FWHM dapat dianalisis menggunakan *Software KaleidaGraph*. Perhitungan FWHM observasi dapat dilakukan dengan mengukur lebar puncak difraksi pada setengah intensitas tertinggi dalam suatu grafik hasil XRD. Hasil pengukuran FWHM observasi dari puncak 1 sampel MgB₂ dengan temperatur *sintering* 900°C dapat dilihat pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 FWHM puncak 1 sampel MgB₂ dengan temperatur *sintering* 900°C

Hasil dari perhitungan FWHM observasi pada sampel MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Tabel 4.18 dan hasil analisis dari FWHM instrumen menggunakan *Software HighScore* pada sampel MgB₂ dengan



variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Tabel 4.19. FWHM yang dihitung adalah FWHM dari 3 puncak tertinggi dengan fasa heksagonal MgB₂. Untuk sampel MgB₂ yang di-*sintering* pada temperatur 600°C tidak dihitung nilai FWHM nya karena 3 puncak tertinggi masih dominan fasa selain fasa heksagonal MgB₂ atau fasa *impurity*.

Tabel 4.18 Data hasil perhitungan FWHM observasi sampel MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering*

Temp. Sintering	FWHM Observasi (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
600°C	-	-	-
700°C	0.00577	0.00427	0.00645
800°C	0.00465	0.00417	0.00578
850°C	0.00475	0.00402	0.00617
900°C	0.00523	0.00356	0.00529

Tabel 4.19 Data hasil analisis FWHM instrumen sampel MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering*

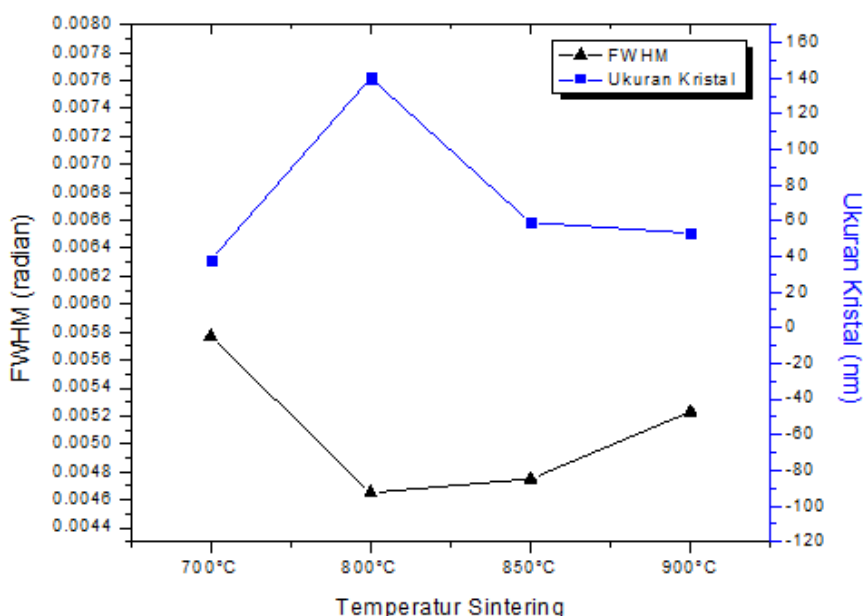
Temp. Sintering	FWHM Instrumen (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
600°C	-	-	-
700°C	0.00146	0.00204	0.00214
800°C	0.00233	0.00291	0.00291
850°C	0.00321	0.00233	0.00467
900°C	0.00409	0.00291	0.00409

Analisis data didapatkan sampel MgB₂ dengan temperatur *sintering* 800°C memiliki nilai FWHM puncak 1 yang sempit dibandingkan dengan sampel lain yakni 0.00465 radian. Semakin lebar FWHM maka semakin kecil ukuran kristalinitas, begitupun sebaliknya semakin sempit FWHM maka semakin besar ukuran kristalinitasnya, sehingga dapat diasumsikan bahwa sampel MgB₂ dengan temperatur 800°C memiliki ukuran kristalinitas yang lebih besar dibanding dengan sampel lain, ukuran kristalinitas yang besar akan mempengaruhi nilai *resistivity* yang terbentuk pada sampel. Sedangkan pada sampel MgB₂ yang di-*sintering* pada temperatur 700°C memiliki FWHM yang lebar, maka dapat



diasumsikan bahwa pada sampel tersebut memiliki ukuran kristalinitas yang kecil dibanding dengan sampel lain. Ukuran kristalit yang diukur dengan pendekatan distribusi *Gaussian* dan nilai FWHM Br dapat dihitung menggunakan persamaan 2.8.

Pergeseran puncak sampel yang disintesis menggunakan *High Energy Ball Milling* cenderung dipengaruhi oleh inhomogeneous strain, sehingga analisis menggunakan metode Hall dapat digunakan. Untuk mengetahui ukuran kristalit dan inhomogeneous strain dapat diketahui dengan menggunakan persamaan 2.9. Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dan meminimalkan error perhitungan dibanding dengan metode Hall. Perhitungan dari inhomogeneous strain dan ukuran kristalit menggunakan metode Hall dan *Least Squares* dapat dilihat pada Lampiran 4. Nilai ukuran kristalit dan *inhomogeneous strain* dari sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Tabel 4.20. Grafik hasil perbandingan FWHM dengan ukuran kristalit dari MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* terdapat pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Grafik perbandingan nilai FWHM dengan ukuran kristalit dari MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*



Tabel 4.20 Analisis kuantitatif ukuran kristalit dan *inhomogeneous strain* sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Temp. Sintering	Ukuran Kristalit		Inhomogeneous Strain	
	Hall	Least-Square	Hall	Least-Square
600°C	-	-	-	-
700°C	38.55	38.19	0.007	0.0069
800°C	140.5	141.5	0.0066	0.0062
850°C	59.25	58.11	0.0017	0.0016
900°C	53.12	55.25	0.0046	0.0046

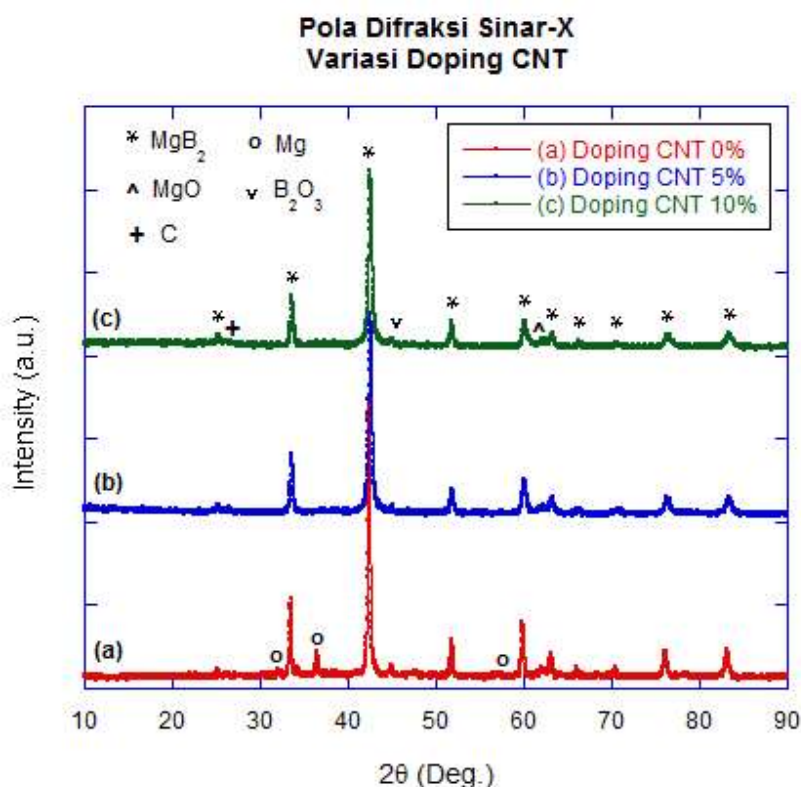
Perhitungan ukuran kristalit menggunakan metode Hall dan metode Least-Square didapatkan hasil ukuran kristalit dan *inhomogeneous strain* yang hampir sama. Ukuran kristalit dari sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* 800°C memiliki nilai ukuran kristalit yang lebih besar dibanding dengan sampel lain, hal ini selaras dengan hasil perhitungan FWHM didapatkan nilai FWHM yang sempit dibandingkan dengan sampel lain, dimana semakin sempit FWHM maka semakin besar ukuran kristalitnya. Ukuran kristalit yang besar dapat mempermudah pasangan elektron (*cooper pairs*) pada superkonduktor melewati batas butir sehingga tidak ada hambatan atau $R=0$ saat pasangan elektron melewati kisi atom, ukuran kristalit yang besar menandakan 1 partikel memiliki 1 kristalit sehingga pasangan elektron dengan mudah melewati kisi. Dari hasil perhitungan didapatkan pergeseran (*strain*) dari sampel yang di-*sintering* pada temperatur 700°C memiliki pergeseran paling besar sekitar 0.007 radian dan pergeseran terkecil pada sampel MgB_2 yang di-*sintering* pada temperatur 850°C sekitar 0.0017 radian, nilai pergeseran yang besar ini mempengaruhi nilai *lattice parameter* yang terdapat pada sampel.

4.2.3 Analisis X-Ray Diffraction (XRD) Variasi Doping CNT

Sampel MgB_2 disintesis menggunakan variasi komposisi doping CNT yang terdiri dari 0%, 5% dan 10%. Pemilihan *doping* CNT pada superkonduktor MgB_2 adalah untuk meningkatkan nilai kerapatan arus kritis (J_c) dan menguatkan *flux pinning* pada MgB_2 . Semua sampel dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui pengaruh penambahan *doping* CNT terhadap pembentukan fasa heksagonal MgB_2 dalam sintesis superkonduktor MgB_2 yang dipreparasi



menggunakan HEBM. Sampel disintesis menggunakan HEBM selama 2 jam dengan *vial milling* yang divakum dan dialiri gas argon dalam *Glove Box* untuk mencegah adanya oksidasi saat proses *milling* berlangsung dan proses *sintering* dilakukan menggunakan metode *powder in a sealed tube* (PIST) untuk mencegah adanya evaporasi dan oksidasi dari Magnesium saat proses perlakuan panas. Sampel dilakukan *sintering* pada temperatur 800°C dengan *holding time* 1 jam. Hasil analisis uji XRD secara kualitatif pada sampel MgB₂ dengan variasi *doping* CNT dapat dilihat pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Grafik hasil *X-Ray Diffraction* sampel MgB₂ dengan variasi komposisi *doping* CNT

Gambar 4.13 merupakan perbandingan hasil XRD sampel MgB₂ dengan variasi komposisi *doping* CNT, dari hasil analisis puncak-puncak difraksi yang muncul menggunakan *Software Match* dengan *database* COD (*Crystallography Open Database*) didapatkan 5 fasa. Analisis kualitatif menggunakan *Software Match* didapatkan fasa MgB₂ (Boron Magnesium) *no.database* 00-038-1369 dengan struktur kristal *hexagonal* pada *space group* P6/mmm nomor 191, fasa Mg



(Magnesium) *no.database* 00-035-0821 dengan struktur kristal *hexagonal* pada *space group* P63/mmc nomor 194, fasa MgO (Magnesium Oxide) *no.database* 00-045-0946 dengan struktur kristal *cubic* pada *space group* Fm-3m nomor 225, fasa B₂O₃ (Boron Oxide) *no.database* 00-076-0781 dengan struktur kristal *Orthorhombic* pada *space group* Ccm21 nomor 36 dan fasa C (Graphite) *no.database* 00-065-6212 dengan struktur kristal *Hexagonal* pada *space group* P63/mmc nomor 194.

Sampel MgB₂ tanpa adanya penambahan *doping* CNT didapatkan fasa MgB₂ sebagai fasa dominan dan masih terdapat fasa *impurity* seperti fasa Mg, fasa B₂O₃ dan fasa MgO. Pada sampel MgB₂ dengan penambahan *doping* CNT 5% didapatkan fasa MgB₂ sebagai fasa dominan dan terdapat sedikit fasa *impurity* seperti fasa B₂O₃, fasa C dan fasa MgO, namun tidak terdapat fasa Mg seperti yang terdapat pada sampel MgB₂ *pure*. Sampel MgB₂ dengan penambahan *doping* CNT 5% didapatkan fasa MgB₂ sebagai fasa dominan dan terdapat sedikit fasa *impurity* seperti fasa B₂O₃, fasa C dan fasa MgO. Penelitian yang dilakukan oleh J. H. Kim et. al. melakukan penelitian MgB₂ yang di-*doping* CNT didapatkan peningkatan nilai *pinning force*, J_c dan H_{c2} tetapi mengalami penurunan T_c dan penurunan intensitas pada hasil XRD (J. H. Kim et. al., 2006), hal ini selaras dengan hasil pengujian XRD yang didapatkan bahwa MgB₂ dengan semakin banyak penambahan *doping* CNT maka semakin rendah intensitas yang terbentuk, penurunan intensitas ini dapat terjadi karena MgB₂ yang di-*doping* dengan CNT mengalami perubahan parameter kisi, dimana parameter kisi a meningkat dan parameter kisi c tetap, hal tersebut yang membuat pergeseran puncak dan menurunnya intensitas pada superkonduktor MgB₂ yang di-*doping* CNT. Hasil XRD ini dapat diselaraskan dengan hasil pengujian cryogenic untuk mengetahui pengaruh penambahan CNT pada MgB₂ terhadap T_c dari MgB₂.

Analisis secara kualitatif dapat diidentifikasi bahwa dengan penambahan *doping* CNT maka semakin banyak fasa MgB₂ yang terbentuk. Tidak adanya fasa Fe pada semua sampel dapat menunjukkan material *stainless steel* SS304 tidak terjadi reaksi dengan material MgB₂ sehingga tidak menjadi pengotor pada sampel MgB₂. Menurut penelitian bahan tabung yang optimal digunakan untuk sintesis superkonduktor menggunakan metode *powder in a sealed tube* (PIST) adalah Fe



dan SS karena material tersebut tidak bereaksi ketika diberi perlakuan panas dan menghasilkan superkonduktor MgB_2 dengan temperatur kritis (T_c) yang tinggi dibandingkan bahan lain (Varghese N *et al*, 2007). Adanya sejumlah kecil fasa MgO pada semua sampel menunjukkan bahwa tabung *stainless steel* SS304 dapat mengurangi oksidasi dan mencegah evaporasi Mg ketika proses perlakuan panas berlangsung. Terdapat fasa B_2O_3 terjadi karena adanya Boron mengeluarkan kalor pada proses *sintering* secara eksotermal, hal ini sesuai dengan hasil uji DTA yang Boron mengeluarkan panas/ kalor dengan ditandai adanya puncak eksotermal. Pada sampel MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT didapatkan fasa C tetapi dalam skala yang kecil pada sudut $2\theta = 26.5$, adanya fasa C pada sampel menunjukkan adanya *doping* CNT pada MgB_2 dan hal tersebut dapat diidentifikasi bahwa ada sebagian *doping* CNT yang mensubstitusi B dan ada sebagian *doping* CNT yang tidak mensubstitusi B. Tabel 4.21 merupakan *entry database* analisa kualitatif sampel MgB_2 dengan variasi komposisi *doping* CNT.

Tabel 4.21 *Entry database* analisa kualitatif sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

<i>Entry No.</i>	00-038-1369	00-035-0821	00-045-0946	00-076-0781	00-065-6212
<i>Mineral name</i>	Boron Magnesium	Magnesium	Magnesium Oxide	Boron Oxide	Graphite
<i>Formula sum</i>	MgB_2	Mg	MgO	B_2O_3	C
<i>Space group</i>	P6/mmm (191)	P63/mmc (194)	Fm-3m (225)	Ccm21 (36)	P63/mmc (194)
<i>Crystal system</i>	Hexagonal	Hexagonal	Cubic	Orthorhombic	Hexagonal
<i>Cell parameters</i>	a=3.0864 Å, c=3.5215 Å	a=3.2093 Å, c=5.2112 Å	a=4.2112 Å	a=4.613 Å, b=7.803 Å, c=5.2112Å	a=2.464 Å, c=6.711 Å,

Menurut literatur sebagian karbon dalam CNT dapat mensubstitusi B di dalam kisi kristal MgB_2 , sedangkan CNT yang tidak bereaksi dapat bertindak sebagai pusat *pinning* yang efektif sehingga menghasilkan medan ireversibilitas (Hirr) yang lebih baik, pemberian *doping* CNT pada MgB_2 memberikan penguatan *flux pinning* MgB_2 sehingga nilai J_c dan H_{c2} meningkat. Hal ini karena



CNT memiliki sifat listrik yang baik, sifat termal dan sifat mekanik yang baik, ketika medan magnet masuk menerobos material superkonduktor, diantara medan magnet tersebut terdapat CNT yang mengalirkan medan listrik sehingga arus kritis (J_c) naik saat medan magnet $H > 0$ diterapkan (J.H. Kim, 2006) dan CNT yang tidak bereaksi memberikan penguatan *flux pinning* pada superkonduktor MgB_2 sehingga meningkatkan nilai H_{c2} (W. K. Yeoh, 2006). Superkonduktor MgB_2 yang di-*doping* dengan CNT mengalami peningkatan nilai J_c dan H_{c2} tetapi mengalami penurunan T_c saat medan magnet luar diberikan (Qi Cai, 2013). Data hasil analisis puncak-puncak yang teridentifikasi sebagai fasa superkonduktor dan fasa impurity pada sampel MgB_2 dengan variasi komposisi doping CNT dapat dilihat pada Tabel 4.22 hingga Tabel 4.24.

Tabel 4.22 Hasil analisis puncak sampel MgB_2 tanpa penambahan *doping* CNT

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	25.2255	76.15	Mg	32.1434	61.17
MgB_2	33.4497	844.23	Mg	36.4734	239.52
MgB_2	42.3486	3179.12	Mg	57.16	35.46
MgB_2	51.7943	391.82	MgO	62.1193	94.21
MgB_2	59.8633	647.08	B_2O_3	44.8922	97.39
MgB_2	63.0783	244.66			
MgB_2	65.9843	105.93			
MgB_2	70.351	91.27			
MgB_2	76.076	301.12			
MgB_2	83.1075	316.3			
Total Int.		6197.68	Total Int.		527.75



Tabel 4.23 Hasil analisis puncak sampel MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT 5%

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	25.2764	71.78	MgO	62.2378	78.67
MgB_2	33.6073	703.69	B_2O_3	45.0134	56.84
MgB_2	42.5636	2277.88	C	26.5538	30.9
MgB_2	51.8652	283.01			
MgB_2	59.9849	356.67			
MgB_2	63.2992	152.13			
MgB_2	66.4327	40.49			
MgB_2	70.6822	46.93			
MgB_2	76.2371	170.24			
MgB_2	83.3464	167.21			
Total Int.		4270.03	Total Int.		166.41

Tabel 4.24 Hasil analisis puncak sampel MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT 10%

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2 θ	Int.	Fasa	2 θ	Int.
MgB_2	25.2613	76.7	MgO	62.1031	63.62
MgB_2	33.5305	504.18	B_2O_3	44.9594	60.26
MgB_2	42.4749	1970.84	C	26.6745	21.57
MgB_2	51.8152	263.72			
MgB_2	60.1228	295.9			
MgB_2	63.24	147.31			
MgB_2	66.1922	46.16			
MgB_2	70.6309	30.59			
MgB_2	76.2961	108.9			
MgB_2	83.4607	139.87			
Total Int.		3584.17	Total Int.		145.45

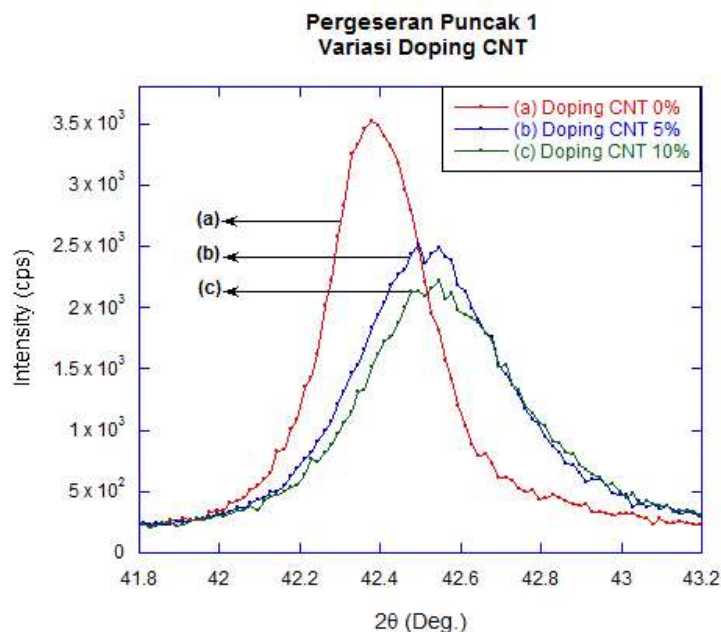


Analisis secara kuantitatif dilakukan perhitungan nilai fraksi fasa sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT untuk mengetahui persentase fasa superkonduktor (fasa MgB_2) dan fasa *impurity* yang terbentuk pada sampel. Nilai fraksi fasa sampel MgB_2 dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.10. Hasil perhitungan fraksi fasa dari sampel MgB_2 dengan variasi komposisi *doping* CNT dapat dilihat pada Tabel 4.25 dan perhitungannya dapat dilihat pada Lampiran 4.

Tabel 4.25 Analisis kuantitatif fraksi fasa sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

<i>Doping</i>	Fraksi Fasa (% Volume)	
	Fasa Superkonduktor	Fasa Impurity
CNT 0%	91.15	8.85
CNT 5%	96.24	3.76
CNT 10%	96.31	3.69

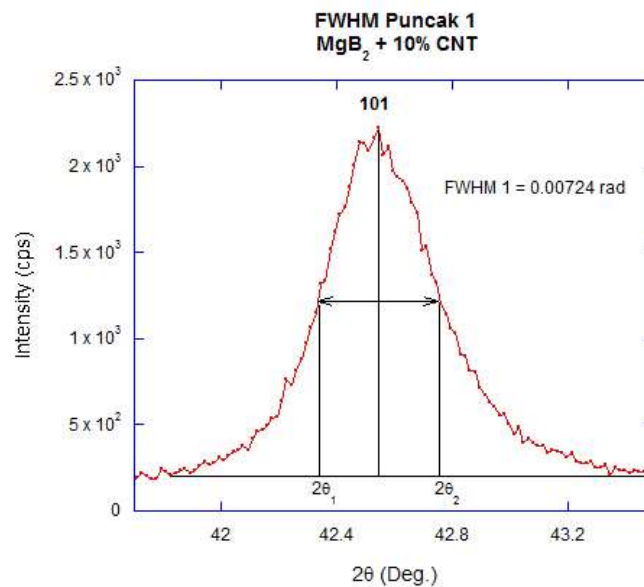
Tabel 4.25 merupakan analisa kuantitatif fraksi fasa sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT 0 wt%, 5 wt% dan 10 wt%. Sampel MgB_2 tanpa *doping* CNT memiliki fasa superkonduktor sebesar 91.15% dan fasa *impurity* sebesar 8.85%, sampel MgB_2 yang ditambah dengan *doping* CNT 5 wt% memiliki fasa superkonduktor sebesar 96.24% dan fasa *impurity* sebesar 3.76%. Sedangkan pada sampel MgB_2 yang ditambah dengan *doping* CNT 10 wt% memiliki fasa superkonduktor sebesar 96.31% dan fasa *impurity* sebesar 3.69%. Dari hasil perhitungan fraksi fasa sampel MgB_2 dengan variasi komposisi *doping* CNT didapatkan sampel MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT mengalami peningkatan fraksi fasa superkonduktor MgB_2 dibanding dengan sampel MgB_2 *pure*. Pada sampel polikristalin terdiri dari banyak butir kristal, terjadi deformasi plastis, terdapat *defect* berupa slip disetiap butir kristal yang bervariasi bentuknya sehingga terjadi pergeseran puncak. Hasil analisis secara kualitatif pergeseran puncak 1 pada sampel MgB_2 dengan variasi komposisi *doping* CNT dapat dilihat pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Pergeseran puncak 1 sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

Pada Gambar 4.14 dapat diketahui terjadi pergeseran puncak 1 pada $2\theta = 41.8^\circ - 43.2^\circ$. Pergeseran puncak dianalisis secara kualitatif menggunakan *Software KaleidaGraph*. Sampel MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT terdapat pergeseran ke arah kanan, MgB_2 yang di-*doping* dengan CNT mengalami perubahan parameter kisi, dimana parameter kisi a meningkat dan parameter kisi c tetap, hal tersebut yang membuat pergeseran puncak pada MgB_2 yang di-*doping* CNT. Hasil analisis XRD ini akan diselaraskan dengan hasil uji *cryogenic magnet*.

Analisis kuantitatif kristalinitas dari puncak-puncak yang terbentuk dapat dihitung menggunakan parameter FWHM (*Full Width at Half Maximum*). Untuk mengetahui FWHM dapat dilakukan dengan 2 cara, pertama dengan menggunakan *Software HighScore* (FWHM instrumen) dan yang kedua dengan analisis menggunakan perhitungan (FWHM observasi), pengukuran FWHM dapat dianalisis menggunakan *Software KaleidaGraph*. Perhitungan FWHM observasi dapat dilakukan dengan mengukur lebar puncak difraksi pada setengah intensitas tertinggi dalam suatu grafik hasil XRD. Hasil pengukuran FWHM observasi dari puncak 1 sampel MgB_2 dengan *doping* CNT 10% dapat dilihat pada Gambar 4.15.



Gambar 4.15 FWHM puncak 1 sampel MgB_2 dengan *doping* CNT 10%

Hasil dari perhitungan FWHM observasi pada sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT dapat dilihat pada Tabel 4.26 dan hasil analisis dari FWHM instrumen menggunakan *Software HighScore* pada sampel MgB_2 dengan *doping* CNT dapat dilihat pada Tabel 4.27. FWHM yang dihitung adalah FWHM dari 3 puncak tertinggi dengan fasa heksagonal MgB_2 .

Tabel 4.26 Data hasil perhitungan FWHM observasi sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

<i>Doping</i>	FWHM (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
CNT 0%	0.00465	0.00417	0.00578
CNT 5%	0.00744	0.00535	0.00734
CNT 10%	0.00724	0.00567	0.00874

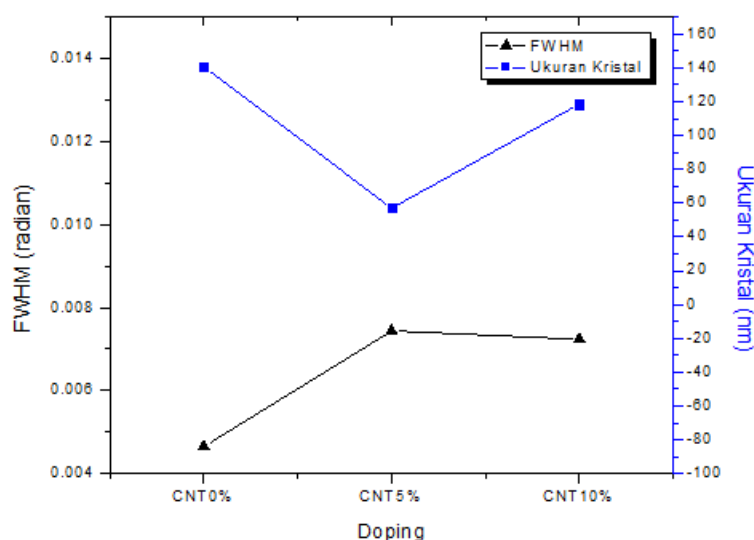
Tabel 4.27 Data hasil analisis FWHM instrumen sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

<i>Doping</i>	FWHM (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
CNT 0%	0.00233	0.00291	0.00291
CNT 5%	0.00175	0.00525	0.00291
CNT 10%	0.00642	0.00409	0.00700



Analisis data didapatkan sampel MgB_2 tanpa penambahan *doping* CNT memiliki nilai FWHM puncak 1 yang sempit dibandingkan dengan sampel lain yakni 0.00465 radian. Semakin lebar FWHM maka semakin kecil ukuran kristalinitas, begitupun sebaliknya semakin sempit FWHM maka semakin besar ukuran kristalinitasnya, sehingga dapat diasumsikan bahwa sampel MgB_2 yang disintesis tanpa menggunakan *doping* CNT memiliki ukuran kristalit yang lebih besar dibanding dengan sampel lain. Ukuran kristalit yang diukur dengan pendekatan distribusi *Gaussian* dan nilai FWHM Br yang terkait dengan perubahan ukuran kristal dapat dihitung menggunakan persamaan 2.8.

Pergeseran puncak sampel yang disintesis menggunakan *High Energy Ball Milling* cenderung dipengaruhi oleh inhomogeneous strain, sehingga analisis menggunakan metode Hall dapat digunakan. Untuk mengetahui ukuran kristalit dan inhomogeneous strain dapat diketahui dengan menggunakan persamaan 2.9. Perhitungan analisis secara kuantitatif dari inhomogeneous strain dan ukuran kristalit menggunakan metode Hall dan metode Least Squares dapat dilihat pada Lampiran 4. Nilai ukuran kristalit dan *inhomogeneous strain* dari sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT dapat dilihat pada Tabel 4.28. Grafik hasil perbandingan FWHM dengan ukuran kristalit dari MgB_2 dengan variasi *doping* CNT dapat dilihat pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Grafik perbandingan nilai FWHM dengan ukuran kristalit dari MgB_2 variasi *doping* CNT



Tabel 4.28 Analisis kuantitatif ukuran kristalit dan *inhomogeneous strain* sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

Doping	Ukuran Kristalit		Inhomogeneous Strain	
	Hall	Least-Square	Hall	Least-Square
CNT 0%	140.5	141.5	0.0066	0.0062
CNT 5%	57.06	56.64	0.0081	0.0081
CNT 10%	118.51	117.7	0.0065	0.0067

Perhitungan ukuran kristalit menggunakan metode Hall dan metode Least-Square didapatkan hasil ukuran kristalit dan *inhomogeneous strain* yang hampir sama. Ukuran kristalit dari sampel MgB_2 yang disintesis tanpa penambahan *doping* CNT memiliki ukuran kristalit yang lebih besar dibanding dengan sampel yang lain, hal ini selaras dengan hasil perhitungan FWHM didapatkan nilai FWHM yang sempit dibandingkan dengan sampel lain, dimana semakin sempit FWHM maka semakin besar ukuran kristalitnya, ukuran kristal yang besar dapat mempermudah pasangan elektron (*cooper pairs*) pada superkonduktor melewati batas butir sehingga tidak ada hambatan atau $R=0$ saat pasangan elektron melewati kisi atom, ukuran kristalit yang besar menandakan 1 partikel memiliki 1 kristalit sehingga pasangan elektron dengan mudah melewati kisi. Dari hasil perhitungan didapatkan pergeseran (*strain*) dari sampel MgB_2 yang di-*doping* CNT 5 wt% mengalami pergeseran terbesar sekitar 0.0081 radian.

4.3 Hasil Analisis Uji *Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX)

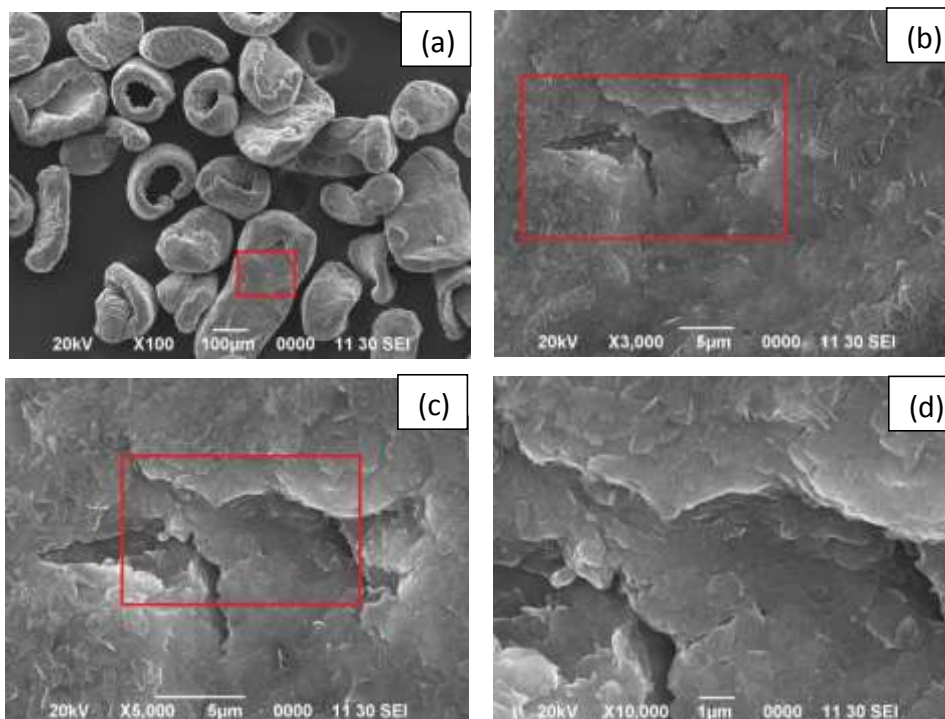
Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan untuk mendapatkan gambaran morfologi dari sampel. Untuk menganalisis hasil SEM maka digunakan teknik EDX (*Energy Dispersive X-Ray*) untuk mendapatkan distribusi unsur dan komposisi dari sampel. Dari citra morfologi permukaan ini dapat diamati ukuran partikel kristal, distribusi kristal dan porositas dari setiap sampel, sedangkan dari komposisi didapatkan analisa komposisi dari permukaan sampel secara kuantitatif.

Bahan yang digunakan adalah Magnesium (98.5 wt.% purity, 0.06-0.3 mm, EMD Milipore Corporation, Austria) dan Boron *Amorf* (95 wt.% purity, 2



μm , EMD Millipore Corporation, Germany), untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsur yang terdapat pada kedua bahan sebelum dilakukan perlakuan, maka kedua bahan tersebut di uji SEM-EDX untuk memastikan bahan yang digunakan tidak memiliki unsur pengotor sehingga hasil yang didapatkan pada MgB_2 lebih efektif.

Analisis secara kualitatif pada uji SEM dilakukan beberapa kali perbesaran, perbesaran skala kecil untuk mengetahui morfologi dan distribusi penyebaran partikel (kehomogenan), perbesaran skala besar untuk mengetahui topografi dan porositas partikel, analisa distribusi penyebaran unsur pada setiap sampel dapat diketahui dengan *mapping*. Perbesaran yang digunakan adalah 100X, 500X, 1.500X, 3.000x, 5.000x dan 10.000X. Hasil *Secondary Electron* SEM dari Magnesium dapat dilihat pada Gambar 4.17. Analisis secara kuantitatif dari uji SEM dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel kristal dan analisa komposisi unsur dari permukaan sampel menggunakan EDX. Hasil analisa kuantitatif EDX komposisi Magnesium dapat dilihat pada Tabel 4.29.



Gambar 4.17 Hasil *Secondary Electron* SEM unsur Magnesium pada perbesaran (a) 100X, (b) 3.000X, (c) 5.000X dan (d) 10.000X



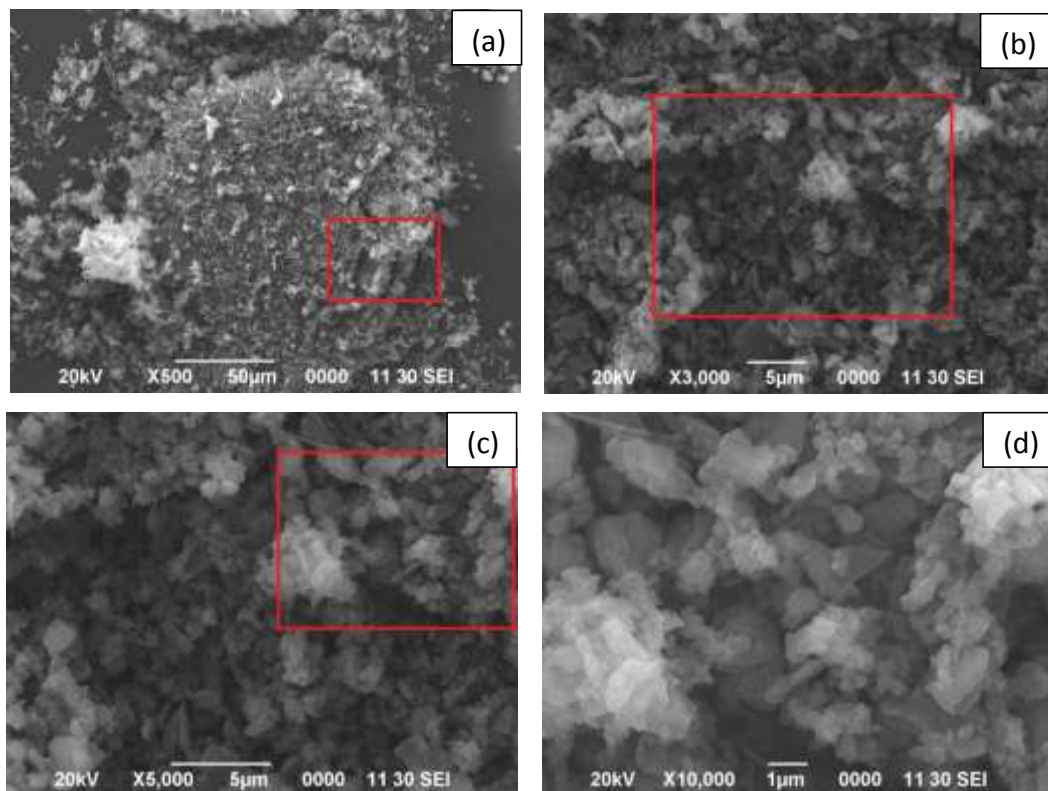
Tabel 4.29 Analisa kuantitatif EDX komposisi Magnesium pada perbesaran 100X

Unsur	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)
Mg	100	87.85
O	0	12.15
Total		100

Gambar 4.17 merupakan hasil *Secondary Electron SEM* dari Magnesium, pada Gambar (a) perbesaran 100X menunjukkan distribusi penyebaran partikel dari Magnesium memiliki morfologi tidak beraturan (heterogen) dan ukuran yang tidak sama ($>100 \mu\text{m}$), sedangkan pada Gambar (d) Magnesium perbesaran 10.000X menunjukkan topografi dari Magnesium memiliki kerapatan yang tinggi dengan tidak ada porositas, di beberapa spot terlihat butir Magnesium yang menyatu sehingga batas butirnya tidak terlihat dengan jelas. Menurut literatur didapatkan serbuk Mg memiliki ukuran yang lebih besar dibanding dengan serbuk B, ukuran dan morfologi Mg tidak beraturan (Qi Cai *et. al.*, 2013). Tabel 2.29 menunjukkan hasil analisa kuantitatif EDX komposisi Magnesium pada perbesaran 100X, pada hasil analisis didapatkan unsur Magnesium dengan persentase atomik (at%) sebesar 87.85 at%, namun pada hasil EDX didapatkan unsur Oksigen dengan persentase atomik (at%) sebesar 12.15 at%. Adanya Oksigen pada Magnesium dapat diidentifikasi bahwa ada sebagian Magnesium yang terjadi oksidasi sehingga berikatan dengan Oksigen menjadi Magnesium Oxide (MgO). Hasil *Secondary Electron SEM* dari Boron dapat dilihat pada Gambar 4.18 dan Hasil analisa kuantitatif EDX komposisi Boron *Amorf* terdapat pada Tabel 4.30.

Tabel 4.30 Analisa kuantitatif EDX komposisi Boron *Amorf* pada perbesaran 500X

Unsur	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)
B	100	90.27
O	0	9.73
Total		100



Gambar 4.18 Hasil *Secondary Electron* SEM unsur Boron *Amorf* pada perbesaran (a) 500X, (b) 3.000X, (c) 5.000X dan (d) 10.000X

Gambar 4.18 merupakan hasil *Secondary Electron* SEM dari Boron *Amorf*, pada Gambar (a) perbesaran 500X menunjukkan distribusi penyebaran partikel dari Boron memiliki morfologi yang homogen dan ukuran yang hampir sama ($<1 \mu\text{m}$), sedangkan pada Gambar (d) perbesaran 10.000X menunjukkan topografi dari Boron memiliki kerapatan yang baik dengan sedikit porositas, di beberapa spot terlihat butir Boron yang aglomerasi sehingga batas butirnya tidak terlihat dengan jelas. Menurut literatur didapatkan morfologi yang halus dengan ukuran yang homogen (Qi Cai *et. al.*, 2013). Tabel 2.30 menunjukkan hasil analisa kuantitatif EDX komposisi Boron *Amorf* pada perbesaran 500X, pada hasil analisis didapatkan unsur Boron dengan persentase atomik (at%) sebesar 90.27 at%, namun pada hasil EDX didapatkan unsur Oksigen dengan persentase atomik (at%) sebesar 9.73 at%. Adanya Oksigen pada Boron dapat diidentifikasi bahwa ada sebagian Boron yang terjadi oksidasi sehingga berikatan dengan Oksigen menjadi B_2O_3 .

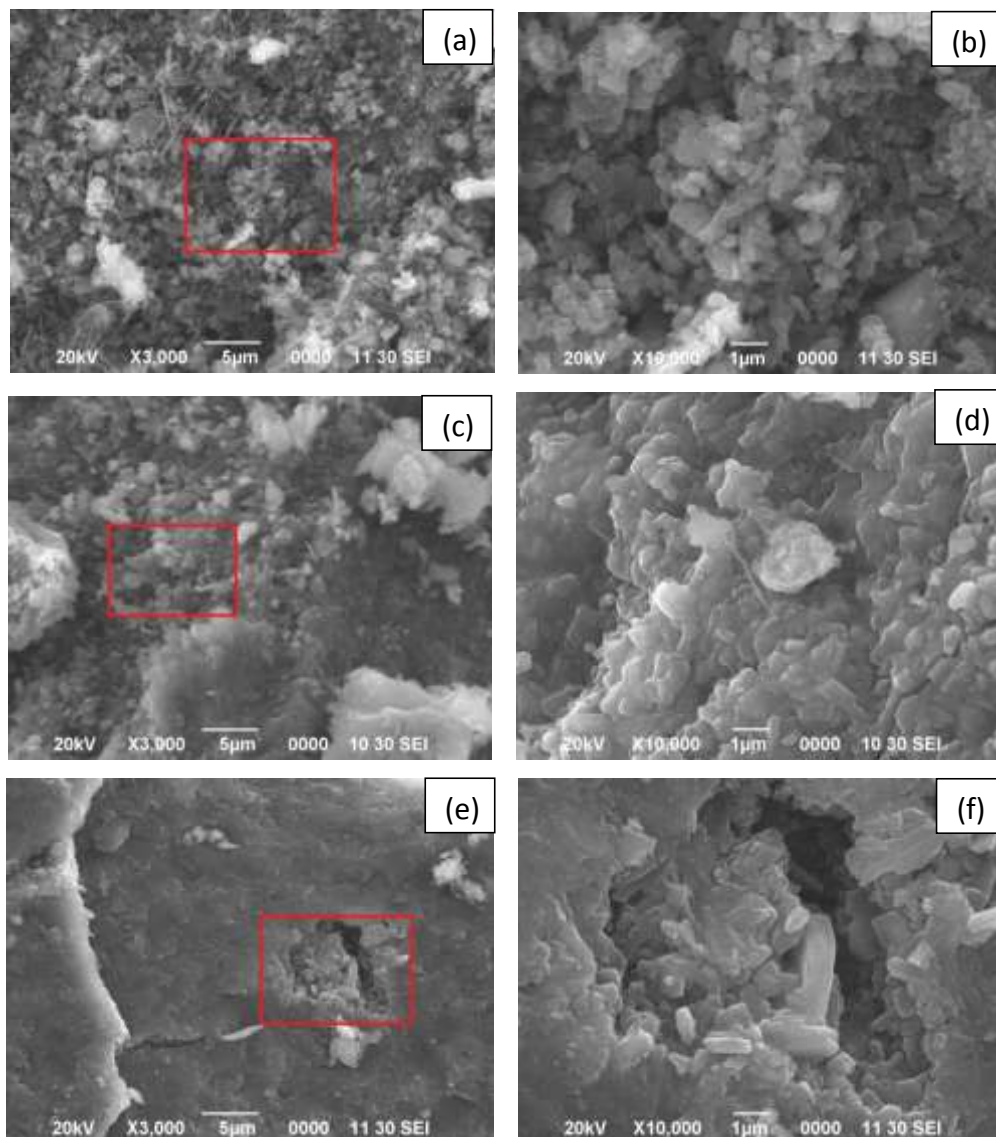


Pada penelitian ini dilakukan 3 tahap, pada tahap pertama dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan 3 metode *milling* yang berbeda, tahap kedua dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* dan pada tahap ketiga dilakukan sintesis superkonduktor MgB_2 dengan variasi komposisi *doping* CNT. Ketiga tahapan tersebut dianalisis menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsur, analisis hasil SEM-EDX dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif. Hasil uji SEM-EDX ini akan dikomparasikan dengan hasil uji XRD, uji DTA dan uji *Cryogenic Magnet*.

4.3.1 Analisis *Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) 3 Metode *Milling* Berbeda

Sampel MgB_2 disintesis menggunakan 3 metode pencampuran yang berbeda : 1). Metode *hand milling* menggunakan mortar agate selama 30 menit, 2). Metode *mechanical alloying* menggunakan *High Energy Ball Milling* (HEBM) dengan udara bebas selama 2 jam dan 3). Metode *mechanical alloying* menggunakan *High Energy Ball Milling* (HEBM) dengan argon selama 2 jam. Semua sampel MgB_2 dilakukan *sintering* pada temperatur $800^\circ C$ dengan *holding time* 1 jam didalam *muffle furnace* dengan teknik PIST untuk mencegah evaporasi dan oksidasi Magnesium saat proses *sintering* berlangsung. Pemilihan temperatur *sintering* $800^\circ C$ karena dari hasil analisis uji DTA sampel MgB_2 mulai terbentuk fasa MgB_2 secara *solid-liquid* pada temperatur diatas $740.9^\circ C$.

Morfologi dan distribusi komposisi unsur dari ketiga metode tersebut dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk membandingkan metode mana yang paling efektif dalam sintesis superkonduktor MgB_2 . Analisis secara kualitatif pada uji SEM dilakukan beberapa kali perbesaran, perbesaran skala kecil untuk mengetahui morfologi dan distribusi penyebaran partikel (kehomogenan), perbesaran skala besar untuk mengetahui topografi dan porositas partikel, analisa distribusi penyebaran unsur pada setiap sampel dapat diketahui dengan *mapping*. Hasil uji SEM dari sampel MgB_2 yang disintesis dengan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.19.

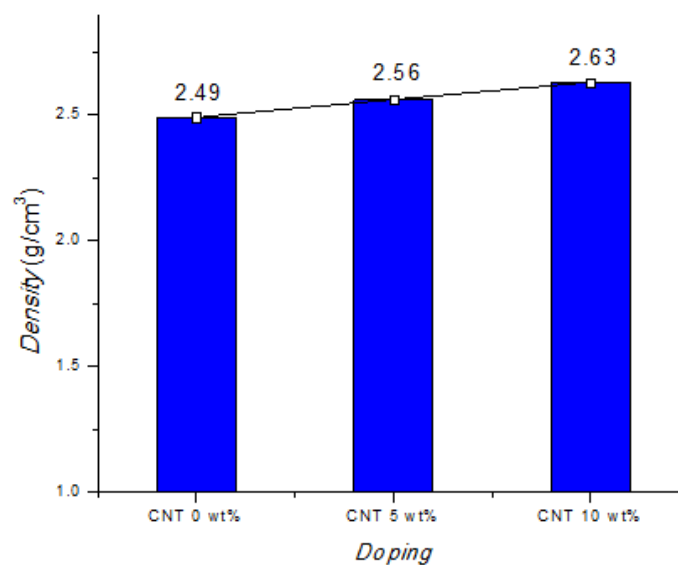


Gambar 4.19 Hasil *Secondary Electron* SEM dari MgB_2 (a) agate mortar perbesaran 3.000X, (b) agate mortar perbesaran 10.000X, (c) HEBM udara bebas perbesaran 3.000X, (d) HEBM udara bebas perbesaran 10.000X, (e) HEBM argon perbesaran 3.000X dan (f) HEBM argon perbesaran 10.000X

Gambar 4.19 (a) merupakan hasil *Secondary Electron* SEM dari MgB_2 dengan menggunakan agate mortar pada perbesaran 3.000X didapatkan distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang tidak homogen berbentuk *sphere* partikel yang tidak teratur dapat diidentifikasi sebagai fasa heksagonal MgB_2 yang tidak homogen, sedangkan pada Gambar 4.19 (b) perbesaran 10.000X menunjukkan topografi dari MgB_2 menggunakan mortar agate memiliki kerapatan yang baik dengan sedikit porositas, terjadi aglomerasi dan masih terdapat sisa



Magnesium yang belum mencair. Gambar 4.19 (c) MgB_2 menggunakan HEBM dengan udara bebas pada perbesaran 3.000X didapatkan distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang tidak homogen berbentuk *rod* dan di beberapa titik masih terlihat adanya sisa Magnesium yang belum mencair, sedangkan pada Gambar 4.19 (d) perbesaran 10.000X menunjukkan topografi dari MgB_2 menggunakan HEBM dengan udara bebas menunjukkan topografi partikel heksagonal MgB_2 dengan berbagai ukuran dan memiliki kerapatan yang tinggi tanpa ada porositas. Gambar 4.19 (e) MgB_2 menggunakan HEBM dengan argon didapatkan distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang homogen dan masih terdapat sisa Magnesium yang belum mencair, sedangkan pada Gambar 4.19 (f) perbesaran 10.000X menunjukkan topografi dari MgB_2 mulai terbentuk kristal MgB_2 dengan bentuk *rod* dengan ukuran yang tidak homogen dan memiliki kerapatan yang tinggi. Analisis secara kuantitatif kerapatan sampel MgB_2 yang disintesis dengan menggunakan 3 metode berbeda dapat dihitung dengan persamaan 2.6. Hasil perhitungan kerapatan sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Lampiran 1 dan diplot dalam Gambar 4.20.



Gambar 4.20 Densitas sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda

Gambar 4.20 merupakan densitas sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda, dari hasil perhitungan densitas didapatkan bahwa MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM memiliki nilai densitas yang lebih baik dibanding dengan



MgB₂ yang disintesis menggunakan mortar agate. Hal ini sesuai dengan analisis secara kualitatif dari SEM yang didapatkan sampel MgB₂ dengan menggunakan HEBM lebih tinggi kerapatannya dibanding dengan menggunakan mortar agate. Menurut referensi nilai densitas MgB₂ adalah 2.52 g/cm³ (Wang, 2012).

Dari analisis secara kualitatif hasil uji SEM didapatkan bahwa MgB₂ yang disintesis menggunakan HEBM memiliki kerapatan yang lebih baik dan memiliki kehomogenan yang lebih baik dibanding dengan MgB₂ yang disintesis menggunakan mortar agate. Kerapatan butir yang baik akan menyebabkan konektivitas di batas butir tinggi, konektivitas inilah yang mempengaruhi kerapatan arus kritis (J_c) pada MgB₂ (Y. Shimada *et.al.*, 2016). Jika dilihat dari topografi antara sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan mortar agate dan HEBM didapatkan perbedaan dimana sampel yang disintesis dengan menggunakan HEBM memiliki permukaan yang lebih pipih dibanding dengan sampel dengan menggunakan mortar agate.

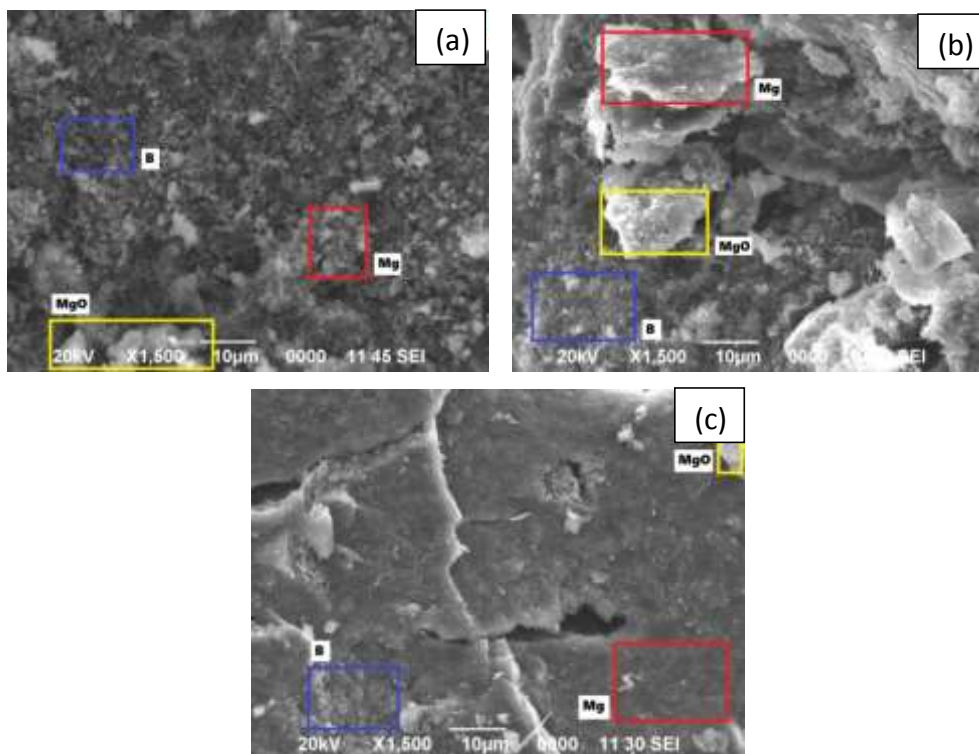
Penelitian yang dilakukan oleh E. Aksu yang mensintesis MgB₂ dengan menggunakan HEBM didapatkan morfologi heksagonal MgB₂ dengan bentuk *rod* yang tidak homogen pada temperatur sintering 800°C (E. Aksu, 2013). Muralidhar *et. al.* melakukan penelitian MgB₂ dengan menggunakan mortar agate selama 30 menit, pada temperatur sintering 800°C didapatkan morfologi berbentuk *sphere* yang tidak homogen (Muralidhar *et. al.*, 2015). Untuk mengetahui komposisi unsur dari MgB₂ maka dilakukan EDX. Perbandingan persentase atomik teoritis (at%) sampel dengan persentase atomik EDX (at%) dari MgB₂ dengan 3 metode berbeda pada perbesaran 500X terdapat pada Tabel 4.31.

Tabel 4.31 Perbandingan persentase atomik teoritis (at%) sampel dengan persentase atomik EDX (at%) dari MgB₂ dengan 3 metode berbeda pada perbesaran 500X

Metode	Unsur Mg		Unsur B	
	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)
Mortar Agate	33.33	20.22	66.67	65.33
HEBM Udara Bebas	33.33	22.2	66.67	73.53
HEBM Argon	33.33	31.74	66.67	65.31

Hasil analisa MgB_2 menggunakan mortar agate didapatkan unsur Mg dengan persentase atomik sebesar 20.22 at%, unsur B dengan persentase atomik sebesar 65.33 at% dan unsur O dengan persentase 14.45%. MgB_2 menggunakan HEBM udara bebas didapatkan unsur Mg dengan persentase atomik sebesar 22.2 at%, unsur B dengan persentase atomik sebesar 73.53 at% dan unsur O dengan persentase 4.27%. MgB_2 menggunakan HEBM argon didapatkan unsur Mg dengan persentase atomik sebesar 31.74 at%, unsur B dengan persentase atomik sebesar 65.31 at% dan terdapat unsur O dengan persentase 2.95%.

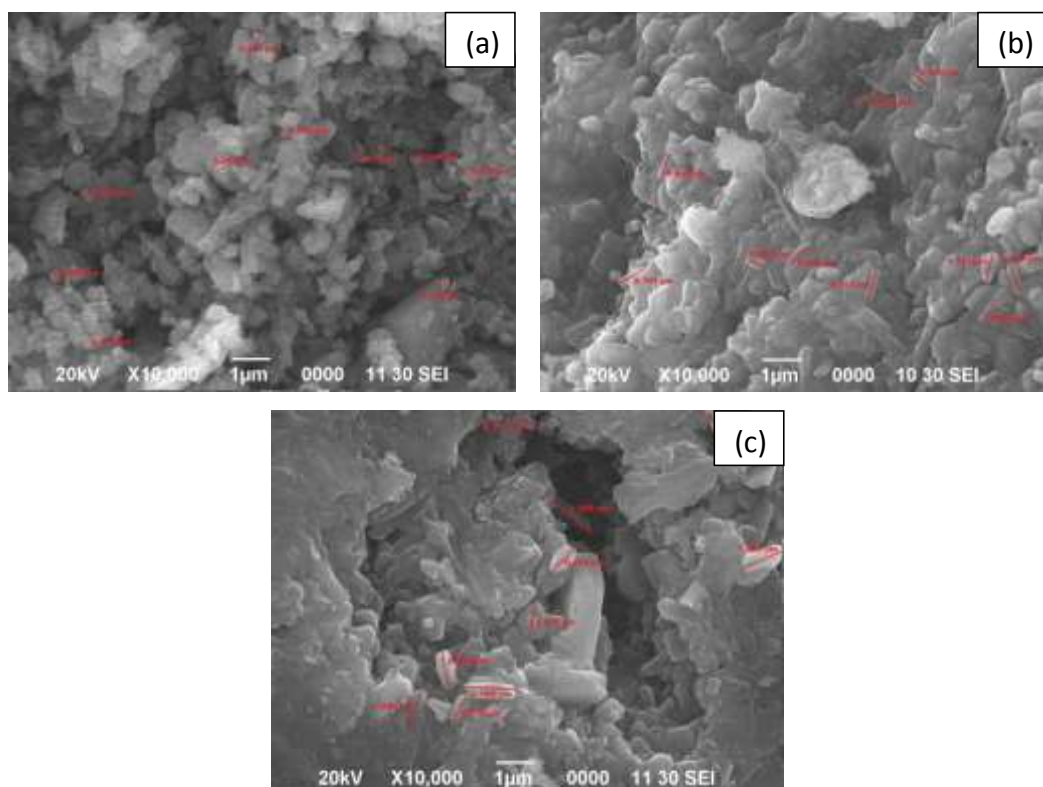
Oksigen pada semua sampel dapat diidentifikasi bahwa ada sebagian Magnesium yang terjadi oksidasi sehingga berikatan dengan Oksigen menjadi MgO , hal ini sesuai dengan pengujian XRD yang didapatkan fasa MgO pada semua sampel meskipun dalam skala yang kecil. Sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM dengan argon didapatkan persentase Oksigen yang lebih kecil dibanding dengan sampel lain, hal ini karena adanya gas argon yang mengurangi adanya oksidasi saat proses milling. Distribusi penyebaran unsur dari MgB_2 dengan menggunakan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.21.



Gambar 4.21 Hasil *mapping* MgB_2 pada perbesaran 1.500X (a) agate mortar, (b) HEBM udara bebas dan (c) HEBM argon



MgB₂ merupakan *alloying* antara Mg dan B, penggunaan mortar agate dan HEBM yang tidak homogen menyebabkan adanya distribusi penyebaran unsur tidak merata, terdapat spot yang kaya akan Mg dan ada spot yang kaya akan B. Untuk mengetahui distribusi penyebaran unsur tersebut dapat dianalisa menggunakan *mapping* pada SEM. Hasil EDX dan *mapping* dari semua sampel dapat dilihat pada Lampiran 5. Berdasarkan Gambar 4.21 didapatkan hasil *mapping* MgB₂ pada perbesaran 1.500X, analisis semua sampel dari hasil *mapping* didapatkan distribusi penyebaran unsur Mg dan B masih tidak merata, masih ada spot yang kaya akan Mg dan spot yang kaya akan B, sehingga perlu adanya waktu milling yang lebih lama dari 2 jam untuk mendapatkan sampel MgB₂ yang homogen. MgB₂ yang memiliki kehomogenan yang tinggi akan memiliki reaktivitas yang lebih baik dan peningkatan superkonduktivitas yang lebih baik pada superkonduktor MgB₂. Analisis kuantitatif ukuran partikel sampel MgB₂ dengan menggunakan 3 metode berbeda terdapat pada Gambar 4.22 dan Tabel 4.32.



Gambar 4.22 Morfologi ukuran partikel dari sampel MgB₂ (a) mortar agate, (b) HEBM udara bebas dan (c) HEBM argon



Tabel 4.32 Hasil analisis ukuran partikel dari sampel MgB_2 dengan menggunakan 3 metode berbeda

Partikel Ke-	Ukuran Partikel (μm)		
	Mortar Agate	HEBM Udara Bebas	HEBM Argon
1	0.244	0.603	1.083
2	0.296	0.733	0.965
3	0.276	0.712	1.182
4	0.254	0.701	0.725
5	0.215	0.619	0.906
6	0.294	0.658	0.764
7	0.224	0.745	1.038
8	0.234	0.606	1.098
9	0.212	0.629	0.891
10	0.259	0.621	0.717
Rata-rata	0.2508	0.6627	0.9369

Analisis secara kuantitatif ukuran partikel dari sampel dapat diketahui dengan menggunakan *Software ImageJ*, hasil analisis ukuran partikel didapatkan sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan mortar agate memiliki morfologi berbentuk *sphere* dengan ukuran rata-rata diameter 0.2508 μm , sampel yang disintesis menggunakan HEBM udara bebas memiliki morfologi berbentuk *rod* dengan ukuran rata-rata panjang 0.6627 μm dan sampel yang disintesis menggunakan HEBM argon memiliki morfologi berbentuk *rod* dengan ukuran rata-rata panjang 0.9369 μm .

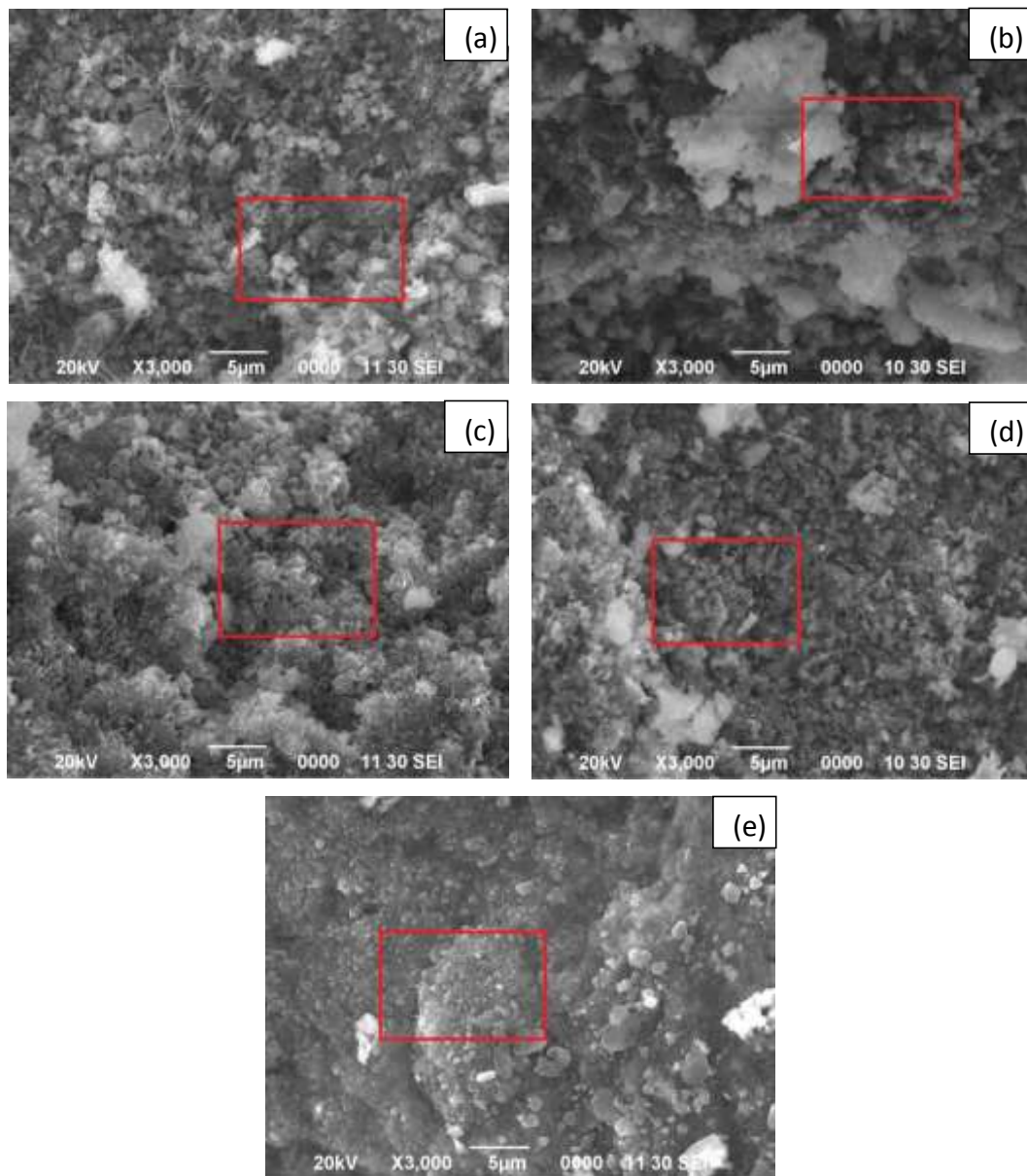
4.3.2 Analisis *Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) Variasi Temperatur *Sintering*

Sampel MgB_2 disintesis menggunakan variasi temperatur *sintering* 600°C, 700°C, 800°C, 850°C, 900°C dengan *holding time* 1 jam. Pemilihan rentang temperatur 600°C hingga 900°C untuk mengetahui formasi pembentukan fasa MgB_2 dimulai dari sebelum Mg mencair (650°C) sampai terbentuknya fasa MgB_2 sebagai fasa dominan. Semua sampel disintesis menggunakan HEBM selama 2 jam dengan *vial milling* yang divakum dan dialiri gas argon dalam *Glove Box* untuk menghindari adanya oksidasi saat proses *milling* dan proses *sintering*

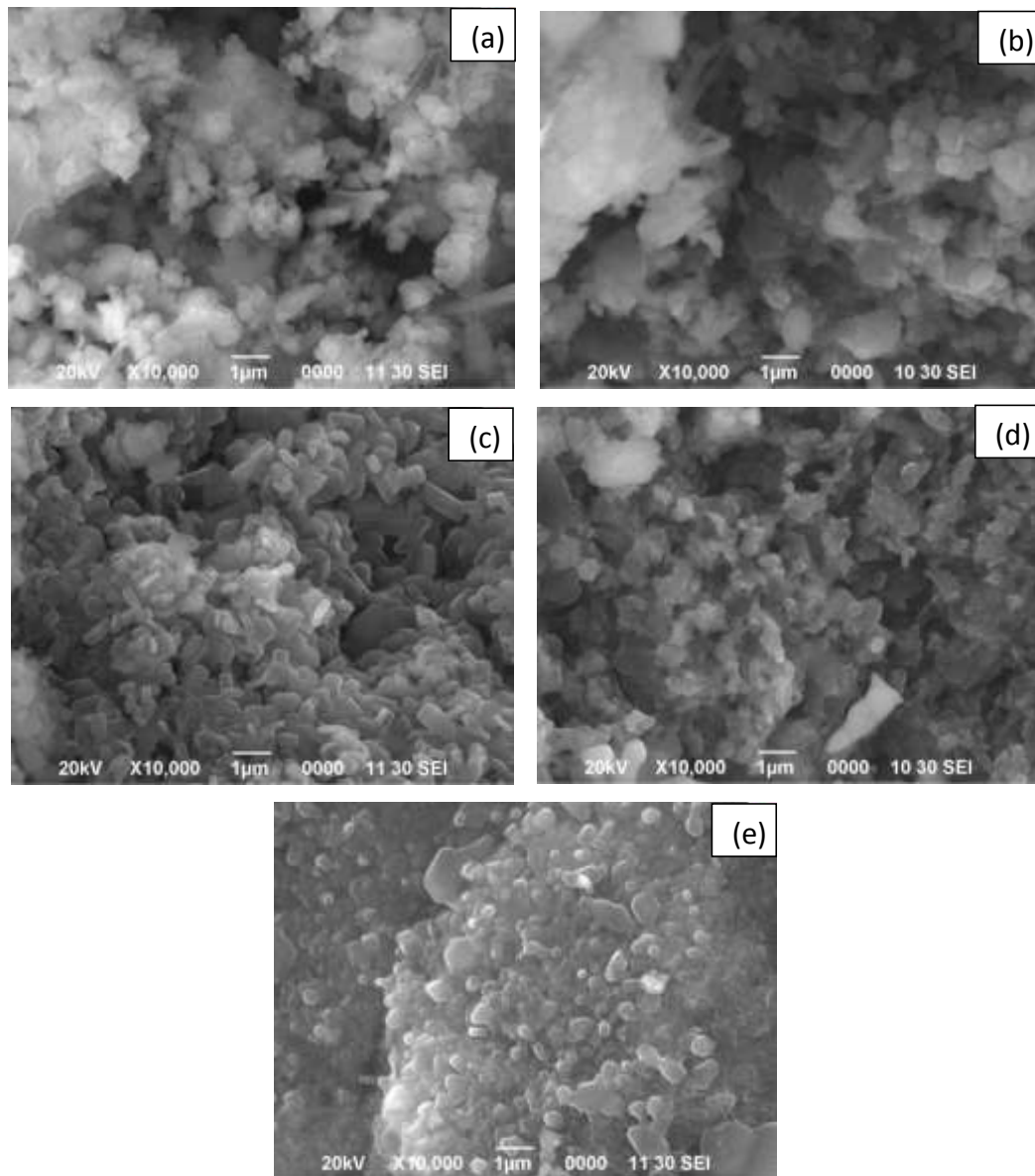


dilakukan menggunakan metode PIST untuk mencegah evaporasi dan oksidasi Magnesium.

Analisis secara kuantitatif dari uji SEM dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel kristal dan analisa komposisi unsur dari permukaan sampel dengan menggunakan EDX. Hasil uji SEM dari sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan variasi temperatur *sintering* terdapat pada Gambar 4.23 dan 4.24.



Gambar 4.23 Hasil *Secondary Electron SEM* dari MgB_2 pada perbesaran 3.000X (a) temperatur *sintering* 600°C, (b) temperatur *sintering* 700°C, (c) temperatur *sintering* 800°C, (d) temperatur *sintering* 850°C dan (e) temperatur *sintering* 900°C



Gambar 4.24 Hasil *Secondary Electron SEM* dari MgB_2 pada perbesaran 10.000X (a) temperatur *sintering* 600°C, (b) temperatur *sintering* 700°C, (c) temperatur *sintering* 800°C, (d) temperatur *sintering* 850°C dan (e) temperatur *sintering* 900°C

Gambar 4.23 (a) merupakan *Secondary Electron SEM* dari MgB_2 dengan temperatur *sintering* 600°C pada perbesaran 3.000X didapatkan distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang tidak teratur berbentuk *sphere* seperti struktur mikro dari Magnesium, hal ini didapatkan karena unsur Magnesium belum meleleh pada temperatur 600°C sehingga pembentukan fasa MgB_2 secara *solid-liquid* masih belum terjadi. Pada Gambar 4.23 (b) MgB_2



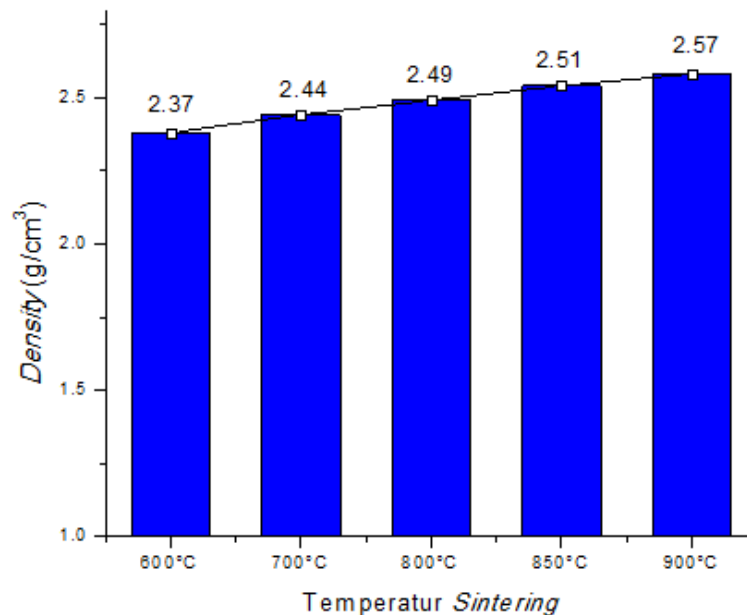
dengan temperatur *sintering* 700°C didapatkan distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang tidak teratur dan dapat terlihat jelas perubahan fasa MgB_2 mulai terbentuk pada temperatur 700°C karena pada temperatur ini Magnesium sudah mencair dan sudah terbentuk fasa MgB_2 meskipun dalam skala yang kecil. Pada Gambar 4.23 (c) MgB_2 dengan temperatur *sintering* 800°C didapatkan distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang homogen berbentuk *rod*, kristal MgB_2 mulai terbentuk pada temperatur ini. Gambar 4.23 (d) MgB_2 dengan temperatur *sintering* 850°C didapatkan distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang homogen berbentuk *hexagonal* MgB_2 dan Gambar 4.23 (e) MgB_2 dengan temperatur *sintering* 900°C didapatkan distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang homogen berbentuk *hexagonal* MgB_2 .

Gambar 4.24 (a) merupakan hasil *Secondary Electron SEM* dari MgB_2 dengan temperatur *sintering* 600°C pada perbesaran 10.000X menunjukkan topografi dengan kerapatan yang rendah, terdapat porositas dan unsur tidak menyatu sama lain, hal ini karena Magnesium belum meleleh sehingga belum terjadi ikatan MgB_2 pada temperatur 600°C. Gambar 4.24 (b) MgB_2 dengan temperatur *sintering* 700°C pada perbesaran 10.000X menunjukkan topografi dengan kerapatan rendah dengan sedikit porositas dan masih terlihat adanya sisa Magnesium yang belum mencair, namun pada temperatur 700°C mulai terbentuknya fasa MgB_2 secara *solid-liquid* meskipun dalam skala yang kecil. Pada Gambar 4.24 (c) MgB_2 dengan temperatur *sintering* 800°C pada perbesaran 10.000X menunjukkan topografi dengan kerapatan yang tinggi dengan terdapat porositas, kristal MgB_2 berbentuk *rod* yang homogen ukurannya, fasa MgB_2 mulai terbentuk pada temperatur ini. Gambar 4.24 (d) MgB_2 dengan temperatur *sintering* 850°C pada perbesaran 10.000X menunjukkan topografi dengan kerapatan yang tinggi berbentuk *hexagonal* yang homogen, Magnesium sudah mencair pada temperatur ini dan terbentuknya ikatan MgB_2 secara sempurna. Gambar 4.24 (e) MgB_2 dengan temperatur *sintering* 900°C pada perbesaran 10.000X menunjukkan topografi dengan kerapatan yang tinggi berbentuk *hexagonal* yang homogen dan tidak terdapat porositas, dari analisis mikrostruktur didapatkan bahwa Magnesium mulai mencair sempurna pada temperatur ini,



ikatan MgB_2 semakin rapat dan semakin banyak fasa *hexagonal* MgB_2 yang terbentuk pada temperatur *sintering* 900°C .

Analisis secara kualitatif didapatkan dengan bertambahnya temperatur *sintering* maka kerapatan antar butirnya semakin tinggi, semakin homogen dan ikatan MgB_2 secara *solid-liquid* semakin banyak terbentuk. Ukuran butir yang homogen dan kerapatan butir yang baik akan meningkatkan konektivitas dibatas butir, konektivitas antar butir ini meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur *sintering*. Analisis secara kuantitatif kerapatan sampel MgB_2 yang disintesis dengan variasi temperatur *sintering* dapat dihitung dengan persamaan 2.6. Hasil perhitungan kerapatan sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Lampiran 1 dan diplot dalam Gambar 4.25.



Gambar 4.25 Densitas sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Gambar 4.25 merupakan densitas sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*, dari hasil perhitungan densitas didapatkan bahwa MgB_2 memiliki nilai densitas yang semakin tinggi seiring dengan pertambahan temperatur *sintering*. Hal ini sesuai dengan analisis secara kualitatif dari uji SEM yang didapatkan dengan semakin tinggi temperatur *sintering* maka kerapatan antar butirnya semakin tinggi. Dari hasil uji XRD didapatkan fraksi fasa superkonduktor MgB_2



semakin tinggi seiring dengan bertambahnya temperatur *sintering*. Menurut referensi nilai densitas MgB_2 adalah 2.52 g/cm^3 (Wang, 2012).

Penelitian yang dilakukan oleh E. Aksu yang mensintesis MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* 500-900°C didapatkan mikrostruktur MgB_2 mulai berikatan pada temperatur *sintering* 700°C, semakin bertambahnya temperatur *sintering* maka semakin banyak struktur MgB_2 yang berikatan secara *solid-liquid* dan semakin bertambahnya temperatur *sintering* maka kerapatannya semakin baik (E. Aksu *et. al.*, 2013). Kerapatan butir yang baik akan menyebabkan konektivitas di batas butir tinggi, konektivitas inilah yang mempengaruhi kerapatan arus kritis (J_c) pada MgB_2 (Y. Shimada *et.al.*, 2016). Untuk mengetahui komposisi unsur dari MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* maka dilakukan EDX. Perbandingan persentase atomik teoritis (at%) sampel dengan persentase atomik EDX (at%) pada perbesaran 500X dapat dilihat pada Tabel 4.33.

Tabel 4.33 Perbandingan persentase atomik teoritis (at%) sampel dengan persentase atomik EDX (at%) dari MgB_2 variasi temperatur *sintering* pada perbesaran 500X

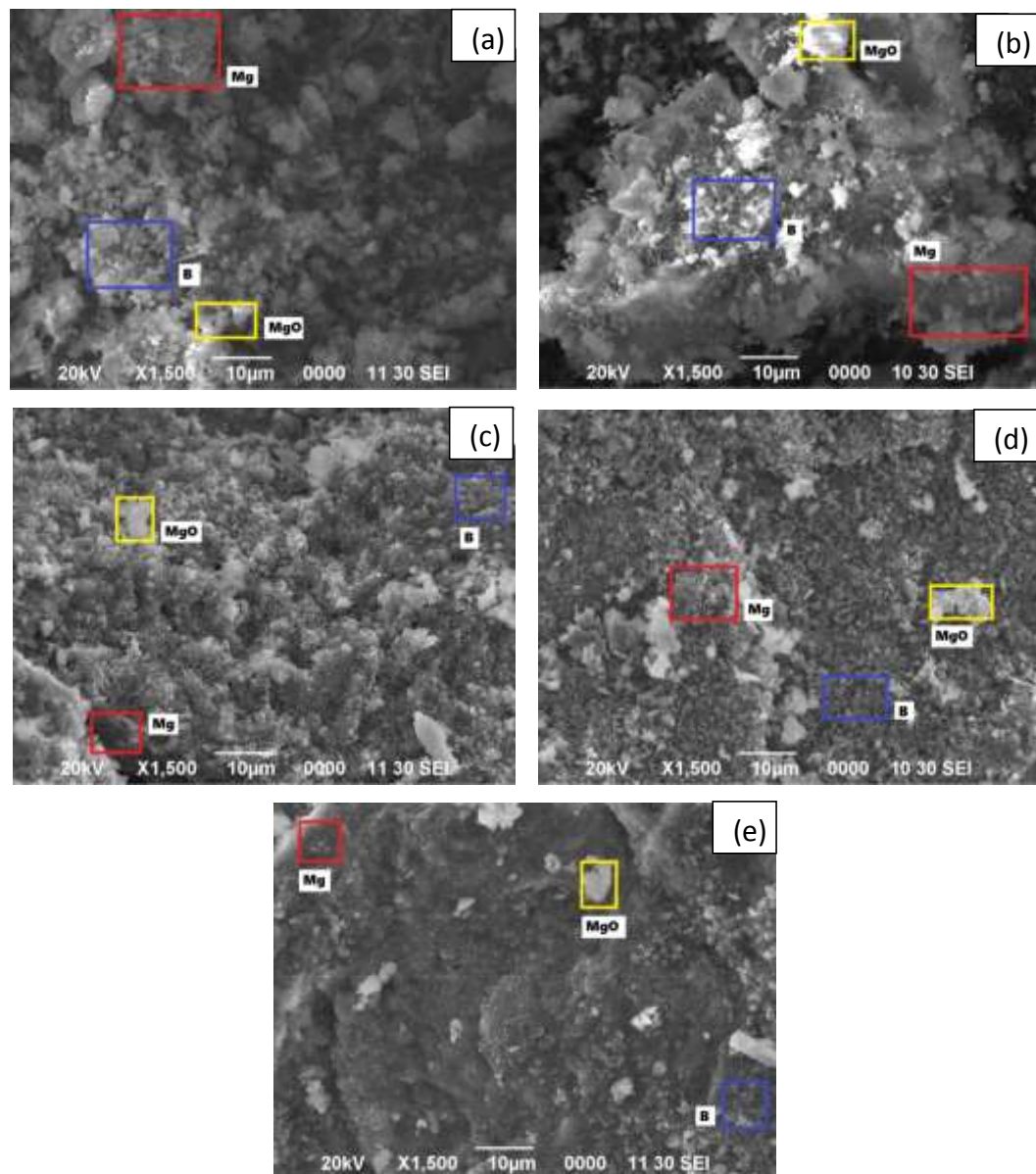
Temp. <i>Sintering</i>	Unsur Mg		Unsur B	
	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)
600°C	33.33	17.85	66.67	69.98
700°C	33.33	22.47	66.67	66.57
800°C	33.33	32.66	66.67	62.86
850°C	33.33	28.63	66.67	66.91
900°C	33.33	26.21	66.67	67

Tabel 4.33 merupakan perbandingan persentase atomik teoritis (at%) sampel dengan persentase atomik EDX (at%) dari MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* pada perbesaran 500X, pada hasil analisa MgB_2 dengan temperatur *sintering* 600°C didapatkan unsur Mg dengan persentase atomik sebesar 17.85 at%, unsur B dengan persentase atomik 69.98 at% dan terdapat unsur O dengan persentase 12.16 at%. Analisa kuantitatif EDX MgB_2 dengan



temperatur *sintering* 700°C didapatkan unsur Mg dengan persentase atomik sebesar 22.47 at%, unsur B dengan persentase atomik 66.57 at% dan terdapat unsur O dengan persentase 10.97 at%. Hasil analisa kuantitatif EDX MgB₂ dengan temperatur *sintering* 800°C didapatkan unsur Mg dengan persentase atomik sebesar 32.66 at%, unsur B dengan persentase atomik 62.86 at% dan terdapat unsur O dengan persentase 4.48 at%. Analisa kuantitatif EDX MgB₂ dengan temperatur *sintering* 850°C didapatkan unsur Mg dengan persentase atomik sebesar 28.63 at%, unsur B dengan persentase atomik 66.91 at% dan terdapat unsur O dengan persentase 4.46 at%. Hasil analisa kuantitatif EDX MgB₂ dengan temperatur *sintering* 900°C didapatkan unsur Mg dengan persentase atomik sebesar 26.21 at%, unsur B dengan persentase atomik 67 at% dan terdapat unsur O dengan persentase 6.79 at%.

