

*Skripsi Fisika*

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SUPERKONDUKTOR FeSe  
MENGUNAKAN METODE REAKSI PADATAN  
MELALUI PROSES *POWDER-IN-SEALED-TUBE***

**OLEH :**

**AKMAL YAHYA**

**H211 12 012**



**PROGRAM STUDI FISIKA DEPARTEMEN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR**

**2017**

HALAMAN SAMPUL

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SUPERKONDUKTOR FeSe  
MENGUNAKAN METODE REAKSI PADATAN  
MELALUI PROSES *POWDER-IN-SEALED-TUBE***

SKRIPSI

*Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains*

*Pada Program Studi Fisika Departemen Fisika*

*Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*

*Universitas Hasanuddin*

OLEH :

AKMAL YAHYA

H 211 12 012

PROGRAM STUDI FISIKA DEPARTEMEN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR

2017



HALAMAN PENGESAHAN

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SUPERKONDUKTOR FeSe  
MENGUNAKAN METODE REAKSI PADATAN  
MELALUI PROSES *POWDER-IN-SEALED-TUBE*

OLEH :  
AKMAL YAHYA

H211 12 012

Makassar,

Januari 2017

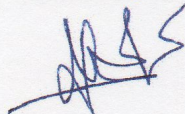
Disetujui oleh :

Pembimbing Utama

  
Prof. Dahlang Tahir, M.Si., Ph.D

NIP. 19750907 200003 1006

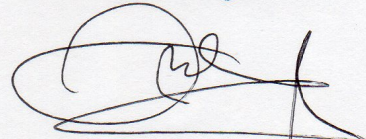
Pembimbing Pertama



Bintoro Siswayanti, M.Si

NIP. 19790527 200212 2002

Pembimbing Kedua



Dr. Indah Raya, M.Si

NIP. 19641125 199002 2001

## **PERNYATAAN**

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini merupakan karya orisinal saya dan sepanjang pengetahuan saya tidak memuat bahan yang pernah dipublikasi atau ditulis oleh orang lain dalam rangka tugas akhir untuk sesuatu gelar akademik di Universitas Hasanuddin atau di lembaga pendidikan lainnya dimanapun, kecuali bagian yang telah dikutip sesuai kaidah yang berlaku. Saya juga mengatakan bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri dan dalam batas tertentu dibantu oleh pihak pembimbing.

**Penulis**

**Akmal Yahya**

## ABSTRAK

Superkonduktor FeSe menggunakan reaksi padatan melalui proses *powder-in-sealed-tube* (PIST) telah di sintesis dengan berbagai variasi sintering dan pendinginan selama 6 jam 40 menit. Hasil yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan *cryogenic system* adalah karakteristik  $T_c$  dan XRD untuk memperoleh fasa-fasa yang terbentuk serta SEM-EDX yang menunjukkan morfologi permukaan dan komposisi FeSe.  $T_c^{Onset}$  dan fasa  $\beta$ -FeSe terdapat pada sampel 2 dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan ke suhu 400 °C selama 36 jam lalu di *quench* N<sub>2</sub> cair sebesar ~17 K dan 18%. Hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan morfologi permukaan sampel superkonduktor berbentuk kepingan, pipih, saling bertumpuk, bulat dan menggumpal serta hasil karakterisasi menggunakan EDX menunjukkan sampel 2 adalah sampel terbaik yang mengandung Fe 65,12% dan Se 34,88%.

**Kata Kunci :** Superkonduktor, reaksi padatan, *powder-in-sealed-tube* (PIST), sintering, pendinginan.

## ABSTRACT

FeSe superconductors using solid-state reaction through the powder-in-sealed-tube (PIST) process have been synthesis with various sintering and cooling for 6 hours and 40 minutes. The results have been obtained from characterization using cryogenic system to determine of  $T_c$ , XRD to obtain phases formed and SEM-EDX showing the surface morphology and composition FeSe.  $T_c^{Onset}$  and  $\beta$ -FeSe phase there in the second sample with temperature sintering 680 °C for 12 hours and then cooled down to 400 °C for 36 hours and quenched with liquid N<sub>2</sub> about ~17 K and 18%. The characterization result using SEM showing the surface morphology of superconductor shaped strip, flat, overlapping, round and clot and the characterization result using EDX showing the second sample is the best sample that contain Fe 65,12% and Se 34,88%.

