



TUGAS AKHIR – SF 184801

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
SUPERKONDUKTOR $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x=0,5$ dan $0,75$)**

**Cindy Mulya Arista
NRP. 0111154000049**

**Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Darminto, M.Sc.
Dr. Agung Imaduddin, M.Eng.**

**DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS SAINS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019**



TUGAS AKHIR – SF 184801

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
SUPERKONDUKTOR $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x=0,5$ dan $0,75$)**

Cindy Mulya Arista
NRP. 01111540000049

Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Darminto, M.Sc.
NIP. 19600303 198701 1 002

Dr. Agung Imaduddin, M.Eng.
NIP. 19711213 199803 1 003

DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS SAINS
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



FINAL PROJECT – SF 184801

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF
 $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0.5$ and 0.75) SUPERCONDUCTORS**

Cindy Mulya Arista
NRP. 01111540000049

Supervisor
Prof. Dr. Darminto, M.Sc.
NIP. 19600303 198701 1 002

Dr. Agung Imaduddin, M.Eng.
NIP. 19711213 199803 1 003

DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF SCIENCE
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SUPERKONDUKTOR $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x=0,5$ dan $0,75$)

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana Sains
pada

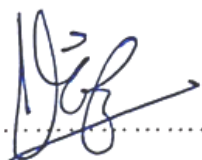
Bidang Studi Fisika Material
Program Studi S1 Departemen Fisika
Fakultas Sains
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

Cindy Mulya Arista
01111540000049

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

Prof. Dr. Darminto, M.Sc.
NIP. 19600303 198701 1 002

(.....


Dr. Agung Imaduddin, M.Eng.
NIP. 19711213 199803 1 003

(.....




“Halaman ini sengaja dikosongkan”

Sintesis dan Karakterisasi Superkonduktor $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x=0,5$ dan $0,75$)

Nama Mahasiswa : Cindy Mulya Arista
NRP : 01111540000049
Departemen : Fisika F. SAINS-ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Darminto, Dr. Agung
Imaduddin, M.Eng.

Abstrak

Superkonduktor merupakan material yang dapat menghantarkan arus listrik tanpa adanya hambatan ($\rho=0$) di bawah temperatur kritis (T_c) tertentu. Di antara superkonduktor berstruktur sederhana dan *non-arsenic* yaitu berbasis besi (FeSe), dimana nilai temperatur kritis (T_c) nya dapat ditingkatkan dengan *doping* Telurium. Material superkonduktor $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x=0,5$ dan $0,75$) telah berhasil disintesis dengan metode *solid-state reaction* dengan bahan dasar serbuk Besi (Fe), Selenium (Se), dan Telurium (Te). Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh komposisi *doping* Telurium dan temperatur *sintering* terhadap struktur dan fasa yang terbentuk, morfologi permukaan dan komposisi unsur serta sifat superkonduktivitas. Proses *sintering* dilakukan dalam kondisi vakum dengan variasi suhu 750°C dan 800°C dan dilanjutkan dengan proses kompaksi. Karakterisasi sampel meliputi pengujian XRD, SEM, dan Resistivitas sebagai fungsi suhu. Hasil karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa terbentuk fasa superkonduktor $\beta\text{-FeSe}$ dengan struktur kristal tetragonal pada masing-masing variasi. Citra morfologi SEM memperlihatkan superkonduktor $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ berupa granula yang teraglomerasi dan hasil EDX menunjukkan

unsur besi (Fe) berlebih pada dua sampel untuk variasi *doping* Telurium. Sedangkan dari hasil karakterisasi resistivitas sebagai fungsi suhu didapatkan bahwa nilai suhu kritis sebesar 13 K dengan *doping* Telurium sebesar 75%.

Kata kunci : $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$, resistivitas, *sintering*, temperatur kritis.

Synthesis and Characterization of $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x=0.5$ and 0.75) Superconductors

Name : Cindy Mulya Arista
NRP : 01111540000049
Department : Physics, F. SCIENCE-ITS
Supervisors : Prof. Dr. Darminto, Dr. Agung
Imaduddin, M.Eng.

Abstract

Superconductors are materials that can conduct electric current without any resistivity ($\rho = 0$) below a certain critical temperature (T_c). Among simple and non-arsenic superconductors are iron based (FeSe), where the critical temperature (T_c) can be increased by tellurium (Te) doping. The $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0.5$ and 0.75) superconductors were successfully synthesized by solid-state reaction method with the basic ingredients of iron (Fe), selenium (Se), and tellurium (Te) powders. The purpose of this research was to determine the effect of Te doping composition and sintering temperature variations on the formed structure and phase, surface morphology, and superconductivity properties. The sintering process was carried out in a vacuum with a temperature variation of 750°C and 800°C and followed by a compacting process. Sample characterization by XRD, SEM, and resistivity as a function of temperature were carried out. The result of characterization with XRD shows the superconducting phase structure of $\beta\text{-FeSe}$ with tetragonal crystal structure in each variation. The morphological image of SEM shows that $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ superconductors consists of agglomerated granules and EDX results shows that iron (Fe) is

excessive in two samples for variations of Te doping. Meanwhile, from the characterization of resistivity as a function of temperature has been obtained critical temperature of 13 K for 75% Te – doped sample.

Keywords : *Critical temperature, $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$, resistivity, sintering.*

KATA PENGANTAR



Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, nikmat, dan hidayah-Nya, serta shalawat dan salam penulis hadiahkan kepada suri tauladan Rasulullah Muhammad SAW, sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Superkonduktor $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x=0,5$ dan $0,75$)**”. Laporan Tugas Akhir ini penulis susun untuk memenuhi persyaratan menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) di Departemen Fisika, Fakultas Sains, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Penulisan laporan Tugas Akhir ini tidak terlepas dari dukungan, bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak sehingga penulis bisa menyelesaikan penelitian serta penyusunan laporan dengan baik. Maka dari itu penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada:

1. Prof. Dr. Darminto, M.Sc. selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang telah memberikan ilmu, pengalaman, pengarahan dan bimbingan selama proses karakterisasi penelitian dan penyusunan laporan.
2. Dr. Agung Imaduddin, M.Eng. selaku dosen pembimbing di P2MM-LIPI yang telah memberikan ilmu, pengalaman, pengarahan juga bimbingan selama proses sintesis dan pengambilan data penelitian.
3. Kedua orang tua yaitu Bapak Musmuliadi dan Ibu Darminingsih, Mas David dan seluruh keluarga yang selalu mendukung dan mendoakan penulis.
4. Bapak Malik Anjelh Baqiya, S.Si.,M.Si.,Ph.D selaku dosen pembimbing kerja praktek yang telah membantu penulis untuk mendapatkan data penelitian untuk Tugas Akhir juga telah memberikan ilmu, saran dan bimbingan.

5. Bapak Sigit yang telah mengajarkan *software gsas* juga memberikan saran dan bimbingan.
6. Teman-teman seperjuangan di gedung P2MM-LIPI Serpong yaitu Sarah, Ilham, Vera, Mutia, Farhan, Erik, Maya dan Mas Wahyu yang menjadi teman belajar untuk bertukar ilmu.
7. Lora yang telah meluangkan waktunya untuk mengajarkan *software Match!* dan *Origin*.
8. Teman-teman Fisika ITS 2015 yang memberi dukungan, doa dan semangat.
9. Dan semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari dalam penulisan laporan Tugas Akhir ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun untuk perbaikan kedepannya. Akhir kata, semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis, berbagai pihak yang membacanya serta bisa menjadi referensi untuk pengembangan ilmu di bidang Fisika Material.

Surabaya, Juli 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xix
BAB I	
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	5
1.6 Sistematika Penulisan.....	5
BAB II	
TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Bahan Superkonduktor	7
2.2 Karakteristik Superkonduktor	9
2.3 Superkonduktor FeSe	13
2.4 Superkonduktor Fe(Se,Te)	19
BAB III	
METODOLOGI.....	27
3.1 Waktu dan Tempat Pengambilan Data	27
3.2 Alat dan Bahan.....	
3.2.1 Alat.....	27
3.2.2 Bahan.....	27
3.3 Langkah Kerja.....	27
3.3.1 Preparasi Sampel	27

3.3.2 Sintesis Sampel	29
3.3.3 <i>Sintering</i> Sampel	30
3.3.4 Kompaksi Sampel.....	33
3.4 Karakterisasi Sampel	34
3.4.1 <i>X-Ray Diffarction</i> (XRD)	34
3.4.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)-EDX	36
3.4.3 Resistivitas sebagai Fungsi Suhu	37
3.5 Diagram Alir Penelitian	39
BAB IV	
HASIL DAN PEMBAHASAN	41
4.1 Analisis Struktur dan Fasa dengan XRD.....	41
4.2 Analisis Morfologi dan Komposisi Unsur dengan SEM- EDX	46
4.3 Analisis Resistivitas sebagai Fungsi Suhu dengan <i>Cryogenic Magnet</i>	52
BAB V	
KESIMPULAN DAN SARAN	55
5.1 Kesimpulan.....	55
5.2 Saran	55
DAFTAR PUSTAKA	57
LAMPIRAN	61
BIODATA PENULIS	84

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Timeline penemuan material superkonduktor	9
Gambar 2.2 Ketergantungan suhu terhadap resistivitas superkonduktor Merkuri (Hg)	10
Gambar 2.3 Efek <i>Meissner</i>	12
Gambar 2.4 Struktur berlapis dari fasa “1111”, “122”, “111” dan “11”	14
Gambar 2.5 Struktur kristal superkonduktor FeSe.....	15
Gambar 2.6 Diagram fase biner Fe-Se	17
Gambar 2.7 (a) Struktur FeSe dengan parameter kisi <i>a</i> dan <i>c</i> , (b) Nilai parameter kisi dalam kondisi standar	18
Gambar 2.8 Diagram fase $\text{Fe}_{1+d}\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$	21
Gambar 2.9 Ketergantungan resistivitas terhadap suhu untuk $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$	22
Gambar 2.10 Superkonduktivitas pada FeTe dan FeSe	22
Gambar 2.11 Diagram Fase Se-Te.....	23
Gambar 2.12 Pola XRD Fe-Se-Te <i>bulks</i>	25
Gambar 3.1 Proses penimbangan material	29
Gambar 3.2 Proses sintesis serbuk (Se,Te) dan Fe(Se,Te).....	30
Gambar 3.3 (a) Proses <i>sintering</i> (Se,Te) dan Fe(Se,Te), (b) Hasil <i>sintering</i> Fe(Se,Te).....	32
Gambar 3.4 (a) Proses kompaksi serbuk Fe(Se,Te), (b) Pelet Fe(Se,Te)	33
Gambar 3.5 Karakterisasi dengan XRD	35
Gambar 3.6 Karakterisasi dengan SEM	36
Gambar 3.7 Karakterisasi dengan <i>Cryogenic Magnet</i> (a) <i>Cryogenic Magnet</i> , (b)Sampel Pengujian	38
Gambar 3.8 Skema Pengukuran <i>Resistivity</i>	38
Gambar 3.9 Diagram Alir Sintesis Fe(Se,Te).....	40

Gambar 4.1 Pola XRD Fe(Se,Te) dengan variasi komposisi <i>doping</i> Telurium ($T_{sintering}$ 750 $^{\circ}$ C)	41
Gambar 4.2 Pola XRD Fe(Se,Te) dengan variasi temperatur <i>sintering</i>	43
Gambar 4.3 Hasil Karakterisasi SEM perbesaran 30.000x (a) $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ dan (b) $FeSe_{0,25}Te_{0,75}$ ($T_{sintering}$ 750 $^{\circ}$ C).....	48
Gambar 4.4 (a) Hasil <i>mapping</i> $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$ ($T_{sintering}$ 750 $^{\circ}$ C).....	50
Gambar 4.4 (b) Hasil <i>mapping</i> $FeSe_{0,25}Te_{0,75}$ ($T_{sintering}$ 750 $^{\circ}$ C).....	51
Gambar 4.5 Grafik hubungan antara resistivitas terhadap suhu (a) $FeSe_{0,5}Te_{0,5}$, (b) $FeSe_{0,25}Te_{0,75}$ ($T_{sintering}$ 750 $^{\circ}$ C).....	53

DAFTAR TABEL

Tabel 3. 1 Variasi Komposisi Sampel.....	28
Tabel 3. 2 Massa Fe(Se,Te) masing-masing sampel.....	28
Tabel 4. 1 Nilai parameter kisi pada Superkonduktor Fe(Se,Te).....	45
Tabel 4. 2 Komposisi fasa pada Superkonduktor Fe(Se,Te).....	45
Tabel 4. 3 Hasil EDX Sampel Superkonduktor Fe(Se,Te).....	49
Tabel 1. 1 Perhitungan Komposisi Unsur Teoritis.....	62
Tabel 2. 1 Data <i>Logbook</i> Luas dan Panjang Sampel.....	65

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Stokiometri dan Komposisi	
Unsur Teoritis.....	61
Lampiran 2 Perhitungan Tekanan Mesin <i>Press</i>	64
Lampiran 3 Pengukuran Resistivitas sebagai Fungsi	
Suhu	65
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi dengan XRD	67
Lampiran 5 Hasil <i>Refinement</i> menggunakan <i>software</i>	
<i>gsas</i> dan perhitungan parameter kisi dengan	
<i>software cellcalc</i>	69
Lampiran 6 Hasil Karakterisasi dengan SEM-EDX	75
Lampiran 7 Alat dan Bahan Penelitian	81

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring memasuki Revolusi Industri 4.0 ketergantungan manusia terhadap teknologi sangatlah tinggi. Hal ini disebabkan teknologi dapat meningkatkan efisiensi waktu dan tenaga manusia. Salah satunya di bidang teknologi transportasi yaitu kereta api super cepat *The Yamanashi MLX01 MagLev Train* di Jepang. Prinsip kerjanya memanfaatkan efek *Meissner* oleh material superkonduktor. Material superkonduktor ditemukan oleh Heike Kamerlingh Onnes pada tahun 1911. Bersamaan dengan perkembangan teknologi, penemuan tersebut membuka peluang aplikasi sangat luas yang bertujuan mendapatkan efisiensi energi juga biaya dalam jangka lama. Aplikasi material superkonduktor modern misalnya Niobium Titanium (NbTi) yang telah digunakan dalam teknologi kereta Maglev (*Magnetic Levitation*) di beberapa negara maju. Sedangkan untuk aplikasi dalam bidang medis misalnya mesin MRI (*Magnetic Resonance Imaging*). Selain itu, aplikasi di bidang industri yaitu kabel distribusi listrik yang terbuat dari kawat HTS (*High Temperature Superconductor*) sudah diterapkan di Korea Selatan sejak tahun 2009 (Witha, 2018).

Superkonduktor menjadi topik menarik yang terus dikembangkan oleh para peneliti dunia hingga saat ini karena sifatnya yang memiliki hambatan listrik bernilai nol, sehingga arus dapat mengalir tanpa kehilangan energi sedikitpun. Dengan begitu kawat superkonduktor tidak akan menjadi panas dengan lewatnya arus listrik. Selain itu superkonduktor merupakan material diamagnetisme. Pemanfaatan material superkonduktor dalam aplikasi sehari-hari tidaklah mudah karena faktanya, superkonduktivitas suatu material baru muncul pada suhu yang sangat rendah, jauh di bawah 0°C (273 K). Sehingga, penghematan pemakaian daya listrik masih harus bersaing dengan biaya pendinginan yang harus dilakukan. Oleh karena itu, para

ahli sampai sekarang terus berlomba-lomba menemukan material superkonduktor yang dapat beroperasi pada suhu tinggi, kalau bisa pada suhu kamar (Witha, 2018). Suatu superkonduktor dapat saja berupa suatu konduktor, semikonduktor ataupun suatu isolator pada keadaan ruang. Suhu dimana terjadi perubahan sifat konduktivitas menjadi superkonduktor disebut dengan temperatur kritis (T_c) (Ismunandar, 2004).

Pada umumnya besi diketahui sebagai material konduktor yang baik dan termasuk ferromagnetik. Namun dengan adanya penemuan superkonduktor berbasis besi yaitu FeSe dengan temperatur kritis (T_c) ~ 8 K dan struktur kristal tetragonal β -FeSe membuktikan bahwa besi dapat digunakan sebagai material superkonduktor (Hsu *et al*, 2008). Hal tersebut menjadi perhatian besar untuk penelitian dasar dan aplikasi praktis karena struktur kristalnya yang paling sederhana di antara semua superkonduktor berbasis besi serta toksisitas yang lebih rendah dibandingkan dengan besi-*pnictide* (Liu *et al*, 2016). Terdapat beberapa parameter yang digunakan untuk mengetahui sifat superkonduktivitas dari FeSe diantaranya temperatur kritis (T_c), mikrostruktur, rapat arus kritis (J_c) dan nilai suseptibilitas magnetik (χ_c). Material superkonduktor dapat dipadu dengan dopan untuk meningkatkan T_c . Dopan artinya menambahkan atau mensubstitusi atom-atom dopan ke dalam atom-atom asli superkonduktor. Temperatur kritis (T_c) pada FeSe dapat ditingkatkan menjadi 15,2 K dengan substitusi Te sebesar 50% di situs Se, dimana dengan pemberian dopan Te dalam FeSe mempengaruhi struktural dan peningkatan T_c (Yeh *et al*, 2008).

Penelitian sebelumnya dilakukan oleh Grivel *et al* pada tahun 2012 yang mensintesis superkonduktor Fe(Se,Te) dengan campuran bubuk Fe(99,9%, $<10\mu\text{m}$), Se(99,9%, -200 mesh) dan Te(99,99%, -325 mesh). Digunakan sampel Fe-Se-Te *ternary mixture*; Fe- $\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ *binary mixture*, $\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ terbungkus dalam selubung komposit logam (Cu / Nb) dan dua jenis besi dengan ukuran berbeda. Diperoleh hasil bahwa dengan menggunakan pra-paduan $\text{Se}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ yang *disintering* pada suhu 250°C selama 20

jam memungkinkan kontrol yang lebih baik dari reaksi meskipun homogenisasi juga terjadi pada fasa $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ sebagai konsekuensi dari kesetimbangan fase dari sistem $\text{Se}-\text{Te}$. Ukuran butir serbuk Fe awal tidak memiliki pengaruh pada reaksi untuk ukuran butir yang digunakan dalam penelitian ini (Grivel *et al*, 2012).

Penelitian juga dilakukan oleh Liu *et al* pada tahun 2016 yang mensintesis superkonduktor $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ menggunakan metode reaksi padatan dan dimasukkan dalam *quartz ampoule* dan disintering pada suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ diikuti *quenching* dengan air. Digunakan rasio komposisi stokiometri $\text{Fe}/\text{Se}/\text{Te}=1,1:0,5:0,5$. Berdasarkan penelitian ini diperoleh hasil bahwa untuk mencapai fasa $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dengan sifat superkonduktor yang tinggi, perlu untuk meningkatkan proses difusi selama *sintering*. Temperatur kritis (T_c) sampel yang disintering pada suhu $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 12 jam dengan proses *quenching* dan proses O_2 -*annealing* selama 24 jam yaitu di atas 14 K. Nilai T_c tersebut membuktikan bahwa fasa β -superkonduktor yang baik dapat diperoleh dalam kondisi *sintering* ini (Liu *et al*, 2016).

Kedua penelitian tersebut menjadi rujukan dilakukannya penelitian tugas akhir ini yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Superkonduktor $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0,5$ dan $0,75$)**” yang dikembangkan dari segi variasi komposisi *doping* Telurium yaitu $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$; $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$, variasi temperatur *sintering* yaitu 750°C ; 800°C dan metode pembuatan serta *sintering* dalam kondisi vakum. Besar harapan dapat mendapatkan sifat superkonduktivitas yang lebih baik.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang akan dibahas dalam penelitian ini sebagai berikut:

- a) Bagaimana pengaruh komposisi *doping* Telurium dan temperatur *sintering* terhadap struktur dan fasa

superkonduktor Fe(Se,Te) dengan kadar $\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0,5$ dan $0,75$).

- b) Bagaimana pengaruh komposisi *doping* Telurium terhadap morfologi permukaan serta komposisi unsur superkonduktor Fe(Se,Te) dengan kadar $\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0,5$ dan $0,75$).
- c) Bagaimana pengaruh komposisi *doping* Telurium terhadap sifat superkonduktivitas Fe(Se,Te) dengan kadar $\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0,5$ dan $0,75$) melalui uji resistivitas sebagai fungsi suhu.

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas, maka penelitian ini dilakukan dengan tujuan sebagai berikut:

- a) Mengetahui pengaruh komposisi *doping* Telurium dan temperatur *sintering* terhadap struktur dan fasa superkonduktor Fe(Se,Te) dengan kadar $\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0,5$ dan $0,75$).
- b) Mengetahui pengaruh komposisi *doping* Telurium terhadap morfologi permukaan serta komposisi unsur superkonduktor Fe(Se,Te) dengan kadar $\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0,5$ dan $0,75$).
- c) Mengetahui pengaruh komposisi *doping* Telurium terhadap sifat superkonduktivitas Fe(Se,Te) dengan kadar $\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0,5$ dan $0,75$) melalui uji resistivitas sebagai fungsi suhu.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a) Material superkonduktor yang digunakan adalah serbuk besi (Fe) 90%, serbuk Selenium (Se) 99% dan butiran Telurium (Te) 99% konvensional dengan perbandingan mol 1:0,5:0,5 dan 1:0,25:0,75.
- b) Sintesis penelitian menggunakan metode reaksi padatan dan proses *sintering*nya dalam kondisi vakum menggunakan *vaccum pump* pada suhu 750°C dan 800°C .