Hasil analisis pada semua sampel terdapat Oksigen, hal ini dapat diidentifikasi bahwa ada sebagian Magnesium yang terjadi oksidasi sehingga berikatan dengan Oksigen menjadi MgO, hal ini sesuai dengan pengujian XRD yang didapatkan fasa MgO pada semua sampel meskipun dalam skala yang kecil. MgB₂ merupakan *alloying* antara Mg dan B, penggunaan HEBM yang tidak homogen menyebabkan adanya distribusi penyebaran unsur tidak merata, terdapat spot yang kaya akan Mg dan ada spot yang kaya akan B. Untuk mengetahui distribusi penyebaran unsur tersebut dapat dianalisa menggunakan *mapping* pada SEM. Hasil EDX dan *mapping* dari semua sampel dapat dilihat pada Lampiran 5. Distribusi penyebaran unsur dari MgB₂ dengan menggunakan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Gambar 4.26.

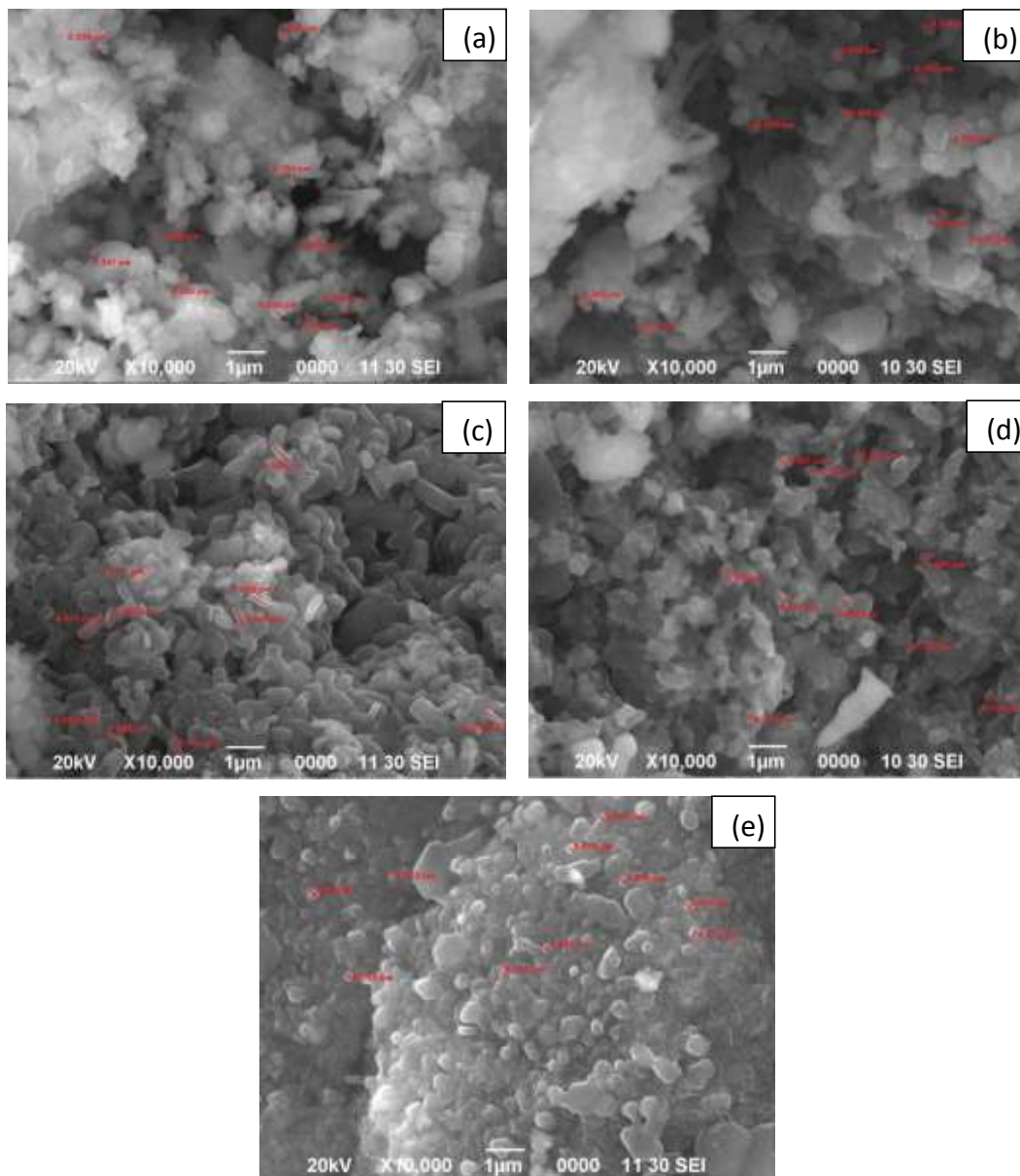


Gambar 4.26 Hasil *mapping* MgB_2 pada perbesaran 1.500X dengan temperatur *sintering* (a) 600°C, (b) 700°C, (c) 800°C, (d) 850°C dan (e) 900°C

Berdasarkan Gambar 4.26 didapatkan hasil *mapping* MgB_2 pada perbesaran 1.500X, analisis semua sampel dari hasil *mapping* didapatkan distribusi penyebaran unsur Mg dan B masih tidak merata, masih ada spot yang kaya akan Mg dan spot yang kaya akan B, sehingga perlu adanya waktu *milling* yang lebih lama dari 2 jam untuk mendapatkan sampel MgB_2 yang homogen. MgB_2 yang memiliki kehomogenan yang tinggi akan memiliki reaktivitas yang lebih baik dan peningkatan superkonduktivitas yang lebih baik pada



superkonduktor MgB_2 . Analisis secara kuantitatif ukuran partikel dari sampel dapat diketahui dengan menggunakan *Software ImageJ*, hasil analisis kuantitatif ukuran partikel dari sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Gambar 4.27 dan Tabel 4.34.



Gambar 4.27 Morfologi ukuran partikel dari sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* (a) 600°C, (b) 700°C, (c) 800°C, (d) 850°C dan (e) 900°C



Tabel 4.34 Hasil analisis ukuran partikel dari sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Partikel Ke-	Ukuran Partikel (μm)				
	Sintering 600°C	Sintering 700°C	Sintering 800°C	Sintering 850°C	Sintering 900°C
1	0.294	0.328	0.623	0.244	0.213
2	0.247	0.302	0.577	0.285	0.255
3	0.283	0.336	0.592	0.267	0.294
4	0.263	0.33	0.563	0.291	0.256
5	0.219	0.385	0.583	0.255	0.228
6	0.265	0.322	0.534	0.244	0.272
7	0.238	0.319	0.546	0.291	0.247
8	0.265	0.307	0.529	0.274	0.284
9	0.264	0.359	0.671	0.276	0.235
10	0.244	0.355	0.531	0.299	0.251
Rata-rata	0.2582	0.3343	0.5749	0.2726	0.2535

Analisis kuantitatif ukuran partikel didapatkan sampel MgB_2 yang disintesis dengan temperatur *sintering* 600°C memiliki morfologi berbentuk *sphere* dengan ukuran rata-rata diameter 0.2582 μm , sampel yang disintesis dengan temperatur *sintering* 700°C memiliki morfologi berbentuk *sphere* dengan ukuran rata-rata diameter 0.3343 μm , sampel yang disintesis dengan temperatur *sintering* 800°C memiliki morfologi berbentuk *rod* dengan ukuran rata-rata panjang 0.5749 μm , sampel yang disintesis dengan temperatur *sintering* 850°C memiliki morfologi berbentuk *hexagonal* dengan ukuran rata-rata panjang 0.2726 μm , sampel yang disintesis dengan temperatur *sintering* 900°C memiliki morfologi berbentuk *hexagonal* dengan ukuran rata-rata panjang 0.2535 μm . Penurunan ukuran partikel yang terjadi pada temperatur *sintering* 850°C dan 900°C ini karena bentuk morfologi yang tidak sama pada antar sampel sehingga ukurannya juga berbeda.

Mikrostruktur fasa MgB_2 secara *solid-liquid* belum terjadi pada temperatur *sintering* 600°C dan fasa MgB_2 secara *solid-liquid* mulai terbentuk pada temperatur *sintering* 700°C dimana Magnesium mulai meleleh melingkupi Boron



sehingga ukuran partikelnya akan jauh lebih besar dibanding dengan sampel MgB_2 yang di-*sintering* pada temperatur 600°C . Fasa MgB_2 secara *solid-liquid* mulai terbentuk sebagai fasa dominan pada temperatur *sintering* 800°C , hal ini ditandai dengan perubahan morfologi partikel yang sebelumnya berbentuk *sphere* menjadi berbentuk kristal *rod* dan pada MgB_2 yang di-*sintering* pada temperatur 850°C dan 900°C sudah terbentuk fasa MgB_2 secara *solid-liquid* dengan sempurna, hal ini dapat ditandai dengan perubahan morfologi partikel dari sebelumnya berbentuk kristal *rod* menjadi bentuk hexagonal, namun terlihat jelas bahwa Magnesium sudah meleleh sempurna memasuki rongga unsur B membentuk ikatan MgB_2 . Hasil analisis SEM-EDX ini selaras dengan hasil XRD yang menyebutkan bahwa semakin tinggi temperatur *sintering* maka semakin banyak pula fasa MgB_2 yang berikatan secara *solid-liquid* terbentuk.

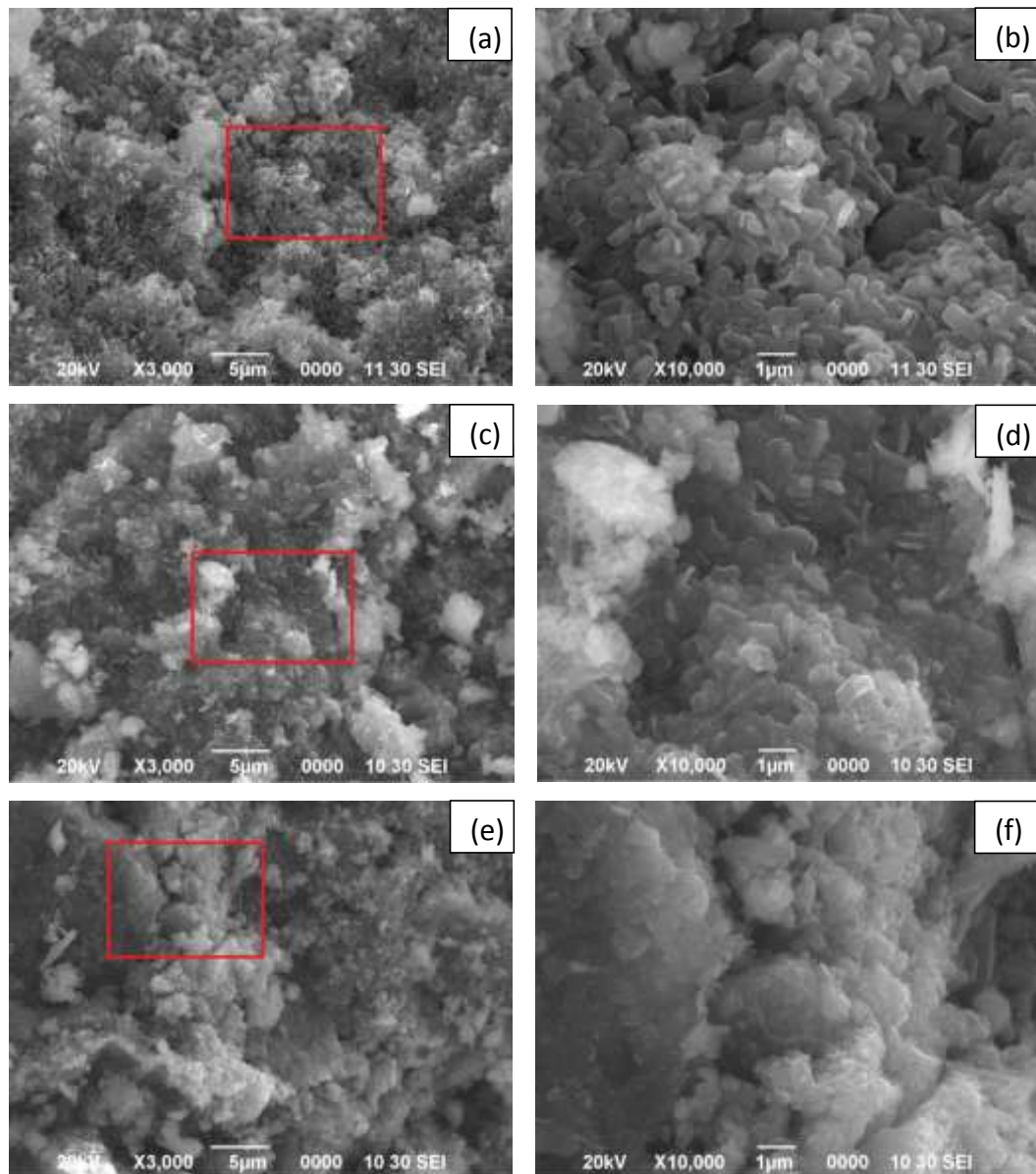
4.3.3 Analisis *Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) Variasi *Doping* CNT

Penelitian superkonduktor MgB_2 pada tahap ke III ini mensintesis MgB_2 dengan variasi *doping* CNT sebesar 0 wt%, 5 wt% dan 10 wt%. Sampel disintesis menggunakan HEBM selama 2 jam dengan *vial milling* yang divakum dan dialiri gas argon dalam *Glove Box* untuk menghindari adanya oksidasi saat proses *milling* dan proses *sintering* dilakukan menggunakan metode *powder in a sealed tube* (PIST), sampel dilakukan *sintering* pada temperatur 800°C dengan *holding time* 1 jam. Pemilihan temperatur *sintering* 800°C karena dari hasil analisis uji DTA sampel MgB_2 mulai terbentuk fasa MgB_2 secara *solid-liquid* pada temperatur diatas 740.9°C .

Semua sampel dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui pengaruh penambahan *doping* CNT terhadap mikrostruktur MgB_2 dalam sintesis superkonduktor MgB_2 yang dipreparasi menggunakan HEBM, analisis secara kualitatif pada uji SEM dilakukan beberapa kali perbesaran, perbesaran skala kecil untuk mengetahui morfologi dan distribusi penyebaran partikel (kehomogenan), perbesaran skala besar untuk mengetahui topografi dan porositas partikel, analisa distribusi penyebaran unsur pada setiap sampel dapat diketahui dengan *mapping*. Analisis secara kuantitatif dari uji SEM dilakukan untuk mengetahui ukuran



partikel kristal dan analisa komposisi unsur dari permukaan sampel dengan menggunakan EDX. Hasil uji SEM dari sampel MgB_2 yang disintesis dengan variasi *doping* CNT dapat dilihat pada Gambar 4.28.

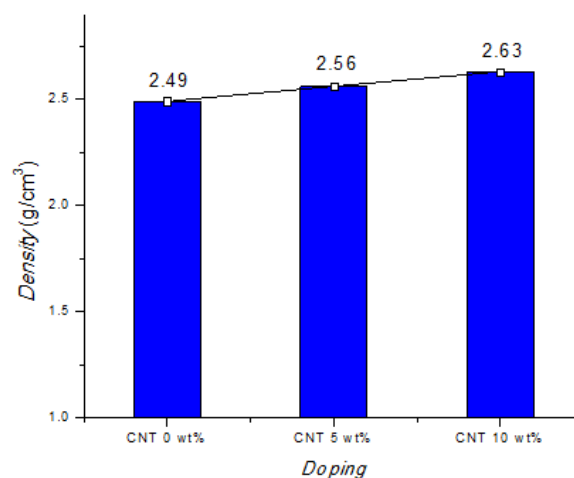


Gambar 4.28 Hasil *Secondary Electron* SEM dari MgB_2 (a) *doping* CNT 0 wt% perbesaran 3.000X, (b) *doping* CNT 0 wt% perbesaran 10.000X, (c) *doping* CNT 5 wt% perbesaran 3.000X, (d) *doping* CNT 5 wt% perbesaran 10.000X, (e) *doping* CNT 10 wt% perbesaran 3.000X dan (f) *doping* CNT 10 wt% perbesaran 10.000X

Gambar 4.28 (a) merupakan hasil *Secondary Electron* SEM dari MgB_2 dengan menggunakan *doping* CNT 0 wt% pada perbesaran 3.000X didapatkan



distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang homogen berbentuk rod, kristal MgB_2 sangat terlihat dengan jelas. Gambar 4.28 (b) perbesaran 10.000X menunjukkan topografi MgB_2 dengan *doping* 0 wt% memiliki kerapatan yang tinggi dengan terdapat porositas. Gambar 4.28 (c) merupakan hasil *Secondary Electron SEM* dari MgB_2 dengan menggunakan *doping* CNT 5 wt% pada perbesaran 3.000X didapatkan distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang homogen berbentuk *rod* dan *hexagonal*. Gambar 4.28 (d) perbesaran 10.000X menunjukkan topografi MgB_2 dengan *doping* 5 wt% memiliki kerapatan yang tinggi tanpa adanya porositas, partikel satu dengan partikel lainnya terlihat mampat, hal ini dapat diidentifikasi bahwa *doping* CNT sudah mensubstitusi B. Gambar 4.28 (e) merupakan hasil *Secondary Electron SEM* dari MgB_2 dengan menggunakan *doping* CNT 10 wt% pada perbesaran 3.000X didapatkan distribusi penyebaran partikel memiliki morfologi yang tidak homogen berbentuk *sphere*, terjadi aglomerasi pada antar partikel. Gambar 4.28 (f) perbesaran 10.000X menunjukkan topografi MgB_2 dengan *doping* 10 wt% memiliki kerapatan yang tinggi tanpa adanya porositas, partikel satu dengan partikel lainnya terlihat mampat, terjadi aglomerasi antar partikel yang menyebabkan batas butir tidak terlihat dengan jelas, hal tersebut dapat diidentifikasi bahwa dengan bertambahnya *doping* CNT maka kerapatannya semakin tinggi. Analisis secara kuantitatif kerapatan sampel MgB_2 yang disintesis dengan variasi *doping* CNT dapat dihitung dengan persamaan 2.6. Hasil perhitungan kerapatan sampel dapat dilihat pada Lampiran 1 dan diplot dalam Gambar 4.29.



Gambar 4.29 Densitas sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT



Gambar 4.29 merupakan densitas sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT, dari hasil perhitungan densitas didapatkan bahwa MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT memiliki nilai densitas yang lebih tinggi dibanding dengan sampel MgB_2 *pure*. Hal ini sesuai dengan analisis secara kualitatif dari uji SEM yang didapatkan dengan penambahan *doping* CNT maka kerapatan antar butirnya semakin tinggi. Hasil tersebut dapat diidentifikasi bahwa CNT mensubstitusi atom B sehingga jarak antar butir semakin mampat. Dari hasil uji XRD didapatkan sampel MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT memiliki fraksi fasa superkonduktor lebih tinggi dibanding dengan sampel MgB_2 *pure*.

Dari analisis secara kualitatif didapatkan bahwa MgB_2 yang disintesis dengan penambahan *doping* CNT memiliki kerapatan yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan MgB_2 tanpa *doping* CNT, hal tersebut dapat diidentifikasi bahwa CNT mulai mensubstitusi B. Kerapatan butir yang baik akan menyebabkan konektivitas di batas butir tinggi, konektivitas inilah yang mempengaruhi kerapatan arus kritis (J_c) pada MgB_2 (Y. Shimada *et.al.*, 2016). Untuk mengetahui komposisi unsur dari MgB_2 dengan variasi *doping* CNT maka dilakukan EDX. Perbandingan persentase atomik teoritis (at%) sampel dengan persentase atomik EDX (at%) pada perbesaran 500X dapat dilihat pada Tabel 4.35.

Tabel 4.35 Perbandingan persentase atomik teoritis (at%) sampel dengan persentase atomik EDX (at%) dari MgB_2 variasi *doping* CNT pada perbesaran 500X

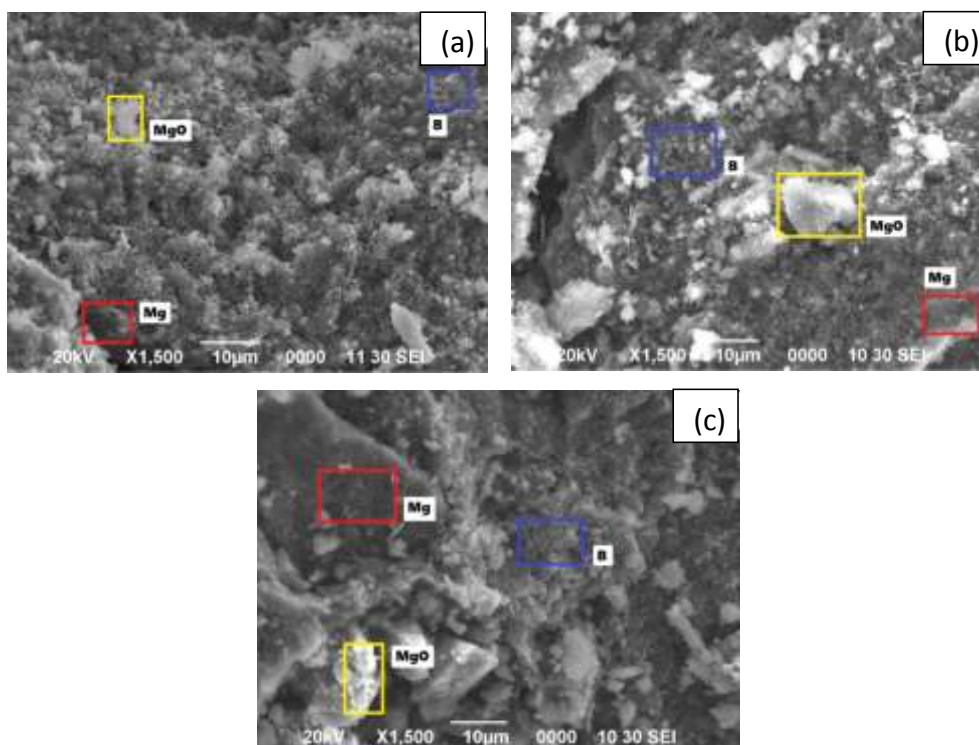
<i>Doping</i>	Unsur Mg		Unsur B		Unsur C	
	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)	Atomik Teoritis (at%)	Atomik EDX (at%)
CNT 0%	33.33	32.66	66.67	62.86	-	-
CNT 5%	31.67	20.83	63.33	57.18	5	11.56
CNT 10%	30	20.07	60	57.36	10	16.11

Tabel 4.35 merupakan perbandingan persentase atomik teoritis (at%) sampel dengan persentase atomik EDX (at%) dari MgB_2 dengan variasi *doping* CNT pada perbesaran 500X, pada hasil analisa MgB_2 dengan doping 0 wt%



didapatkan unsur Mg dengan 32.66 at%, unsur B dengan persentase 62.86 at% dan terdapat unsur O dengan persentase 4.48 at%. Analisa kuantitatif EDX MgB_2 dengan *doping* CNT 5 wt% didapatkan unsur Mg dengan persentase atomik sebesar 20.83at%, unsur B dengan persentase atomik 57.18 at%, unsur C dengan persentase 11.56 at% dan terdapat unsur O dengan persentase 10.43 at%. Hasil analisa kuantitatif EDX MgB_2 dengan *doping* CNT 10 wt% didapatkan unsur Mg dengan persentase atomik sebesar 20.07 at%, unsur B dengan persentase atomik 57.36 at%, unsur C dengan persentase 16.11 at% dan terdapat unsur O dengan persentase 6.46 at%.

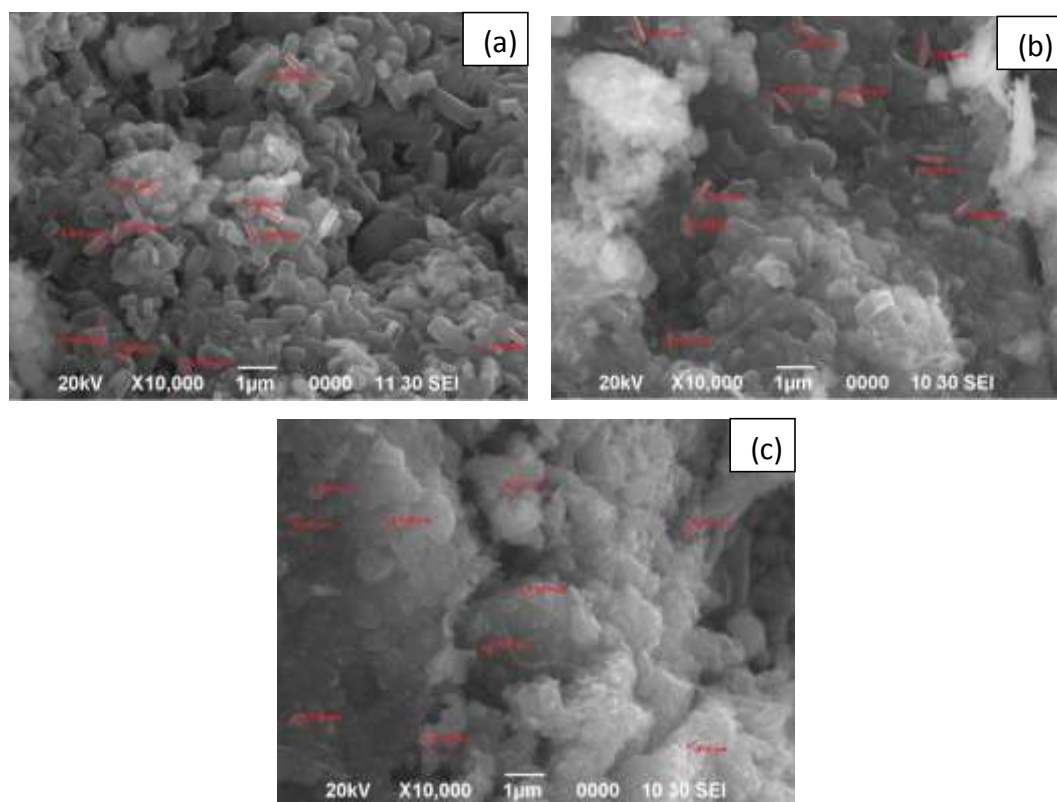
Hasil analisis pada semua sampel terdapat Oksigen, hal ini dapat diidentifikasi bahwa ada sebagian Magnesium yang terjadi oksidasi sehingga berikatan dengan Oksigen menjadi MgO , hal ini sesuai dengan pengujian XRD yang didapatkan fasa MgO pada semua sampel meskipun dalam skala yang kecil. Distribusi penyebaran unsur dari MgB_2 dengan menggunakan variasi *doping* CNT dapat dilihat pada Gambar 4.30.



Gambar 4.30 Hasil *mapping* MgB_2 pada perbesaran 1.500X dengan variasi *doping* CNT (a) 0 wt%, (b) 5 wt% dan (c) 10 wt%



MgB₂ merupakan *alloying* antara Mg dan B, penggunaan HEBM yang tidak homogen menyebabkan adanya distribusi penyebaran unsur tidak merata, terdapat spot yang kaya akan Mg dan ada spot yang kaya akan B. Untuk mengetahui distribusi penyebaran unsur tersebut dapat dianalisa menggunakan *mapping* pada SEM. Hasil EDX dan *mapping* dari semua sampel dapat dilihat pada Lampiran 5. Berdasarkan Gambar 4.30 analisis semua sampel dari hasil *mapping* didapatkan distribusi penyebaran unsur Mg dan B masih tidak merata, masih ada spot yang kaya akan Mg dan spot yang kaya akan B, sehingga perlu adanya waktu *milling* yang lebih lama dari 2 jam untuk mendapatkan sampel MgB₂ yang homogen. MgB₂ yang memiliki kehomogenan yang tinggi akan memiliki reaktivitas yang lebih baik dan peningkatan superkonduktivitas yang lebih baik pada superkonduktor MgB₂. Analisis secara kuantitatif ukuran partikel dari sampel dapat diketahui dengan menggunakan *Software ImageJ*, hasil analisis kuantitatif ukuran partikel dari sampel MgB₂ dengan variasi *doping* CNT dapat dilihat pada Gambar 4.31 dan Tabel 4.36.



Gambar 4.31 Morfologi ukuran partikel dari sampel MgB₂ dengan variasi *doping* CNT (a) 0 wt%, (b) 5 wt% dan (c) 10 wt%



Tabel 4.36 Hasil analisis ukuran partikel dari sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

Partikel Ke-	Ukuran Partikel (μm)		
	Doping CNT 0%	Doping CNT 5%	Doping CNT 10%
1	0.623	0.803	0.304
2	0.577	0.721	0.307
3	0.592	0.677	0.325
4	0.563	0.673	0.336
5	0.583	0.599	0.346
6	0.534	0.738	0.347
7	0.546	0.656	0.339
8	0.529	0.677	0.366
9	0.671	0.507	0.315
10	0.531	0.781	0.327
Rata-rata	0.5749	0.6832	0.3312

Analisis kuantitatif ukuran partikel didapatkan sampel MgB_2 tanpa *doping* CNT memiliki morfologi berbentuk *rod* dengan rata-rata panjang 0.5749 μm , sampel MgB_2 yang di-*doping* dengan CNT 5 wt% memiliki morfologi berbentuk *rod* dan *hexagonal* dengan rata-rata panjang 0.6832 μm , sampel yang disintesis dengan *doping* CNT 10 wt% memiliki morfologi berbentuk *sphere* dengan rata-rata diameter 0.3312 μm .

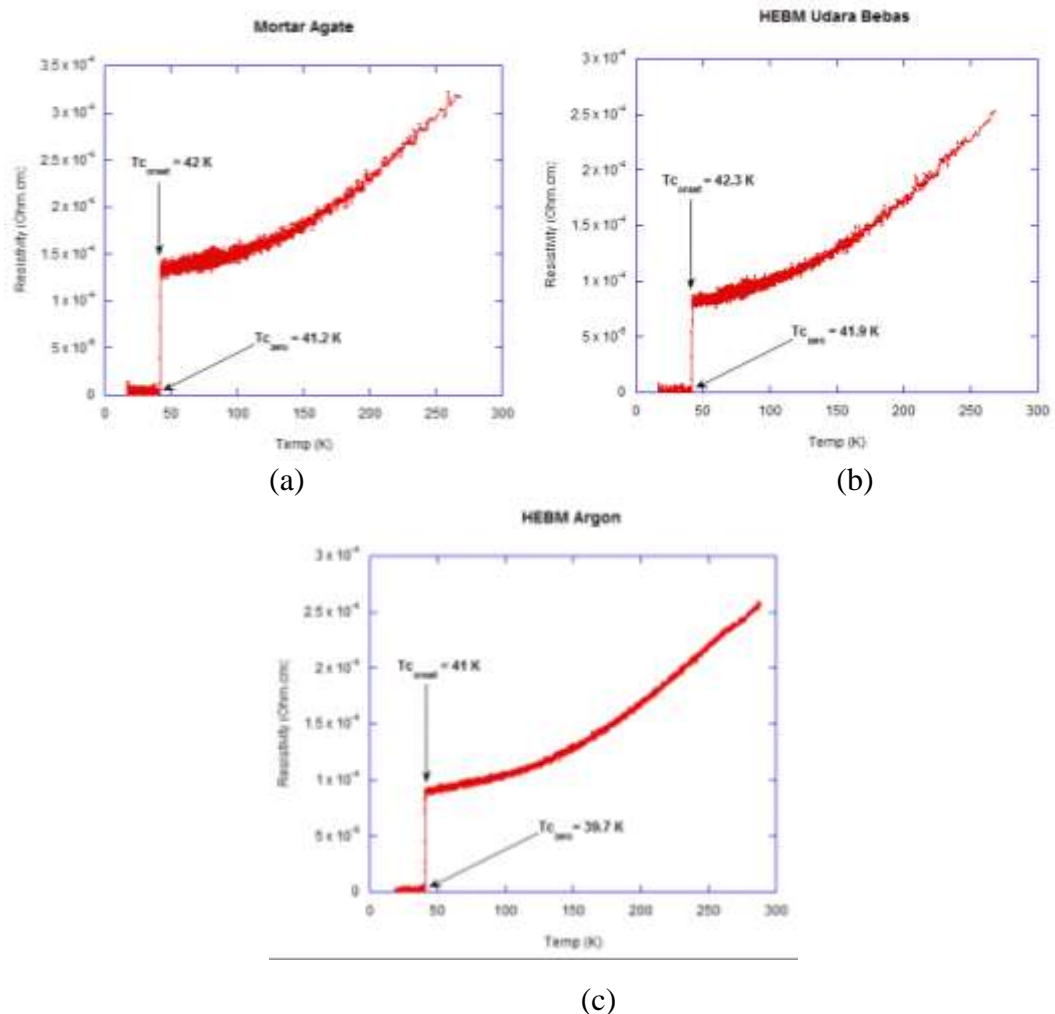
4.4 Hasil Analisis Uji *Cryogenic Magnet*

Uji *cryogenic magnet* dilakukan untuk mengidentifikasi *resistivity* (hambatan jenis listrik) dan T_c pada sampel superkonduktor. Berdasarkan data keluaran didapatkan grafik hubungan antara *resistivity* terhadap perubahan temperatur, dimana dari grafik tersebut dapat diketahui nilai T_c kemudian diolah dengan menggunakan *Software KaleidaGraph*. Analisis dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif, analisis kualitatif untuk mengidentifikasi kurva yang terbentuk merupakan kurva superkonduktor dan analisis kuantitatif untuk mengetahui T_c , kemurnian konduktivitas logam (*Residual Resistivity Ratio*).



4.4.1 Analisis *Cryogenic Magnet* MgB_2 dengan 3 Metode *Milling* Berbeda

Sampel MgB_2 disintesis menggunakan 3 metode pencampuran yang berbeda : 1). Metode *hand milling* menggunakan mortar agate selama 30 menit, 2). Metode *mechanical alloying* menggunakan *High Energy Ball Milling* (HEBM) dengan udara bebas selama 2 jam dan 3). Metode *mechanical alloying* menggunakan *High Energy Ball Milling* (HEBM) dengan argon selama 2 jam. Superkonduktivitas dari ketiga metode tersebut dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk membandingkan metode mana yang paling efektif dalam sintesis superkonduktor MgB_2 . Semua sampel MgB_2 dilakukan *sintering* pada temperatur $800^\circ C$ dengan *holding time* 1 jam didalam *muffle furnace*. Hasil analisis uji *Cryogenic Magnet* secara kualitatif pada sampel MgB_2 yang disintesis dengan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.32 dan Tabel 4.37.



Gambar 4.32 Grafik hasil *Cryogenic Magnet* MgB_2 dengan 3 metode berbeda



Tabel 4.37 Hasil analisis temperatur kritis dari sampel MgB₂ dengan 3 metode berbeda

Metode	Tc _{onset} (K)	Tc _{zero} (K)	Δρ (K)
Mortar Agate	42	41.2	0.8
HEBM Udara Bebas	42.3	41.9	0.4
HEBM Argon	41	39.7	1.3

Gambar 4.32 merupakan Grafik hasil *Cryogenic Magnet* MgB₂ dengan 3 metode berbeda, analisis secara kualitatif pada semua sampel menunjukkan kurva material superkonduktor, dimana pada semua sampel memiliki titik temperatur kritis *onset* (Tc_{onset}) dan temperatur kritis *zero* (Tc_{zero}). Tc_{onset} adalah titik dimana pada temperatur tertentu resistivitas bahan akan turun, sedangkan Tc_{zero} adalah titik di mana pada temperatur tertentu resistivitas bahan bernilai 0 (nol). Hasil uji *Cryogenic Magnet* ini selaras dengan hasil uji XRD yang menyebutkan bahwa semua sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda merupakan material superkonduktor, hal ini ditandai dengan didaptkannya fasa heksagonal MgB₂ sebagai fasa dominan pada semua sampel. Uji *resistivity* dari superkonduktor MgB₂ ini dilakukan pada temperatur 300 K – 20 K.

Tabel 4.37 merupakan hasil analisis secara kuantitatif temperatur kritis dari sampel MgB₂ dengan 3 metode berbeda, didapatkan sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan mortar agate memiliki Tc_{onset} sebesar 42 K, Tc_{zero} sebesar 41.2 K dan Δρ = 0.8 K. Sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan HEBM udara bebas memiliki Tc_{onset} sebesar 42.3 K, Tc_{zero} sebesar 41.9 K dan Δρ = 0.4 K. Sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan mortar agate memiliki Tc_{onset} sebesar 41 K, Tc_{zero} sebesar 39.7 K dan Δρ = 1.3 K. Δρ merupakan perubahan temperatur dari Tc_{onset} ke Tc_{zero}, *resistivity* yang memiliki nilai Δρ yang kecil menunjukkan fasa heksagonal MgB₂ yang terbentuk mendekati *single phase*, pada semua sampel memiliki nilai Δρ yang kecil, hal ini menunjukkan pada semua sampel memiliki fasa heksagonal MgB₂ sebagai fasa dominan. Semakin curam penurunan *resistivity* dari Tc_{onset} ke Tc_{zero} maka semakin kecil nilai Δρ. Dari analisis secara kuantitatif didapatkan sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan HEBM udara bebas memiliki Tc tertinggi dibandingkan dengan sampel lain dan memiliki Δρ



paling kecil sebesar 0.4 K, perbedaan temperatur kritis dari ketiga metode yang tidak terlalu jauh dapat diidentifikasi bahwa tidak terdapat perubahan yang signifikan dari MgB₂ dengan menggunakan 3 metode berbeda, hal tersebut selaras dengan hasil uji XRD yang didapatkan sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan mortar agate dan HEBM mempunyai pembentukan fasa yang hampir sama sehingga dapat diidentifikasi bahwa MgB₂ yang disintesis dengan 3 metode berbeda tidak mengalami perbedaan yang signifikan. Namun dari hasil uji SEM didapatkan sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan HEBM memiliki kerapatan yang lebih baik dibanding dengan sampel MgB₂ dengan menggunakan mortar agate.

Penelitian superkonduktor MgB₂ pertama kali dilakukan oleh Nagamatsu Jun *et. al.*, dengan didapatkan $T_{c_{onset}}$ sebesar 39 K (Nagamatsu Jun *et. al.*, 2001). H. Kobayashi *et. al.*, mensintesis superkonduktor MgB₂ dengan menggunakan mortar agate pada temperatur *sintering* 805°C didapatkan $T_{c_{onset}}$ sebesar 38.7 K (H. Kobayashi *et. al.*, 2015). Penelitian yang dilakukan oleh E. Aksu menggunakan HEBM selama 6 jam pada temperatur *sintering* 900°C didapatkan $T_{c_{onset}}$ tertinggi 38.7 K (E. Aksu, 2013). Suchitra Rajput melakukan penelitian MgB₂ disintesis menggunakan HEBM selama 8 jam pada temperatur *sintering* 800°C didapatkan $T_{c_{onset}}$ sebesar 41.189 K (Suchitra Rajput, 2017). Sigit D. Y. *et. al.* pada tahun 2018 mensintesis superkonduktor MgB₂ dengan menggunakan mortar agate pada temperatur *sintering* 800°C dan didapatkan $T_{c_{onset}}$ sebesar 42.678 K (Sigit D. Y. *et. al.*, 2018). Dilihat dari referensi maka superkonduktor MgB₂ dengan menggunakan 3 metode pencampuran yang berbeda pada penelitian ini diidentifikasi sebagai kandidat material superkonduktor dengan kualitas baik, hal ini dapat diketahui dengan terbentuknya $T_c > 40$ K pada semua sampel.

Pada temperatur yang mendekati $T = 0$ K, nilai ρ (*resistivity*) mendekati nilai 0, akibat hilangnya interaksi elektron di dalam atom. Untuk itulah kemudian dipakai perbandingan nilai *resistivity* pada temperatur ruangan dibagi *resistivity* pada temperatur rendah untuk menentukan kemurnian logam. Nilai perbandingan tersebut dinyatakan dalam RRR (*Residual Resistivity Ratio*). Semakin tinggi nilai RRR menunjukkan semakin murninya sifat konduktivitas logam, MgB₂ memiliki nilai $RRR > 2$ (Rajput S., 2010). Nilai RRR dapat diketahui dengan menggunakan

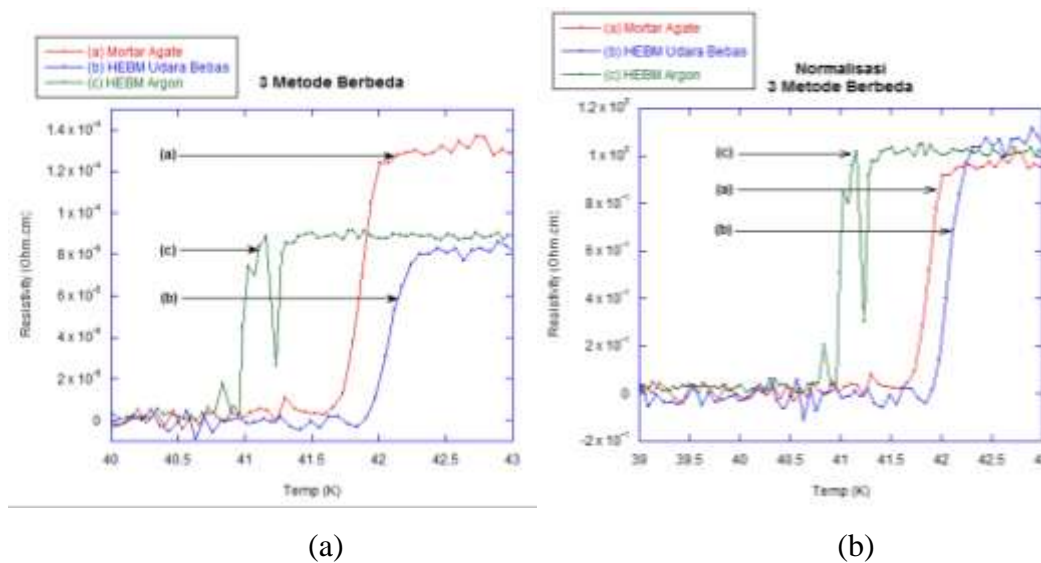


persamaan 2.5. Hasil perhitungan RRR dari sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Tabel 4.38.

Tabel 4.38 Hasil analisis RRR MgB_2 dengan 3 metode berbeda

Metode	ρ (250 K) (Ohm.cm)	ρ (45 K) (Ohm.cm)	RRR
Mortar Agate	0.00029545	0.00013207	2.237
HEBM Udara Bebas	0.00022636	0.000083775	2.702
HEBM Argon	0.0002169	0.000091062	2.382

Tabel 4.38 merupakan hasil analisis perhitungan RRR MgB_2 dengan menggunakan 3 metode berbeda. Pada semua sampel memiliki nilai $RRR > 2$, hal ini menunjukkan pada semua sampel memiliki hambatan sisa pada sampel yang cukup kecil dan kemurnian sifat konduktivitas yang tinggi. Nilai RRR tertinggi adalah sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM udara bebas yakni sebesar 2.702. Penelitian yang dilakukan oleh Suchitra Rajput mensintesis MgB_2 dengan menggunakan HEBM selama 8 jam pada temperatur *sintering* $800^\circ C$ didapatkan nilai RRR sebesar 2.75 (Suchitra Rajput, 2017). Grafik perbandingan *resistivity* dan Grafik normalisasi dari sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda dapat dilihat pada Gambar 4.33. Kurva dilakukan normalisasi dengan nilai hambatan ~ 43 K.



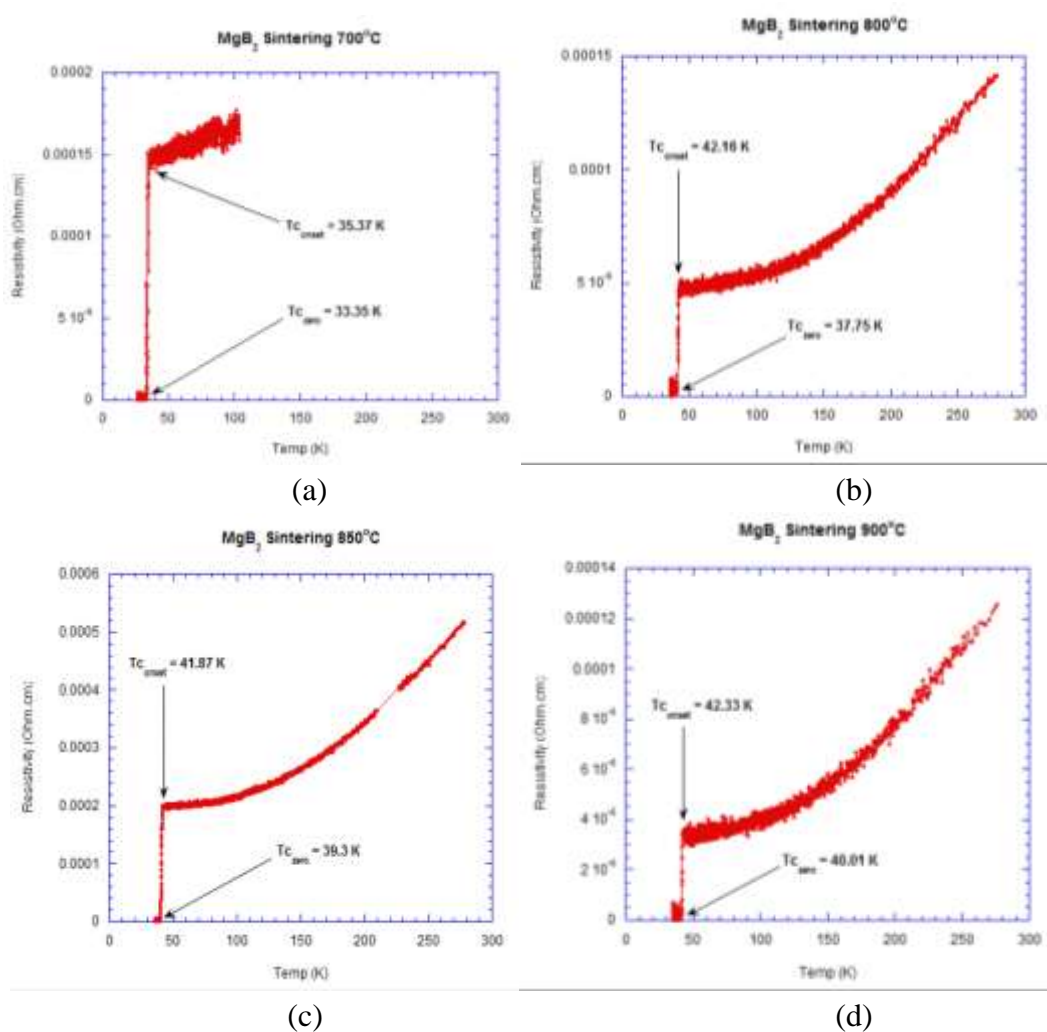
Gambar 4.33 (a) Grafik perbandingan *resistivity* dan (b) Grafik normalisasi dari sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda



Gambar 4.33 merupakan Grafik perbandingan *resistivity* dan Grafik normalisasi dari sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda. Normalisasi ini bertujuan untuk mengetahui pergeseran kurva, semakin curam penurunan *resistivity* pada kurva maka semakin banyak fasa heksagonal MgB_2 yang terbentuk. Pada semua sampel menunjukkan penurunan *resistivity* yang curam, hal ini menunjukkan pada semua sampel memiliki fasa heksagonal MgB_2 sebagai fasa dominan. Pada sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM argon didapatkan penurunan *resistivity* pada temperatur 41.3 K namun *resistivity* naik lagi pada temperatur 41.23 K dan didapatkan $T_{c_{\text{onset}}}$ pada 41 K. Hal tersebut bisa terjadi karena adanya *noise* saat pengukuran, *noise* tersebut terjadi bisa disebabkan karena sampel yang berongga sehingga menyebabkan tidak stabilnya arus listrik pada saat pengukuran *resistivity*.

4.4.2 Analisis *Cryogenic Magnet* MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Sampel MgB_2 disintesis menggunakan variasi temperatur *sintering* 600°C, 700°C, 800°C, 850°C, 900°C dengan *holding time* 1 jam. Pemilihan rentang temperatur 600°C hingga 900°C untuk mengetahui formasi pembentukan fasa MgB_2 dimulai dari sebelum Mg mencair (650°C) sampai terbentuknya fasa MgB_2 sebagai fasa dominan. Semua sampel disintesis menggunakan HEBM selama 2 jam dengan *vial milling* yang divakum dan dialiri gas argon dalam *Glove Box* untuk menghindari adanya oksidasi dan proses *milling* dan dilakukan menggunakan metode PIST untuk mencegah adanya evaporasi dan oksidasi Magnesium saat proses *sintering* berlangsung. Superkonduktivitas dari MgB_2 dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui superkonduktivitas MgB_2 terhadap perubahan temperatur *sintering*, sehingga didapatkan temperatur *sintering* optimal pada sintesis superkonduktor MgB_2 . Hasil analisis uji *Cryogenic Magnet* secara kualitatif pada sampel MgB_2 yang disintesis dengan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Gambar 4.34 dan Tabel 4.39.



Gambar 4.34 Grafik hasil *Cryogenic Magnet* MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Tabel 4.39 Hasil analisa temperatur kritis dari sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Temp. Sintering	$T_{c_{onset}}$ (K)	$T_{c_{zero}}$ (K)	$\Delta\rho$ (K)
600°C	-	-	-
700°C	35.37	33.35	2.02
800°C	42.16	37.75	4.41
850°C	41.87	39.3	2.57
900°C	42.33	40.01	2.32

Gambar 4.34 merupakan Grafik hasil *Cryogenic Magnet* MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*, analisis secara kualitatif pada sampel MgB_2 yang di-



sintering pada temperatur 600°C tidak memiliki temperatur kritis karena *resistivity* pada sampel ini masih tinggi, sehingga dapat diidentifikasi bahwa pada temperatur 600°C belum menjadi superkonduktor MgB₂ dan belum terbentuk fasa MgB₂ secara *solid-liquid*. Hal ini selaras dengan hasil uji XRD yang didapatkan fraksi fasa MgB₂ dalam skala kecil dan masih dominan fasa *impurity*, sampel MgB₂ yang di *sintering* pada temperatur 600°C didominasi oleh fasa Mg yang belum mencair, menurut diagram fasa Mg mulai mencair pada temperatur 650°C (Wang, 2012). Sedangkan pada temperatur *sintering* 700°C - 900°C menunjukkan kurva material superkonduktor, dimana pada sampel memiliki titik temperatur kritis *onset* ($T_{c_{onset}}$) dan temperatur kritis *zero* ($T_{c_{zero}}$).

$T_{c_{onset}}$ adalah titik dimana pada temperatur tertentu resistivitas bahan akan turun, sedangkan $T_{c_{zero}}$ adalah titik di mana pada temperatur tertentu resistivitas bahan bernilai 0 (nol). Hasil uji *Cryogenic Magnet* ini selaras dengan hasil uji XRD yang didapatkan fraksi fasa superkonduktor MgB₂ sebagai fasa dominan mulai terbentuk pada MgB₂ dengan temperatur *sintering* 700°C - 900°C, sedangkan pada MgB₂ dengan temperatur *sintering* 600°C masih dominan fasa Mg dan fasa B yang belum bereaksi. Uji *resistivity* dari superkonduktor MgB₂ ini dilakukan pada temperatur 300 K – 20 K.

Tabel 4.39 merupakan hasil analisis secara kuantitatif temperatur kritis dari sampel MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering*, didapatkan sampel yang disintesis menggunakan temperatur *sintering* 600°C tidak memiliki temperatur kritis. Sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan temperatur *sintering* 700°C memiliki $T_{c_{onset}}$ sebesar 35.37 K, $T_{c_{zero}}$ sebesar 33.35 K dan $\Delta\rho = 2.02$ K. Sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan temperatur *sintering* 800°C memiliki $T_{c_{onset}}$ sebesar 42.16 K, $T_{c_{zero}}$ sebesar 37.75 K dan $\Delta\rho = 4.41$ K. Sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan temperatur *sintering* 850°C memiliki $T_{c_{onset}}$ sebesar 41.87 K, $T_{c_{zero}}$ sebesar 39.3 K dan $\Delta\rho = 2.57$ K. Sampel MgB₂ yang disintesis menggunakan temperatur *sintering* 900°C memiliki $T_{c_{onset}}$ sebesar 42.33 K, $T_{c_{zero}}$ sebesar 40.01 K dan $\Delta\rho = 2.32$ K. $\Delta\rho$ merupakan perubahan temperatur dari $T_{c_{onset}}$ ke $T_{c_{zero}}$, *resistivity* yang memiliki nilai $\Delta\rho$ yang kecil menunjukkan fasa heksagonal MgB₂ yang terbentuk mendekati *single phase*, pada semua sampel memiliki nilai $\Delta\rho$ yang lebih besar dibandingkan dengan nilai $\Delta\rho$ pada MgB₂ yang



disintesis dengan menggunakan 3 metode berbeda, hal ini karena Magnesium yang digunakan antara sintesis MgB_2 tahap I (3 metode berbeda) dengan MgB_2 tahap II (Variasi temperatur *sintering*) memakai bahan yang berbeda merk. Sintesis MgB_2 tahap I (3 metode berbeda) menggunakan Magnesium (Mg) dengan kemurnian 98.0 wt%, merk Kanto Chemical CO., NC. Japan dan sintesis MgB_2 tahap II (Variasi temperatur *sintering*) menggunakan Magnesium (Mg) dengan kemurnian 98.5 wt%, ukuran 0.06-0.3 mm, merk EMD Millipore, Austria.

Nilai $\Delta\rho$ yang besar menunjukkan pada sampel masih terdapat banyak fasa *impurity* atau fasa lain selain fasa MgB_2 . Semakin landai penurunan *resistivity* dari $T_{c_{onset}}$ ke $T_{c_{zero}}$ maka semakin besar nilai $\Delta\rho$. Dari analisa secara kuantitatif didapatkan T_c dari MgB_2 bertambah besar seiring dengan pertambahan temperatur *sintering*, perbedaan T_c yang jauh dapat terjadi karena tingkat pemanasan mempunyai peran penting dalam pembentukan fasa MgB_2 , sehingga saat temperatur reaksi bergeser ke temperatur yang lebih tinggi maka Magnesium mencair secara sempurna berdifusi masuk ke rongga-rongga B sehingga terbentuknya ikatan secara *solid-liquid* pada MgB_2 , karena reaksi antara atom Mg dan B tidak cukup pada temperatur rendah. Hasil uji *Cryogenic Magnet* ini selaras dengan hasil uji XRD yang didapatkan fasa superkonduktor MgB_2 meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur *sintering*. Namun pada temperatur *sintering* 850°C memiliki $T_{c_{onset}}$ lebih rendah dari pada temperatur *sintering* 800°C, hal ini dapat diidentifikasi sebagai perubahan fasa transisi antara temperatur 800°C dengan 900°C. Hasil uji *Cryogenic Magnet* ini selaras dengan hasil uji XRD yang menyebutkan bahwa fasa heksagonal MgB_2 mulai terbentuk pada temperatur *sintering* 700°C. Namun pada temperatur *sintering* 700°C masih didapatkan T_c yang rendah, hal ini karena pada temperatur *sintering* 700°C masih dominan fasa Magnesium yang tidak berikatan dengan MgB_2 sehingga T_c rendah. fraksi fasa heksagonal MgB_2 bertambah seiring dengan bertambahnya temperatur *sintering*. Hal tersebut diperkuat dengan hasil uji SEM dan pengukuran nilai densitas didapatkan sampel MgB_2 memiliki kerapatan yang lebih tinggi seiring dengan bertambahnya temperatur *sintering*.

Penelitian superkonduktor MgB_2 pertama kali dilakukan oleh Nagamatsu Jun *et. al.*, dengan didapatkan $T_{c_{onset}}$ sebesar 39 K (Nagamatsu Jun *et. al.*, 2001).



Penelitian yang dilakukan oleh E. Aksu menggunakan HEBM selama 6 jam pada temperatur *sintering* 500°C - 900°C didapatkan $T_{c_{onset}}$ tertinggi 38.7 K (E. Aksu, 2013). Sigit D. Y. *et. al.* pada tahun 2018 mensintesis superkonduktor MgB_2 dengan menggunakan mortar agate pada temperatur *sintering* 800°C dan didapatkan $T_{c_{onset}}$ sebesar 42.678 K (Sigit D. Y. *et. al.*, 2018). Dilihat dari referensi maka superkonduktor MgB_2 menggunakan variasi temperatur *sintering* mulai terbentuk superkonduktor dengan kualitas baik pada temperatur 800°C, hal ini dapat diketahui dengan terbentuknya $T_{c_{onset}} > 40$ K pada semua sampel. Hasil ini selaras dengan uji XRD yang didapatkan fasa heksagonal MgB_2 sebagai fasa dominan pada temperatur *sintering* 800°C keatas.

Pada temperatur yang mendekati $T = 0$ K, nilai ρ (*resistivity*) mendekati nilai 0, akibat hilangnya interaksi elektron di dalam atom. Untuk itulah kemudian dipakai perbandingan nilai *resistivity* pada temperatur tinggi dibagi *resistivity* pada temperatur rendah untuk menentukan kemurnian logam. Nilai perbandingan tersebut dinyatakan dalam RRR (*Residual Resistivity Ratio*). Semakin tinggi nilai RRR menunjukkan semakin murninya sifat konduktivitas logam, MgB_2 memiliki nilai $RRR > 2$ (Rajput S., 2010). Nilai RRR diketahui dengan persamaan 2.5. Hasil perhitungan RRR dari sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Tabel 4.40.

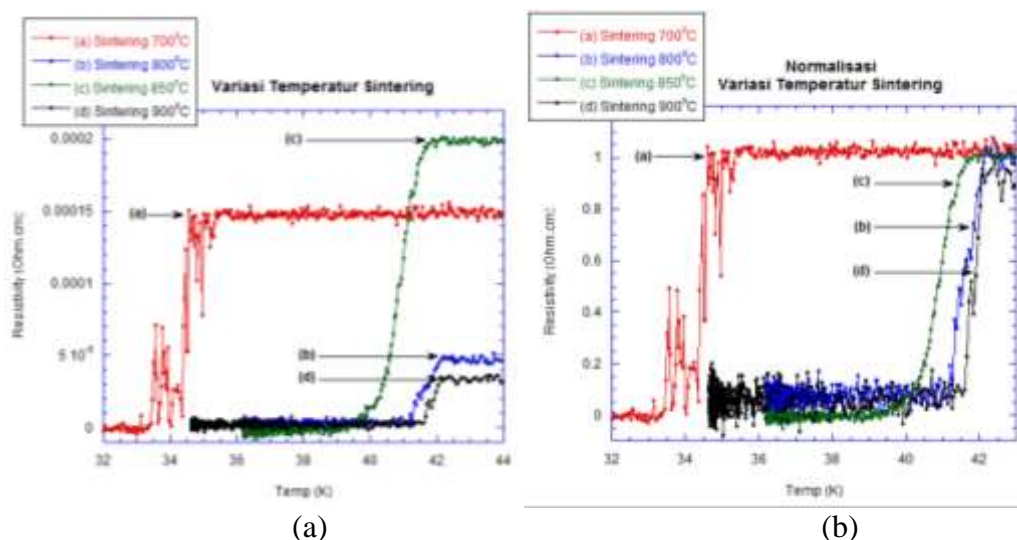
Tabel 4.40 Hasil analisis RRR MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Temp. Sintering	ρ (250 K) (Ohm.cm)	ρ (45 K) (Ohm.cm)	RRR
600°C	-	-	-
700°C	-	-	-
800°C	0.00012133	0.000047293	2.565
850°C	0.00044981	0.00019736	2.279
900°C	0.00011292	0.000036079	3.129

Tabel 4.40 merupakan hasil analisis perhitungan RRR MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*. Pada sampel yang disintering pada temperatur 800°C, 850°C dan 900°C memiliki nilai $RRR > 2$, hal ini menunjukkan pada sampel memiliki hambatan sisa pada sampel yang cukup kecil dan kemurnian sifat konduktivitas yang tinggi. Nilai RRR tertinggi adalah sampel MgB_2 yang

disintesis menggunakan temperatur 900°C yakni sekitar 3.129, tingginya RRR pada temperatur sintering 900°C dapat diidentifikasi bahwa semakin tinggi temperatur sintering maka semakin sedikit hambatan sisa pada superkonduktor MgB₂ karena konduktivitas yang semakin tinggi, tingginya konduktivitas ini akan mempermudah pasangan elektron (*cooper pairs*) pada superkonduktor MgB₂ dalam melewati kisi atom sehingga tidak ada hambatan atau R=0. Penelitian yang dilakukan oleh Suchitra Rajput mensintesis MgB₂ dengan menggunakan HEBM selama 8 jam pada temperatur *sintering* 800°C didapatkan nilai RRR sebesar 2.75 (Suchitra Rajput, 2017). Hasil yang didapat pada penelitian ini menunjukkan nilai RRR yang hampir mendekati dengan referensi, sehingga dapat dipastikan bahwa hambatan sisa pada sampel cukup kecil dan kemurnian sifat konduktivitas logam yang tinggi.

Pada temperatur *sintering* 700°C tidak didapatkan nilai RRR karena *resistivity* pada temperatur tinggi (250 K) tidak terdeteksi, hal ini dapat disebabkan oleh *noise* saat pengukuran, *noise* tersebut terjadi bisa disebabkan karena sampel yang berongga sehingga menyebabkan tidak stabilnya arus listrik pada saat pengukuran *resistivity*. Grafik perbandingan *resistivity* dan Grafik normalisasi dari sampel MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering* dapat dilihat pada Gambar 4.35. Kurva dilakukan normalisasi dengan nilai hambatan 43 K.



Gambar 4.35 (a) Grafik perbandingan *resistivity* dan (b) Grafik normalisasi dari sampel MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering*



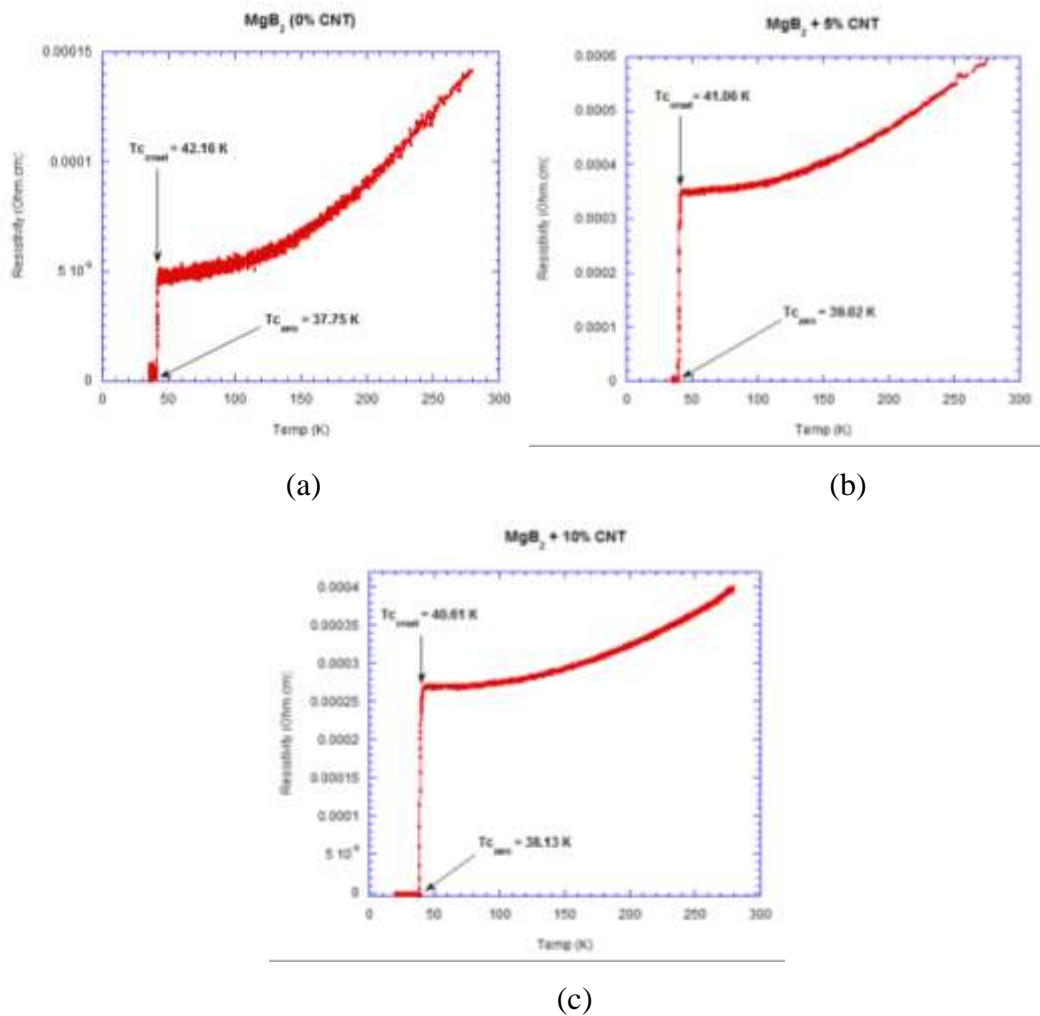
Normalisasi ini bertujuan untuk mengetahui pergeseran kurva, semakin curam penurunan *resistivity* pada kurva maka semakin banyak fasa heksagonal MgB_2 yang terbentuk. Pada sampel yang di-*sintering* pada temperatur 700°C memiliki kurva penurunan *resistivity* yang tidak stabil dimana *resistivity* naik dan turun, hal tersebut bisa terjadi karena adanya *noise* saat pengukuran, *noise* tersebut terjadi bisa disebabkan karena sampel yang berongga sehingga menyebabkan tidak stabilnya arus listrik pada saat pengukuran *resistivity*. Pada sampel MgB_2 dengan temperatur sintering 800°C terlihat *resistivity* menurun secara landai, hal ini sebanding dengan nilai $\Delta\rho$ yang cukup tinggi yakni 4.41 K , sehingga dapat diidentifikasi pada temperatur 800°C masih belum mencapai *single phase*.

4.4.3 Analisis *Cryogenic Magnet* MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

Sampel MgB_2 disintesis menggunakan variasi komposisi *doping* CNT yang terdiri dari 0%, 5% dan 10%. Pemilihan *doping* CNT pada superkonduktor MgB_2 adalah untuk meningkatkan nilai kerapatan arus kritis (J_c) dan meningkatkan *flux pinning* pada MgB_2 . Sampel disintesis menggunakan HEBM selama 2 jam dengan *vial milling* yang divakum dan dialiri gas argon dalam *Glove Box* dan menggunakan teknik metode *powder in a sealed tube* (PIST), sampel dilakukan *sintering* pada temperatur 800°C dengan *holding time* 1 jam. Superkonduktivitas dari MgB_2 dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui superkonduktivitas MgB_2 terhadap penambahan *doping* CNT. Hasil analisis uji *Cryogenic Magnet* secara kualitatif pada sampel MgB_2 yang disintesis dengan variasi *doping* CNT dapat dilihat pada Gambar 4.36 dan Tabel 4.41.

Tabel 4.41 Hasil analisis temperatur kritis dari sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

Doping	$T_{c_{onset}}$ (K)	$T_{c_{zero}}$ (K)	$\Delta\rho$ (K)
CNT 0%	42.16	37.75	4.41
CNT 5%	41.06	39.02	2.04
CNT 10%	40.61	38.13	2.48



Gambar 4.36 Grafik hasil *Cryogenic Magnet* MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

Gambar 4.36 merupakan Grafik hasil *Cryogenic Magnet* MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*, analisis secara kualitatif pada semua sampel menunjukkan kurva material superkonduktor, dimana pada semua sampel memiliki titik temperatur kritis *onset* ($T_{c_{onset}}$) dan temperatur kritis *zero* ($T_{c_{zero}}$). $T_{c_{onset}}$ adalah titik dimana pada temperatur tertentu resistivitas bahan akan turun, sedangkan $T_{c_{zero}}$ adalah titik di mana pada temperatur tertentu resistivitas bahan bernilai 0 (nol). Hasil uji *Cryogenic Magnet* ini selaras dengan hasil uji XRD yang menyebutkan bahwa semua sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT merupakan material superkonduktor, hal ini ditandai dengan didapatkannya fasa heksagonal MgB_2 sebagai fasa dominan pada semua sampel. Dari hasil XRD didapatkan fraksi fasa superkonduktor MgB_2 meningkat seiring dengan penambahan *doping*



CNT. Hasil uji SEM dan pengukuran densitas didapatkan dengan bertambahnya *doping* CNT maka MgB₂ memiliki kerapatan yang lebih tinggi dibandingkan dengan sampel MgB₂ tanpa *doping*, hal ini dapat diidentifikasi bahwa CNT telah mensubstitusi B sehingga kerapatannya lebih tinggi. Uji *resistivity* dari superkonduktor MgB₂ ini dilakukan pada temperatur 300 K – 20 K.

Tabel 4.41 merupakan hasil analisis secara kuantitatif temperatur kritis dari sampel MgB₂ dengan variasi *doping* CNT, didapatkan sampel MgB₂ tanpa *doping* CNT (0 wt%) memiliki Tc_{onset} sebesar 42.16 K, Tc_{zero} sebesar 37.75 K dan Δρ = 4.41 K. Sampel MgB₂ yang di-*doping* dengan 5 wt% CNT memiliki Tc_{onset} sebesar 41.06 K, Tc_{zero} sebesar 39.02 K dan Δρ = 2.04 K. Sampel MgB₂ yang di-*doping* dengan 10 wt% CNT memiliki Tc_{onset} sebesar 40.61 K, Tc_{zero} sebesar 38.13 K dan Δρ = 2.48 K. Δρ merupakan perubahan temperatur dari Tc_{onset} ke Tc_{zero}, *resistivity* yang memiliki nilai Δρ yang kecil menunjukkan fasa heksagonal MgB₂ yang terbentuk mendekati *single phase*, pada sampel MgB₂ tanpa *doping* CNT didapatkan nilai Δρ yang lebih besar dibandingkan dengan sampel MgB₂ yang di-*doping* dengan CNT. Dari analisa secara kuantitatif didapatkan Tc dari MgB₂ berkurang seiring dengan penambahan *doping* CNT, hal ini dapat diidentifikasi bahwa penambahan *doping* CNT sangat berpengaruh pada superkonduktivitas MgB₂.

Penelitian superkonduktor MgB₂ pertama kali dilakukan oleh Nagamatsu Jun *et. al.*, dengan didapatkan Tc_{onset} sebesar 39 K (Nagamatsu Jun *et. al.*, 2001). Penelitian yang dilakukan oleh Byung H. J. *et. al.*, mensintesis superkonduktor MgB₂ menggunakan HEBM selama 2 jam dengan CNT sebesar 5 wt% didapatkan penurunan nilai Tc menjadi 36 K, dimana Tc awal MgB₂ murni sebesar 37.4 K, namun terjadi peningkatan nilai Jc dan Hc₂ (Byung H. J. *et. al.*, 2015). Rahul S. *et. al.*, pada tahun 2017 mensintesis MgB₂ dengan menggunakan mortar agate selama 30 menit dengan penambahan *doping* 10 wt% CNT didapatkan penurunan Tc hingga 4 K dari Tc MgB₂ *pure* dan terjadi peningkatan nilai Jc dan Hc₂ (Rahul S. *et. al.*, 2017). Qi Cai *et. al.*, mensintesis superkonduktor MgB₂ dengan metode percampuran menggunakan mortar agate selama 30 menit dengan penambahan *doping* CNT 2.5 wt%, didapatkan penurunan Tc dari 39.27 K menjadi 37.62 K



dan penambahan *doping* CNT membuat peningkatan nilai J_c dari MgB_2 (Qi Cai *et. al.*, 2013).

Dari hasil penelitian yang pernah ada, pada dasarnya dengan penambahan *doping* CNT membuat peningkatan nilai J_c , H_{c2} dan penguatan *flux pinning*. Hal ini karena CNT memiliki sifat listrik yang baik, sifat termal dan sifat mekanik yang baik, ketika medan magnet masuk menerobos material superkonduktor, diantara medan magnet tersebut terdapat CNT yang mengalirkan medan listrik sehingga arus kritis (J_c) naik saat medan magnet $H > 0$ diterapkan (J.H. Kim, 2006) Superkonduktor MgB_2 yang di-*doping* dengan CNT mengalami peningkatan nilai J_c dan H_{c2} tetapi mengalami penurunan T_c saat medan magnet luar diberikan (Qi Cai, 2013). Hasil penelitian ini sesuai dengan referensi yang menyebutkan bahwa semakin bertambahnya *doping* CNT maka semakin menurunkan T_c , akan tetapi dalam penelitian ini tidak diuji J_c dan H_{c2} karena keterbatasan alat. Penelitian ini dapat diidentifikasi sebagai kandidat material superkonduktor dengan kualitas baik, hal ini dapat diketahui dengan terbentuknya $T_{c_{onset}} > 40$ K pada semua sampel.

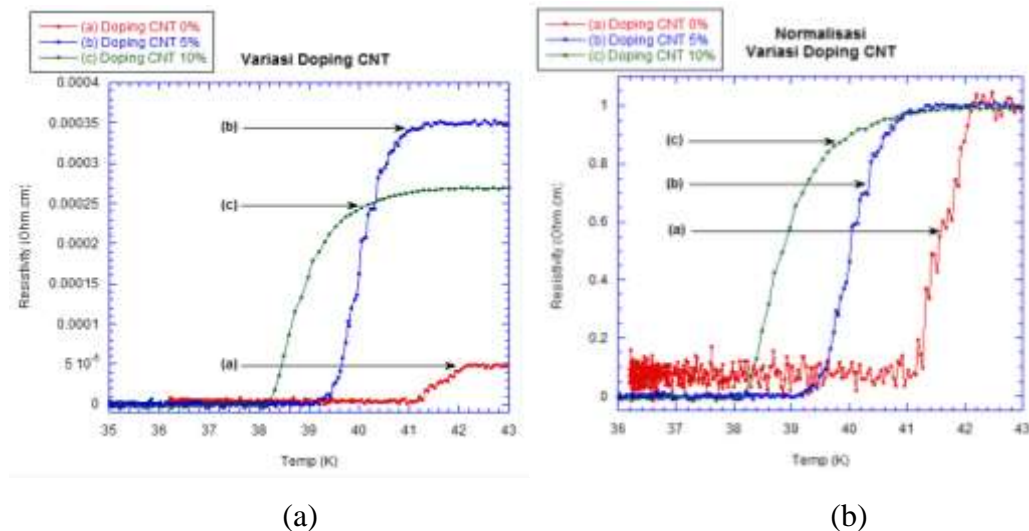
Pada temperatur yang mendekati $T = 0$ K, nilai ρ (*resistivity*) mendekati nilai 0, akibat hilangnya interaksi elektron di dalam atom. Untuk itulah kemudian dipakai perbandingan nilai *resistivity* pada temperatur ruangan dibagi *resistivity* pada temperatur rendah untuk menentukan kemurnian logam. Nilai perbandingan tersebut dinyatakan dalam RRR (*Residual Resistivity Ratio*). Semakin tinggi nilai RRR menunjukkan semakin murninya sifat konduktivitas logam, MgB_2 memiliki nilai $RRR > 2$ (Rajput S., 2010). Nilai RRR dapat diketahui dengan menggunakan persamaan 2.5. Hasil perhitungan RRR dari sampel MgB_2 yang disintesis dengan penambahan *doping* CNT dapat dilihat pada Tabel 4.42 sebagai berikut:

Tabel 4.42 Hasil analisis RRR MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

<i>Doping</i>	ρ (250 K) (Ohm.cm)	ρ (45 K) (Ohm.cm)	RRR
CNT 0%	0.00012133	0.000047293	2.565
CNT 5%	0.00054817	0.00034865	1.572
CNT 10%	0.00036553	0.00027142	1.346



Tabel 4.42 merupakan hasil analisis perhitungan RRR MgB_2 dengan variasi *doping* CNT. Pada sampel MgB_2 *pure* (CNT 0 wt%) didapatkan nilai RRR sebesar 2.565, hasil tersebut sesuai dengan referensi yang menyebutkan bahwa MgB_2 memiliki nilai RRR > 2 (Rajput S., 2010). Penambahan *doping* CNT mengakibatkan penurunan temperatur kritis dan penurunan nilai *Residual Resistivity Ratio* (RRR) dari 2.02 untuk MgB_2 murni menjadi 1.63 untuk MgB_2 yang di-*doping* dengan CNT (J. H. Kim *et al.*, 2006) Nilai RRR yang tinggi menandakan bahwa sampel tersebut memiliki hambatan sisa yang cukup kecil dan kemurnian sifat konduktivitas yang tinggi pada logam. Pada penelitian ini didapatkan penurunan nilai RRR seiring dengan bertambahnya *doping* CNT, hal tersebut terjadi karena dengan penambahan *doping* CNT maka kemurnian sifat konduktivitas dari MgB_2 akan menurun, hal inilah yang menyebabkan nilai T_c menurun seiring bertambahnya *doping* CNT. Grafik perbandingan *resistivity* dan Grafik normalisasi dari sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT dapat dilihat pada Gambar 4.37. Kurva dilakukan normalisasi dengan nilai hambatan ~ 43 K, Normalisasi ini bertujuan untuk mengetahui pergeseran kurva, semakin curam penurunan *resistivity* pada kurva maka semakin banyak fasa heksagonal MgB_2 yang terbentuk dan mendekati *single phase*.