**Keywords :** Superconductors, solid-state reaction, powder-in-sealed-tube (PIST), sintering, cooling.

## KATA PENGANTAR

Segala puji hanya bagi Allah Subhanallahu wa ta'ala, kami menyembah-Nya, memohon perlindungan, pertolongan serta ampunan kepada-Nya dari kesalahan perbuatan kami. Barangsiapa yang Allah beri petunjuk, maka tidak ada yang dapat menyesatkannya, dan barangsiapa yang Allah sesatkan, maka tidak ada yang dapat memberinya petunjuk. Kami bersaksi bahwa tiada *Ilah* yang berhak diibadahi dengan benar selain Allah *Subhanallahu wa ta'ala*, tiada sekutu bagi-Nya serta kami bersaksi bahwa Nabi Muhammad *Sallallahu 'alaihi wasallam* adalah utusan-Nya.

Berkat rahmat dan pertolongan Allah 'azza wa jalla skripsi yang berjudul "Sintesis dan Karakterisasi Superkonduktor FeSe Menggunakan Metode Reaksi Padatan Melalui Proses *Powder-In-Sealed-Tube*" dapat diselesaikan oleh penulis menggunakan  $\text{\LaTeX}$ . Dalam penyelesaian skripsi ini, tentu melewati banyak tantangan dan rintangan mulai dari pengambilan topik yang di gagas pertama kali sepanjang sejarah skripsi yang pernah ada di Kampus Merah dan penyesuaian diri dalam waktu yang singkat di lingkungan para peneliti hebat Indonesia (P2MM-LIPI). Namun, dengan doa yang dibarengi ikhtiar yang maksimal dapat melewati tantangan dan rintangan tersebut dengan sikap *survive* dan motivasi dari resiko pilihan topik dan dari orang tercinta sehingga perjalanan ini terasa lebih ringan.

Melalui karya sederhana ini, penulis menghaturkan rasa kasih dan sayang sekaligus ucapan terima kasih kepada Ibu, **Haryati** dan Ayah, **Yahya Syamsi** atas doa orang tua kepada anaknya hingga mampu berada pada kelulusan ini. Dan kepada kakak-kakakku; **Amrul Yahya** dan **Asruni** serta

keponakanku **Afidsyah Nur Aqila**, semoga Allah *'azza wa jalla* memberikan taufiq dan hidayah-Nya hingga senantiasa hidup hanya untuk beribadah kepada-Nya. Begitu pula kepada **Ibu Bintoro Siswayanti M.Si** selaku peneliti di P2MM-LIPI sekaligus pembimbing pertama yang senantiasa membimbing dan mengarahkan selama penelitian di P2MM-LIPI, **Prof. Dahlang Tahir, M.Si, Ph.D** selaku pembimbing utama yang sering membakar semangatku dalam bimbingan pada penulisan skripsi ini, **Ibu Dr. Indah Raya, M.Si** selaku pembimbing kedua yang memberikan motivasi dan menjadi inspirasi penulis dalam menuliskan goresan pena, semoga senantiasa berada dalam lindungan dan pertolongan Allah *'azza wa jalla* . Penulis berharap dari karya ini timbul semangat saintis yang mencoba mengarungi dunia ilmu tanpa batas untuk terus berkarya dan membagikannya.

Akhir dari sebuah karya tentu tidak lepas dari bimbingan, pengarahan dan masukan dari berbagai pihak. Begitu juga skripsi ini, banyak pihak yang berperan penting dalam mewujudkannya. Oleh karena itu penulis mengucapkan *Barakallahu fikum wa jazakumullahu khayran* kepada :

1. Dr.Eng. Amiruddin, Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin beserta jajarannya.
2. Dr. Tasrief Surungan, M.Sc., Ketua Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin beserta jajarannya.
3. Prof. Dr. Syamsir Dewang, M.Eng.Sc, Dr. Paulus Lobo Gareso, M.Sc, dan Drs. Bansawang BJ, M.Si selaku penguji.
4. Dr. Nurlaela Rauf, M.Sc, selaku Pembimbing Akademik.
5. Bapak/Ibu Dosen dan Staf Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu

Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

6. Dr. Agung Imaduddin, selaku ketua tim superkonduktor P2MM-LIPI, Serpong, kak Sigit Dwi Yudanto, M.T, Selaku peneliti yang mendampingi selama penelitian di P2MM-LIPI, Serpong beserta para peneliti dalam tim superkonduktor.
7. Saudaraku seiman seaqidah serta seperjuangan di UKM LDK MPM Unhas dan Pengurus Masjid Kampus Unhas (K Cancu' to Bone).
8. Gedo dan Yawan teman sekamar selama penelitian di Puspiptek (Geofisika 2012 Unhas), Emir teman peneliti superkonduktor di P2MM-LIPI (Teknik Fisika 2013 ITS), Niswah dan Sherly teman peneliti superkonduktor di P2MM-LIPI (Fisika 2014 UIN Sunan Kalijaga), Efendi, Bagus dan Amry teman peneliti di P2MM-LIPI (Teknik Mesin 2013 Unnes), Daniel teman peneliti di P2F-LIPI (Fisika 2012 Unsri) Bunda (ibu kost di Batan Lama, Tangerang Selatan) teh Nia dan Nina (orang Sunda dan anaknya ibu kost).
9. Aerofisika (Fisika 2012) - "Semangat dan Taklukkan", terkhusus Miftahuddin ketua golongan 2a sekaligus saudara seperjuangan napak tilas kehidupan, Muh. Irfan Kusuma, S.Si ketua golongan 2b, A. Muh. Fais Wahid ketua bem BEM FMIPA Unhas periode 2015/2016 sekaligus guru dalam hal organisasi lingkup MIPA dan Taufiq Hidayat Ketua Himpunan Fisika FMIPA Unhas 2014/2015 sekaligus guru dalam organisasi lingkup FISIKA, nurul yang selalu memberikan waktunya dalam penyelesaian skripsi ini, indri yang ceria, yeti yang selalu tersenyum meskipun dikala galau, lilis yang selalu memberi semangat, atm si manusia unik, zul dan nina tosikampungnge, asri guru OS Linux ku serta teman-teman Laper-Baper.

10. MIPA 2012 - "Ada", kepada Muh. Arjuna Ansar Ketua Angkatan MIPA 2012, Pengurus BEM FMIPA Unhas periode 2015/2016 terkhusus ikhwa rohis BEM FMIPA Unhas, ikhwa pengurus harian Mushallah Istiqomah dan ikhwa rohis HMJ selingkup FMIPA Unhas.
11. Kanda-kanda warga, kakak-kakak 2010 pengurus himpunanku, kakak-kakak 2011 panitia BK ku, alumni, adik-adik 2013 dan 2014 serta seluruh elemen KM FMIPA Unhas.
12. Teman-Teman *The International Student Service in South Africa* penelusur jejak-jejak napak tilas "Syekh Yusuf *al-Makassary*", ayahanda supervisor Dr. Hasrullah, MA, Dr. rer. Zainal, M.Tech.Food, dan Dr. Hasrul MA.
13. Crew JILC, terkhusus JILC Antang. K Tiar si pak dircab, K Asni dan K Iddo to Bone FO nya JILC Antang yang the best, Mba Amal, dan seluruh rekan-rekan tentor serta siswa JILC Antang, uhibbukum fillah.
14. Serta semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, untuk itu kritik dan saran yang bersifat membangun demi hasil yang lebih baik terbuka lebar. Sebagai harapan penulis, semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan memberi tambahan ilmu bagi pembaca. Aamiin

Makassar, Januari 2017

**Penulis**



## DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
<b>I PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
I.1 Latar Belakang . . . . .	1
I.2 Ruang Lingkup . . . . .	3
I.3 Tujuan Penelitian . . . . .	3
<b>II TINJAUAN PUSTAKA</b>	<b>4</b>
II.1 Superkonduktor . . . . .	4
II.1.1 Sifat Kelistrikan Superkonduktor . . . . .	5