- c) Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis superkonduktor Fe(Se,Te) dalam skala laboratorium.
- d) Karakterisasi superkonduktor Fe(Se,Te) meliputi: uji XRD untuk mengetahui struktur kristal dan fasa yang terbentuk dari sampel, uji SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsur dari sampel, dan uji resistivitas sebagai fungsi suhu untuk analisis sifat superkonduktivitas melalui nilai temperatur kritis (T_c).
- e) Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada sudut pengujian 10^0 - 70^0 , karakterisasi resistivitas sebagai fungsi suhu dengan *Cryogenic Magnet* dilakukan pada suhu 300 K-7 K.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian tugas akhir ini adalah dapat memberikan informasi terkait pengaruh komposisi dan temperatur *sintering* pada mikrostruktur dan sifat superkonduktivitas Fe(Se,Te) dengan kadar $\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x = 0,5$ dan $0,75$). Selain itu, dapat dijadikan referensi untuk penelitian lanjutan dalam pengembangan aplikasi superkonduktor Fe(Se,Te).

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan yang digunakan penulis dalam penulisan laporan Tugas Akhir adalah sebagai berikut:

BAB I : Pendahuluan

Bab Pendahuluan dalam laporan Tugas Akhir ini berisi tentang latar belakang penelitian, rumusan masalah penelitian, tujuan penelitian, batasan masalah penelitian, manfaat penelitian, dan sistematika penulisan laporan penelitian.

BAB II : Tinjauan Pustaka

Bab Tinjauan Pustaka berisi tentang dasar teori sebagai acuan dan penunjang dari penelitian.

BAB III : Metodologi

Bab Metodologi berisi tentang waktu dan tempat penelitian, alat dan bahan, metodologi penelitian, karakterisasi dan diagram alir penelitian.

BAB IV : Analisis Data dan Pembahasan

Bab Analisis data dan Pembahasan berisi analisis data dan pembahasan tentang hasil dari penelitian yang dikorelasikan dengan dasar teori yang digunakan sebagai acuan dalam penelitian ini.

BAB V : Kesimpulan dan Saran

Bab Kesimpulan dan Saran yaitu berisi kesimpulan dari hasil analisis data dan pembahasan serta saran untuk memperbaiki, memperoleh hasil yang lebih baik dan mendukung penelitian selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bahan Superkonduktor

Superkonduktor adalah material yang dapat menghantarkan arus listrik tanpa adanya hambatan ($\rho=0$) sehingga dapat mengalirkan arus listrik tanpa kehilangan daya sedikitpun (Suprihatin, 2008). Superkonduktor tidak memiliki hambatan di bawah temperatur kritis (T_c) tertentu. Temperatur kritis (T_c) merupakan suhu dimana terjadi perubahan sifat konduktivitas menjadi superkonduktor. Pada keadaan suhu ruang, superkonduktor dapat berupa suatu konduktor, semikonduktor ataupun isolator (Ismunanandar, 2004).

Superkonduktor kali pertama ditemukan oleh fisikawan dari Universitas Leiden, Belanda bernama Heike Kamerlingh Onnes pada tahun 1911. Pada tanggal 10 Juli 1908, Onnes mencairkan Helium dengan cara mendinginkannya hingga suhu 4 K. Lalu Onnes pada tahun 1911 mulai mempelajari sifat-sifat listrik dari logam pada suhu yang sangat dingin. Pada saat itu diketahui bahwa resistansi dari suatu logam akan menurun ketika didinginkan di bawah suhu ruang, tetapi belum diketahui berapa batas bawah resistansi yang dicapai ketika suhu logam mendekati nol mutlak (0 K). Onnes dan beberapa ilmuwan lain seperti William Kelvin memperkirakan bahwa resistansi akan menghilang pada suhu mencapai nol mutlak. Untuk membuktikan hal tersebut Onnes mencoba mengalirkan arus listrik pada kawat Merkuri sangat murni dan sambil menurunkan suhunya Onnes mengukur resistansinya. Ketika suhu 4,2 K, Onnes melihat bahwa resistansinya tiba-tiba menjadi hilang tetapi arusnya mengalir melalui kawat Merkuri terus menerus. Fenomena tersebut oleh Onnes diberi nama superkonduktivitas. Atas penemuannya itu, Onnes dianugerahi Nobel Fisika pada tahun 1913 (Ismunandar, 2004).

Seiring berkembangnya waktu, tahun 1933 fisikawan Walter Meissner dan Robert Ochsenfeld menemukan bahwa material

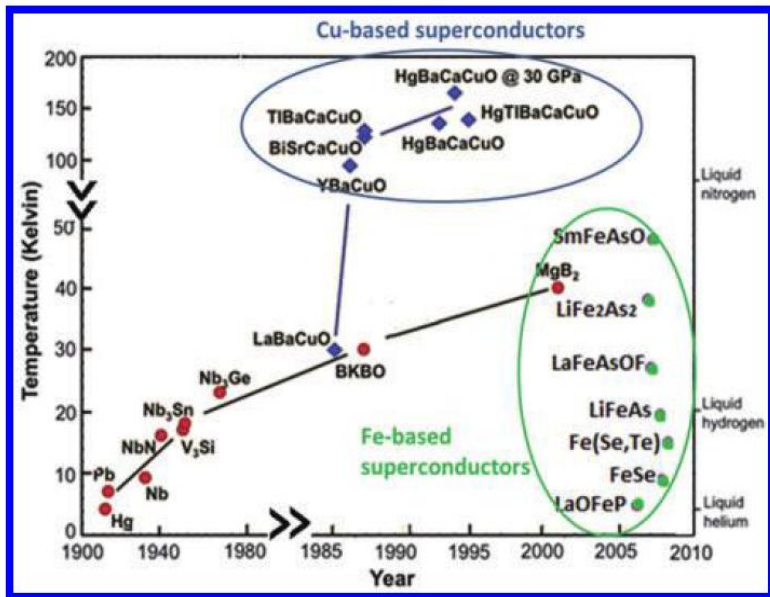
superkonduktor akan menolak medan magnet. Telah diketahui, jika suatu konduktor digerakkan dalam medan magnet maka arus induksi akan mengalir dalam konduktor tersebut. Akan tetapi, arus dalam bahan superkonduktor yang dihasilkan tepat berlawanan dengan medan tersebut sehingga material superkonduktor tidak dapat ditembus oleh medan magnet. Oleh karena itu, magnet tersebut akan ditolak. Fenomena ini dikenal dengan diamagnetisme dan efek ini kemudian dinamakan Efek *Meissner* (Tatik, 2010).

Pada tahun 1957, 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*. Teori ini dikenal dengan nama teori BCS, yang menjadikan ketiga ilmuwan tersebut memenangkan hadiah Nobel pada tahun 1972. Pada tahun 1986 Fisikawan dari Switzerland yaitu Alex Muller dan George Bednorz melakukan penelitian di Laboratorium Riset IBM di Ruschlikon. Mereka berhasil membuat suatu keramik yang terdiri unsur Lanthanum, Barium, Tembaga dan Oksigen yang bersifat superkonduktor pada suhu tertinggi 30 K. Penemuan ini menjadi populer karena selama ini keramik dikenal sebagai isolator dan pada suhu ruang tidak dapat menghantarkan listrik sama sekali. Setahun kemudian keduanya diberi penghargaan hadiah Nobel (Tatik, 2010).

Pada bulan Februari 1987, ditemukan suatu keramik yang bersifat superkonduktor pada suhu 90 K. Dengan demikian dapat digunakan nitrogen cair sebagai pendinginnya. Karena suhunya cukup tinggi dibandingkan dengan material superkonduktor yang lain, maka material-material tersebut diberi nama superkonduktor suhu tinggi. Suhu tertinggi suatu bahan menjadi superkonduktor saat ini adalah 138 K, yaitu untuk suatu bahan yang memiliki rumus $\text{Hg}_{0,8}\text{Ti}_{0,2}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8,33}$ (Ismunandar, 2004).

Perkembangan material superkonduktor dari saat kali pertama ditemukan hingga tahun 2010 dapat lihat pada gambar

2.1. Gambar 2.1 menunjukkan timeline tahun penemuan material superkonduktor dan nilai temperatur kritisnya.



Gambar 2.1 Timeline penemuan material superkonduktor (Mousavi *et al*, 2014)

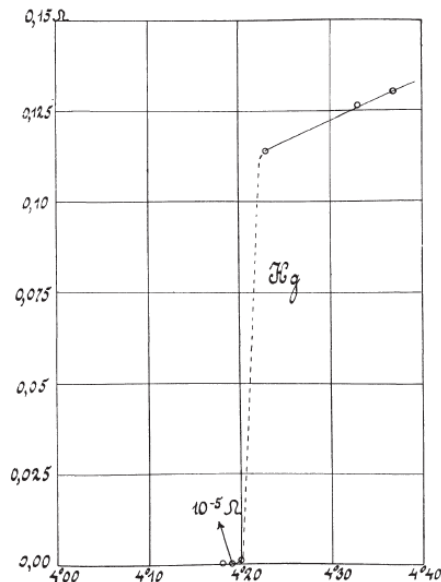
Dari grafik dapat dilihat bahwa terjadi peningkatan dalam suhu kritis superkonduktor. Pada awalnya suhu kritis superkonduktor itu sangat rendah yaitu kurang dari 4,2 K untuk Merkuri (Hg), tetapi pada perkembangan selanjutnya suhu kritis itu meningkat secara perlahan-lahan hingga mencapai suhu kritis tertinggi pada suhu 138 K untuk HgTlBaCaCuO (Mousavi *et al*, 2014).

2.2 Karakteristik Superkonduktor

Karakteristik yang dibahas meliputi resistivitas nol dan Efek *Meissner*.

a. Resistivitas nol

Material superkonduktor apabila didinginkan terus menerus sampai mendekati daerah suhu nol mutlak (0 K), maka pada suhu tertentu resistivitas normalnya akan turun secara drastis sampai menunjukkan resistivitas nol. Suhu peralihan pada saat terjadinya perubahan dari resistivitas normal ke resistivitas nol disebut suhu kritis (T_c) (Pikatan, 1989).



Gambar 2.2 Ketergantungan suhu terhadap resistivitas superkonduktor Merkuri (Hg) (Onnes, 1911)

Gambar 2.2 memperlihatkan ketergantungan suhu terhadap resistivitas listrik pada Merkuri yang diukur oleh Onnes dan merupakan penelitian superkonduktor pertama (Onnes, 1911).

b. Efek *Meissner*

Peristiwa efek *Meissner* merupakan karakteristik lain dari material superkonduktor yang tidak dapat dihubungkan

dengan keadaan resistivitas sama dengan nol. Pada tahun 1993 Meissner dan Ochsenfeld membuat percobaan mengukur medan magnet pada sebuah superkonduktor timah. Dengan menempatkan material superkonduktor dalam suatu medan magnet kemudian didinginkan sampai suhunya berada di bawah suhu kritis, maka material superkonduktor akan melayang. Peristiwa melayangnya superkonduktor dalam medan magnetik disebut efek *Meissner* (Wayan, 2013).

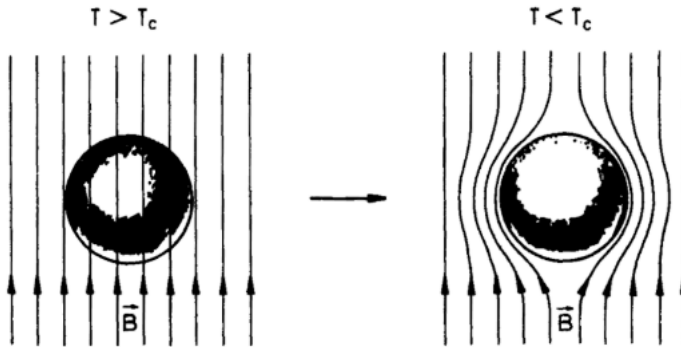
Suatu bahan dikatakan superkonduktor apabila menampilkan sifat diamagnetik, yaitu medan magnet (B) sama dengan nol jika bahan tersebut diturunkan suhunya hingga di bawah T_c dan medan magnet yang diberikan tidak perlu terlalu tinggi (Sukirman, 2013). Peristiwa efek *Meissner* hanya bisa diterangkan jika dimisalkan ada fluks-fluks magnetik yang keluar dari bahan superkonduktor atau dengan kata lain sebuah superkonduktor berkelakuan seperti sebuah diamagnetik sempurna. Penolakan fluks medan magnetik tersebut dapat diinterpretasikan sebagai pembangkitan arus pusar pada permukaan superkonduktor dengan konduktivitas tak berhingga atau resistivitas sama dengan nol. Rumusan elektrodinamika untuk medan magnet induksi yaitu :

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M}) \quad (2-1)$$

dengan $\mathbf{M}$ adalah magnetisasi, $\mathbf{H}$ adalah medan magnetik luar, μ_0 adalah $4\pi \times 10^{-7}$. Dalam keadaan superkonduktif, di bagian dalam superkonduktor $\mathbf{B}=0$, maka akibatnya adalah $\mathbf{H} = -\mathbf{M}$ atau suseptibilitas mempunyai nilai -1.

$$\chi = \frac{H}{M} = -1 \quad (2-2)$$

Harga suseptibilitas tersebut menyatakan bahwa bahan superkonduktor bersifat diamagnetik sempurna, yang menunjukkan terjadinya penolakan medan magnetik dari bagian dalam bahan superkonduktor (Wayan, 2013).



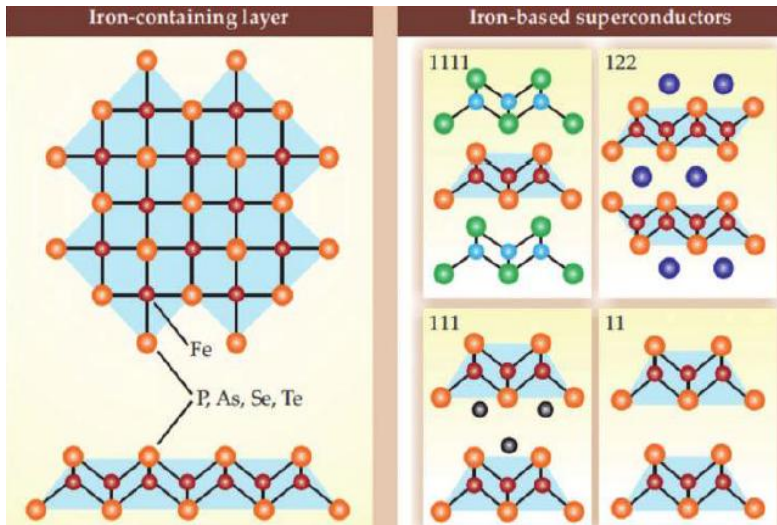
Gambar 2.3 Efek Meissner (Cyrot & Pavuna, 1992)

Pada Gambar 2.3 ketika $T < T_c$, bahan superkonduktor menolak medan magnet. Sehingga apabila sebuah magnet tetap diletakkan di atas bahan superkonduktor, maka magnet tersebut akan melayang. Jadi nilai kerentanan magnetnya (*susceptibility magnetic*) (χ_c) = -1. Sedangkan konduktor biasa memiliki kerentanan magnet $\chi_c = -10^{-5}$. Jika bahan non superkonduktor diletakkan di atas suatu medan magnet, maka fluks magnet akan menerobos ke dalam bahan, sehingga terjadi induksi magnet di dalam bahan. Sebaliknya, jika bahan superkonduktor yang berada di bawah suhu kritisnya dikenai medan magnet, maka superkonduktor akan menolak fluks magnet yang mengenainya. Hal ini terjadi karena superkonduktor menghasilkan medan magnet dalam bahan yang berlawanan arah dengan medan magnet luar yang diberikan (Pikatan, 1989).

2.3 Superkonduktor FeSe

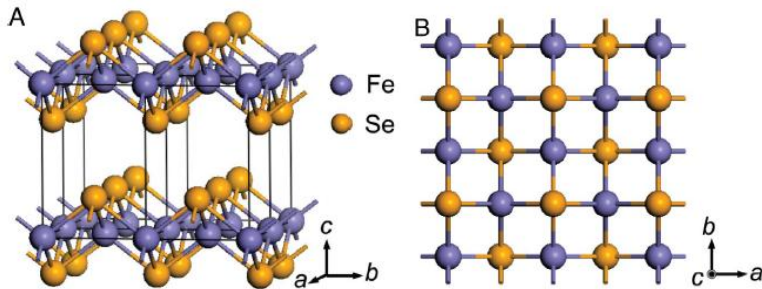
Superkonduktor berbasis besi yaitu $\text{La}[\text{O}_{1-x}\text{F}_x]\text{FeAs}$ ditemukan pada tahun 2008 (Kamihara *et al*, 2008). Penemuan tersebut telah memberikan dampak besar pada penelitian intensif lanjutan terkait superkonduktor berbasis besi hingga beberapa tahun terakhir. Superkonduktor berbasis besi diklasifikasikan menjadi dua: Pertama, besi *pnictides* yang mengandung besi dan *pnictogen* (elemen dari golongan V A dalam tabel periodik, terutama Fosfor dan Arsenik). Kedua, besi *chalcogenides* yang mengandung besi dan *chalcogen* (elemen dari golongan VI A dalam tabel periodik, terutama Selenium dan Telurium). Penemuan yang paling baru dari superkonduktor berbasis besi yaitu Fe-*Chalcogenides* yang dikenal sebagai fasa ‘11’. Meskipun semua elemen grup VI A termasuk *chalcogen*, namun istilah Fe-*Chalcogenides* secara umum ditujukan untuk sulfida (FeS), selenida (FeSe), dan telurida (FeTe) dibandingkan oksida. Semua Fe-*Chalcogenides* memiliki struktur kristal PbO. Dengan berkurangnya jari-jari ionik *chalcogen*, struktur PbO cenderung menjadi tidak stabil. Dari ketiga Fe-*Chalcogenides*, FeTe adalah senyawa yang paling stabil, yang dapat dengan mudah disintesis dengan metode reaksi *solid-state* konvensional (Mousavi *et al*, 2014).

Superkonduktor *Iron based* (FeSe) telah ditemukan dengan temperatur kritis (T_c) ~ 8 K oleh Hsu *et al* pada tahun 2008 (Hsu *et al*, 2008). FeSe memiliki struktur kristal PbO dengan *space group* : P4/nmm yang terdiri dari tumpukan lapisan Fe_2Se_2 yang dikoordinasikan dalam bentuk tetragonal. Superkonduktor berbasis besi memiliki struktur berlapis dan sifat fisik dua dimensi seperti pada Gambar 2.4. Superkonduktor FeSe memiliki struktur yang sederhana di antara senyawa lainnya dan kemudahan dalam proses sintesis. Studi teoritis menunjukkan kesamaan dalam sifat elektronik superkonduktor berbasis Fe-*Chalcogenides* (FeS, FeSe dan FeTe) (Mousavi *et al*, 2014).



Gambar 2.4 Struktur berlapis dari fasa “1111”, “122”, “111” dan “11” (Mousavi *et al*, 2014)

Pada gambar 2.4 superkonduktor berbasis besi dikategorikan ke dalam fasa “1111” dengan bentuk umum ReOFePn (Re: *Rare Earth*, Pn: *Pnictogen*), “122” dengan bentuk umum AeFe_2Pn_2 (Ae: *Alkaline – Earth metal*), “111” dengan bentuk umum AFePn (Pn: *Pnictogen*) dan “11” dengan bentuk umum FeCh (Ch: *Chalcogen*) (Mousavi *et al*, 2014). Meskipun suhu transisi superkonduktor berbasis *Fe-Chalcogenides* tidak setinggi superkonduktor berbasis *Fe-Pnictides*, *Fe-Chalcogenides* memiliki beberapa keuntungan. Pertama, ia tidak mengandung elemen Arsenik beracun. Kedua, memiliki struktur sederhana sehingga mudah dipelajari. Hal ini juga menjadikan lebih mudah untuk mempelajari mekanisme superkonduktivitas (Yuli, 2016). Struktur kristal dari FeSe yang telah berhasil disintesis oleh Hsu *et al* tahun 2008 memiliki parameter kisi $a = b = 0,37676 \text{ nm}$ dan $c = 0,54847 \text{ nm}$ untuk $\text{FeSe}_{0,88}$ ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Struktur kristal superkonduktor FeSe (Hsu *et al*, 2008)

Gambar 2.5 di atas merupakan struktur kristal superkonduktor FeSe dengan struktur tetragonal, dimana $a = b < c$ (Hsu *et al*, 2008).

Secara umum, terdapat dua parameter utama yang mengendalikan sifat superkonduktor. Pertama, dari segi kimia, yang mempengaruhi struktur dan sifat intrinsik superkonduktor seperti temperatur kritis (T_c) dan kedua yaitu mikrostruktur (misalnya batas butir dan pengotor). Sedangkan yang mengendalikan sifat ekstrinsik seperti rapat arus kritis (J_c). Untuk mengoptimalkan sifat superkonduktor, baik kimia maupun mikrostruktur harus dikontrol dengan baik (Mousavi *et al*, 2014).