Gambar 4.37 (a) Grafik perbandingan *resistivity* dan (b) Grafik normalisasi dari sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT



Gambar 4.37 merupakan Grafik perbandingan *resistivity* dan Grafik normalisasi dari sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT. Pada sampel MgB_2 *pure* (0 wt% CNT) terlihat *resistivity* menurun secara landai, hal ini sebanding dengan nilai $\Delta\rho$ yang cukup tinggi yakni 4.41 K, sehingga dapat diidentifikasi pada sampel MgB_2 *pure* masih belum mencapai *single phase*. Sedangkan pada sampel MgB_2 yang di-*doping* dengan CNT memiliki penurunan *resistivity* yang curam, hal ini menunjukkan pada sampel memiliki fasa MgB_2 sebagai fasa dominan. Hasil ini sesuai dengan hasil perhitungan fraksi fasa pada uji XRD yang menyebutkan bahwa sampel yang di-*doping* CNT memiliki fasa MgB_2 sebagai fasa dominan.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Material superkonduktor MgB_2 yang disintesis menggunakan 3 metode *milling* berbeda didapatkan sampel yang disintesis dengan mortar agate memiliki fasa superkonduktor MgB_2 paling besar dibandingkan dengan metode HEBM yakni sebesar 94.92% fasa superkonduktor dan fasa *impurity* sebesar 5.08%. Hasil perhitungan didapatkan pergeseran (*strain*) dari sampel dengan menggunakan mortar agate memiliki pergeseran terbesar yakni sekitar 0.0079 radian, nilai pergeseran yang besar ini mempengaruhi nilai *lattice parameter* yang terdapat pada sampel dengan sintesis mortar agate sehingga memiliki nilai ukuran kristalit yang lebih kecil dibandingkan sampel lain. Hasil analisis SEM dan perhitungan densitas didapatkan bahwa MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM memiliki kerapatan yang lebih tinggi dibanding dengan MgB_2 yang disintesis menggunakan mortar agate, kerapatan butir yang baik akan menyebabkan konektivitas di batas butir tinggi. Hasil uji Cryogenic Magnet didapatkan dengan nilai T_c dari ketiga metode dapat diidentifikasi sebagai kandidat material superkonduktor dengan kualitas baik, hal ini dapat diketahui dengan terbentuknya $T_c > 40$ K pada semua sampel.

Hasil terbaik sebagai kandidat material superkonduktor MgB_2 dengan variasi temperatur sintering adalah pada temperatur *sintering* 900°C dan sampel MgB_2 dengan variasi penambahan *doping* CNT didapatkan hasil terbaik pada sampel dengan *doping* CNT 10 wt%. Analisis pembentukan fasa dengan uji XRD menunjukkan fraksi fasa superkonduktor MgB_2 sebesar 97.89% dan fasa *impurity* sebesar 2.11% terdapat pada sampel dengan temperatur *sintering* 900°C . Hasil SEM menunjukkan sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* 900°C memiliki kerapatan antar butir tertinggi dengan nilai densitas sebesar 2.57 g/cm^3 , semakin tinggi temperatur *sintering* maka kerapatan butirnya semakin tinggi. Hasil uji *resistivity* sampel MgB_2 didapatkan nilai T_c meningkat seiring dengan bertambahnya temperatur *sintering*, nilai $T_{c_{onset}}$ tertinggi sebesar 42.33 K dan



$T_{c_{zero}}$ sebesar 40.01 K pada sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* 900°C, semakin tinggi temperatur *sintering* maka semakin tinggi nilai RRR yang menandakan sedikit hambatan sisa pada superkonduktor MgB_2 karena konduktivitas yang semakin tinggi. Hasil ini selaras dengan hasil uji XRD yang didapatkan semakin tinggi temperatur *sintering* maka semakin dominan fasa heksagonal MgB_2 dan semakin tinggi intensitas MgB_2 yang terbentuk.

Material superkonduktor MgB_2 dengan penambahan *doping* CNT 10 wt% memiliki fraksi fasa superkonduktor MgB_2 sebesar 96.31% dan fasa *impurity* sebesar 3.69%. Analisis secara kualitatif uji SEM didapatkan dengan penambahan *doping* CNT 10 wt% memiliki kerapatan butir tertinggi dengan nilai densitas sebesar 2.63 g/cm³, semakin besar penambahan *doping* CNT maka semakin tinggi kerapatan butirnya. Hasil uji *resistivity* didapatkan nilai T_c menurun seiring dengan penambahan *doping* CNT, didapatkan $T_{c_{onset}}$ sebesar 40.61 K dan $T_{c_{zero}}$ sebesar 38.13 K pada sampel MgB_2 yang di-*doping* dengan CNT 10 wt%, penurunan ini terjadi karena dengan penambahan *doping* CNT akan menurunkan nilai RRR yang menandakan kemurnian sifat konduktivitas dari MgB_2 menurun. Hasil ini selaras dengan hasil uji XRD yang didapatkan semakin tinggi penambahan *doping* CNT maka semakin turun intensitas MgB_2 .

5.2 Saran

1. Penelitian selanjutnya diharapkan mengkaji fenomena superkonduktivitas tidak hanya dengan uji temperatur kritis (T_c) saja, tetapi juga mengkaji dua parameter lain yakni kerapatan arus listrik (J_c) dan medan magnet kritis (H_c).
2. Penelitian selanjutnya diharapkan mensintesis superkonduktor MgB_2 hingga membuat prototipe kawat superkonduktor MgB_2 .

DAFTAR PUSTAKA

- A. V. Pogrebnyakov, X. X. Xi, J. M. Redwing, *et al.* (2004), "Properties of MgB₂ thin films with carbon doping", *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 85, No. 11.
- Akdogan, M., Yeti, H., Gajda, F., Rogacki, K., Morawski, A., & Belenli. (2017), "Use of amorphous boron and amorphous nano boron powder mixture in fabrication of long in-situ MgB₂/Fe wires", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 702, pp 399–403.
- Alves, A., Bergmann, C. P. & Berutti, F. A., (2013), "Synthesis and Characterization of Nanostructured Material", *Porto Alegre: Springer*.
- Arpita Vajpayee, V.P.S. Awana, S. Yuc, G.L. Bhalla, H. Kishan. (2010), "Effect of single-walled carbon nano-tube (CNT) addition on superconducting properties of bulk MgB₂ superconductor", *Physica C.*, Vol. 470, pp S653–S654.
- ASTM F42-93. (1997), "Standard Test Methods for Conductivity Type of Extrinsic Semiconducting Materials", *Annual Bk. ASTM St.*
- Braccini, V., Nardelli, D., Penco, R., & Grasso, G. (2007), "Development of ex situ processed MgB₂ wires and their applications to magnets", Vol. 456, pp 209–217.
- Buzea, C., & Yamashita, T. (2001), "Review of superconducting properties" of, pp 1–35.
- Byung-Hyuk Jun, Jung Ho Kim, Chan-Joong Kim, Kee Nam Choo. (2015), "Improved Transport Critical Current Properties in Glycerin – Doped MgB₂ Wire Using Milled Boron Powder and a Solid State Reaction of 600°C", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol.650, pp 794 – 798.
- C Y Zhang, *et al.* (2010), "The effect of Si addition in MgB₂ thin films by hybrid physical–chemical vapor deposition using silane as the doping source", *Supercond. Sci. Technol*, Vol. 23, 065017 (7pp).
- Cyrot, M and Pavuna, D. (1992), "Introduction to Superconductivity and High-T_c Materials", *World Scientific Publishing, Inc. Singapore*.



- Erhan Aksu. (2013), “Study of MgB₂ Phase Formation by using XRD, SEM, Thermal and Magnetic Measurement”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 552, pp 376–381.
- Gianmarco Bovone, Davide Matera, Cristina Bernini, Emilio Bellingeri, Antonio Sergio Siri, Andrea Malagoli, Maurizio Vignolo. (2016), “Synthesis temperature effects on ex-situ manufactured MgB₂ wires useful for power applications”, *Alloys and Compounds*, Vol. 660, pp 342-346
- H Yamada, M Hirakawa, H Kumakura (2006), “Effect of aromatic hydrocarbon addition on in situ powder-in-tube processed MgB₂ tapes”, *Supercond. Sci. Technol.*, Vol. 19, pp 175-177.
- H. Kobayashi, M. Muralidhar, M.R. Koblischka. (2015), “Improvement in the Performance of Bulk MgB₂ Material through Optimization of Sintering Process”, *Physics Procedia*, Vol. 65, 73 – 76.
- J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zentani, J. Akimitsu. (2001), “Superconductivity at 39 K in magnesium diboride”, *Nature*, Vol. 410, pp 63-69.
- Jin, S., Mavoori, H., & Dover, V. (2001), “High critical currents in iron-clad superconducting MgB₂ wires”, *Nature*, pp 411–563.
- Jun. Nagamatsu, (2001), “Superconductivity at 39 K in Magnesium Diboride”, *Nature*, Volume. 410, No. 6824 : Japan. Page. 63-64.
- Kamerlingh Onnes, H. (1911), “On the sudden change in the rate at which the resistance of mercury disappears.le.”, *Communications from the Physical Laboratory of the University of Leiden, 124c*.
- Kuziora, P., Wyszynska, M., Polanski, M. & Bystrzycki, J., (2014), “Why the Ball to Powder Ratio (BPR) is Insufficient for Describing the Mechanical Ball Milling Process”, *International of Hydrogen Energy*, pp. 9883-9887.
- Larbalestier, D. C., Cooley, L. D., Rikel, M. O., & Jiang, J. (2001), “Strongly linked current flow in polycrystalline forms of the superconductor MgB₂”, *Nature*, Vol. 410.
- M. Muralidhar, K. Nozaki, H. Kobayashi, X.L. Zeng, A. Koblischka-Veneva, M.R. Koblischka, K. Inoue. (2015), “Optimization of sintering



- conditions in bulk MgB₂ material for improvement of critical current density”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 649, pp 833-842.
- M. Putti, V. Braccini, C. Ferdeghini, F. Gatti, G. Grasso, P. Manfrinetti, D. Marre, A. Palenzona, I. Pallecchi, C. Tarantini, I. Sheikin, H.U. Aebbersold, E. Lehmann, (2013), “Films by hybrid physical–chemical vapor deposition using silane as the doping source”, *Supercond. Sci. Technol.*, Vol. 23, 065017 (7pp).
- Pikatan, S. (1989), “Mengenal Superkonduktor”, Diakses 01 Desember 2017, <http://geocities.com/mipa/article/superkonduktor.pdf>.
- Q.Z. Shi, Y.C. Liu, Q. Zhao, Z.Q. Ma. (2008), “Phase formation process of bulk MgB₂ analyzed by Differential Thermal Analysis during sintering”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 458, pp 553–557.
- Qi Cai, Yongchang Liu, Zongqing Ma, David A. Cardwell. (2013), “Fishtail Effects and Improved Critical Current Density in Polycrystalline Bulk MgB₂ Containing Carbon Nanotubes”, *Physica C*, Vol 492, pp 6 – 10.
- R.G. Abhilash Kumar, K. Vinod, R.P. Aloysius, U. Syamaprasad. (2006). “A simple and inexpensive method for rapid synthesis of MgB₂ Superconductor”, *Materials Letters*, Vol. 60, pp 3328–3331.
- Rahul S., Devadas K.M, Syju Thomas, Neson Varghese, Ajeesh P. Paulo, Manoj Raama V., Syamaprasad U. (2017), “A comparative study on the effects of n C, n SiC and BRH on the structural and superconducting properties of MgB₂ PIT wires”, *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 200, pp 395 - 401.
- Rajput, S. (2017), “High temperature and low field regime vortex phase diagram of in-situ prepared stainless steel sheathed MgB₂ tapes”, *Cryogenics*, Vol. 83, pp 17–21.
- Razeti, M., Angius, S., Bertora, L., Damiani, D., Marabotto, R., Modica, Tassisto, M. (2008), “Construction and Operation of Cryogen Free Magnets for Open MRI Systems”, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, Vol. 18(2), pp 1–5.



- Rene Flükiger. (2012), “Overview of Superconductivity and Challenges in Applications”, *CERN, TE–MSC Geneva 1211*, Switzerland.
- Sigit D. Y., Agung I., Budhy K., Azwar M. (2018), “Formation of polycrystalline MgB₂ synthesized by powder in sealed tube method with different initial boron phase”, *AIP Conference Proceedings*, Vol. 1945, pp. 020027.
- 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.
- Suo, H. L., Beneduce, C., Dhalle, M., Musolino N, G. J. Y. and, & Flukiger R. (2001), “Large transport critical currents in dense Fe and Ni-clad MgB₂ superconducting tapes” *Supercond.*, Vol. 17, No. 2, pp 2915.
- Tomáš Holúbek. (2008), “Current transfer and thermal stability of composite MgB₂ superconductors”, *Ph.D Thesis, Slovak Academy of Sciences, Slovak Republic*, Apr, pp. 16.
- Varghese, N., Vinod, K., Kumar, R. G. A. (2013), “Influence of reactivity of sheath materials with Mg/B on superconducting properties of MgB₂ Influence of reactivity of sheath materials with Mg/B on superconducting properties of MgB₂”, *Supercond.*, 43914, pp 0–4.
- Wang Qingyang, Yan Guo, Andre, Sulpice, Eric Mossang, Xiong Xiaomei, Liu Guoqing, Jiao Gaofeng, Zhang Pingxiang. (2012), “Influence of Amorphous Carbon Doping on Superconductivity of MgB₂/Nb/Cu Wires”, *Rare Metal Materials and Engineering*, Volume 41.
- Xianping Zhang, Yanwei Ma, Zhaoshun Gao, *et al.* (2007), “Effect of nano-C doping on the critical current density and flux pinning of MgB₂ tapes”, *IEEE Trans. on Appl.*
- Y. C. Liu, Q. Z. Shi, Q. Zhao, Z. (2007), “Kinetics analysis for the sintering of bulk MgB₂ superconductor”, *J Mater Sci: Mater Electron*, Vol. 18.
- Y. W. Ma, A. X. Xu, X. H. Li. *et al.* (2006), “Enhanced Critical Current Density of MgB₂ Superconductor Synthesized in High Magnetic Fields”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol.45, pp. L493-L496.

LAMPIRAN 1

Interpretasi Hasil dan Perhitungan Data Pengujian

Interpretasi Hasil

Pada penelitian ini dilakukan 3 tahap, pada tahap pertama dilakukan sintesis superkonduktor MgB₂ dengan 3 metode *milling* yang berbeda, tahap kedua dilakukan sintesis superkonduktor MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering* dan pada tahap ketiga dilakukan sintesis superkonduktor MgB₂ dengan variasi komposisi *doping* CNT

Tabel A Hasil semua pengujian sampel MgB₂ dengan 3 metode berbeda

Analisis	Metode		
	Mortar Agate	HEBM Udara Bebas	HEBM Argon
Fasa Superkonduktor	***	*	**
Kristalinitas (FWHM)	***	*	**
Ukuran Kristal	*	***	**
Pergeseran (<i>Strain</i>)	***	*	**
Densitas (Kerapatan)	*	**	***
Ukuran Partikel	*	**	***
<i>Resistivity</i> (Tc)	**	***	*
$\Delta\rho$	**	*	***
RRR	*	***	**

Keterangan : * = nilai kecil ; ** = nilai sedang ; *** = nilai tinggi

Tabel B Hasil semua pengujian sampel MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering*

Analisis	Temperatur Sintering				
	600°C	700°C	800°C	850°C	900°C
Fasa Superkonduktor	*	**	***	****	*****
Kristalinitas (FWHM)	-	****	*	**	***
Ukuran Kristal	-	*	****	***	**
Pergeseran (<i>Strain</i>)	-	****	***	*	**
Densitas (Kerapatan)	*	**	***	****	*****
Ukuran Partikel	**	****	*****	**	*
<i>Resistivity</i> (Tc)	-	*	***	**	****
$\Delta\rho$	-	*	****	***	**
RRR	-	-	**	*	***

Keterangan : * = nilai kecil ; ** = nilai sedang I ; *** = nilai sedang II ;

**** = nilai sedang III ; ***** = nilai tinggi



Tabel C Hasil semua pengujian sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

Analisis	Doping CNT		
	0 wt%	5 wt%	10 wt%
Fasa Superkonduktor	*	**	***
Kristalinitas (FWHM)	*	***	**
Ukuran Kristal	***	*	**
Pergeseran (<i>Strain</i>)	**	***	*
Densitas (Kerapatan)	*	**	***
Ukuran Partikel	**	***	*
<i>Resistivity</i> (T_c)	***	**	*
$\Delta\rho$	***	*	**
RRR	***	**	*

Keterangan : * = nilai kecil ; ** = nilai sedang ; *** = nilai tinggi

Tabel A merupakan hasil semua pengujian sampel MgB_2 dengan 3 metode berbeda, jika dilihat dari fraksi fasa superkonduktor maka sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan mortar agate memiliki persentase fraksi fasa yang lebih besar dibanding dengan metode lain, analisis secara kualitatif hasil XRD dari sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan mortar agate dan HEBM mempunyai pembentukan fasa yang hampir sama sehingga dapat diidentifikasi bahwa MgB_2 yang disintesis dengan 3 metode berbeda tidak mengalami perbedaan yang signifikan. Nilai FWHM menentukan ukuran kristal, semakin lebar FWHM maka semakin kecil ukuran kristalinitas, begitupun sebaliknya semakin sempit FWHM maka semakin besar ukuran kristalinitasnya, dari hasil analisis kuantitatif didapatkan FWHM paling sempit adalah sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM udara bebas sehingga sampel tersebut memiliki ukuran kristal tertinggi dibanding dengan sampel lainnya. Nilai pergeseran tertinggi terdapat pada sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan mortar agate. Dari analisis secara kualitatif hasil uji SEM dan perhitungan densitas didapatkan bahwa MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM memiliki kerapatan yang lebih baik dan memiliki kehomogenan yang lebih baik dibanding dengan MgB_2 yang disintesis menggunakan mortar agate. Ukuran rata-rata partikel tertinggi adalah MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM argon, hal ini karena MgB_2 berbentuk kristal *rod* yang memanjang, sedangkan pada sampel MgB_2 dengan menggunakan



mortar agate memiliki bentuk *sphere*. Hasil uji *resistivity* didapatkan MgB_2 dengan HEBM udara bebas memiliki nilai T_c tertinggi, namun perbedaan temperatur kritis dari ketiga metode yang tidak terlalu jauh dapat diidentifikasi tidak terdapat perubahan yang signifikan dari MgB_2 . $\Delta\rho$ merupakan perubahan temperatur dari $T_{c_{onset}}$ ke $T_{c_{zero}}$, *resistivity* yang memiliki nilai $\Delta\rho$ yang kecil menunjukkan fasa heksagonal MgB_2 yang terbentuk mendekati *single phase*, pada sampel MgB_2 dengan menggunakan HEBM argon memiliki nilai $\Delta\rho$ yang tinggi dibandingkan dengan sampel lain, hal ini dapat diidentifikasi bahwa sampel MgB_2 dengan menggunakan HEBM argon masih belum mendekati *single phase*. Semakin tinggi nilai RRR menunjukkan semakin murninya sifat konduktivitas logam, nilai RRR tertinggi adalah sampel MgB_2 yang disintesis menggunakan HEBM udara bebas, pada semua sampel memiliki nilai $\text{RRR} > 2$, hal ini menunjukkan pada semua sampel memiliki hambatan sisa pada sampel yang cukup kecil dan kemurnian sifat konduktivitas yang tinggi.

Tabel B merupakan hasil semua pengujian sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*, jika dilihat dari fraksi fasa superkonduktor maka sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering* didapatkan semakin tinggi temperatur *sintering* maka semakin dominan fasa heksagonal MgB_2 yang terbentuk, sampel MgB_2 yang di *sintering* pada temperatur 900°C memiliki fasa superkonduktor paling tinggi dibanding dengan sampel lain. Nilai FWHM menentukan ukuran kristal, semakin lebar FWHM maka semakin kecil ukuran kristalinitas, begitupun sebaliknya semakin sempit FWHM maka semakin besar ukuran kristalinitasnya, dari hasil analisis kuantitatif didapatkan FWHM paling sempit adalah sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* 800°C sehingga sampel tersebut memiliki ukuran kristal tertinggi dibanding dengan sampel lainnya. Nilai pergeseran tertinggi terdapat pada sampel MgB_2 dengan temperatur *sintering* 700°C . Hasil analisis SEM dan perhitungan densitas didapatkan dengan bertambahnya temperatur *sintering* maka kerapatan antar butirnya semakin tinggi, semakin homogen dan ikatan MgB_2 secara *solid-liquid* semakin banyak terbentuk, sampel MgB_2 yang di *sintering* pada temperatur 900°C memiliki kerapatan tertinggi dibandingkan dengan sampel lain, hal tersebut karena Mg sudah mencair sempurna pada temperatur 900°C . Ukuran rata-rata partikel tertinggi adalah MgB_2



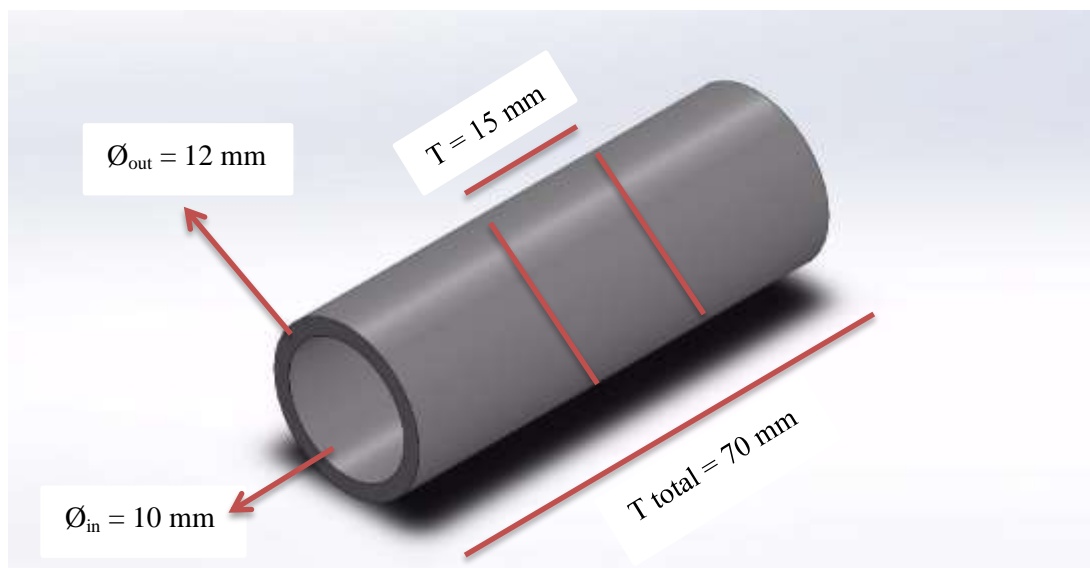
yang disintesis menggunakan temperatur *sintering* 800°C, hal ini karena MgB₂ berbentuk kristal *rod* yang memanjang, sedangkan pada sampel MgB₂ dengan temperatur 600°C dan 700°C memiliki bentuk *sphere* dan sampel MgB₂ dengan temperatur 850°C dan 900°C memiliki bentuk *hexagonal*. Hasil uji *resistivity* didapatkan MgB₂ dengan temperatur *sintering* 900°C memiliki nilai T_c tertinggi, semakin tinggi temperatur *sintering* maka semakin tinggi pula nilai T_c yang terbentuk. $\Delta\rho$ merupakan perubahan temperatur dari T_{c_{onset}} ke T_{c_{zero}}, *resistivity* yang memiliki nilai $\Delta\rho$ yang kecil menunjukkan fasa heksagonal MgB₂ yang terbentuk mendekati *single phase*, pada sampel MgB₂ dengan temperatur 800°C memiliki nilai $\Delta\rho$ yang tinggi dibandingkan dengan sampel lain, hal ini dapat diidentifikasi bahwa sampel MgB₂ dengan temperatur 800°C masih belum mendekati *single phase*. Nilai RRR tertinggi adalah sampel MgB₂ dengan temperatur *sintering* 900°C, pada semua sampel memiliki nilai RRR > 2, hal ini menunjukkan pada semua sampel memiliki hambatan sisa pada sampel yang cukup kecil dan kemurnian sifat konduktivitas yang tinggi.

Tabel C merupakan hasil semua pengujian sampel MgB₂ dengan variasi *doping* CNT, jika dilihat dari fraksi fasa superkonduktor maka sampel MgB₂ *doping* 10 wt% CNT memiliki persentase fraksi fasa yang lebih besar dibanding sampel lain. Nilai FWHM menentukan ukuran kristal, semakin lebar FWHM maka semakin kecil ukuran kristalinitas, begitupun sebaliknya semakin sempit FWHM maka semakin besar ukuran kristalinitasnya, dari hasil analisis kuantitatif didapatkan FWHM paling sempit adalah sampel MgB₂ dengan *doping* 5 wt% CNT, sehingga sampel tersebut memiliki ukuran kristal tertinggi dibanding dengan sampel lainnya. Nilai pergeseran tertinggi terdapat pada sampel MgB₂ dengan *doping* 5 wt% CNT. Dari hasil analisis SEM dan perhitungan densitas didapatkan MgB₂ dengan bertambahnya *doping* CNT maka kerapatannya semakin tinggi, hal ini karena CNT memasuki rongga kosong B sehingga lebih mampat. Ukuran rata-rata partikel tertinggi adalah MgB₂ dengan *doping* 5 wt% CNT dengan bentuk kristal *rod* yang memanjang. Hasil uji *resistivity* didapatkan MgB₂ tanpa *doping* CNT memiliki nilai T_c tertinggi, dari analisa secara kuantitatif didapatkan T_c dari MgB₂ berkurang seiring dengan penambahan *doping* CNT, hal ini dapat diidentifikasi bahwa penambahan *doping* CNT sangat berpengaruh



pada superkonduktivitas MgB_2 . $\Delta\rho$ merupakan perubahan temperatur dari $T_{c_{onset}}$ ke $T_{c_{zero}}$, *resistivity* yang memiliki nilai $\Delta\rho$ yang kecil menunjukkan fasa heksagonal MgB_2 yang terbentuk mendekati *single phase*, pada sampel MgB_2 tanpa *doping* memiliki nilai $\Delta\rho$ yang tinggi dibandingkan dengan sampel lain, hal ini dapat diidentifikasi bahwa sampel MgB_2 tanpa *doping* masih belum mendekati *single phase*. Nilai RRR tertinggi adalah sampel MgB_2 tanpa *doping* CNT, Nilai RRR yang tinggi menandakan bahwa sampel tersebut memiliki hambatan sisa yang cukup kecil dan kemurnian sifat konduktivitas yang tinggi pada logam. Pada penelitian ini didapatkan penurunan nilai RRR seiring dengan bertambahnya *doping* CNT, hal tersebut terjadi karena dengan penambahan *doping* CNT maka kemurnian sifat konduktivitas dari MgB_2 akan menurun.

Perhitungan Data Pengujian



Gambar Dimensi Tabung

Dimensi Tabung *Stainless Steel* (SS) 304:

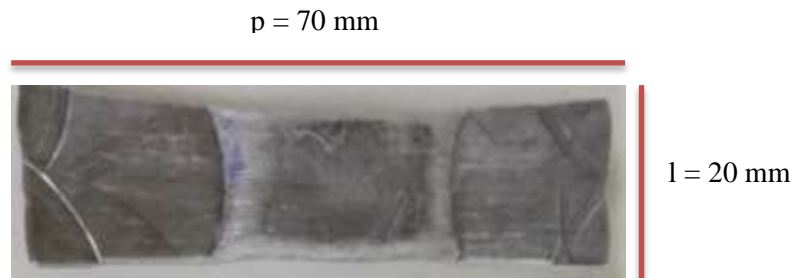
- Tinggi total tabung (T_{total}) = 70 mm
- Tinggi tabung untuk massa MgB_2 (T) = 15 mm
- Diameter dalam (\varnothing_{in}) = 10 mm
- Diameter luar (\varnothing_{out}) = 12 mm



Beban Press pada Tube SS 304

Diketahui: Panjang spesimen (p) = 70 mm = 0.07 m

Lebar spesimen (l) = 20 mm = 0.02 m



Gambar Dimensi Spesimen

- Luas Area (A)

$$A = p \times l$$

$$A = 0.07 \text{ m} \times 0.02 \text{ m}$$

$$A = 0.0014 \text{ m}^2$$

- Beban Press (m)

$$m = \frac{10}{70} \times 100 \text{ ton}$$

$$m = 15 \text{ ton}$$

$$m = 15.000 \text{ kg}$$

- Gaya (F)

$$F = m \times g$$

$$F = 15.000 \times 9,8$$

$$F = 147.000 \text{ N}$$

- Tekanan (P)

$$P = \frac{F}{A}$$

$$P = \frac{147.000 \text{ N}}{0.0014}$$

$$P = 105 \times 10^6 \text{ Pa}$$

$P = 105 \text{ Mpa}$ (Tekanan yang dibutuhkan untuk press spesimen *tube SS 304*)



Perhitungan Komposisi Sampel MgB₂

Untuk mengetahui jumlah massa MgB₂ yang dibutuhkan dalam penelitian ini maka perlu dihitung volume tabung yang akan digunakan dan juga perlu diketahui massa jenis MgB₂, massa jenis bahan yang digunakan dapat diketahui pada Tabel:

Tabel Massa jenis MgB₂, CNT, SS 304

Bahan	Massa Jenis
MgB ₂	2,52 gram/cm ³
CNT	1,60 gram/cm ³
SS 304	7,99 gram/cm ³

Sumber : Wang, 2012

1. Perhitungan volume tabung *Stainless Steel* (SS) 304

Perhitungan volume tabung SS 304 dapat diketahui dengan menggunakan persamaan:

$$\text{Vol tabung} = \pi \cdot r^2 \cdot t$$

Dengan menggunakan persamaan 3.1 maka volumenya:

$$\text{Vol tabung} = \pi \cdot r^2 \cdot t$$

$$\text{Vol tabung} = 3,14 \times (5 \text{ mm})^2 \times 15 \text{ mm}$$

$$\text{Vol tabung} = 1177,5 \text{ mm}^3$$

$$\text{Vol tabung} = 1,1775 \text{ cm}^3$$

2. Perhitungan massa total MgB₂

Menurut jurnal (Akdogan, 2017) massa jenis yang digunakan tidak jauh dari massa jenis optimum, tidak di standarisasi, oleh karena itu massa jenis yang biasa digunakan 50-60% dari teori. Pada penelitian ini digunakan $\pm 50\%$ sehingga massa jenis (ρ) yang digunakan yaitu:

$$\rho \text{ MgB}_2 \text{ Standar} = 2,52 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho \text{ MgB}_2 = 2,52 \times 50 \%$$

$$\rho \text{ MgB}_2 = 1,26 \text{ g/cm}^3$$



Setelah mendapatkan massa jenisnya maka massa total MgB_2 yang digunakan ($m MgB_2$) dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$m MgB_2 = \rho MgB_2 \times Vol \text{ tabung}$$

$$m MgB_2 = 1,26 \text{ g/cm}^3 \times 1,1775 \text{ cm}^3$$

$$m MgB_2 = 1,48365 \text{ gram} = 1,5 \text{ gram}$$

Sehingga massa total MgB_2 yang digunakan untuk 1 sampel dalam PIST adalah 1,5 gram.

3. Perhitungan massa serbuk Mg dan serbuk B yang digunakan untuk superkonduktor MgB_2 .

Diketahui:

$$Ar \text{ Mg} = 24,305 \text{ gram/mol}$$

$$Ar \text{ B} = 10,811 \text{ gram/mol}$$

$$Mr \text{ MgB}_2 = 45,927 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Ratio stoikiometri Mg : B} = 1 : 2$$

#Komposisi massa Mg dan B dapat diketahui dengan menghitung fraksi berat (X):

- $X \text{ Mg} = 1 \times \frac{Ar \text{ Mg}}{Mr \text{ MgB}_2}$
$$X \text{ Mg} = 1 \times \frac{24,305 \text{ gram/mol}}{45,927 \text{ gram/mol}}$$
$$X \text{ Mg} = 0,529$$
- $X \text{ B} = 2 \times \frac{Ar \text{ B}}{Mr \text{ MgB}_2}$
$$X \text{ B} = 2 \times \frac{10,811 \text{ gram/mol}}{45,927 \text{ gram/mol}}$$
$$X \text{ B} = 0,471$$

Komposisi Massa MgB_2 Tahap I (3 Metode *Milling* Berbeda)

#Metode Mortar Agate

- Massa Total = 1,5 gram
- Massa Magnesium = Fraksi Mg x Massa Total
$$= 0,529 \times 1,5 \text{ gram}$$
$$= 0,794 \text{ gram}$$



- Massa Boron = Fraksi B x Massa Total
= 0,471 x 1,5 gram
= 0,706 gram

#Metode HEBM Udara Bebas

- Massa Total = 2 gram
- Massa Magnesium = Fraksi Mg x Massa Total
= 0,529 x 2 gram
= 1,058 gram
- Massa Boron = Fraksi B x Massa Total
= 0,471 x 2 gram
= 0,942 gram

#Metode HEBM Argon

- Massa Total = 2 gram
- Massa Magnesium = Fraksi Mg x Massa Total
= 0,529 x 2 gram
= 1,058 gram
- Massa Boron = Fraksi B x Massa Total
= 0,471 x 2 gram
= 0,942 gram

Nb: Massa yang dibutuhkan untuk 1 sampel dalam PIST adalah 1,5 gram, penggunaan massa total berlebih ini digunakan untuk mengantisipasi pengurangan massa akibat proses *High Energy Ball Milling*, sehingga penggunaan massa MgB₂ dalam PIST bisa sesuai dengan hasil perhitungan.

Komposisi Massa MgB₂ Tahap II (Variasi Temperatur Sintering)

Variasi temperatur *sintering* yang digunakan adalah 600°C, 700°C, 800°C, 850°C dan 900°C. Metode yang digunakan pada tahap I adalah *High Energy Ball Milling* dengan menggunakan argon, sehingga dalam perhitungan digunakan 1 perhitungan komposisi untuk dibagi menjadi 5 sampel.

- Massa Total = 8 gram
- Massa Magnesium = Fraksi Mg x Massa Total



- $= 0,529 \times 8 \text{ gram}$
- $= 4.232 \text{ gram}$
- Massa Boron $= \text{Fraksi B} \times \text{Massa Total}$
 $= 0.471 \times 8 \text{ gram}$
 $= 3.768 \text{ gram}$

Nb: massa yang dibutuhkan untuk 1 sampel dalam PIST adalah 1,5 gram.

Komposisi Massa MgB_2 Tahap III (Variasi *Doping* CNT)

#Doping CNT 0%

- Massa Total = 1,5 gram
- Massa Magnesium $= \text{Fraksi Mg} \times \text{Massa Total}$
 $= 0,529 \times 1,5 \text{ gram}$
 $= 0,794 \text{ gram}$
- Massa Boron $= \text{Fraksi B} \times \text{Massa Total}$
 $= 0.471 \times 1,5 \text{ gram}$
 $= 0,706 \text{ gram}$

#Doping CNT 5% (wt%)

- Massa Total = 1,8 gram
- CNT (5%) $= 5\% \times \text{massa total (MgB}_2 + \text{CNT)}$
 $= \frac{5}{100} \times 1,8 \text{ gram}$
 $= 0.09 \text{ gram}$
- Massa Total MgB_2 $= 1,8 \text{ gram} - 0,09 \text{ gram}$
 $= 1,71 \text{ gram}$
- Massa Magnesium $= \text{Fraksi Mg} \times \text{Massa Total MgB}_2$
 $= 0,529 \times 1,71 \text{ gram}$
 $= 0,905 \text{ gram}$
- Massa Boron $= \text{Fraksi B} \times \text{Massa Total MgB}_2$
 $= 0.471 \times 1,71 \text{ gram}$
 $= 0,805 \text{ gram}$



#Doping CNT 10% (wt%)

- Massa Total = 1,8 gram
- CNT (10%) = $10\% \times \text{massa total (MgB}_2 + \text{CNT)}$
 $= \frac{10}{100} \times 1,8 \text{ gram}$
 $= 0,18 \text{ gram}$
- Massa Total MgB₂ = $1,8 \text{ gram} - 0,18 \text{ gram}$
 $= 1,62 \text{ gram}$
- Massa Magnesium = Fraksi Mg x Massa Total MgB₂
 $= 0,529 \times 1,62 \text{ gram}$
 $= 0,857 \text{ gram}$
- Massa Boron = Fraksi B x Massa Total MgB₂
 $= 0,471 \times 1,62 \text{ gram}$
 $= 0,763 \text{ gram}$

Hasil perhitungan komposisi dari MgB₂ dengan 3 metode berbeda

Sampel	Metode	Massa Mg (gram)	Massa B (gram)	Massa Total (gram)
1	Mortar Agate	0,794	0,706	1,5
2	HEBM Udara Bebas	0,794	0,706	1,5
3	HEBM Argon	0,794	0,706	1,5

Hasil perhitungan komposisi dari MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering*

Sampel	Temperatur Sintering	Massa Mg (gram)	Massa B (gram)	Massa Total (gram)
1	600°C	0,794	0,706	1,5
2	700°C	0,794	0,706	1,5
3	800°C	0,794	0,706	1,5
4	850°C	0,794	0,706	1,5
5	900°C	0,794	0,706	1,5



Hasil perhitungan komposisi MgB₂ dengan penambahan *doping* CNT

Sampel	<i>Doping</i> CNT (wt%)	Massa MgB ₂ (gram)	Massa CNT (gram)	Massa Total (gram)
1	0	1,5	-	1,5
2	5	1,71	0,09	1,8
3	10	1,62	1,8	1,8

Perhitungan Densitas (Kerapatan)

Kerapatan antar butir dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Dimana : ρ = kerapatan/densitas (g/cm³)
 m = massa benda (gram)
 V = volume benda (cm³)

#Densitas MgB₂ dengan 3 metode berbeda

Metode	p (cm)	l (cm)	A (cm ²)	L (cm)	V (cm ³)	massa (gram)	Densitas (g/cm ³)
Mortar Agate	0.75	0.25	0.1875	0.12	0.0225	0.053	2.37
HEBM Udara Bebas	0.61	0.18	0.1098	0.1	0.01098	0.027	2.46
HEBM Argon	0.7	0.25	0.175	0.2	0.035	0.088	2.53

#Densitas MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering*

Temp. <i>Sintering</i>	p (cm)	l (cm)	A (cm ²)	L (cm)	V (cm ³)	massa (gram)	Densitas (g/cm ³)
700°C	0.2	1	0.2	0.15	0.03	0.073	2.44
800°C	0.2	0.85	0.17	0.18	0.0306	0.076	2.49
850°C	0.25	0.8	0.2	0.15	0.03	0.076	2.54
900°C	0.2	0.9	0.18	0.15	0.027	0.069	2.58

#Densitas MgB₂ dengan variasi *doping* CNT

<i>Doping</i>	p (cm)	l (cm)	A (cm ²)	L (cm)	V (cm ³)	massa (gram)	Densitas (g/cm ³)
CNT 0 wt%	0.2	0.85	0.17	0.18	0.0306	0.076	2.49
CNT 5 wt%	0.25	1.1	0.275	0.2	0.055	0.141	2.56
CNT 10 wt%	0.18	1.05	0.189	0.29	0.05481	0.144	2.63

LAMPIRAN 2

Alat dan Bahan Penelitian

Magnesium (98% *purity*, Kanto Chemical CO., NC. Japan)



Magnesium (98.5% *purity*, 0.06-0.3mm, EMD Millipore, Austria)



Boron Amorf (95% *purity*, 2 μm , EMD Millipore, Germany)



MW-CNT (90% *purity*, 20-40 nm)



Agate Mortar dan Pastle



Tabung *Stainless Steel* (SS) 304





Neraca Digital merk Wisd Laboratory Instruments



Vial Milling dan *Ball Milling*



Pembersih *Vial Milling* dan *Ball Milling*



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



Muffle Furnace merk Barnstead Thermolyne



Glove Box merk LABCONCO + tabung gas Argon





Mesin kompaksi hidrolik
(*Hydraulic Press*)



Press ujung tabung SS 304



Tabung SS 304 yang di-*press* salah satu
ujungnya



Spesimen MgB_2 sebelum *sintering*



Spesimen MgB_2 sesudah *sintering*



Pengeluaran hasil sintesis MgB_2 dari
tabung SS 304





Bulk MgB_2 sesudah proses *sintering*



Serbuk MgB_2 sebelum proses *sintering*



Sample Holder pada uji SEM



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 merk Cryotron FR
buatan Oxford*



Circulation pump



Kompresor gas Helium



Temperature and magnet controller



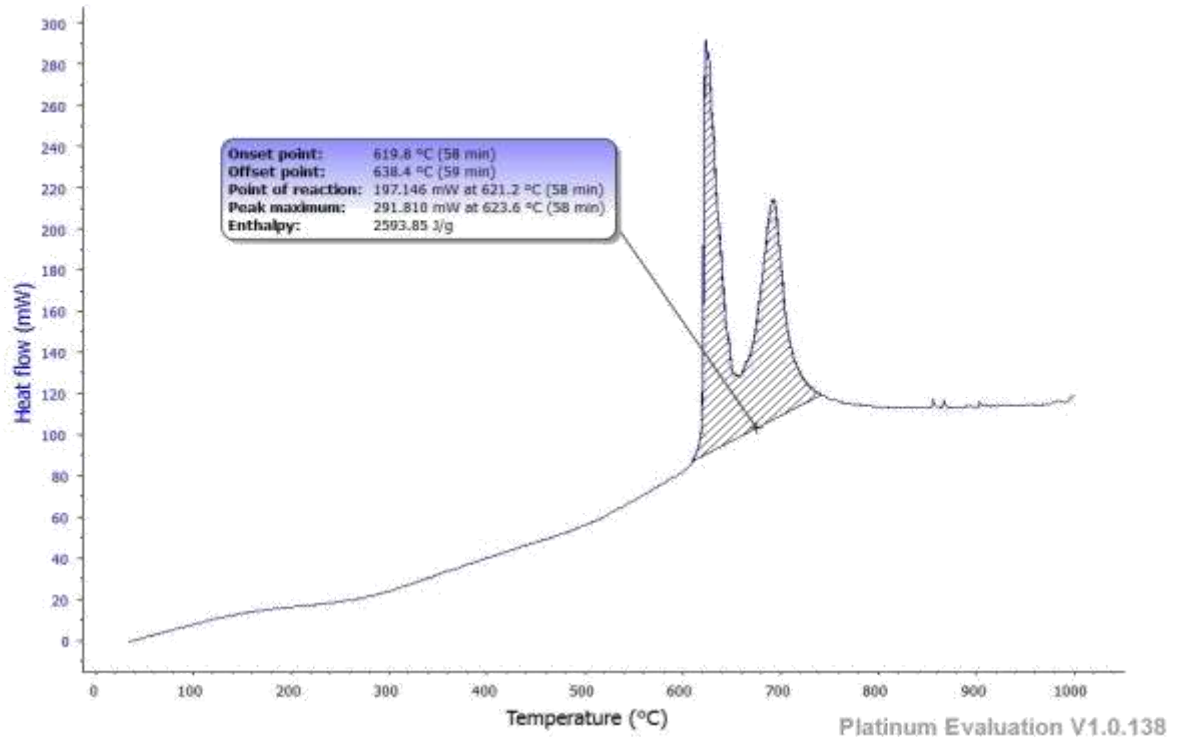


“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN 3

Hasil Uji *Differential Thermal Analysis* (DTA)

LINSEIS



Info

Date: 4/5/2018 12:00:00 AM

Operator: Dewi

Laboratory: Karakterisasi Material

Sample name: [PDHP] 180322-0685

Sample weight: 17.2377 mg

Atmosphere: -

Flowrate: -

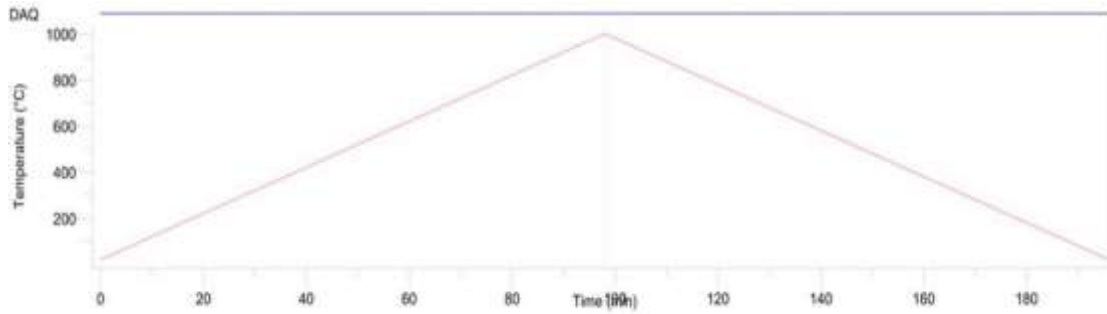
Crucible: Alumina

Measurement type: TG-HDSC

Comment



Temperature profile plot



Temperature profile table

Rate (K/min)	Temperature (°C)	Dwell (min)	DAQ	Relay 1	Relay 2	Relay 3	Relay 4
10	1000	0	on	off	off	off	off
10	20	0	on	off	off	off	off

Coefficients

Temperature (°C)	Heat flow (mW)
40	0.0669
50	1.2251
60	2.4640
70	3.8600
80	5.1002
90	6.4295
100	7.8030
110	8.9673
120	10.1631
130	11.1620



140	12.1652
150	13.2515
160	13.9003
170	14.5440
180	15.1630
190	15.7222
200	16.2541
210	16.6848
220	17.1071
230	17.7359
240	18.1452
250	18.6489
260	19.6449
270	20.3128
280	21.5895
290	22.6042
300	23.7739
310	25.4270
320	26.9008
330	28.6020
340	30.2898
350	31.9876
360	33.8058
370	35.1087
380	36.8753
390	38.2441
400	40.0526



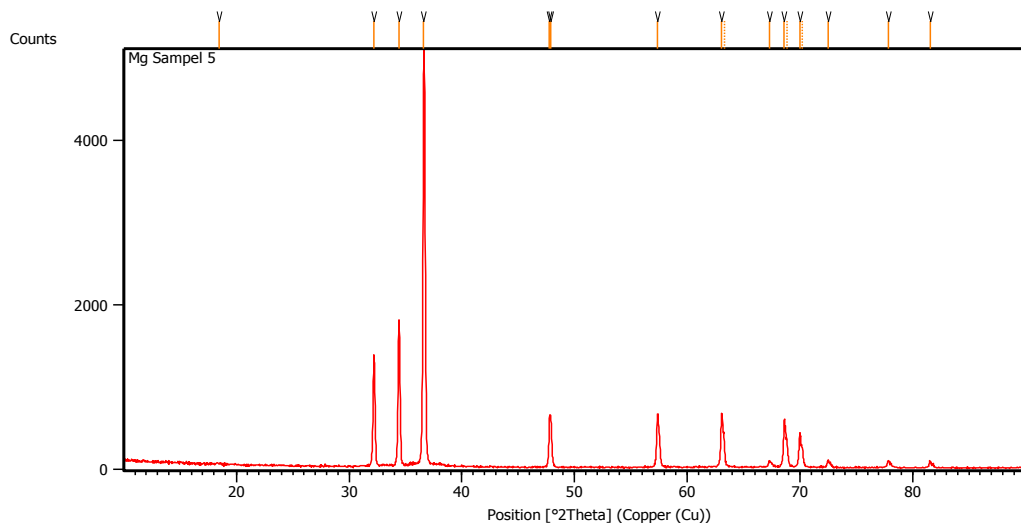
410	41.4598
420	43.1454
430	44.5075
440	46.1434
450	47.5784
460	49.1311
470	50.8073
480	52.1977
490	53.9423
500	55.9092
510	57.7919
520	60.1223
530	62.8240
540	65.2940
550	67.7975
560	70.6162

LAMPIRAN 4

Hasil Uji X-Ray Diffraction (XRD)

Hasil Analisis Kualitatif Uji XRD pada Bahan Magnesium, Boron dan CNT

➤ Magnesium

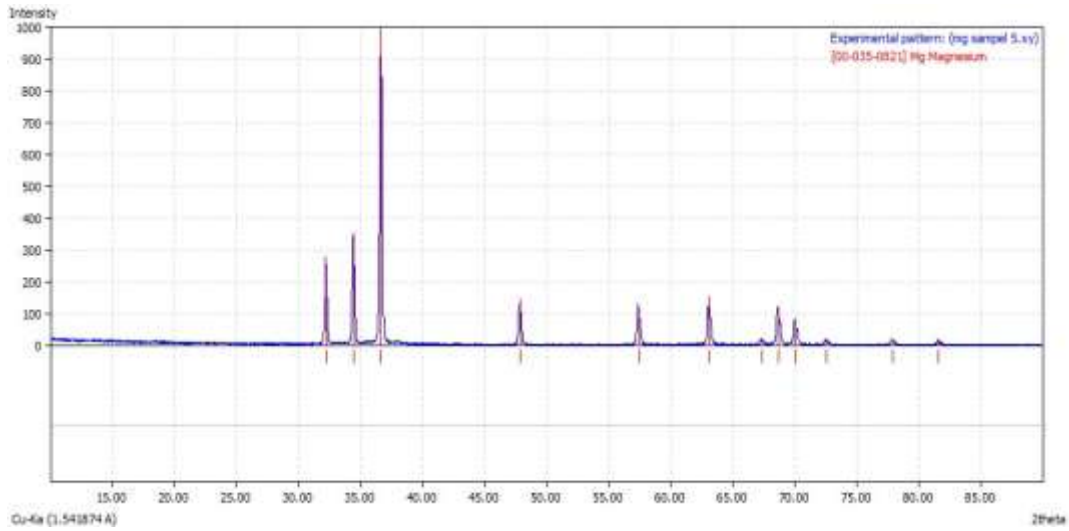


Peak List: (Bookmark 3)

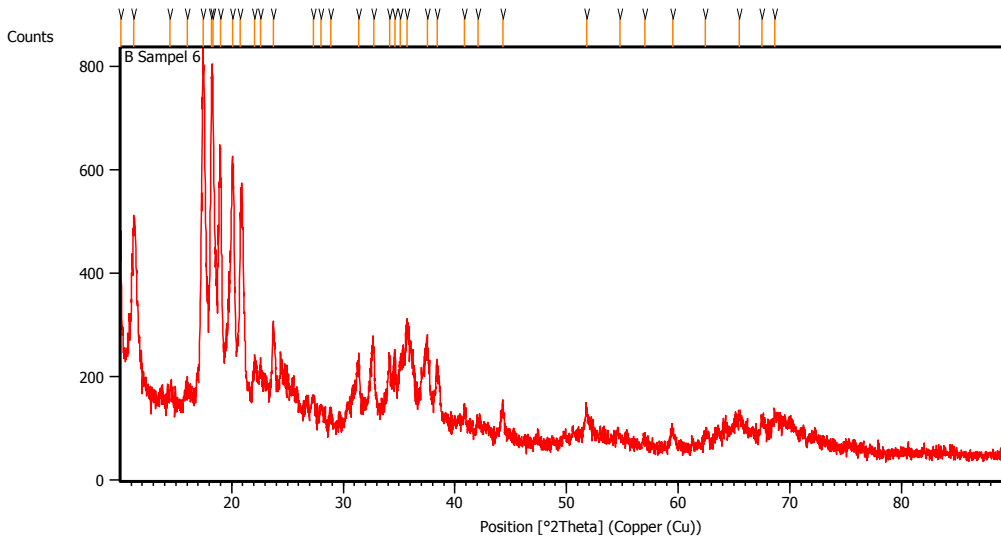
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.4798	12.06	0.4015	4.80128	0.28
32.2089	1347.44	0.1840	2.77926	30.73
34.4331	1770.06	0.1840	2.60465	40.37
36.5921	4384.53	0.1840	2.45579	100.00
47.7876	612.85	0.1224	1.90177	13.98
47.9198	561.09	0.1338	1.89841	12.80
57.3711	646.32	0.1171	1.60611	14.74
63.0602	653.90	0.1836	1.47300	14.91
63.2796	329.25	0.1224	1.47207	7.51
67.2883	76.89	0.2040	1.39035	1.75
68.6128	574.15	0.1428	1.36670	13.09
68.8711	287.43	0.1632	1.36559	6.56
69.9801	396.10	0.1428	1.34331	9.03
70.2390	223.52	0.1224	1.34232	5.10
72.4874	83.63	0.2040	1.30290	1.91
77.8469	99.66	0.1020	1.22604	2.27
81.5598	73.10	0.1632	1.17935	1.67



Analisis menggunakan Software Match



➤ Boron



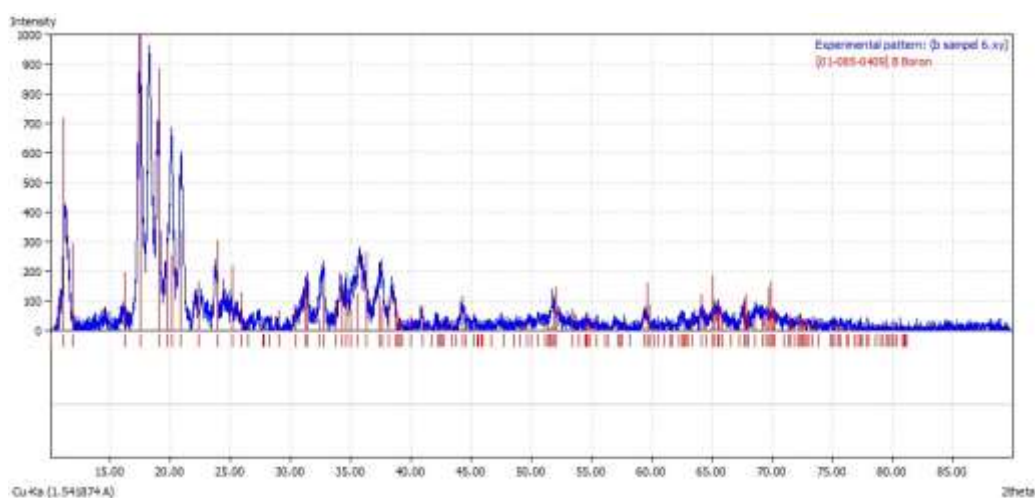
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.0576	291.22	0.1004	8.79495	44.47
11.2404	341.18	0.2342	7.87205	52.10
14.5056	22.36	0.4015	6.10656	3.41
16.0099	29.96	0.4015	5.53599	4.58
17.4352	654.81	0.2676	5.08654	100.00
18.1842	622.77	0.0669	4.87867	95.11



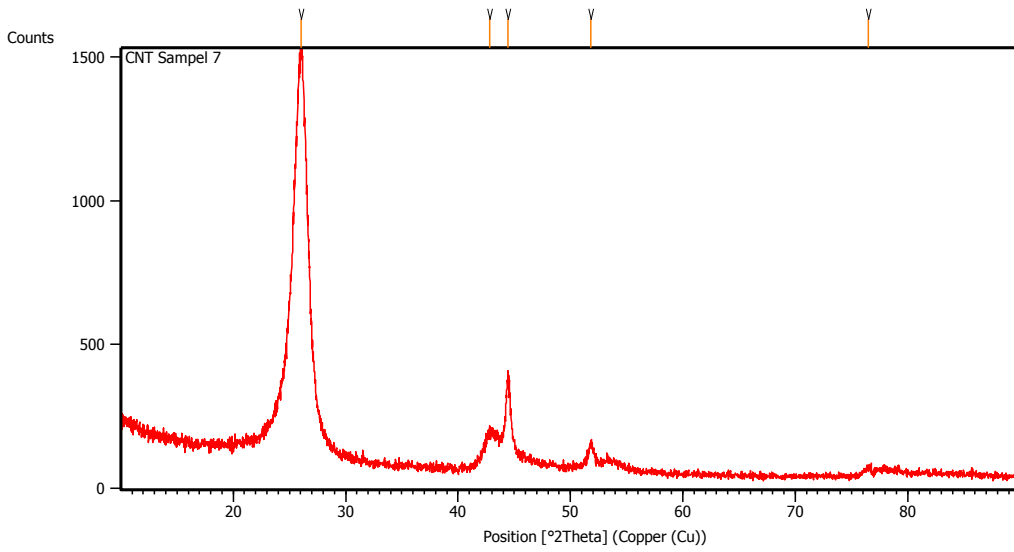
18.3297	610.94	0.1004	4.84028	93.30
19.0058	468.17	0.2676	4.66959	71.50
20.0929	463.19	0.1171	4.41933	70.74
20.7930	334.77	0.3011	4.27209	51.13
22.0571	54.81	0.2676	4.03004	8.37
22.6225	46.27	0.1673	3.93057	7.07
23.7085	112.86	0.1338	3.75293	17.24
27.3357	30.49	0.2676	3.26263	4.66
28.0129	24.08	0.2007	3.18528	3.68
28.8743	16.48	0.2007	3.09219	2.52
31.3561	117.19	0.2676	2.85287	17.90
32.7230	145.51	0.2007	2.73676	22.22
34.1443	140.01	0.2342	2.62602	21.38
34.6123	128.22	0.2007	2.59158	19.58
35.1068	132.61	0.2676	2.55621	20.25
35.7338	200.68	0.1673	2.51278	30.65
37.5451	166.20	0.4015	2.39561	25.38
38.3922	127.55	0.1673	2.34468	19.48
40.8645	47.99	0.4015	2.20836	7.33
42.0680	35.27	0.3346	2.14793	5.39
44.2804	62.58	0.2676	2.04561	9.56
51.7996	49.15	0.2676	1.76497	7.51
54.8138	7.40	0.8029	1.67483	1.13
57.0107	13.40	0.4015	1.61541	2.05
59.5329	36.38	0.2342	1.55285	5.56
62.4422	15.19	0.4684	1.48731	2.32
65.4618	31.10	0.8029	1.42583	4.75
67.5294	21.30	0.3346	1.38712	3.25
68.6380	29.16	0.3346	1.36739	4.45

Analisis menggunakan Software Match





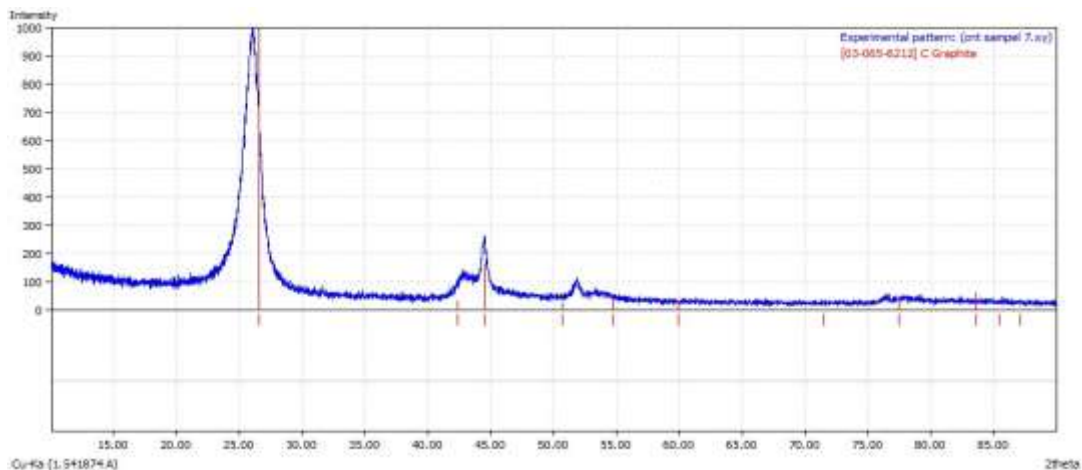
➤ *Carbon Nanotubes (CNT)*



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
26.0690	1115.85	0.2007	3.41821	100.00
42.8058	118.02	0.4015	2.11260	10.58
44.4521	284.59	0.2676	2.03811	25.50
51.8192	76.08	0.4015	1.76435	6.82
76.4871	19.98	0.6691	1.24544	1.79

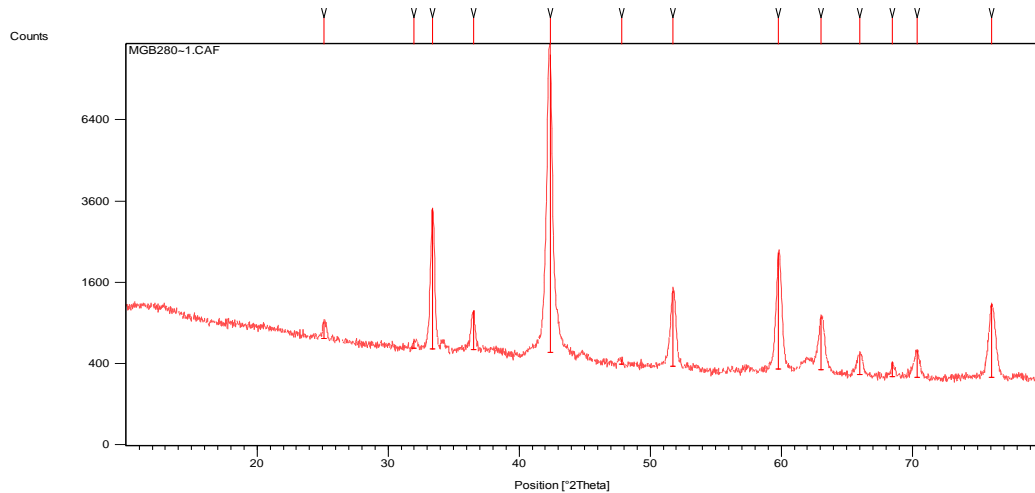
Analisis menggunakan Software Match





Hasil Analisis Kualitatif Uji XRD Sampel MgB_2 Tahap I (3 Metode *Milling* Berbeda)

➤ Metode Mortar Agate

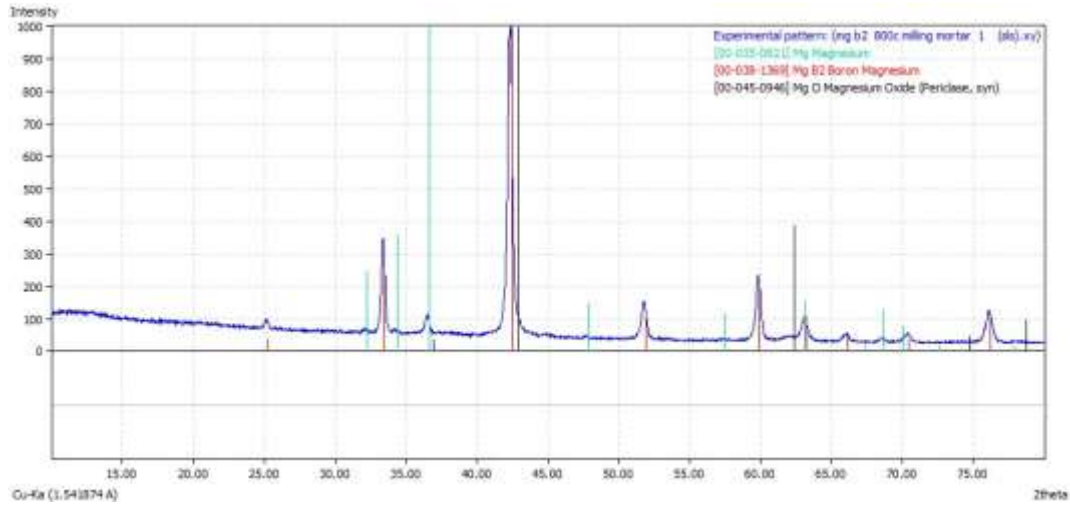


Peak List: (Bookmark 3)

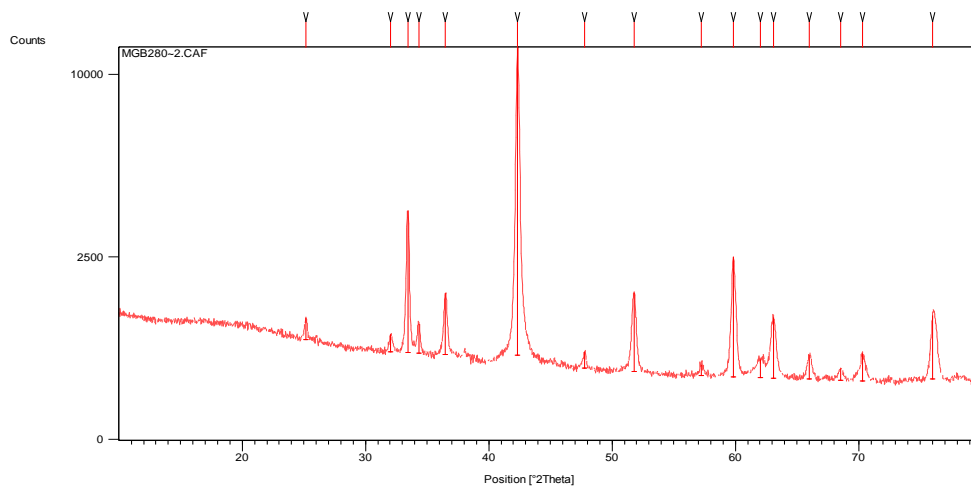
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.1037	240.49	0.2558	3.54742	2.76
31.9744	93.31	0.3582	2.79911	1.07
33.3786	2827.29	0.2558	2.68450	32.43
36.5503	546.67	0.1279	2.45850	6.27
42.3814	8718.84	0.3070	2.13276	100.00
47.8248	46.53	0.4093	1.90196	0.53
51.7165	1063.20	0.1791	1.76761	12.19
59.8052	1896.39	0.2303	1.54643	21.75
63.0362	657.66	0.1791	1.47472	7.54
65.9715	213.52	0.4093	1.41604	2.45
68.4932	137.79	0.2047	1.36993	1.58
70.3670	262.58	0.3070	1.33798	3.01
76.0462	927.69	0.1560	1.25053	10.64



Analisis menggunakan Software Match



➤ Metode HEBM Udara Bebas



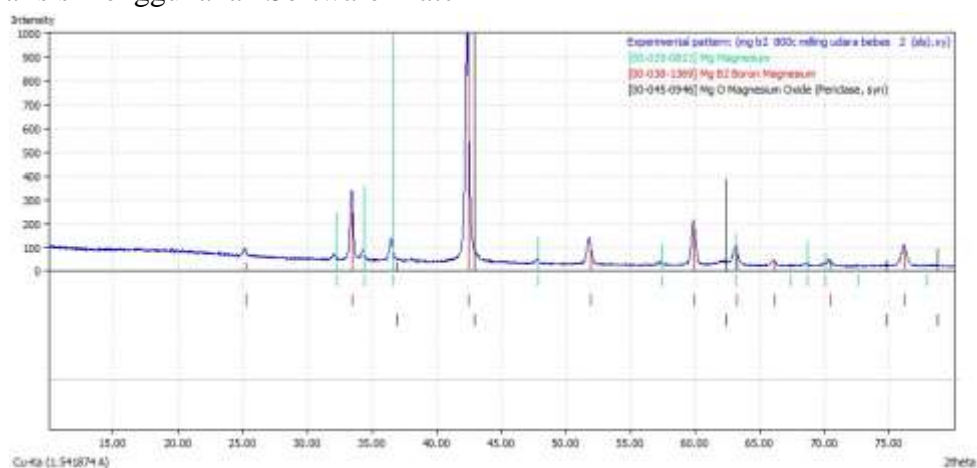
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.1668	354.99	0.2303	3.53867	3.23
32.0206	254.65	0.1791	2.79517	2.32
33.4211	3384.32	0.2303	2.68118	30.78
34.3391	448.62	0.2047	2.61157	4.08
36.4974	1076.89	0.1791	2.46194	9.79
42.3345	10995.18	0.3070	2.13502	100.00
47.7897	209.43	0.2047	1.90327	1.90

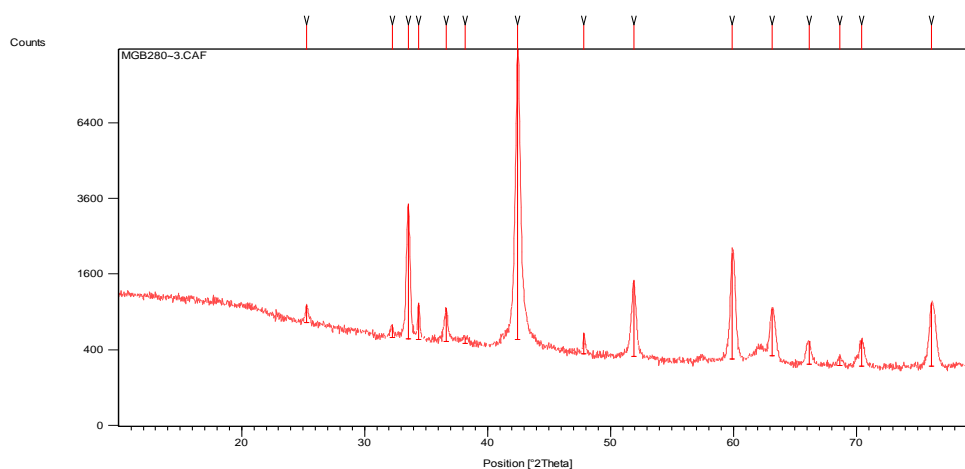


51.8220	1271.14	0.2303	1.76426	11.56
57.2180	110.46	0.2558	1.61004	1.00
59.8263	2210.38	0.3070	1.54594	20.10
62.0513	191.13	0.5117	1.49574	1.74
63.0937	844.22	0.3582	1.47352	7.68
65.9949	267.42	0.1791	1.41560	2.43
68.5416	115.48	0.4093	1.36908	1.05
70.2963	303.42	0.2558	1.33915	2.76
76.0006	888.05	0.2496	1.25116	8.08

Analisis menggunakan Software Match



➤ Metode HEBM Argon

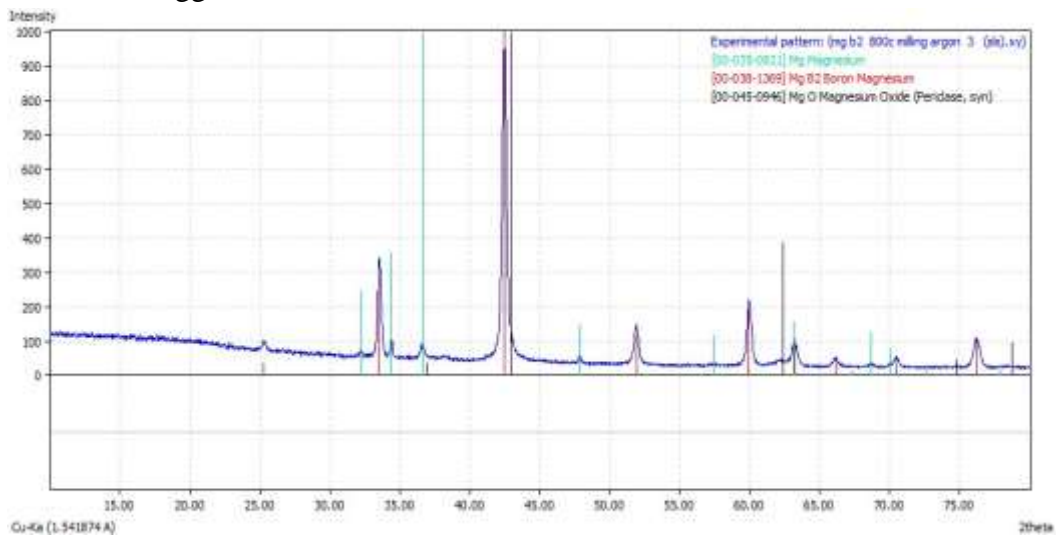




Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2978	269.53	0.2047	3.52064	2.87
32.2451	163.66	0.2047	2.77622	1.74
33.5604	2900.20	0.2558	2.67037	30.86
34.3728	528.05	0.1791	2.60909	5.62
36.6169	479.06	0.1791	2.45418	5.10
38.2141	71.86	0.6140	2.35520	0.76
42.4631	9396.52	0.3070	2.12885	100.00
47.8523	235.52	0.1023	1.90093	2.51
51.8905	1136.04	0.1791	1.76209	12.09
59.8879	1760.83	0.1535	1.54449	18.74
63.1442	607.74	0.4093	1.47246	6.47
66.1566	242.15	0.3582	1.41253	2.58
68.6819	81.94	0.4093	1.36663	0.87
70.4165	259.02	0.3582	1.33716	2.76
76.1095	816.09	0.1872	1.24964	8.69

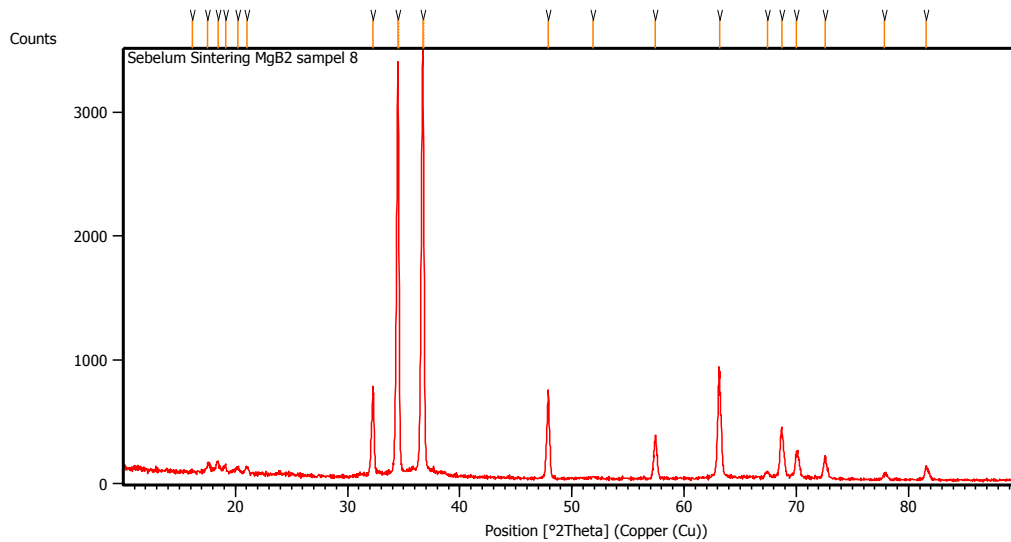
Analisis menggunakan Software Match





Hasil Analisis Kualitatif Uji XRD Sampel MgB_2 Tahap II (Variasi Temperatur *Sintering*)

➤ Sebelum *Sintering*

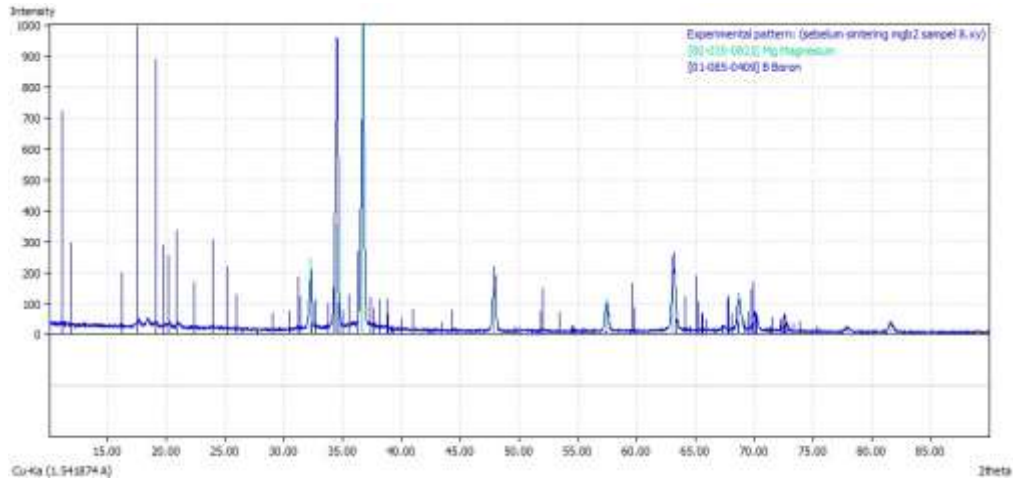


Peak List: (Bookmark 3)

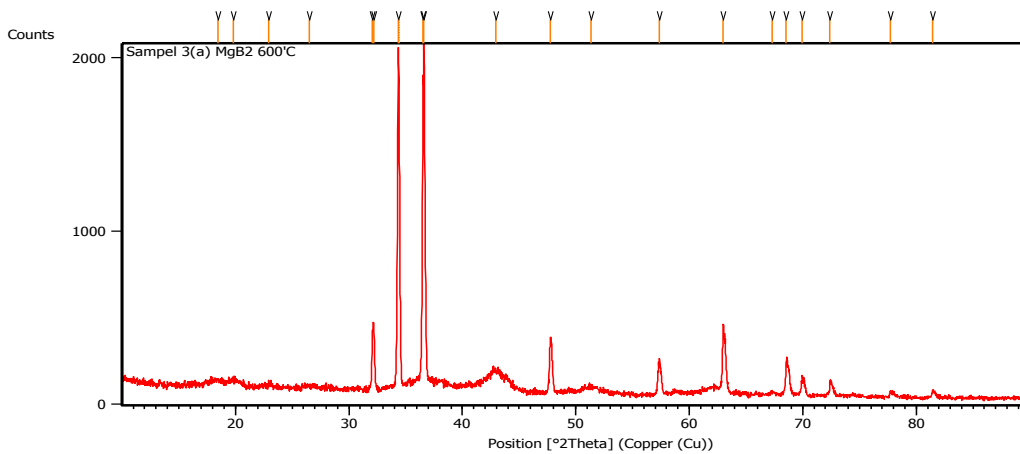
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
16.1728	13.14	0.3346	5.48062	0.38
17.5455	83.95	0.1338	5.05481	2.44
18.4377	93.96	0.1673	4.81215	2.73
19.1278	65.56	0.1004	4.64007	1.91
20.2152	51.62	0.2676	4.39288	1.50
21.0431	50.68	0.2676	4.22188	1.47
32.2811	712.81	0.1171	2.77321	20.73
34.4943	3335.61	0.1428	2.59803	97.00
34.5887	1842.13	0.0612	2.59759	53.57
36.7148	3438.62	0.2244	2.44584	100.00
36.8273	1687.89	0.0612	2.44468	49.09
47.9039	712.17	0.1428	1.89743	20.71
51.8717	12.17	0.6528	1.76123	0.35
57.4480	349.32	0.1428	1.60282	10.16
63.1482	807.89	0.1020	1.47116	23.49
67.4197	45.59	0.4896	1.38796	1.33
68.7049	418.30	0.0612	1.36510	12.16
69.9880	183.39	0.2448	1.34318	5.33
72.5846	168.16	0.1224	1.30139	4.89
77.8596	46.42	0.4896	1.22587	1.35
81.5965	106.03	0.2448	1.17891	3.08



Analisis menggunakan Software Match



➤ **Temperatur Sintering 600°C**



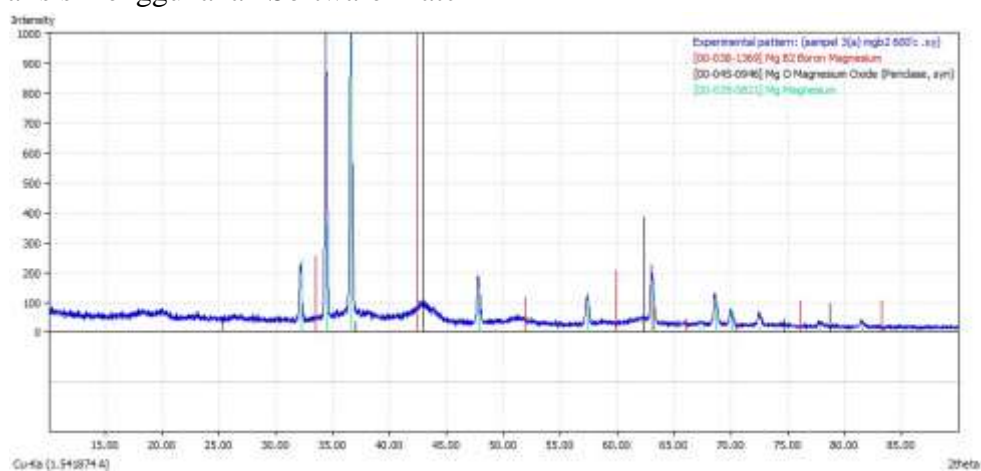
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.4324	29.43	0.6691	4.81353	1.54
19.8224	39.32	0.5353	4.47903	2.06
22.9520	11.51	0.8029	3.87488	0.60
26.5204	61.02	0.8029	3.36105	0.58
32.0689	310.65	0.1020	2.78877	16.30
32.2006	359.84	0.1171	2.77996	18.88
34.3559	1863.38	0.1836	2.60817	97.75
34.4521	1311.85	0.0612	2.60758	68.81
36.5148	1625.73	0.1020	2.45877	85.28
36.6183	1906.36	0.1224	2.45206	100.00
42.9564	74.00	0.9792	2.10380	3.88