II.1.2	Kelompok Superkonduktor . . . . .	6
II.2	Superkonduktor Berbasis Besi ( <i>Iron-Based Supercunductors</i> ) . . . . .	7
II.3	Pemaduan Mekanik ( <i>Mechanical Alloying</i> ) . . . . .	9
II.3.1	Peralatan Pemaduan Mekanik . . . . .	10
II.4	Perlakuan Panas . . . . .	12
II.5	<i>Powder-In-Sealed-Tube</i> (PIST) . . . . .	14
II.6	Karakterisasi Superkonduktor . . . . .	15
II.6.1	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) . . . . .	15
II.6.2	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) . . . . .	17
II.6.3	<i>Cryogenic Magnet</i> . . . . .	18
<b>III</b>	<b>METODOLOGI PENELITIAN</b>	<b>21</b>
III.1	Alat dan Bahan . . . . .	21
III.1.1	Alat Penelitian . . . . .	21
III.1.2	Bahan Penelitian . . . . .	21
III.2	Waktu dan Tempat Penelitian . . . . .	22
III.3	Prosedur Penelitian . . . . .	22
III.3.1	Persiapan Bahan . . . . .	22
III.3.2	Preparasi Sampel . . . . .	22
III.3.3	Milling . . . . .	23
III.3.4	Penimbangan . . . . .	23
III.3.5	<i>Powder-In-Sealed-Tube</i> . . . . .	24
III.3.6	Sintering . . . . .	24
III.3.7	Pendinginan . . . . .	25
III.3.8	Pembongkaran Tube . . . . .	28
III.3.9	Peletisasi . . . . .	28
III.3.10	Karakterisasi . . . . .	29

III.4 Bagan Alir Penelitian . . . . .	32
<b>IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	<b>33</b>
IV.1 Hasil Uji Resistivitas Terhadap Perubahan Suhu . . . . .	33
IV.1.1 Sampel FeSe yang bersifat superkonduktor . . . . .	33
IV.1.2 Sampel FeSe yang bersifat nonsuperkonduktor . . . . .	34
IV.2 Hasil Uji XRD . . . . .	36
IV.3 Hasil Uji SEM-EDX . . . . .	39
<b>V PENUTUP</b>	<b>44</b>
V.1 Kesimpulan . . . . .	44
V.2 Saran . . . . .	45
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	<b>46</b>
<b>LAMPIRAN</b>	<b>50</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b> Grafik hubungan suhu dan resistivitas pada logam dan superkonduktor	4
<b>Gambar 2.2</b> Keadaan kisi atom dan elektron pada logam	5
<b>Gambar 2.3</b> Keadaan kisi atom pada superkonduktor	6
<b>Gambar 2.4</b> Kisi kristal dari beberapa superkonduktor berbasis besi	8
<b>Gambar 2.5</b> (a) dan (b) Pola XRD dari bubuk campuran dengan rasio berbeda Fe/Se dan HEBM selama 6 jam	9
<b>Gambar 2.6</b> Penumbukan bubuk campuran pada pemaduan mekanik	10
<b>Gambar 2.7</b> (a) dan (b) Data XRD FeSe dengan variasi waktu penggilingan	11
<b>Gambar 2.8</b> (a) Tahap awal sintering (b) Tahap akhir sintering	13
<b>Gambar 2.9</b> (a) Hubungan resistivitas dan perubahan suhu dengan sintering pada suhu 680 °C selama 12 jam ( $T_c^{Onset} = 13.5$ K dan $T_c^{Zero} = 7.5$ K) (b) Hubungan perubahan temperatur dan resistivitas dengan sintering 680 °C selama 20 jam kemudian 400 °C selama 60 jam ( $T_c^{Onset} = 15$ K)	14
<b>Gambar 2.10</b> Difraksi sinar-x XRD oleh atom-atom pada bidang	15
<b>Gambar 2.11</b> Kontruksi dasar kolom elektron pada <i>Scanning Electron Microscopy</i>	17
<b>Gambar 2.12</b> (a) Metode pengukuran <i>four-point probe</i> . (b) <i>Probe</i> dekat tepi sampel; semua arus melalui setengah bidang kiri	19
<b>Gambar 3.1</b> Grafik sintering-pendinginan alami (a) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu pendinginan alami selama 11 jam dan (b) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu diturunkan pada suhu 400 °C ditahan 36 jam lalu pendinginan	