Menurut penelitian Hsu *et al* pada tahun 2008, FeSe memiliki beberapa fase: (i) fase α -FeSe tetragonal dengan struktur PbO, (ii) fase β -NiAs dengan berbagai homogenitas yang menunjukkan transformasi dari heksagonal menjadi simetri monoklinik, dan (iii) fase FeSe₂ yang memiliki struktur marcasite ortorombik. Senyawa yang paling banyak dipelajari adalah Fe₇Se₈ heksagonal, yang merupakan ferrimagnet dengan suhu Curie pada 125 K, dan Fe₃Se₄ monoklinik (Hsu *et al*, 2008). FeSe memiliki transisi struktur pada temperatur rendah dan tidak seperti pada superkonduktor berbasis Fe lainnya, yang memiliki korelasi yang kuat dengan simetri magnetik dan terjadinya superkonduktivitas.

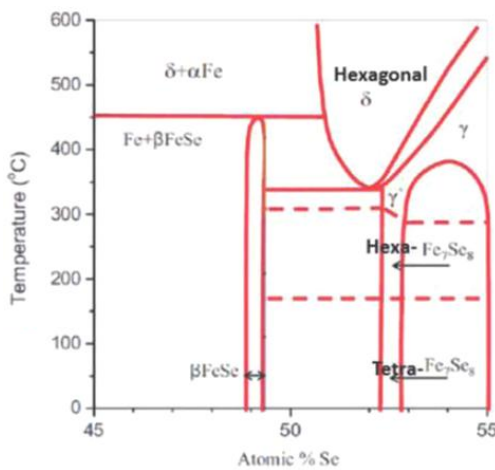
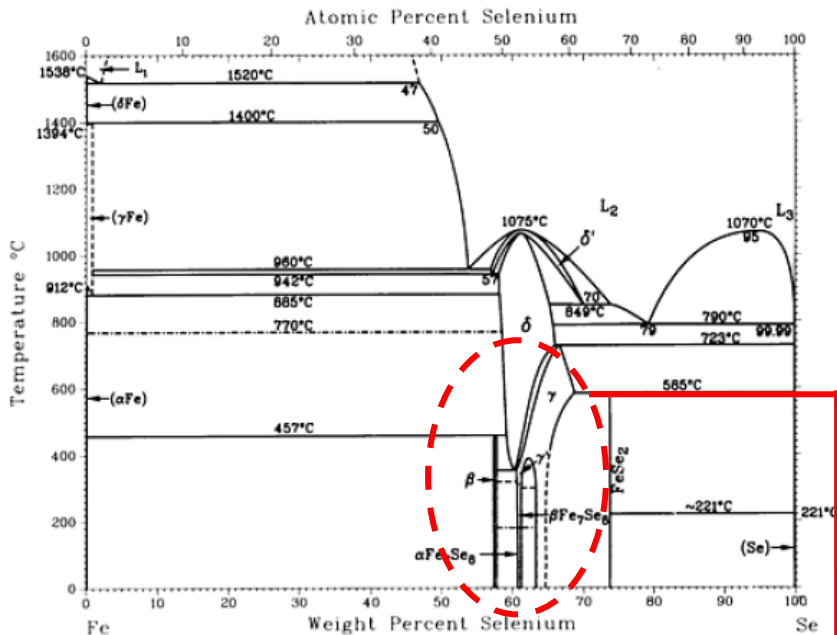
Mizuguchi *et al* menganggap transisi struktur fase merupakan faktor kemungkinan sehingga dihasilkan nilai temperatur kritis (T_c) yang rendah adalah transisi lebih luas dan fraksi volume superkonduktor dalam FeSe yang lebih kecil dibandingkan superkonduktor berbasis besi lainnya (Mizuguchi, 2009).

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

1. Jenis tetragonal β -fase dengan rentang stabilitas yang sempit (dari $\text{Fe}_{1.01}\text{Se}$ ke $\text{Fe}_{1.04}\text{Se}$) yang muncul di bawah 450°C .
2. Jenis NiAl heksagonal δ -fase yang stabil pada suhu tinggi.
3. NiAs jenis fase heksagonal (Fe_7Se_8) dengan kisaran keberadaan yang lebih luas yang mengubah ke tetragonal sekitar pada suhu 150°C .
4. Fase FeSe_2 dengan marcasite struktur ortorombik (Okamoto, 1992).

Telah dilaporkan bahwa δ -FeSe muncul sebagai fase pengotor, jika suhu pengolahan melebihi 400°C (Hsu *et al*, 2008). Oleh karena itu, sulit untuk membentuk fasa murni β -FeSe menggunakan metode suhu tinggi. Diagram 2.6 merupakan diagram fase biner Fe-Se. Diagram tersebut menunjukkan komposisi stoikiometri Se yang tepat untuk terjadinya fenomena superkonduktivitas. Pada diagram fasa, fasa β -FeSe murni didapatkan pada rentang $300^\circ\text{C} - 450^\circ\text{C}$. Jika di bawah kisaran suhu tersebut akan terbentuk fase heksagonal Fe_7Se_8 . Sedangkan jika suhu di atasnya terbentuk fase δ -FeSe yang merupakan fase pengotor (Yuli, 2016).

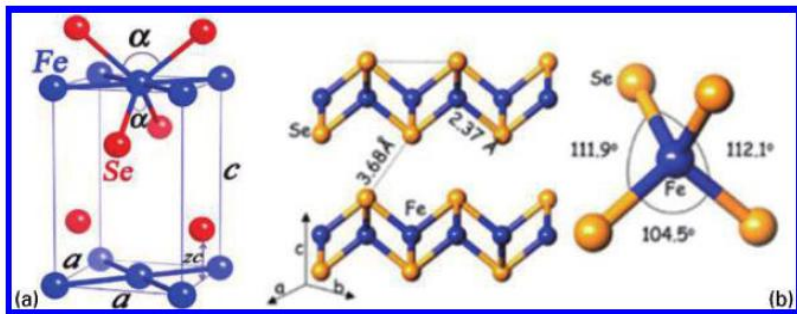
Survei literatur melaporkan bahwa bahan polikristalin FeSe memiliki dua fasa utama yang berbeda yaitu β -FeSe (stabil pada suhu kamar) dan δ -FeSe (stabil pada suhu tinggi). Bersama dengan fasa ini, muncul fasa feromagnetik heksagonal Fe_7Se_8 , monoklinik Fe_3Se_4 , Fe_3O_4 dan Fe murni sebagai fasa pengotor ketika siklus pemanasan tidak diterapkan dengan tepat (McQueen, 2009).



Gambar 2.6 Diagram fase biner Fe-Se (Okamoto, 1992)

Menurut hasil penelitian, δ -FeSe dengan struktur heksagonal (P63/mmc) tumbuh pada suhu tinggi sementara fasa β -FeSe tumbuh terutama selama tahap pendinginan dengan struktur tetragonal dengan simetri kristal (P4/nmm). Baru-baru ini ditunjukkan jika pada suhu rendah fasa β -FeSe dengan mudah dapat dikelilingi oleh fasa δ -FeSe selama pendinginan dan mencegah atau mengurangi pembubaran fasa β -FeSe ke matriks utama (McQueen, 2009).

Parameter kisi (panjang ikatan dan sudut) yang ditunjukkan pada Gambar 2.7 memiliki hubungan erat dengan sifat superkonduktivitas FeSe. Empat atom Se berada di atas dan di bawah bidang Fe dengan tinggi $h = zc$ dan membentuk tetrahedron dengan panjang ikatan Fe-Se $[(a/4)+z^2c^2]^{1/2}$, sudut ikatan Se-Fe-Se $\alpha = \tan(a/2zc)$ dan jarak interlayer Se-Se dengan $c_{\text{Se-Se}} = c(1-2z)$ dan jarak Se-Se $d_{\text{Se-Se}} = [(a^2/2)+c_{\text{Se-Se}}^2]^{1/2}$ (Huang *et al*, 2010).



Gambar 2.7 (a) Struktur FeSe dengan parameter kisi a dan c . Posisi Se atau tinggi anion dari bidang Fe zc dan sudut ikat α (Huang *et al*, 2010). (b) Nilai parameter kisi dalam kondisi standar (Margadonna *et al*, 2009)

Mizuguchi *et al* telah mengungkapkan hubungan antara rasio c/a dengan temperatur kritis (T_c) dimana T_c tertinggi dimiliki oleh c/a hanya di atas 1,464 (Mizuguchi, 2009).

Sedangkan secara teoretis dan eksperimen, tinggi anion di atas Fe (zc) yang berhubungan dengan sudut ikat Se-Fe-Se merupakan parameter utama yang mempengaruhi T_c (Mousavi *et al*, 2014).

2.4 Superkonduktor Fe(Se,Te)

Dopan bisa berupa substitusi artinya mengganti atom asli di dalam superkonduktor dengan atom dopan yang ukurannya tidak jauh berbeda dengan ukuran atom aslinya. Dopan juga bisa berupa penambahan artinya menambahkan atom-atom dopan ke dalam atom-atom asli superkonduktor. Substitusi kimia dalam FeSe dapat terjadi pada Fe atau Se. Menurut literatur substitusi pada Fe secara umum merusak superkonduktivitas atau menunjukkan ketergantungan yang kompleks, sedangkan substitusi pada Se dapat meningkatkan nilai temperatur kritis (T_c) (Mousavi *et al*, 2014). Penelitian oleh Yeh *et al* telah berhasil mensintesis $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ dengan temperatur kritis 15,2 K pada $x = 0,5$. Pendopongan Te dihubungkan dengan kestabilan *spin density wave state* FeTe yang lebih tinggi dibanding FeSe di mana T_c meningkat dengan pendopongan Te (Yeh *et al*, 2008).

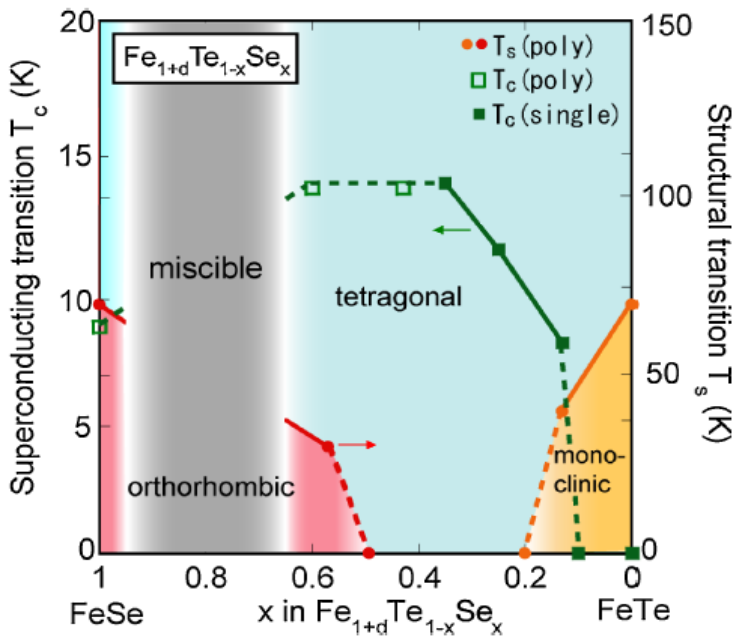
Temperatur kritis $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ meningkat tanpa perubahan konsentrasi pembawa muatan dan munculnya deformasi struktural hasil pendopongan Te ketika Se^{2-} digantikan oleh Te^{2-} . Peningkatan T_c berhubungan dengan hasil deformasi struktural dari pendopongan Te. Pergantian Se oleh Te dengan jari-jari atom yang lebih besar menurunkan simetri kristal $P4/nmm$ dengan penurunan sudut Fe-Se-Fe membentuk 104° . Substitusi Te dapat meningkatkan kestabilan struktur kristal (PbO-tetragonal) yang penting untuk terjadinya superkonduktivitas. Fe_{1+y}Te tetragonal stabil dalam rentang komposisi $y = 0,06 - 0,17$. Sedangkan Fe_{1+x}Se stabil pada rentang $x = 0,01 - 0,025$ dan sangat sensitif dalam pengkondisian selama sintesis. Larutan padat $\text{FeTe}_{1-x}\text{Se}_x$ dapat dibentuk diatas $0 \leq x \leq 5$ dengan T_c maksimum ~ 15 K (Mousavi *et al*, 2014). Yeh *et al* melaporkan bahwa doping mempengaruhi perubahan struktur pada suhu rendah dan meningkatkan T_c . Substitusi Se oleh Te juga meningkatkan

medan magnet kritis (H_c). Ketika pendopongan Te 70%, $H_c(0)$ meningkat dari 16,3 T (dalam FeSe) hingga 96,9 T melebihi batas paramagnetik Pauli (Lei *et al*, 2012).

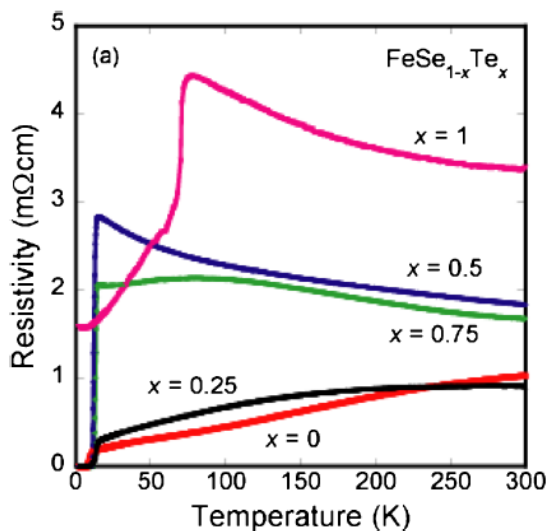
Seperti FeSe, $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ dengan kenaikan komposisi Te menunjukkan transisi struktur dari tetragonal ($P4/nmm$) ke ortorombik ($Cmma$). Mizuguchi *et al* menetapkan diagram fase $\text{Fe}_{1-d}\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ dengan mengkombinasikan hasil eksperimental dan teori yang ditunjukkan pada Gambar 2.8. Temperatur kritis yang tinggi terjadi pada fase tetragonal mendekati $x = 0,5$. Kenaikan komposisi Te memicu transisi struktur tetragonal-ortorombik, mengurangi temperatur kritis dan bersifat antiferomagnetik bersamaan dengan munculnya distorsi tetragonal-monoklinik (Mizuguchi, 2010). Komposisi kimia dan parameter struktur merupakan parameter kontrol superkonduktivitas yang sangat signifikan dalam superkonduktor $\text{Fe}_y(\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x)$ seperti FeSe. Pengaruh komposisi Telurium (Te) terhadap temperatur kritis (T_c) ditunjukkan pada Gambar 2.9. Komposisi Te berhubungan dengan komposisi Fe di mana substitusi Te memperluas parameter kisi sumbu-c dan dapat mengakibatkan intersisi Fe dalam sel satuan dengan jumlah yang besar. Hal ini menunjukkan bahwa rasio c/a sebesar 1,6 optimum sesuai dengan nilai T_c paling tinggi 14 K (Mousavi *et al*, 2014).

Perbedaan yang jelas antara struktur FeSe dan $\text{Fe}(\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x)$ berupa ketidakteraturan anion yang dikenal sebagai substitusi Te. Tinggi anion pada Te dan Se memiliki perbedaan yang signifikan. Hasil analisa XRD mengindikasikan bahwa tinggi kalkogen Se sebesar 1,478 Å dan Te sebesar 1,718 Å, panjang ikatan Fe-Se bernilai 0,154 Å yang lebih pendek dibanding ikatan Fe-Te dan ketidakteraturan simetri atom Fe oleh pemisahan ikatan Fe-Ch dalam senyawa $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ lebih rendah. Parameter struktur (seperti tinggi anion) merupakan faktor penting dalam menjelaskan T_c dalam superkonduktor berbasis Fe. Ketidakteraturan anion ini harus dipertimbangkan secara teoretis dalam *Fe-Chalcogen*. Faktanya terdapat kenaikan temperatur kritis (T_c) 14 K pada substitusi Te 50%, meskipun

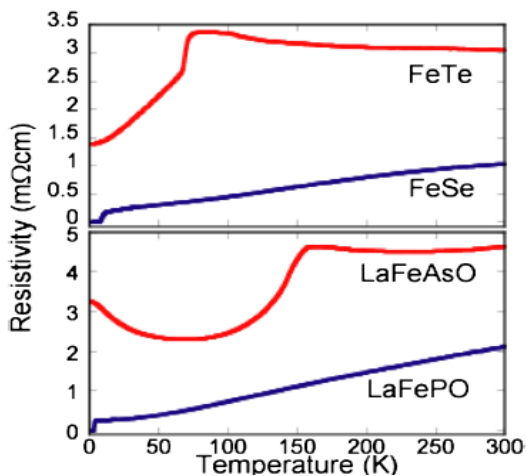
ketidakaturan Se/Te signifikan tetapi superkonduktor Fe(Se,Te) menunjukkan potensi untuk mendapatkan T_c yang tinggi. Fenomena lain yang penting dalam Fe(Se,Te) adalah sistem pemisah fase. Analisis mikrostruktur menunjukkan bahwa kristal tunggal Fe(Se,Te) menunjukkan sifat kimia yang signifikan dan struktur yang homogen, terutama pada superkonduktor yang kaya Te dari diagram fase, dimana superkonduktivitas dan ketertiban magnetik ditemukan berdampingan (Speller *et al*, 2011).



Gambar 2.8 Diagram fase $\text{Fe}_{1+d}\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ (Mizuguchi, 2010)

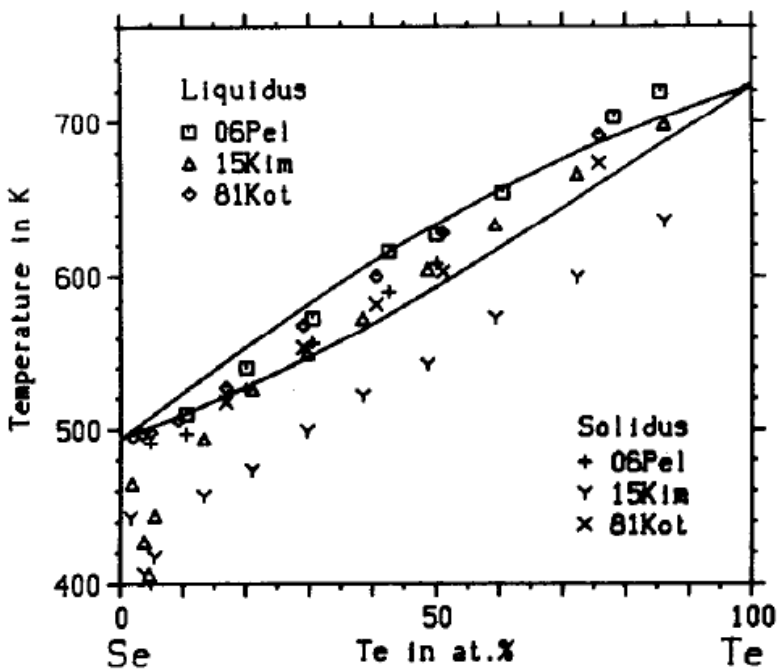


Gambar 2.9 Ketergantungan resistivitas terhadap suhu Untuk $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ (Mizuguchi, 2009)



Gambar 2.10 Superkonduktivitas pada FeTe dan FeSe (Mizuguchi, 2009)

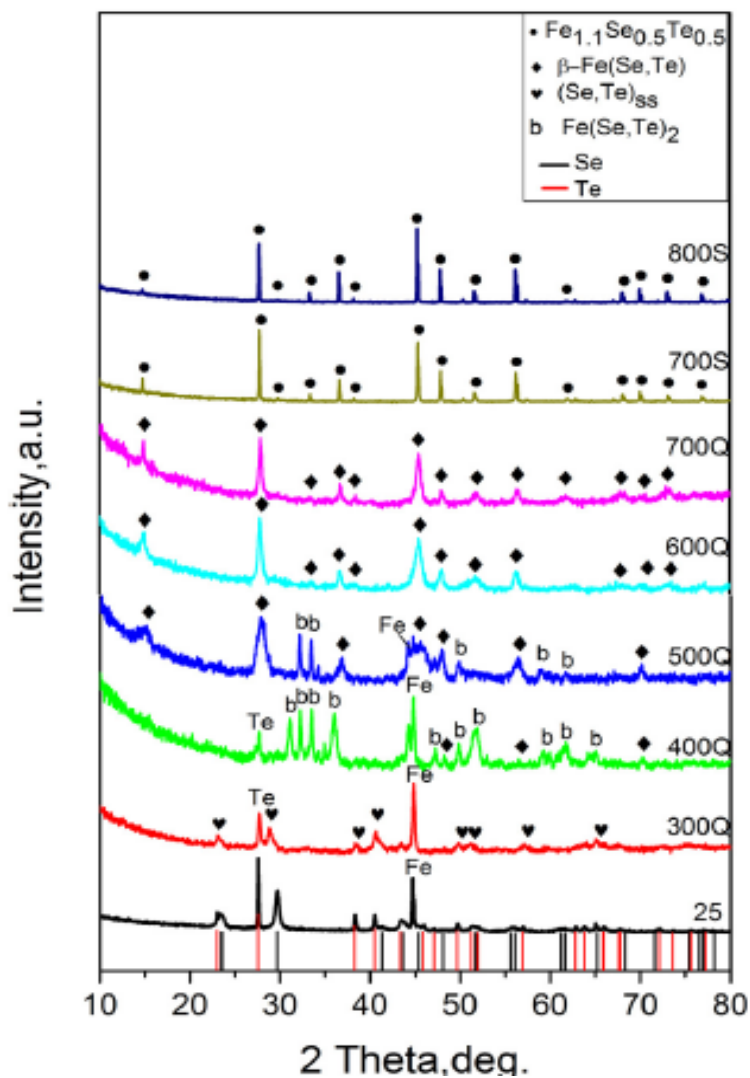
Superkonduktor FeSe dan FeTe memiliki struktur kristal serupa yaitu tetragonal namun sifat fisiknya yang sangat berbeda. Gambar 2.10 menunjukkan grafik ketergantungan resistivitas terhadap suhu untuk FeTe, FeSe, LaFeAsO dan LaFePO. FeSe dan LaFePO keduanya menunjukkan perilaku logam dan sifat supekonduktivitas pada temperatur rendah tanpa substitusi apapun. Sedangkan, FeTe dan LaFeAsO tidak menunjukkan transisi superkonduktor, menunjukkan sifat superkonduktivitas dengan substitusi dasar, misalnya LaFeAsO_{1-x}F_x, FeTe_{1-x}Se_x dan FeTe_{1-x}S_x. Pada FeTe, superkonduktivitas tidak muncul dan menunjukkan anomali yang kuat berdasarkan transisi struktur fasa pada resistivitas sekitar 70 K (Mizuguchi, 2009).