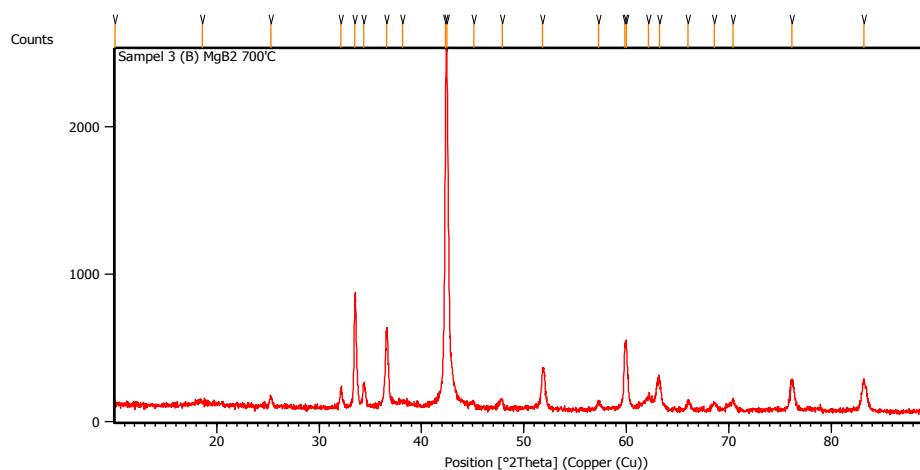


47.7545	299.15	0.2856	1.90301	15.69
51.3405	29.08	0.9792	1.77820	1.53
57.3397	177.76	0.2856	1.60558	9.32
62.9967	389.95	0.0816	1.47433	20.46
67.3348	15.92	0.4896	1.38950	0.84
68.5413	188.96	0.1428	1.36795	9.91
69.9504	106.07	0.2040	1.34381	5.56
72.4030	85.14	0.0612	1.30421	4.47
77.7459	29.63	0.2448	1.22738	1.55
81.4601	41.24	0.1836	1.18054	2.16

Analisis menggunakan Software Match



➤ Temperatur Sintering 700°C

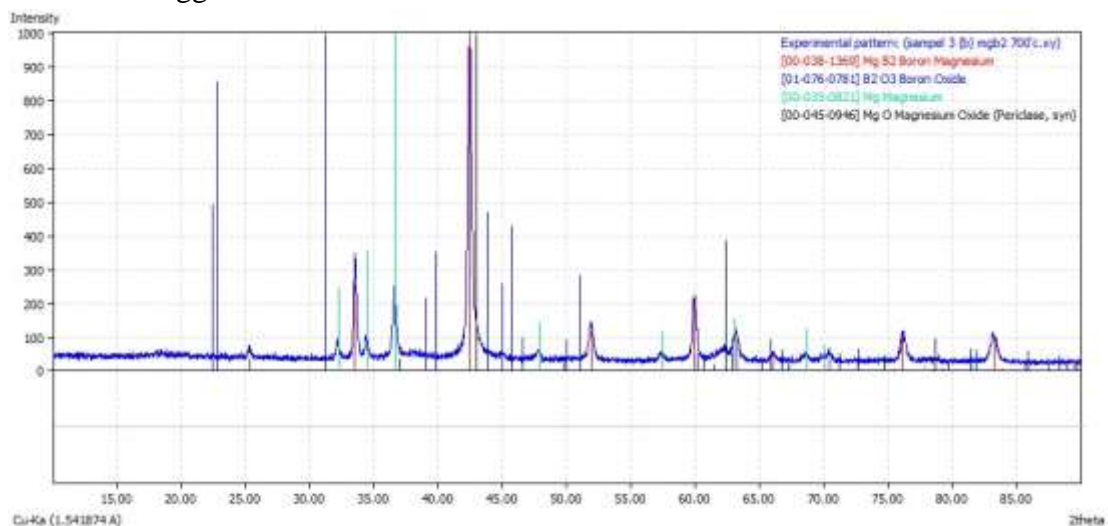




Peak List: (Bookmark 3)

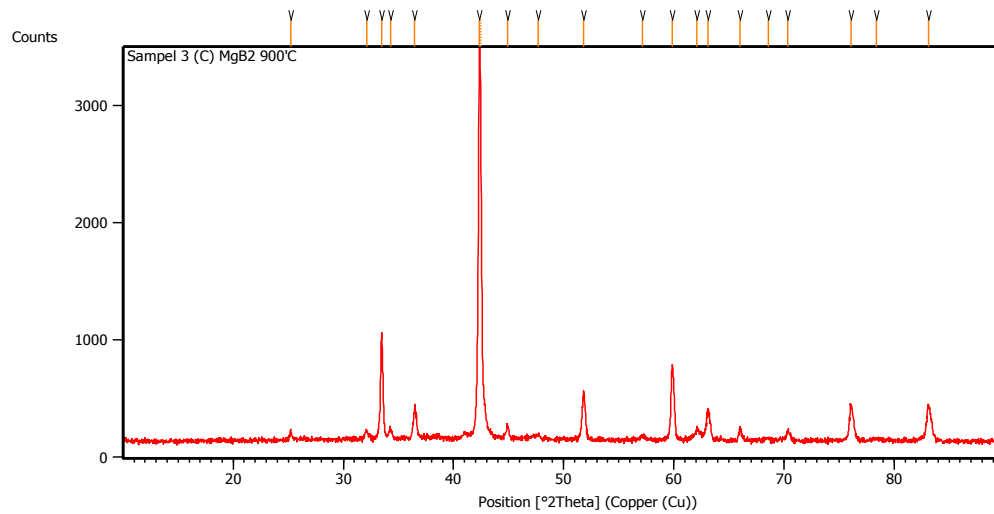
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.0552	20.47	0.0502	8.79712	0.85
18.5708	14.18	0.8029	4.77797	0.59
25.2657	71.25	0.2007	3.52505	2.94
32.1509	128.37	0.2007	2.78414	5.30
33.4867	748.66	0.1171	2.67607	30.93
34.3587	156.62	0.2342	2.61013	6.47
36.5775	524.79	0.2676	2.45673	21.68
38.1278	30.30	0.6691	2.36033	1.25
42.3611	2141.93	0.1020	2.13197	88.49
42.4567	2420.66	0.0836	2.12916	100.00
45.0861	29.45	0.4015	2.01091	1.22
47.8592	61.84	0.2342	1.90067	2.55
51.8361	279.87	0.1004	1.76382	11.56
57.2664	50.41	0.3346	1.60880	2.08
59.8352	408.34	0.1632	1.54445	16.87
60.0203	436.23	0.1338	1.54140	18.02
62.1625	85.83	0.4015	1.49333	3.55
63.2130	209.37	0.1338	1.47102	8.65
66.0051	60.90	0.1338	1.41540	2.52
68.6203	50.62	0.5353	1.36770	2.09
70.3974	69.70	0.1673	1.33747	2.88
76.1344	185.65	0.2676	1.25033	7.67
83.2073	204.15	0.2676	1.16110	8.43

Analisis menggunakan Software Match





➤ **Temperatur Sintering 800°C**

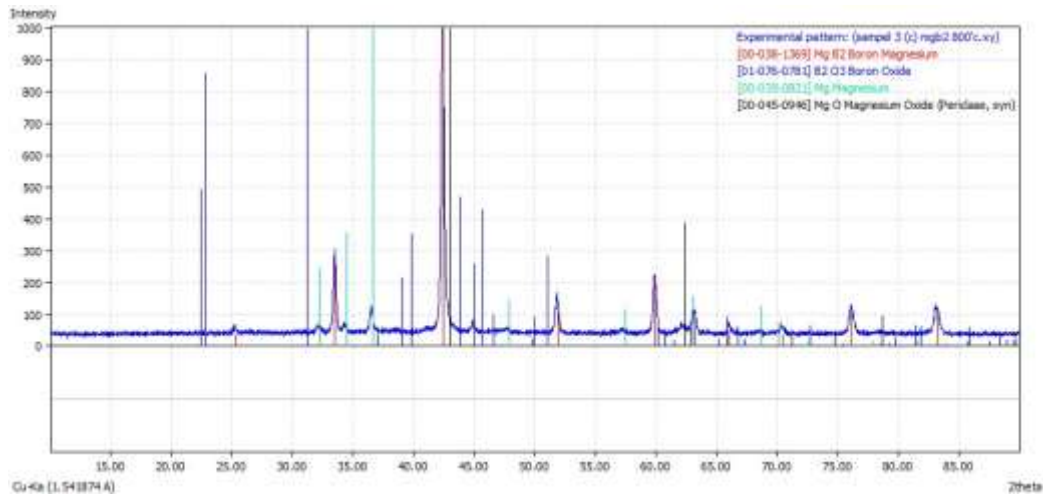


Peak List: (Bookmark 3)

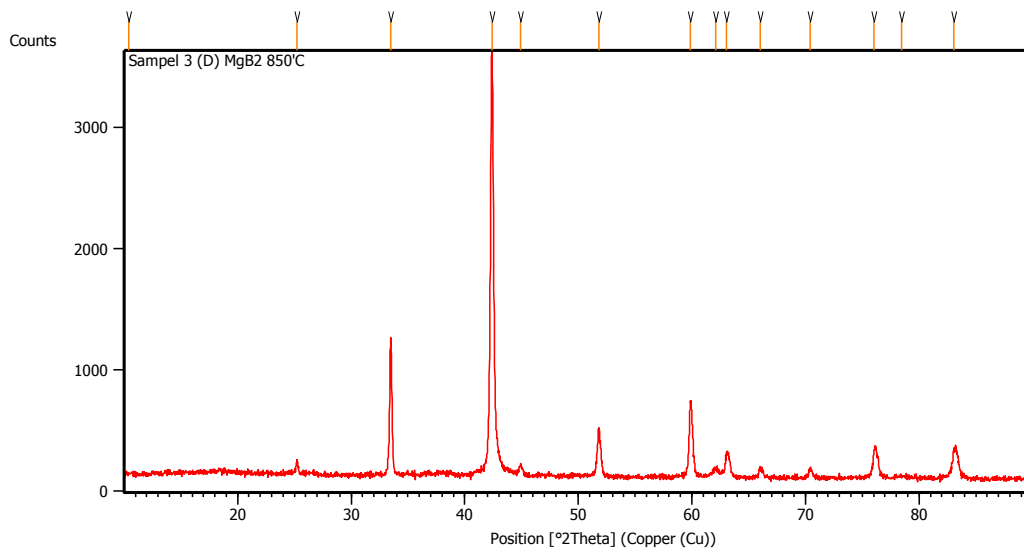
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2255	76.15	0.1338	3.53057	2.40
32.1434	61.17	0.2342	2.78477	1.92
33.4497	844.23	0.1673	2.67895	26.56
34.2835	81.29	0.2676	2.61568	2.56
36.4734	239.52	0.3011	2.46350	7.53
42.3486	3179.12	0.1632	2.13257	100.00
42.4586	2808.66	0.0612	2.13259	88.35
44.8922	97.39	0.2448	2.01747	3.06
47.7085	38.65	0.4080	1.90474	1.22
51.7943	391.82	0.1020	1.76368	12.32
57.1600	35.46	0.4896	1.61021	1.12
59.8633	647.08	0.1836	1.54379	20.35
62.1193	94.21	0.2448	1.49303	2.96
63.0783	244.66	0.1632	1.47262	7.70
65.9843	105.93	0.2448	1.41463	3.33
68.6182	14.82	0.6528	1.36661	0.47
70.3510	91.27	0.2040	1.33713	2.87
76.0760	301.12	0.3264	1.25011	9.47
78.3759	17.25	0.9792	1.21909	0.54
83.1075	316.30	0.1224	1.16127	9.95



Analisis menggunakan Software Match



➤ **Temperatur Sintering 850°C**



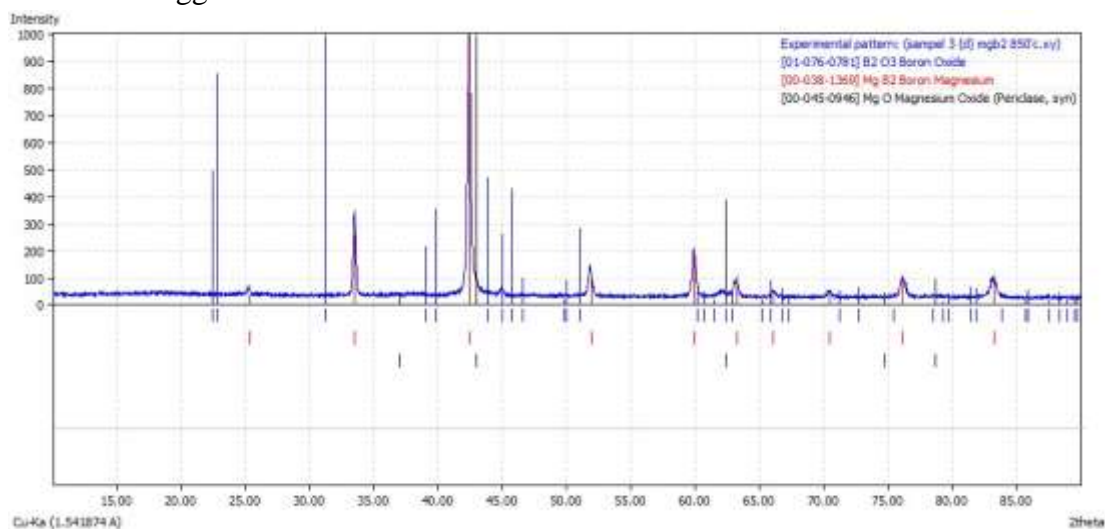
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.4380	5.43	0.8029	8.47531	0.16
25.2454	100.13	0.1004	3.52784	2.87
33.4617	1093.56	0.1338	2.67802	31.37
42.3883	3485.48	0.1506	2.13243	100.00
44.9047	84.49	0.1673	2.01861	2.42
51.8394	397.17	0.1004	1.76371	11.40
59.8715	607.40	0.2676	1.54487	17.43
62.1124	72.15	0.3346	1.49442	2.07

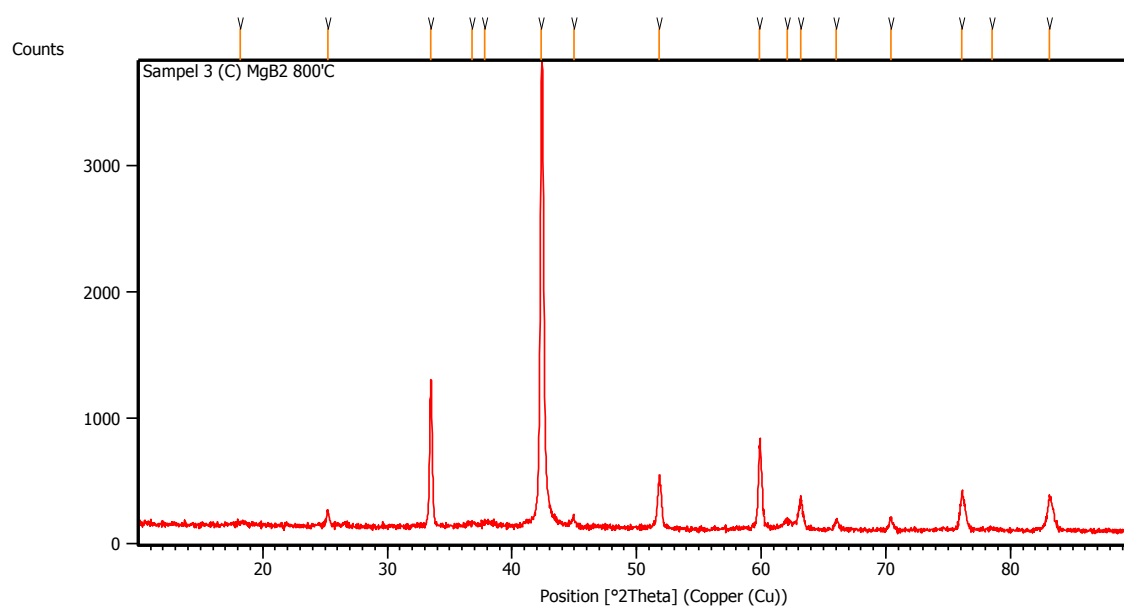


63.0412	195.39	0.2676	1.47462	5.61
66.0273	70.01	0.3346	1.41498	2.01
70.4257	71.15	0.3346	1.33700	2.04
76.0391	222.90	0.2676	1.25166	6.40
78.4522	14.59	0.8029	1.21910	0.42
83.0647	238.09	0.1224	1.16176	6.83

Analisis menggunakan Software Match



➤ Temperatur Sintering 900°C

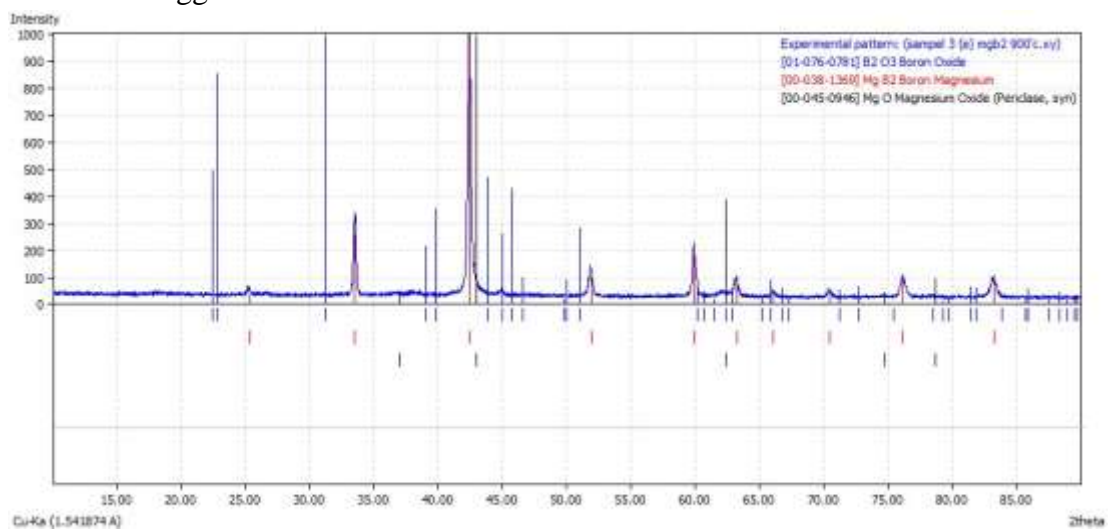




Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.2135	14.93	0.8029	4.87089	0.42
25.2018	117.11	0.1673	3.53383	3.30
33.5072	1159.64	0.1673	2.67448	32.63
36.7887	14.93	0.6691	2.44311	0.42
37.8377	24.61	0.5353	2.37776	0.69
42.3648	3553.42	0.2342	2.13356	100.00
44.9486	87.77	0.1004	2.01674	2.47
51.8449	420.58	0.1506	1.76354	11.84
59.8707	658.35	0.0836	1.54489	18.53
62.0612	59.62	0.4015	1.49553	1.68
63.1903	236.02	0.2007	1.47150	6.64
66.0303	72.96	0.2676	1.41493	2.05
70.3980	92.35	0.1338	1.33746	2.60
76.1071	278.37	0.1171	1.25071	7.83
78.5577	11.29	0.8029	1.21773	0.32
83.1143	251.84	0.2342	1.16216	7.09

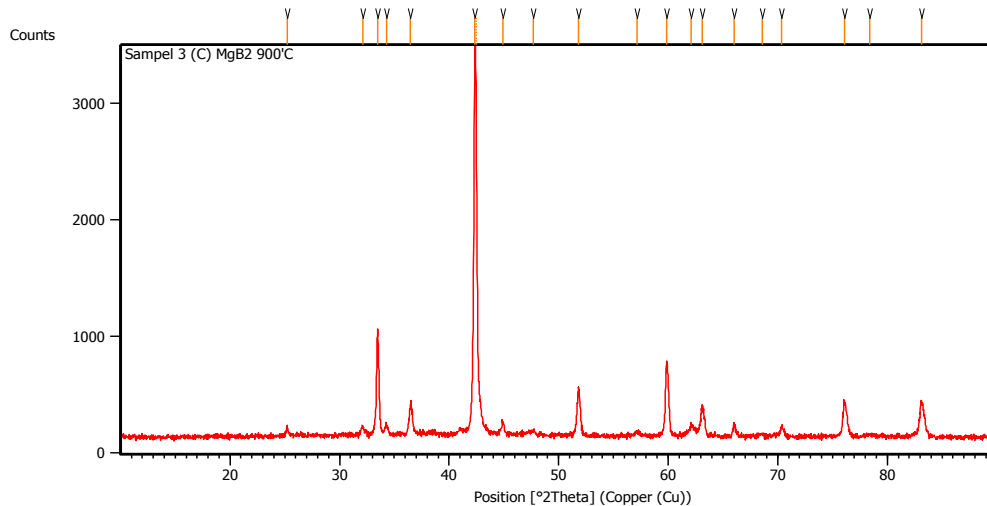
Analisis menggunakan Software Match





Hasil Analisis Kualitatif Uji XRD Sampel MgB₂ Tahap III (Variasi Doping CNT)

➤ MgB₂ Doping CNT 0%

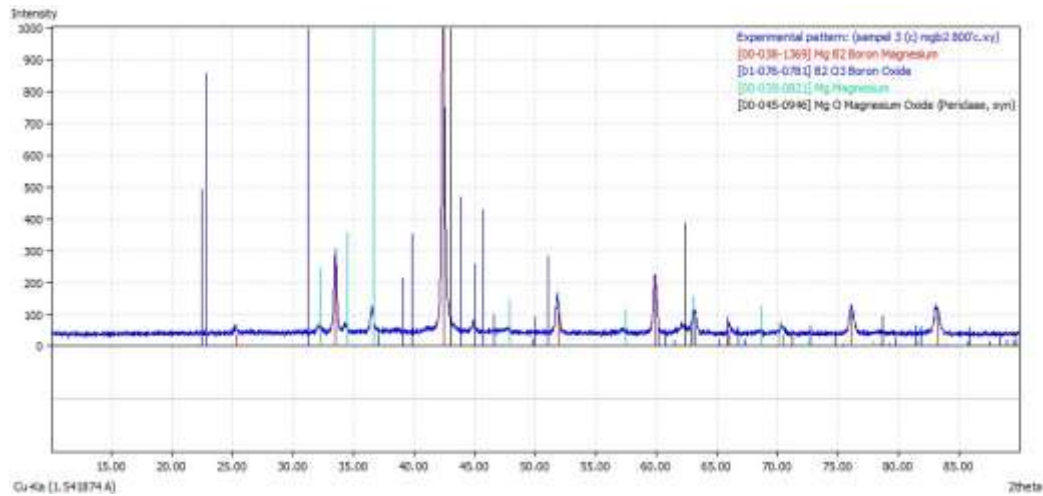


Peak List: (Bookmark 3)

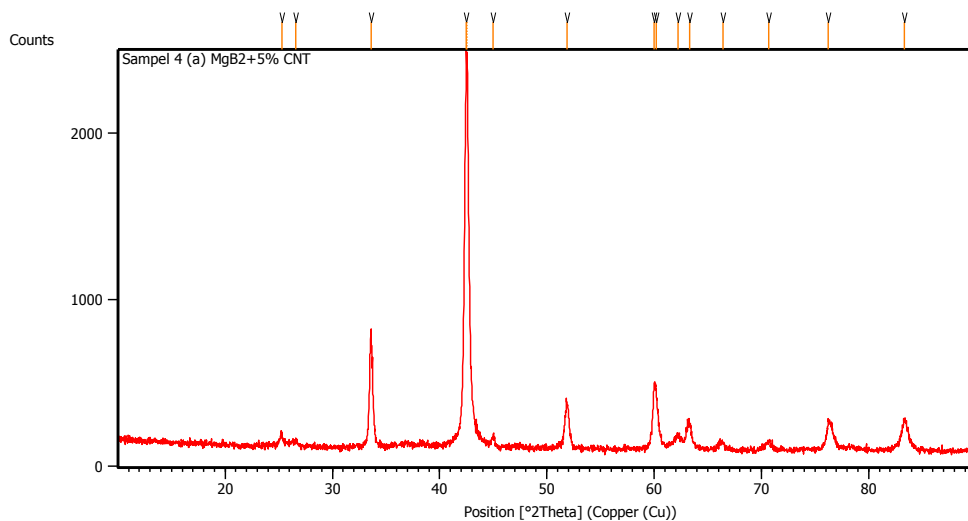
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2255	76.15	0.1338	3.53057	2.40
32.1434	61.17	0.2342	2.78477	1.92
33.4497	844.23	0.1673	2.67895	26.56
34.2835	81.29	0.2676	2.61568	2.56
36.4734	239.52	0.3011	2.46350	7.53
42.3486	3179.12	0.1632	2.13257	100.00
42.4586	2808.66	0.0612	2.13259	88.35
44.8922	97.39	0.2448	2.01747	3.06
47.7085	38.65	0.4080	1.90474	1.22
51.7943	391.82	0.1020	1.76368	12.32
57.1600	35.46	0.4896	1.61021	1.12
59.8633	647.08	0.1836	1.54379	20.35
62.1193	94.21	0.2448	1.49303	2.96
63.0783	244.66	0.1632	1.47262	7.70
65.9843	105.93	0.2448	1.41463	3.33
68.6182	14.82	0.6528	1.36661	0.47
70.3510	91.27	0.2040	1.33713	2.87
76.0760	301.12	0.3264	1.25011	9.47
78.3759	17.25	0.9792	1.21909	0.54
83.1075	316.30	0.1224	1.16127	9.95



Analisis menggunakan Software Match



➤ MgB₂ Doping CNT 5%



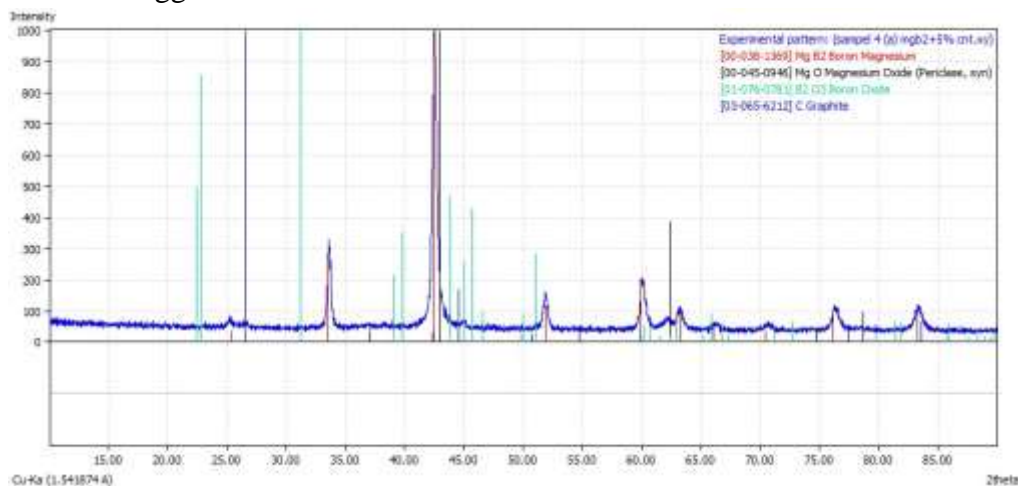
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2764	71.78	0.1673	3.52358	3.15
26.5538	30.90	0.4015	3.35690	1.36
33.6073	703.69	0.0836	2.66674	30.89
42.4661	2190.47	0.2040	2.12694	96.16
42.5636	2277.88	0.0816	2.12757	100.00
45.0134	56.84	0.4080	2.01232	2.50
51.8652	283.01	0.2448	1.76143	12.42
59.9849	356.67	0.2040	1.54095	15.66
60.1839	353.75	0.1632	1.53633	15.53

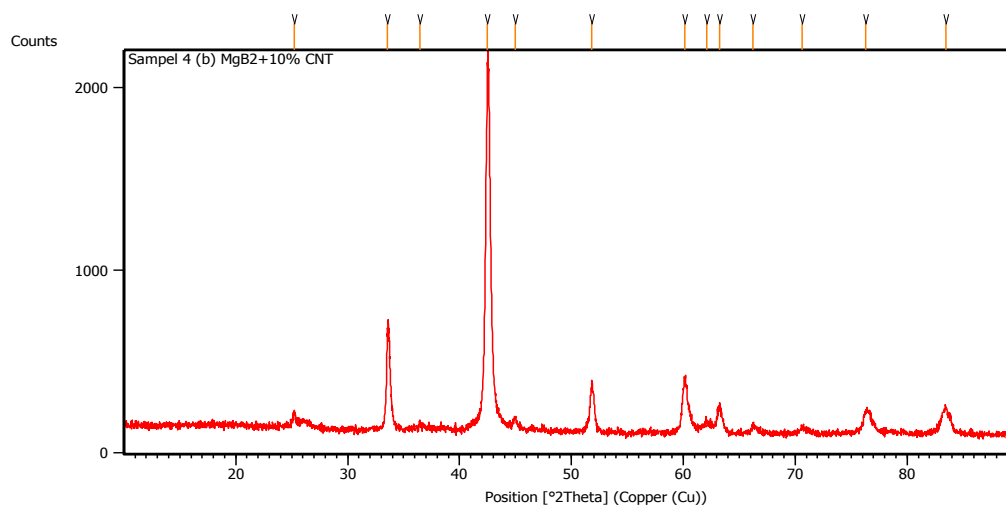


62.2378	78.67	0.3264	1.49047	3.45
63.2992	152.13	0.5712	1.46801	6.68
66.4327	40.49	0.5712	1.40616	1.78
70.6822	46.93	0.6528	1.33168	2.06
76.2371	170.24	0.2040	1.24787	7.47
83.3464	167.21	0.2448	1.15855	7.34

Analisis menggunakan Software Match



➤ **MgB₂ Doping CNT 10%**



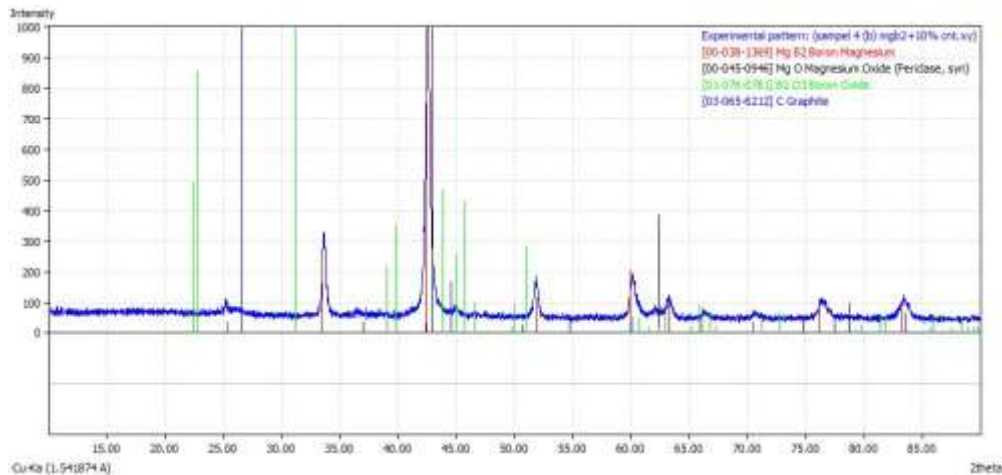
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2613	76.70	0.1338	3.52565	3.89



26.6745	21.57	0.4112	3.36741	1.27
33.5305	504.18	0.0669	2.67268	25.58
36.4612	34.79	0.2007	2.46430	1.77
42.4749	1970.84	0.0836	2.12829	100.00
44.9594	60.26	0.1673	2.01628	3.06
51.8152	263.72	0.3011	1.76448	13.38
60.1228	295.90	0.1673	1.53902	15.01
62.1031	63.62	0.5353	1.49462	3.23
63.2400	147.31	0.2007	1.47046	7.47
66.1922	46.16	0.2676	1.41186	2.34
70.6309	30.59	0.3346	1.33362	1.55
76.2961	108.90	0.5353	1.24809	5.53

Analisis menggunakan Software Match



Database Analisa Kualitatif MgB₂

Entry No.	00-038-1369	00-035-0821	00-045-0946	00-085-0409	00-076-0781	00-065-6212
Mineral name	Boron Magnesium	Magnesium	Magnesium Oxide	Boron	Boron Oxide	Graphite
Formula sum	MgB ₂	Mg	MgO	B	B ₂ O ₃	C
Space group	P6/mmm (191)	P63/mmc (194)	Fm-3m (225)	R-3m (166)	Ccm21 (36)	P63/mmc (194)
Crystal system	Hexagonal	Hexagonal	Cubic	Rhombohedral	Orthorhombic	Hexagonal
Cell parameters	a=3.0864 Å, c=3.5215 Å	a=3.20936 Å, c=5.2112 Å	a=4.2112 Å	a=10.9466 Å, c=23.9034 Å	a=4.613 Å, b=7.803 Å, c=5.2112 Å	a=2.464 Å, c=6.711 Å



➤ Database Fasa MgB₂

38-1369		Wavelength= 1.5405981			
MgB ₂	d(A)	Int	h	k	l
Boron Magnesium	3.5220	4	0	0	1
	2.6741	28	1	0	0
	2.1295	100	1	0	1
	1.7608	12	0	0	2
	1.5432	21	1	1	0
Rad.: CuKα1 λ: 1.540598 Filter: Graph Mono d-sp: Diff.	1.4706	11	1	0	2
Cut off: 17.7 Int.: Diffract. I/Icor.:	1.4134	5	1	1	1
Ref: Wong-Ng, W., McMurdie, H., Paretzkin, B., Hubbard, C., Dragoo, A., NBS (USA), ICDD Grant-in-Aid, (1987)	1.3362	4	2	0	0
	1.2494	11	2	0	1
	1.1603	11	1	1	2
	1.0745	6	1	0	3
Sys.: Hexagonal S.G.: P6/mmm (191)	1.0645	2	2	0	2
a: 3.0864(2) b: c: 3.5215(2) A: C: 1.1410	1.0104	3	2	1	0
α: β: γ: Z: 1 mp:	.9712	9	2	1	1
Ref: Wong-Ng, W et al., Powder Diffraction, 3, 54 (1988)	.9343	<1	1	1	3
	.8909	3	3	0	0
	.8818	2	2	0	3
	.8804	2	0	0	4
	.8762	2	2	1	2
Dx: 2.625 Dm: SS/FOM: F ₂₀ = 87(.0105 , 22)	.8362	<1	1	0	4
Color: Dark grayish brown Peak height intensity. Mean temperature of data collection was 23.8 C. The sample was obtained from Alfa Products/Thiokol Ventron Division, Danvers, Massachusetts, USA. It contained a very small amount of magnesium d=2.440 (I<3) and unidentified reflections at d=3.15, 1.22, 0.943, 0.861 and 0.835 with I<2. CAS #: 12007-25-9. SEM with Energy Dispersive Spectrometer (EDS) indicated no impurity. The structure was determined by Jones and Marsh (1). Al B2 type. Tungsten used as an internal stand. PSC: hP3. To replace 6-640. Mwt: 45.93. Volume[CD]: 29.05.					

. 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
 PCPDFWIN v. 2.4

➤ Database Fasa Mg

35-0821		Wavelength= 1.5405981			
Mg	d(A)	Int	h	k	l
Magnesium	2.7782	25	1	0	0
	2.6050	36	0	0	2
	2.4519	100	1	0	1
	1.9002	15	1	0	2
	1.6046	12	1	1	0
Rad.: CuKα1 λ: 1.540598 Filter: Graph Mono d-sp: Diff.	1.4730	16	1	0	3
Cut off: 17.7 Int.: Diffract. I/Icor.:	1.3898	2	2	0	0
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 21, 82 (1984)	1.3663	13	1	1	2
	1.3430	8	2	0	1
	1.3027	2	0	0	4
	1.2263	2	2	0	2
Sys.: Hexagonal S.G.: P6 ₃ /mmc (194)	1.1797	2	1	0	4
a: 3.20936(11) b: c: 5.2112(3) A: C: 1.6238	1.0854	3	2	0	3
α: β: γ: Z: 2 mp:	1.0505	1	2	1	0
Ref: Ibid.	1.0299	4	2	1	1
	1.0116	3	1	1	4
	.9759	2	1	0	5
	.9742	2	2	1	2
	.9505	<1	2	0	4
Dx: 1.736 Dm: SS/FOM: F ₂₇ = 76(.0123 , 29)	.9265	1	3	0	0
	.8988	2	2	1	3
	.8729	1	3	0	2
	.8338	<1	2	0	5
	.8289	<1	1	0	6
	.8178	<1	2	1	4
	.8174	<1	3	0	3
	.8023	<1	2	2	0
Color: Dark gray Peak height intensity. The temperature of data collection was approximately 25.0 C. The sample was obtained from Fisher Scientific Company, Fair Lawn, New Jersey, USA. It contained a small amount of Mg (OH) ₂ . CAS #: 7439-95-4. Pyrotechnic. σ(I _{obs}) = ±0.01. Mg type. Tungsten used as an internal stand. PSC: hP2. To replace 4-770. Mwt: 24.31. Volume[CD]: 46.48.					

. 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
 PCPDFWIN v. 2.4



➤ Database Fasa MgO

45-0946		Wavelength= 1.5405981					
MgO	d(A)	Int	h	k	l		
Magnesium Oxide	2.4316	4	1	1	1		
	2.1056	100	2	0	0		
	1.4890	39	2	2	0		
Periclase, syn	1.2698	5	3	1	1		
	1.2157	10	2	2	2		
Rad.: CuKα1 λ: 1.540598 Filter: Ge Mono d-sp: Diff.	1.0528	8	4	0	0		
Cut off: Int.: Diffract. l/ICor.: 1.0	.9662	2	3	3	1		
Ref: Kern, A., Doetzer, R., Eysel, W., Mineralogisch-Petrographisches Inst., Univ. Heidelberg, Germany. ICDD Grant-in-Aid. (1993)	.9417	19	4	2	0		
	.8597	14	4	2	2		
	.8105	4	5	1	1		
Sys: Cubic S.G.: Fm $\bar{3}$ m (225)							
a: 4.2112 b: c: A: C:							
α: β: γ: Z: 4 mp:							
Ref: Ibid.							
Dx: 3.585 Dm: 3.560 SS/FOM: F ₁₀ = 101(.0099 , 10)							
Color: Colorless							
Integrated intensities. MgO (Heraeus, 99.99 %) annealed in open Au crucible at 800 C for 1 week. Validated by calculated pattern 43-1022. Cl Na type. Halite Group, oxide Subgroup. Silicon used as an internal stand. PSC: cFB. To replace 4-829. Mwt: 40.30. Volume[CD]: 74.68.							

. 2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.4

➤ Database Fasa B

85-0409		Wavelength= 1.54060						C		
p-B	d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Boron	8.8123	106	1	0	0	2.6135	80	2	2	1
	7.9678	724	1	1	1	2.5882	53	3	1	1
	7.4272	297	1	1	0	2.5678	79	3	1	0
	5.4733	201	1	1	0	2.5278	130	4	2	2
Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated	5.0553	999*	2	1	1	2.4757	270	4	1	1
Cut off: 17.7 Int.: Calculated l/ICor.: 0.18	4.6495	691	1	1	1	2.4719	269	4	2	1
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997)	4.5114	291	2	1	0	2.4066	120	3	1	2
Ref: Geist, D., Kloss, R., Föllmer, H., Acta Crystallogr., Sec. B, 26, 1800 (1970)	4.4061	257	2	0	0	2.3694	88	4	3	2
	4.2686	339	2	2	1	2.3584	115	1	3	1
	3.9839	171	2	2	2	2.3247	117	2	2	2
Sys: Rhombohedral S.G.: R $\bar{3}$ m (166)	3.7136	307	2	2	0	2.3179	69	4	3	3
a: 10.17(5) b: c: A: C: 1.0000	3.5435	222	2	1	0	2.3038	29	4	1	0
α: β: γ: Z: 105 mp:	3.4322	67	2	1	1	2.2947	27	4	3	1
Ref: Ibid.	3.3659	20	3	1	1	2.2557	55	4	2	0
	3.2210	11	3	2	1	2.2030	86	4	0	0
	3.2127	11	3	2	2	2.1859	10	3	2	0
	3.1600	1	1	2	1	2.1397	11	3	2	1
	3.0730	73	3	1	0	2.1343	13	4	4	2
	2.9374	80	3	0	0	2.1234	13	3	1	3
	2.8671	189	3	2	0	2.1181	11	4	4	3
	2.8497	125	3	3	2	2.0832	42	4	3	0
	2.7706	42	3	3	1	2.0687	4	2	3	1
	2.7368	116	2	2	0	2.0437	41	4	1	1
	2.6559	104	3	3	3	2.0331	23	5	2	2
Peak height intensity. R-factor: 0.106. B type. C.D. Cell: a=10.947, c=23.903, c/a=2.1836, S.G.=R-3m(166). PSC: hR105. Mwt: 10.81. Volume[CD]: 2480.57.										



➤ Database Fasa B₂O₃

76-0781		Wavelength= 1.54060						C			
B2O3		d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Boron Oxide		3.9709	496	1	1	0	1.3236	56	3	3	0
		3.9015	856	0	2	0	1.3004	89	0	6	0
		2.8621	999*	1	1	1	1.3004	7	1	1	3
		2.3065	218	2	0	0	1.2604	7	3	3	1
		2.2656	354	1	3	0	1.2180	7	3	1	2
		2.0645	471	0	0	2	1.2079	13	2	4	2
		2.0136	263	2	0	1	1.2019	28	1	5	2
		1.9862	431	1	3	1	1.1819	68	2	0	3
		1.9862	100	2	2	0	1.1763	66	1	3	3
		1.9507	103	0	4	0	1.1532	8	4	0	0
		1.8317	24	1	1	2	1.1328	18	2	6	0
		1.8247	94	0	2	2	1.1311	82	2	2	3
		1.7893	286	2	2	1	1.1143	20	3	3	2
		1.5382	54	2	0	2	1.1050	50	4	2	0
		1.5280	52	1	3	2	1.1003	22	0	6	2
		1.5086	23	3	1	0	1.0953	22	3	5	0
		1.4894	18	2	4	0	1.0924	24	2	6	1
		1.4783	59	1	5	0					
		1.4310	25	2	2	2					
		1.4170	94	0	4	2					
		1.4170	3	1	1						
		1.4010	66	2	4	1					
		1.3917	26	1	5	1					

Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated
 Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/Cor.: 0.66
 Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)
 Ref: Prewitt, C.Y., Shannon, R.D., Acta Crystallogr., Sec. B, 24, 869 (1968)

Syn.: Orthorhombic S.G.: Ccm2₁ (36)
 a: 4.613(2) b: 7.803(1) c: 4.129(1) A: 0.5912 C: 0.5292
 Z: 4 mp:

Ref: Ibid.

Dx: 3.111 Dm: 3.140

Peak height intensity, R-factor: 0.022. B2 O3 type. PSC: oC20. Mwt: 69.62. Volume[CD]: 148.62.

2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
 PCPDFWIN v. 2.4

➤ Database Fasa C

65-6812		Wavelength= 1.54060						C			
C		d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Graphite		3.3565	999*	0	0	2	.8006	16	2	1	1
		2.1338	37	1	0	0					
		2.0335	174	1	0	1					
		1.8006	31	1	0	2					
		1.6777	40	0	0	4					
		1.5440	37	1	0	3					
		1.3189	5	1	0	4					
		1.2320	50	1	1	0					
		1.1565	69	1	1	2					
		1.1361	6	1	0	5					
		1.1185	4	0	0	6					
		1.0889	2	2	0	0					
		1.0537	10	2	0	1					
		1.0167	3	2	0	2					
		.9930	29	1	1	4					
		.9906	15	1	0	6					
		.9630	6	2	0	3					
		.9003	2	2	0	4					
		.8745	2	1	0	7					
		.8389	1	0	0	8					
		.8352	3	2	0	5					
		.8281	13	1	1	6					
		.8065	3	2	1	0					

Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated
 Cut off: Int.: Calculated I/Cor.: 2.13
 Ref: Calculated from NIST using POWD-12++
 Ref: Trucano, P., Chen, R., Nature (London), 258, 136 (1975)

Syn.: Hexagonal S.G.: P6₃/mmc (194)
 a: 2.464(2) b: c: 6.711(4) A: C: 2.7236
 Z: 4 mp:

Ref: Ibid.

Dx: 2.261 Dm:

Peak height intensity, R-factor: 0.042. Single-crystal data used. PSC: hP4. Mwt: 12.01. Volume[CD]: 35.28.

2003 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
 PCPDFWIN v. 2.4



Hasil Analisis Kuantitatif Fraksi Fasa Sampel MgB₂ Tahap I (3 Metode Milling Berbeda)

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ dengan Metode Mortar Agate**

Hasil analisis puncak dari sampel MgB₂ menggunakan mortar agate

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	25.1037	240.49	Mg	36.5503	546.67
MgB ₂	33.3786	2827.29	Mg	47.8248	46.53
MgB ₂	42.3814	8718.84	Mg	68.4932	137.79
MgB ₂	51.7165	1063.2	MgO	61.98	167.57
MgB ₂	59.8052	1896.39			
MgB ₂	63.0362	657.66			
MgB ₂	65.9715	213.52			
MgB ₂	70.367	262.58			
MgB ₂	76.0462	927.69			
Total Int.		16807.66	Total Int.		898.56

Fraksi Fasa Superkonduktor

$$= \frac{\Sigma \text{Intensitas Fasa Superkonduktor}}{\Sigma \text{Intensitas Semua Fasa}} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{16807.66}{17706.22} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 94.92\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 94.92\% = 5.08\%$$

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ dengan Metode HEBM Udara Bebas**

Hasil analisis puncak dari sampel MgB₂ menggunakan HEBM udara bebas

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	25.1668	354.99	Mg	32.0206	254.65
MgB ₂	33.4211	3384.32	Mg	34.3391	448.62
MgB ₂	42.3345	10995.18	Mg	36.4974	1076.89
MgB ₂	51.822	1271.14	Mg	47.7897	209.43



MgB ₂	59.8263	2210.38	Mg	57.218	110.46
MgB ₂	63.0937	844.22	Mg	68.5416	115.48
MgB ₂	65.9949	267.42	MgO	62.0513	191.13
MgB ₂	70.2963	303.42			
MgB ₂	76.0006	888.05			
Total Int.		20519.12	Total Int.		2406.66

Fraksi Fasa Superkonduktor

$$= \frac{\Sigma \text{Intensitas Fasa Superkonduktor}}{\Sigma \text{Intensitas Semua Fasa}} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{20519.12}{22925.78} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 89.5\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 89.5\% = 10.5\%$$

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ dengan Metode HEBM Argon**

Hasil analisis puncak dari sampel MgB₂ menggunakan HEBM argon

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	25.2978	269.53	Mg	34.3728	528.05
MgB ₂	33.5604	2900.2	Mg	36.6169	479.06
MgB ₂	42.4631	9396.52	Mg	47.8523	235.52
MgB ₂	51.8905	1136.04	Mg	68.6819	81.94
MgB ₂	59.8879	1760.83	MgO	62.0513	181.18
MgB ₂	63.1442	607.74			
MgB ₂	66.1566	242.15			
MgB ₂	70.4165	259.02			
MgB ₂	76.1095	816.09			
Total Int.		17388.12	Total Int.		1505.75

Fraksi Fasa Superkonduktor

$$= \frac{\Sigma \text{Intensitas Fasa Superkonduktor}}{\Sigma \text{Intensitas Semua Fasa}} \times 100\%$$



$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{17388.12}{18893.87} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 92.03\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 92.03\% = 7.97\%$$

Analisis kuantitatif fraksi fasa sampel MgB₂ dengan 3 metode berbeda

Metode	Fraksi Fasa (% Volume)	
	Fasa Superkonduktor	Fasa Impurity
Mortar Agate	94.92	5.08
HEBM Udara Bebas	89.5	10.5
HEBM Argon	92.03	7.97

Hasil Analisis Kuantitatif Fraksi Fasa Sampel MgB₂ Tahap II (Variasi Temperatur Sintering)

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ Sebelum Sintering**

Hasil analisis puncak dari sampel MgB₂ sebelum sintering

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
			Mg	32.2811	712.81
			Mg	34.4943	3335.61
			Mg	36.7148	3438.62
			Mg	47.9039	712.17
			Mg	57.448	349.32
			Mg	63.1482	807.89
			Mg	67.4197	45.59
			Mg	68.7049	418.3
			Mg	77.8596	46.42
			Mg	81.5965	106.03
			B	20.2152	51.62
			B	21.0431	50.68
			B	37.1467	56.76
			B	69.988	183.39
			B	72.5846	168.16
Total Int.		0	Total Int.		10483.37



Fraksi Fasa Superkonduktor = 0%

Fraksi Fasa Impurity = 100% – 0% = 100%

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ dengan Temperatur Sintering 600°C**

Hasil analisis puncak dari sampel MgB₂ dengan temperatur *sintering* 600°C

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	26.5204	61.02	Mg	32.2006	359.84
MgB ₂	42.9564	74	Mg	34.3559	1863.38
MgB ₂	51.3405	29.08	Mg	36.6183	1906.36
			Mg	47.7545	299.15
			Mg	57.3397	177.76
			Mg	62.9967	389.95
			Mg	68.5413	188.96
			Mg	69.9504	106.07
			Mg	72.403	85.14
			Mg	77.7459	29.63
			Mg	81.4601	41.24
			MgO	62.6417	19.05
Total Int.		164.1	Total Int.		5466.53

Fraksi Fasa Superkonduktor

$$= \frac{\Sigma \text{Intensitas Fasa Superkonduktor}}{\Sigma \text{Intensitas Semua Fasa}} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{164.1}{5630.63} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 2.91\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 2.91\% = 97.09\%$$

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ dengan Temperatur Sintering 700°C**

Hasil analisis puncak dari sampel MgB₂ dengan temperatur *sintering* 700°C

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	25.2657	71.25	Mg	32.1509	128.37
MgB ₂	33.4867	748.66	Mg	34.3587	156.62



MgB ₂	42.4567	2420.66	Mg	36.5775	524.79
MgB ₂	51.8361	279.87	Mg	47.8592	61.84
MgB ₂	60.0203	436.23	Mg	57.2664	50.41
MgB ₂	63.213	209.37	Mg	68.6203	50.62
MgB ₂	66.0051	60.9	MgO	62.1625	85.83
MgB ₂	70.3974	69.7	B ₂ O ₃	45.0861	29.45
MgB ₂	76.1344	185.65			
MgB ₂	83.2073	204.15			
Total Int.		4686.44	Total Int.		1087.93

Fraksi Fasa Superkonduktor

$$= \frac{\Sigma \text{Intensitas Fasa Superkonduktor}}{\Sigma \text{Intensitas Semua Fasa}} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{4686.44}{5774.37} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 81.16\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 81.16\% = 18.84\%$$

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ dengan Temperatur Sintering 800°C**

Hasil analisis puncak dari sampel MgB₂ dengan temperatur *sintering* 800°C

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	25.2255	76.15	Mg	32.1434	61.17
MgB ₂	33.4497	844.23	Mg	36.4734	239.52
MgB ₂	42.3486	3179.12	Mg	57.16	35.46
MgB ₂	51.7943	391.82	MgO	62.1193	94.21
MgB ₂	59.8633	647.08	B ₂ O ₃	44.8922	97.39
MgB ₂	63.0783	244.66			
MgB ₂	65.9843	105.93			
MgB ₂	70.351	91.27			
MgB ₂	76.076	301.12			
MgB ₂	83.1075	316.3			
Total Int.		6197.68	Total Int.		527.75



Fraksi Fasa Superkonduktor

$$= \frac{\Sigma \text{Intensitas Fasa Superkonduktor}}{\Sigma \text{Intensitas Semua Fasa}} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{6197.68}{6725.43} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 91.15\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 91.15\% = 8.85\%$$

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ dengan Temperatur Sintering 850°C**

Hasil analisis puncak dari sampel MgB₂ dengan temperatur *sintering* 850°C

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	25.2454	100.13	MgO	62.1124	72.15
MgB ₂	33.4617	1093.56	B ₂ O ₃	44.9047	84.49
MgB ₂	42.3883	3485.48			
MgB ₂	51.8394	397.17			
MgB ₂	59.8715	607.4			
MgB ₂	63.0412	195.39			
MgB ₂	66.0273	70.01			
MgB ₂	70.4257	71.15			
MgB ₂	76.0391	222.9			
MgB ₂	83.0647	238.09			
Total Int		6481.28	Total Int.		156.64

Fraksi Fasa Superkonduktor

$$= \frac{\Sigma \text{Intensitas Fasa Superkonduktor}}{\Sigma \text{Intensitas Semua Fasa}} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{6481.28}{6635.92} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 97.64\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 97.64\% = 2.36\%$$



➤ **Fraksi Fasa MgB₂ dengan Temperatur Sintering 900°C**

Hasil analisis puncak dari sampel MgB₂ dengan temperatur *sintering* 900°C

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	25.2018	117.11	MgO	62.0612	59.62
MgB ₂	33.5072	1159.64	B ₂ O ₃	44.9486	87.77
MgB ₂	42.3648	3553.42			
MgB ₂	51.8449	420.58			
MgB ₂	59.8707	658.35			
MgB ₂	63.1903	236.02			
MgB ₂	66.0303	72.96			
MgB ₂	70.398	92.35			
MgB ₂	76.1071	278.37			
MgB ₂	83.1143	251.84			
Total Int.		6840.64	Total Int.		147.39

Fraksi Fasa Superkonduktor

$$= \frac{\Sigma \text{Intensitas Fasa Superkonduktor}}{\Sigma \text{Intensitas Semua Fasa}} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{6840.64}{6988.03} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 97.89\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 97.89\% = 2.11\%$$

Analisis kuantitatif fraksi fasa sampel MgB₂ dengan variasi temperatur *sintering*

Temp. Sintering	Fraksi Fasa (% Volume)	
	Fasa Superkonduktor	Fasa Impurity
Sebelum Sintering	0	100
600°C	2.91	97.09
700°C	81.16	18.84
800°C	91.15	8.85
850°C	97.64	2.36
900°C	97.89	2.11



Hasil Analisis Kuantitatif Fraksi Fasa Sampel MgB₂ Tahap III (Variasi Doping CNT)

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ Doping CNT 0%**

Hasil analisis puncak sampel MgB₂ tanpa penambahan *doping* CNT

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	25.2255	76.15	Mg	32.1434	61.17
MgB ₂	33.4497	844.23	Mg	36.4734	239.52
MgB ₂	42.3486	3179.12	Mg	57.16	35.46
MgB ₂	51.7943	391.82	MgO	62.1193	94.21
MgB ₂	59.8633	647.08	B ₂ O ₃	44.8922	97.39
MgB ₂	63.0783	244.66			
MgB ₂	65.9843	105.93			
MgB ₂	70.351	91.27			
MgB ₂	76.076	301.12			
MgB ₂	83.1075	316.3			
Total Int.		6197.68	Total Int.		527.75

Fraksi Fasa Superkonduktor

$$= \frac{\Sigma \text{Intensitas Fasa Superkonduktor}}{\Sigma \text{Intensitas Semua Fasa}} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{6197.68}{6725.43} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 91.15\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 91.15\% = 8.85\%$$

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ Doping CNT 5%**

Hasil analisis puncak sampel MgB₂ dengan penambahan *doping* CNT 5%

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	25.2764	71.78	MgO	62.2378	78.67
MgB ₂	33.6073	703.69	B ₂ O ₃	45.0134	56.84
MgB ₂	42.5636	2277.88	C	26.5538	30.9



MgB ₂	51.8652	283.01		
MgB ₂	59.9849	356.67		
MgB ₂	63.2992	152.13		
MgB ₂	66.4327	40.49		
MgB ₂	70.6822	46.93		
MgB ₂	76.2371	170.24		
MgB ₂	83.3464	167.21		
Total Int.		4270.03	Total Int.	166.41

Fraksi Fasa Superkonduktor

$$= \frac{\Sigma \text{Intensitas Fasa Superkonduktor}}{\Sigma \text{Intensitas Semua Fasa}} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{4270.03}{4436.44} \times 100\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 96.24\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 96.24\% = 3.76\%$$

➤ **Fraksi Fasa MgB₂ Doping CNT 10%**

Hasil analisis puncak sampel MgB₂ dengan penambahan *doping* CNT 10%

Fasa Superkonduktor			Fasa Impurity		
Fasa	2θ	Int.	Fasa	2θ	Int.
MgB ₂	25.2613	76.7	MgO	62.1031	63.62
MgB ₂	33.5305	504.18	B ₂ O ₃	44.9594	60.26
MgB ₂	42.4749	1970.84	C	26.6745	21.57
MgB ₂	51.8152	263.72			
MgB ₂	60.1228	295.9			
MgB ₂	63.24	147.31			
MgB ₂	66.1922	46.16			
MgB ₂	70.6309	30.59			
MgB ₂	76.2961	108.9			
MgB ₂	83.4607	139.87			
Total Int.		3584.17	Total Int.		145.45



$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = \frac{3584.17}{3729.62} \times 100\%$$

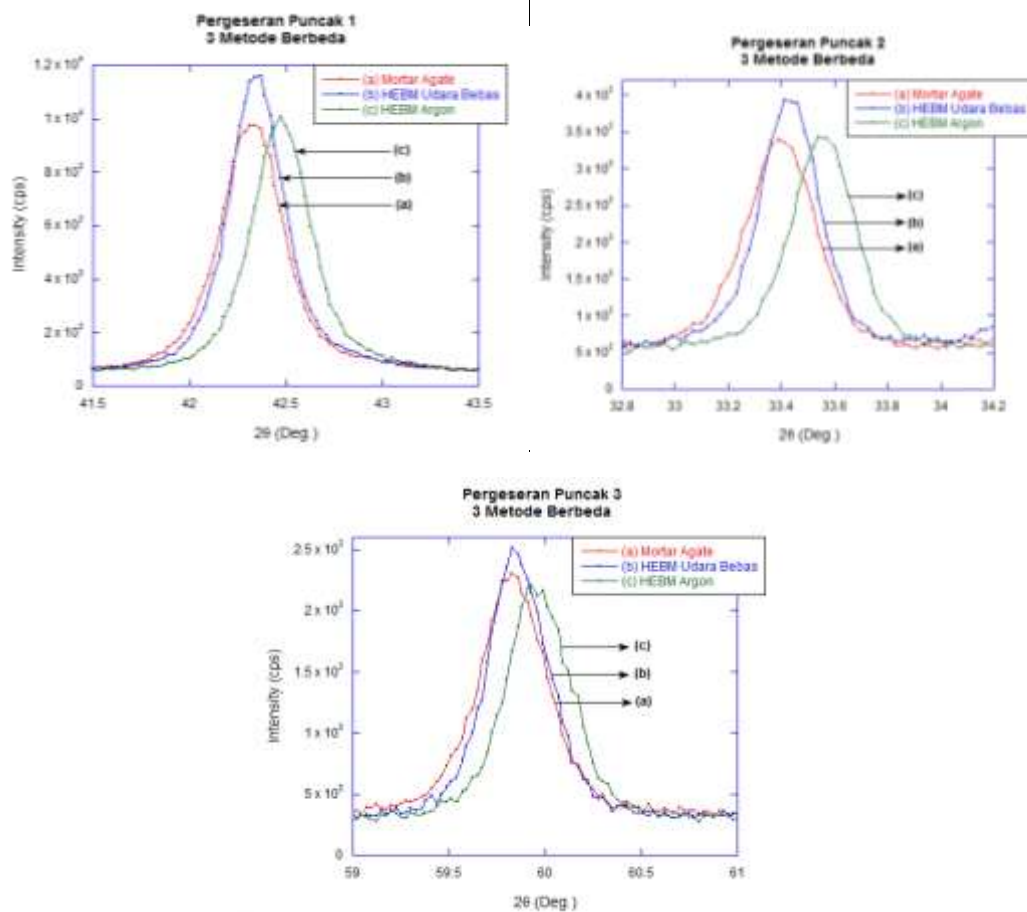
$$\text{Fraksi Fasa Superkonduktor} = 96.1\%$$

$$\text{Fraksi Fasa Impurity} = 100\% - 96.1\% = 3.9\%$$

Analisis kuantitatif fraksi fasa sampel MgB₂ dengan variasi *doping* CNT

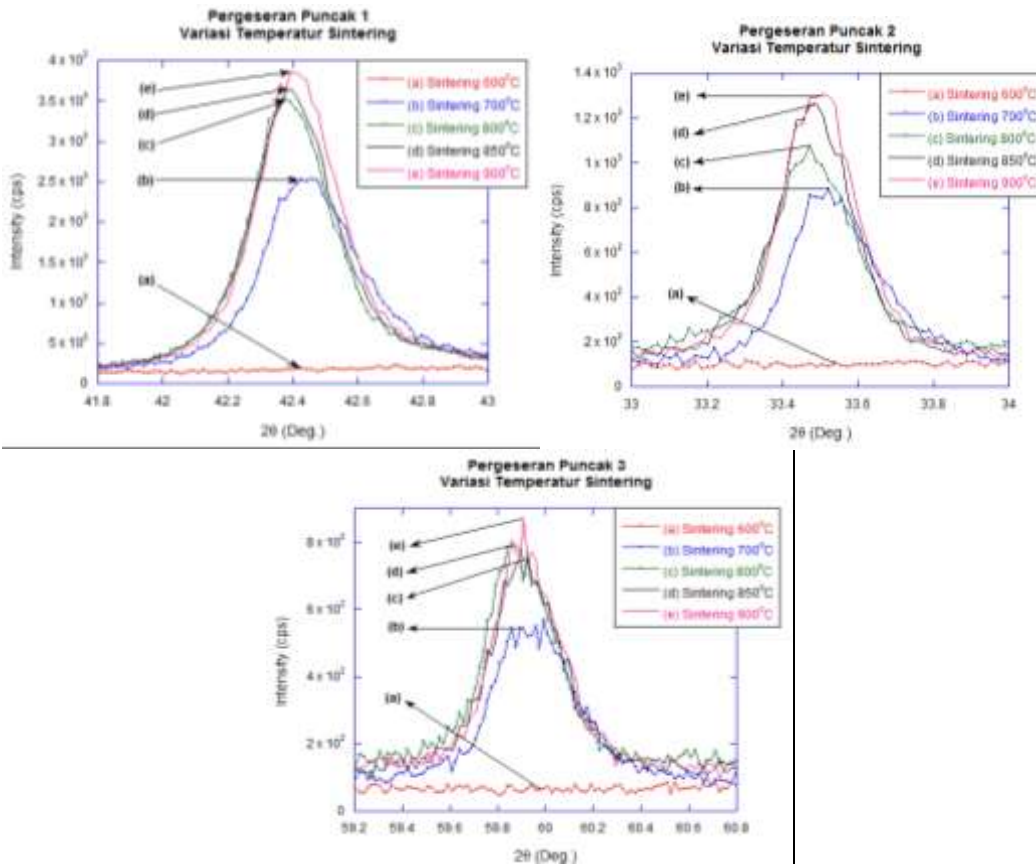
<i>Doping</i>	Fraksi Fasa (% Volume)	
	Fasa Superkonduktor	Fasa Impurity
CNT 0%	91.15	8.85
CNT 5%	96.24	3.76
CNT 10%	96.1	3.9

Pergeseran Puncak Sampel MgB₂ Tahap I (3 Metode *Milling* Berbeda)

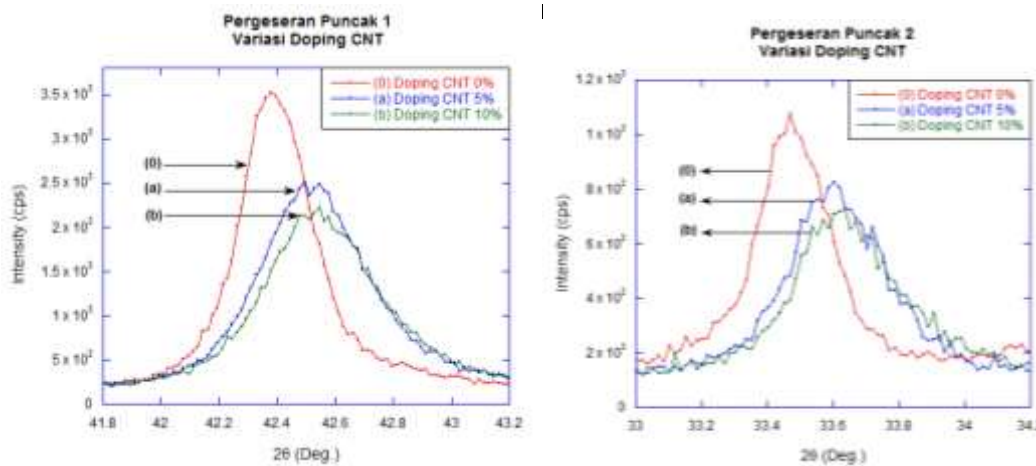


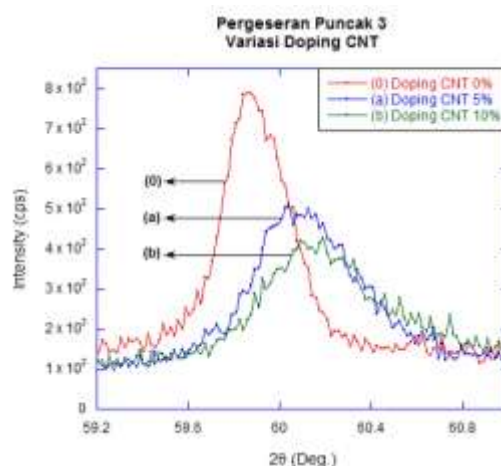


Pergeseran Puncak Sampel MgB_2 Tahap II (Variasi Temperatur Sintering)



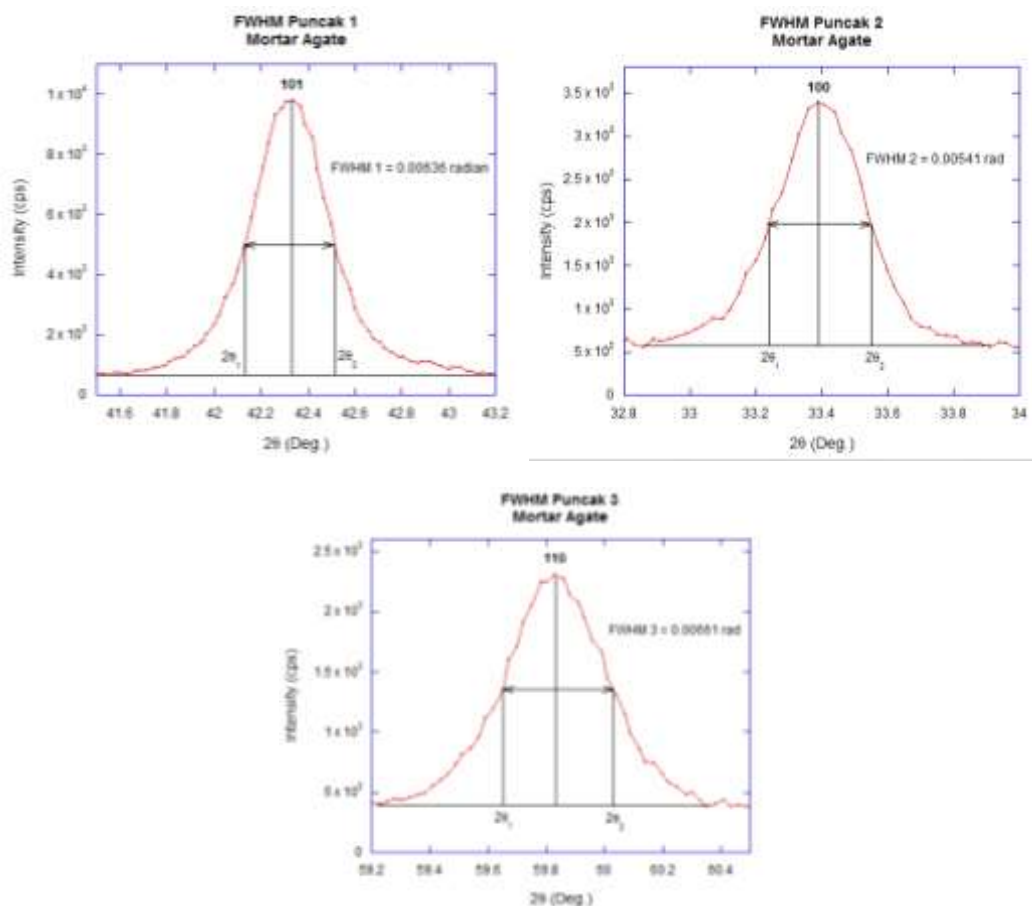
Pergeseran Puncak Sampel MgB_2 Tahap III (Variasi Doping CNT)





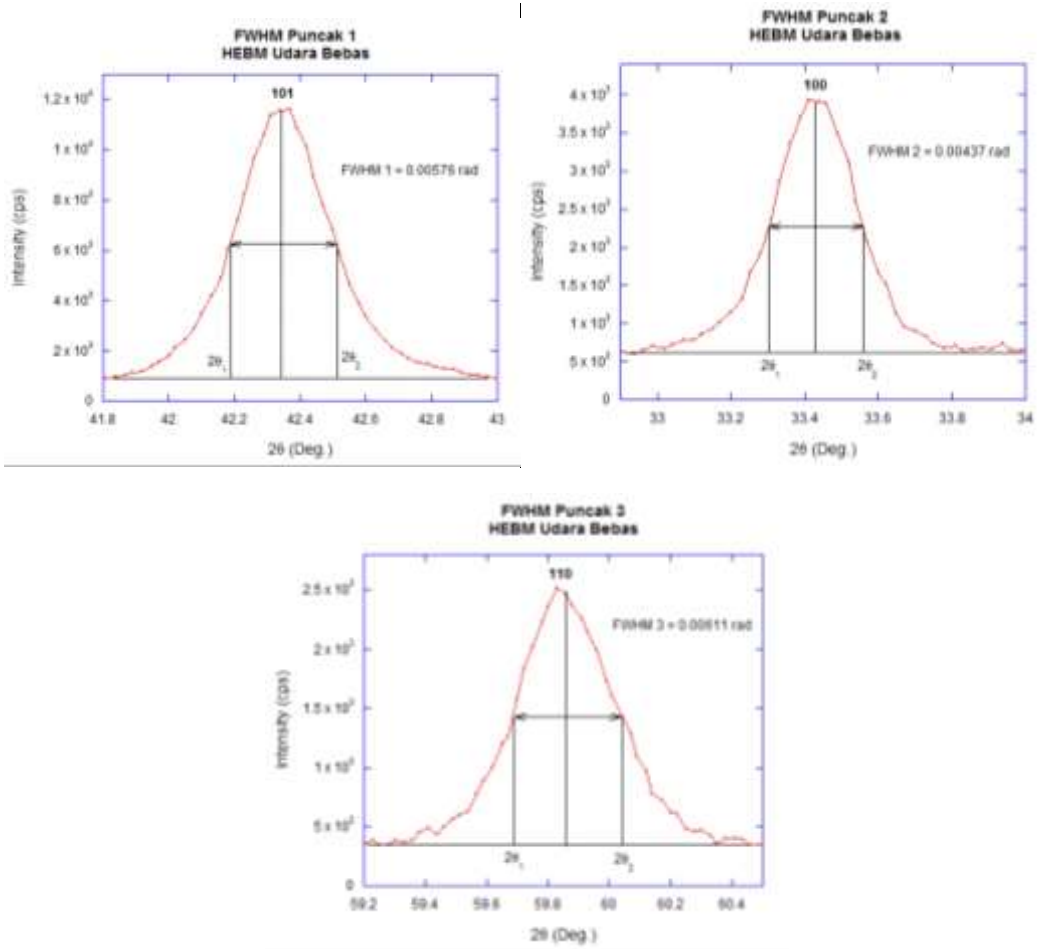
FWHM (*Full Width at Half Maximum*) Sampel MgB_2 Tahap I (3 Metode *Milling* Berbeda)

➤ **FWHM Sampel MgB_2 dengan Metode Mortar Agate**

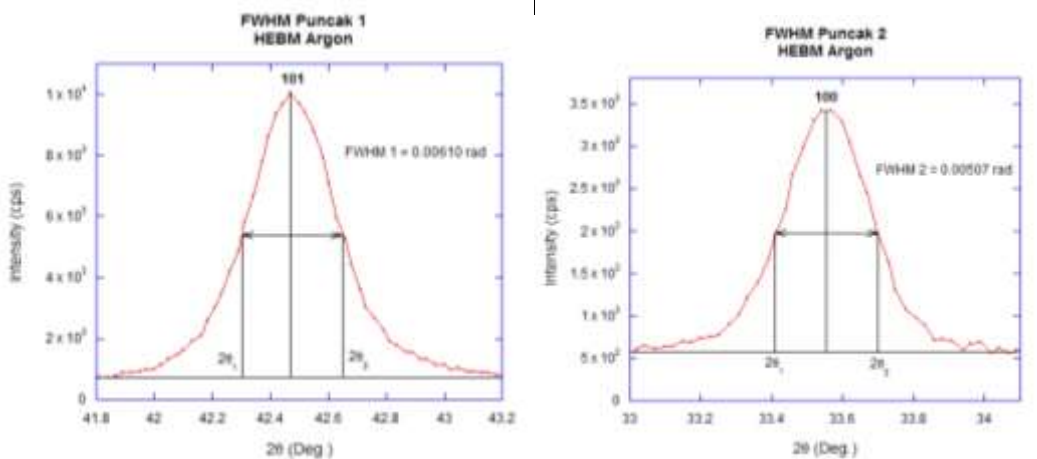


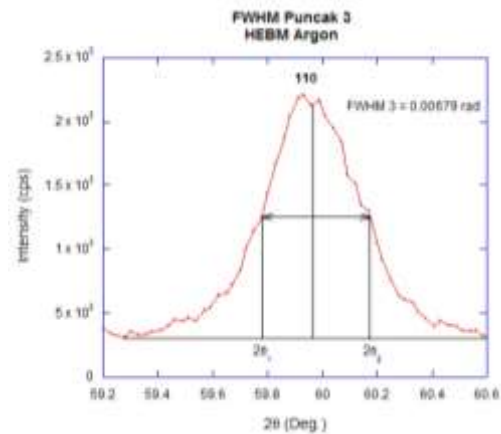


➤ FWHM Sampel MgB_2 dengan Metode HEBM Udara Bebas



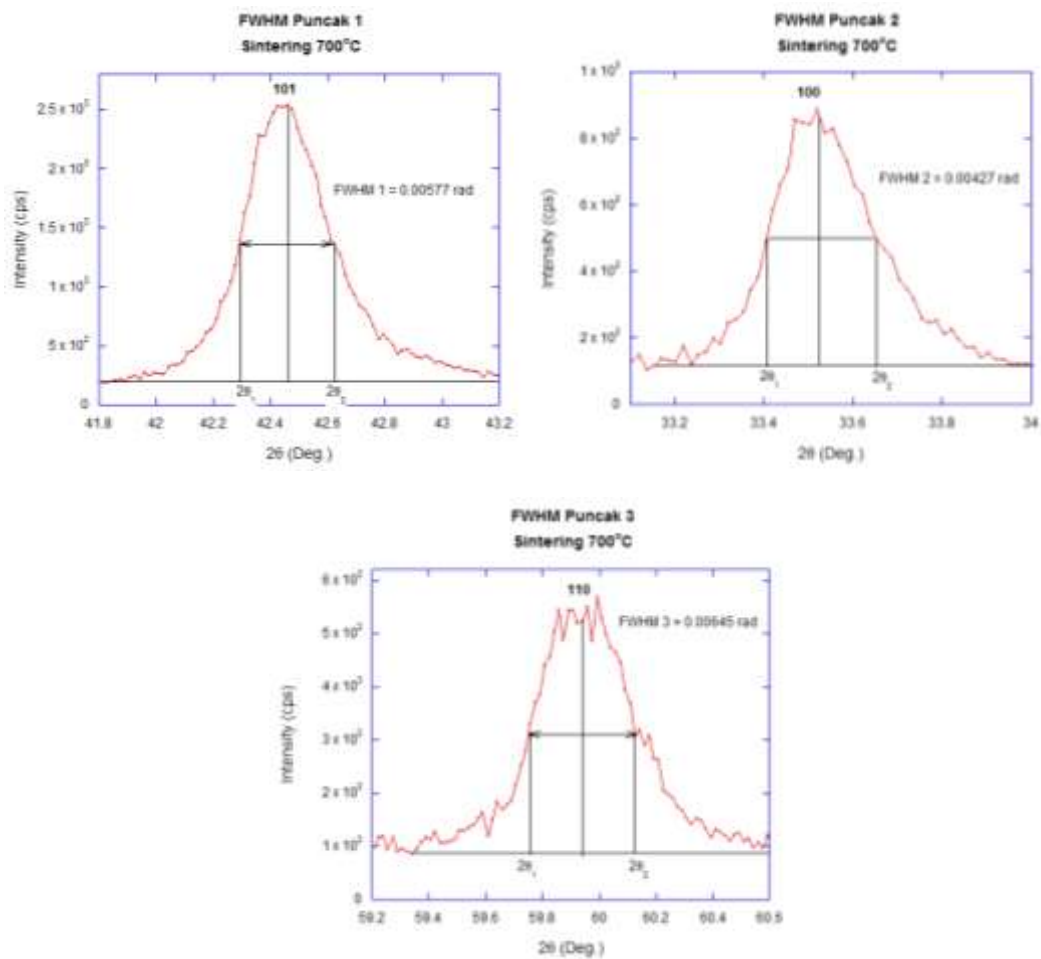
➤ FWHM Sampel MgB_2 dengan Metode HEBM Argon





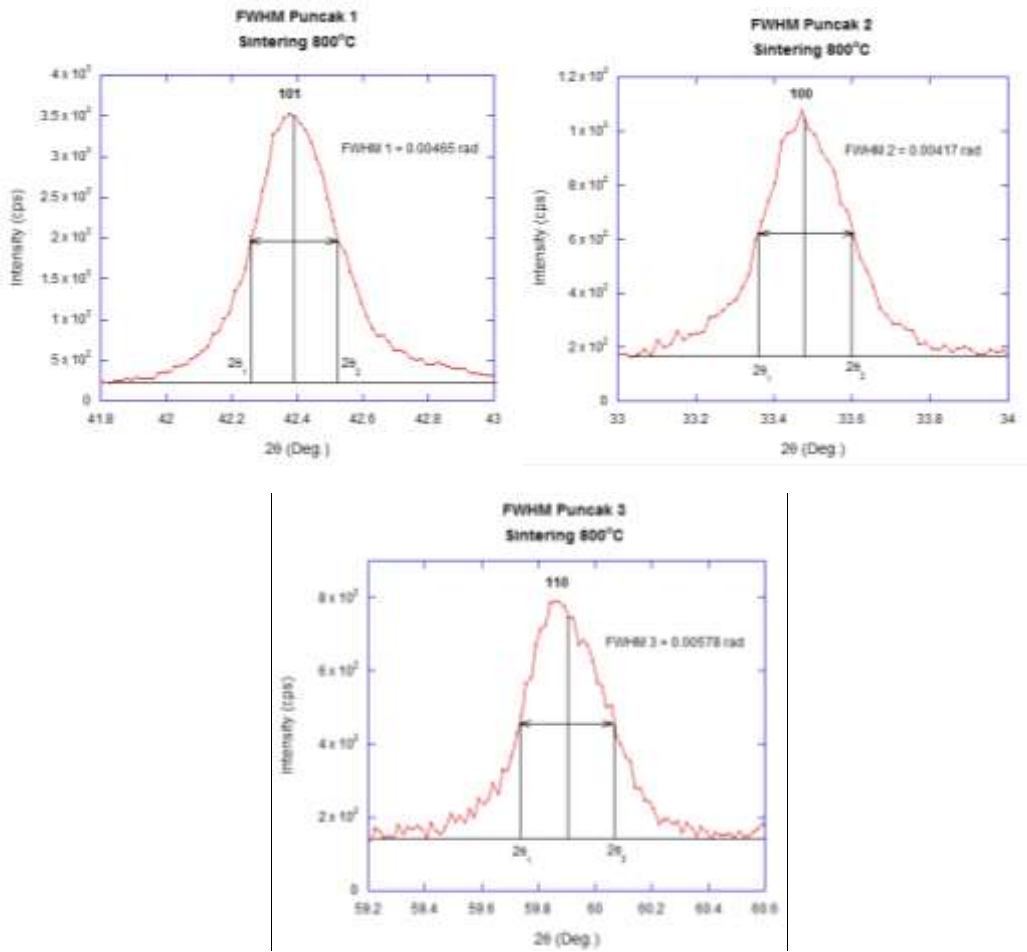
FWHM (Full Width at Half Maximum) Sampel MgB_2 Tahap II (Variasi Temperatur Sintering)