alami selama 6 jam	26
<b>Gambar 3.2</b> Grafik sintering- <i>quench</i> udara (a) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu <i>quench</i> udara selama 20 menit dan (b) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu diturunkan pada suhu 400 °C ditahan 36 jam lalu <i>quench</i> udara selama 13 menit	27
<b>Gambar 3.3</b> Grafik sintering- <i>quench</i> N <sub>2</sub> (a) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu <i>quench</i> N <sub>2</sub> selama 10 detik dan (b) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu diturunkan pada suhu 400 °C ditahan 36 jam lalu <i>quench</i> N <sub>2</sub> selama 6 detik	28
<b>Gambar 3.4.</b> Bagan alir sintesis komposit superkonduktor sistem FeSe	32
<b>Gambar 4.1</b> (a) Grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe yang bersifat superkonduktor dan (b) Perbesaran Gambar 4.1.(a)	33
<b>Gambar 4.2</b> (a) Grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe yang bersifat nonsuperkonduktor dan (b) Perbesaran Gambar 4.2.(a)	35
<b>Gambar 4.3</b> Analisa fasa yang terbentuk pada pola difraksi sampel 1, sampel 2, sampel 3, dan sampel 5	36
<b>Gambar 4.4</b> Morfologi sampel FeSe. Gambar (a) adalah Sampel 1. Gambar (b) adalah Sampel 2. Gambar (c) adalah Sampel 3. Gambar (d) adalah Sampel 4. Gambar (e) adalah Sampel 5. Gambar (f) adalah Sampel 6	40
<b>Gambar 4.4</b> Grafik hasil uji EDX sampel FeSe. Gambar (a) adalah Sampel 1. Gambar (b) adalah Sampel 2. Gambar (c) adalah Sampel 3. Gambar (d) adalah Sampel 4. Gambar (e) adalah Sampel 5. dan Gambar (f) adalah Sampel 6	43

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 4.1</b> Komposisi fasa yang terbentuk pada pola difraksi sampel 1, sampel 2, sampel 3, dan sampel 5	39
<b>Tabel 4.2</b> Perbandingan persentase atom sampel FeSe sebelum disintesis dan setelah disintesis	41

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran 1.</b> Massa Fe dan Se yang digunakan	50
<b>Lampiran 2.</b> Foto-Foto Kegiatan	51
<b>Lampiran 3.</b> Hasil uji resistivitas terhadap perubahan suhu dengan menggunakan <i>cryogenic system</i>	55
<b>Lampiran 4.</b> Hasil uji <i>X-Ray Diffraction</i>	58
<b>Lampiran 5.</b> Hasil uji <i>Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-ray</i>	60

# BAB I

## PENDAHULUAN

### I.1 Latar Belakang

Superkonduktor merupakan teknologi masa depan yang akan memberikan perubahan pada kehidupan manusia. Salah satunya dibidang kedokteran, dimana superkonduktor digunakan sebagai bahan untuk pembuatan alat diagnosis *Magnetic Resonance Imaging* (MRI). Superkonduktor adalah material penghantar arus listrik tanpa hambatan ( $\text{resistivitas}=0$ ), yang ditemukan oleh Heike Kamerlingh Onnes pada tahun 1911 di Leiden University, Belanda. Gejala ini dinamakan superkonduktivitas. Dalam penelitiannya, diamati bahwa hambatan listrik merkuri (Hg) tiba-tiba menuju nol ketika suhunya diturunkan hingga mendekati 4 K. Terjadinya transisi suhu dari keadaan konduksi menuju superkonduksi disebut temperatur kritis  $T_c$  [1][2].

Superkonduktor dibedakan menjadi dua berdasarkan suhu kritisnya, yaitu superkonduktor HTS (*High-Temperature Superconductors*) dan superkonduktor LTS (*Low-Temperature Superconductors*). Superkonduktor HTS memiliki temperatur kritis di atas suhu nitrogen cair (77 K) sehingga untuk pendinginannya bisa menggunakan nitrogen cair dan LTS memiliki temperatur kritis di bawah suhu nitrogen cair sehingga menggunakan helium cair untuk pendinginannya. Dengan suhu superkonduktivitas bahan yang masih sangat rendah dan sifat mekanik yang mudah pecah, pemanfaatan teknologi superkonduktor harus bersaing dengan biaya pendinginan dan penentuan material yang aman [1][3].