Gambar 2.11 Diagram Fase Se-Te (Ghosh, 1988)

Gambar 2.11 memperlihatkan diagram fase Se-Te yang mengalami transformasi fasa pada suhu sekitar 494 K menjadi fasa solid dan liquid. Sedangkan pada suhu 722,66 K mengalami transformasi fasa menjadi fasa liquid.

Pola XRD Fe-Se-Te *bulks* dengan proses perlakuan panas yang berbeda ditunjukkan pada Gambar 2.12. Ditemukan bahwa selama proses *sintering* di bawah 600 °C, proses evolusi fasa sangat kompleks, dengan pembentukan dua *interphase*, (Se,Te) larutan padat ((Se, Te)_{ss}) dan Fe (Se,Te)₂. Ketika suhu *sintering* meningkat hingga 600 °C, fasa utamanya adalah fasa superkonduktor β -Fe(Se,Te) tanpa fasa sekunder yang terdeteksi. Dan lebar puncak difraksi pada setengah maksimum (FWHM) dari fasa β -Fe(Se,Te) yang diperoleh menjadi lebih kecil dengan peningkatan suhu *sintering* dan waktu tahan, yang menunjukkan pembentukan kristalisasi yang lebih baik (Liu *et al*, 2016). Gambar 2.12 memperlihatkan pola XRD Fe-Se-Te *bulks* dengan variasi *sintering* dimana Q mewakili sampel dengan proses *quenching* dengan air. Sedangkan S mewakili sampel dengan proses *slow cooling*.



Gambar 2.12 Pola XRD Fe-Se-Te bulks (Liu *et al*, 2016)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Pengambilan Data

Waktu dan tempat pengambilan data tugas akhir sebagai berikut:

Waktu : 25 Juni – 9 Agustus 2018

Tempat : Pusat Penelitian Metalurgi dan Material (P2MM) - Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian tugas akhir adalah neraca digital, *agate mortar* dan *pestle*, spatula, *combustion boat*, *quartz tube*, *tube furnace*, *vacuum pump*, mesin *press*, cetakan pelet, satu set *X-Ray Diffractometer* (XRD), satu set *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan satu set *Cryogenic Magnet*.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian tugas akhir adalah Besi (Fe) 90%; Selenium(Se) 99%; Telurium(Te) 99% merk *Kanto Chemical* Jepang, aseton, etanol, kertas timbang, *vacuum grease*, kawat, dan *glasswool*.

3.3 Langkah Kerja

3.3.1 Preparasi Sampel

Pada penelitian ini dibuat empat sampel superkonduktor Fe(Se,Te) dengan variasi komposisi *doping* Telurium dan temperatur *sintering*. Variasi komposisi *doping* Telurium yang digunakan pada penelitian ini yaitu $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x=0,5$ dan $0,75$). Sedangkan variasi temperatur *sintering* yaitu 750°C dan 800°C . Tahap awal yang dilakukan adalah perhitungan stokiometri dari komposisi masing-masing material besi (Fe), Selenium (Se) dan Telurium (Te) dengan perbandingan mol yang ditunjukkan pada

Tabel 3.1 berikut.

Tabel 3.1 Variasi Komposisi Sampel

Sampel	Perbandingan mol Fe: Se: Te
$\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	1 : 0,5 : 0,5
$\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$	1 : 0,25 : 0,75

Selanjutnya massa masing-masing sampel dihitung dan cara perhitungannya terlampir pada Lampiran 1. Diperoleh hasil perhitungan massa masing-masing sampel $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ untuk tiap variasinya yang disajikan dalam Tabel 3.2 berikut.

Tabel 3.2 Massa $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ masing-masing sampel

Sampel	Komposisi massa (gram)		
	Fe	Se	Te
$\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5} (750\text{ }^{\circ}\text{C}; 800\text{ }^{\circ}\text{C})$	1,05	0,75	1,2
$\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75} (750\text{ }^{\circ}\text{C}; 800\text{ }^{\circ}\text{C})$	0,98	0,35	1,67

Setelah diperoleh massa $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dari ke empat sampel kemudian dilakukan proses penimbangan menggunakan neraca digital yang sudah dikalibrasi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.1. Pembuatan keempat sampel mempunyai total massa 6 gram dengan 1,5 gram setiap variasi sampelnya. Secara fisik, ketiga material yang digunakan memiliki karakteristik berbeda. Untuk besi (Fe) berbentuk serbuk namun sedikit kasar, berwarna hitam keabu-abuan dan berkilau. Sedangkan Selenium (Se) dalam bentuk serbuk halus berwarna hitam pekat, dan Telurium (Te) berbentuk butiran-butiran yang tidak homogen dan berwarna silver.



Gambar 3. 1 Proses penimbangan material

3.3.2 Sintesis Sampel

Proses sintesis superkonduktor $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dilakukan dengan metode *solid state reaction*. Pencampuran material besi (Fe), Selenium (Se) dan Telurium (Te) dengan cara *hand milling* atau digerus menggunakan *Agate Mortar* dan *Pestle* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.2. Proses *hand milling* ini bertujuan untuk memperkecil ukuran partikel masing-masing material sehingga diperoleh campuran serbuk yang homogen. Proses sintesis sampel terdiri dari dua tahapan yaitu pada tahap pertama dilakukan sintesis (Se,Te) dan pada tahap kedua dilakukan sintesis $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$.

Setelah massa masing-masing sampel ditimbang, proses selanjutnya yaitu sintesis serbuk (Se,Te) terlebih dahulu. Pembuatan serbuk (Se,Te) dilakukan dengan cara mencampurkan serbuk Selenium (Se) 99% dan butiran Telurium (Te) 99% dengan *hand milling* selama ± 3 jam menggunakan *Agate Mortar* dan *Pestle* yang sudah dibersihkan menggunakan etanol dan aseton. Pembersihan ini dilakukan di setiap pergantian *hand milling* tiap variasi sampel dan bertujuan untuk mencegah faktor impuritas. Sedangkan pada tahap kedua dilakukan sintesis serbuk $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$. Tahap sintesis ini dilakukan setelah proses *sintering*

serbuk (Se,Te) yang dijelaskan pada sub bab 3.3.3. Pembuatan serbuk Fe(Se,Te) dilakukan dengan cara mencampurkan serbuk besi (Fe) 90% dengan serbuk (Se,Te) hasil *sintering*. Pencampuran dilakukan dengan metode yang sama seperti dengan pembuatan serbuk (Se,Te). Hasil dari proses penggerusan (Se,Te) berupa serbuk halus berwarna abu-abu pekat. Sedangkan untuk Fe(Se,Te) berupa serbuk sedikit kasar dan berkilau.



Gambar 3.2 Proses sintesis serbuk (Se,Te) dan Fe(Se,Te)

3.3.3 *Sintering* Sampel

Sintering merupakan proses penggabungan partikel-partikel serbuk melalui peristiwa difusi pada saat suhu meningkat (Callister, 1994). Pada dasarnya juga diartikan sebagai peristiwa penghilangan pori-pori antara partikel bahan, pada saat yang sama terjadi penyusutan komponen, dan diikuti pertumbuhan *grain* dan peningkatan ikatan antar partikel yang berdekatan, sehingga menghasilkan bahan yang lebih mampat (Ramlan, 2011). Suhu *sintering* mempengaruhi proses penyusutan, sedangkan waktu *sintering* tidak banyak (Richerson, 1982). *Sintering* umumnya bisa terjadi pada produk di suhu tidak melebihi dari setengah sampai dua pertiga dari suhu *meltingnya*, suhu yang membuat atom cukup mampu untuk berdifusi (Ramlan, 2001).

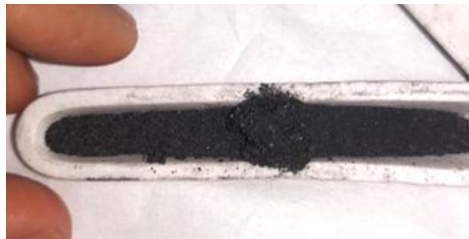
Proses *sintering* superkonduktor Fe(Se,Te) terdiri dari dua tahapan yaitu pada tahap pertama dilakukan *sintering* serbuk (Se,Te) dan pada tahap kedua dilakukan *sintering* pelet Fe(Se,Te). Proses *sintering* diaplikasikan dengan metode vakum. Dimana pada saat penelitian digunakan media *quartz tube* yang dihubungkan dengan *vacuum pump*. Tahapan dari proses *sintering* dalam kondisi vakum yaitu pertama serbuk (Se,Te) diletakkan pada *combustion boat* dan direkatkan menggunakan kawat, lalu serbuk tersebut dimasukkan ke dalam *quartz tube* yang berada di dalam *tube furnace*. Posisi *combustion boat* yang berisi serbuk (Se,Te) diletakkan ditengah agar menerima panas yang maksimal dari *tube furnace*. Selanjutnya *quartz tube* dihubungkan dengan *vacuum pump* dan direkatkan oleh *vacuum grease* guna mencegah kontak dengan udara di lingkungan. Tekanan yang diaplikasikan saat menggunakan *vacuum pump* kira-kira seperempat dari skala putaran yang ada. Saat proses *sintering* serbuk (Se,Te) dipanaskan dari temperatur ruang 32⁰C ke suhu 200 ⁰C dengan *holding time* 20 jam dan laju *sintering* 1⁰C/menit. Kemudian dilanjutkan dengan pendinginan dimana posisi *quartz tube* ditarik sedikit keluar dan dibiarkan kira-kira sampai suhu 40-50 ⁰C ditunggu $\pm$ 3 jam. Tujuan dilakukannya proses *sintering* serbuk (Se,Te) yaitu mengurangi porositas di antara partikel Se dan Te, terbentuknya *grain* serta ikatan yang kuat.

Proses *sintering* pelet Fe(Se,Te) dilakukan setelah proses kompaksi yang dijelaskan pada sub bab 3.3.4. Sebelumnya dilakukan kalibrasi *tube furnace* dengan termokopel terlebih dahulu. Hal tersebut dilakukan untuk mengetahui tingkat keakuratan alat. Pada saat proses kalibrasi di suhu 750 ⁰C diperoleh suhu 830 ⁰C. Sedangkan untuk suhu 800 ⁰C didapatkan suhu 893 ⁰C, sehingga pada saat dilakukan pengukuran suhunya disesuaikan. Pada suhu 750 ⁰C maka diatur 830 ⁰C dan pada suhu 800 ⁰C diatur 893 ⁰C. Selanjutnya masing-masing pelet FeSe_{0,5}Te_{0,5} dan FeSe_{0,25}Te_{0,75} dipanaskan dari temperatur ruang 32 ⁰C ke suhu 830 ⁰C dan 893 ⁰C dengan *holding time* 2 jam dengan laju *sintering* 1⁰C/menit. Kemudian dilanjutkan dengan

pendinginan dengan cara *quartz tube* ditarik sedikit keluar dan dibiarkan kira-kira sampai suhu $40\text{-}50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ditunggu $\pm 13\text{-}14$ jam. Proses *sintering* pelet $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ ini bertujuan agar partikel Fe dapat berdifusi diantara partikel-partikel (Se,Te) dan membentuk $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dengan ikatan yang kuat. Proses *sintering* dapat dilihat pada gambar 3.3 berikut.



(a)



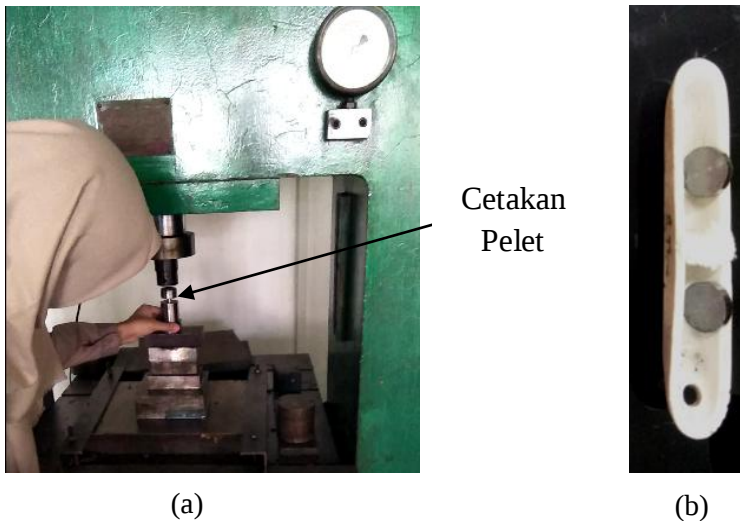
(b)

Gambar 3.3 (a) Proses *sintering* (Se,Te) dan $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$, (b) Hasil *sintering* $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$

Hasil dari proses *sintering* pelet $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ berupa serbuk, berwarna hitam dan bertekstur sedikit kasar serta terlihat berkilau yang merupakan ciri material besi (Fe).

3.3.4 Kompaksi Sampel

Proses kompaksi dilakukan setelah proses *hand milling* serbuk Fe(Se,Te). Proses kompaksi bertujuan untuk membentuk serbuk Fe(Se,Te) menjadi bentuk pelet agar saat proses *sintering* dihasilkan Fe(Se,Te) yang lebih mampat dan ikatannya lebih kuat. Proses pencetakan menjadi bentuk pelet dilakukan dengan meletakkan serbuk Fe(Se,Te) pada cetakan pelet yang berdiameter 10 mm lalu dikompaksi menggunakan mesin *press*. Proses kompaksi dilakukan dengan tekanan sekitar 375 KPa dan ditahan selama 1 menit seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.4. Pada proses ini digunakan mesin *press* BMI Simon Machinery MFG. Untuk konversi tekanan yang diaplikasikan pada mesin tersebut dapat dilihat pada lampiran 2.



Gambar 3.4 (a) Proses kompaksi serbuk Fe(Se,Te), (b) Pelet Fe(Se,Te)

Hasil dari proses kompaksi berupa pelet berwarna abu-abu dan bertekstur keras.

3.4 Karakterisasi Sampel

Karakterisasi sampel yang dilakukan pada penelitian tugas akhir ini ada tiga, yaitu karakterisasi struktur dan fasa menggunakan XRD, karakterisasi morfologi dan komposisi unsur menggunakan SEM-EDX, dan karakterisasi resistivitas sebagai fungsi suhu menggunakan *Cryogenic Magnet*. Penjelasan dari masing-masing karakterisasi sebagai berikut:

3.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur kristal, fasa dan komposisi fasa yang terkandung dalam material superkonduktor Fe(Se,Te). Uji XRD ini dilakukan di laboratorium Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS dengan menggunakan alat *X-ray Diffractometer Philips X'Pert MPD* seperti yang ditunjukkan Gambar 3.5. Spesifikasi pengujiannya meliputi : panjang gelombang yang digunakan yaitu Cu K-alpha 1 sebesar $1.54056 \text{ \AA}$ dan sudut 2θ yang digunakan adalah $10^\circ - 70^\circ$.

Menurut prinsip karakterisasi dengan XRD, sumber yang digunakan adalah sinar-X yang merupakan gelombang elektromagnetik dengan rentang panjang gelombang $0,1\text{-}1000 \text{ \AA}$. Radiasi sinar-X dihasilkan dari tumbukan elektron berkecepatan tinggi dengan logam sasaran yang keluar dari tabung sinar-X. Selanjutnya, radiasi sinar-X berinteraksi dengan struktur kristal material yang diuji. Material yang akan dianalisis struktur kristalnya harus berada dalam fasa padat sebab dalam kondisi tersebut atom-atomnya berada dalam susunan yang sangat teratur sehingga membentuk bidang-bidang kristal. Saat suatu berkas sinar-X diarahkan pada bidang tersebut maka akan timbul pola frinji akibat interferensi destruktif dan interferensi konstruktif (Callister, 2007). Interferensi konstruktif terjadi sesuai dengan Hukum Bragg seperti persamaan 3.1 berikut :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3-1)$$



Gambar 3.5 Karakterisasi dengan XRD

Data hasil keluaran dari karakterisasi dengan XRD yang berupa file berektensi *.xy kemudian dianalisis secara kualitatif menggunakan *software Match!*. *Software* ini digunakan untuk mencocokkan puncak-puncak difraksi yang terukur dengan *database* fasa yang telah tersedia. Sumber *database* yang digunakan yaitu COD Match 3. Selanjutnya dari data hasil analisis XRD dapat dihitung besar persentase fraksi volume dari fasa superkonduktor maupun fasa impuritas yang terbentuk serta parameter kisi. Untuk analisis fraksi volume dan parameter kisi menggunakan *software gsas*. Sebelumnya data file yang berasal dari hasil XRD yang berektensi *.xy dikonversikan ke dalam bentuk file *.gas terlebih dahulu. *Software* yang digunakan untuk mengkonversikan data tersebut adalah *PowDLL*. Sedangkan sumber *database* yang digunakan untuk analisis menggunakan *software gsas* berupa CIF.

3.4.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)-EDX

Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk memperoleh gambaran morfologi dari sampel superkonduktor Fe(Se,Te). Uji SEM ini dilakukan di laboratorium LPPM ITS dengan menggunakan alat *Carl Zeiss EVO MA10* seperti yang ditunjukkan gambar 3.6. Spesifikasi pengujiannya yaitu digunakan perbesaran 3000x, 10.000x, 20.000x, 30.000x, dan 40.000x.



Gambar 3. 6 Karakterisasi dengan SEM

Menurut prinsip karakterisasi dengan SEM yaitu berawal dari *electron beam* yang dihasilkan sebuah filamen pada *electron gun*. Pada umumnya *electron gun* yang digunakan berupa lilitan *tungsten* yang berfungsi sebagai katoda. Selanjutnya tegangan diberikan kepada lilitan dan mengakibatkan terjadinya pemanasan. Anoda kemudian akan membentuk gaya yang dapat menarik elektron melaju menuju ke anoda. Kemudian *electron beam* difokuskan ke suatu titik pada permukaan sampel dengan menggunakan dua buah *condenser lens*. Hamburan elektron, baik *Secondary Electron* (SE) atau *Back Scattered Electron* (BSE) dari permukaan sampel akan dideteksi oleh detektor dan

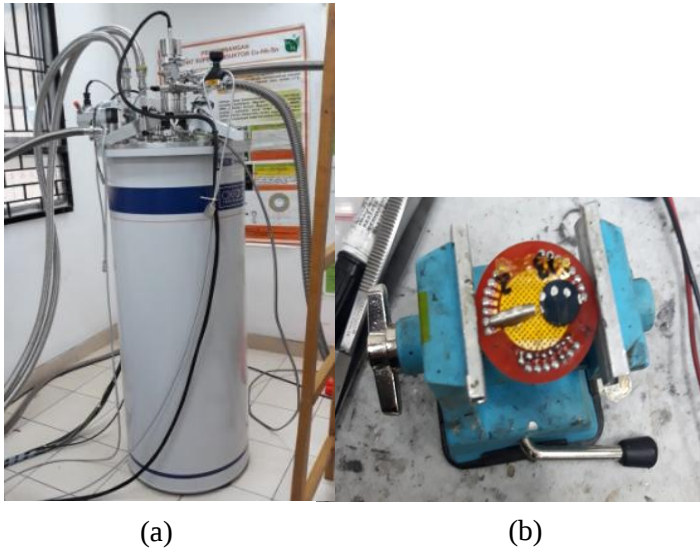
dimunculkan dalam bentuk gambar pada layar CRT (Yudi, 2011).

Data hasil keluaran dari karakterisasi dengan SEM kemudian dianalisis secara kualitatif maupun kuantitatif. Secara kualitatif dilakukan analisis terhadap citra morfologinya, dapat diamati bentuk dan ukuran partikel penyusun tiap sampel serta distribusinya melalui *mapping*. Sedangkan secara kuantitatif dilakukan analisis terhadap komposisi unsur menggunakan hasil EDX. Berdasarkan data hasil EDX diketahui persentase unsur yang terkandung dalam tiap sampel.