➤ **FWHM Sampel MgB_2 dengan Temperatur Sintering $700^\circ C$**

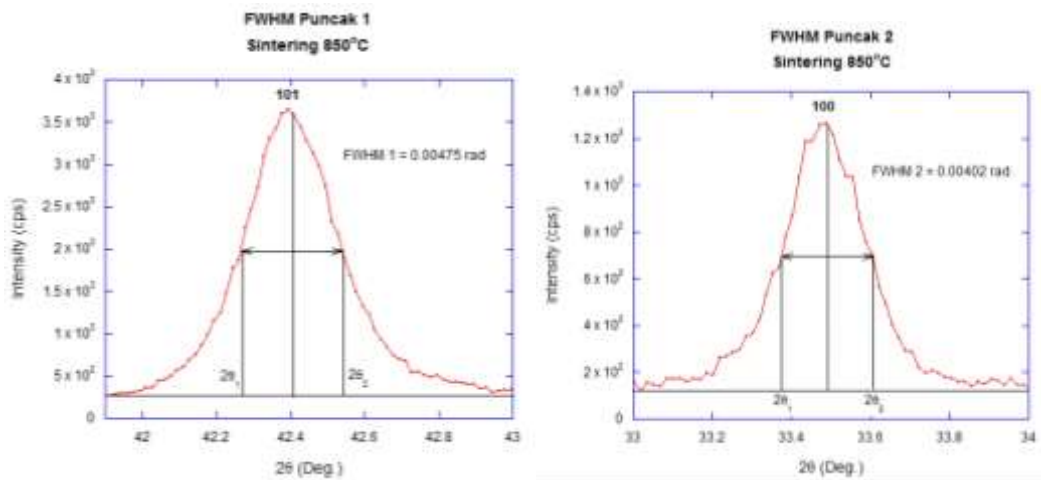


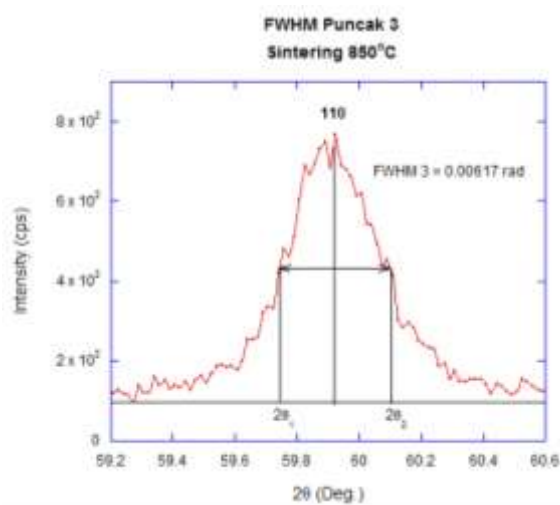


➤ FWHM Sampel MgB_2 dengan Temperatur *Sintering* $800^\circ C$

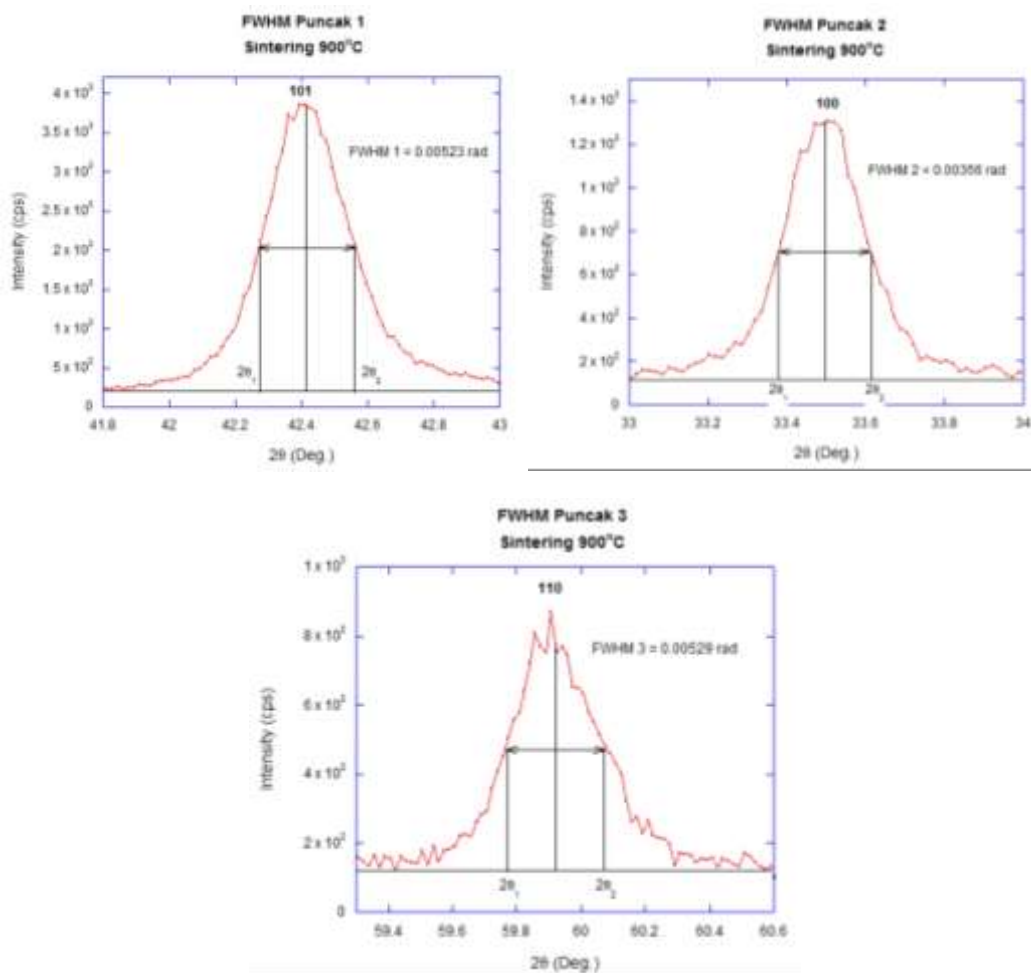


➤ FWHM Sampel MgB_2 dengan Temperatur *Sintering* $850^\circ C$





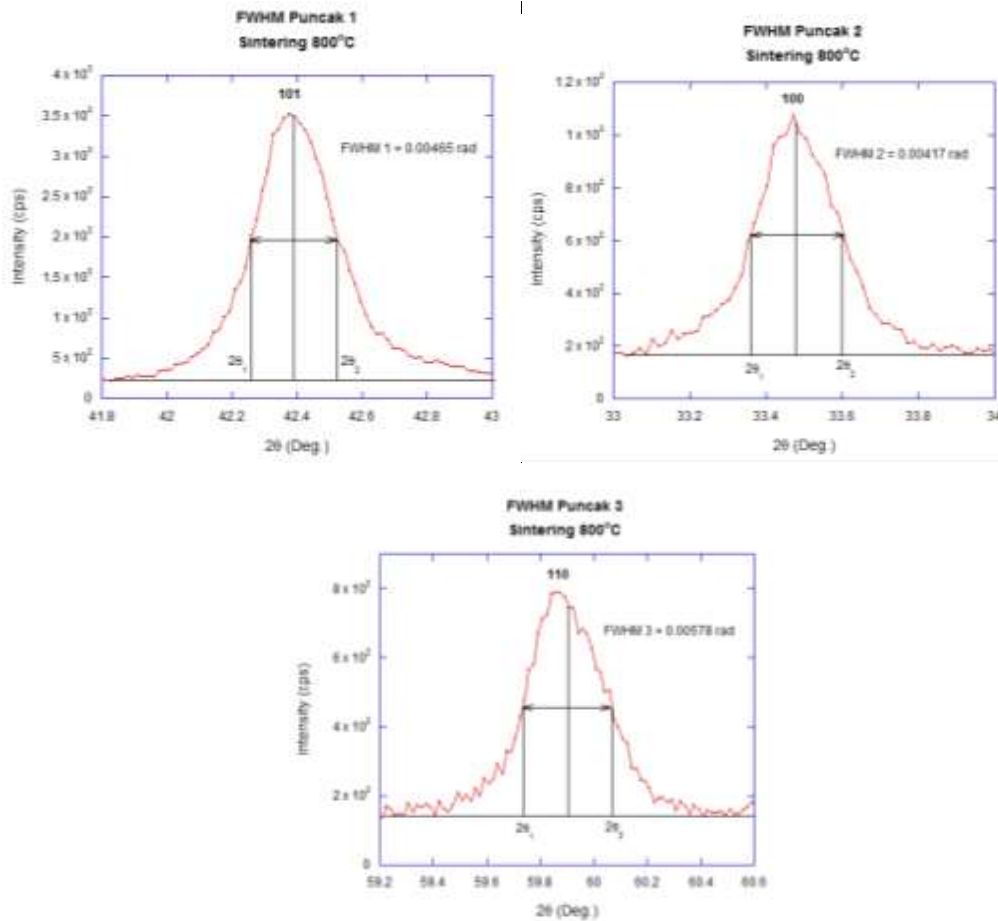
➤ FWHM Sampel MgB_2 dengan Temperatur Sintering 900°C



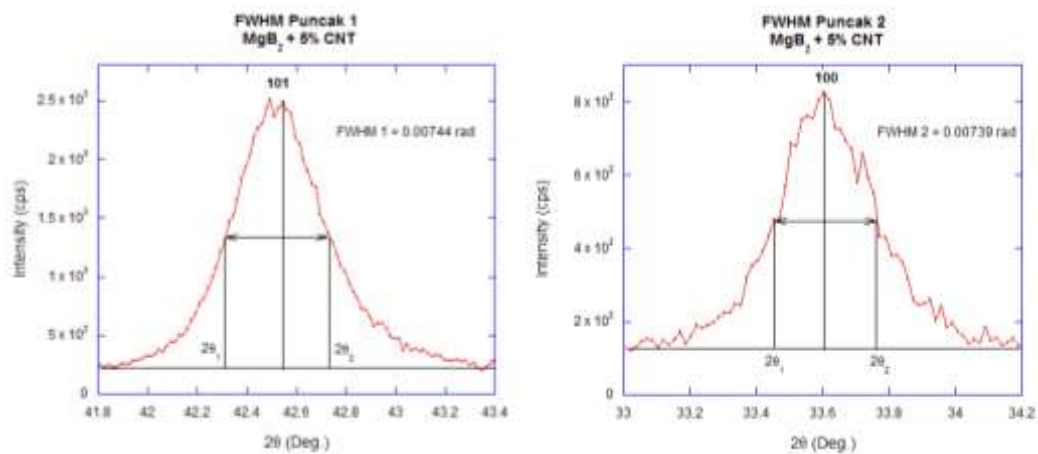


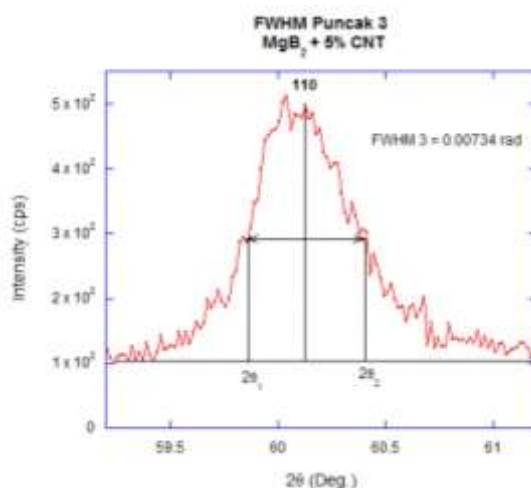
FWHM (*Full Width at Half Maximum*) MgB_2 Tahap III (Variasi *Doping* CNT)

➤ FWHM Sampel MgB_2 dengan *Doping* CNT 0%

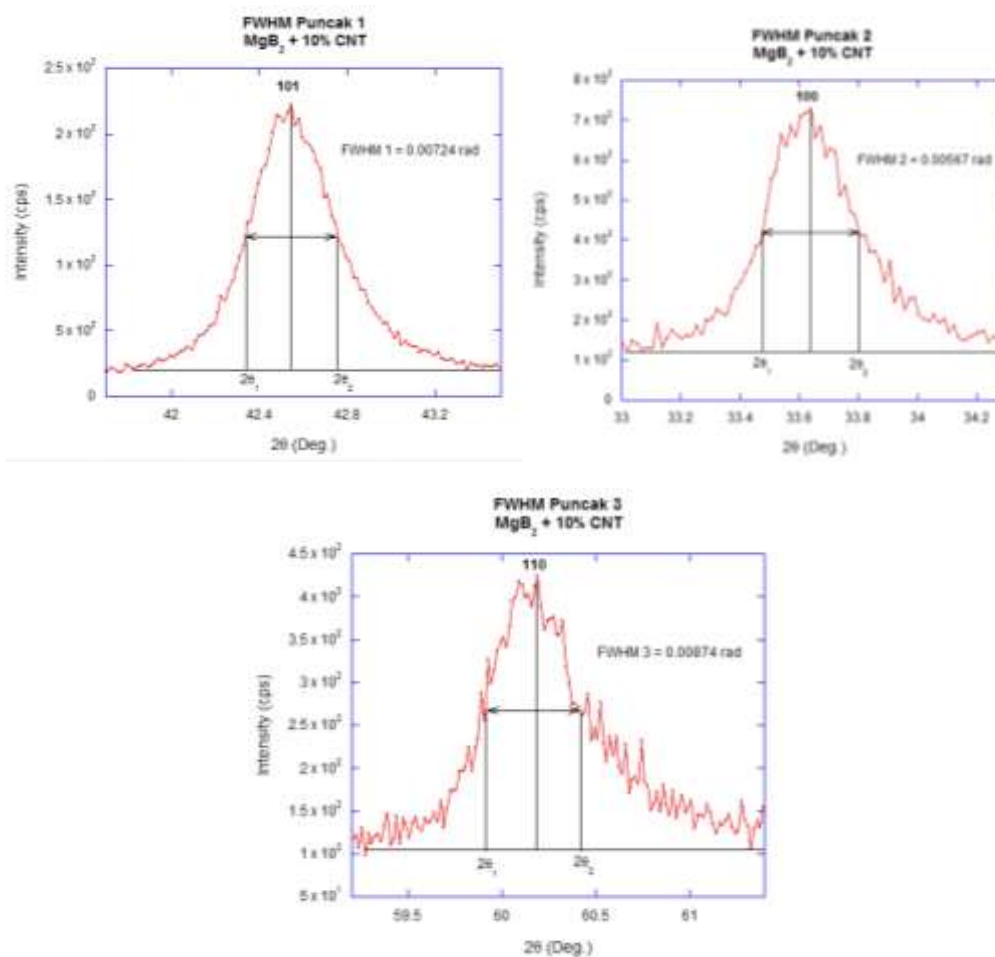


➤ FWHM Sampel MgB_2 dengan *Doping* CNT 5%





➤ FWHM Sampel MgB_2 dengan *Doping* CNT 10%





Hasil Analisis Kuantitatif Ukuran Kristalit dan Inhomogeneous Strain Sampel MgB₂ Tahap I (3 Metode *Milling* Berbeda)

Data hasil perhitungan FWHM observasi sampel MgB₂ dengan 3 metode berbeda

Metode	FWHM Observasi (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
Mortar Agate	0.00636	0.00541	0.00661
HEBM Udara Bebas	0.00576	0.00437	0.00611
HEBM Argon	0.00610	0.00507	0.00679

Data hasil analisis FWHM instrumen sampel MgB₂ dengan 3 metode berbeda

Metode	FWHM Instrumen (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
Mortar Agate	0.00536	0.00446	0.00402
HEBM Udara Bebas	0.00536	0.00402	0.00536
HEBM Argon	0.00536	0.00446	0.00268

Untuk memperoleh hasil estimasi ukuran kristalit yang lebih akurat maka, nilai FWHM harus dikoreksi oleh “Instrumental Line Broadening” dengan pendekatan distribusi *Gaussian* dan nilai FWHM Br yang terkait dengan perubahan ukuran kristalit dapat dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$Br^2 = B_{obs}^2 - B_i^2$$

Dimana : B_{obs} = FWHM observasi
 B_i = FWHM instrumen

Ukuran kristalit dan inhomogeneous strain dapat diketahui dengan menggunakan persamaan metode Hall sebagai berikut:

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

Dimana : λ = Panjang gelombang CuK α (1.5406 Å)

2η = Inhomogeneous strain (radian)

$$B_r = \sqrt{B_{obs}^2 - B_i^2}$$

ε = Ukuran kristalit (nm)

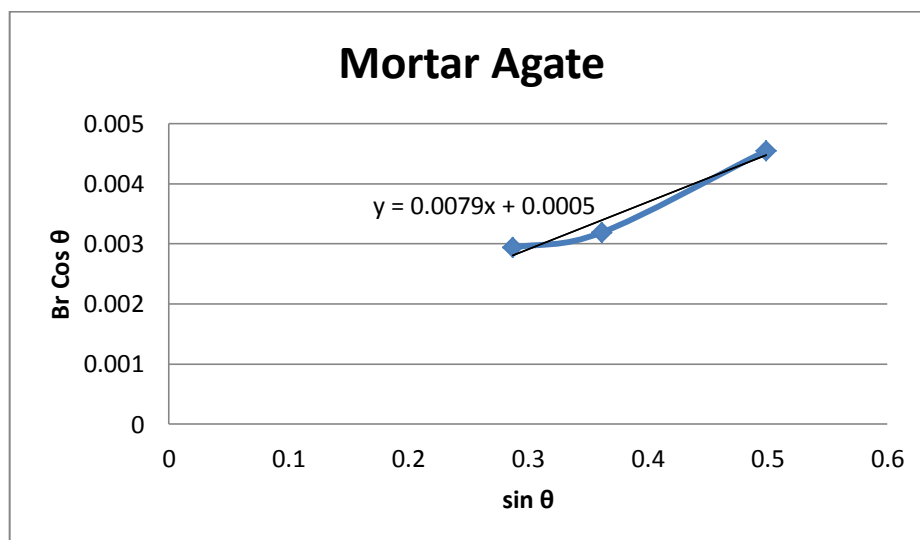


➤ **Ukuran Kristalit dan Strain MgB₂ dengan Metode Mortar Agate**

Puncak No.	hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bobs = FWHM (radian)	Bobs ²
1	101	42.3814	0.3630	0.00636	0.0000404
2	100	33.3786	0.3100	0.00541	0.0000293
3	110	59.8052	0.3786	0.00661	0.0000437

Puncak No.	hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bi = FWHM (radian)	Bi ²
1	101	42.3814	0.3070	0.00536	0.0000287
2	100	33.3786	0.2558	0.00446	0.0000199
3	110	59.8052	0.2303	0.00402	0.0000162

Puncak No.	hkl	Br	Cos θ	Br Cos θ (y)	Sin θ (x)
1	101	0.00342053	0.932382486	0.003189239	0.361473235
2	100	0.00306594	0.957876143	0.002936793	0.287181641
3	110	0.00524404	0.866874127	0.004545926	0.498527078



Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = bx + a$ dimana $x = \sin \theta$,
 $y = B_r \cos \theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\varepsilon}$.

$$B_r \cos \theta = 2\eta \sin \theta + \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$y = bx + a$$



$$y = 0.0079x + 0.0005 \begin{cases} \longrightarrow 2\eta = 7.9 \times 10^{-3} \text{ radian (Strain)} \\ \longrightarrow \Delta y = 5 \times 10^{-4} \end{cases}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{\Delta y} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{5 \times 10^{-4}} = 308.12 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dibanding dengan metode Hall. Metode *Least-Squares*:

θ (degree)	$y = Br \cos \theta$	$x = \sin \theta$	xy	x^2
16.6893	0.002936793	0.287181641	0.000843393	0.082473295
21.1907	0.003189239	0.361473235	0.001152825	0.1306629
29.9026	0.004545926	0.498527078	0.002266267	0.248529247
Σ	0.010671958	1.147181954	0.004262485	0.461665442

$$\Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x \longrightarrow 10.67 \times 10^{-3} = 3a + 1.147b \quad \left. \vphantom{\Sigma y} \right\} \text{Substitusi}$$

$$\Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 \longrightarrow 4.26 \times 10^{-3} = 1.147a + 0.462b$$

$$a = 4.88 \times 10^{-4} \longrightarrow \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$b = 7.6 \times 10^{-3} \text{ radian} \longrightarrow 2\eta \text{ (Strain)}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{a} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{4.88 \times 10^{-4}} = 315.69 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

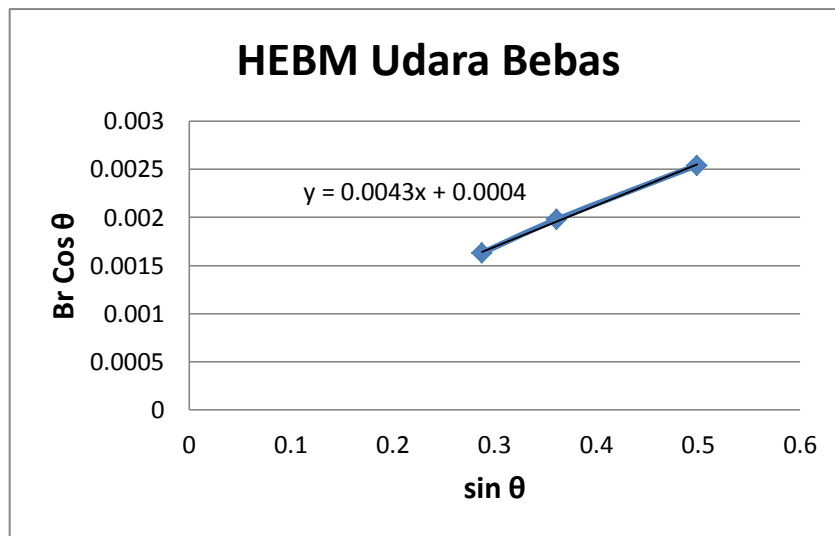
➤ **Ukuran Kristalit dan Strain MgB₂ Metode HEBM Udara Bebas**

Puncak No.	Hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bobs = FWHM (radian)	Bobs ²
1	101	42.3345	0.3300	0.00576	0.0000332
2	100	33.4211	0.2506	0.00437	0.0000191
3	110	59.8263	0.3502	0.00611	0.0000373

Puncak No.	hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bi = FWHM (radian)	Bi ²
1	101	42.3345	0.3070	0.00536	0.0000287
2	100	33.4211	0.2303	0.00402	0.0000162
3	110	59.8263	0.3070	0.00536	0.0000287



Puncak No.	hkl	Br	Cos θ	Br Cos θ (y)	Sin θ (x)
1	101	0.00212132	0.932530352	0.001978196	0.361091599
2	100	0.00170294	0.957769566	0.001631023	0.287536881
3	110	0.00293258	0.866782318	0.002541905	0.498686689



Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = bx + a$ dimana $x = \sin\theta$,
 $y = B_r \cos\theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\varepsilon}$.

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$y = bx + a$$

$$y = 0.0043x + 0.0004 \begin{cases} \rightarrow 2\eta = 4.3 \times 10^{-3} \text{ radian (Strain)} \\ \rightarrow \Delta y = 4 \times 10^{-4} \end{cases}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{\Delta y} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{4 \times 10^{-4}} = 385.15 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dibanding dengan metode Hall. Metode *Least-Squares*:

θ (degree)	$y = B_r \cos \theta$	$x = \sin \theta$	Xy	x^2
16.71055	0.001631023	0.287536881	0.000468979	0.082677458
21.16725	0.001978196	0.361091599	0.00071431	0.130387143
29.91315	0.002541905	0.498686689	0.001267614	0.248688414
Σ	0.006151124	1.147315169	0.002450903	0.461753015



$$\begin{aligned}
 \Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x &\longrightarrow 6.15 \times 10^{-3} = 3a + 1.147b \\
 \Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 &\longrightarrow 2.45 \times 10^{-3} = 1.147a + 0.461b
 \end{aligned}
 \quad \left. \vphantom{\begin{aligned} \Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x \\ \Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 \end{aligned}} \right\} \text{Substitusi}$$

$$a = 3.97 \times 10^{-4} \longrightarrow \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$b = 4.35 \times 10^{-3} \text{ radian} \longrightarrow 2\eta \text{ (Strain)}$$

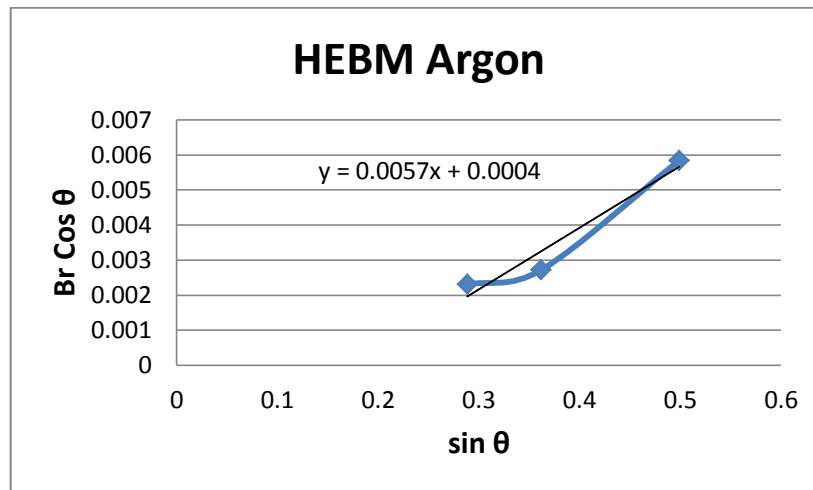
$$\varepsilon = \frac{\lambda}{a} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{3.97 \times 10^{-4}} = 388 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

➤ **Ukuran Kristalit dan Strain MgB₂ dengan Metode HEBM Argon**

Puncak No.	hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bobs = FWHM (radian)	Bobs ²
1	101	42.4631	0.3500	0.00610	0.0000372
2	100	33.5604	0.2903	0.00507	0.0000257
3	110	59.8879	0.3889	0.00679	0.0000461

Puncak No.	Hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bi = FWHM (radian)	Bi ²
1	101	42.4631	0.3070	0.00536	0.0000287
2	100	33.5604	0.2558	0.00446	0.0000199
3	110	59.8879	0.1535	0.00268	0.000000718

Puncak No.	Hkl	Br	Cos θ	Br Cos θ (y)	Sin θ (x)
1	101	0.00291548	0.932124531	0.002717587	0.362137901
2	100	0.00240832	0.957419323	0.002305771	0.288700954
3	110	0.00673662	0.866514118	0.005837373	0.499152565



Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = bx + a$ dimana $x = \sin\theta$,
 $y = B_r \cos\theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\varepsilon}$.

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$y = bx + a$$

$$y = 0.0057x + 0.0004 \quad \begin{cases} \rightarrow 2\eta = 5.7 \times 10^{-3} \text{ radian (Strain)} \\ \rightarrow \Delta y = 4.3 \times 10^{-4} \end{cases}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{\Delta y} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{4.3 \times 10^{-4}} = 358.28 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dibanding dengan metode Hall. Metode *Least-Squares*:

θ (degree)	$y = B_r \cos \theta$	$x = \sin \theta$	Xy	x^2
16.7802	0.002305771	0.288700954	0.000665678	0.083348241
21.23155	0.002717587	0.362137901	0.000984141	0.131143859
29.94395	0.005837373	0.499152565	0.00291374	0.249153283
Σ	0.010860731	1.14999142	0.004563559	0.463645383

$$\begin{aligned} \Sigma y &= \Sigma a + b \Sigma x \longrightarrow 10.86 \times 10^{-3} = 3a + 1.149b \\ \Sigma xy &= a \Sigma x + b \Sigma x^2 \longrightarrow 4.56 \times 10^{-3} = 1.149a + 0.463b \end{aligned} \quad \left. \vphantom{\begin{aligned} \Sigma y \\ \Sigma xy \end{aligned}} \right\} \text{Substitusi}$$



$$a = 4.18 \times 10^{-4} \longrightarrow \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$b = 5.75 \times 10^{-3} \text{ radian} \longrightarrow 2\eta \text{ (Strain)}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{a} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{4.18 \times 10^{-4}} = 368.6 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Analisis kuantitatif ukuran kristalit dan inhomogeneous strain sampel MgB₂ dengan 3 metode berbeda

Metode	Ukuran Kristalit (nm)		Inhomogeneous Strain (radian)	
	Hall	Least-Square	Hall	Least-Square
Mortar Agate	308.12	315.69	0.0079	0.0076
HEBM Udara Bebas	385.15	388.01	0.0043	0.0043
HEBM Argon	358.28	368.61	0.0057	0.0057

Hasil Analisis Kuantitatif Ukuran Kristalit dan Inhomogeneous Strain Sampel MgB₂ Tahap II (Variasi Temperatur Sintering)

Data hasil perhitungan FWHM observasi sampel MgB₂ dengan variasi temperatur sintering

Temp. Sintering	FWHM Observasi (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
600°C	-	-	-
700°C	0.00577	0.00427	0.00645
800°C	0.00465	0.00417	0.00578
850°C	0.00475	0.00402	0.00617
900°C	0.00523	0.00356	0.00529

Data hasil analisis FWHM instrumen sampel MgB₂ dengan variasi temperatur sintering

Temp. Sintering	FWHM Instrumen (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
600°C	-	-	-
700°C	0.00146	0.00204	0.00214
800°C	0.00233	0.00291	0.00291
850°C	0.00321	0.00233	0.00467
900°C	0.00409	0.00291	0.00409



Untuk memperoleh hasil estimasi ukuran kristalit yang lebih akurat maka, nilai FWHM harus dikoreksi oleh “Instrumental Line Broadening” dengan pendekatan distribusi *Gaussian* dan nilai FWHM B_r yang terkait dengan perubahan ukuran kristalit dapat dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$B_r^2 = B_{obs}^2 - B_i^2$$

Dimana : B_{obs} = FWHM observasi
 B_i = FWHM instrumen

Ukuran kristalit dan inhomogeneous strain dapat diketahui dengan menggunakan persamaan metode Hall sebagai berikut:

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

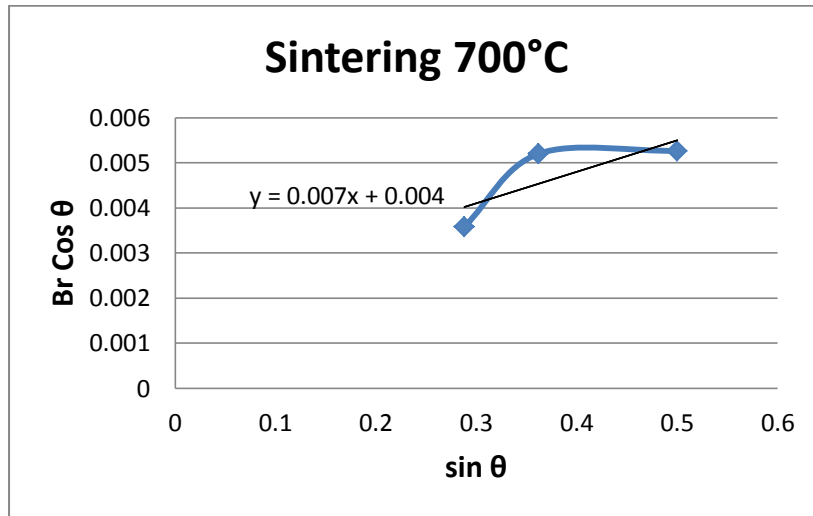
Dimana : λ = Panjang gelombang $\text{CuK}\alpha$ (1.5406 Å)
 2η = Inhomogeneous strain (radian)
 $B_r = \sqrt{B_{obs}^2 - B_i^2}$
 ε = Ukuran kristalit (nm)

➤ **Ukuran Kristalit dan Strain MgB_2 Temperatur Sintering 700°C**

Puncak No.	hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bobs = FWHM (radian)	Bobs ²
1	101	42.4563	0.3306	0.00577	0.0000333
2	100	33.4866	0.2450	0.00427	0.0000182
3	110	60.0213	0.3694	0.00645	0.0000416

Puncak No.	hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bi = FWHM (radian)	Bi ²
1	101	42.4563	0.0836	0.00146	0.00000213
2	100	33.4866	0.1171	0.00204	0.00000416
3	110	60.0213	0.1224	0.00214	0.00000458

Puncak No.	hkl	Br	Cos θ	Br Cos θ (y)	Sin θ (x)
1	101	0.00558301	0.932146019	0.00520418	0.362082587
2	100	0.003747	0.957605055	0.003588145	0.288084291
3	110	0.00608441	0.86593245	0.005268685	0.500160966



Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = bx + a$ dimana $x = \sin\theta$, $y = B_r \cos\theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\epsilon}$.

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\epsilon}$$

$$y = bx + a$$

$$y = 0.007x + 0.004 \quad \begin{matrix} \rightarrow 2\eta = 7 \times 10^{-3} \text{ radian (Strain)} \\ \rightarrow \Delta y = 4 \times 10^{-3} \end{matrix}$$

$$\epsilon = \frac{\lambda}{\Delta y} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{4 \times 10^{-3}} = 38.55 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dibanding dengan metode Hall. Metode *Least-Squares*:

θ (degree)	$y = B_r \cos \theta$	$x = \sin \theta$	Xy	x^2
16.7433	0.003588145	0.288084291	0.001033688	0.082992559
21.22815	0.00520418	0.362082587	0.001884343	0.1311038
30.01065	0.005268685	0.500160966	0.002635191	0.250160992
Σ	0.01406101	1.150327844	0.005553222	0.46425735

$$\begin{array}{l}
 \Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x \longrightarrow 14.06 \times 10^{-3} = 3a + 1.15b \\
 \Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 \longrightarrow 5.55 \times 10^{-3} = 1.15a + 0.464b
 \end{array}
 \quad \left. \vphantom{\begin{array}{l} \Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x \\ \Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 \end{array}} \right\} \text{Substitusi}$$



$$a = 4.034 \times 10^{-3} \longrightarrow \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$b = 6.92 \times 10^{-3} \text{ radian} \longrightarrow 2\eta \text{ (Strain)}$$

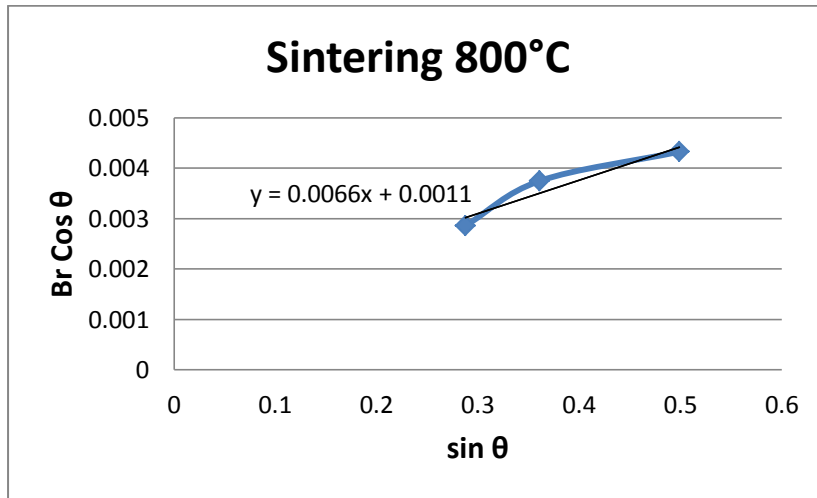
$$\varepsilon = \frac{\lambda}{a} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{4.034 \times 10^{-3}} = 38.19 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

➤ **Ukuran Kristalit dan Strain MgB₂ Temperatur Sintering 800°C**

Puncak No.	Hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bobs = FWHM (radian)	Bobs ²
1	101	42.3507	0.2667	0.00465	0.0000216
2	100	33.4498	0.2389	0.00417	0.0000174
3	110	59.8490	0.3310	0.00578	0.0000334

Puncak No.	Hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bi = FWHM (radian)	Bi ²
1	101	42.3507	0.1338	0.00233	0.00000543
2	100	33.4498	0.1673	0.00291	0.00000847
3	110	59.8490	0.1673	0.00291	0.00000847

Puncak No.	Hkl	Br	Cos θ	Br Cos θ (y)	Sin θ (x)
1	101	0.00402119	0.932479294	0.00374968	0.361223429
2	100	0.00298831	0.957697521	0.002861898	0.28777675
3	110	0.004993	0.866683514	0.004327347	0.498858384



Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = bx + a$ dimana $x = \sin\theta$,
 $y = B_r \cos\theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\epsilon}$.

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\epsilon}$$

$$y = bx + a$$

$$y = 0.0066x + 0.0011 \begin{cases} \longrightarrow 2\eta = 6.6 \times 10^{-3} \text{ radian (Strain)} \\ \longrightarrow \Delta y = 1.1 \times 10^{-3} \end{cases}$$

$$\epsilon = \frac{\lambda}{\Delta y} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{1.1 \times 10^{-3}} = 140.5 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dibanding dengan metode Hall. Metode *Least-Squares*:

θ (degree)	$y = B_r \cos \theta$	$x = \sin \theta$	Xy	x^2
16.7249	0.002861898	0.28777675	0.000823588	0.082815458
21.17535	0.00374968	0.361223429	0.001354472	0.130482366
29.9245	0.004327347	0.498858384	0.002158733	0.248859687
Σ	0.010938925	1.147858563	0.004336793	0.462157511

$$\Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x \longrightarrow 10.94 \times 10^{-3} = 3a + 1.147b \quad \left. \vphantom{\Sigma y} \right\} \text{Substitusi}$$

$$\Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 \longrightarrow 4.33 \times 10^{-3} = 1.147a + 0.462b$$

$$a = 1.268 \times 10^{-3} \longrightarrow \frac{\lambda}{\epsilon}$$



$$b = 6.22 \times 10^{-3} \text{ radian} \longrightarrow 2\eta \text{ (Strain)}$$

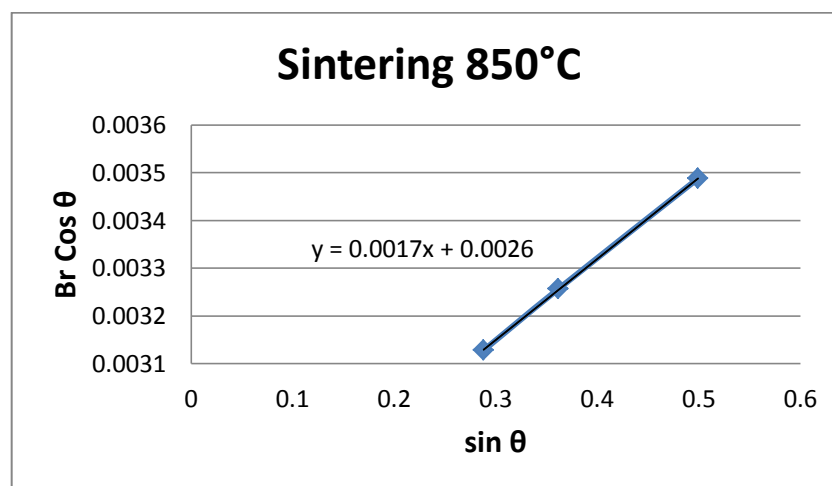
$$\varepsilon = \frac{\lambda}{a} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{1.268 \times 10^{-3}} = 141.5 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

➤ Ukuran Kristalit dan Strain MgB₂ Temperatur Sintering 850°C

Puncak No.	Hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bobs = FWHM (radian)	Bobs ²
1	101	42.3872	0.2720	0.00475	0.0000225
2	100	33.4604	0.2305	0.00402	0.0000161
3	110	59.8723	0.3537	0.00617	0.0000380

Puncak No.	Hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bi = FWHM (radian)	Bi ²
1	101	42.3872	0.1840	0.00321	0.0000103
2	100	33.4604	0.1338	0.00233	0.00000543
3	110	59.8723	0.2676	0.00467	0.0000218

Puncak No.	Hkl	Br	Cos θ	Br Cos θ (y)	Sin θ (x)
1	101	0.00349285	0.932364189	0.003256608	0.361520426
2	100	0.0032665	0.957670897	0.003128229	0.287865338
3	110	0.00402492	0.866582062	0.003487926	0.499034597





Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = bx + a$ dimana $x = \sin\theta$,
 $y = B_r \cos\theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\varepsilon}$.

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$y = bx + a$$

$$y = 0.0017x + 0.0026 \begin{cases} \longrightarrow 2\eta = 1.7 \times 10^{-3} \text{ radian (Strain)} \\ \longrightarrow \Delta y = 2.6 \times 10^{-3} \end{cases}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{\Delta y} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{2.6 \times 10^{-3}} = 59.254 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dibanding dengan metode Hall. Metode *Least-Squares*:

θ (degree)	$y = B_r \cos \theta$	$x = \sin \theta$	Xy	x^2
16.7302	0.003128229	0.287865338	0.000900509	0.082866453
21.1936	0.003256608	0.361520426	0.00117733	0.130697018
29.93615	0.003487926	0.499034597	0.001740596	0.249035529
Σ	0.009872763	1.148420361	0.003818435	0.462599

$$\Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x \longrightarrow 9.87 \times 10^{-3} = 3a + 1.148b \quad \left. \vphantom{\Sigma y} \right\} \text{Substitusi}$$

$$\Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 \longrightarrow 3.81 \times 10^{-3} = 1.148a + 0.462b$$

$$a = 2.651 \times 10^{-3} \longrightarrow \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$b = 1.67 \times 10^{-3} \text{ radian} \longrightarrow 2\eta \text{ (Strain)}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{a} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{2.651 \times 10^{-3}} = 58.11 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

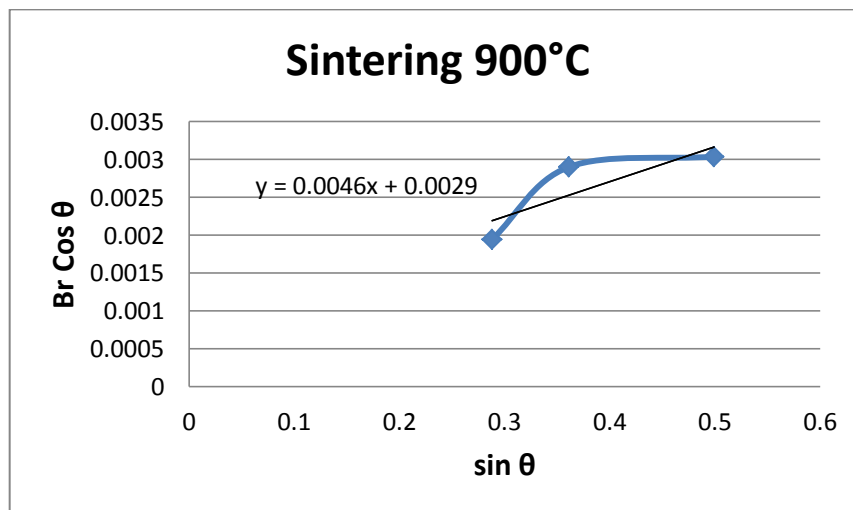
➤ **Ukuran Kristalit dan Strain MgB_2 Temperatur Sintering 900°C**

Puncak No.	hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bobs = FWHM (radian)	Bobs ²
1	101	42.3650	0.3000	0.00523	0.0000273
2	100	33.5076	0.2045	0.00356	0.0000126
3	110	59.8870	0.3033	0.00529	0.0000279



Puncak No.	hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bi = FWHM (radian)	Bi ²
1	101	42.3650	0.2342	0.00409	0.0000167
2	100	33.5076	0.1673	0.00291	0.00000847
3	110	59.8870	0.2342	0.00409	0.0000167

Puncak No.	hkl	Br	Cos θ	Br Cos θ (y)	Sin θ (x)
1	101	0.00325576	0.93243421	0.003035786	0.361339791
2	100	0.00203224	0.957552245	0.001945976	0.288259776
3	110	0.00334664	0.866518038	0.002899924	0.49914576



Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = bx + a$ dimana $x = \sin\theta$,
 $y = B_r \cos\theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\epsilon}$.

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\epsilon}$$

$$y = bx + a$$

$$y = 0.0046x + 0.0029 \quad \rightarrow \quad 2\eta = 4.6 \times 10^{-3} \text{ radian (Strain)}$$

$$\rightarrow \quad \Delta y = 2.9 \times 10^{-3}$$

$$\epsilon = \frac{\lambda}{\Delta y} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{2.9 \times 10^{-3}} = 53.124 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$



Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dibanding dengan metode Hall. Metode *Least-Squares*:

θ (degree)	$y = Br \cos \theta$	$x = \sin \theta$	xy	x^2
16.7538	0.001945976	0.288259776	0.000560947	0.083093698
21.1825	0.002899924	0.361339791	0.001047858	0.130566445
29.9435	0.003035786	0.49914576	0.0015153	0.24914649
Σ	0.007881686	1.148745327	0.003124104	0.462806633

$$\Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x \longrightarrow 7.88 \times 10^{-3} = 3a + 1.148b \quad \left. \vphantom{\Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x} \right\} \text{Substitusi}$$

$$\Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 \longrightarrow 3.12 \times 10^{-3} = 1.148a + 0.462b$$

$$a = 2.788 \times 10^{-3} \longrightarrow \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$b = 4.61 \times 10^{-3} \text{ radian} \longrightarrow 2\eta \text{ (Strain)}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{a} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{2.788 \times 10^{-3}} = 55.25 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Analisis kuantitatif ukuran kristalit dan inhomogeneous strain sampel MgB_2 dengan variasi temperatur *sintering*

Temp. Sintering	Ukuran Kristalit (nm)		Inhomogeneous Strain (radian)	
	Hall	Least-Square	Hall	Least-Square
600°C	-	-	-	-
700°C	38.55	38.19	0.007	0.0069
800°C	140.5	141.5	0.0066	0.0062
850°C	59.25	58.11	0.0017	0.0016
900°C	53.12	55.25	0.0046	0.0046



Hasil Analisis Kuantitatif Ukuran Kristalit dan Inhomogeneous Strain Sampel MgB₂ Tahap III (Variasi *Doping* CNT)

Data hasil perhitungan FWHM observasi sampel MgB₂ dengan variasi *doping* CNT

<i>Doping</i>	FWHM (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
CNT 0%	0.00465	0.00417	0.00578
CNT 5%	0.00744	0.00535	0.00734
CNT 10%	0.00724	0.00567	0.00874

Data hasil analisis FWHM instrumen sampel MgB₂ dengan variasi *doping* CNT

<i>Doping</i>	FWHM (radian)		
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
CNT 0%	0.00233	0.00291	0.00291
CNT 5%	0.00175	0.00525	0.00291
CNT 10%	0.00642	0.00409	0.00700

Untuk memperoleh hasil estimasi ukuran kristalit yang lebih akurat maka, nilai FWHM harus dikoreksi oleh “Instrumental Line Broadening” dengan pendekatan distribusi *Gaussian* dan nilai FWHM Br yang terkait dengan perubahan ukuran kristalit dapat dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$Br^2 = B_{obs}^2 - B_i^2$$

Dimana : B_{obs} = FWHM observasi
 B_i = FWHM instrumen

Ukuran kristalit dan inhomogeneous strain dapat diketahui dengan menggunakan persamaan metode Hall sebagai berikut:

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

Dimana : λ = Panjang gelombang CuK α (1.5406 Å)
 2η = Inhomogeneous strain (radian)
 $B_r = \sqrt{B_{obs}^2 - B_i^2}$
 ε = Ukuran kristalit (nm)

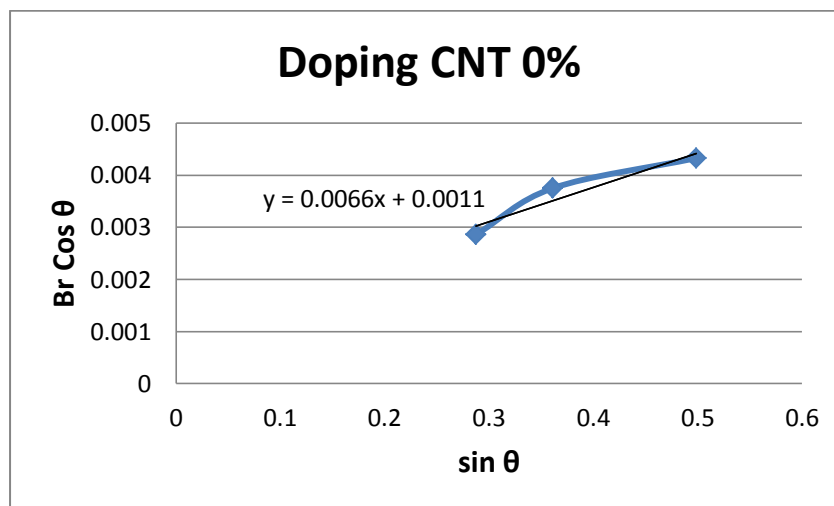


➤ **Ukuran Kristalit dan Strain MgB₂ dengan Doping CNT 0%**

Puncak No.	hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bobs = FWHM (radian)	Bobs ²
1	101	42.3507	0.2667	0.00465	0.0000216
2	100	33.4498	0.2389	0.00417	0.0000174
3	110	59.8490	0.3310	0.00578	0.0000334

Puncak No.	hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bi = FWHM (radian)	Bi ²
1	101	42.3507	0.1338	0.00233	0.00000543
2	100	33.4498	0.1673	0.00291	0.00000847
3	110	59.8490	0.1673	0.00291	0.00000847

Puncak No.	hkl	Br	Cos θ	Br Cos θ (y)	Sin θ (x)
1	101	0.00402119	0.932479294	0.00374968	0.361223429
2	100	0.00298831	0.957697521	0.002861898	0.28777675
3	110	0.004993	0.866683514	0.004327347	0.498858384



Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = bx + a$ dimana $x = \sin\theta$, $y = B_r \cos\theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\varepsilon}$.

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$y = bx + a$$



$$y = 0.0066x + 0.0011 \begin{cases} \longrightarrow 2\eta = 6.6 \times 10^{-3} \text{ radian (Strain)} \\ \longrightarrow \Delta y = 1.1 \times 10^{-3} \end{cases}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{\Delta y} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{1.1 \times 10^{-3}} = 140.5 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dibanding dengan metode Hall. Metode *Least-Squares*:

θ (degree)	$y = Br \cos \theta$	$x = \sin \theta$	xy	x^2
16.7249	0.002861898	0.28777675	0.000823588	0.082815458
21.17535	0.00374968	0.361223429	0.001354472	0.130482366
29.9245	0.004327347	0.498858384	0.002158733	0.248859687
Σ	0.010938925	1.147858563	0.004336793	0.462157511

$$\Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x \longrightarrow 10.94 \times 10^{-3} = 3a + 1.147b \quad \left. \vphantom{\Sigma y} \right\} \text{Substitusi}$$

$$\Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 \longrightarrow 4.33 \times 10^{-3} = 1.147a + 0.462b$$

$$a = 1.268 \times 10^{-3} \longrightarrow \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$b = 6.22 \times 10^{-3} \text{ radian} \longrightarrow 2\eta \text{ (Strain)}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{a} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{1.268 \times 10^{-3}} = 141.5 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

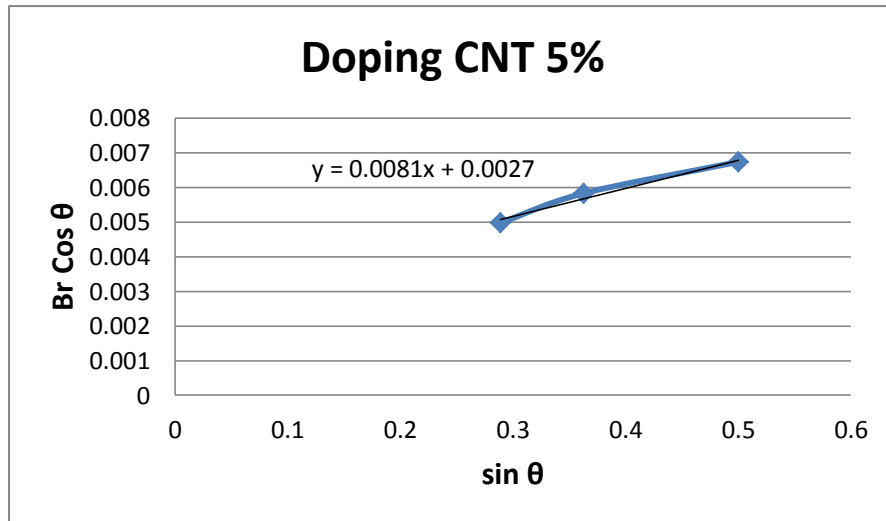
➤ **Ukuran Kristalit dan Strain MgB₂ dengan Doping CNT 5%**

Puncak No.	hkl	2 θ (degree)	FWHM (degree)	Bobs = FWHM (radian)	Bobs ²
1	101	42.5637	0.4266	0.00744	0.0000553
2	100	33.5705	0.4237	0.00739	0.0000546
3	110	59.9850	0.4205	0.00734	0.0000538

Puncak No.	hkl	2 θ (degree)	FWHM (degree)	Bi = FWHM (radian)	Bi ²
1	101	42.5637	0.1004	0.00175	0.00000306
2	100	33.5705	0.3011	0.00525	0.0000276
3	110	59.9850	0.1673	0.00291	0.00000847



Puncak No.	hkl	Br	Cos θ	Br Cos θ (y)	Sin θ (x)
1	101	0.00722772	0.931806251	0.006734839	0.362956074
2	100	0.00519615	0.957393873	0.004974764	0.288785339
3	110	0.00673276	0.866090846	0.005831178	0.499886633



Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = bx + a$ dimana $x = \sin\theta$,
 $y = B_r \cos\theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\epsilon}$.

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\epsilon}$$

$$y = ax + b$$

$$y = 0.0081x + 0.0027 \begin{cases} \rightarrow 2\eta = 8.1 \times 10^{-3} \text{ radian (Strain)} \\ \rightarrow \Delta y = 2.7 \times 10^{-3} \end{cases}$$

$$\epsilon = \frac{\lambda}{\Delta y} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{2.7 \times 10^{-3}} = 57.06 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dibanding dengan metode Hall. Metode *Least-Squares*:

θ (degree)	$y = B_r \cos \theta$	$x = \sin \theta$	Xy	x^2
16.78525	0.004974764	0.288785339	0.001436639	0.083396972
21.28185	0.005831178	0.362956074	0.002116461	0.131737112
29.9925	0.006734839	0.499886633	0.003366656	0.249886646
Σ	0.017540781	1.151628046	0.006919756	0.46502073



$$\begin{aligned} \Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x &\longrightarrow 17.54 \times 10^{-3} = 3a + 1.151b \\ \Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 &\longrightarrow 6.92 \times 10^{-3} = 1.151a + 0.465b \end{aligned} \quad \left. \vphantom{\begin{aligned} \Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x \\ \Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 \end{aligned}} \right\} \text{Substitusi}$$

$$a = 2.72 \times 10^{-3} \longrightarrow \frac{\lambda}{\varepsilon}$$

$$b = 8.14 \times 10^{-3} \text{ radian} \longrightarrow 2\eta \text{ (Strain)}$$

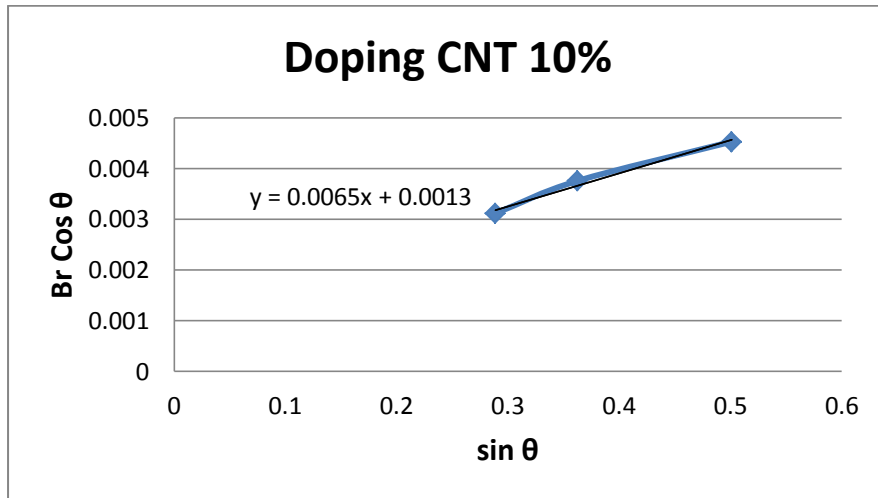
$$\varepsilon = \frac{\lambda}{a} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{2.72 \times 10^{-3}} = 56.64 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

➤ **Ukuran Kristalit dan Strain MgB₂ dengan Doping CNT 10%**

Puncak No.	Hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bobs = FWHM (radian)	Bobs ²
1	101	42.5034	0.4150	0.00724	0.0000524
2	100	33.5759	0.3250	0.00567	0.0000321
3	110	60.1391	0.5011	0.00874	0.0000764

Puncak No.	Hkl	2θ (degree)	FWHM (degree)	Bi = FWHM (radian)	Bi ²
1	101	42.5034	0.3680	0.00642	0.0000412
2	100	33.5759	0.2342	0.00409	0.0000167
3	110	60.1391	0.4015	0.00700	0.0000490

Puncak No.	Hkl	Br	Cos θ	Br Cos θ (y)	Sin θ (x)
1	101	0.00334664	0.931997115	0.003119059	0.362465691
2	100	0.00392428	0.957380263	0.003757031	0.288830455
3	110	0.0052345	0.865417828	0.00453003	0.501050879



Nilai 2η dapat diketahui dari nilai *gradient* pada *slope* $y = bx + a$ dimana $x = \sin\theta$,
 $y = B_r \cos\theta$ dan *intercept* $\Delta y = \frac{\lambda}{\epsilon}$.

$$B_r \cos\theta = 2\eta \sin\theta + \frac{\lambda}{\epsilon}$$

$$y = bx + a$$

$$y = 0.0065x + 0.0013 \begin{cases} \longrightarrow 2\eta = 6.5 \times 10^{-3} \text{ radian (Strain)} \\ \longrightarrow \Delta y = 1.3 \times 10^{-3} \end{cases}$$

$$\epsilon = \frac{\lambda}{\Delta y} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{1.3 \times 10^{-3}} = 118.51 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Metode lain untuk menghitung inhomogeneous strain dan ukuran kristalit adalah metode *Least-Squares*, metode *Least-Squares* ini memiliki ketelitian yang lebih tinggi dibanding dengan metode Hall. Metode *Least-Squares*:

θ (degree)	$y = B_r \cos \theta$	$x = \sin \theta$	Xy	x^2
16.78795	0.003119059	0.288830455	0.000900879	0.083423032
21.2517	0.003757031	0.362465691	0.001361795	0.131381377
30.06955	0.00453003	0.501050879	0.002269776	0.251051983
Σ	0.01140612	1.152347025	0.00453245	0.465856392

$$\Sigma y = \Sigma a + b \Sigma x \longrightarrow 11.4 \times 10^{-3} = 3a + 1.152b \quad \left. \vphantom{\Sigma y} \right\} \text{Substitusi}$$

$$\Sigma xy = a \Sigma x + b \Sigma x^2 \longrightarrow 4.53 \times 10^{-3} = 1.152a + 0.465b$$

$$a = 1.206 \times 10^{-3} \longrightarrow \frac{\lambda}{\epsilon}$$



$$b = 6.76 \times 10^{-3} \text{ radian} \longrightarrow 2\eta \text{ (Strain)}$$

$$\varepsilon = \frac{\lambda}{a} = \frac{0.15406 \times 10^{-9}}{1.206 \times 10^{-3}} = 117.7 \times 10^{-9} \text{ m (Ukuran Kristalit)}$$

Analisis kuantitatif ukuran kristalit dan inhomogeneous strain sampel MgB_2 dengan variasi *doping* CNT

Doping	Ukuran Kristalit (nm)		Inhomogeneous Strain (radian)	
	Hall	Least-Square	Hall	Least-Square
CNT 0%	140.5	141.5	0.0066	0.0062
CNT 5%	57.06	56.64	0.0081	0.0081
CNT 10%	118.51	117.7	0.0065	0.0067



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

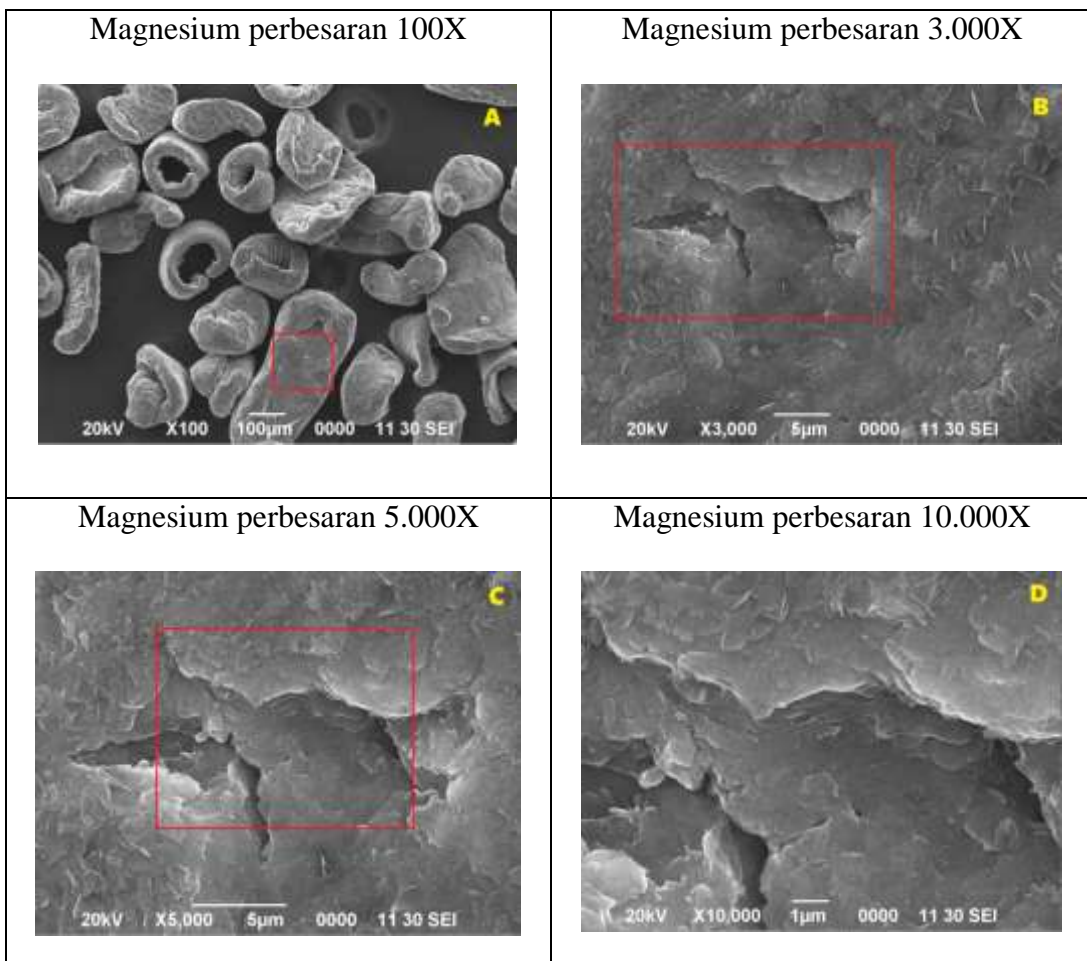
LAMPIRAN 5

Hasil uji *Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX)

Hasil Analisis Kualitatif Uji SEM-EDX pada Bahan Magnesium dan Boron

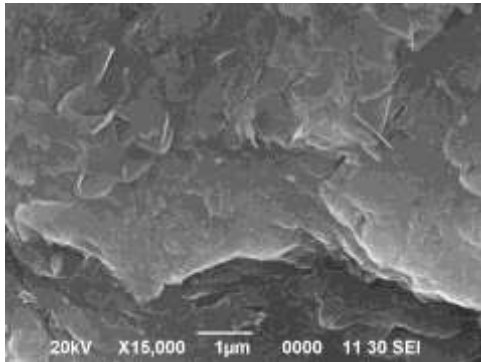
Analisis secara kualitatif pada uji SEM dilakukan beberapa kali perbesaran, perbesaran skala kecil untuk mengetahui morfologi dan distribusi penyebaran partikel (kehomogenan), perbesaran skala besar untuk mengetahui topografi dan porositas partikel, analisa distribusi penyebaran unsur pada setiap sampel dapat diketahui dengan *mapping*.

➤ Magnesium

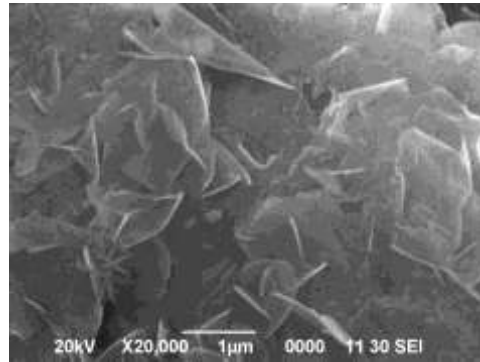




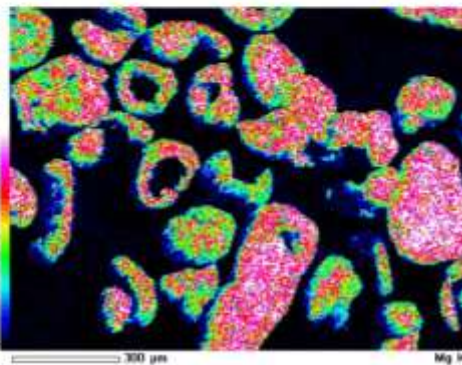
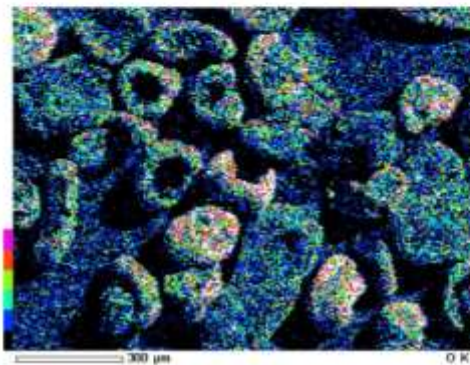
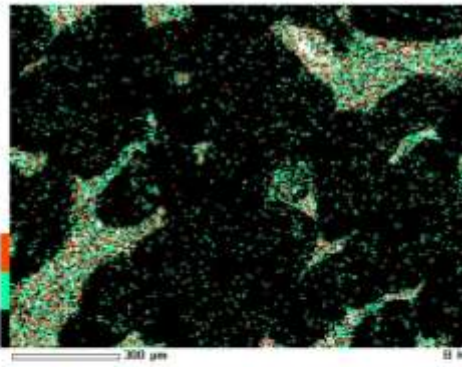
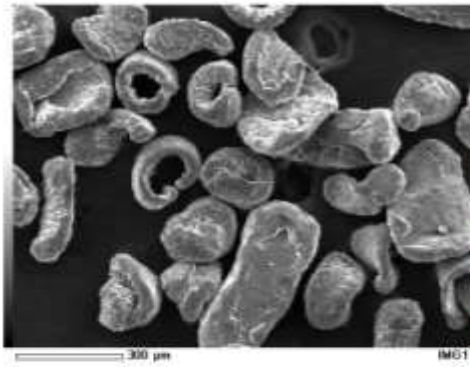
Magnesium perbesaran 15.000X



Magnesium perbesaran 20.000X

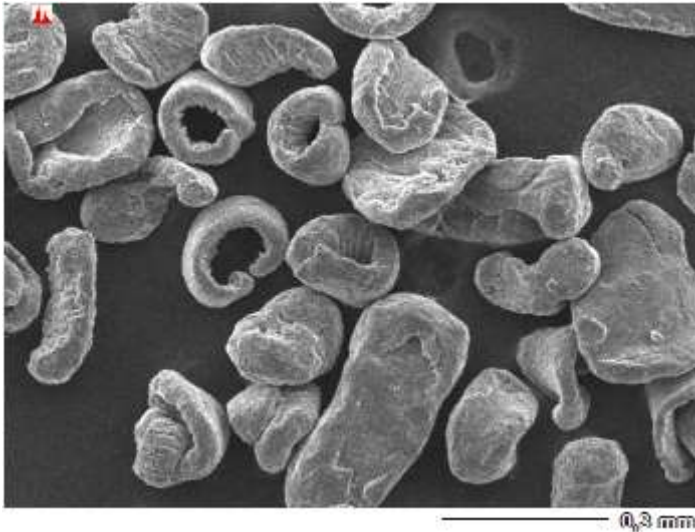


Hasil *Mapping* Bahan Magnesium pada Perbesaran 100X



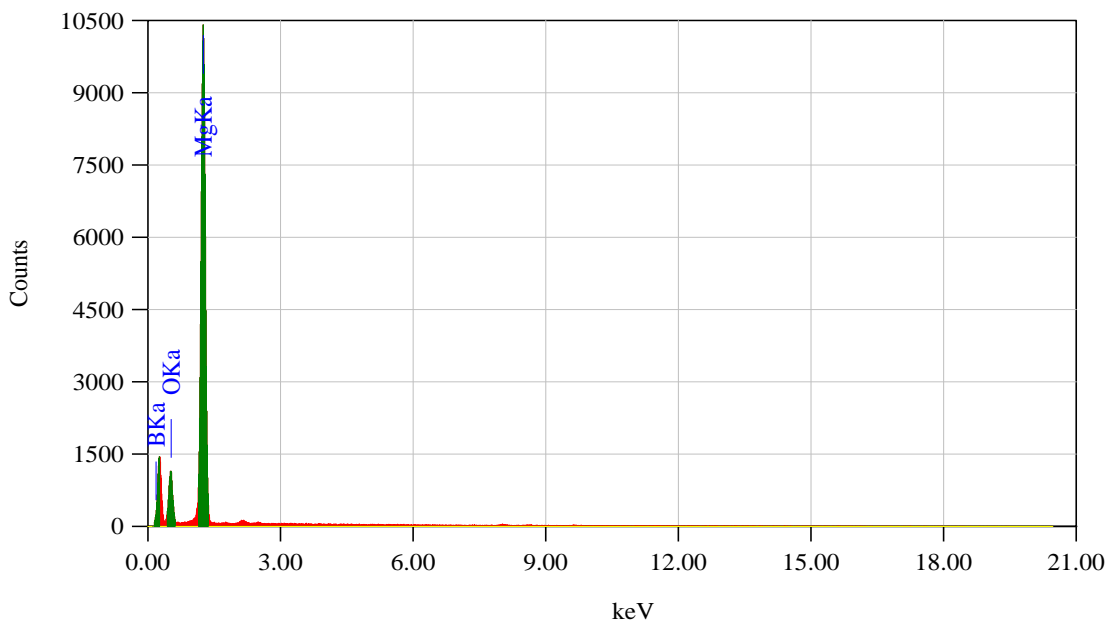


Hasil EDX Bahan Magnesium pada Perbesaran 100X



Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 100
 Date : 2018/04/26
 Pixel : 640 x 480
 Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 62.51 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 20 %
 Counting Rate: 4005 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4686

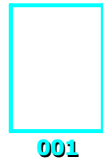
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*								
O K	0.525	13.77	1.13	12.15				27.4016
Mg K	1.253	86.23	0.65	87.85				72.5984
Total		100.00		100.00				



Hasil EDX Bahan Magnesium pada Perbesaran 150X

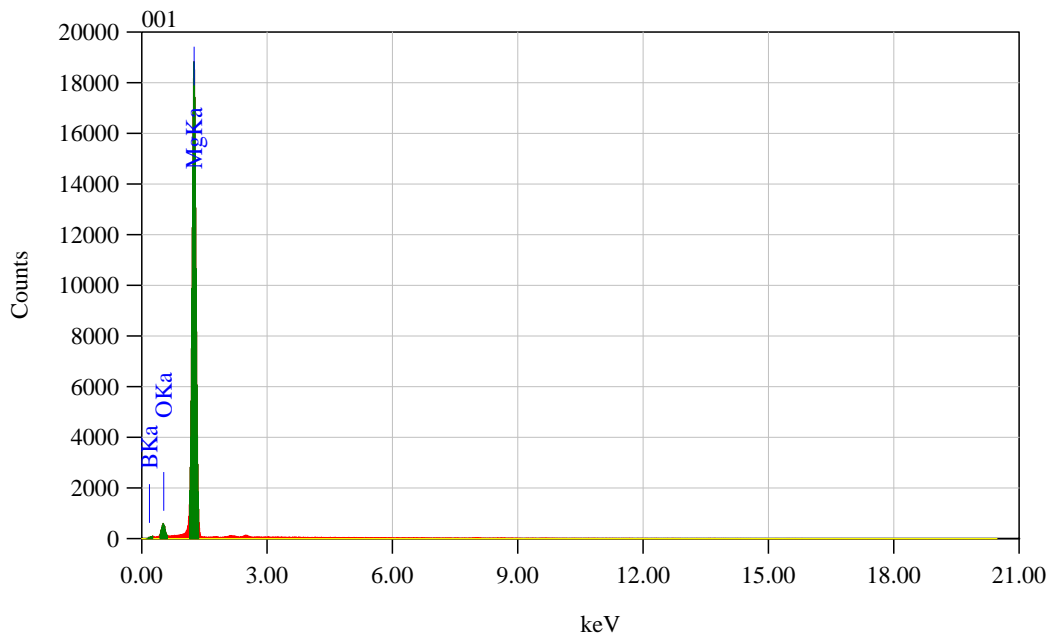


```
Title      : IMG2
-----
Instrument :
Volt       : 20,00 kV
Mag.       : x 150
Date       : 2018/04/26
Pixel      : 640 x 480
```



```
Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode    : T3
Real Time   : 48.73 sec
Live Time   : 30.00 sec
Dead Time   : 37 %
Counting Rate: 8797 cps
Energy Range : 0 - 20 keV
```

————— 0,2 mm

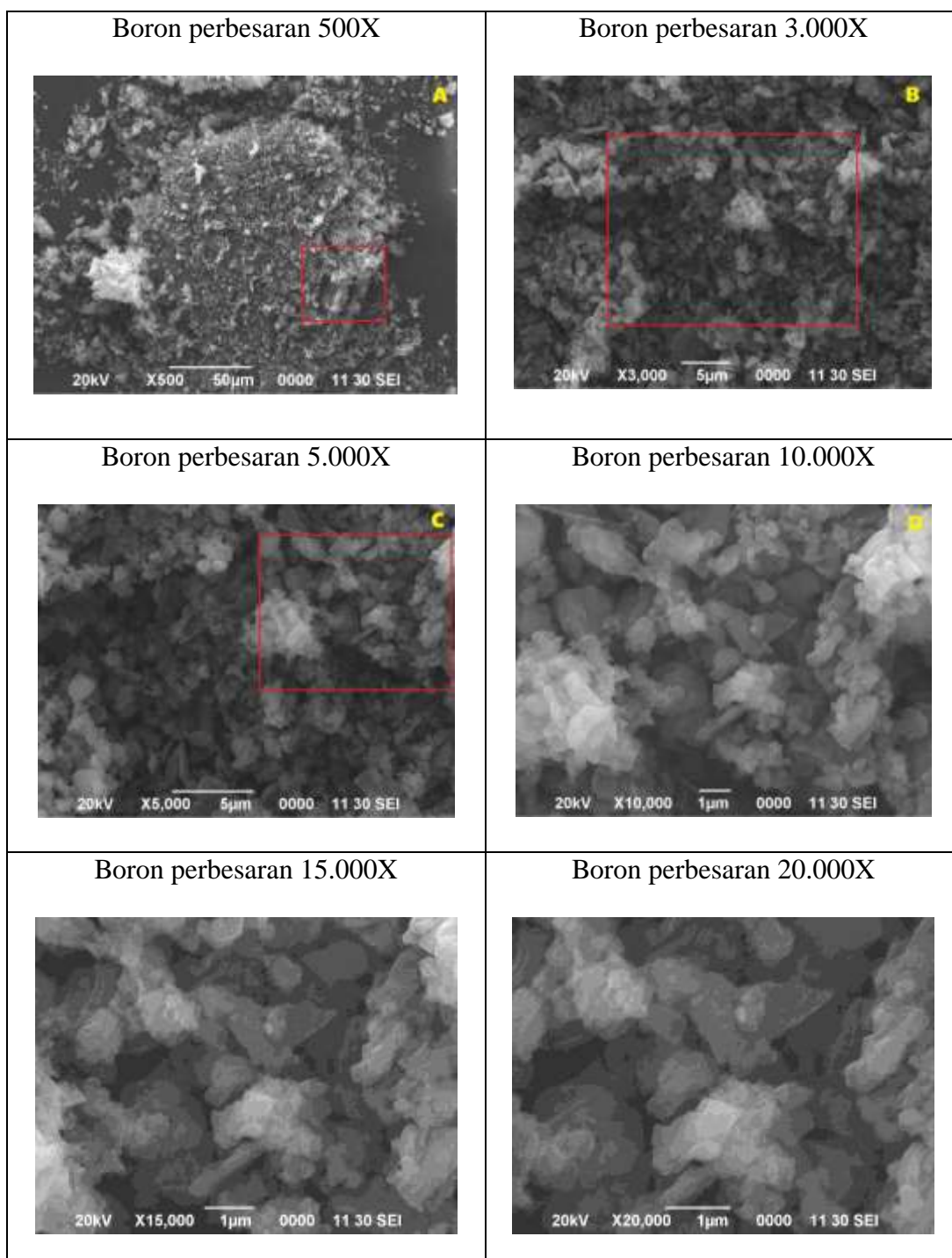


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.3827

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	16.23	5.65	29.24				0.5360
O K	0.525	8.78	1.47	10.69				8.6905
Mg K	1.253	74.99	0.57	60.07				90.7735
Total		100.00		100.00				

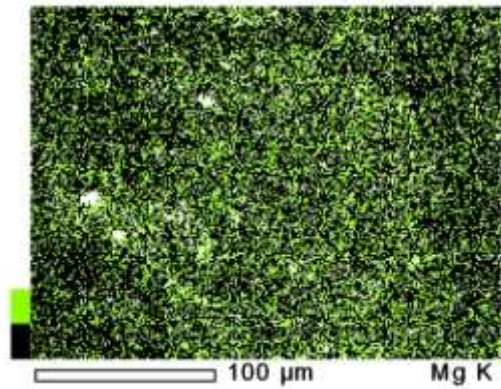
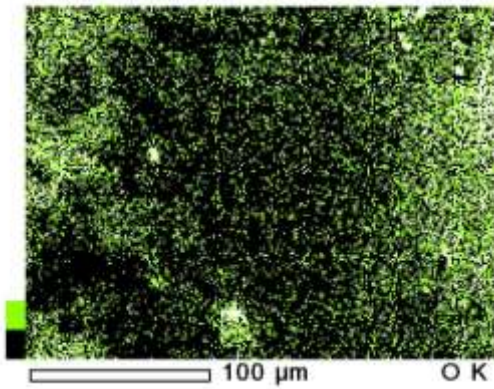
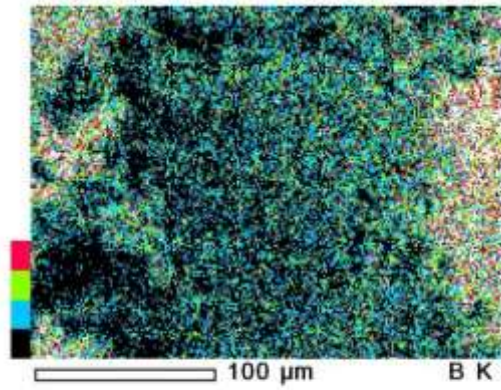
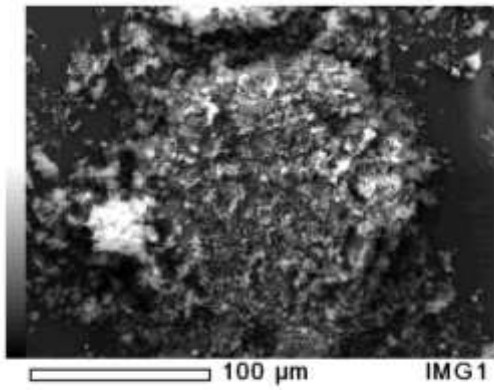


➤ **Boron**



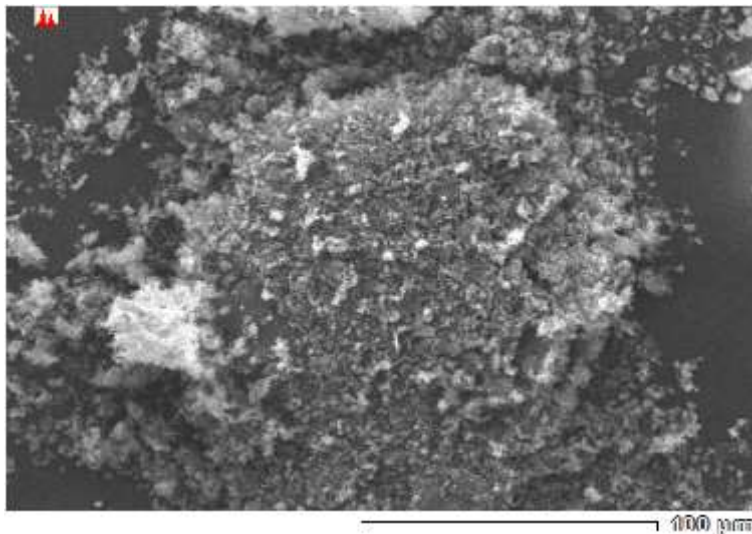


Hasil *Mapping* Bahan Boron pada Perbesaran 500X





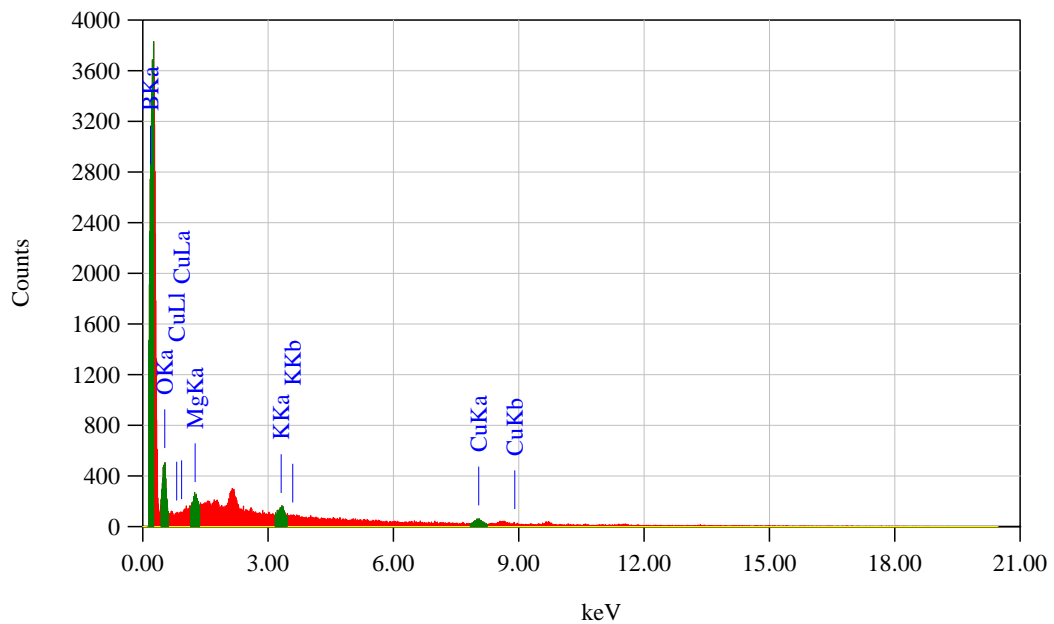
Hasil EDX Bahan Boron pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/04/26
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 57.07 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 12 %
 Counting Rate: 2659 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



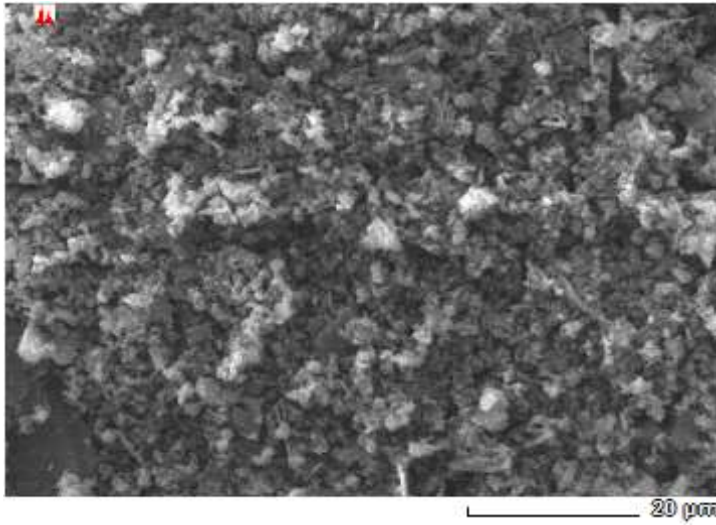
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.8601

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	86.23	0.17	90.27				80.6767
O K	0.525	13.40	1.34	9.73				12.8694
Total		100.00		100.00				



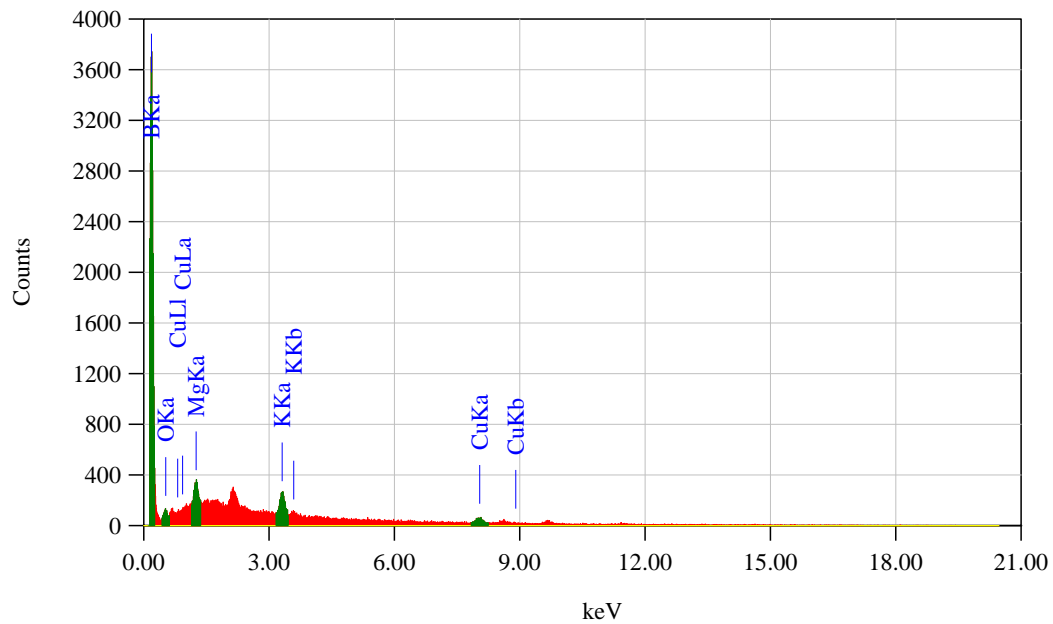
Hasil EDX Bahan Boron pada Perbesaran 1.500X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/04/26
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 55.84 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 10 %
Counting Rate: 2211 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3282

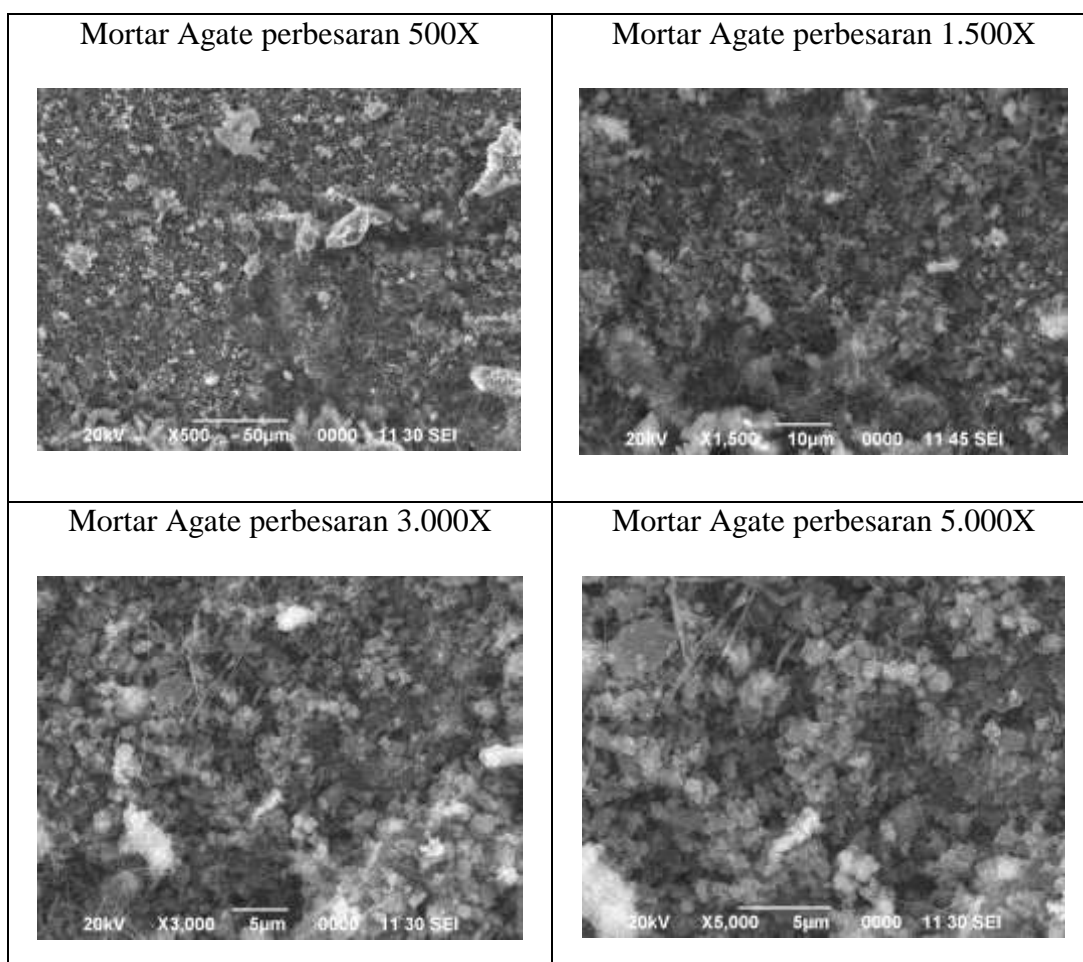
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B	0.183	97.03	0.01	98.65				97.3127
O	0.525	1.35	0.20	0.93				0.6510
Total		100.00		100.00				



Hasil Analisis Kualitatif Uji SEM-EDX pada MgB_2 Tahap I (3 Metode Milling Berbeda)

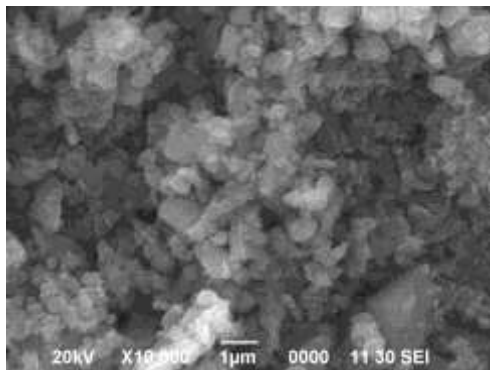
Analisis secara kualitatif pada uji SEM dilakukan beberapa kali perbesaran, perbesaran skala kecil untuk mengetahui morfologi dan distribusi penyebaran partikel (kehomogenan), perbesaran skala besar untuk mengetahui topografi dan porositas partikel, analisa distribusi penyebaran unsur pada setiap sampel dapat diketahui dengan *mapping*.