Fe merupakan unsur logam yang bersifat konduktor, ferromagnetik



dan memiliki sifat mekanik yang tidak mudah pecah dibandingkan berbahan dasar keramik meskipun dianggap tidak memiliki superkonduktivitas. Namun, ketika di tambahkan dengan unsur lain justru memiliki sifat superkonduktivitas. Dengan ditemukannya senyawa  $\text{LaFeAsO}_{1-x}\text{F}_x$  dengan  $T_c$  26 K oleh Kamihara *et al* ditahun 2008, telah membuka wawasan baru dan mematahkan anggapan bahwa besi tidak bisa menjadi superkonduktor [3].

FeSe adalah seri terakhir dari superkonduktor berbasis besi dengan temperatur kritis  $T_c \sim 8$  K yang banyak diteliti, karena memiliki struktur kristal paling sederhana dan tidak mengandung Arsenik (As) yang sangat beracun bagi tubuh [4][5].

Metode yang digunakan untuk mensintesis superkonduktor FeSe pada penelitian ini adalah metode reaksi padatan. Metode ini digunakan karena prosesnya lebih cepat dalam mensintesis bahan superkonduktor. Dan Proses yang dilalui oleh sampel dalam sintesis ini adalah *powder-in-sealed-tube*. Proses ini dipilih karena dapat menghindari pori yang timbul dari reaksi fisika dan menghasilkan densitas inti yang relatif tinggi [6][7].

Berdasarkan laporan beberapa jurnal dan tugas akhir pada penelitian superkonduktor, karakterisasi yang umum digunakan adalah *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy-Energy-Dispersive X-Ray* (SEM-EDX). Dalam penelitian ini dilakukan juga pengujian resistivitas terhadap perubahan suhu untuk mengetahui nilai temperatur kritis saat penurunan resistivitas yang drastis ( $T_c^{Onset}$ ) dan temperatur saat penurunan resistivitas yang drastis hingga mencapai nol ( $T_c^{Zero}$ ). Selain itu, pengujian ini juga memanfaatkan peralatan *cryogenic magnet* di P2MM - LIPI Serpong sebagai sarana dalam analisa sifat material pada suhu rendah dan medan magnet tinggi [8].

## I.2 Ruang Lingkup

Penelitian ini dibatasi pada superkonduktor FeSe yang disintesis menggunakan metode reaksi padatan melalui proses *powder-in-sealed-tube* yang dipanaskan dengan dua variasi lalu didinginkan di dalam tungku, pendinginan di udara, dan *quench* Nitrogen cair kemudian dikarakterisasi melalui uji resistivitas terhadap perubahan suhu, uji XRD, serta uji SEM-EDX.

## I.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah :

1. Menganalisis karakteristik  $T_c$  sampel FeSe dari berbagai variasi perlakuan panas dan pendinginan melalui uji resistivitas terhadap perubahan suhu menggunakan *cryogenic system*.
2. Menganalisis fasa-fasa yang terbentuk pada FeSe dari berbagai variasi perlakuan panas dan pendinginan melalui uji XRD.
3. Menganalisis morfologi permukaan dan komposisi FeSe dari berbagai variasi perlakuan panas dan pendinginan melalui uji SEM-EDX.

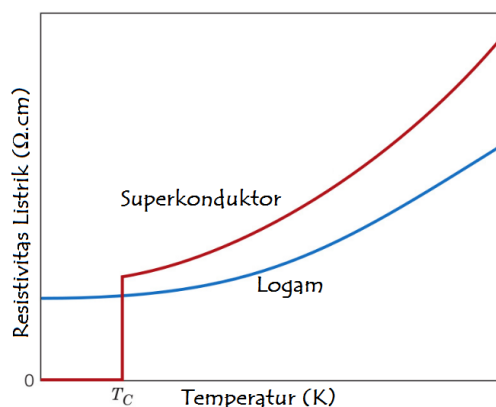
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### II.1 Superkonduktor

Superkonduktor merupakan material yang memiliki hambatan listrik bernilai nol ( $\rho$ )=0 pada suhu yang sangat rendah sehingga dapat menghantarkan arus listrik walaupun tanpa adanya sumber tegangan. Karakteristik lainnya adalah material superkonduktor menghasilkan medan magnet dalam yang berlawanan arah dengan medan magnet luar yang diberikan atau menolak fluks magnet yang mengenainya, fenomena ini dinamakan *efek meissner* ditandai dengan magnet melayang di atas superkonduktor [1].