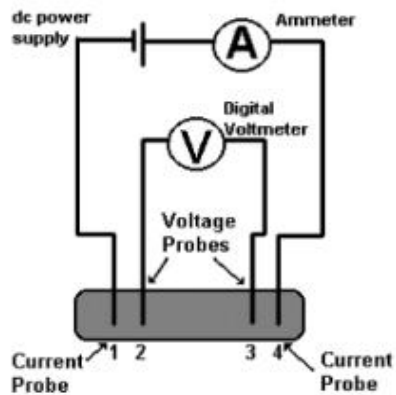
3.4.3 Resistivitas sebagai Fungsi Suhu

Karakterisasi dengan *Cryogenic Magnet* dilakukan untuk mengetahui ketergantungan resistivitas terhadap suhu sehingga diperoleh nilai suhu kritis (T_c) dari masing-masing sampel superkonduktor Fe(Se,Te). Uji resistivitas ini dilakukan di P2MM-LIPI dengan menggunakan alat *Cryogenic Magnet Cryotron FR* buatan Oxford seperti yang ditunjukkan gambar 3.7. Spesifikasi pengujiannya yaitu digunakan gas Helium dan suhu pengukurannya dilakukan pada rentang 300 K sampai 7 K.

Prinsip karakterisasi dengan *Cryogenic Magnet* menggunakan sistem *pulse tube cryocooler* untuk mendinginkan gas Helium. Sehingga tidak diperlukan penanganan cairan Helium untuk sistem pendinginannya. Gas Helium akan dimampatkan oleh kompresor sehingga suhu gas Helium akan turun. Komponen ujinya meliputi: satu unit utama *cryogenic magnet* sebagai tempat dimasukkannya sampel, *circulation pump* untuk mengurangi tekanan gas Helium sehingga suhu dapat diturunkan hingga 1,5 K. Apabila kompresor gas Helium tanpa *circulation pump* akan menurunkan suhu sampel hingga 4,2 K dan *temperature and magnet controller* untuk mengkontrol suhu dan medan magnet, serta alat ukur *resistivity*. Pengukuran *resistivity* dengan metode *four point probe* dan skema pengukurannya seperti pada Gambar 3.8 (Agung, 2014).



Gambar 3.7 Karakterisasi dengan *Cryogenic Magnet*
 (a)*Cryogenic Magnet*, (b)Sampel Pengujian



Gambar 3.8 Skema Pengukuran *Resistivity* (ASTM, 1997)

Untuk menghitung *resistivity*, digunakan persamaan sebagai berikut :

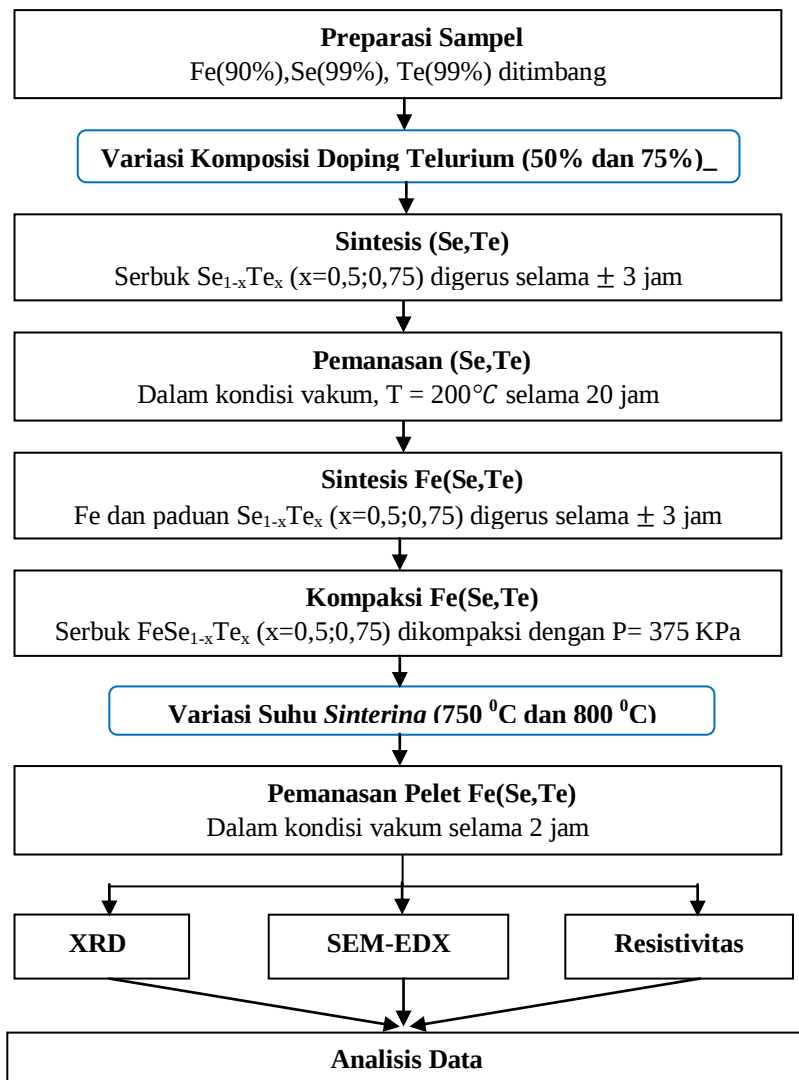
$$\rho = R \frac{A}{l} \quad (3-2)$$

Dengan : ρ =resistivitas (Ohm.cm), A= luas penampang (cm²), l=panjang (cm), dan R = resistansi (Ohm).

Data hasil keluaran dari karakterisasi dengan *Cryogenic Magnet* dianalisis secara kualitatif menggunakan *software KaleidaGraph*. *Software* ini digunakan untuk melihat hasil grafik hubungan resistansi terhadap temperatur yang dapat dilihat pada lampiran 3. Selanjutnya hasil tersebut dikonversi ke dalam bentuk grafik hubungan *resistivity* terhadap temperatur menggunakan persamaan 3.2 dan diolah dengan *software Origin*. Untuk nilai resistansi dan temperatur didapatkan dari data hasil *Cryogenic Magnet*, nilai A dan l didapatkan dari data *logbook* pada lampiran 3.

3.5 Diagram Alir Penelitian

Penyederhanaan mengenai langkah-langkah metodologi percobaan yang digunakan dalam penelitian ini disajikan dalam diagram alir seperti pada Gambar 3.9.



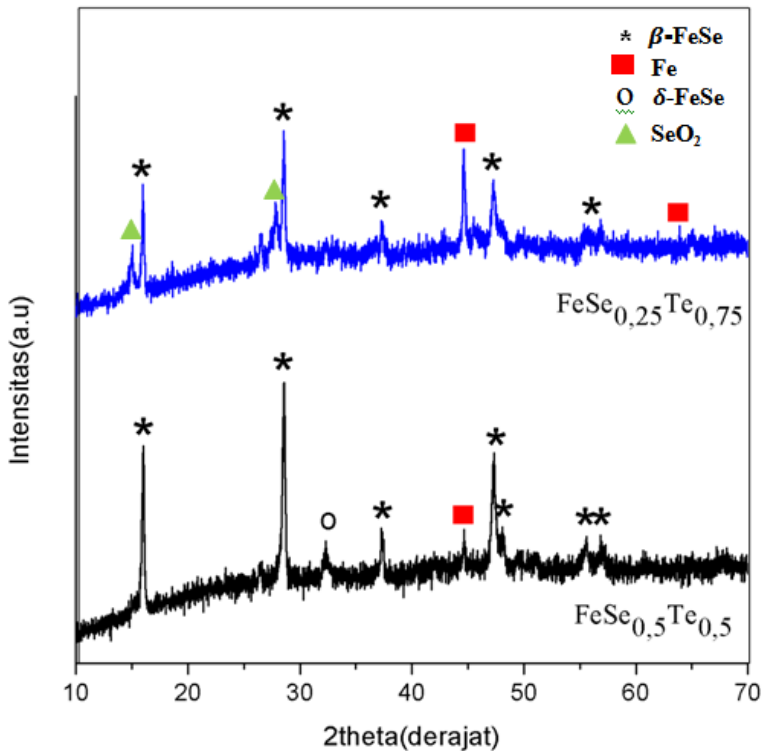
Gambar 3.9 Diagram Alir Sintesis Fe(Se,Te)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Struktur dan Fasa dengan XRD

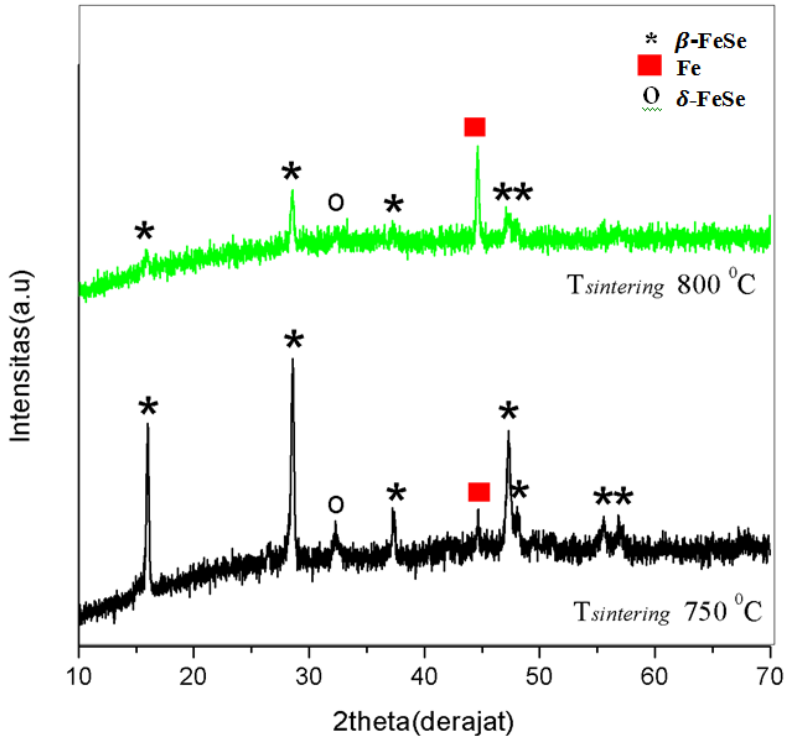
Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mengetahui struktur dan fasa sampel superkonduktor Fe(Se,Te). Karakterisasi dilakukan pada sudut 2θ antara 10° sampai 70° . Pola difraksi XRD dari keempat sampel dapat dilihat pada gambar 4.1 dan 4.2.



Gambar 4.1 Pola XRD Fe(Se,Te) dengan variasi komposisi *doping* Telurium ($T_{\text{sintering}} 750^\circ\text{C}$)

Berdasarkan gambar 4.1 pengaruh komposisi *doping* Telurium untuk sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dan $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ ($T_{\text{sintering}} 750\text{ }^{\circ}\text{C}$) yaitu intensitas puncak semakin menurun seiring bertambahnya mol Telurium dari 0,5 ke 0,75. Menurunnya intensitas puncak tersebut terutama pada fasa superkonduktor yaitu $\beta\text{-FeSe}$ (FeSe tetragonal) disebabkan oleh kenaikan komposisi Telurium yang mengakibatkan terjadinya transisi struktur dari tetragonal ke ortorombik. Hasil tersebut dikonfirmasi oleh literatur Mizuguchi *et al* tahun 2010 melalui diagram fase $\text{Fe}_{1+d}\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ yang ditunjukkan pada Gambar 2.8. Sedangkan untuk variasi sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dan $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ ($T_{\text{sintering}} 800\text{ }^{\circ}\text{C}$) juga menunjukkan hasil yang sama yaitu intensitas puncak fasa superkonduktor $\beta\text{-FeSe}$ (FeSe tetragonal) semakin menurun seiring bertambahnya komposisi Telurium. Hasil tersebut dapat dilihat pada lampiran 4. Menurunnya intensitas puncak fasa superkonduktor $\beta\text{-FeSe}$ (FeSe tetragonal) berpengaruh pada fraksi volume superkonduktor yang dihasilkan dan berdampak pada sifat superkonduktivitas menjadi kurang baik. Hal ini dikonfirmasi menurut literatur Mizuguchi *et al* tahun 2009 yang melaporkan jika koeksistensi superkonduktivitas dan transisi struktural fasa mungkin menjadi penyebab temperatur kritis (T_c) yang dihasilkan lebih rendah, transisi lebih luas dan fraksi volume superkonduktor yang lebih kecil di FeSe.

Sedangkan pengaruh temperatur *sintering* untuk sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ ditunjukkan pada gambar 4.2. Pengaruh temperatur *sintering* yaitu semakin tinggi suhu maka semakin sedikit fasa superkonduktor $\beta\text{-FeSe}$ (FeSe tetragonal) yang dihasilkan dan semakin banyak fasa impuritas yang dihasilkan. Pada suhu *sintering* $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ menunjukkan bahwa intensitas puncak fasa superkonduktor $\beta\text{-FeSe}$ (FeSe tetragonal) menurun dan justru intensitas puncak fasa impuritas yaitu besi (Fe) meningkat. Dengan demikian penggunaan suhu *sintering* $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ lebih tepat untuk diterapkan dalam proses pemanasan. Menurut literatur Liu *et al* tahun 2016 ketika suhu *sintering* meningkat diatas $600\text{ }^{\circ}\text{C}$,



Gambar 4.2 Pola XRD Fe(Se,Te) dengan variasi temperatur *sintering*

fasa utama yang diperoleh yaitu β -Fe(Se,Te) dan tanpa fasa sekunder, fasa β -superkonduktor yang baik diperoleh dalam kondisi *sintering* 700°C . Fasa superkonduktor FeSe dengan fasa Fe(Se,Te) sama- sama β -FeSe(tetragonal) dan yang membedakan adalah nilai suhu kritisnya (T_c). Fasa impuritas yang dominan adalah besi (Fe) diasumsikan muncul akibat waktu *sintering* yang diterapkan kurang lama sehingga unsur besi (Fe) ada yang belum bereaksi. Dibutuhkan waktu lebih lama untuk meningkatkan proses difusi unsur besi (Fe) selama *sintering*. Hal ini dikonfirmasi oleh literatur Liu *et al* tahun 2016 bahwa untuk

mencapai fasa $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dengan sifat superkonduktor yang tinggi, perlu untuk meningkatkan proses difusi selama *sintering*. Temperatur kritis (T_c) sampel yang *disintering* pada suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam dengan proses *quenching* diatas 14 K. Untuk variasi sampel $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ juga menunjukkan hasil yang sama dan dapat dilihat pada lampiran 4.

Analisis secara kualitatif terhadap struktur dan fasa yang terbentuk dilakukan menggunakan *software Match!*. Dari hasil olahan diketahui bahwa terbentuknya fasa superkonduktor $\beta\text{-FeSe}$ dengan struktur kristal tetragonal dengan *space group* $P4/nmm$ pada empat sampel $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ sesuai database COD dengan nomor #96-432-9646. Sedangkan untuk fasa impuritas yang terbentuk antara lain: fasa $\delta\text{-FeSe}$ (Achavalite, struktur heksagonal, *spacegroup* $P63/mmc$), Fe (struktur *cubic*, *spacegroup* $Im-3m$), dan SeO_2 (struktur tetragonal, *spacegroup* $P42/mbc$). Fasa impuritas tersebut muncul sebagai akibat kurang lamanya waktu *sintering* yang menyebabkan unsur besi (Fe) ada yang belum bereaksi dan terjadi oksidasi. Dapat dilihat pada gambar 4.1, 4.2 dan lampiran 4 ($T_{\text{sintering}}\ 800\text{ }^\circ\text{C}$) intensitas puncak besi (Fe) masih cukup tinggi dan ada unsur Oksigen. Meskipun ditemukan banyak impuritas, namun dengan teridentifikasinya fasa superkonduktor $\beta\text{-FeSe}$ pada masing-masing sampel $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dapat dipastikan bahwa sampel termasuk material superkonduktor. Namun hal ini perlu dikonfirmasi kembali kebenarannya melalui karakterisasi resistivitas sebagai fungsi suhu.

Selanjutnya dilakukan analisis secara kuantitatif menggunakan *software gsm* dan *cellcalc* dengan kode CIF sebagai berikut: CIF #96-900-8419 (SeO_2), #96-901-3475 (Fe), #96-901-5077 (FeSe heksagonal), #96-432-9646 (FeSe tetragonal). Dari hasil *refinement gsm* dapat diidentifikasi parameter kisi dan komposisi fasa. Pada Tabel 4.1 dan 4.2 ditampilkan nilai parameter kisi dan komposisi fasa masing-masing sampel. Berdasarkan Tabel 4.1 menunjukkan bahwa pengaruh komposisi *doping* Telurium mengakibatkan terjadinya

ekspansi parameter kisi sumbu-c untuk sampel 1 dan 2. Hal tersebut terjadi akibat substitusi Selenium oleh Telurium yang memiliki jari-jari lebih besar. Menurut literatur Mousavi *et al* tahun 2014 mengkonfirmasi bahwa komposisi Telurium (Te) berhubungan dengan komposisi besi (Fe) dimana substitusi Telurium (Te) memperluas parameter kisi sumbu-c dan dapat mengakibatkan intersisi besi (Fe) dalam sel satuan dengan jumlah yang besar. Selain itu, menurut literatur Yeh *et al* tahun 2008 menyatakan bahwa parameter kisi berekspansi karena fakta bahwa jari-jari ion Telurium lebih besar dibanding Selenium. Ekspansi parameter kisi sumbu-a dan c pada β -FeSe dinormalisasi ke ($a = 3,775 \text{ \AA}$ dan $c = 5,512 \text{ \AA}$).

Tabel 4.1 Nilai parameter kisi pada Superkonduktor Fe(Se,Te)

Sampel	Parameter Kisi ($\text{\AA}$)		
	a	c	c/a
FeSe _{0,5} Te _{0,5} (750 °C)	3,778188	5,514397	1,46
*FeSe _{0,25} Te _{0,75} (750 °C)	3,88482	6,05355	1,56
FeSe _{0,5} Te _{0,5} (800 °C)	3,776624	5,512172	1,46
FeSe _{0,25} Te _{0,75} (800 °C)	3,780420	5,500999	1,46

*cellcalc

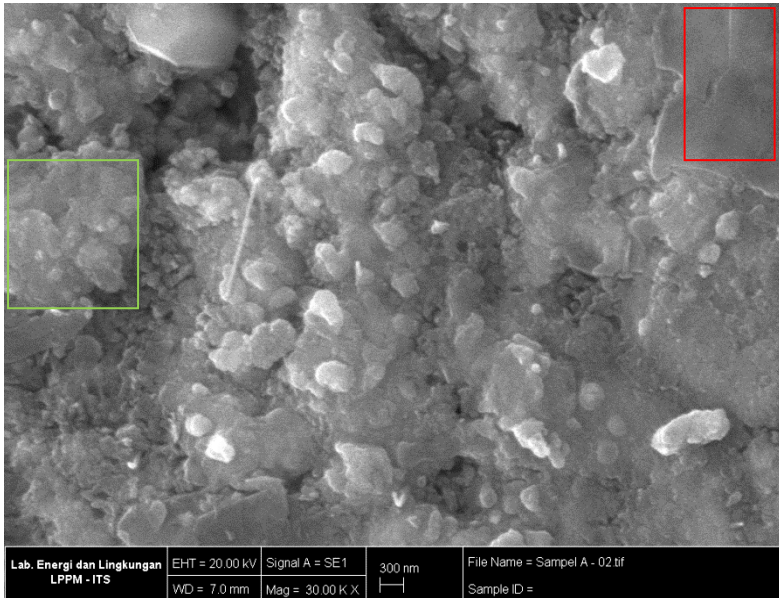
Tabel 4.2 Komposisi fasa pada Superkonduktor Fe(Se,Te)

Sampel	Komposisi Fasa (wt%)			
	β -FeSe	δ -FeSe	Fe	SeO ₂
FeSe _{0,5} Te _{0,5} (750 °C)	85,24	5,16	9,6	-
FeSe _{0,25} Te _{0,75} (750 °C)	66,51	-	20,8	17,46
FeSe _{0,5} Te _{0,5} (800 °C)	51,58	4,24	44,18	-
FeSe _{0,25} Te _{0,75} (800 °C)	24,38	-	66,52	9,09

Pada sampel ketiga dan keempat nilai parameter kisi sumbu-c mengalami penurunan. Hal ini diasumsikan terjadi akibat komposisi fasa impuritasnya lebih besar dibanding komposisi fasa superkonduktornya. Pada sampel keempat terdapat fasa impuritas yaitu besi (Fe) dan Selenium dioksida (SeO_2) dengan komposisi fasa masing-masing sebesar 66,52% dan 9,09%. Dengan demikian substitusi Selenium oleh Telurium menjadi tidak optimal akibat ada Selenium yang teroksidasi. Pada masing-masing keempat sampel Fe(Se,Te) nilai parameter kisi sumbu-a dan c hampir sama dengan ekspansi parameter kisi sumbu-a dan c yang dinormalisasi pada FeSe ($a = 3,775 \text{ \AA}$ dan $c = 5,512 \text{ \AA}$) dan ekspansi parameter kisinya sangat kecil. Hal ini menunjukkan bahwa fasa FeSe dengan fasa Fe(Se,Te) adalah sama yaitu β -FeSe(FeSe tetragonal) seperti yang dikonfirmasi pada literatur Yeh *et al* tahun 2008. Pada sampel kedua nilai parameter kisi dihitung menggunakan *software Cellcalc* karena CIF yang digunakan tidak cocok pada *software gsas* dan nilai *chi* yang dihasilkan dari *refinement* masih besar yaitu 1,846. Sedangkan tolak ukur keberhasilan proses *refinement* menggunakan *software gsas* dapat dilihat dari nilai *chi* di bawah 1,3 dan nilai Rp. Rwp. Bragg di bawah 10%. Perhitungan komposisi fasa sampel kedua digunakan cara manual dengan analisis satu persatu intensitas *peak* difraksi yang terukur dan dapat dilihat pada lampiran 5. Sedangkan perhitungan parameter kisinya menggunakan *software Cellcalc*.