➤ Metode Mortar Agate

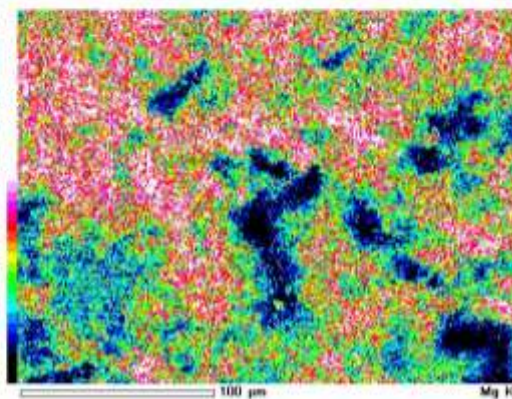
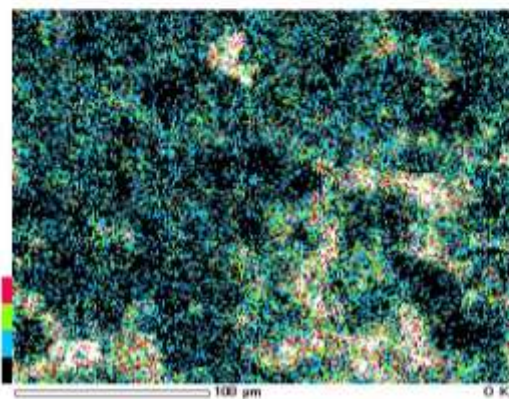
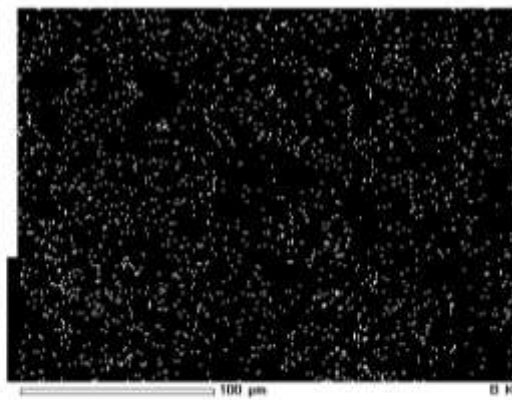
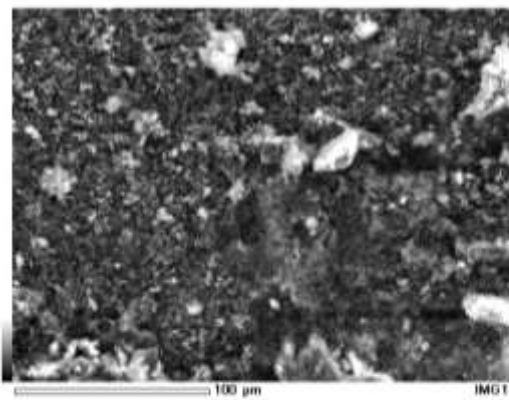




Mortar Agate perbesaran 10.000X

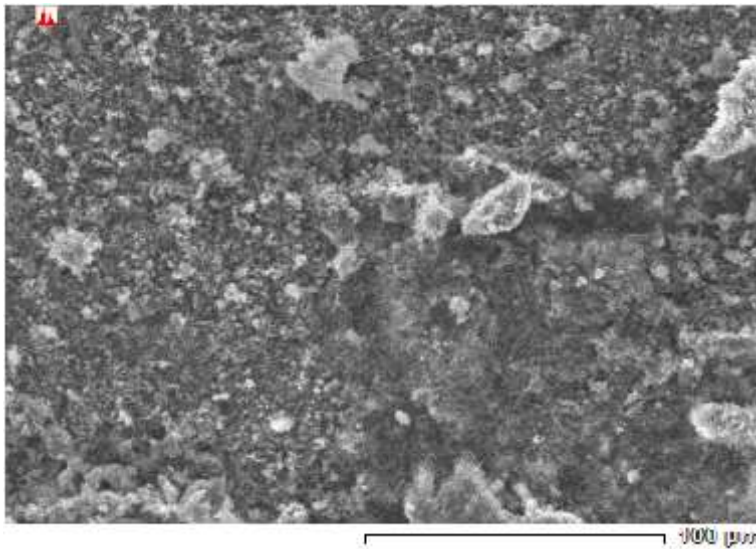


Hasil *Mapping* MgB_2 dengan Metode Mortar Agate pada Perbesaran 500X





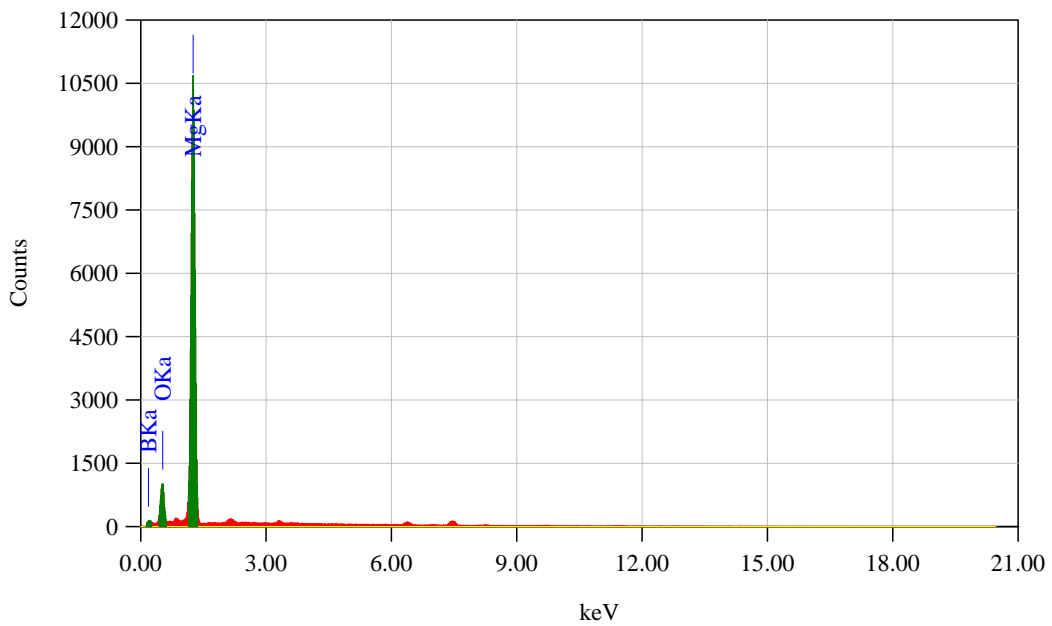
Hasil EDX MgB₂ dengan Metode Mortar Agate pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/03/22
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 62.74 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 20 %
 Counting Rate: 4023 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

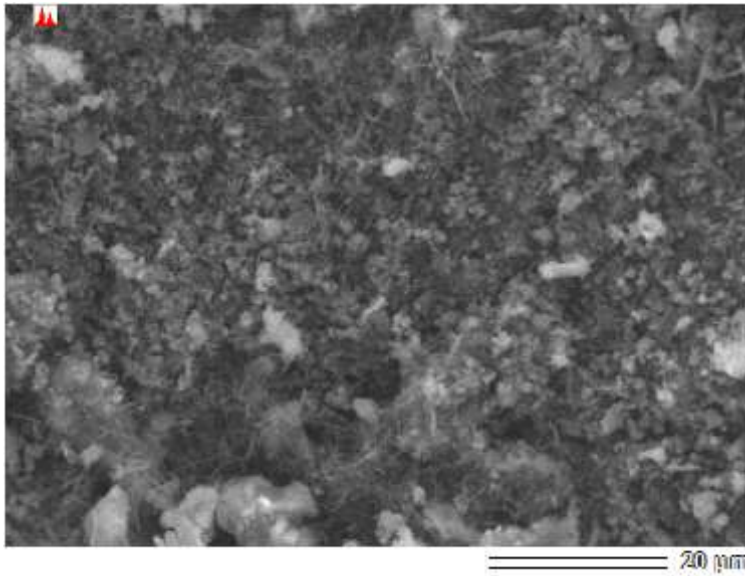


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.4159

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	49.42	0.92	65.33				7.4881
O K	0.525	16.17	0.76	14.45				23.2527
Mg K	1.253	34.41	0.26	20.22				69.2592
Total		100.00		100.00				



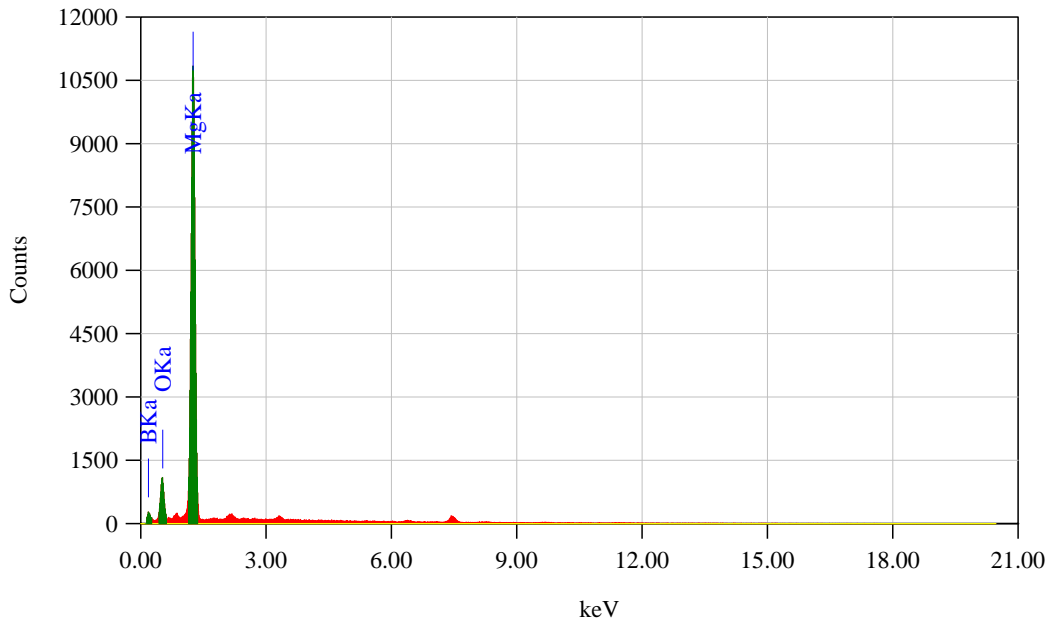
Hasil EDX MgB₂ dengan Metode Mortar Agate pada Perbesaran 1.500X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/03/22
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 63.50 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 21 %
Counting Rate: 4238 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

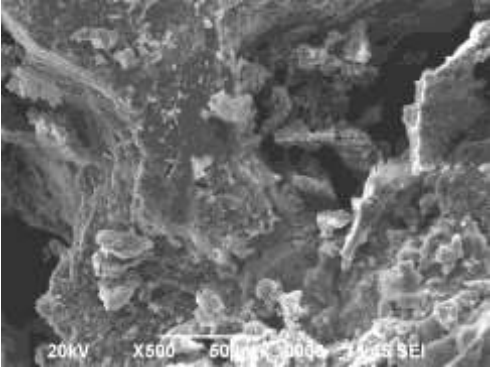
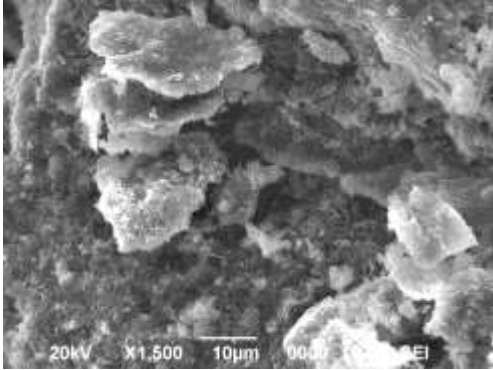
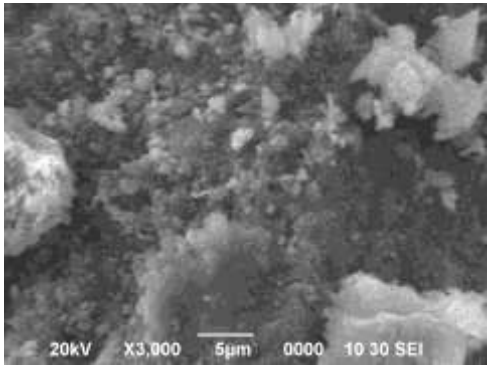
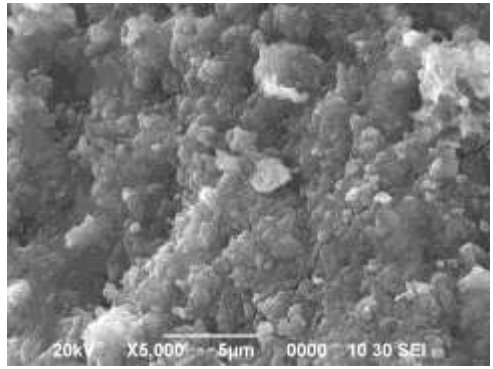
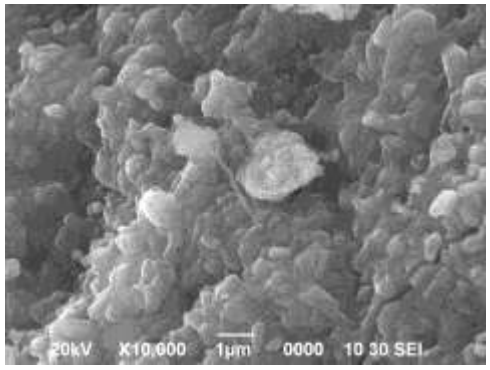


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.4062

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	61.17	0.47	75.03				15.8919
O K	0.525	13.39	0.60	11.10				21.2297
Mg K	1.253	25.44	0.18	13.87				62.8784
Total		100.00		100.00				

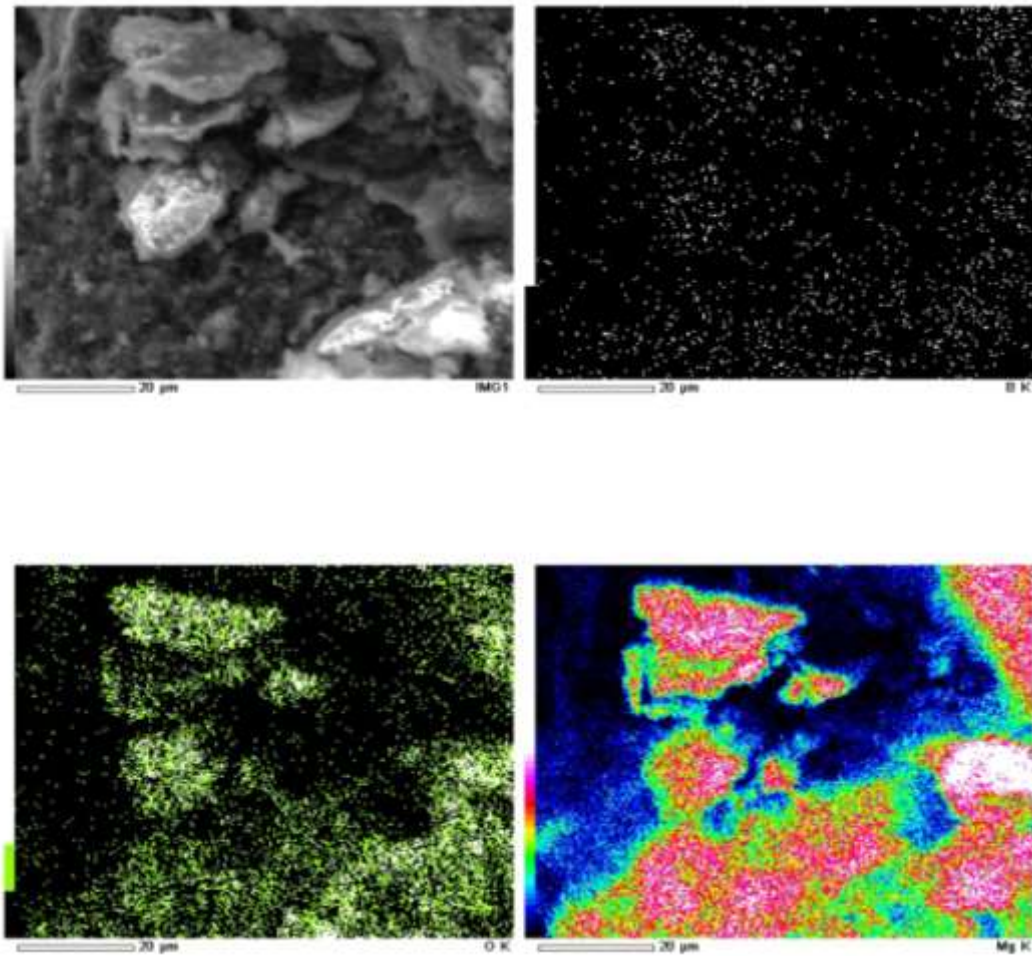


➤ **Metode HEBM Udara Bebas**

<p>HEBM Udara Bebas perbesaran 500X</p> 	<p>HEBM Udara Bebas perbesaran 1.500X</p> 
<p>HEBM Udara Bebas perbesaran 3.000X</p> 	<p>HEBM Udara Bebas perbesaran 5.000X</p> 
<p>HEBM Udara Bebas perbesaran 10.000X</p> 	

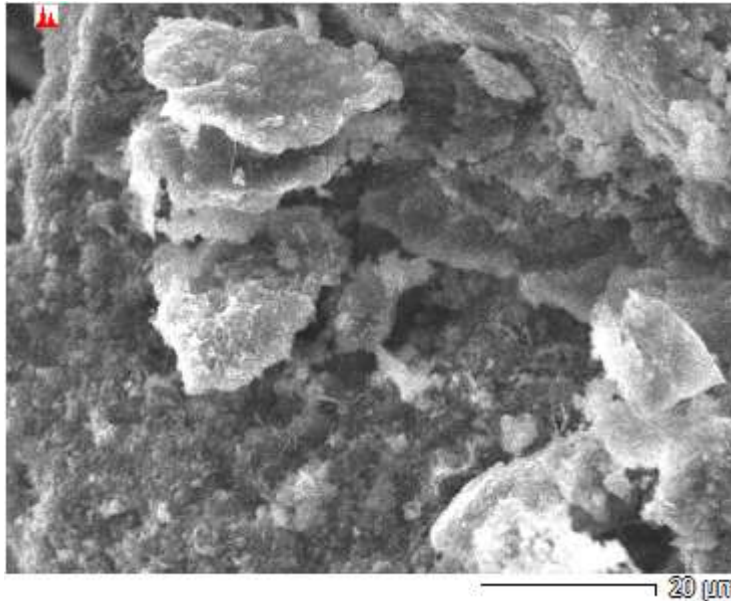


Hasil *Mapping* MgB_2 dengan Metode HEBM Udara Bebas pada
Perbesaran 1.500X





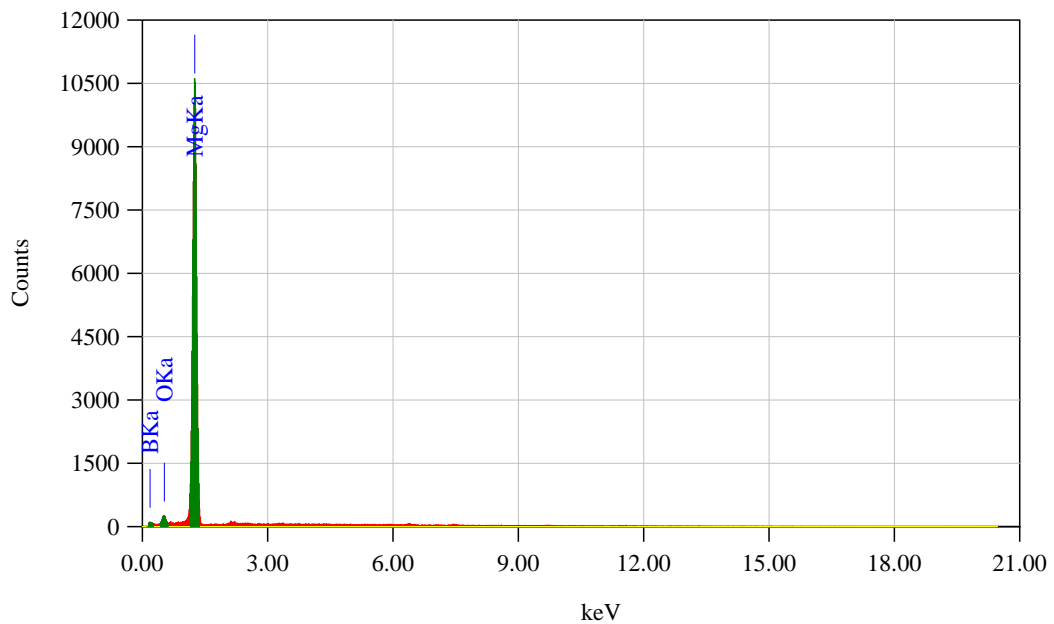
Hasil EDX MgB₂ dengan Metode HEBM Udara Bebas pada Perbesaran 1.500X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 1,500
 Date : 2018/03/22
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 63.22 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 20 %
 Counting Rate: 3707 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



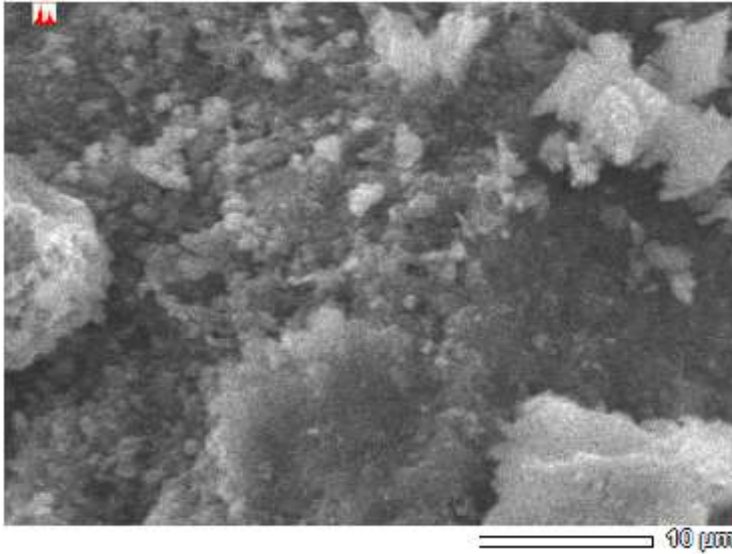
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3835

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	56.66	1.27	73.53				7.3576
O K	0.525	4.87	0.99	4.27				6.3320
Mg K	1.253	38.47	0.27	22.20				86.3103
Total		100.00		100.00				



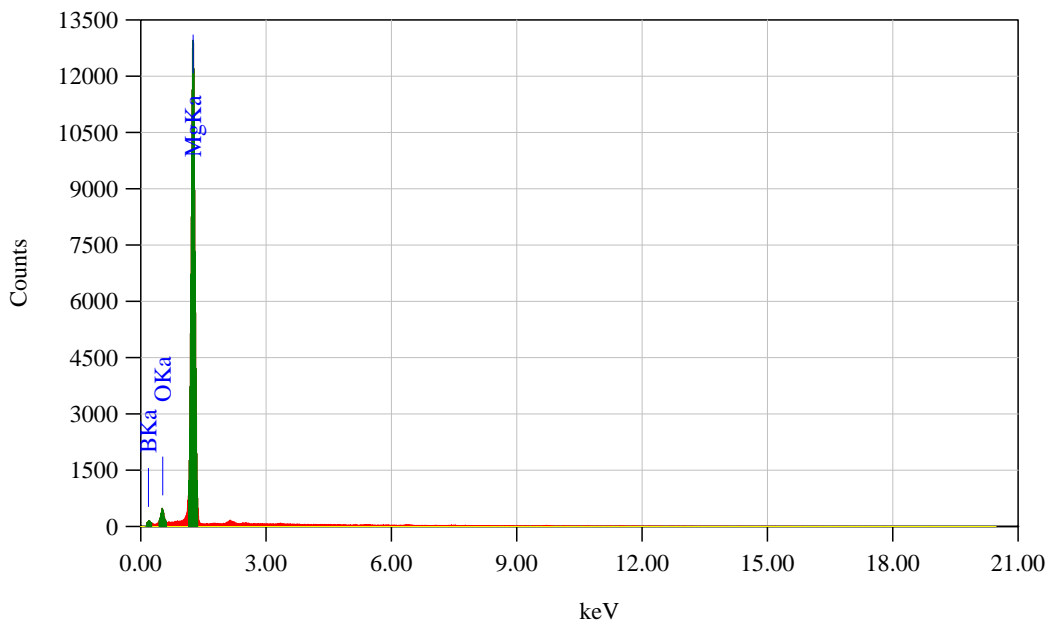
Hasil EDX MgB₂ dengan Metode HEBM Udara Bebas pada Perbesaran 3.000X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 3,000
Date : 2018/03/22
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 63.19 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 20 %
Counting Rate: 4152 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



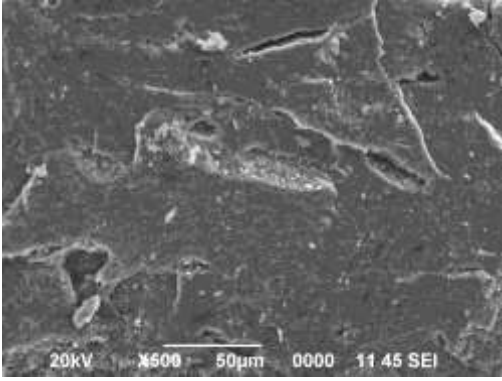
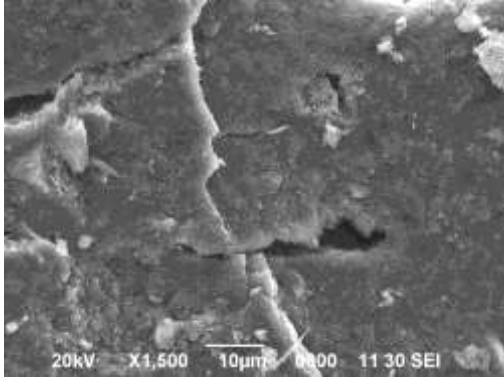
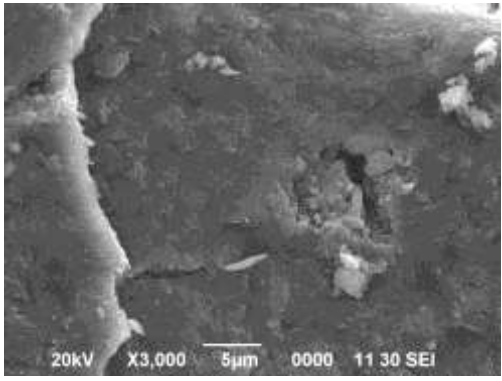
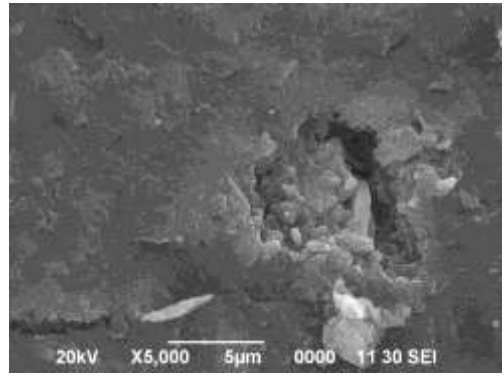
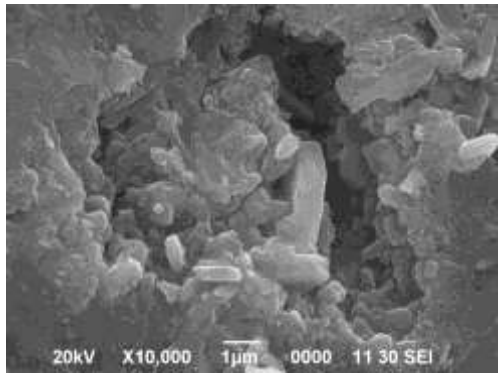
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3699

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	58.24	1.03	74.35				8.9353
O K	0.525	6.58	0.89	5.68				9.0815
Mg K	1.253	35.18	0.25	19.97				81.9832
Total		100.00		100.00				

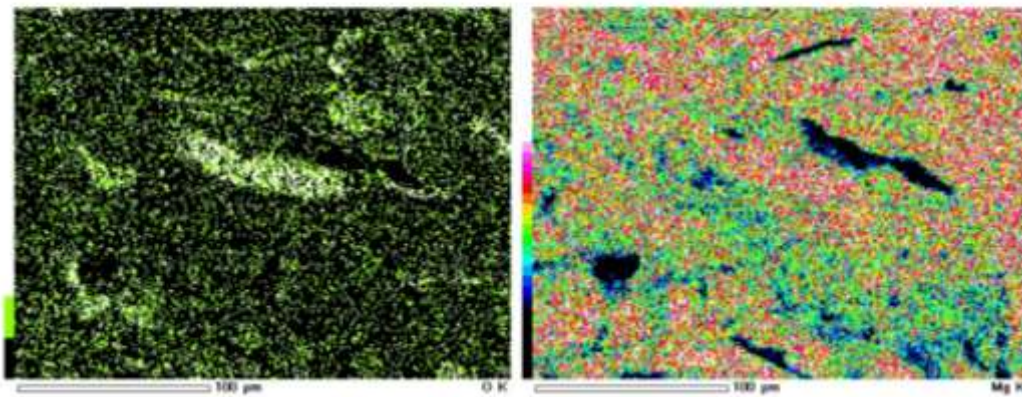
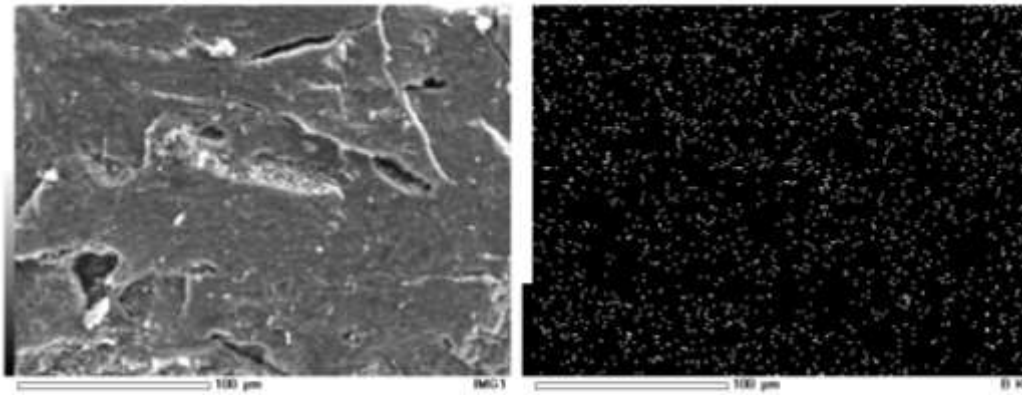


➤ **Metode HEBM Argon**

<p>HEBM Argon perbesaran 500X</p>  <p>20kV X500 50µm 0000 11 45 SEI</p>	<p>HEBM Argon perbesaran 1.500X</p>  <p>20kV X1,500 10µm 0000 11 30 SEI</p>
<p>HEBM Argon perbesaran 3.000X</p>  <p>20kV X3,000 5µm 0000 11 30 SEI</p>	<p>HEBM Argon perbesaran 5.000X</p>  <p>20kV X5,000 5µm 0000 11 30 SEI</p>
<p>HEBM Argon perbesaran 10.000X</p>  <p>20kV X10,000 1µm 0000 11 30 SEI</p>	

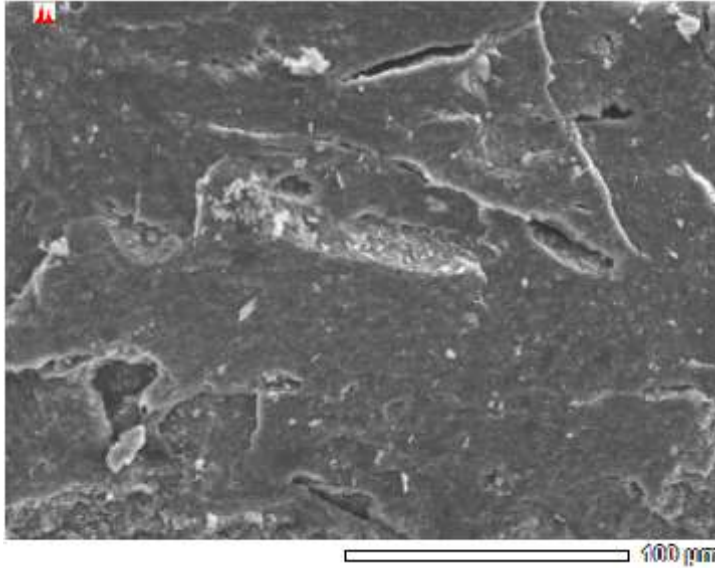


Hasil *Mapping* MgB_2 dengan Metode HEBM Argon pada Perbesaran 500X





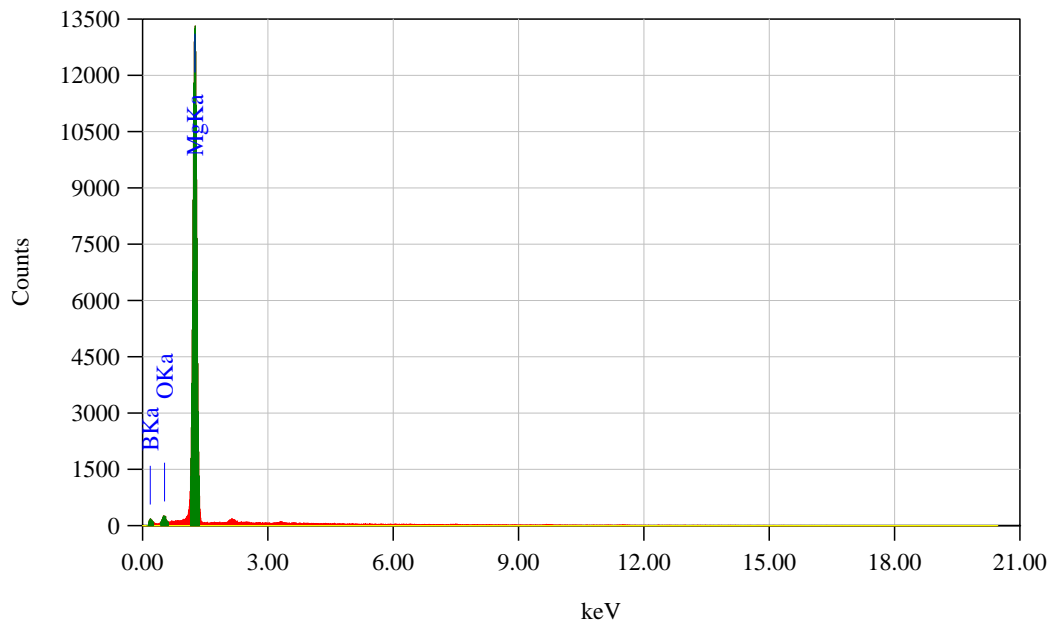
Hasil EDX MgB₂ dengan Metode HEBM Argon pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/03/22
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 63.76 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 21 %
 Counting Rate: 4212 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



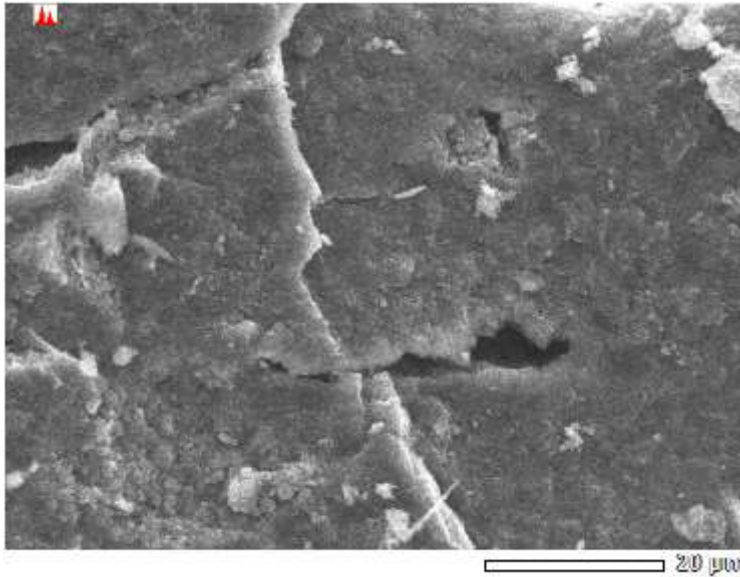
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3793

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	65.31	1.00	80.21				10.6801
O K	0.525	2.95	0.86	2.45				4.3714
Mg K	1.253	31.74	0.23	17.34				84.9485
Total		100.00		100.00				



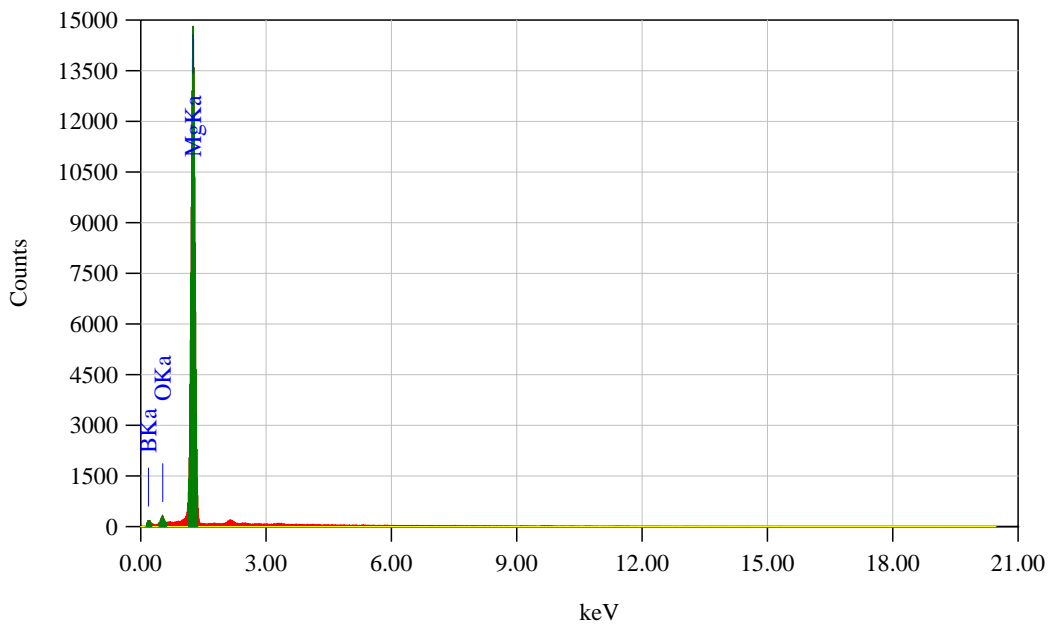
Hasil EDX MgB₂ dengan Metode HEBM Argon pada Perbesaran 1.500X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/03/22
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 64.81 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 22 %
Counting Rate: 4563 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.3717

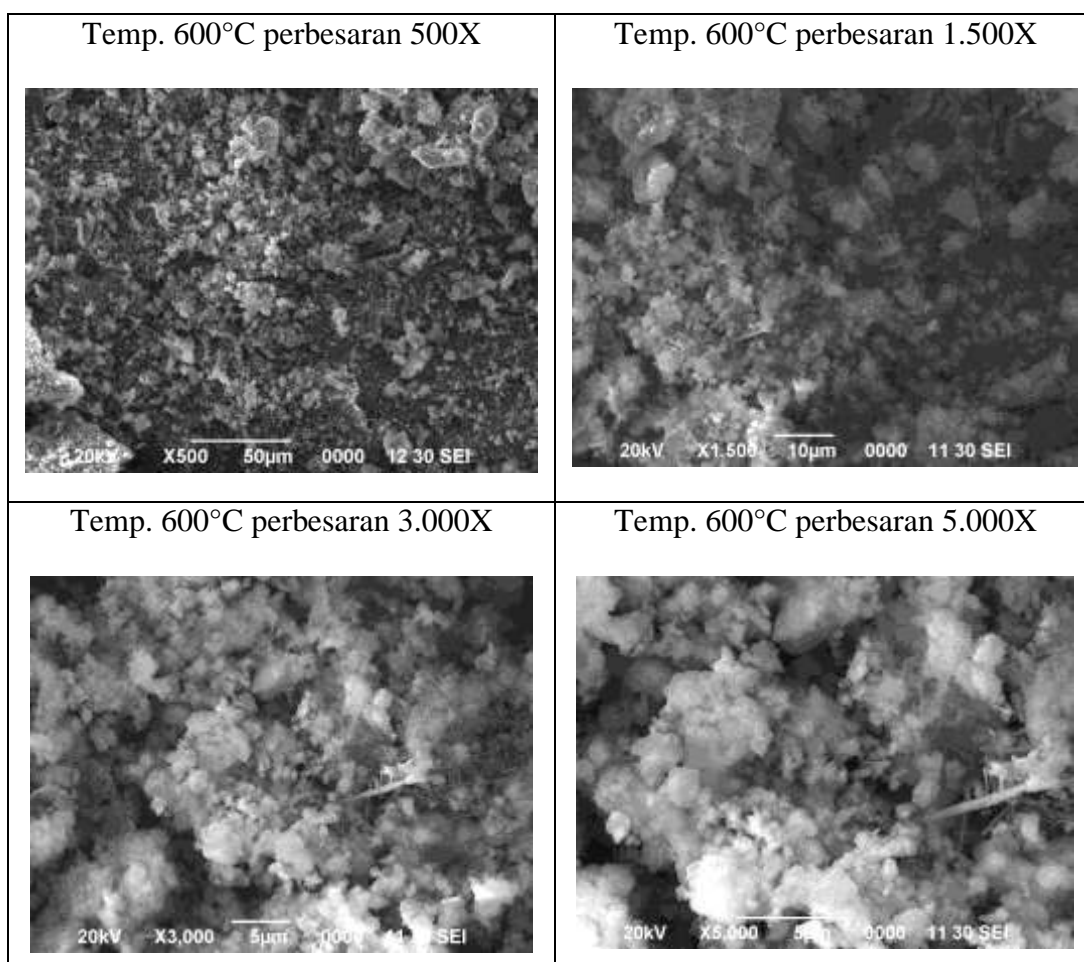
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	62.67	1.05	78.21				9.7520
O K	0.525	3.74	0.89	3.16				5.3229
Mg K	1.253	33.58	0.24	18.63				84.9250
Total		100.00		100.00				



Hasil Analisis Kualitatif Uji SEM-EDX pada MgB_2 Tahap II (Variasi Temperatur *Sintering*)

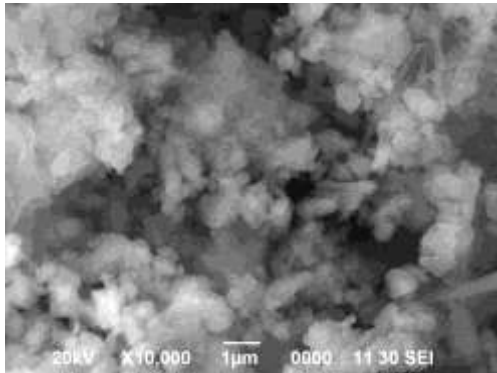
Analisis secara kualitatif pada uji SEM dilakukan beberapa kali perbesaran, perbesaran skala kecil untuk mengetahui morfologi dan distribusi penyebaran partikel (kehomogenan), perbesaran skala besar untuk mengetahui topografi dan porositas partikel, analisa distribusi penyebaran unsur pada setiap sampel dapat diketahui dengan *mapping*.

➤ Temperatur *Sintering* 600°C

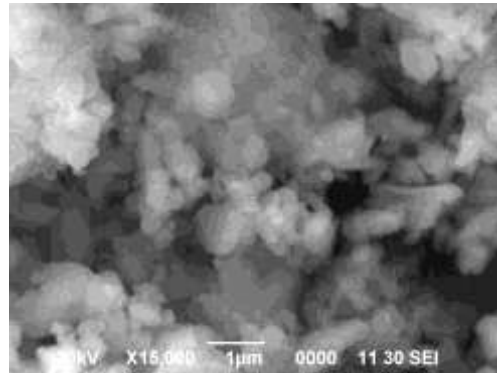




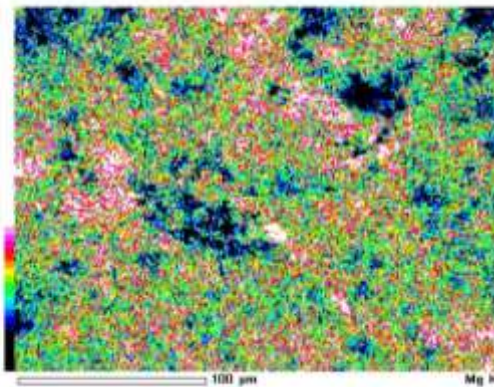
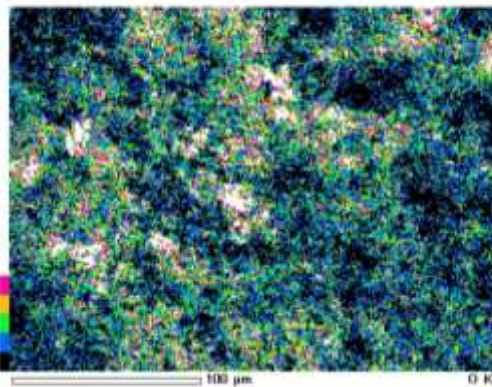
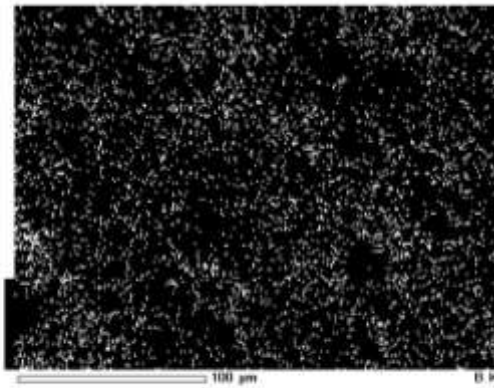
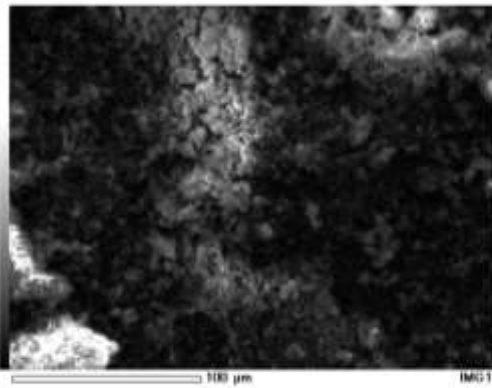
Temp. 600°C perbesaran 10.000X



Temp. 600°C perbesaran 15.000X

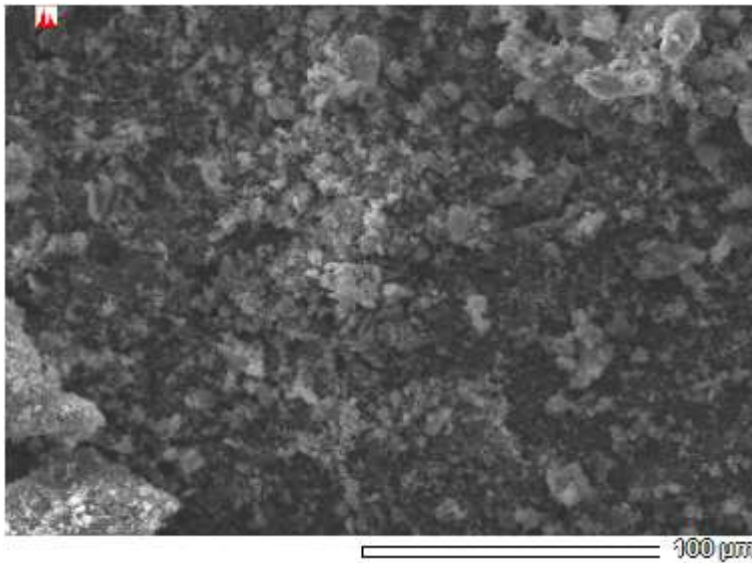


Hasil *Mapping* MgB₂ dengan Temperatur *Sintering* 600°C pada Perbesaran 500X





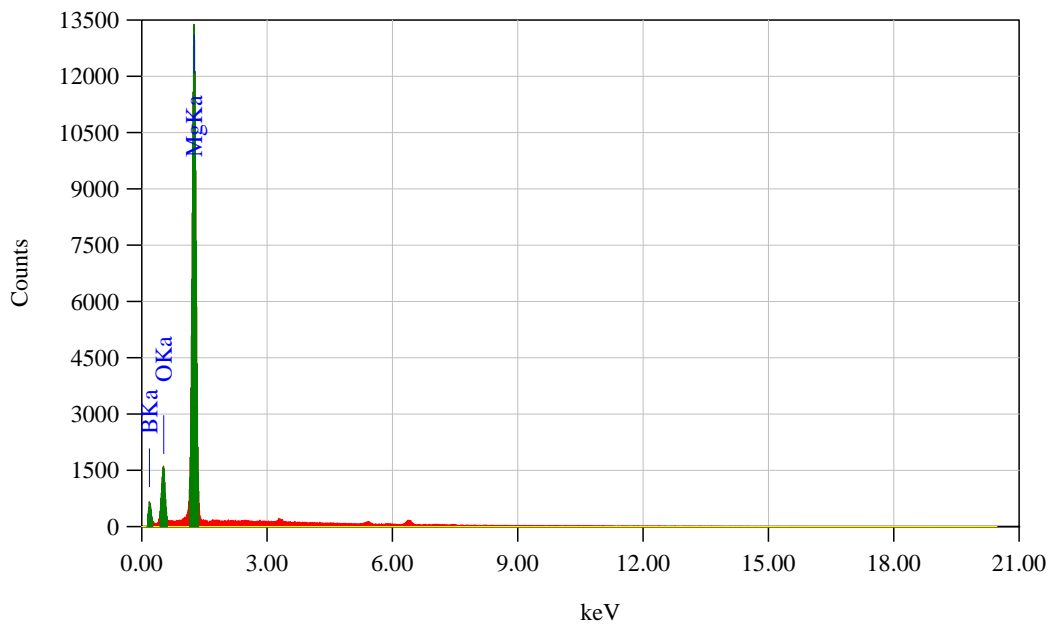
Hasil EDX MgB₂ dengan Temperatur *Sintering* 600°C pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/04/05
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 65.96 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 24 %
 Counting Rate: 5296 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

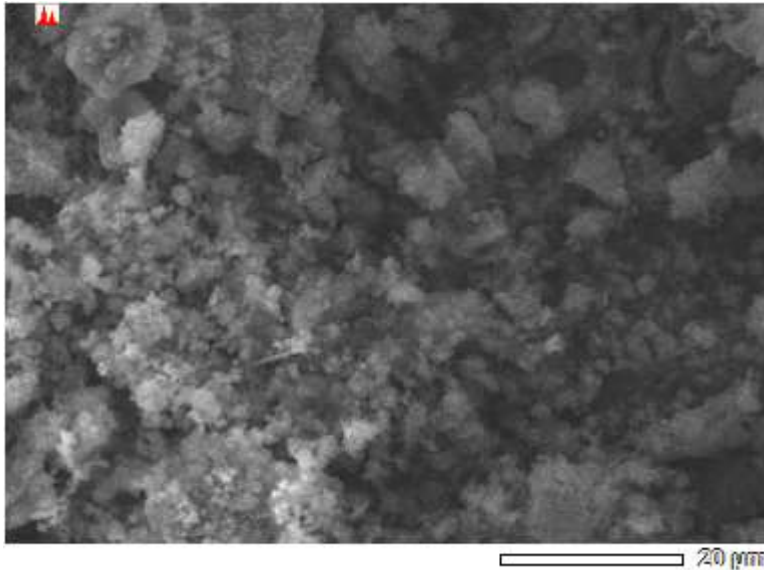


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.3849

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	69.98	0.23	81.24				28.8919
O K	0.525	12.16	0.44	9.54				20.8779
Mg K	1.253	17.85	0.13	9.22				50.2302
Total		100.00		100.00				



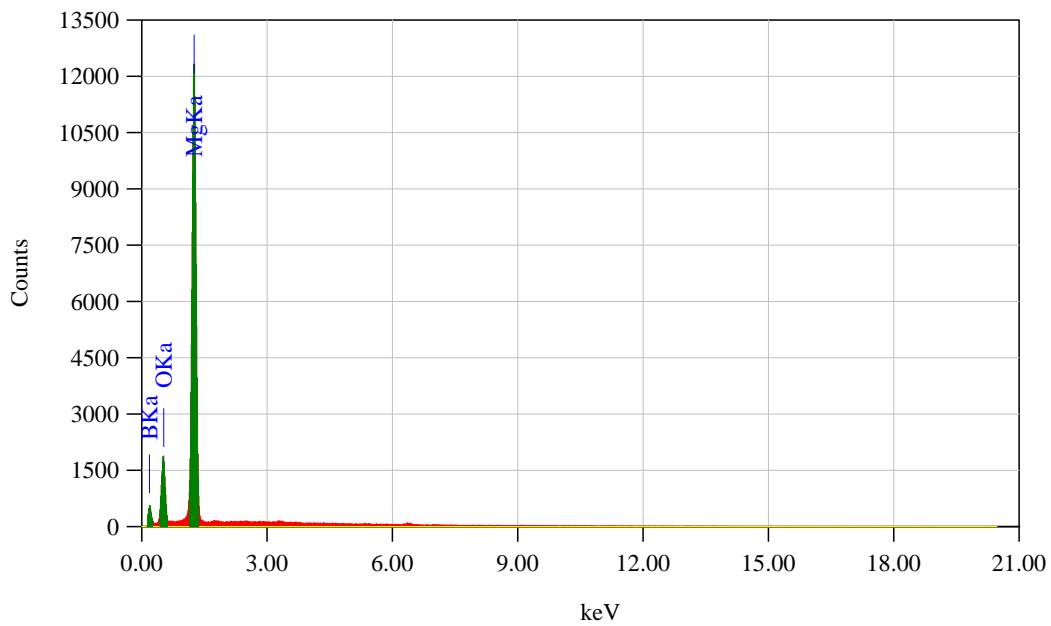
Hasil EDX MgB₂ dengan Temperatur Sintering 600°C pada Perbesaran 1.500X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/04/05
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 64.59 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 22 %
Counting Rate: 4891 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

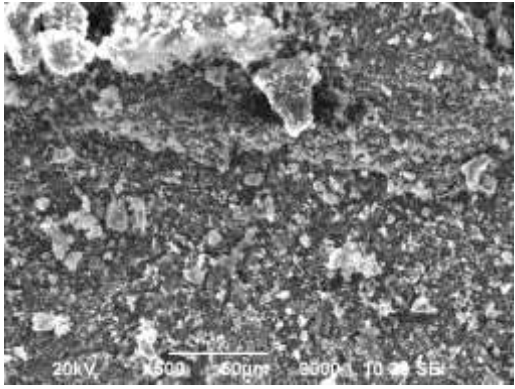
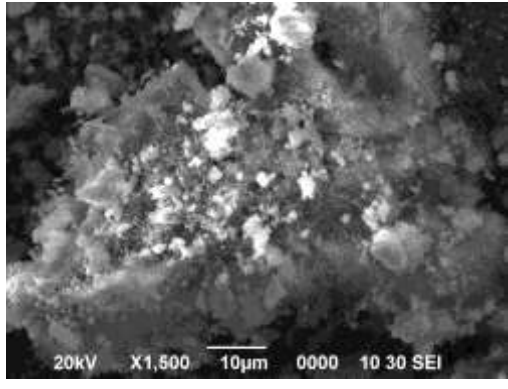
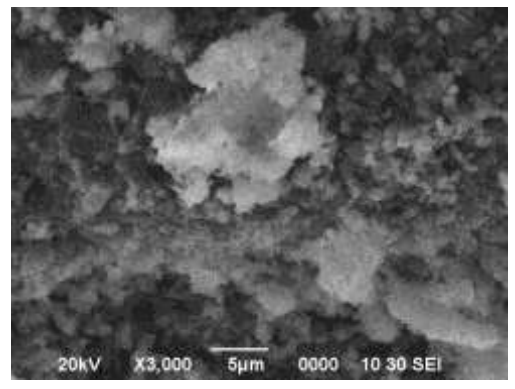
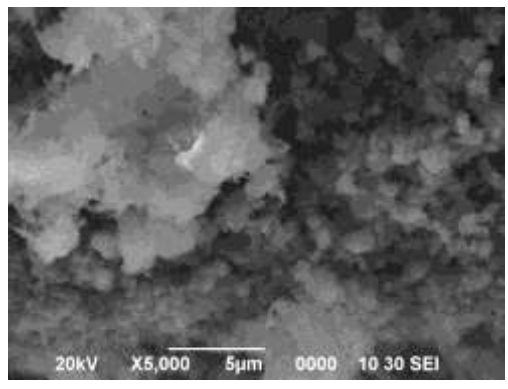
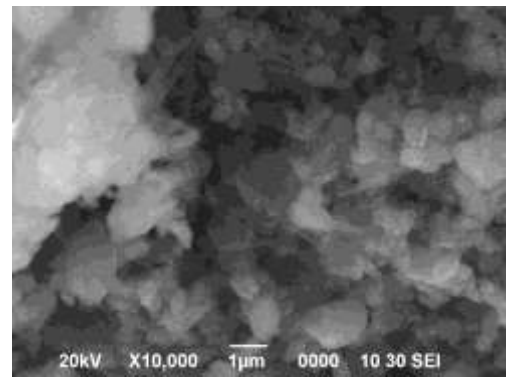
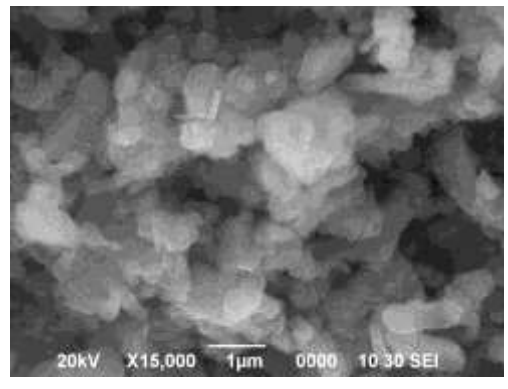


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.3676

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	66.32	0.24	78.27				25.3267
O K	0.525	14.88	0.43	11.86				25.0885
Mg K	1.253	18.80	0.13	9.87				49.5848
Total		100.00		100.00				

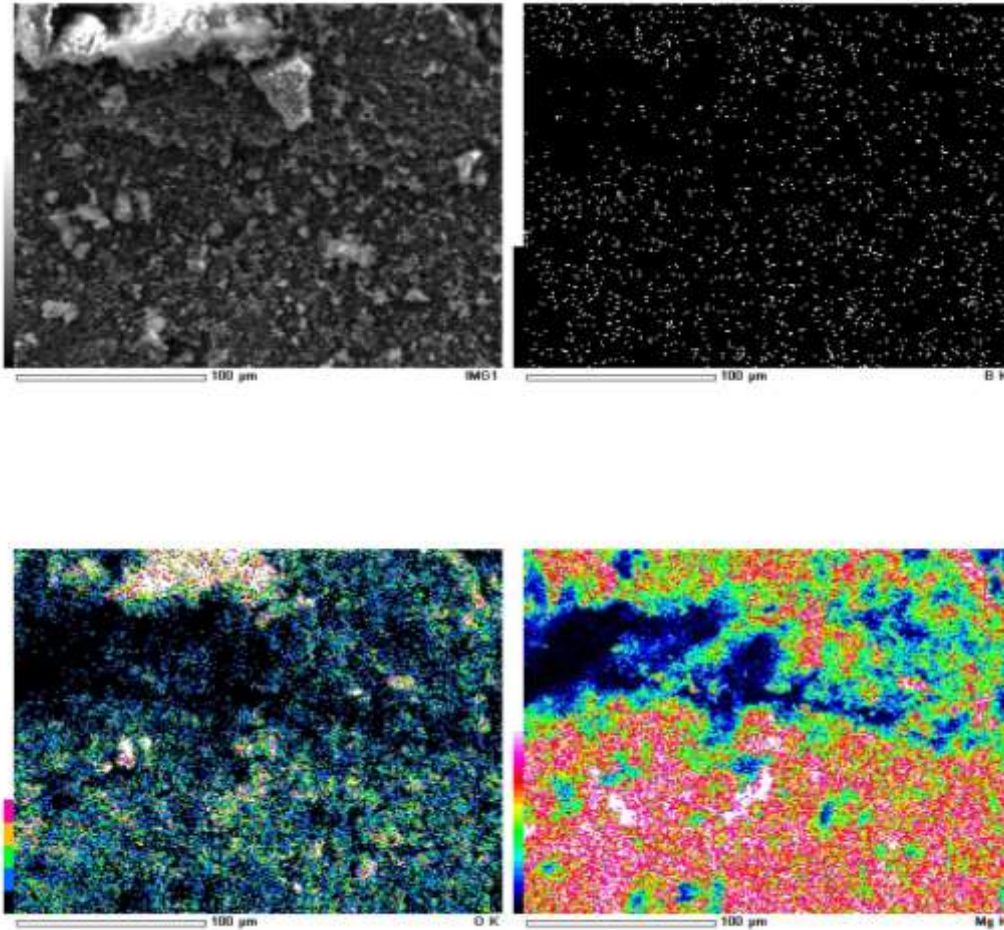


➤ **Temperatur Sintering 700°C**

<p>Temp. 700°C perbesaran 500X</p> 	<p>Temp. 700°C perbesaran 1.500X</p> 
<p>Temp. 700°C perbesaran 3.000X</p> 	<p>Temp. 700°C perbesaran 5.000X</p> 
<p>Temp. 700°C perbesaran 10.000X</p> 	<p>Temp. 700°C perbesaran 15.000X</p> 

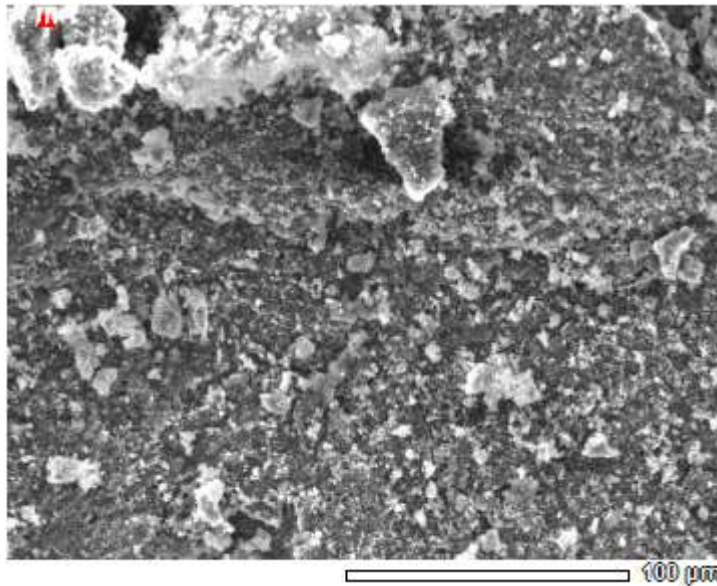


Hasil *Mapping* MgB_2 dengan Temperatur *Sintering* $700^\circ C$ pada
Perbesaran 500X



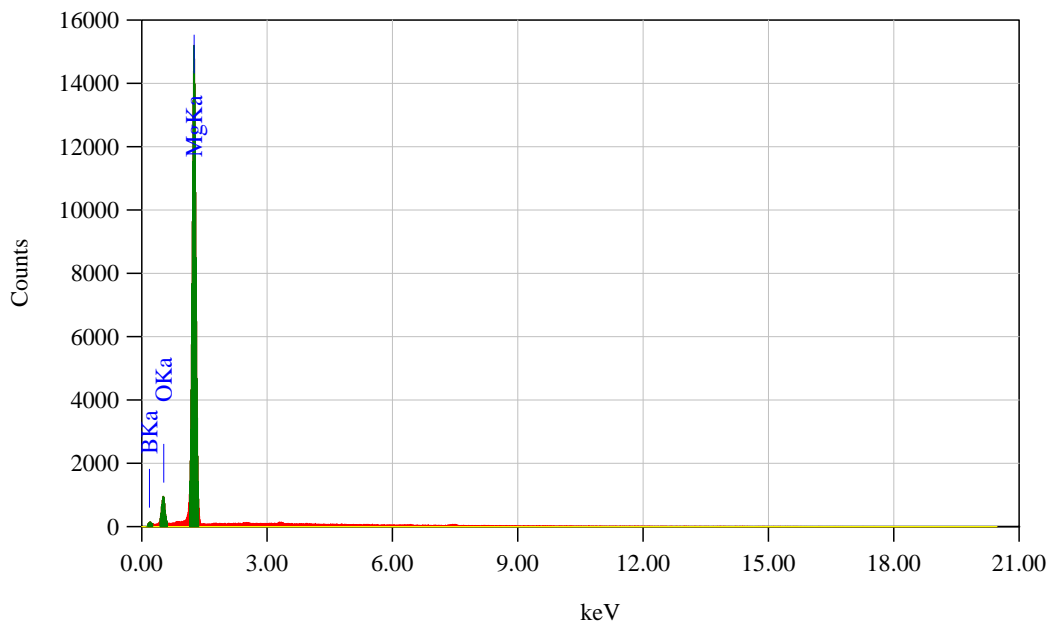


Hasil EDX MgB₂ dengan Temperatur Sintering 700°C pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/04/05
 Pixel : 640 x 480
 Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 65.50 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 23 %
 Counting Rate: 5184 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



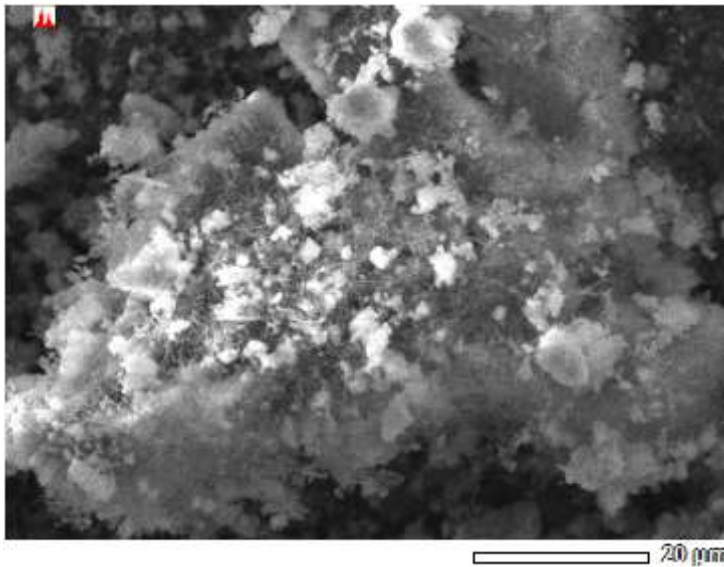
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3716

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	49.93	1.10	66.57				6.6663
O K	0.525	12.17	0.85	10.97				16.5014
Mg K	1.253	37.90	0.27	22.47				76.8323
Total		100.00		100.00				



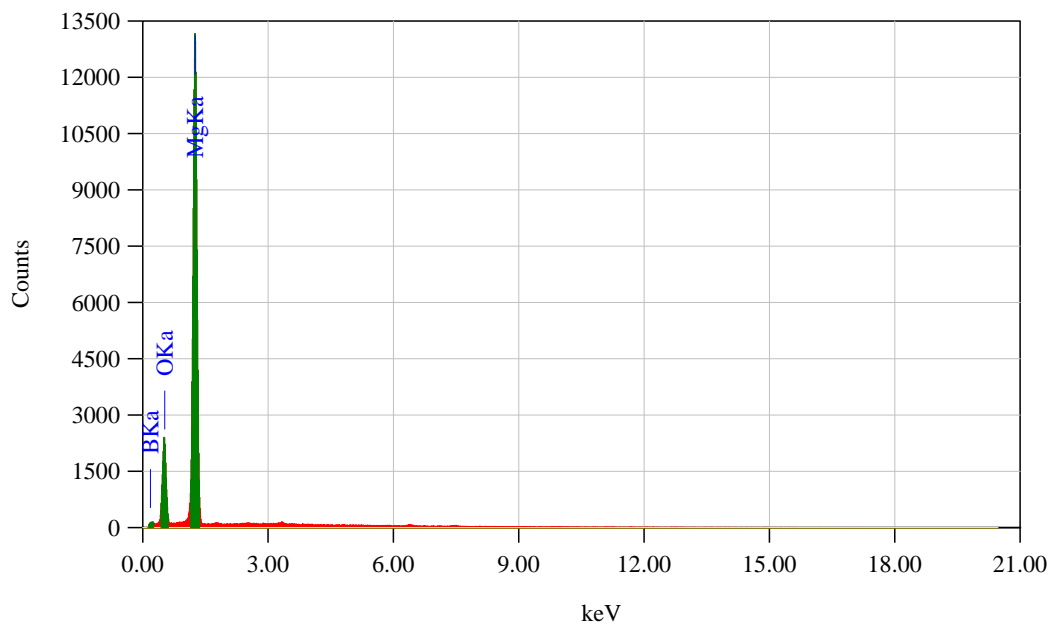
**Hasil EDX MgB₂ dengan Temperatur Sintering 700°C pada Perbesaran
1.500X**



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/04/05
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (IA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 65.34 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 23 %
Counting Rate: 5043 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