Hubungan temperatur dan resistivitas untuk superkonduktor dan logam ditunjukkan seperti pada Gambar 2.1. Resistivitas pada logam mengalami penurunan yang linear jika didinginkan hingga mendekati suhu mutlak, sedangkan resistivitas pada superkonduktor juga mengalami penurunan, namun pada suhu mendekati suhu mutlak terjadi penurunan resistivitas yang drastis hingga bernilai nol [2].

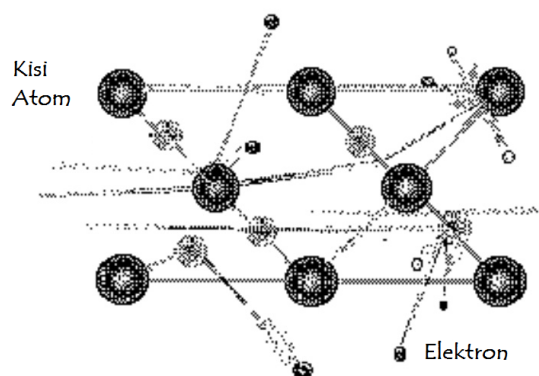


**Gambar 2.1.** Grafik hubungan suhu dan resistivitas pada logam dan superkonduktor [2].

Kondisi temperatur kritis superkonduktor saat penurunan resistivitas yang drastis disebut  $T_c^{Onset}$  dan temperatur saat penurunan resistivitas yang drastis hingga mencapai nol disebut  $T_c^{Zero}$  serta selisih antara  $T_c^{Onset}$  dan  $T_c^{Zero}$  disebut sebagai lebar transisi ( $\Delta T_c$ ) [4].

### II.1.1 Sifat Kelistrikan Superkonduktor

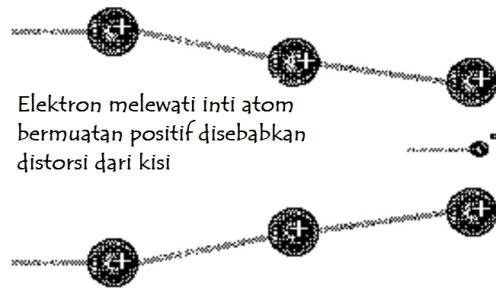
Benda zat padat tersusun atas kisi, basis serta elektron bebas seperti pada bahan logam. Bahan yang tersusun oleh deretan atom-atom yang letaknya teratur dan berulang (periodik) serta tak berhingga dalam ruang disebut kristal. Pada suhu sekitar 20 °C, medan magnet 0,45 G (medan magnet bumi) dan tekanan udara 1 atm merupakan kondisi yang normal bagi manusia. Namun bagi elektron, kondisi ini sangat ekstrim karena ion akan mengeluarkan elektron dan bervibrasi karena suhu yang tinggi sehingga susunan atomnya tidak teratur. Ketika diberikan medan listrik, elektron akan mendapat percepatan sehingga berhamburan kesegala arah dan menumbuk atom-atom pada kisi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Hal ini menyebabkan adanya hambatan listrik pada logam [8].



Gambar 2.2. Keadaan kisi atom dan elektron pada logam [1].

Pada bahan superkonduktor juga terdapat kisi, basis serta elektron bebas. Namun, atom-atomnya diam dan susunannya teratur disebabkan suhunya mendekati suhu mutlak. Jika terjadi interaksi antara elektron dengan

inti atom karena medan magnet, elektron dapat melewatinya tanpa hambatan dari atom kisi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. Ketika elektron melewati kisi, inti yang bermuatan positif menarik elektron yang bermuatan negatif dan mengakibatkan elektron bergetar [1].