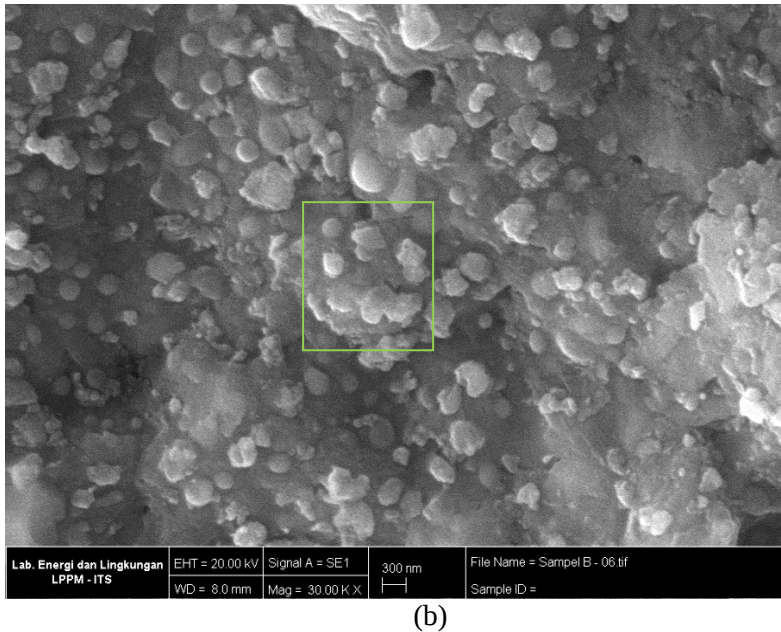
4.2 Analisis Morfologi dan Komposisi Unsur dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)-EDX

Karakterisasi dengan SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi dan distribusi komposisi penyusun pada sampel superkonduktor Fe(Se,Te) secara kualitatif dan kuantitatif. Karakterisasi dilakukan pada perbesaran 1000x, 3000x, 10.000-40.000x. Hasil karakterisasi dari dua sampel superkonduktor Fe(Se,Te) dari masing-masing variasi komposisi *doping* Telurium pada perbesaran 30.000x dapat dilihat pada gambar 4.3.



(a)

Dari citra morfologi SEM pada perbesaran 30.000x dapat dilihat morfologi setiap sampel berupa butiran yang menggumpal atau membentuk granula. Granula yang terbentuk dikarenakan terjadinya aglomerasi (kotak hijau) akibat proses penggerusan. Aglomerasi ini menunjukkan bahwa unsur penyusunnya satu sama lain saling berikatan. Aglomerasi juga diasumsikan saat Se-Te berbentuk *liquid* pada suhu diatas 722,66K sedangkan pada besi (Fe) masih dalam bentuk *solid* (titik leleh Fe : 1811,15 K). Ukuran butiran setiap butirnya ± 300 nm. Pada sampel 1 dan 2 sama-sama mempunyai morfologi yang heterogen setiap butirnya. Pada sampel 1 terlihat ada sebagian morfologi permukaan yang halus (kotak merah). Hal tersebut diasumsikan jika bagian ini distribusi ukuran partikel penyusunnya sudah homogen.



Gambar 4.3 Hasil Karakterisasi SEM perbesaran 30.000x
(a) $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dan (b) $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ ($T_{\text{sintering}} 750^\circ\text{C}$)

Untuk mengetahui hasil distribusi komposisi unsur pada sampel superkonduktor $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ secara kualitatif dan kuantitatif digunakan EDX. Hasil *mapping* dengan EDX pada sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ ($T_{\text{sintering}} 750^\circ\text{C}$) dapat dilihat pada gambar 4.4. Dari gambar 4.4(a) warna merah mengindikasikan unsur besi (Fe), warna hijau mengindikasikan unsur Selenium (Se), dan warna biru mengindikasikan unsur Telurium (Te). Hasil *mapping* menunjukkan bahwa persebaran unsur penyusun sampel $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ sudah merata. Jika dilihat masing-masing unsur besi (Fe), Selenium (Se) dan Telurium (Te) memiliki persebaran yang homogen. Hal ini memiliki keterkaitan pada morfologi sampel 1 pada perbesaran 30.000x ditemukan permukaan yang halus. Namun hal ini kontradiksi dengan hasil *mapping* pada sampel

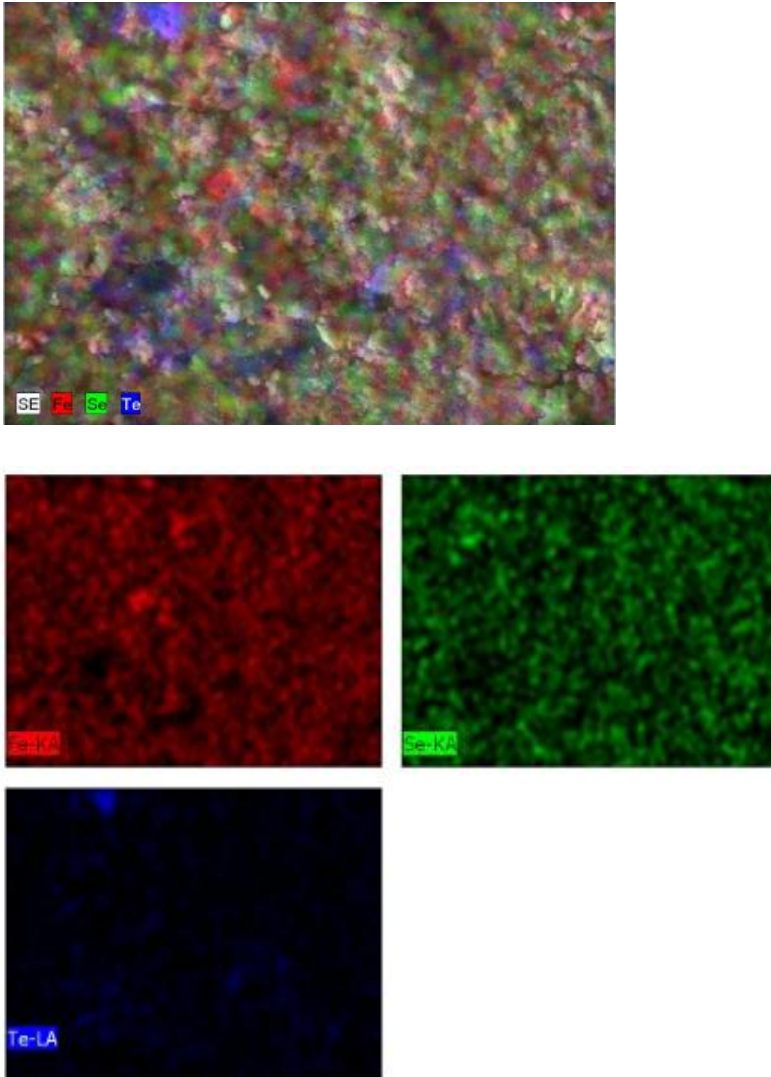
$\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ ($T_{\text{sintering}} 750\text{ }^{\circ}\text{C}$) yang dapat dilihat pada gambar 4.4(b). Hasil *mapping* menunjukkan bahwa persebaran unsur penyusun masih belum merata pada sampel $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$. Jika dilihat unsur besi (Fe) dan Telurium (Te) memiliki persebaran yang tidak merata dan beberapa teraglomerasi di bagian tertentu. Hal ini juga dikonfirmasi pada hasil XRD jika intensitas *peak* besi (Fe) masih tinggi. Sedangkan unsur Selenium (Se) memiliki persebaran yang merata.

Komposisi unsur (at.%) yang terdapat pada sampel $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ untuk perbesaran 3000x dapat dilihat pada tabel 4.3.

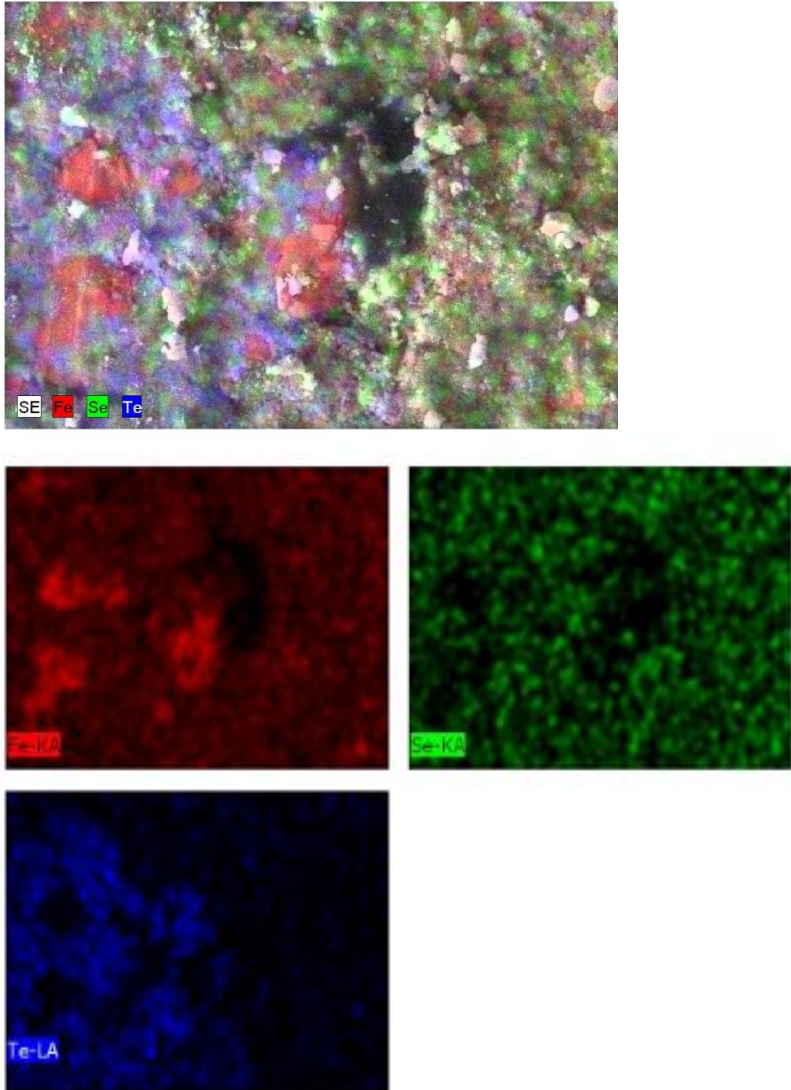
Tabel 4.3 Hasil EDX Sampel Superkonduktor $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$

Sampel	% Atomic		
	Fe	Se	Te
$\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ ($750\text{ }^{\circ}\text{C}$)	49,50	48,90	1,61
$\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ ($750\text{ }^{\circ}\text{C}$)	56,12	37,62	6,26

Berdasarkan hasil komposisi unsur penyusun sampel $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ pada Tabel 4.3 persentase jumlah atom unsur Selenium (Se) mengalami penurunan sedangkan atom unsur Telurium (Te) mengalami peningkatan. Hal ini sesuai dengan perbandingan mol Selenium (Se) dan Telurium (Te) yang digunakan. Hasil EDX dari unsur Selenium (Se) dan Telurium (Te) ini dapat dikaitkan dengan parameter kisi yang dihasilkan sebagai akibat substitusi Selenium (Se) oleh Telurium (Te). Dengan meningkatnya komposisi Telurium (Te) menyebabkan terjadinya ekspansi parameter kisi yang disajikan pada Tabel 4.1. Hasil EDX menunjukkan unsur besi (Fe) berlebih di semua sampel. Hal tersebut dikonfirmasi pada hasil karakterisasi XRD bahwa intensitas *peak* unsur besi (Fe) cukup tinggi. Hasil perhitungan komposisi unsur (at%) teoritis dapat dilihat pada lampiran 1.



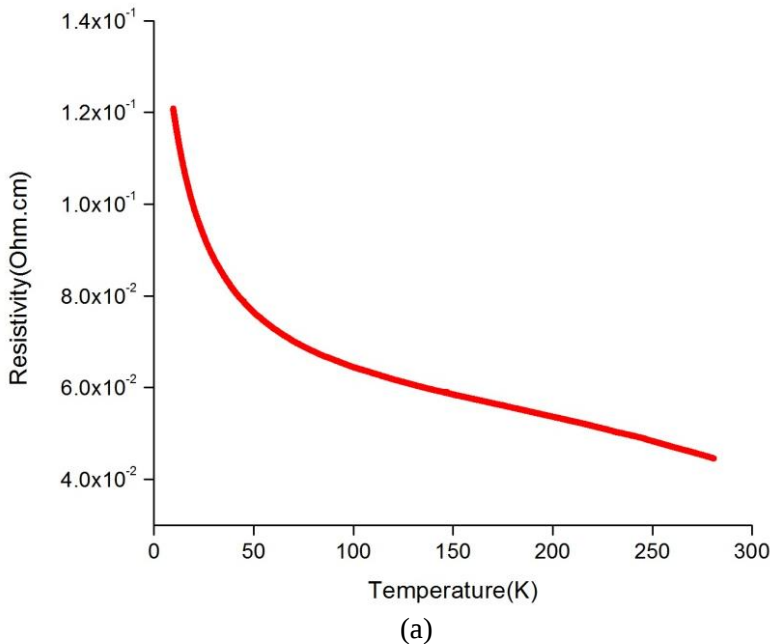
Gambar 4.4 (a) Hasil *mapping* $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ ($T_{\text{sintering}} 750^{\circ}\text{C}$)

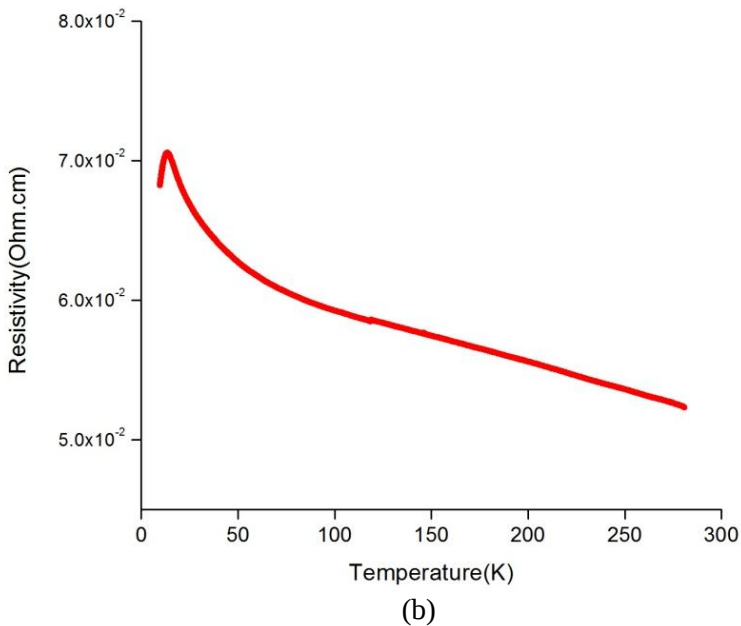


Gambar 4.4 (b) Hasil *mapping* $\text{FeSe}_{0.25}\text{Te}_{0.75}$ ($T_{\text{sintering}} 750^\circ\text{C}$)

4.3 Analisis Resistivitas sebagai Fungsi Suhu dengan *Cryogenic Magnet*

Karakterisasi dengan *Cryogenic Magnet* dilakukan untuk mengetahui sifat superkonduktivitas pada sampel superkonduktor Fe(Se,Te). Sifat tersebut dapat dianalisis dari grafik ketergantungan resistivitas terhadap suhu. Grafik hasil karakterisasi pada temperatur 300 K – 7 K dari dua sampel superkonduktor Fe(Se,Te) untuk variasi komposisi *doping* Telurium pada suhu *sintering* 750 °C dapat dilihat pada gambar 4.5





Gambar 4.5 Grafik ketergantungan resistivitas terhadap suhu (a) $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$, (b) $\text{FeSe}_{0.25}\text{Te}_{0.75}$ ($T_{\text{sintering}} 750^\circ\text{C}$)

Berdasarkan grafik di atas hanya sampel $\text{FeSe}_{0.25}\text{Te}_{0.75}$ ($T_{\text{sintering}} 750^\circ\text{C}$) yang menunjukkan fenomena superkonduktivitas dan diperoleh suhu kritis (T_c) sekitar 13 K. Suhu kritis (T_c) sebesar 13 K menunjukkan adanya kenaikan nilai suhu kritis dari superkonduktor $\text{FeSe} \sim 8$ K. Dengan demikian *doping* Telurium mampu meningkatkan nilai suhu kritis (T_c). Hal tersebut dikonfirmasi pada penelitian Yeh *et al* di tahun 2008 bahwa suhu kritis (T_c) dapat meningkat hingga 15,2 K dengan *doping* Telurium 50%. Sedangkan pada suhu antara 280 K sampai 13 K terlihat perubahan resistivitas yang semakin besar seiring penurunan suhu. Hal tersebut menunjukkan fenomena semikonduktor. Fenomena ini disebabkan oleh Selenium dan Telurium termasuk *metalloid* yang umumnya bersifat semikonduktor. Selain itu ada faktor impuritas lain yaitu berupa

besi (Fe) dengan komposisi sebesar 20,8% dan SeO_2 dengan komposisi sebesar 17,46%. Besar kemungkinan material besi (Fe) ini ada yang belum bereaksi. Hal tersebut dikonfirmasi pada hasil XRD gambar 4.1 yang menunjukkan intensitas puncak besi (Fe) cukup tinggi dan juga persebaran besi (Fe) yang belum merata serta terlihat dominan pada hasil *mapping* SEM juga EDX di perbesaran 3000x gambar 4.4(b).

Pada suhu di bawah 13 K, sampel $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ ($T_{\text{sintering}} 750^\circ\text{C}$) sudah menunjukkan fenomena superkonduktivitas. Sifat superkonduktivitas sampel $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ ($T_{\text{sintering}} 750^\circ\text{C}$) ini disebabkan oleh fasa superkonduktor β -FeSe dengan komposisi sebesar 66,51%. Hal ini juga dikonfirmasi oleh literatur Mousavi *et al* tahun 2014 bahwa nilai c/a pada sampel ini sebesar 1,56 mendekati 1,6 sehingga didapatkan nilai temperatur kritis (T_c) optimum sebesar 13 K. Nilai suhu kritis (T_c) ini lebih besar dibandingkan penelitian yang sudah dilakukan oleh Mizuguchi *et al* pada tahun 2009 yang menghasilkan suhu kritis (T_c) sebesar 11,8 K dengan *doping* Telurium sebesar 75%.

Sedangkan pada sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ ($T_{\text{sintering}} 750^\circ\text{C}$) tidak menunjukkan fenomena superkonduktivitas melainkan hanya semikonduktor sehingga tidak diperoleh nilai suhu kritis (T_c). Hal tersebut bertentangan dengan hasil komposisi fasa pada Tabel 4.2 yang menunjukkan bahwa sampel tersebut memiliki fasa superkonduktor β -FeSe lebih besar dibanding fasa impuritasnya. Hal ini diasumsikan saat pengukuran resistivitas terjadi ketidaksinambungan *grain* sehingga pengukurannya menjadi tidak optimal. Dengan demikian bisa mempengaruhi resistansi yang terukur. Faktor lain yaitu diasumsikan arus listrik yang mengalir terputus saat pengukuran tidak tepat pada material superkonduktornya. Oleh karena itu, perlu dibuktikan dengan uji SQUID untuk memastikan bahwa material tersebut merupakan material diamagnetisme sebagaimana karakteristik dari material superkonduktor.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dan analisa data yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Pengaruh komposisi *doping* Telurium menunjukkan bahwa semakin besar komposisi Telurium maka semakin berkurang fasa β -FeSe. Semakin berkurang fasa β -FeSe maka sifat superkonduktivitas Fe(Se,Te) kurang baik. Pada sampel dengan kadar $\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ ($x=50\%$) suhu $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ diperoleh fasa β -FeSe lebih banyak yaitu 68,41 %.
2. Pengaruh temperatur *sintering* menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu maka semakin berkurang fasa β -FeSe yang dihasilkan. Suhu yang terlalu tinggi merusak puncak difraksi dari fasa β -FeSe dan meningkatkan fasa impuritas terutama besi (Fe).
3. Morfologi pada sampel superkonduktor Fe(Se,Te) berupa granula yang teraglomerasi dan menunjukkan bahwa unsur penyusunnya satu sama lain saling berikatan. Komposisi unsur dari superkonduktor Fe(Se,Te) menunjukkan unsur besi (Fe) berlebih pada kedua sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dan $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ ($T_{\text{sintering}}\ 750\text{ }^{\circ}\text{C}$)
4. Komposisi *doping* Telurium sebesar 75 % menunjukkan sifat superkonduktivitas dengan suhu kritis (T_c) sebesar 13 K untuk sampel $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ suhu $750\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, saran untuk penelitian selanjutnya antara lain:

1. Dilakukan penelitian lebih lanjut dengan metode lain untuk mendapatkan kualitas superkonduktor Fe(Se,Te) yang lebih baik.