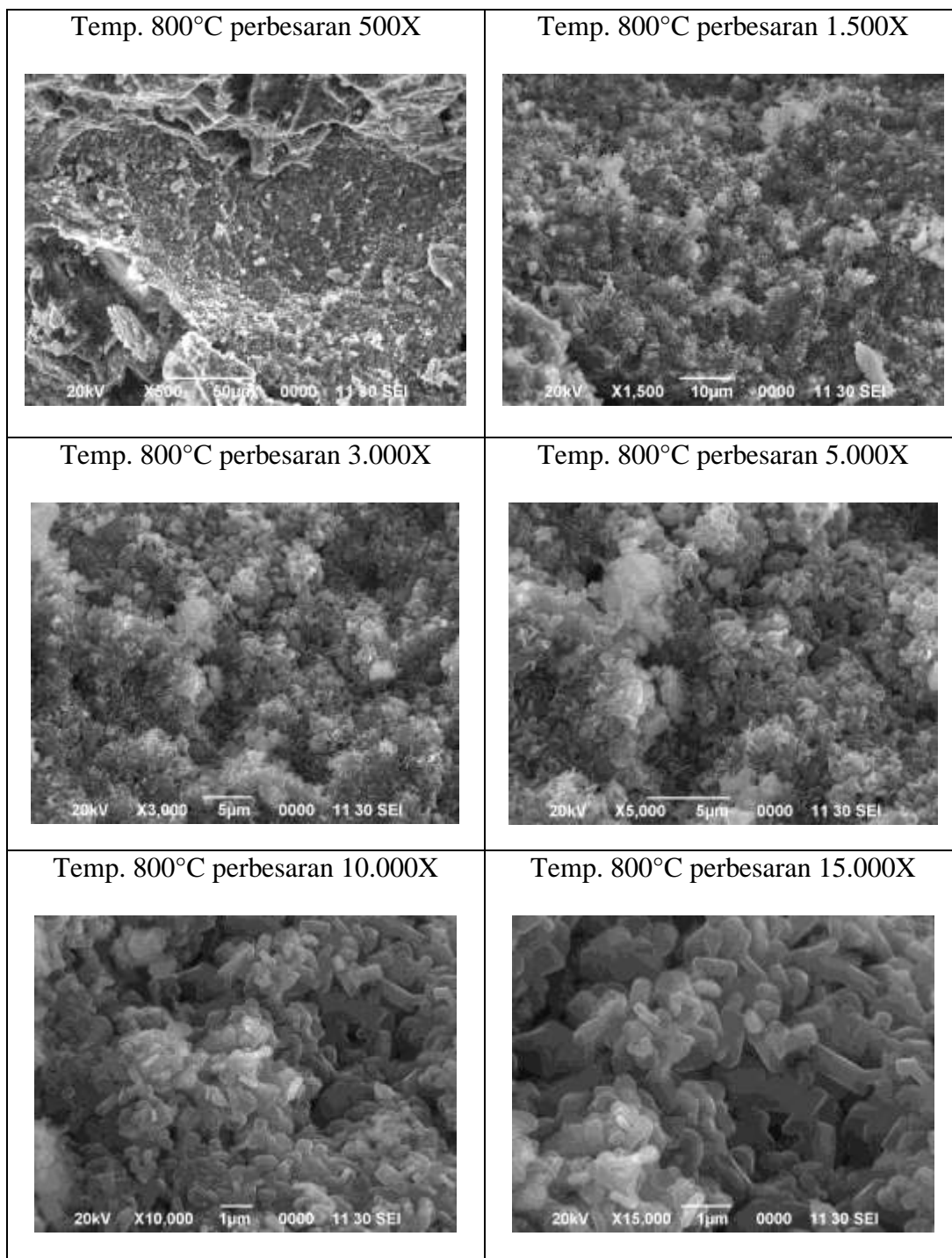


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.3862

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	39.70	0.98	55.00				4.7597
O K	0.525	24.53	0.62	22.96				36.1080
Mg K	1.253	35.77	0.26	22.04				59.1324
Total		100.00		100.00				

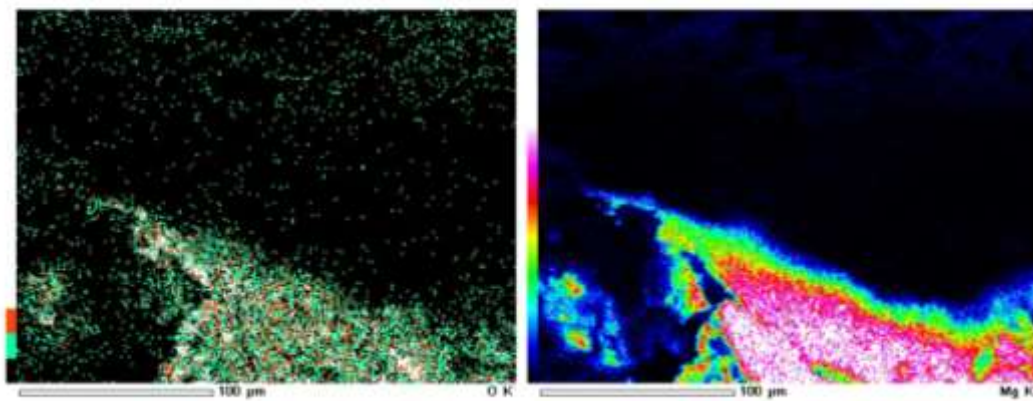
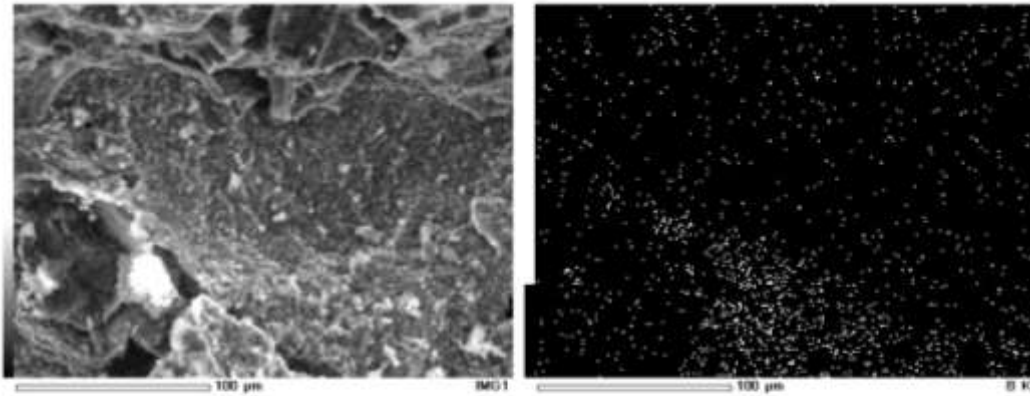


➤ **Temperatur Sintering 800°C**



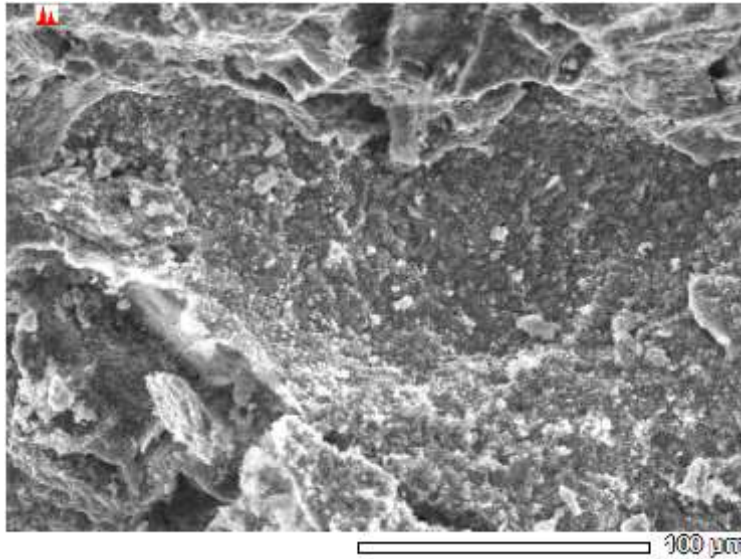


Hasil *Mapping* MgB₂ dengan Temperatur *Sintering* 800°C pada
Perbesaran 500X



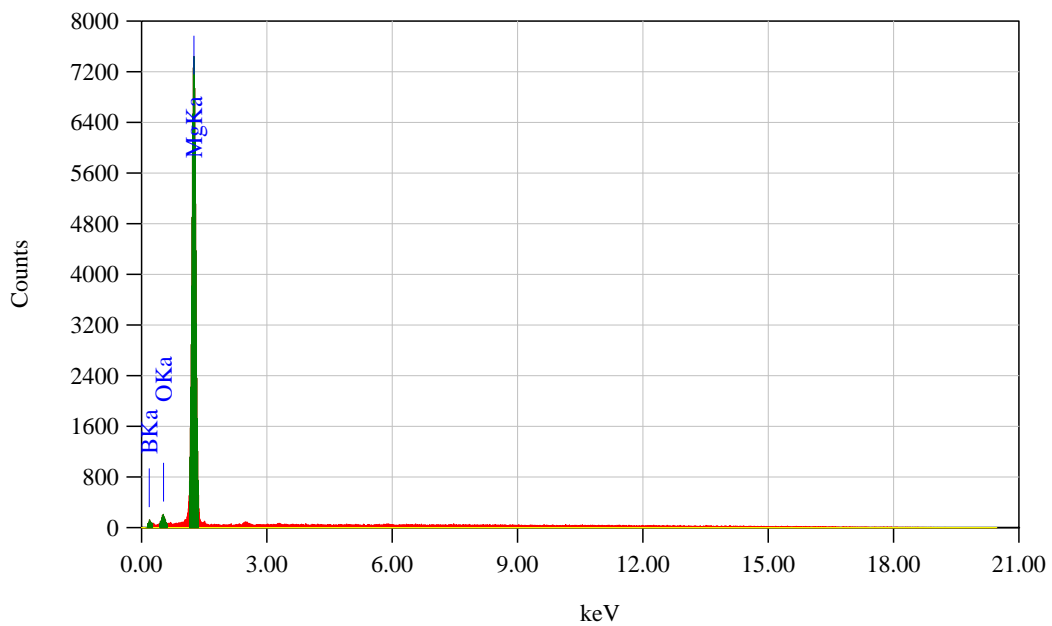


Hasil EDX MgB₂ dengan Temperatur Sintering 800°C pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/04/05
 Pixel : 640 x 480
 Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 64.02 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 21 %
 Counting Rate: 4862 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



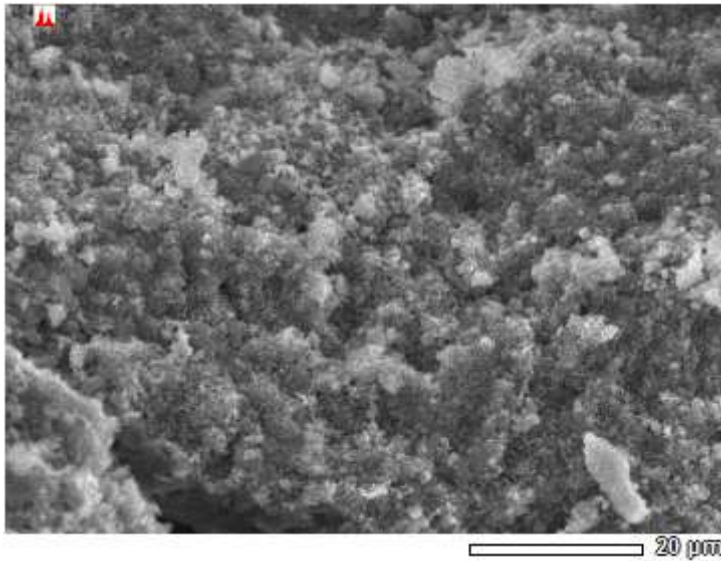
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4106

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	62.86	1.00	78.17				10.3856
O K	0.525	4.48	0.89	3.77				6.4837
Mg K	1.253	32.66	0.24	18.06				83.1306
Total		100.00		100.00				



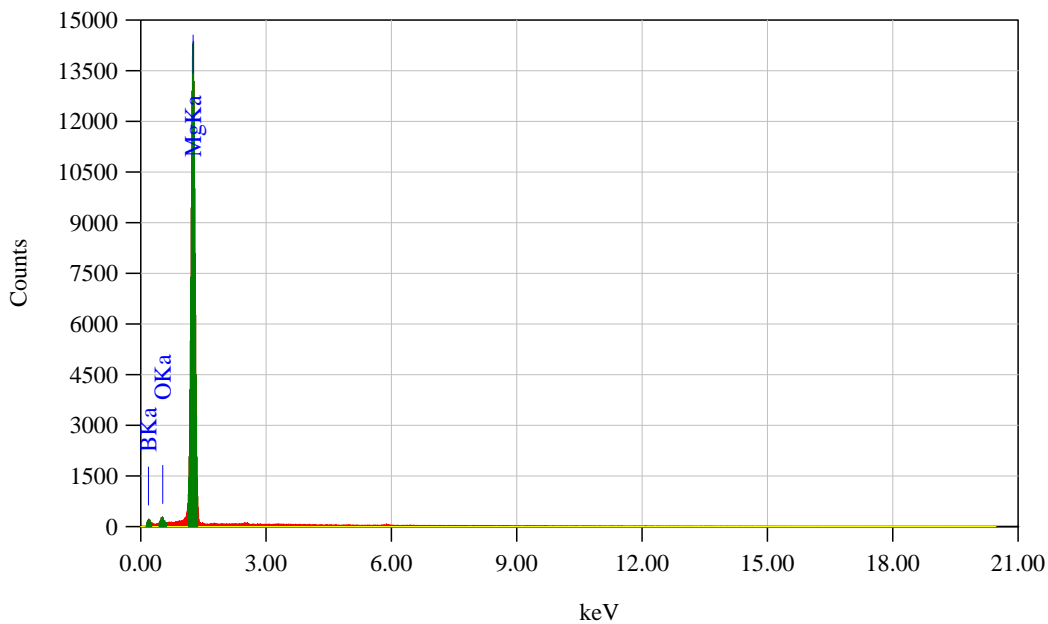
Hasil EDX MgB₂ dengan Temperatur Sintering 800°C pada Perbesaran
1.500X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/04/05
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (IA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 65.31 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 23 %
Counting Rate: 4913 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

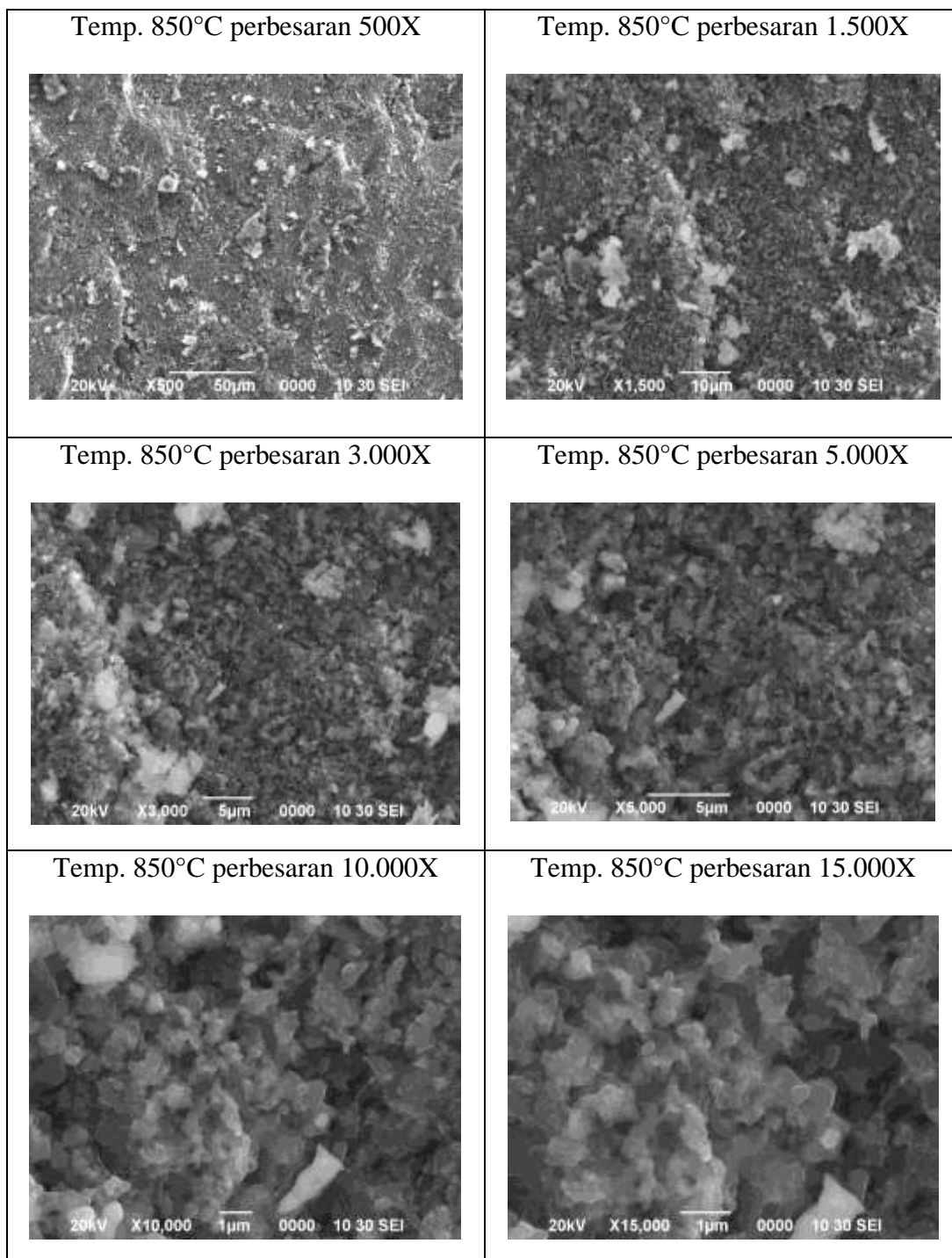


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.3685

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	68.12	0.90	82.15				12.2787
O K	0.525	2.71	0.80	2.20				4.2494
Mg K	1.253	29.17	0.21	15.64				83.4719
Total		100.00		100.00				

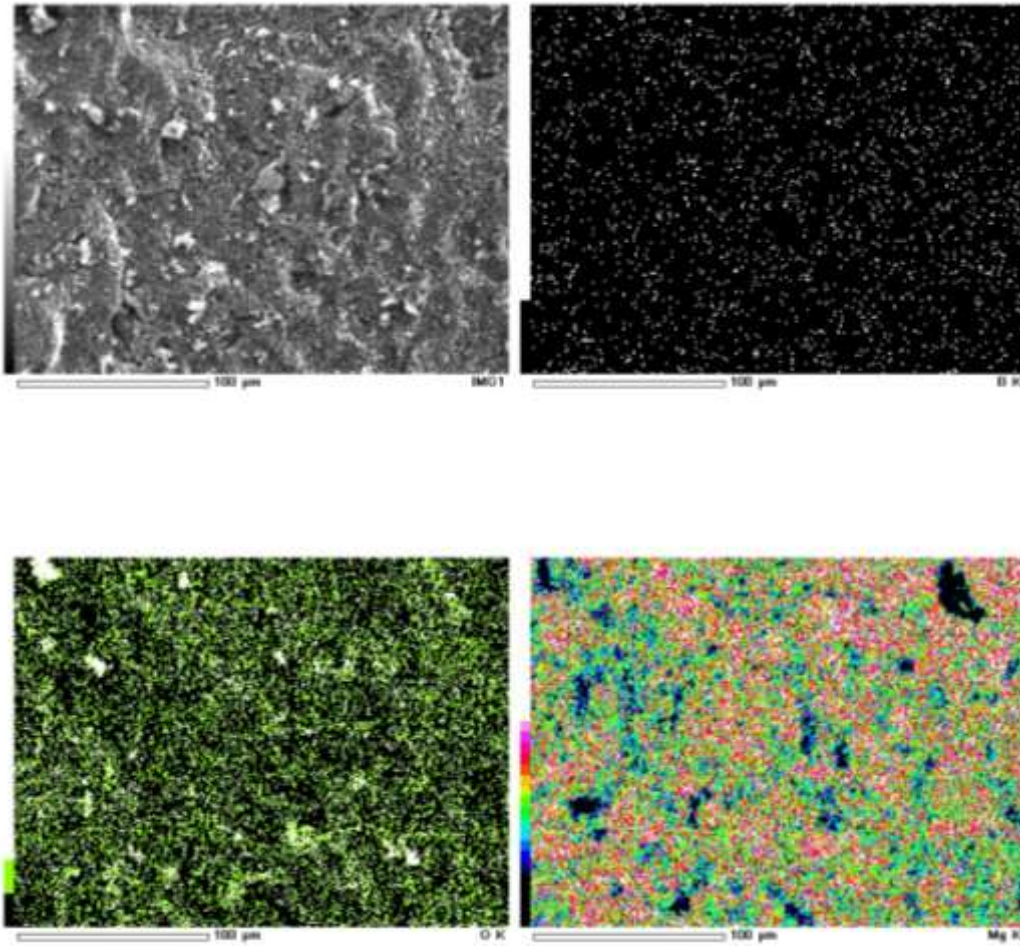


➤ **Temperatur Sintering 850°C**



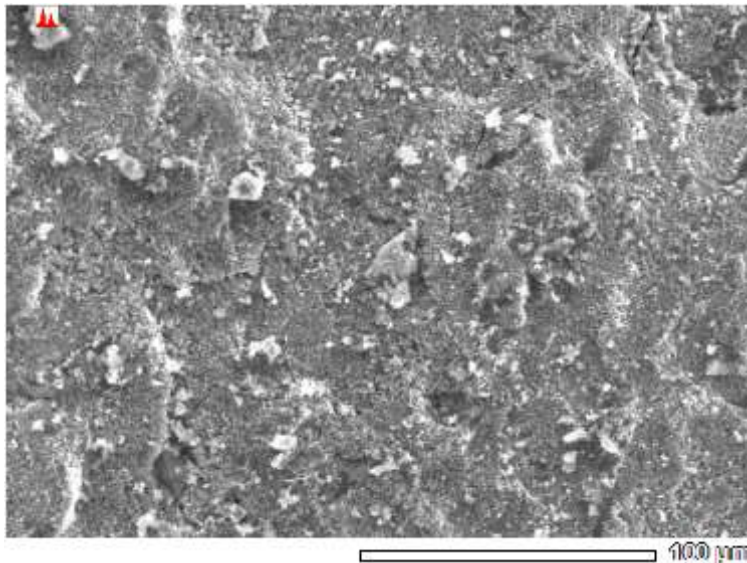


Hasil *Mapping* MgB₂ dengan Temperatur *Sintering* 850°C pada
Perbesaran 500X



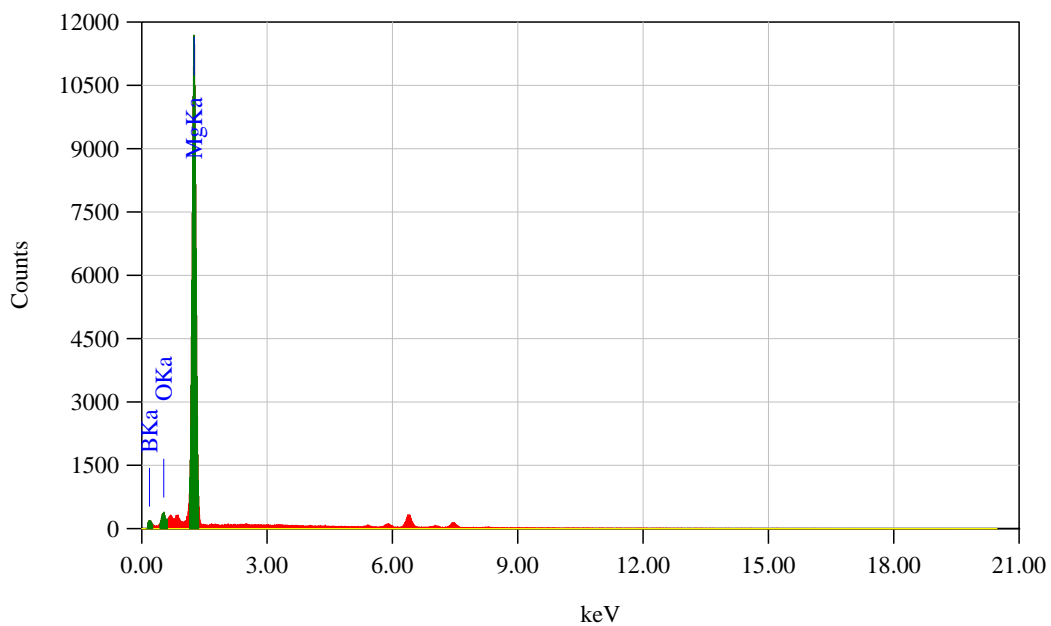


Hasil EDX MgB₂ dengan Temperatur Sintering 850°C pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/04/06
 Pixel : 640 x 480
 Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 62.51 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 20 %
 Counting Rate: 4258 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



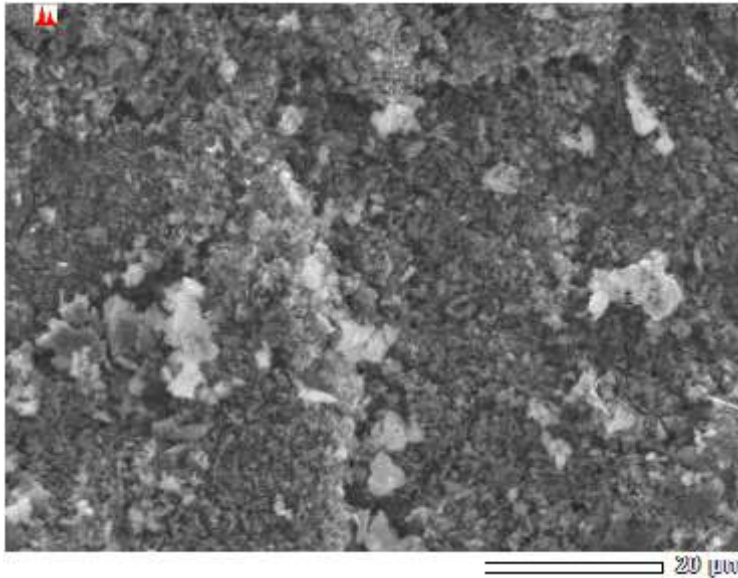
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4393

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	66.91	0.81	80.95				13.2627
O K	0.525	4.46	0.79	3.65				7.0208
Mg K	1.253	28.63	0.21	15.40				79.7165
Total		100.00		100.00				



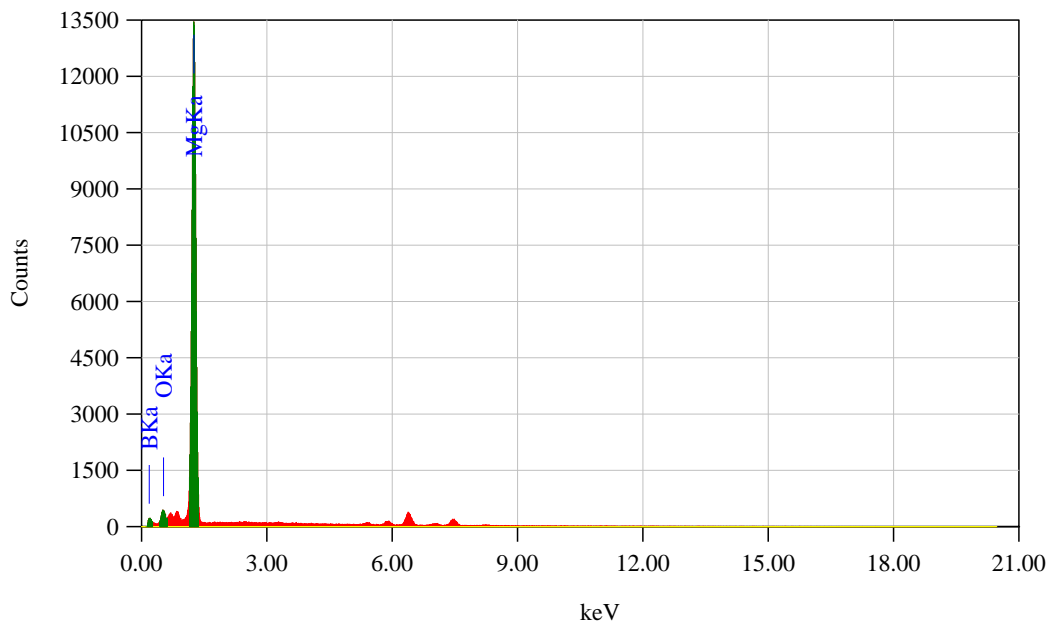
Hasil EDX MgB₂ dengan Temperatur Sintering 850°C pada Perbesaran 1.500X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/04/06
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (IA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 64.43 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 22 %
Counting Rate: 4867 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



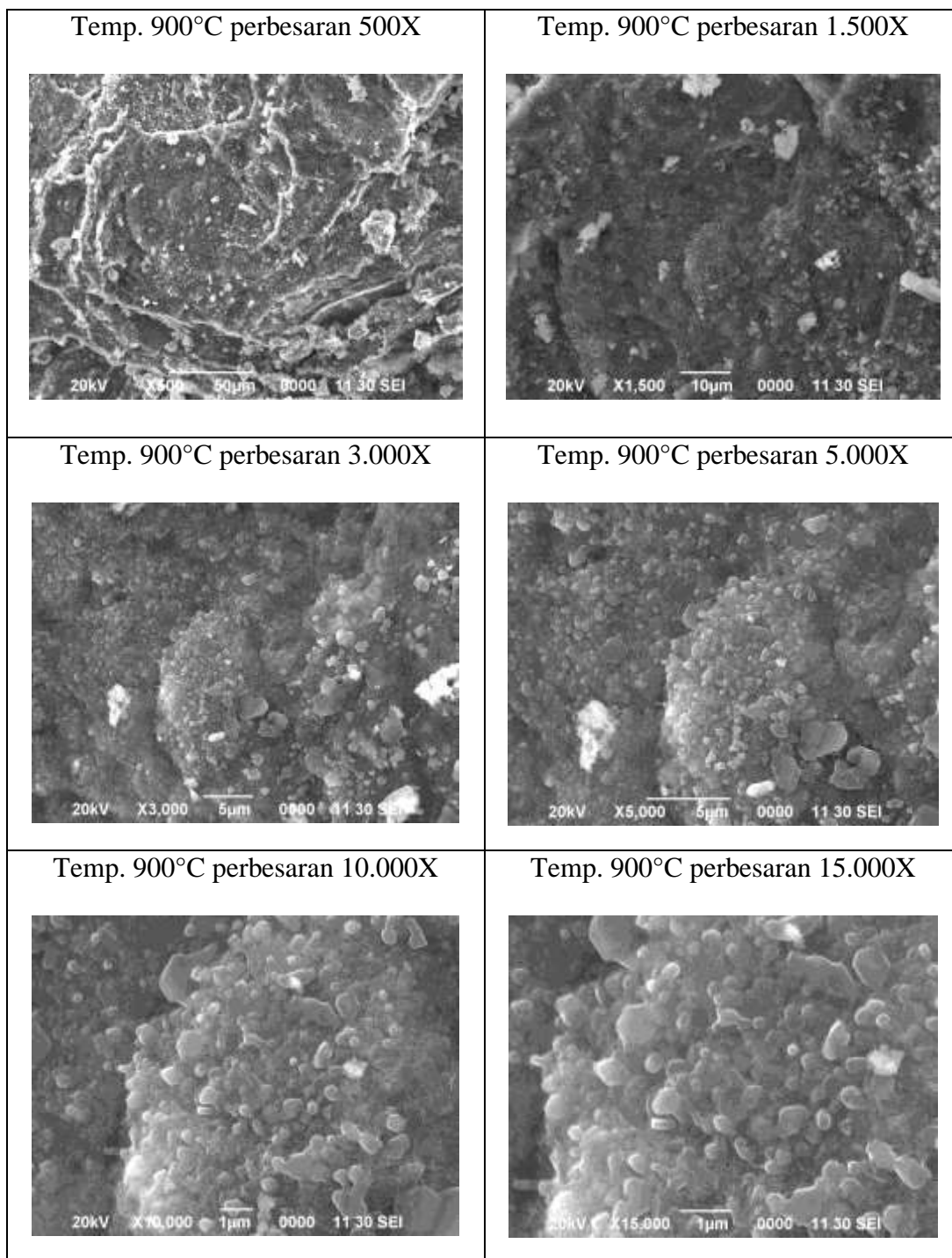
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4259

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	65.39	0.80	79.88				12.2456
O K	0.525	4.64	0.77	3.83				7.0933
Mg K	1.253	29.97	0.21	16.28				80.6611
Total		100.00		100.00				

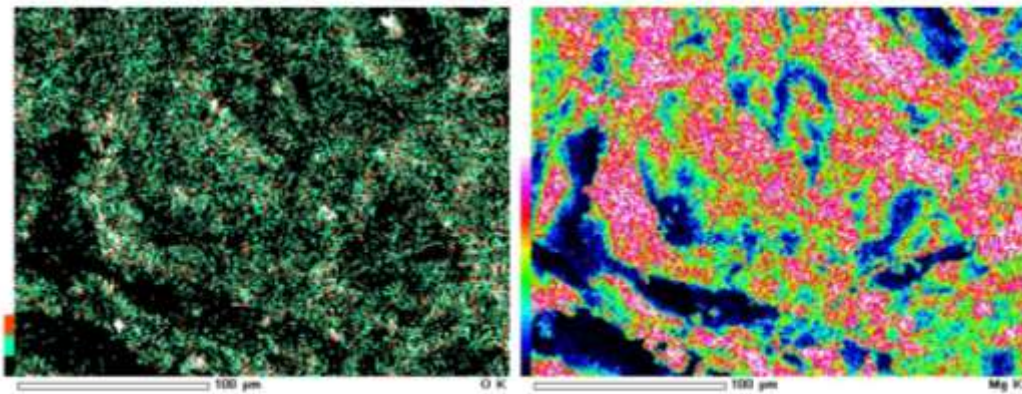
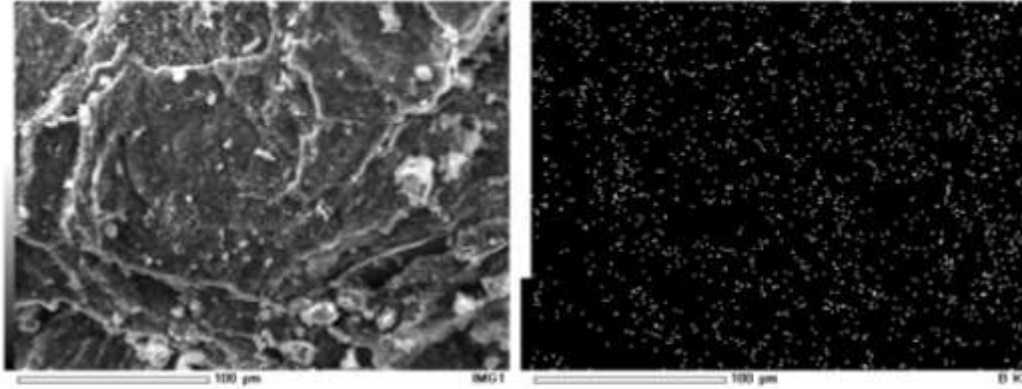


➤ **Temperatur Sintering 900°C**



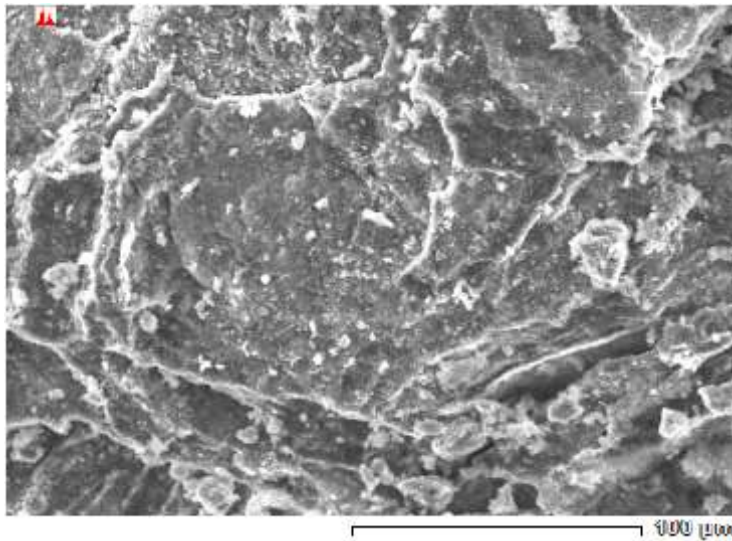


Hasil *Mapping* MgB_2 dengan Temperatur *Sintering* $900^\circ C$ pada
Perbesaran 500X



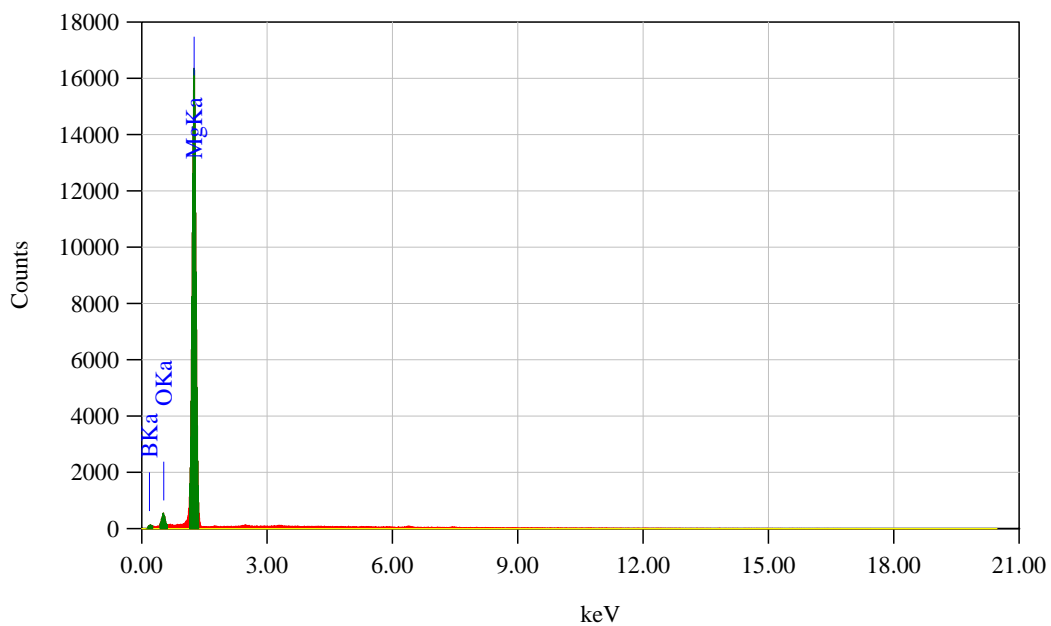


Hasil EDX MgB₂ dengan Temperatur Sintering 900°C pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/04/06
 Pixel : 640 x 480
 Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 66.29 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 24 %
 Counting Rate: 5269 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

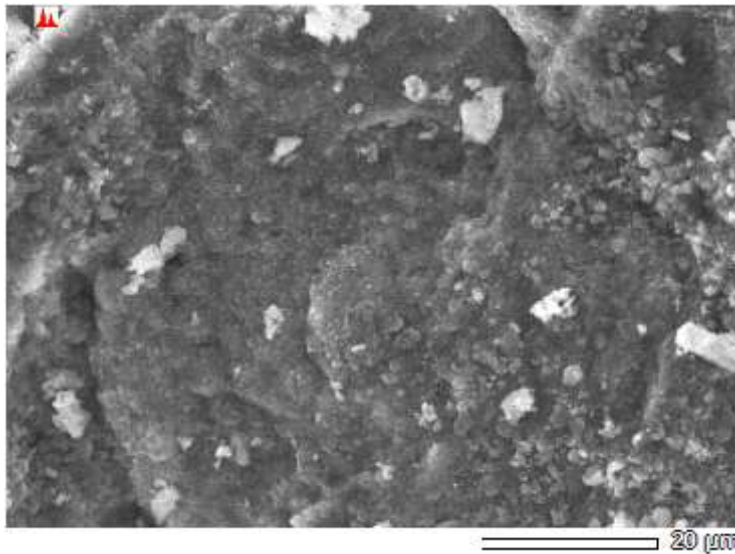


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.3664

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	49.27	1.53	67.00				5.2285
O K	0.525	7.39	1.03	6.79				9.1001
Mg K	1.253	43.34	0.30	26.21				85.6715
Total		100.00		100.00				



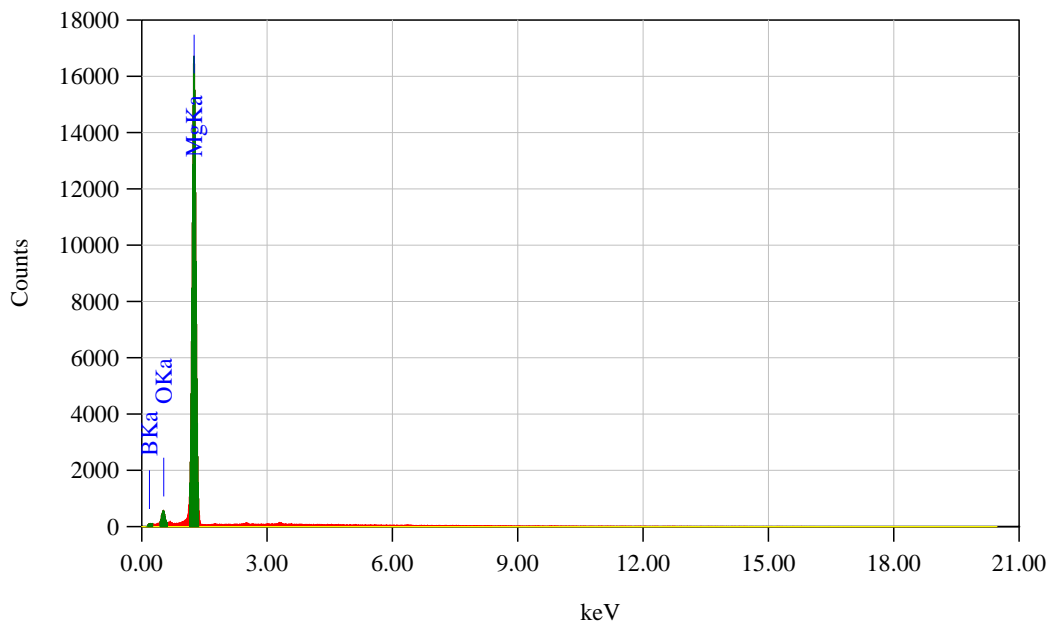
Hasil EDX MgB₂ dengan Temperatur Sintering 900°C pada Perbesaran 1.500X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/04/06
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 66.45 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 24 %
Counting Rate: 5321 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3705

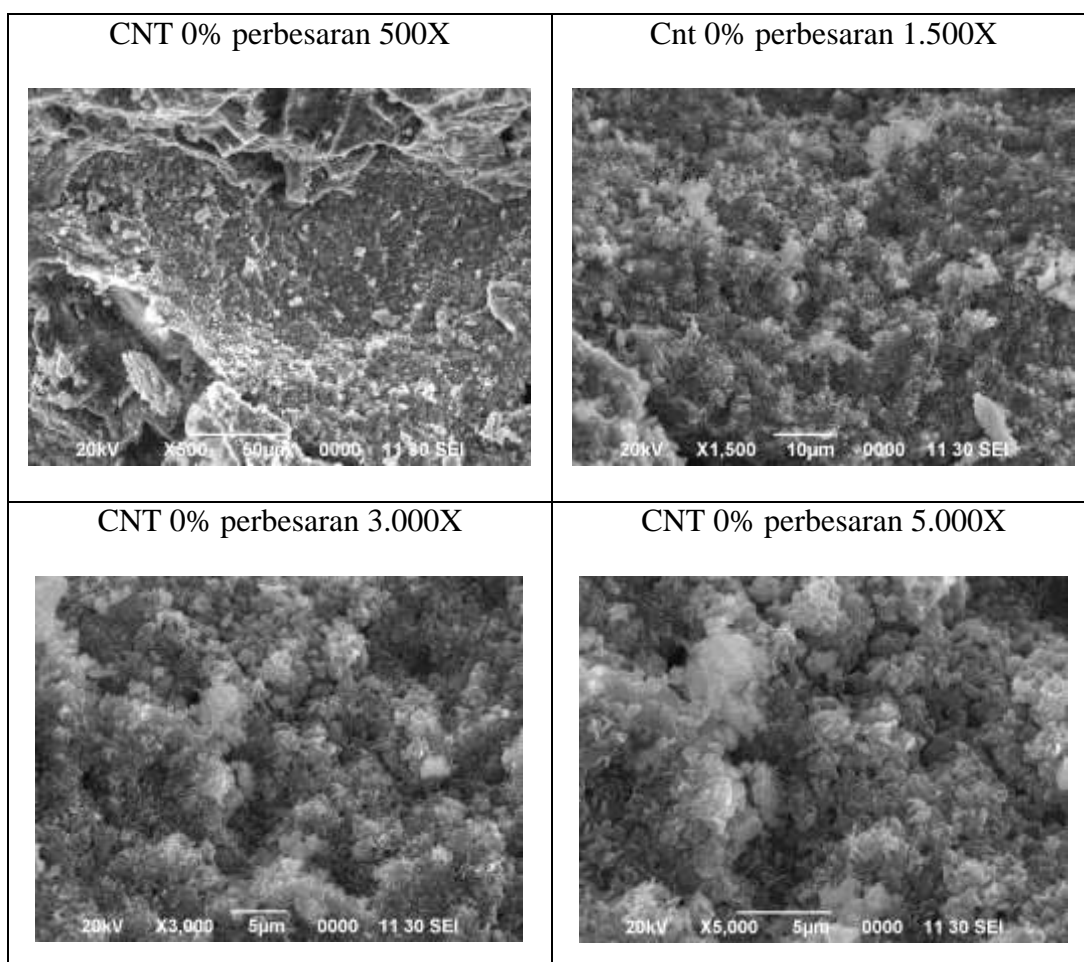
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	45.72	1.79	63.74				4.2619
O K	0.525	8.11	1.08	7.64				9.7336
Mg K	1.253	46.17	0.33	28.62				86.0045
Total		100.00		100.00				

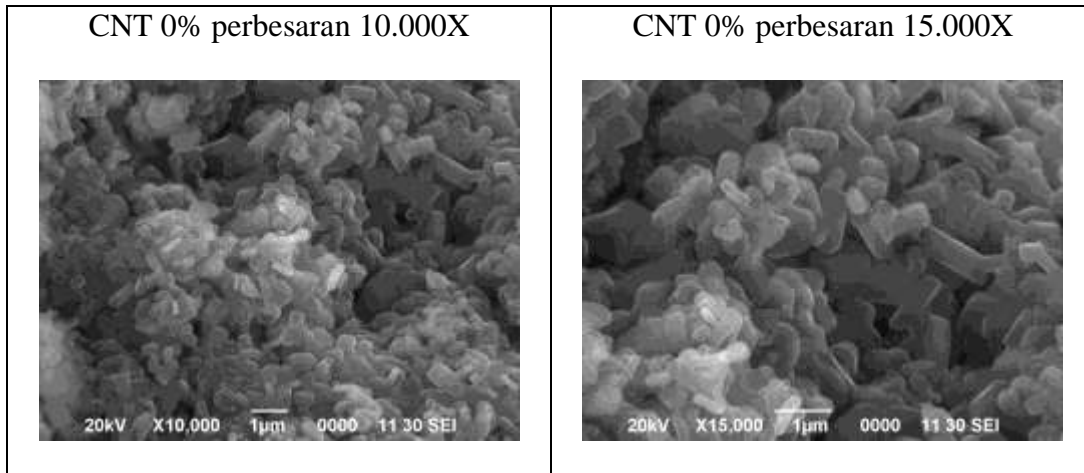


Hasil Analisis Kualitatif Uji SEM-EDX pada MgB_2 Tahap III (Variasi Doping CNT)

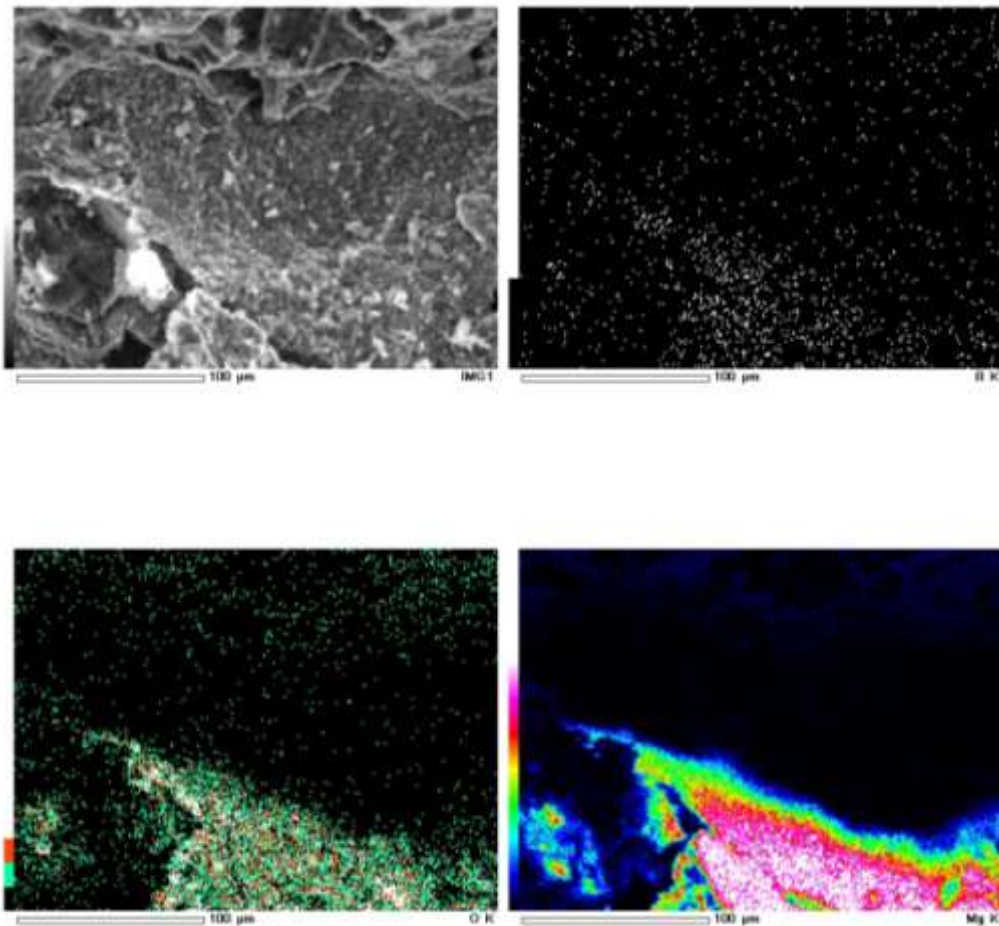
Analisis secara kualitatif pada uji SEM dilakukan beberapa kali perbesaran, perbesaran skala kecil untuk mengetahui morfologi dan distribusi penyebaran partikel (kehomogenan), perbesaran skala besar untuk mengetahui topografi dan porositas partikel, analisa distribusi penyebaran unsur pada setiap sampel dapat diketahui dengan *mapping*.

➤ **MgB_2 Doping CNT 0%**



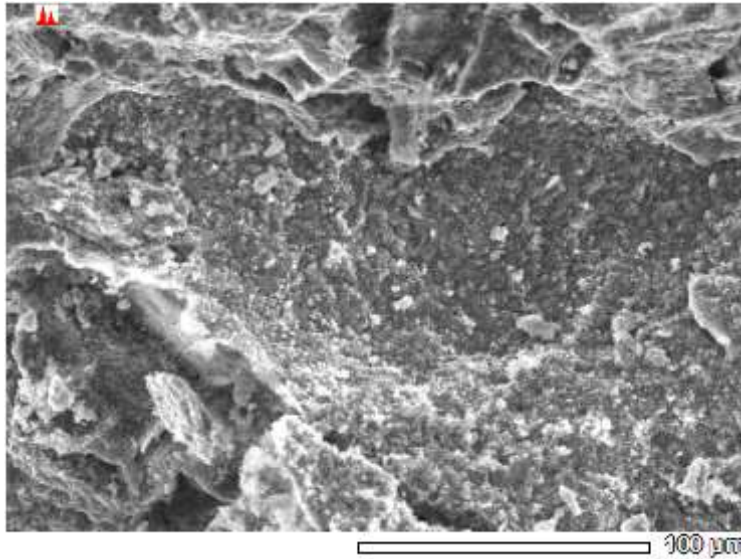


Hasil Mapping MgB_2 dengan Doping CNT 0% pada Perbesaran 500X



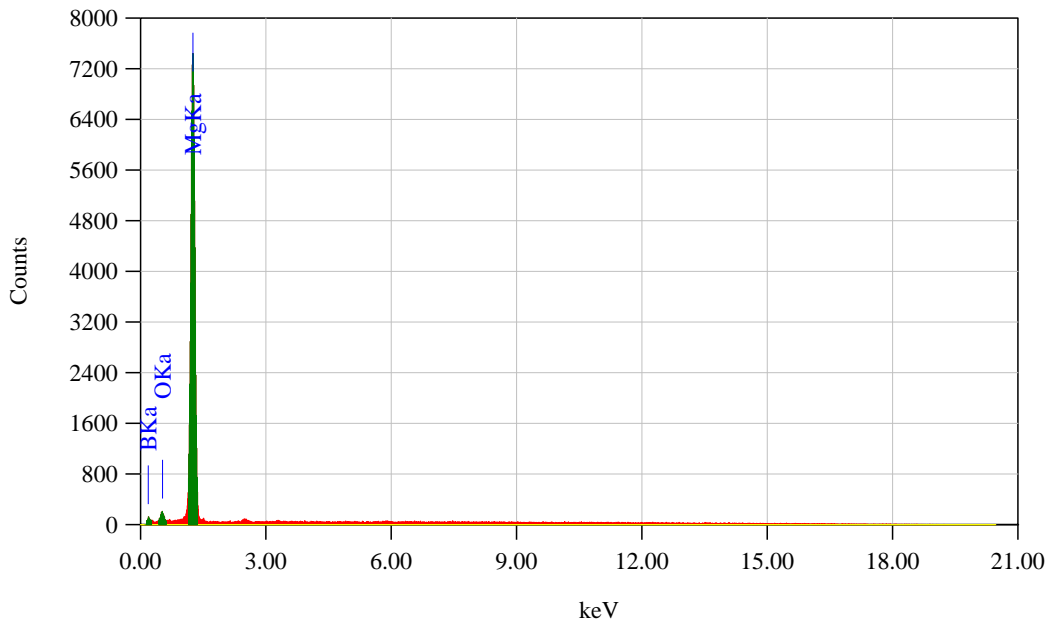


Hasil EDX MgB₂ dengan Doping CNT 0% pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/04/05
 Pixel : 640 x 480
 Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 64.02 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 21 %
 Counting Rate: 4862 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



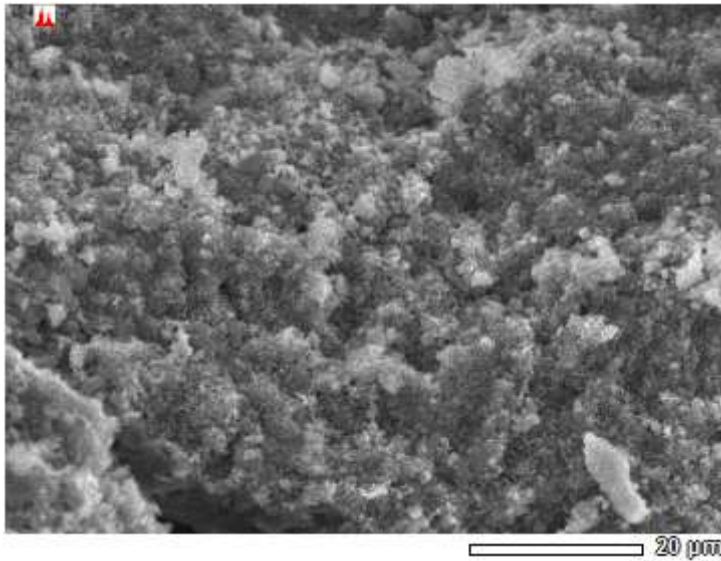
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4106

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	62.86	1.00	78.17				10.3856
O K	0.525	4.48	0.89	3.77				6.4837
Mg K	1.253	32.66	0.24	18.06				83.1306
Total		100.00		100.00				



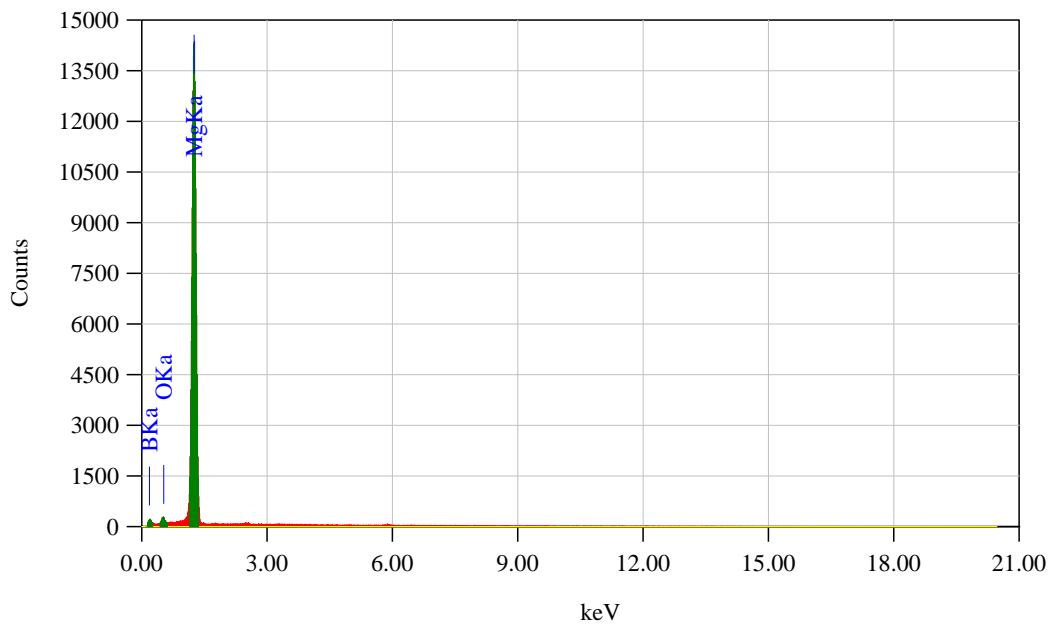
Hasil EDX MgB₂ dengan *Doping* CNT 0% pada Perbesaran 1.500X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/04/05
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (IA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 65.31 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 23 %
Counting Rate: 4913 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

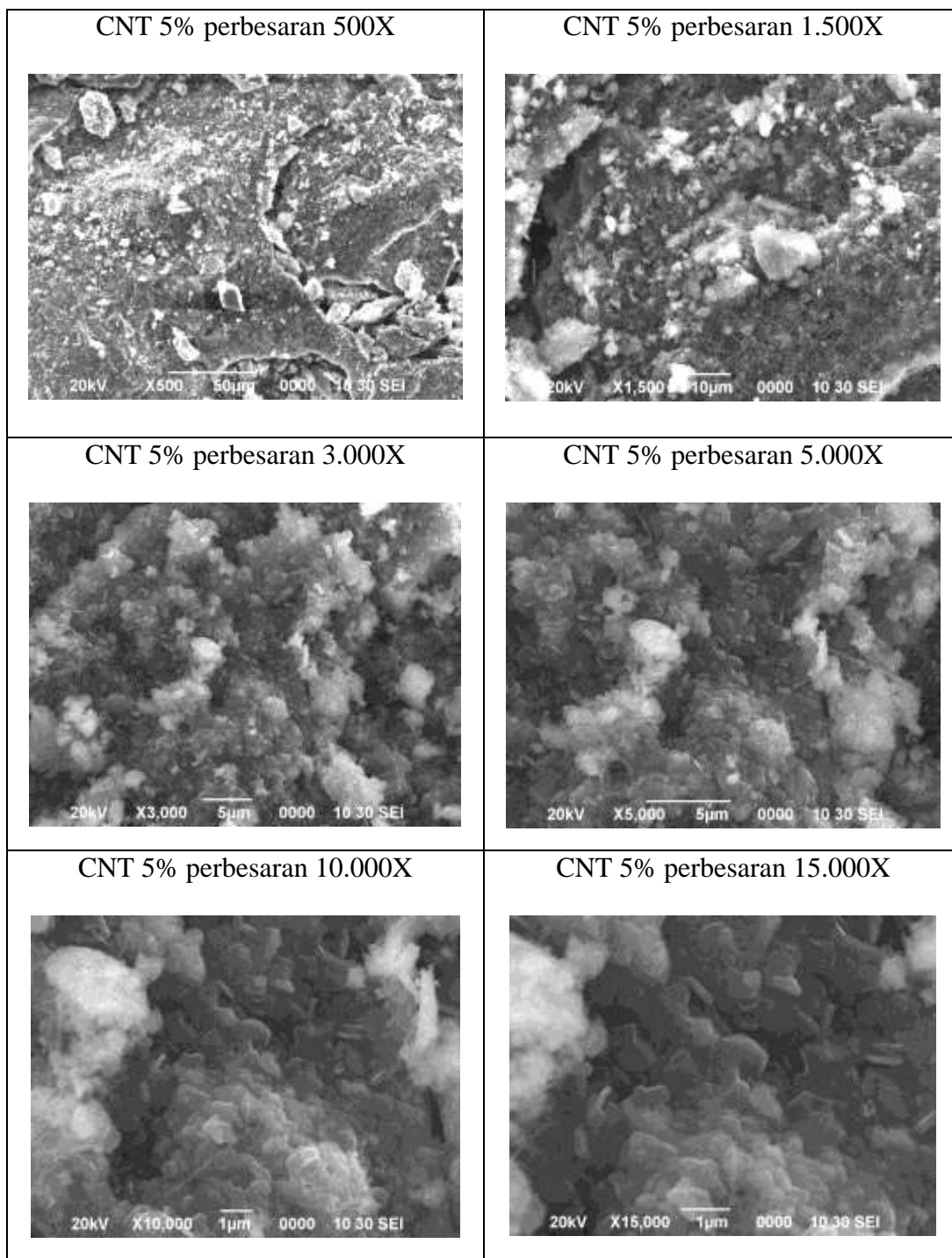


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.3685

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K	0.183	68.12	0.90	82.15				12.2787
O K	0.525	2.71	0.80	2.20				4.2494
Mg K	1.253	29.17	0.21	15.64				83.4719
Total		100.00		100.00				

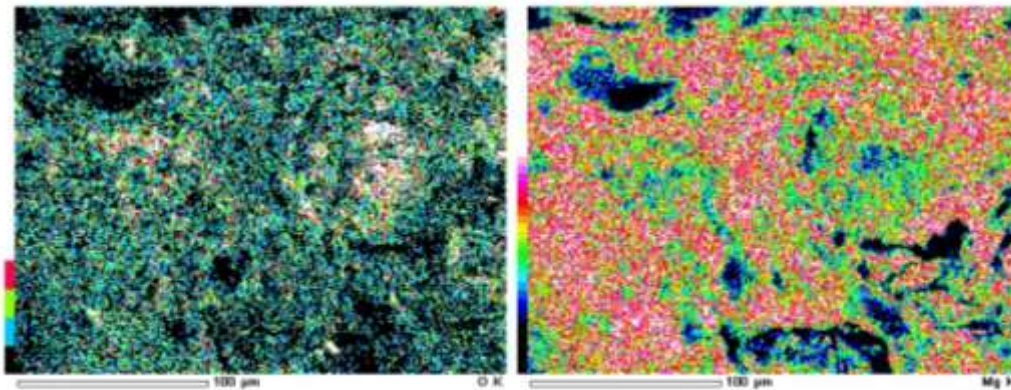
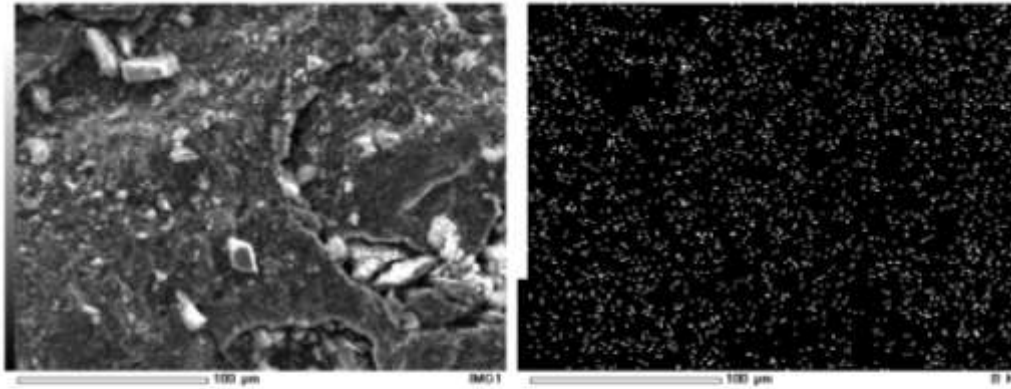


➤ **MgB₂ Doping CNT 5%**



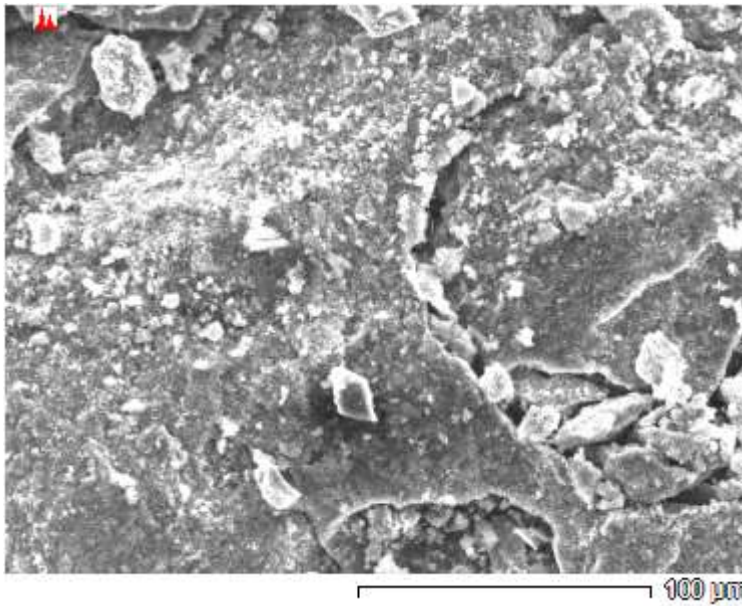


**Hasil *Mapping* MgB_2 dengan *Doping* CNT 5% pada
Perbesaran 500X**





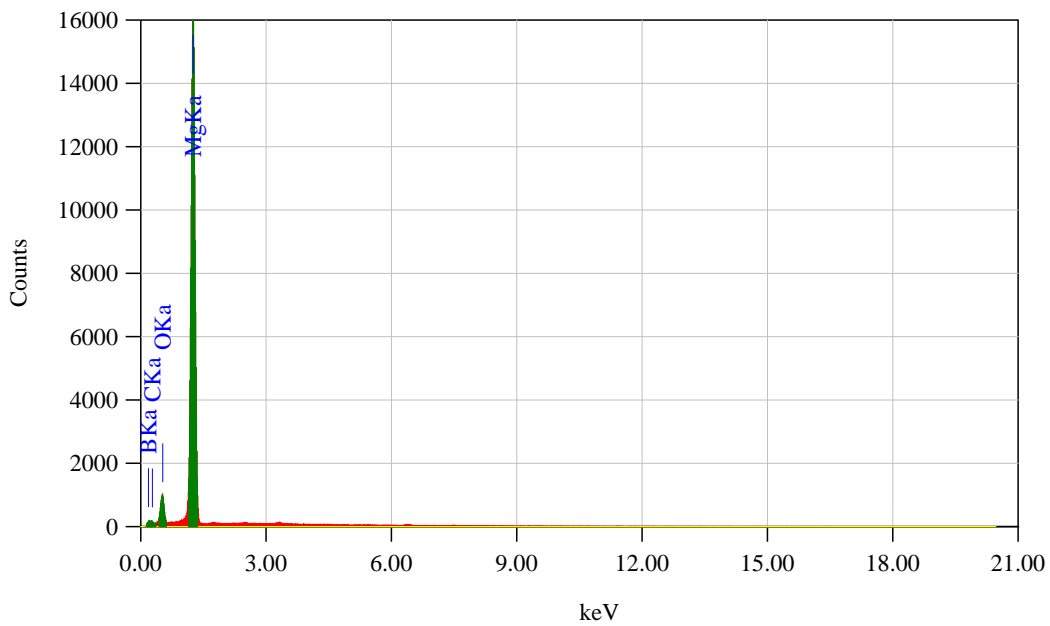
Hasil EDX MgB₂ dengan *Doping* CNT 5% pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

 -
 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/04/06
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390 (LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 65.84 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 24 %
 Counting Rate: 5244 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

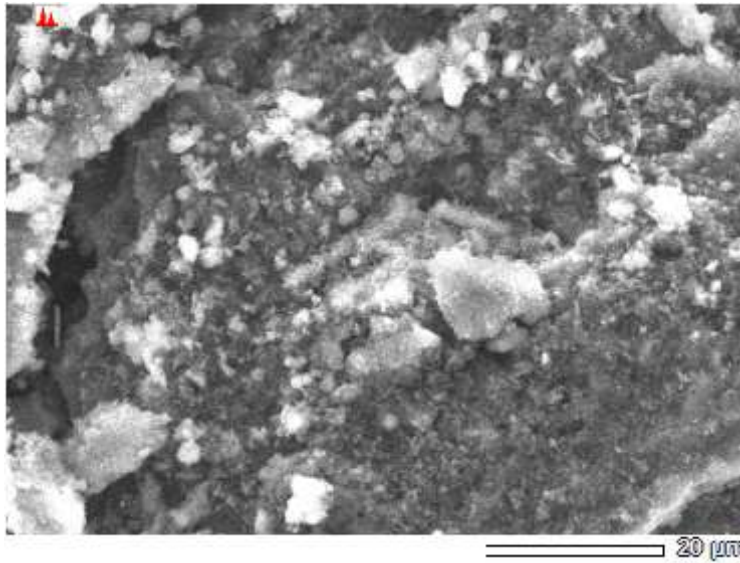


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.3616

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	43.22	0.99	57.18				6.7928
C K*	0.277	9.71	2.78	11.56				0.9972
O K	0.525	11.67	0.83	10.43				15.6585
Mg K	1.253	35.40	0.24	20.83				76.5515
Total		100.00		100.00				



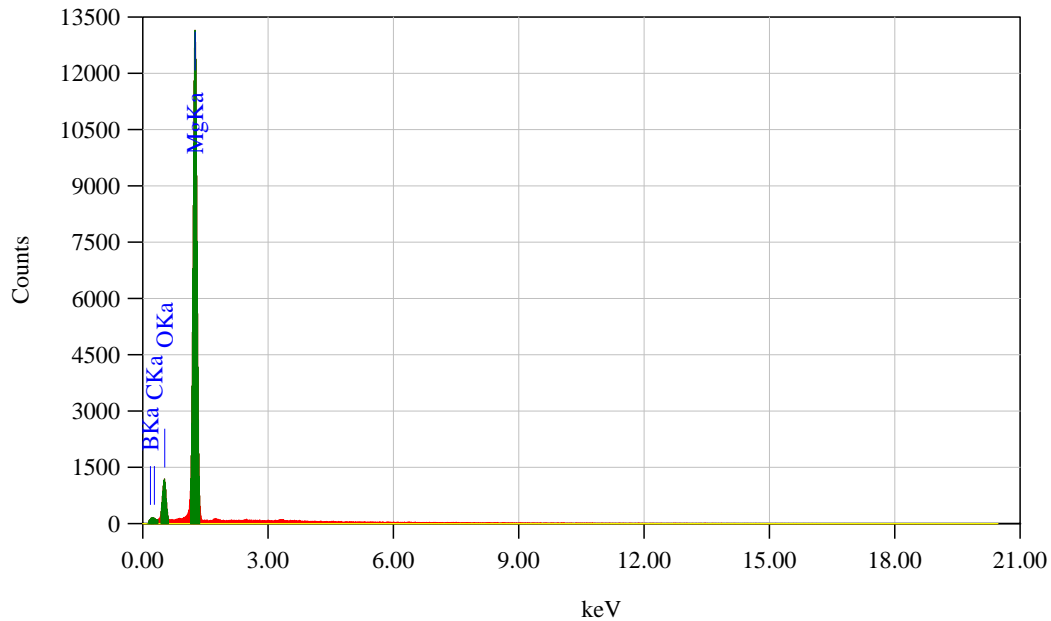
Hasil EDX MgB₂ dengan *Doping* CNT 5% pada Perbesaran 1.500X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/04/06
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 62.96 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 20 %
Counting Rate: 4392 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



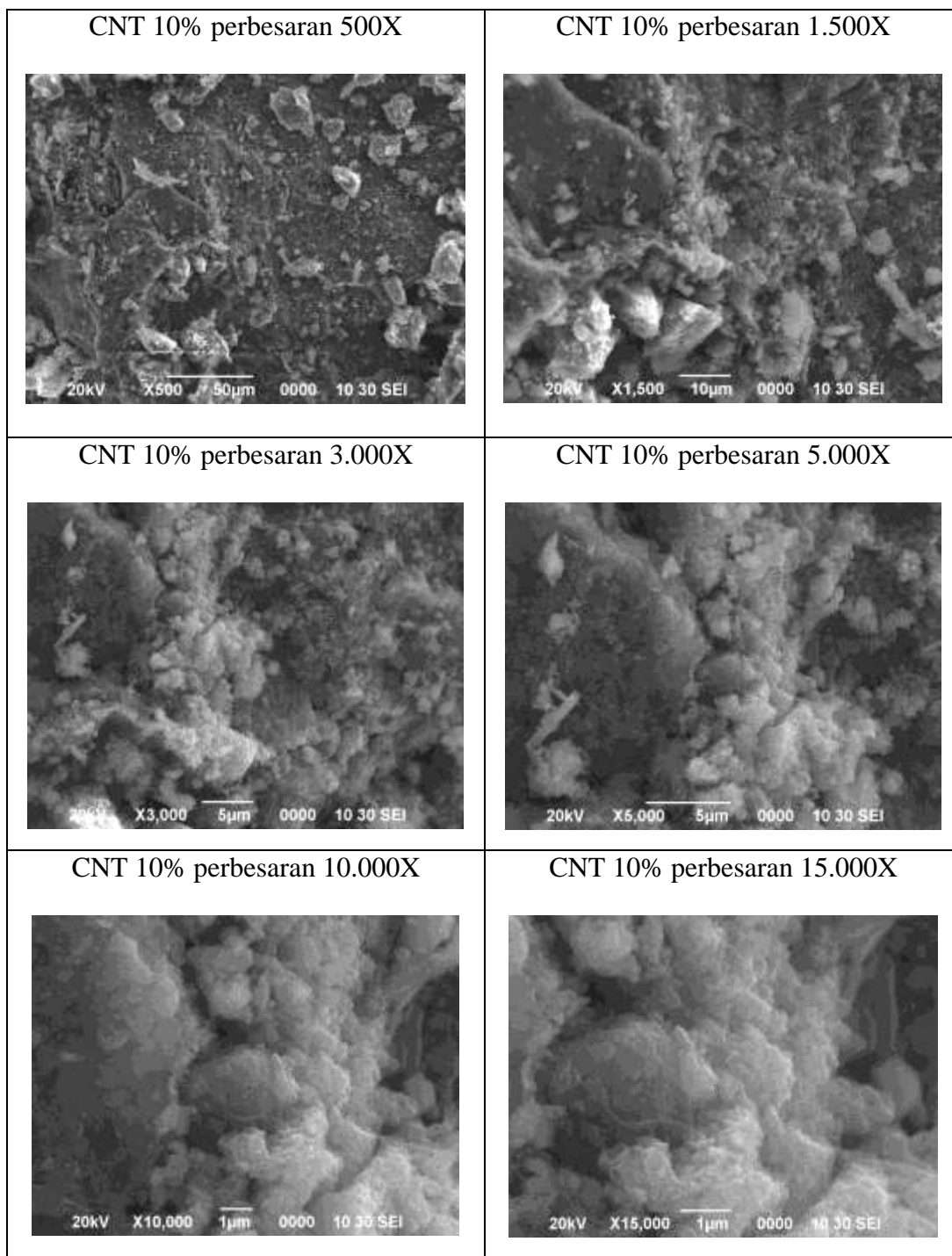
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.3763

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	38.59	1.11	52.31				5.4157
C K*	0.277	9.42	2.61	11.49				1.0275
O K	0.525	15.50	0.81	14.19				21.1136
Mg K	1.253	36.50	0.26	22.00				72.4432
Total		100.00		100.00				

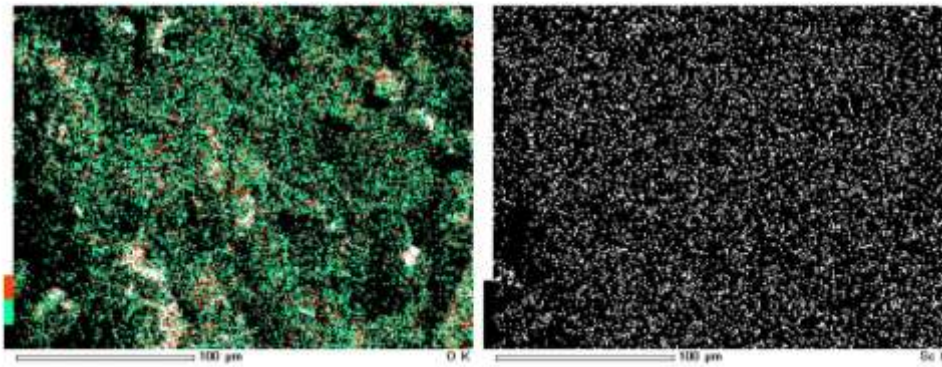
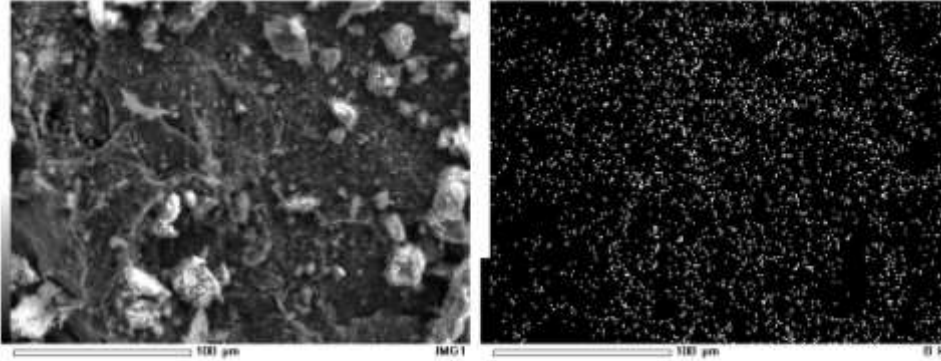


➤ **MgB₂ Doping CNT 10%**



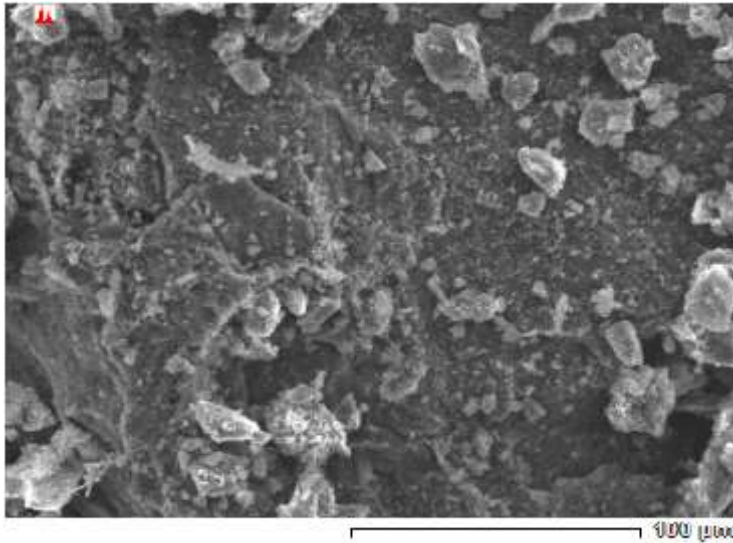


Hasil *Mapping* MgB_2 dengan *Doping* CNT 10% pada
Perbesaran 500X





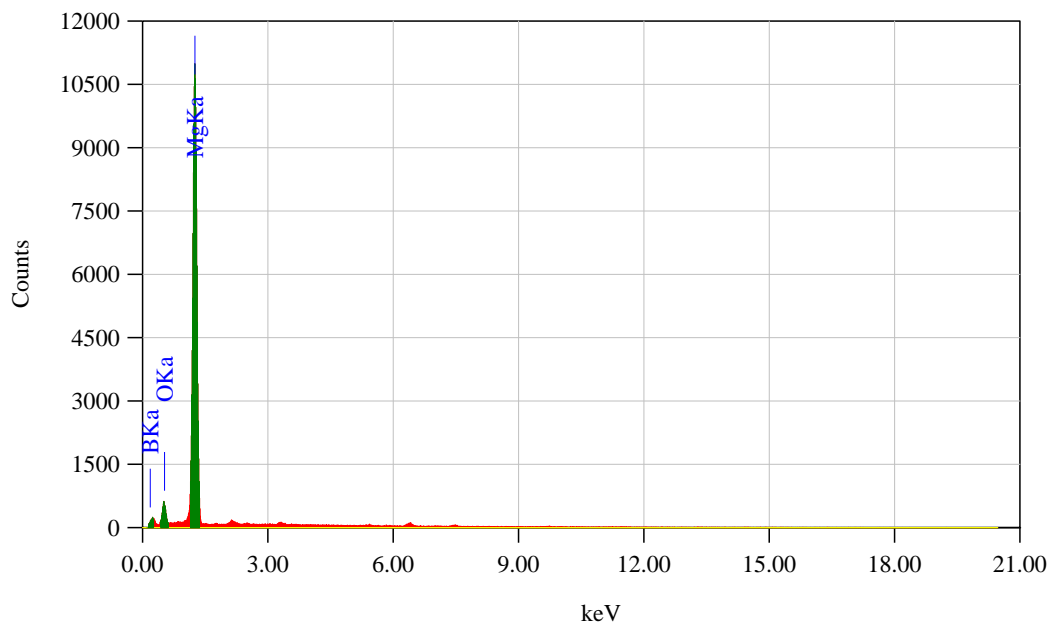
Hasil EDX MgB₂ dengan *Doping* CNT 10% pada Perbesaran 500X