2. Dilakukan penelitian lebih lanjut untuk memanfaatkan superkonduktor $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dalam penerapan aplikasi karena sesuai hasil didapatkan nilai T_c yang masih dalam rentang material semikonduktor.

DAFTAR PUSTAKA

- ASTM F42-93. 1997. *Standard Test Methods for Conductivity Type of Extrinsic Semiconducting Materials*. Annual Bk. ASTM St.
- Berlian K.P., Witha. 2018. *Superkonduktor dan Aplikasinya*. Tangerang Selatan : LIPI.
- Callister W.D. 1994. *Materials Science and Engineering an Introduction 3rd Edition*. John Wiley & Sons, Inc. United States of America.
- Callister W.D. 2007. *Materials Science and Engineering an Introduction. 7th Edition*. John Wiley & Sons, Inc. United States of America.
- Cyrot M, Pavuna D. 1992. *Introduction to Superconductivity and High-Tc Materials*. Singapore:World Scientific Publishing Co.Pte.Ltd.
- Gede S., Wayan. 2013. *Sintesis, Karakterisasi Struktur dan Sifat Superkonduktor REBa₂Cu₃O₇ - δ* . Disertasi. Surabaya: ITS.
- G.Ghosh *et al.* 1988. *A thermodynamic Assessment of The Se-Te System*. CALPHAD 12(3):295-299.
- Hsu F.C. *et al.* 2008. *Superconductivity in the PbO type Structure α -FeSe*. PNAS Journal. 105(38) : 1-3.
- H.Kamerlingh Onnes. 1911. *Further experiments with liquid helium. G. On the electrical resistance of pure metals, etc. VI. On the sudden change in the rate at which the resistance of mercury disappears*.Comm. Phys. Lab. Univ. Leiden (124c).

- H.Lei *et al.* 2012. *Iron chalcogenide superconductors at high magnetic fields*. Sci. Technol. Adv. Mater. 13(05), 4305.
- H.Okamoto.1992. *The FeSe (iron-selenium) system*. J. Phase Equilib 12: 383.
- Imaduddin A. dkk. 2014. *Analisa Hambatan Jenis Listrik pada kawat Superkonduktor dengan Memakai Alat Cryogenic*. Prosiding Seminar Material Metalurgi Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI.
- Ismunandar dan Cun Sen. 2004. *Mengenal Superkonduktor*. <http://www.fisikanet.lipi.go.id/utama.cgi?cetakartikel&1100396563>. Diakses pada tanggal 9 Juli 2018 pukul 08.30 WIB.
- J.C Grivel *et al.* 2012. *In situ X-ray diffraction study of the formation of Fe(Se,Te) from various precursors*. Physics Procedia 36:600 – 605.
- Jixing Liu *et al.* 2016. *The phase evolution mechanism in Fe(Se, Te) system*. Physica C: Superconductivity and its applications Journal 527:68-73.
- Nisa K. 2016. *Sintesis dan Karakterisasi FeTe_{1-x}S_x dengan Metode Pemaduan Mekanik dan Perlakuan Panas sebagai Material Superkonduktor*. Skripsi. Surabaya:Universitas Airlangga.
- Pikatan, S.1989. *Mengenal Superkonduktor*. Kristal 3:1-6.
- Puspa D., Yulia 2016. *Pengaruh Komposisi pada Sifat Struktur dan Superkonduktivitas Fe(Se,Te) Dipreparasi dengan Metode Metalurgi Serbuk*. Skripsi. Surabaya:Universitas Airlangga.

- Ramlan. 2001. *Pengaruh MgO dan Suhu Sintering Terhadap Mikrostruktur dan Sifat Fisis Keramik Beta Alumina*. Tesis. Universitas Indonesia.
- Ramlan. 2011. *Pengaruh Suhu dan Waktu Sintering terhadap Sifat bahan Porselen untuk Bahan Elektrolit Padat Komponen Elektronik*. Jurnal Penelitian Sains 14(3B):1-4.
- S.C.Speller *et al.* 2011. *Analysis of $\text{Fe}_y\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ thin films grown by radio frequency sputtering*. Supercond. Sci. Technol. 24, 075023.
- S.Margadonna *et al.* 2009. *Pressure evolution of the low-temperature crystal structure and bonding of the superconductor FeSe (Tc537K)*. Phys. Rev. B 80B (6), 4506.
- Suprihatin. 2008. *Pengaruh Variasi Suhu Sintering dalam Sintesis Superkonduktor Bi-2212 dengan Doping Pb(BPSCCO) pada Suhu Kalsinasi 970⁰C*. Seminar Nasional Sains dan Teknologi II. Bandar Lampung :Universitas Lampung.
- S.X.Huang *et al.* 2010. *Control of tetrahedral coordination and superconductivity in $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$ thin films*. Phys. Rev. Lett. 104, 217002.
- T.M.Mc Queen *et al.* 2009. *Tetragonal-to-Orthorhombic Structural Phase Transition at 90 K in the Superconductor $\text{Fe}_{1.01}\text{Se}$* . Phys Rev Lett 103:1-22.
- T.Mousavi *et al.* 2014. *Structural parameters affecting superconductivity in iron chalcogenides : a review*. Material Science and Technology Journal 30 (15):1-15.

- Yeh *et al.* 2008. *Tellurium substitution effect on superconductivity of the α -phase iron selenide*. *EPL Journal* 84:1-4.
- Yoichi Kamihara *et al.* 2008. *Iron Based Layered Superconductor $\text{La}[\text{O}_{1-x}\text{F}_x]\text{FeAs}$ ($x=0.05-0.12$) with $T_c=26$ K*. *American Chemical Society Journal* 130(11): 1-2.
- Yoshikazu Mizuguchi *et al.* 2009. *Substitution Effects on FeSe Superconductor*. *Journal of Physical Society of Japan* 78(7):1-5.
- Yoshikazu Mizuguchi *et al.* 2010. *Review of Fe Chalcogenides as the Simplest Fe-Based Superconductor*. *Journal of Physical Society of Japan* 79(10):1-18.
- Yudi. 2011. *Scanning Electron Microscope (SEM) dan Optical Emission Spectroscopy (OES)*. Material: 1-2.
- Yuliati, Tatik. 2010. *Sintesis Superkonduktor BPSCCO/Ag Menggunakan Metode Padatan*. Skripsi. Surakarta: Universitas Sebelas Maret.

LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Stokiometri dan Komposisi Unsur Teoritis

*Untuk perhitungan sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dengan perbandingan mol Fe:Se:Te = 1: 0,5 : 0,5.

Diketahui berat molekul untuk $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$:

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

Pada penelitian ini, dibuat sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dengan total massa tiga gram untuk dua sampel.

Massa $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$

$$= (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Fe} : (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Se} : (\text{mol} \times \text{BM}) \text{ Te}$$

$$= (1 \text{ mol} \times 55,85 \text{ g/mol}) : (0,5 \text{ mol} \times 78,96 \text{ g/mol}) : (0,5 \text{ mol} \times 127,6 \text{ g/mol})$$

$$= 55,85 : 39,48 : 63,8 = 1,4 : 1 : 1,6$$

Dengan total massa tiga gram untuk dua sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ sehingga diperoleh massa masing-masing material sebagai berikut:

$$\text{Fe} = \frac{1,4}{4} \times 3 \text{ gram} = \frac{1,05}{2} = 0,525 \text{ gram}$$

$$\text{Se} = \frac{1}{4} \times 3 \text{ gram} = \frac{0,75}{2} = 0,375 \text{ gram}$$

$$\text{Te} = \frac{1,6}{4} \times 3 \text{ gram} = \frac{1,2}{2} = 0,6 \text{ gram}$$

*Untuk perhitungan sampel $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$ dengan perbandingan mol Fe : Se : Te = 1 : 0,25 : 0,75

Massa $\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$

$$= (\text{mol} \times \text{BM}) \text{Fe} : (\text{mol} \times \text{BM}) \text{Se} : (\text{mol} \times \text{BM}) \text{Te}$$

$$= (1 \text{ mol} \times 55,85 \text{ g/mol}) : (0,25 \text{ mol} \times 78,96 \text{ g/mol}) : (0,75 \text{ mol} \times 127,6 \text{ g/mol})$$

$$= 55,85 : 19,74 : 95,7 = 2,8 : 1 : 4,8$$

Dengan total massa tiga gram untuk dua sampel sehingga diperoleh massa masing-masing bahan baku sebagai berikut :

$$\text{Fe} = \frac{2,8}{8,6} \times 3 \text{ gram} = \frac{0,98}{2} = 0,49 \text{ gram}$$

$$\text{Se} = \frac{1}{8,6} \times 3 \text{ gram} = \frac{0,35}{2} = 0,175 \text{ gram}$$

$$\text{Te} = \frac{4,8}{8,6} \times 3 \text{ gram} = \frac{1,67}{2} = 0,835 \text{ gram}$$

Tabel 1.1 Perhitungan Komposisi Unsur Teoritis

Sampel	at. %			wt. %		
	Fe	Se	Te	Fe	Se	Te
$\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$	50	25	25	35,09	24,81	40,09
$\text{FeSe}_{0,25}\text{Te}_{0,75}$	50	12,5	37,5	32,6	11,52	55,87

*Untuk perhitungan sampel $\text{FeSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ dengan perbandingan mol Fe : Se : Te = 1 : 0,5 : 0,5

$$\text{at. \% Fe} = \frac{1}{2} \times 100\% = 50 \%$$

$$at. \% Se = \frac{0,5}{2} \times 100\% = 25 \%$$

$$at. \% Te = \frac{0,5}{2} \times 100\% = 25 \%$$

$$\begin{aligned} wt. \% Fe &= \frac{1 \times 55,845}{(1 \times 55,845) + (0,5 \times 78,96) + (0,5 \times 127,6)} \times 100\% \\ &= \frac{55,845}{159,125} \times 100\% = 35,09 \%$$

$$\begin{aligned} wt. \% Se &= \frac{0,5 \times 78,96}{(1 \times 55,845) + (0,5 \times 78,96) + (0,5 \times 127,6)} \times 100\% \\ &= \frac{39,48}{159,125} \times 100\% = 24,81 \%$$

$$\begin{aligned} wt. \% Te &= \frac{0,5 \times 127,6}{(1 \times 55,845) + (0,5 \times 78,96) + (0,5 \times 127,6)} \times 100\% \\ &= \frac{63,8}{159,125} \times 100\% = 40,09 \%$$

*Untuk perhitungan sampel $FeSe_{0,25}Te_{0,75}$ dengan perbandingan mol Fe : Se : Te = 1 : 0,25 : 0,75 dilakukan dengan cara yang sama dan hasilnya dapat dilihat pada Tabel 1.1.

Lampiran 2

Perhitungan Tekanan Mesin Press

Diketahui spesifikasi Mesin Press BMI Simon Machinery MFG P2MM-LIPI memiliki beban maksimum : 100 ton. Sedangkan skala yang digunakan saat proses kompaksi yaitu 3 garis sehingga dapat dilakukan perhitungan sebagai berikut:

*Dihitung massa

$$m = \frac{\text{skala yang digunakan}}{\text{skala maksimum}} \times 100 \text{ ton}$$

$$= \frac{3}{100000} \times 100 \text{ ton} = 0,003 \text{ ton}$$

*Dihitung tekanan

Diameter sampel pelet Fe(Se,Te) $\pm 1\text{cm}$, $r = 0,5\text{cm} = 0,005\text{m}$

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

$$P = \frac{m \cdot g}{\pi r^2}$$

$$P = \frac{3 \text{ Kg} \times 9,8 \text{ m/s}^2}{3,14 \times 0,005 \times 0,005 \text{ m}}$$

$$P = 29,4 / (7,85 \times 10^{-5}) = 375 \text{ KPa}$$

Lampiran 3

Pengukuran Resistivitas sebagai Fungsi Suhu

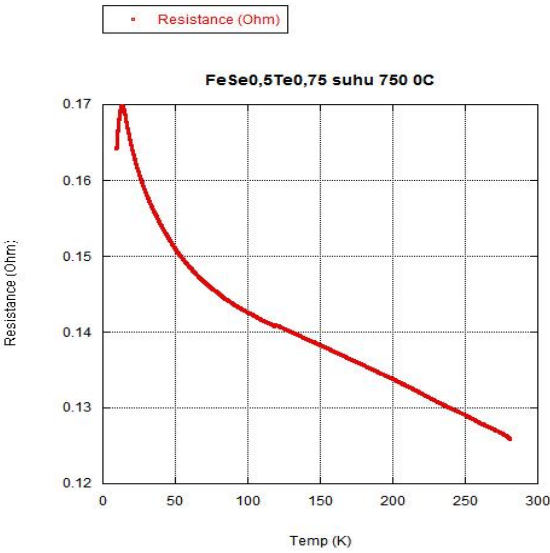
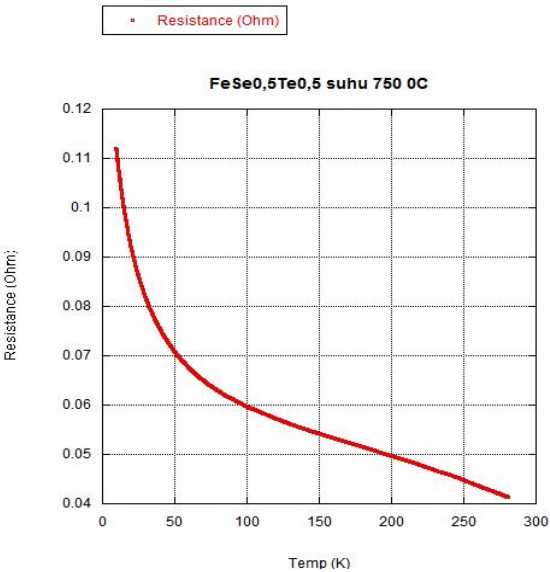
Tabel 2.1 Data *Logbook* Luas dan Panjang Sampel

Sampel	A	l
FeSe _{0,5} Te _{0,5} 750 ⁰ C	1,5*10,8	1,5 mm
FeSe _{0,5} Te _{0,75} 750 ⁰ C	1,1*10,2	2,7 mm

Data berupa grafik hubungan resistansi terhadap suhu pada gambar di bawah, hasil karakterisasi dengan *Cryogenic Magnet* dibaca menggunakan *software Kaleida Graph* yang kemudian dikonversi ke dalam grafik hubungan resistivitas terhadap suhu dengan persamaan (3-2) berikut:

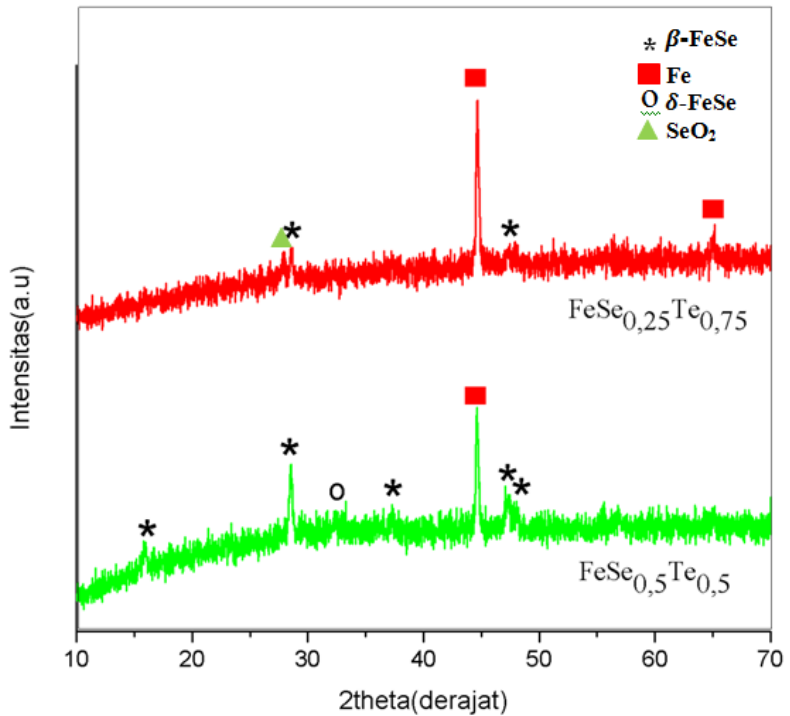
$$\rho = R \frac{A}{l}$$

Untuk nilai resistansi dan suhu didapatkan dari data hasil *Cryogenic Magnet*, nilai A dan l didapatkan dari data *logbook* laboratorium *Cryogenic Magnet* seperti yang ditunjukkan pada tabel 2.1. Setelah itu dilakukan perhitungan nilai resistivitas tiap variasi sampel. Selanjutnya dilakukan pengolahan grafik hubungan resistivitas terhadap suhu menggunakan *software Origin* seperti pada gambar 4.5.

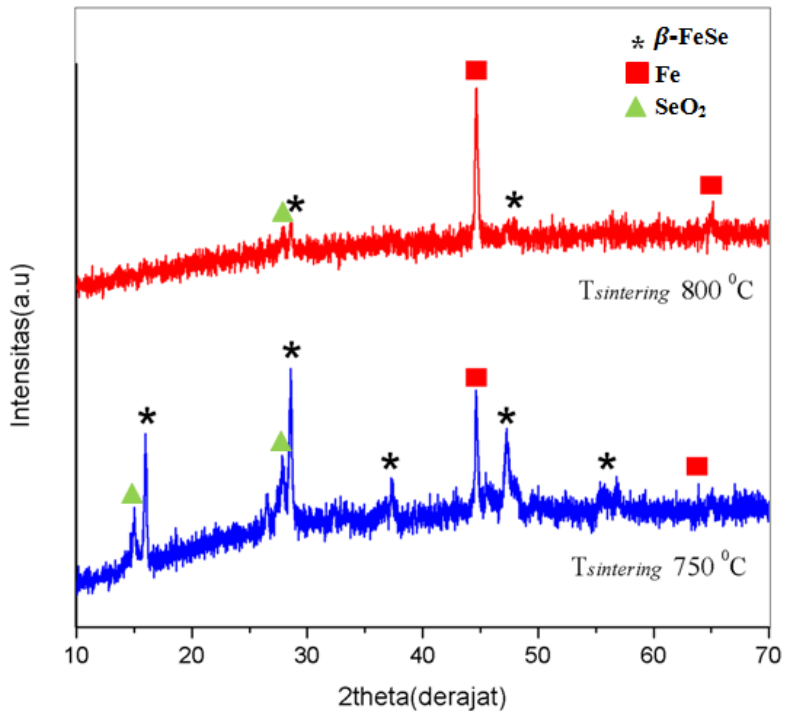


Lampiran 4

Hasil Karakterisasi dengan XRD



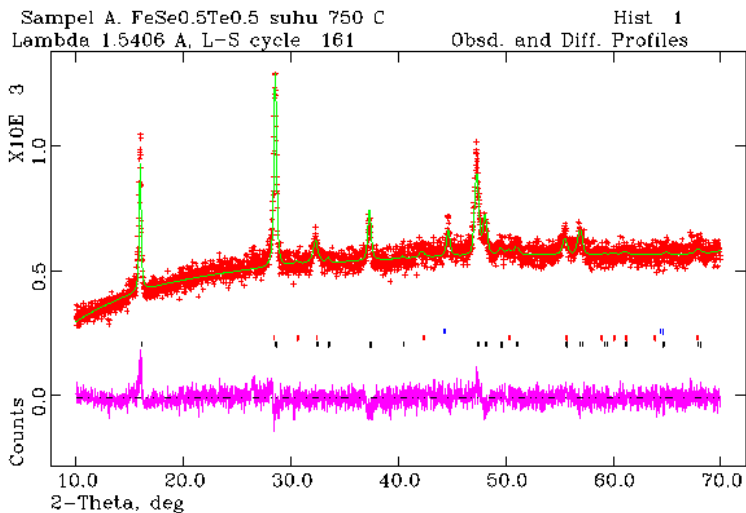
Pola XRD $\text{Fe}(\text{Se},\text{Te})$ dengan variasi komposisi *doping* Telurium pada $T_{\text{sintering}} 800^\circ\text{C}$



Pola XRD $\text{FeSe}_{0.25}\text{Te}_{0.75}$ dengan variasi temperatur *sintering*

Lampiran 5

Hasil *Refinement* menggunakan *software gsas* dan perhitungan parameter kisi dengan *software cellcalc*



Powder data statistics

Fitted

-Bknd

Average

	Bank	Ndata	Sum(w*d**2)	wRp	Rp	wRp	Rp	DWd
Integral								

Hstgm	1	PXC	1	3589	5222.8	0.0519	0.0411	0.0837	0.0591	1.542
										0.820

CHI**2 = 1.465 for 23 variables

Phase/element fractions for phase no. 1

Wt. Frac.: 0.85242

Phase/element fractions for phase no. 2

Wt. Frac.: 0.51610E-01

Phase/element fractions for phase no. 3

Wt. Frac.: 0.95970E-01

Lattice parameters for powder data:

Phase 1

	a	b	c	alpha	beta	gamma	volume
Value	: 3.778188	3.778188	5.514397	90.000	90.000	90.000	

78.716

Perhitungan manual komposisi fasa superkonduktor dan impuritas menggunakan *software Match!**

2theta(derajat)	Intensitas(a.u)	Fasa Superkonduktor	Fasa Impuritas
15,01	316,9	-	SeO ₂
15,97	804,1	β -FeSe	-
27,84	454,1	-	SeO ₂
28,55	1000	β -FeSe	-
37,28	245,5	β -FeSe	-
44,63	815	-	Fe
47,25	535,3	β -FeSe	-
55,38	140,7	β -FeSe	-
65,05	103,3	-	Fe

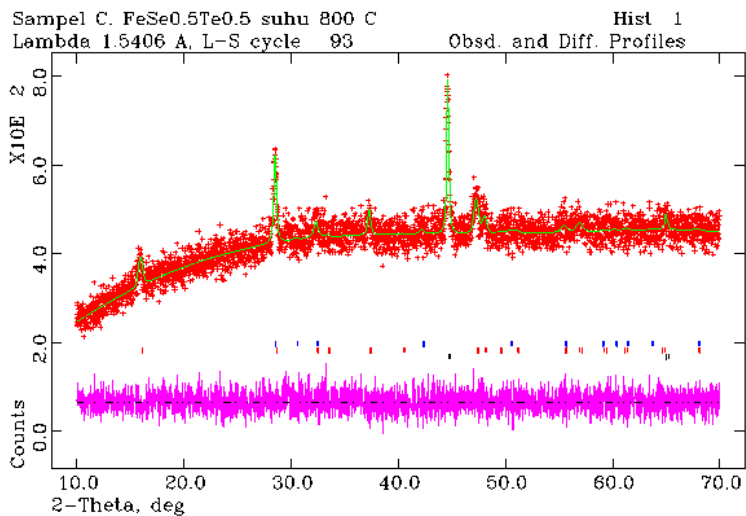
Total fasa superkonduktor dan impuritas = 4415,1

$$Fv \text{ superkonduktor} = \frac{2725,8}{4415,1} \times 100\% = 61,73\%$$

$$\text{Fv Impuritas} = \frac{1689,3}{4415,1} \times 100\% = 38,26\%$$

Selanjutnya dihitung parameter kisi menggunakan *software Cellcalc*

[illegible]



Powder data statistics			Fitted	-Bknd	Average		
Bank	Ndata	Sum(w*d**2)	wRp	Rp	wRp	Rp	DWd
Hstgm	1 PXC	1 3589 3935.8	0.0508	0.0406	0.0670	0.0555	1.908
Integral							0.758

CHI**2 = 1.104 for 23 variables

Phase/element fractions for phase no. 1

Wt. Frac.: 0.44181

Phase/element fractions for phase no. 2

Wt. Frac.: 0.51584

Phase/element fractions for phase no. 3

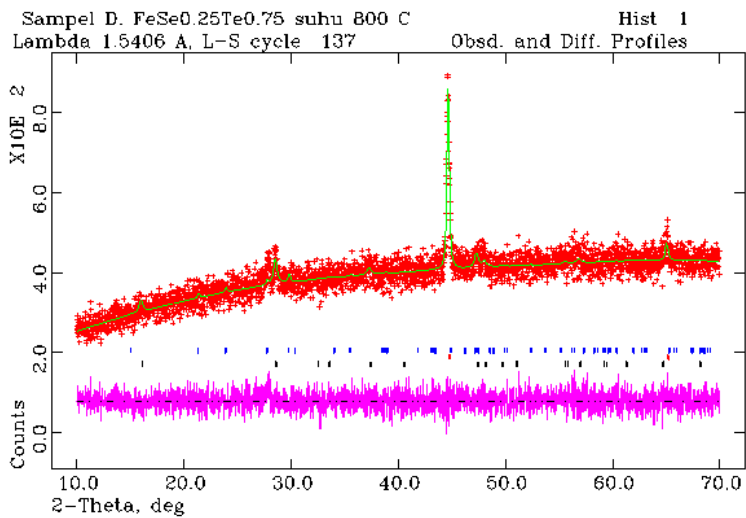
Wt. Frac.: 0.42347E-01

Lattice parameters for powder data:

Phase 2

a b c alpha beta gamma volume

Value : 3.776624 3.776624 5.512172 90.000 90.000 90.000
78.619



Powder data statistics

Fitted

-Bknd

Average

Bank Ndata Sum(w*d2) wRp Rp wRp Rp DWd**
Integral

Hstgm 1 PXC 1 3589 4122.8 0.0543 0.0432 0.0757 0.0623 1.958
0.830

CHI**2 = 1.155 for 20 variables

Phase/element fractions for phase no. 1

Wt. Frac.: 0.24377

Phase/element fractions for phase no. 2

Wt. Frac.: 0.66526

Phase/element fractions for phase no. 3

Wt. Frac.: 0.90965E-01

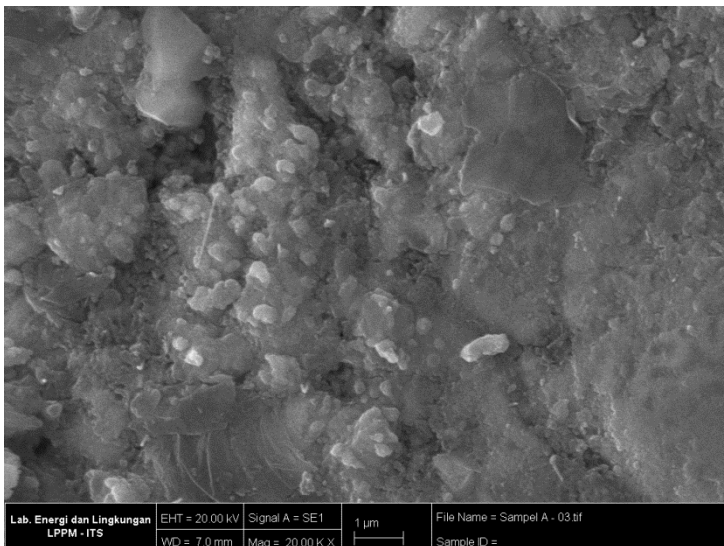
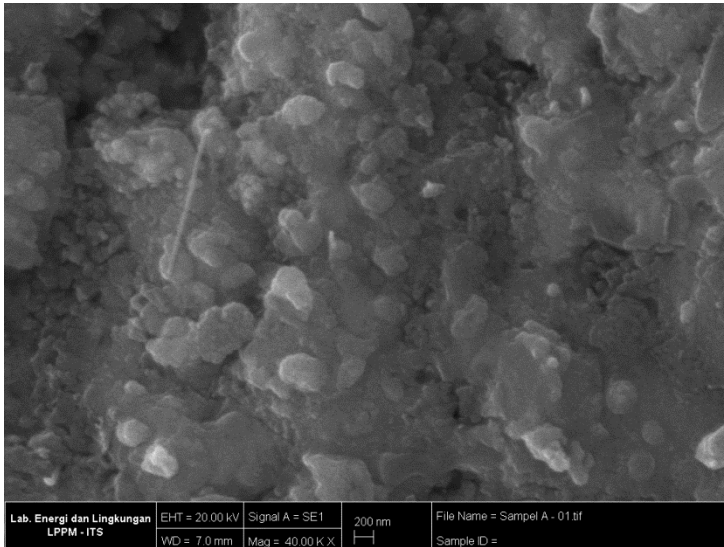
Lattice parameters for powder data:

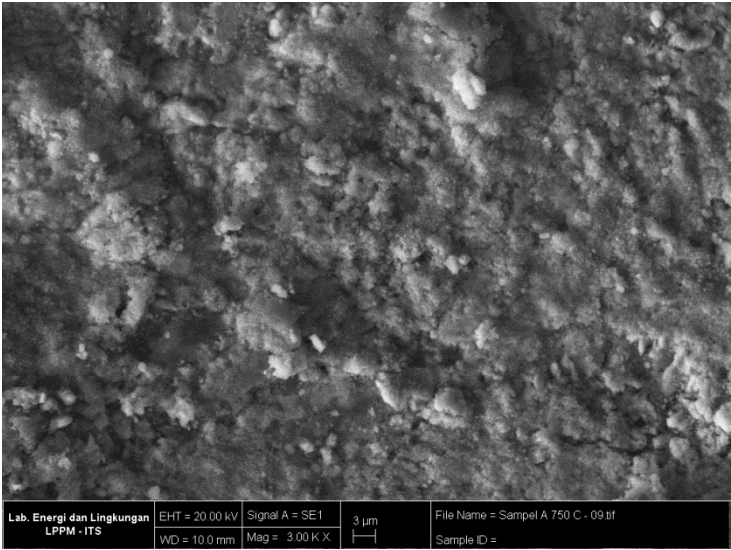
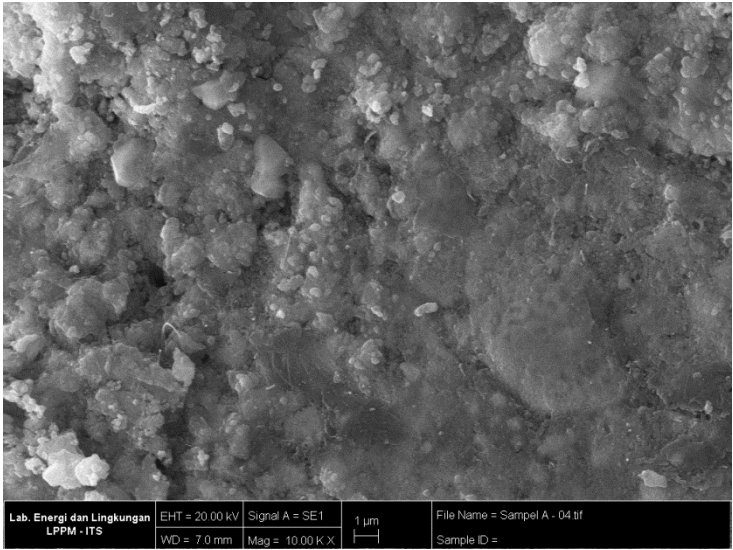
Phase 1

	a	b	c	alpha	beta	gamma	volume
Value	: 3.780420	3.780420	5.500999	90.000	90.000	90.000	
78.618							

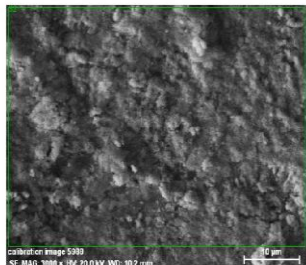
Lampiran 6

Hasil Karakterisasi dengan SEM-EDX

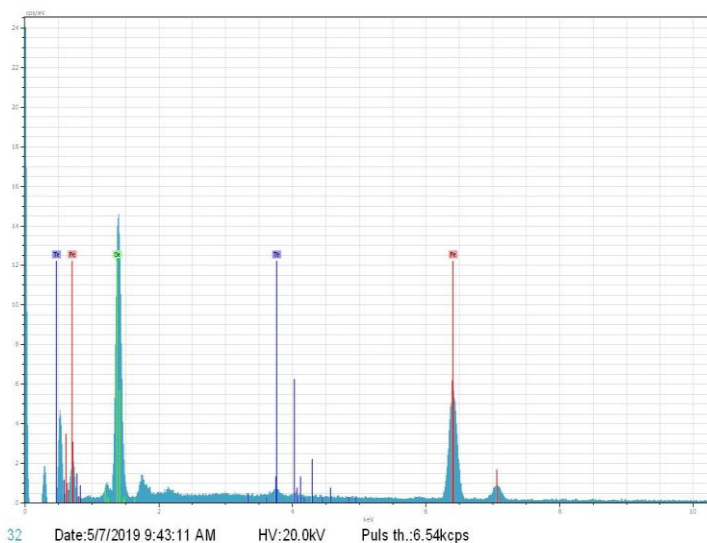




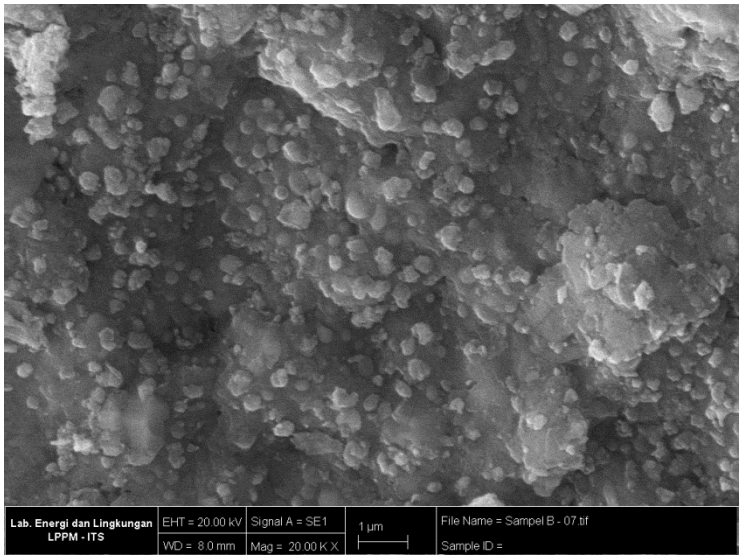
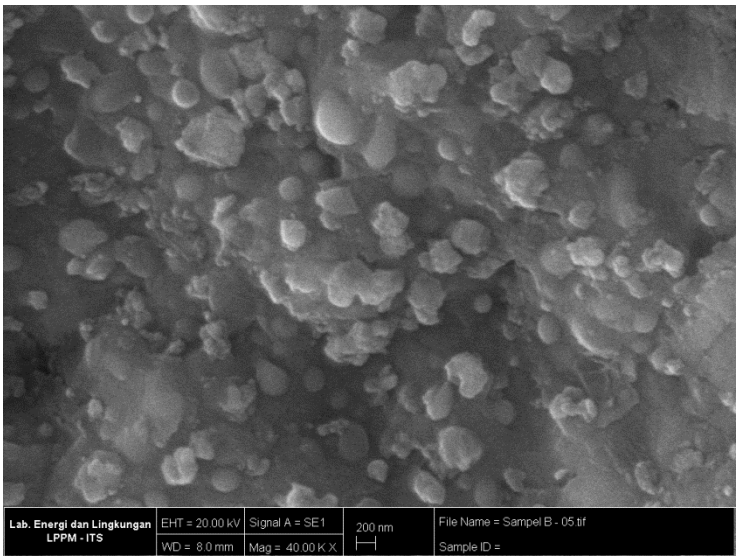
Sampel A 750 C

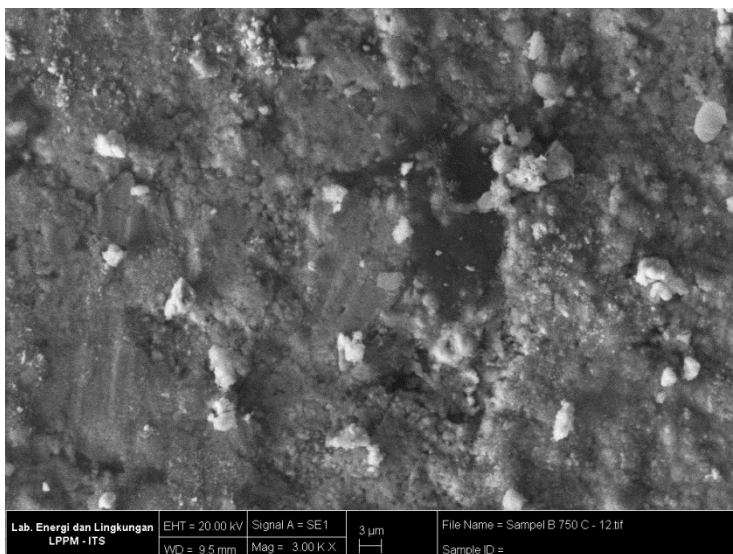
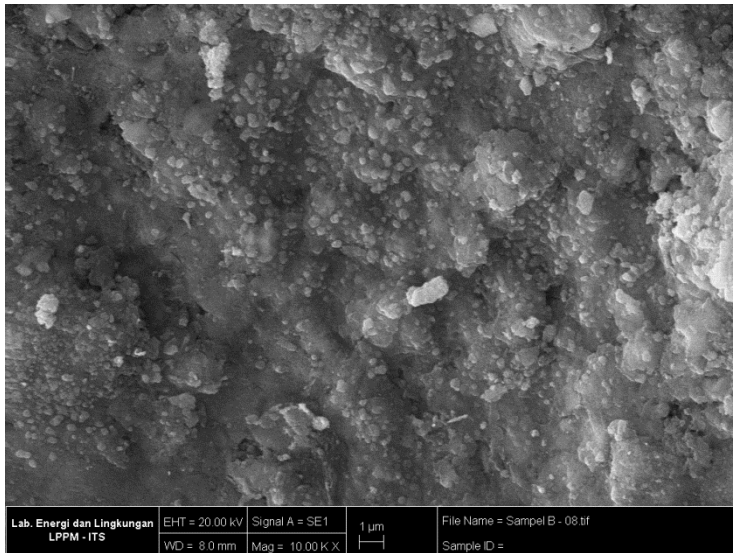


calibration image 5988 Date:5/7/2019
9:42:50 AM Image size:512 x
384Mag:3000xHV:20.0kV

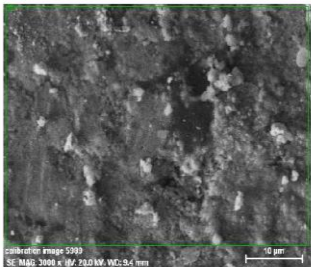


El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Se	34	K-series	48.63	56.53	48.90	1.6
Fe	26	K-series	34.82	40.47	49.50	1.0
Te	52	L-series	2.58	3.00	1.61	0.1
Total:			86.03	100.00	100.00	

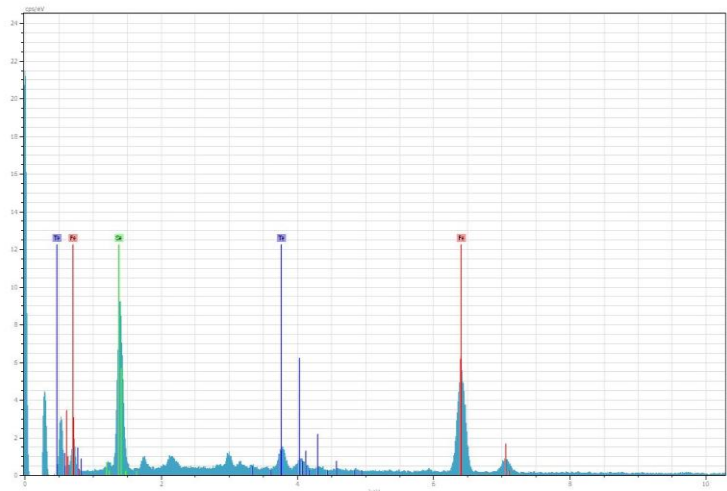




Sampel B 750 C



calibration image 5989 Date: 5/7/2019
9:47:35 AM Image size: 512 x
384 Mag: 3000 x HV: 20.0 kV



32 Date: 5/7/2019 9:48:01 AM HV: 20.0 kV Puls th.: 5.98 kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Fe	26	K-series	36.75	45.40	56.12	1.0
Se	34	K-series	34.83	43.03	37.62	1.3
Te	52	L-series	9.36	11.57	6.26	0.3
Total:			80.93	100.00	100.00	

Lampiran 7

Alat dan Bahan Penelitian

		
Timbangan digital	<i>Tube furnace</i>	Cetakan pelet
		
Mesin press	<i>Vacuum pump</i>	<i>Quartz tube</i>
		
<i>Agate mortar dan pestle</i>	Spatula	<i>Combustion boat</i>



*Circulation
Pump*



*Cryogenic
Magnet*



*Temperature and
Magnet controller*



*Kompresor
gas Helium*



Etanol



Kertas timbang



Vacuum grease



*Besi (Fe) 90%, Selenium (Se)
99% dan Telurium (Te) 99%*



Glasswool



XRD



SEM-EDX

BIODATA PENULIS



Penulis berasal dari kota Sidoarjo beralamat di desa Wage Kecamatan Taman, Jawa Timur. Penulis dilahirkan dari pasangan Bapak Musmuliadi dan Ibu Darminingsih pada tanggal 20 Februari 1997. Anak tunggal ini memulai pendidikan formalnya di TK Al Qodir yang kemudian melanjutkan di SDN Wage II, kemudian melanjutkan di SMP Negeri 3 Waru. Tiga tahun kemudian penulis menyelesaikan sekolahnya di SMA Negeri 1 Taman hingga diterima di Departemen Fisika Fakultas Sains (FS), Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya. Penulis yang tercatat sebagai mahasiswa angkatan 2015 ini memulai kegiatan kampus. Selain berkuliah juga turut aktif dalam kegiatan pelatihan maupun organisasi. Diantaranya pelatihan kewirausahaan, pelatihan spiritual, pelatihan LKMM Pra TD, pelatihan pendamping kelimiah, program Studi Muslimah 1, serta terlibat dalam kepanitiaan beberapa kegiatan kampus baik yang diselenggarakan oleh departemen juga fakultas. Penulis juga pernah aktif di himpunan sebagai staf SOSMAS, sekretaris Ukhuwah Usaha FOSIF dan sekretaris di BEM Fakultas Sains. Sedangkan dalam segi akademik penulis juga aktif menjadi asisten laboratorium dan asisten dosen. Akhir kata apabila ada saran dan kritik dapat dikirim ke email: cimul505@gmail.com.