Title : IMG2

Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 500
 Date : 2018/04/25
 Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T3
 Real Time : 62.83 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 20 %
 Counting Rate: 3878 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV



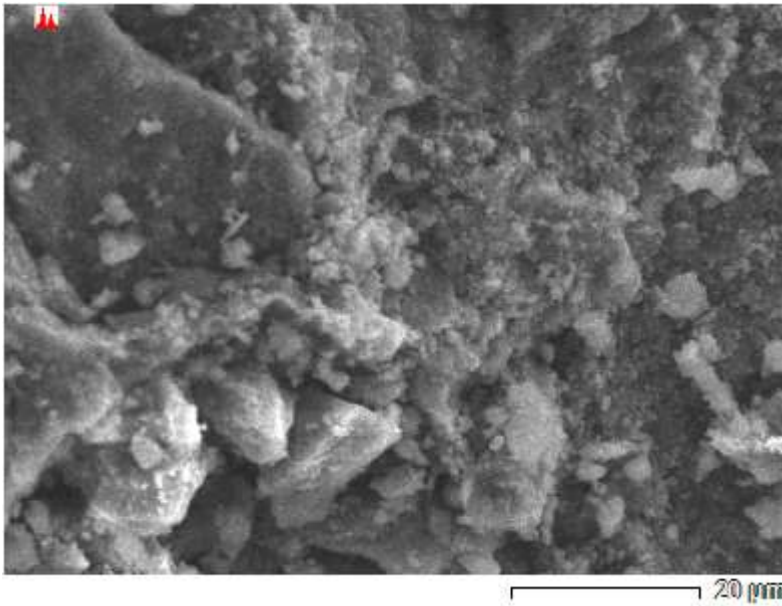
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4071

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	39.71	1.97	57.36				3.2332
O K	0.525	11.75	1.03	11.46				14.2687
Mg K	1.253	48.54	0.35	31.17				82.4981
Total		100.00		100.00				



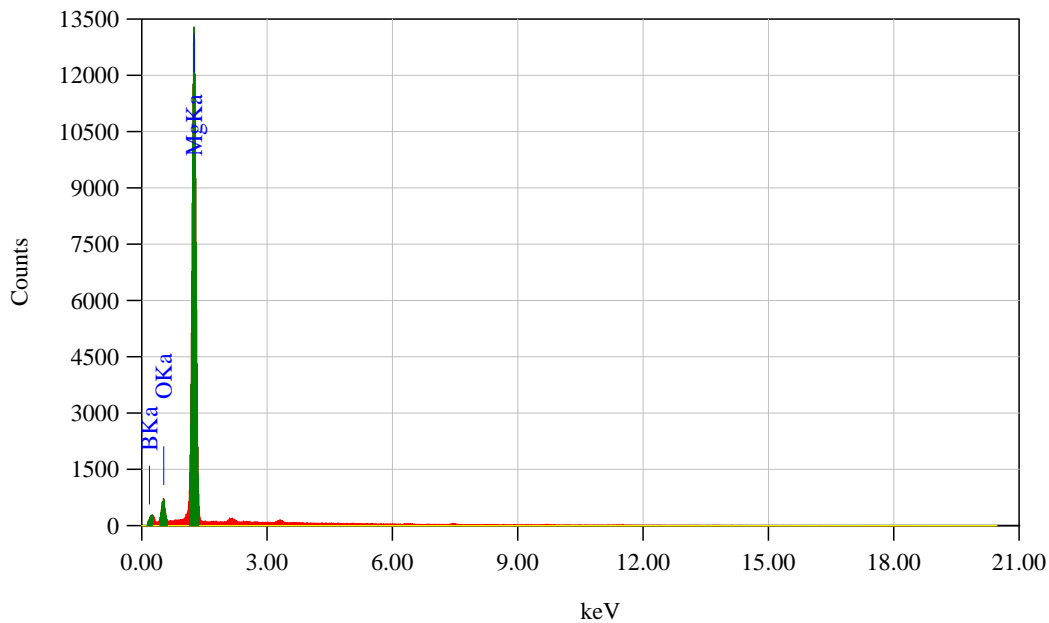
Hasil EDX MgB₂ dengan *Doping* CNT 10% pada Perbesaran 1.500X



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 1,500
Date : 2018/04/25
Pixel : 640 x 480

Acquisition Parameter
Instrument : 6390 (LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 64.31 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 22 %
Counting Rate: 4546 cps
Energy Range : 0 - 20 keV



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4029

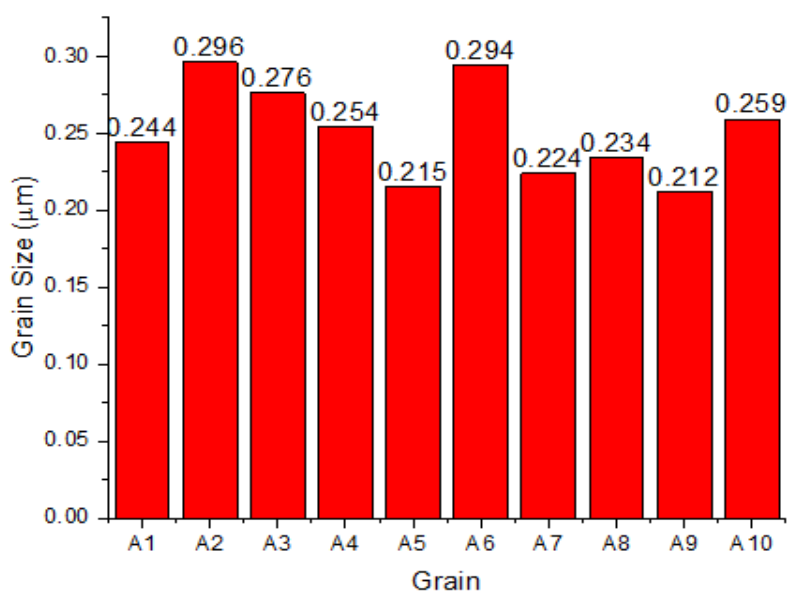
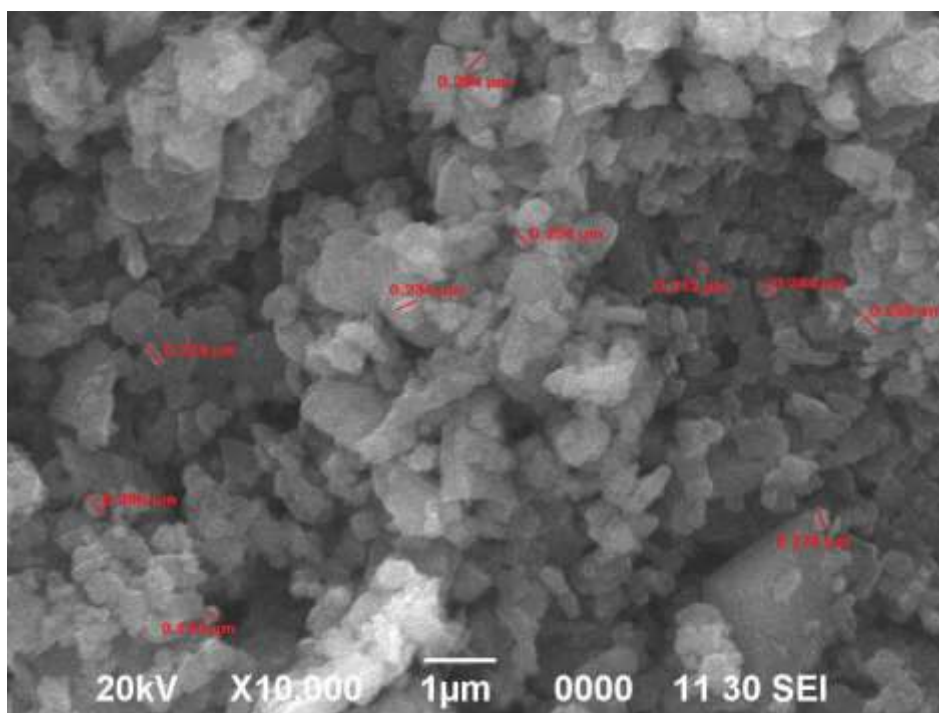
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
B K*	0.183	39.29	2.12	56.98				3.1205
O K	0.525	11.55	1.09	11.32				13.9237
Mg K	1.253	49.16	0.37	31.70				82.9557
Total		100.00		100.00				



Hasil Analisis Kuantitatif Ukuran Partikel Sampel MgB₂ Tahap I (3 Metode Milling Berbeda)

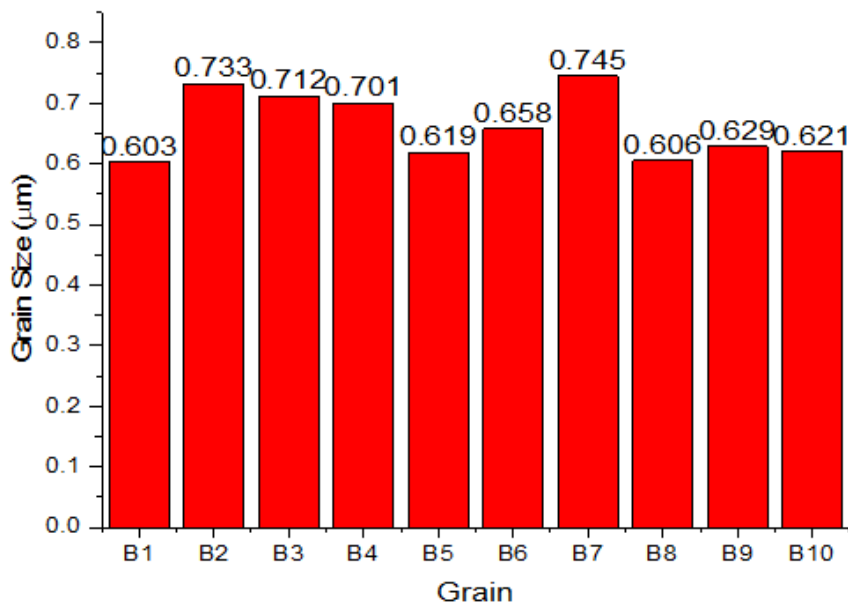
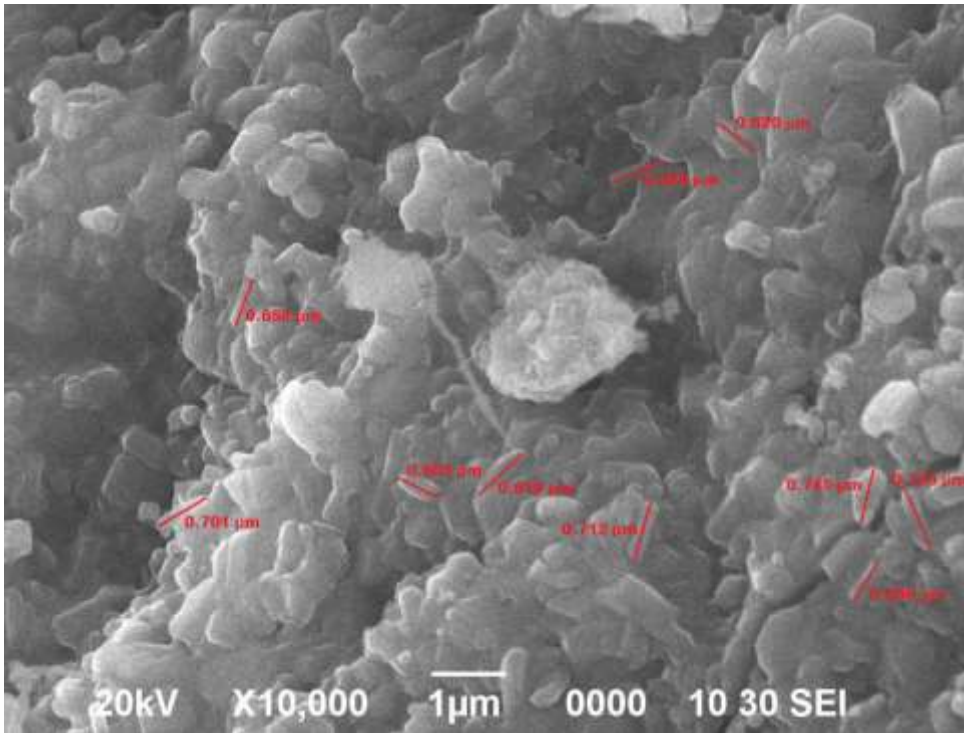
Analisis secara kuantitatif ukuran partikel dari sampel diketahui dengan menggunakan *Software ImageJ*.

➤ Ukuran Partikel MgB₂ dengan Metode Mortar Agate



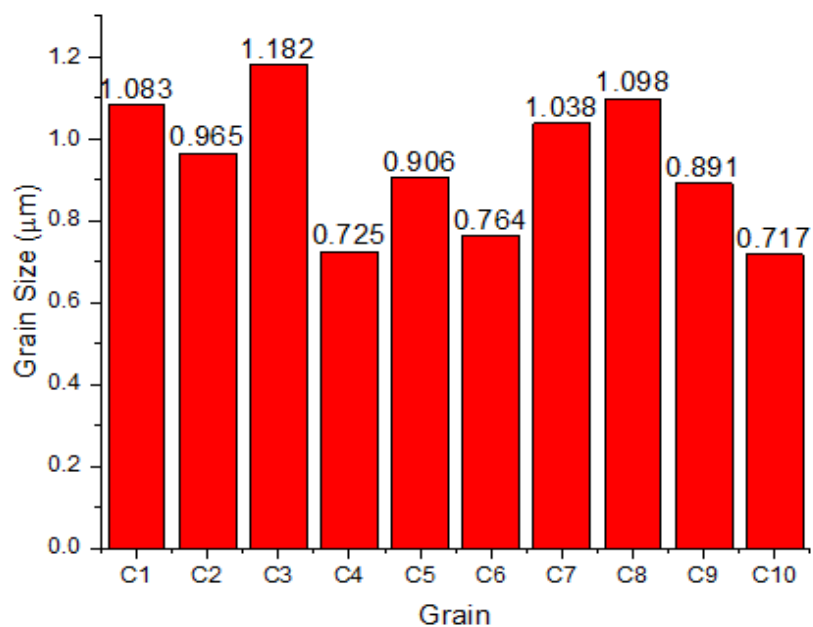
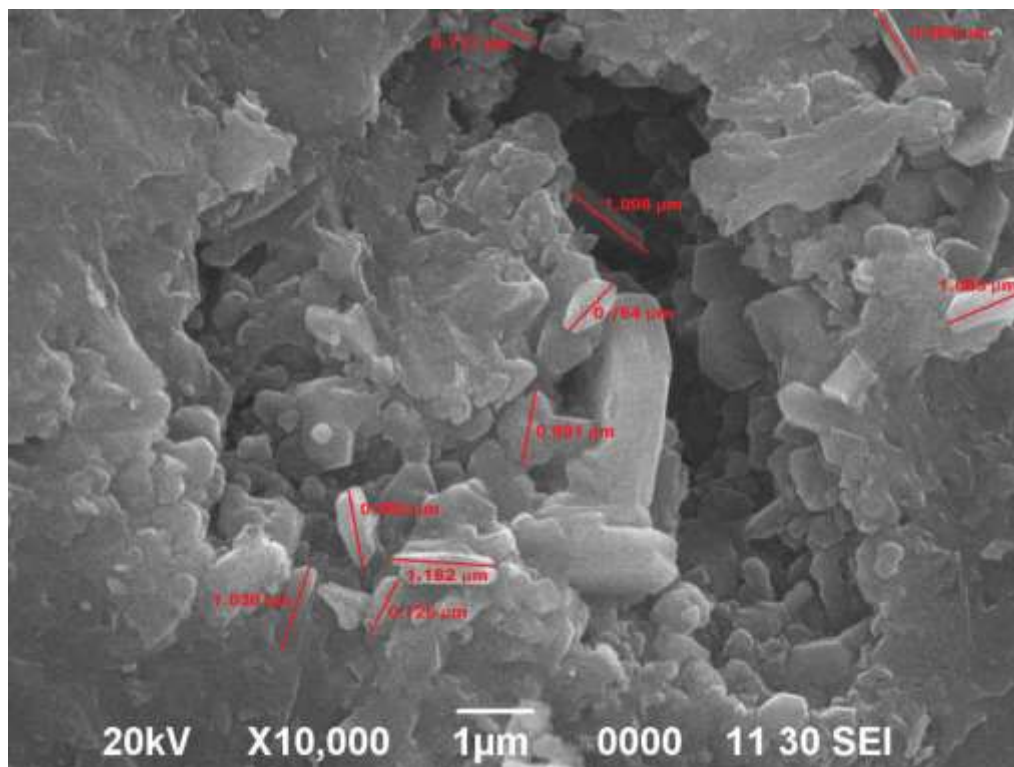


➤ **Ukuran Partikel MgB_2 dengan Metode HEBM Udara Bebas**





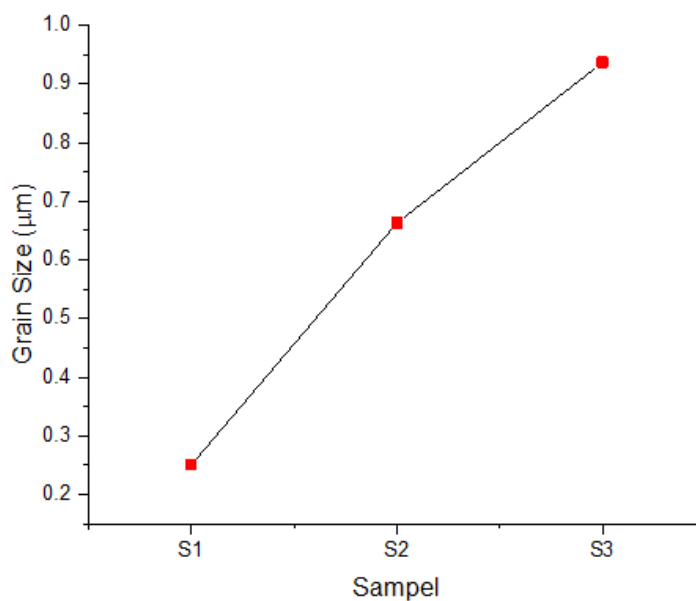
➤ **Ukuran Partikel MgB₂ dengan Metode HEBM Argon**





Ukuran partikel dari sampel MgB_2 dengan menggunakan 3 metode berbeda:

Partikel Ke-	Ukuran Partikel (μm)		
	Mortar Agate	HEBM Udara Bebas	HEBM Argon
1	0.244	0.603	1.083
2	0.296	0.733	0.965
3	0.276	0.712	1.182
4	0.254	0.701	0.725
5	0.215	0.619	0.906
6	0.294	0.658	0.764
7	0.224	0.745	1.038
8	0.234	0.606	1.098
9	0.212	0.629	0.891
10	0.259	0.621	0.717
Rata-rata	0.2508	0.6627	0.9369



Grafik Rerata Ukuran Partikel MgB_2 Tahap I

S1 = Metode Mortar Agate

S2 = Metode HEBM Udara Bebas

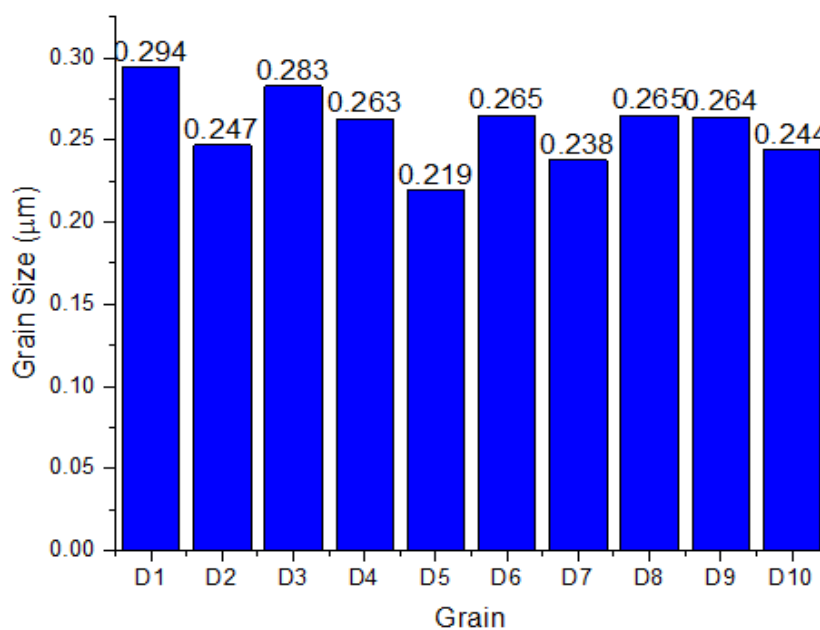
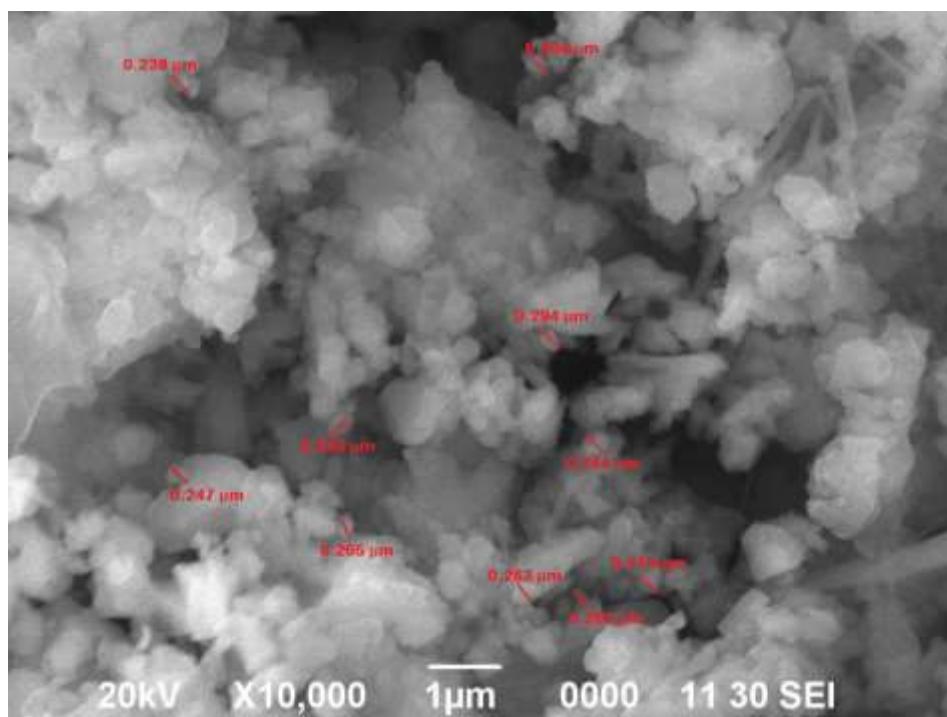
S3 = Metode HEBM Argon



Hasil Analisis Kuantitatif Ukuran Partikel Sampel MgB_2 Tahap II (Variasi Temperatur *Sintering*)

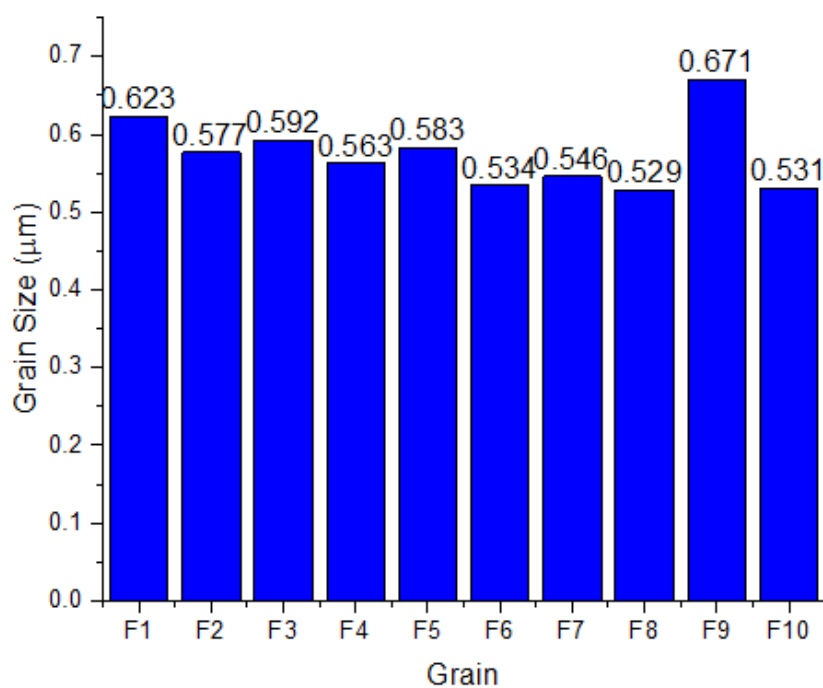
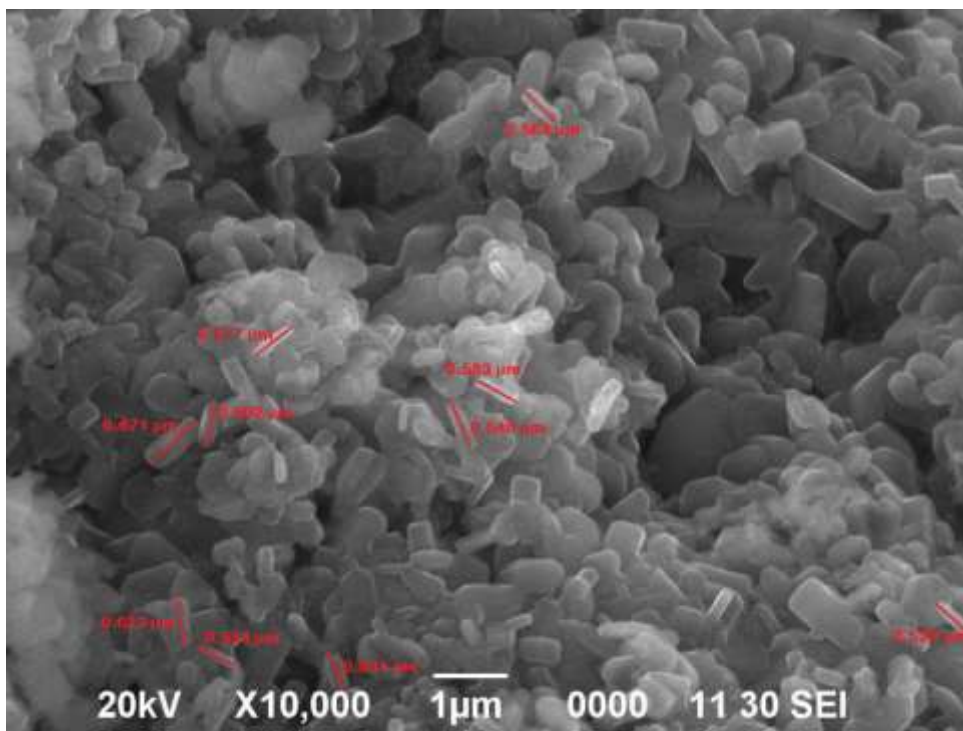
Analisis secara kuantitatif ukuran partikel dari sampel diketahui dengan menggunakan *Software ImageJ*.

➤ Ukuran Partikel MgB_2 dengan Temperatur *Sintering* $600^\circ C$



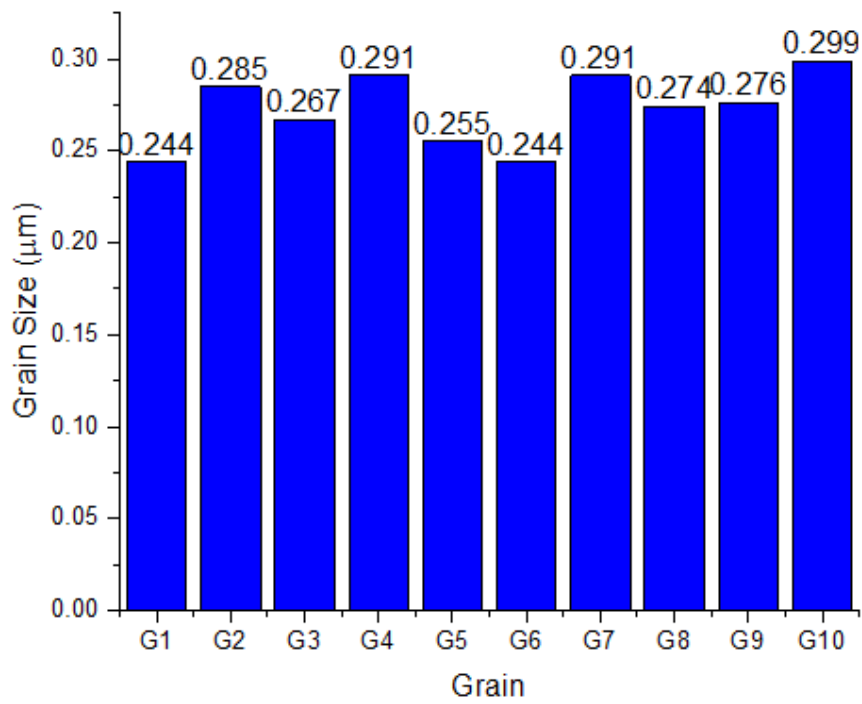
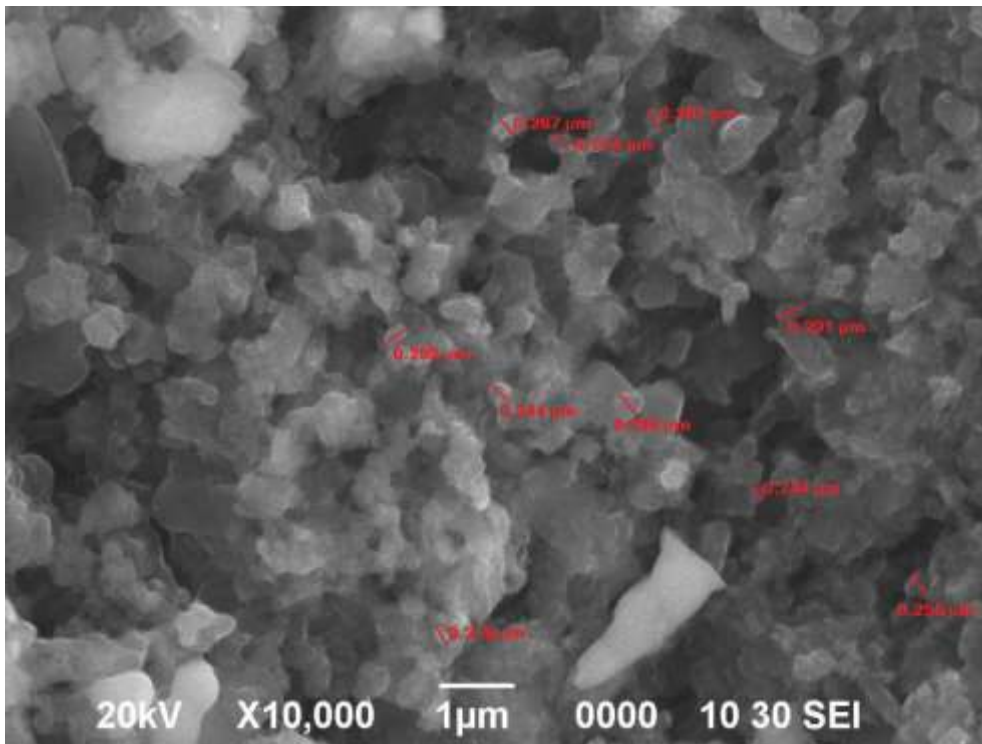


➤ Ukuran Partikel MgB_2 dengan Temperatur *Sintering* $800^\circ C$



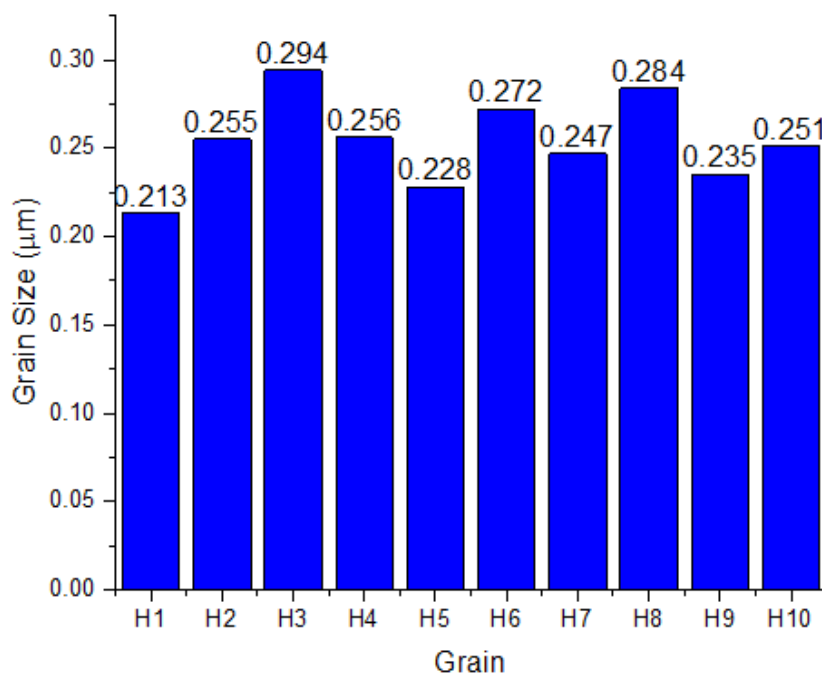
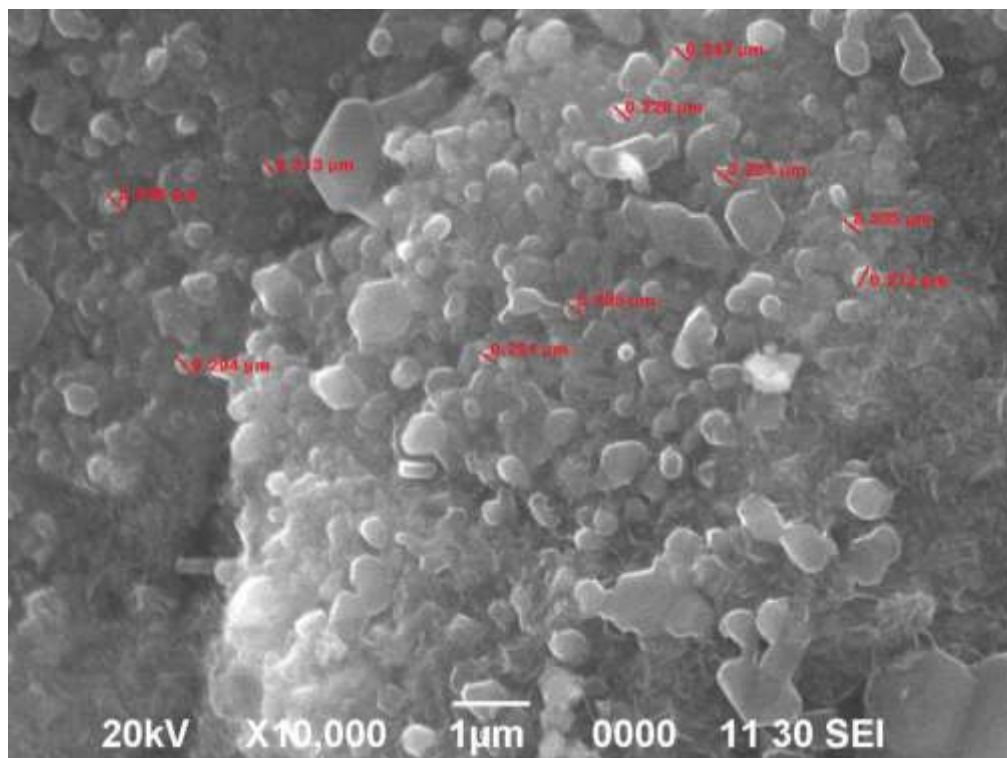


➤ **Ukuran Partikel MgB_2 dengan Temperatur *Sintering* 850°C**





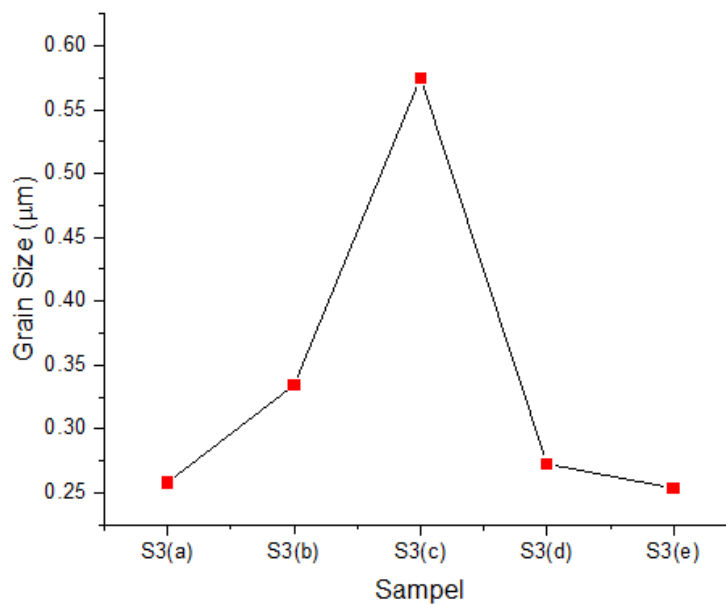
➤ Ukuran Partikel MgB_2 dengan Temperatur *Sintering* $900^\circ C$





Ukuran partikel dari sampel MgB_2 dengan menggunakan variasi temperatur *sintering*:

Partikel Ke-	Ukuran Partikel (μm)				
	Sintering 600°C	Sintering 700°C	Sintering 800°C	Sintering 850°C	Sintering 900°C
1	0.294	0.328	0.623	0.244	0.213
2	0.247	0.302	0.577	0.285	0.255
3	0.283	0.336	0.592	0.267	0.294
4	0.263	0.33	0.563	0.291	0.256
5	0.219	0.385	0.583	0.255	0.228
6	0.265	0.322	0.534	0.244	0.272
7	0.238	0.319	0.546	0.291	0.247
8	0.265	0.307	0.529	0.274	0.284
9	0.264	0.359	0.671	0.276	0.235
10	0.244	0.355	0.531	0.299	0.251
Rata-rata	0.2582	0.3343	0.5749	0.2726	0.2535



Grafik Rerata Ukuran Partikel MgB_2 Tahap II

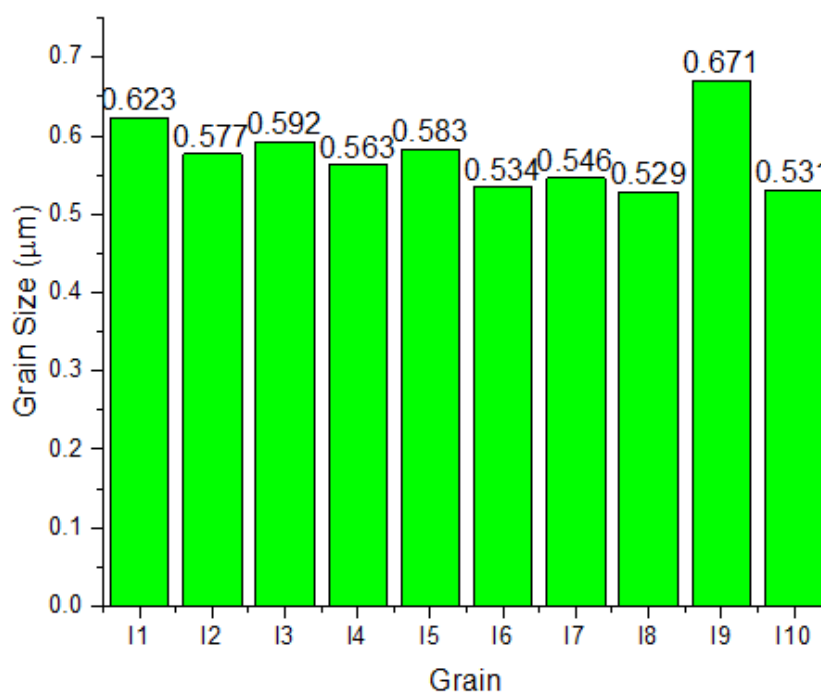
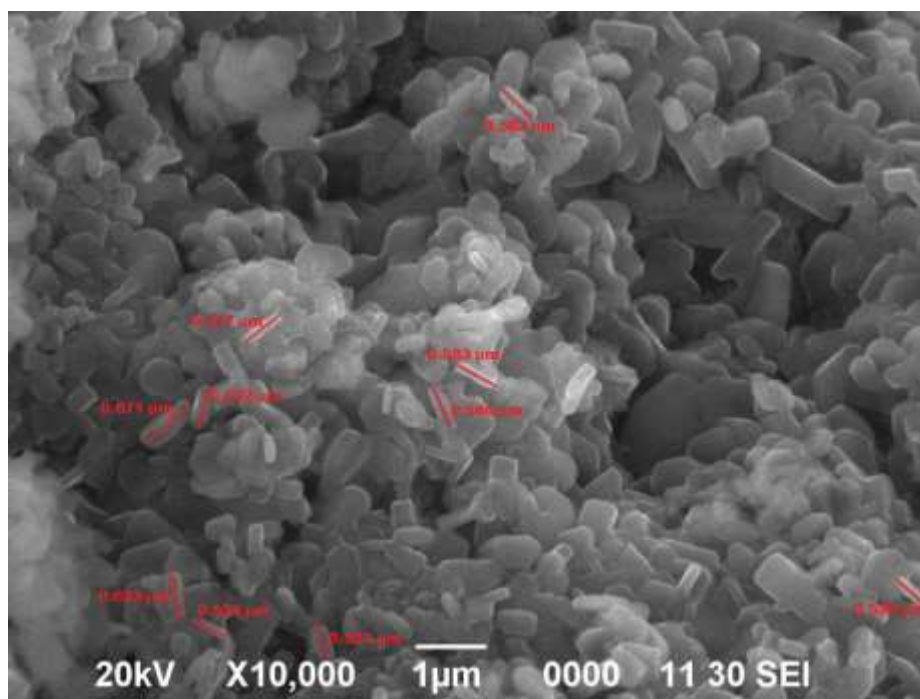
S3(a) = Temperatur *Sintering* 600°C
S3(b) = Temperatur *Sintering* 700°C
S3(c) = Temperatur *Sintering* 800°C
S3(d) = Temperatur *Sintering* 850°C
S3(e) = Temperatur *Sintering* 900°C



Hasil Analisis Kuantitatif Ukuran Partikel Sampel MgB_2 Tahap III (Variasi Doping CNT)

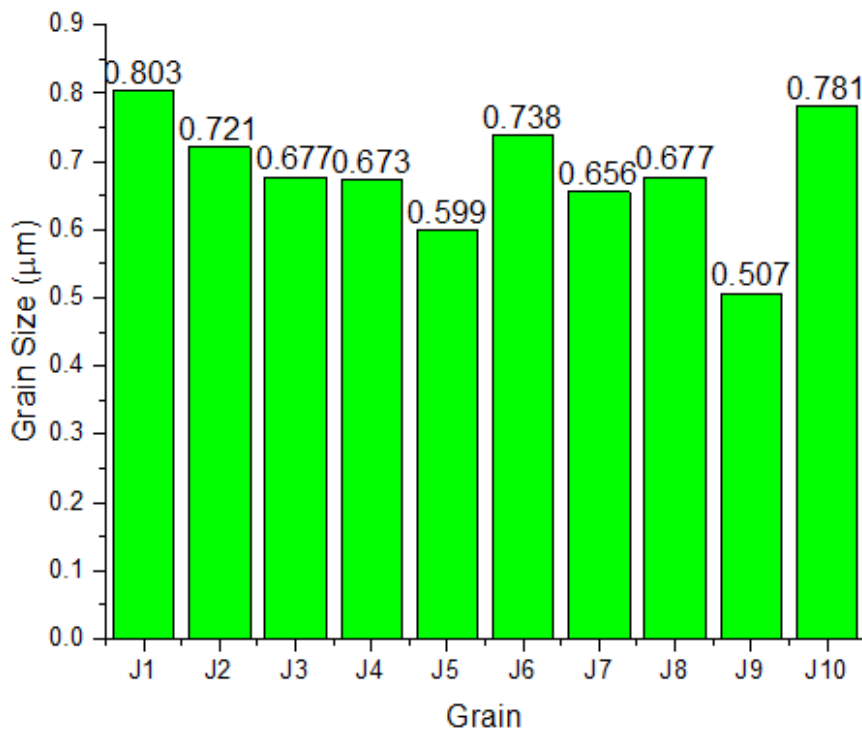
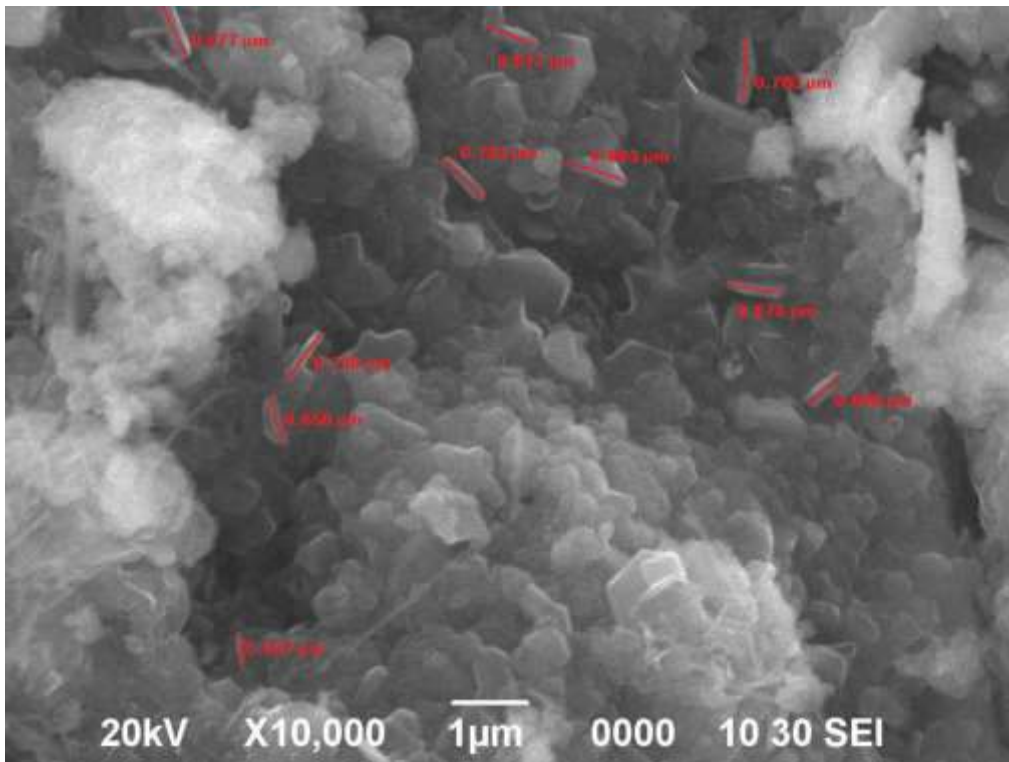
Analisis secara kuantitatif ukuran partikel dari sampel diketahui dengan menggunakan *Software ImageJ*.

➤ Ukuran Partikel MgB_2 Doping CNT 0%



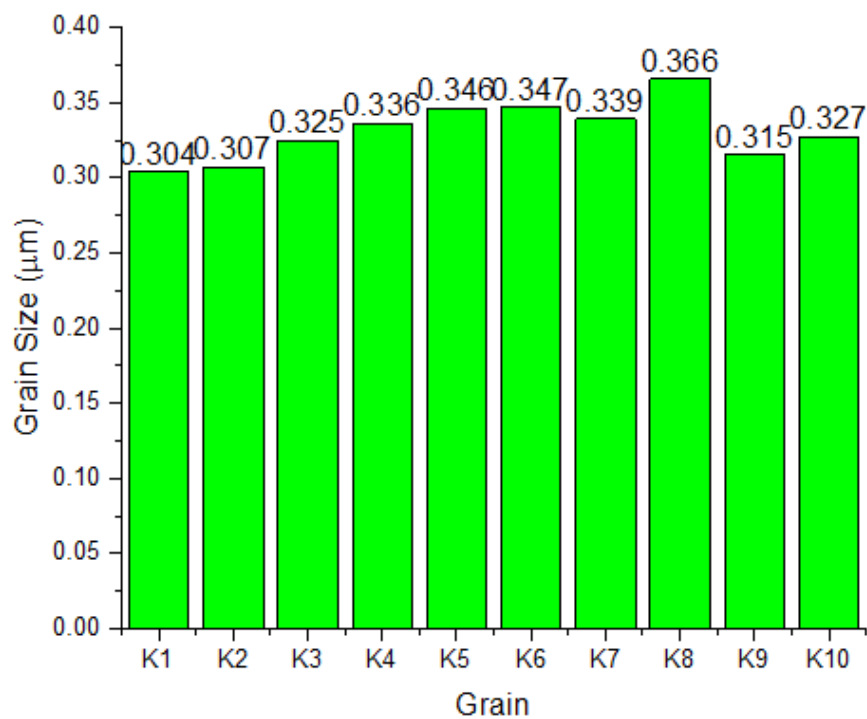
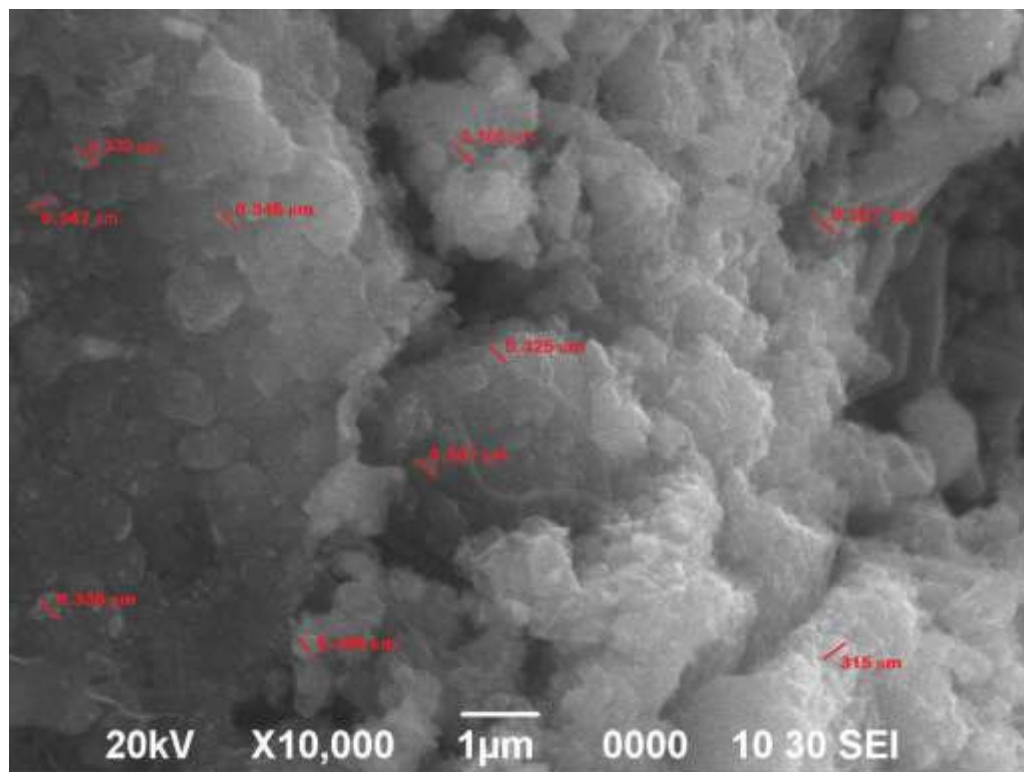


➤ **Ukuran Partikel MgB_2 Doping CNT 5%**





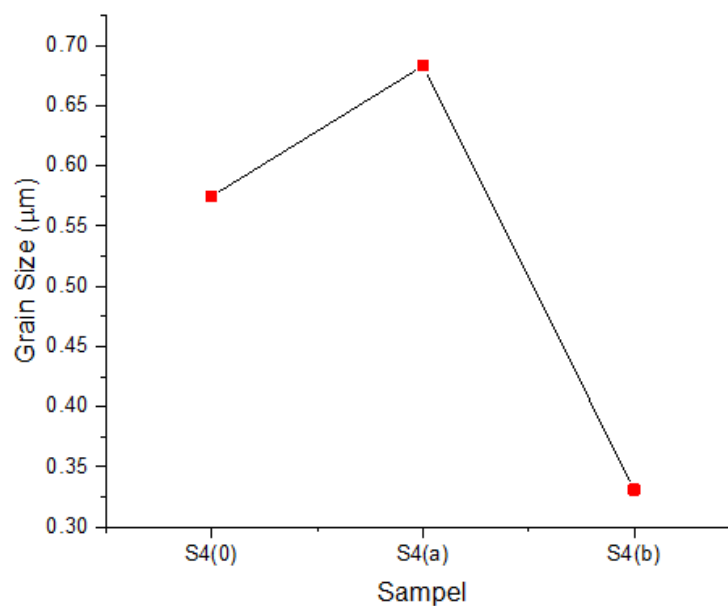
➤ **Ukuran Partikel MgB_2 Doping CNT 10%**





Ukuran partikel dari sampel MgB_2 dengan menggunakan variasi *doping* CNT:

Partikel Ke-	Ukuran Partikel (μm)		
	Doping CNT 0%	Doping CNT 5%	Doping CNT 10%
1	0.623	0.803	0.304
2	0.577	0.721	0.307
3	0.592	0.677	0.325
4	0.563	0.673	0.336
5	0.583	0.599	0.346
6	0.534	0.738	0.347
7	0.546	0.656	0.339
8	0.529	0.677	0.366
9	0.671	0.507	0.315
10	0.531	0.781	0.327
Rata-rata	0.5749	0.6832	0.3312



Grafik Rerata Ukuran Partikel MgB_2 Tahap III

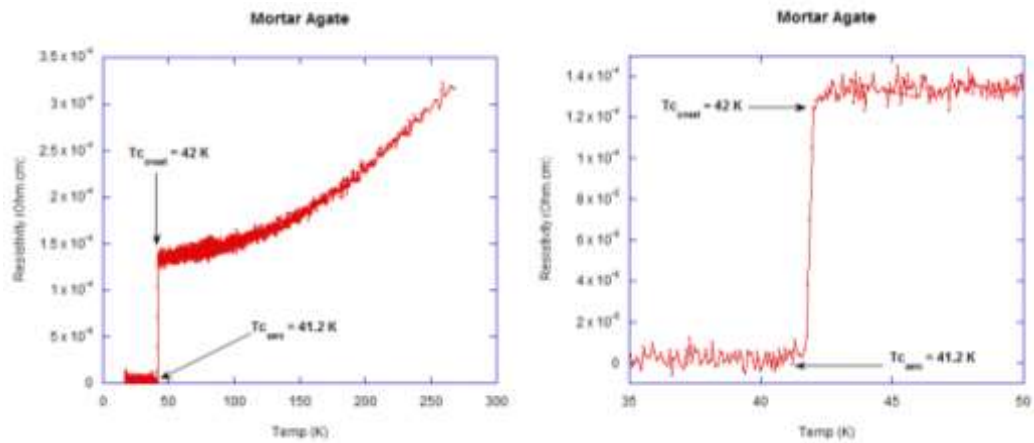
S4(0) = *Doping* CNT 0%
S4(a) = *Doping* CNT 5%
S4(b) = *Doping* CNT 10%

LAMPIRAN 6

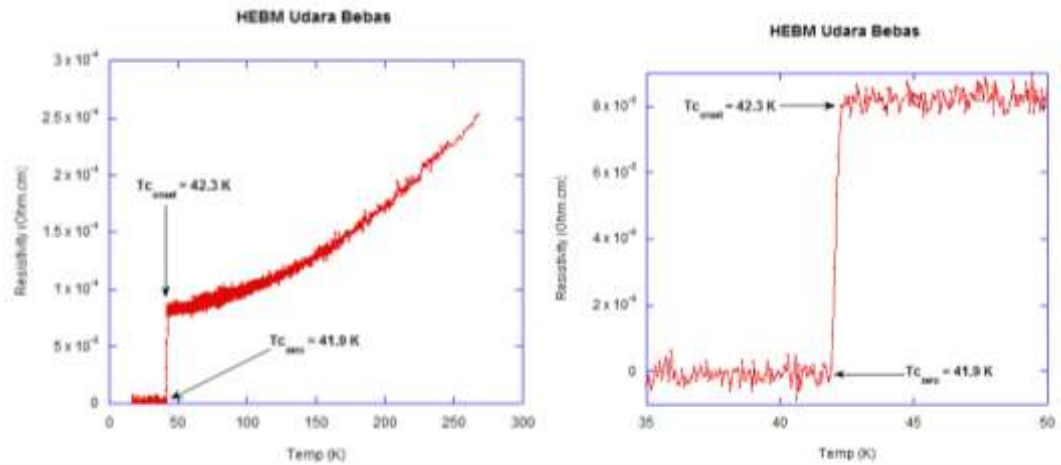
Hasil Uji *Cryogenic Magnet*

Hasil Analisis Uji *Cryogenic Magnet* pada MgB_2 Tahap I (3 Metode *Milling* Berbeda)

➤ *Resistivity* MgB_2 dengan Metode Mortar Agate

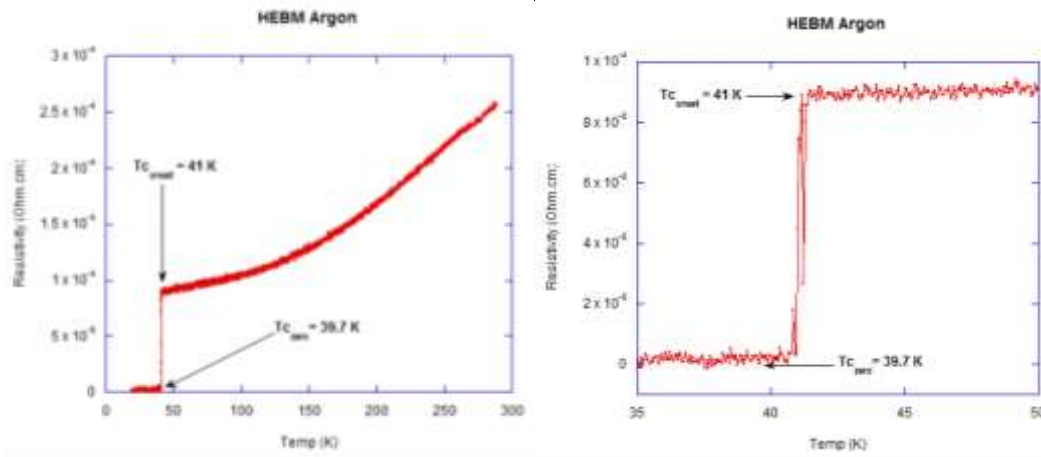


➤ *Resistivity* MgB_2 dengan Metode HEBM Udara Bebas





➤ **Resistivity MgB₂ dengan Metode HEBM Argon**



Temperatur Kritis (Tc) dari MgB₂ Tahap I (3 Metode *Milling* Berbeda):

Metode	T _{c_{onset}} (K)	T _{c_{zero}} (K)	Δρ (K)
Mortar Agate	42	41.2	0.8
HEBM Udara Bebas	42.3	41.9	0.4
HEBM Argon	41	39.7	1.3

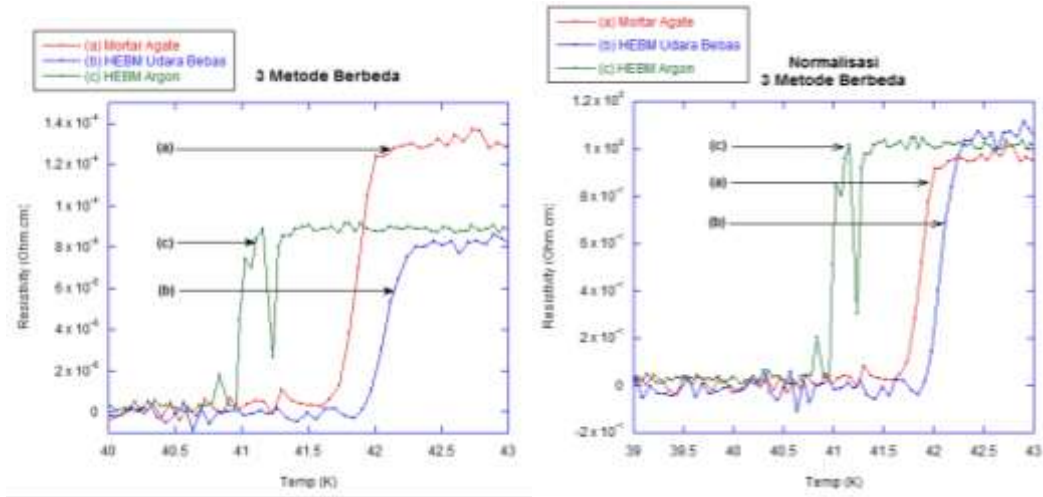
Residual Resistivity Ratio (RRR) dari MgB₂ Tahap I (3 Metode *Milling* Berbeda):

$$RRR = \frac{\rho(250K)}{\rho(45K)}$$

Metode	ρ (250 K) (Ohm.cm)	ρ (45 K) (Ohm.cm)	RRR
Mortar Agate	0.00029545	0.00013207	2.237
HEBM Udara Bebas	0.00022636	0.000083775	2.702
HEBM Argon	0.0002169	0.000091062	2.382

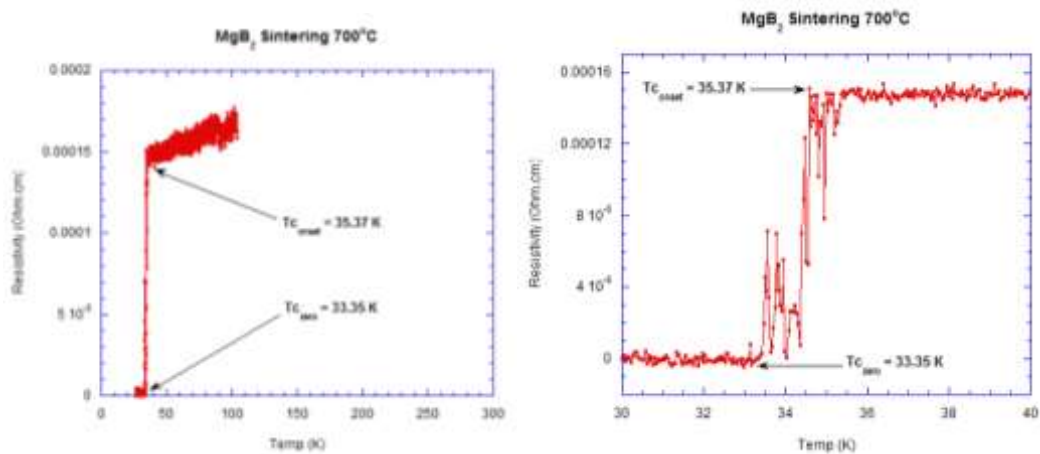


Grafik Perbandingan *Resistivity* Sampel MgB_2 Tahap I (3 Metode *Milling* Berbeda):



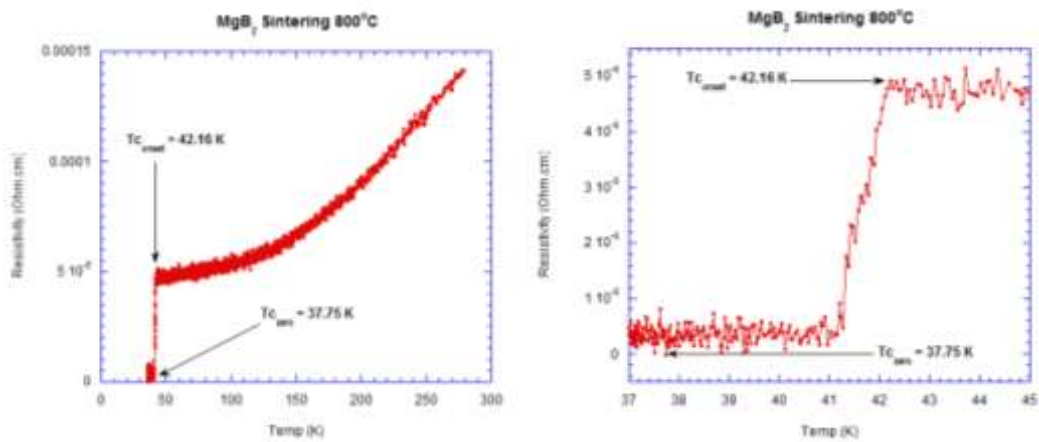
Hasil Analisis Uji *Cryogenic Magnet* pada MgB_2 Tahap II (Variasi Temperatur *Sintering*)

➤ *Resistivity* MgB_2 dengan Temperatur *Sintering* $700^\circ C$

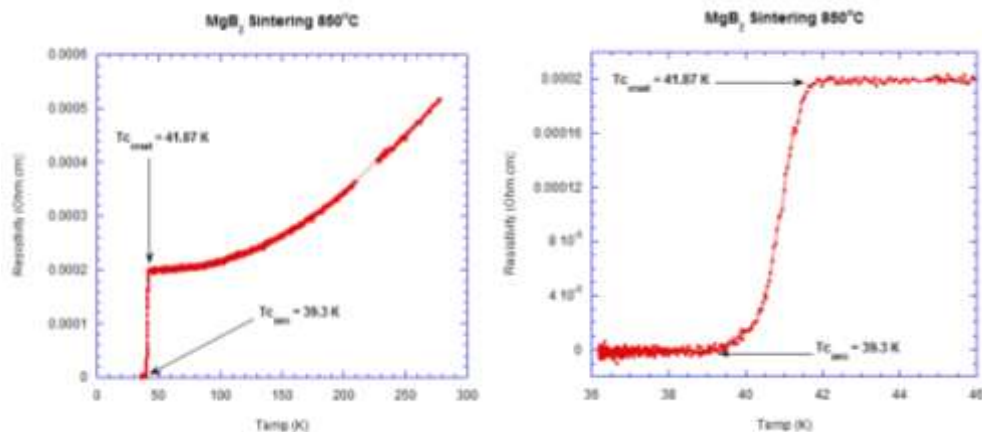




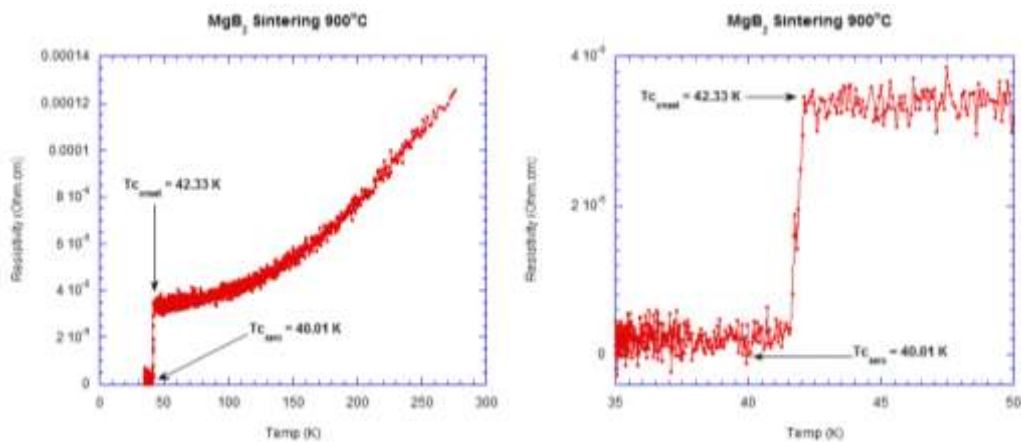
➤ **Resistivity MgB₂ dengan Temperatur Sintering 800°C**



➤ **Resistivity MgB₂ dengan Temperatur Sintering 850°C**



➤ **Resistivity MgB₂ dengan Temperatur Sintering 900°C**





Temperatur Kritis (T_c) dari MgB_2 Tahap II (Variasi Temperatur *Sintering*):

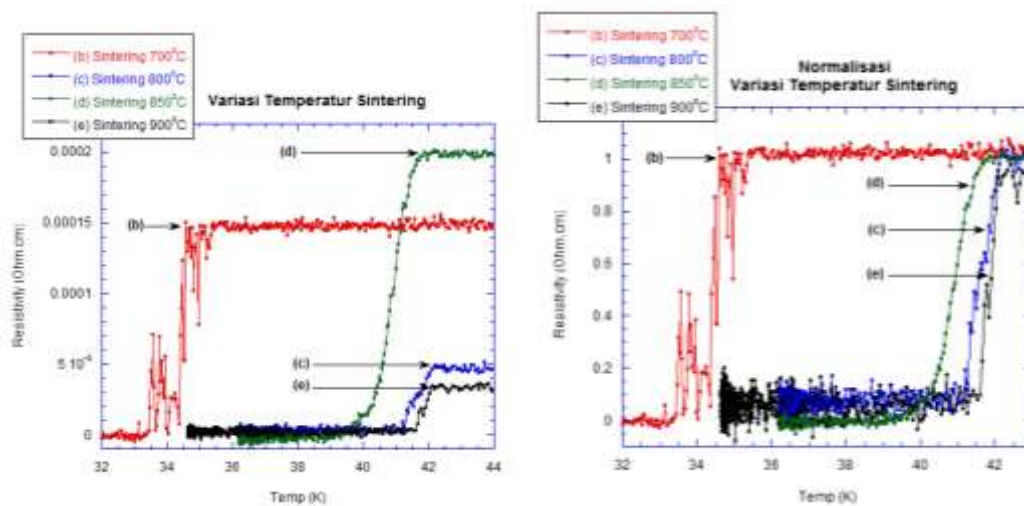
Temp. Sintering	$T_{c_{onset}}$ (K)	$T_{c_{zero}}$ (K)	$\Delta\rho$ (K)
600°C	-	-	-
700°C	35.37	33.35	2.02
800°C	42.16	37.75	4.41
850°C	41.87	39.3	2.57
900°C	42.33	40.01	2.32

Residual Resistivity Ratio (RRR) dari MgB_2 Tahap II (Variasi Temperatur *Sintering*):

$$RRR = \frac{\rho(250K)}{\rho(45K)}$$

Temp. Sintering	ρ (250 K) (Ohm.cm)	ρ (45 K) (Ohm.cm)	RRR
600°C	-	-	-
700°C	-	-	-
800°C	0.00012133	0.000047293	2.565
850°C	0.00044981	0.00019736	2.279
900°C	0.00011292	0.000036079	3.129

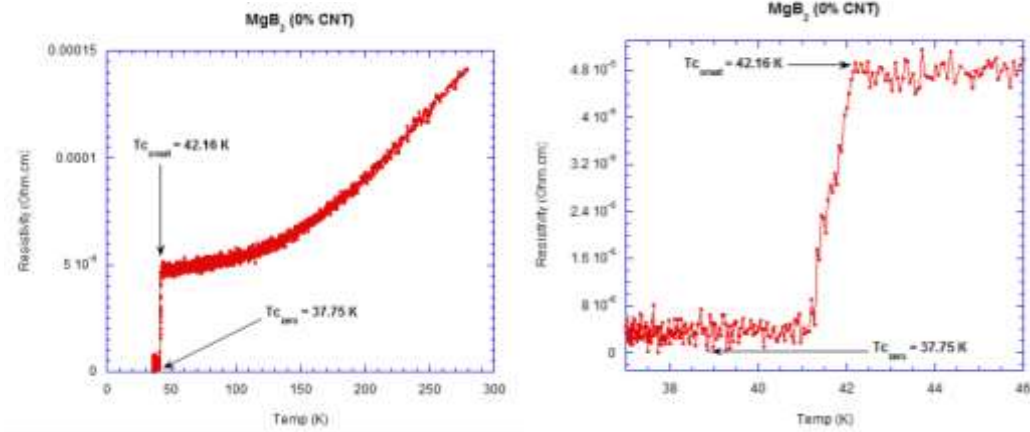
Grafik Perbandingan *Resistivity* Sampel MgB_2 Tahap II (Variasi Temperatur *Sintering*):



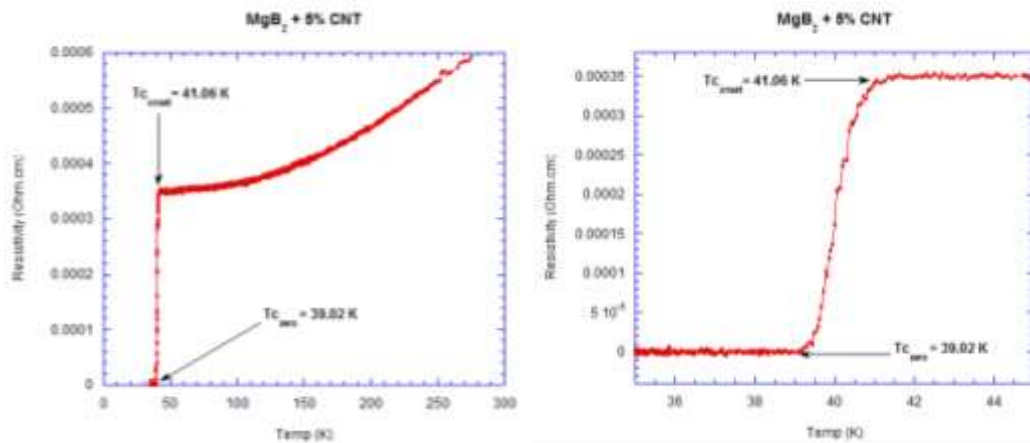


Hasil Analisis Uji *Cryogenic Magnet* pada MgB_2 Tahap III (Variasi *Doping* CNT)

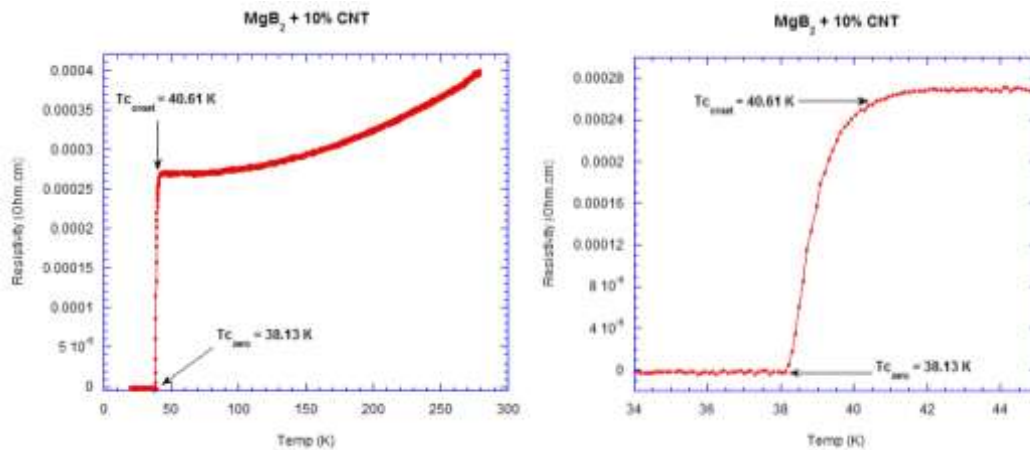
➤ *Resistivity* MgB_2 dengan *Doping* CNT 0%



➤ *Resistivity* MgB_2 dengan *Doping* CNT 5%



➤ *Resistivity* MgB_2 dengan *Doping* CNT 10%





Temperatur Kritis (T_c) dari MgB_2 Tahap III (Variasi *Doping* CNT):

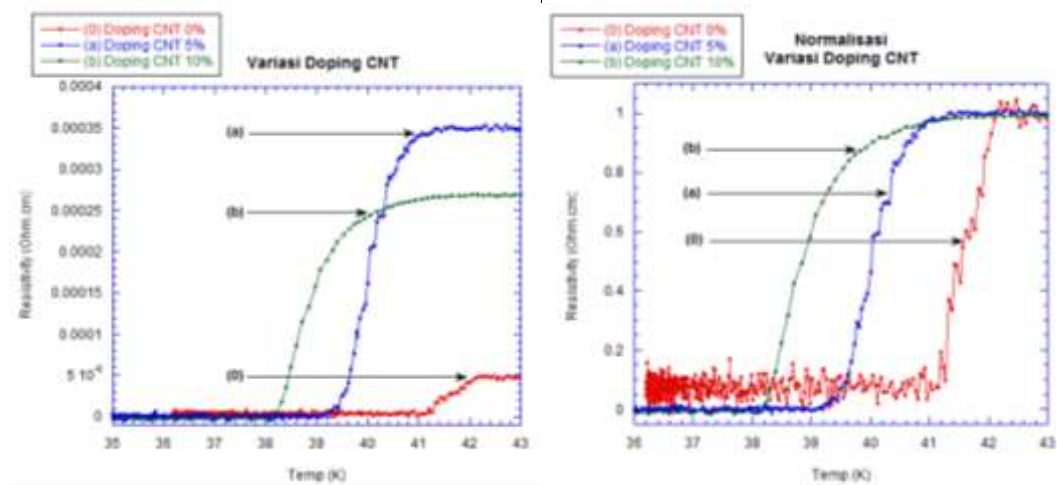
Doping	T_{conset} (K)	T_{czero} (K)	$\Delta\rho$ (K)
CNT 0%	42.16	37.75	4.41
CNT 5%	41.06	39.02	2.04
CNT 10%	40.61	38.13	2.48

Residual Resistivity Ratio (RRR) dari MgB_2 Tahap III (Variasi *Doping* CNT):

$$RRR = \frac{\rho(250K)}{\rho(45K)}$$

Doping	ρ (250 K) (Ohm.cm)	ρ (45 K) (Ohm.cm)	RRR
CNT 0%	0.00012133	0.000047293	2.565
CNT 5%	0.00054817	0.00034865	1.572
CNT 10%	0.00036553	0.00027142	1.346

Grafik Perbandingan *Resistivity* Sampel MgB_2 Tahap III (Variasi *Doping* CNT):





“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Yulia Puspa Dewi lahir di Jombang, Jawa Timur pada tanggal 25 Juli 1994. Penulis mengenyam pendidikan wajib di MI Al-Hidayah Pagotan, MTs Al-Hidayah Pagotan, dan MAN Jombang.

Setelah lulus SMA pada tahun 2012, penulis melanjutkan studi di Universitas Airlangga (UNAIR) program studi S1 Fisika hingga 2016. Semasa di UNAIR, penulis mengambil konsentrasi Kelompok Bidang Keahlian (KBK) Fisika Material serta aktif di kegiatan Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) dan Forum Mahasiswa Fisika Jawa Timur (FORMASI). Penulis kemudian melanjutkan studi program Pascasarjana dan terdaftar sebagai Mahasiswa Pascasarjana di Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) program studi S2 Teknik Material dan Metalurgi pada tahun 2016 periode semester Genap. Penulis melakukan kerjasama penelitian dengan Pusat Penelitian Metalurgi dan Material (P2MM), Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Tangerang Selatan dengan Tesis berjudul Analisis Pengaruh Metode Pembuatan, Temperatur *Sintering* dan *Doping Carbon Nanotubes* pada Mikrostruktur dan Superkonduktivitas MgB_2 . Kritik dan saran dalam penulisan dan konten pada laporan ini dapat dikirim melalui surat elektronik pada yupuz@yahoo.com.