**Gambar 2.3** Keadaan kisi atom pada superkonduktor [1].

Jika dua buah elektron bergerak melewati kisi, elektron pertama akan bergerak secara bersamaan dan berpasangan dengan elektron kedua karena gaya tarik dari inti atom lebih besar daripada gaya tolak-menolak antar elektron. Pasangan kedua elektron ini disebut pasangan *Cooper* dan efek ini disebut *Phonons*. Ketika elektron pertama pada pasangan *Cooper* melewati inti atom kisi, elektron tersebut akan bergetar dan memancarkan *Phonons*, sedangkan elektron lainnya menyerap *Phonons*. Pertukaran *Phonon* ini mengakibatkan gaya tarik menarik antar elektron dan bergerak melalui kisi tanpa gangguan atau tanpa hambatan [1].

## II.1.2 Kelompok Superkonduktor

### 1. Superkonduktor bersuhu kritis tinggi (HTS)

Superkonduktor bersuhu kritis tinggi memiliki suhu kritis di atas suhu nitrogen cair (77 K) sehingga untuk pendinginannya dapat digunakan nitrogen cair. Penemuan superkonduktor kelompok ini biasanya berbasis keramik seperti pada penemuan Alex Müller and Georg Bed-

noz peneliti di Laboratorium Riset IBM di Rüsçhlikon, Switzerland pada tahun 1986 yang terdiri dari unsur Lanthanum, Barium, Tembaga, dan Oksigen yang bersifat superkonduktor pada suhu tertinggi waktu itu, yaitu 30 K. Dan tahun berikutnya, telah ditemukan superkonduktor berbasis keramik pada suhu 90 K serta suhu tertinggi superkonduktor berbasis keramik saat ini adalah 138 K dengan sampel yang memiliki rumus kimia  $\text{Hg}_{0.8}\text{Tl}_{0.2}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8.33}$  [1].

## 2. Superkonduktor bersuhu kritis rendah (LTS)

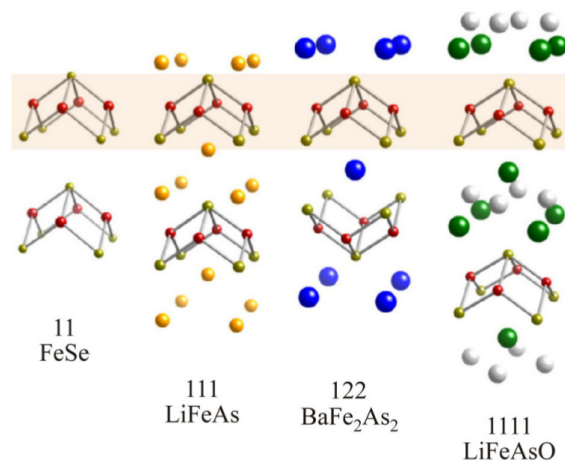
Superkonduktor bersuhu kritis rendah memiliki suhu kritis di bawah (77 K) sehingga untuk pendinginannya menggunakan helium cair. LTS diawali penemuannya berbasis logam campuran dengan temperatur 20 K hingga ditemukannya superkonduktor berbasis besi oleh Kamihara dkk pada tahun 2008 dengan  $T_c$  26 K yang membuka transisi baru dari superkonduktor berbasis *cuprat* (CuO). Superkonduktor jenis ini terus terus dikembangkan hingga saat ini dan telah ditemukan seri ke empat yaitu FeSe dengan suhu kritis 8 K oleh Hsu dkk [3][9].

## II.2 Superkonduktor Berbasis Besi (*Iron-Based Supercunductors*)

Sejak penemuan superkonduktor berbasis besi  $\text{LaFeAsO}_{1-x}\text{F}_x$  dengan suhu kritis 26 K pada tahun 2008. Penemuan ini memicu penelitian yang lebih intensif tentang transisi dunia superkonduktor pada sistem ini. Seri pertama dari superkonduktor berbasis besi adalah  $\text{LnFeAsO}$  (Ln=lantanida) dengan struktur kristal  $\text{ZrCuSiAs}$  tetragonal dan transisi superkonduktor diperoleh dengan doping F dan O serta dikategorikan ke dalam famili “1111”. Temperatur kritis dari  $\text{LaFeAsO}_{1-x}\text{F}_x$  adalah 43 K dibawah tekanan tinggi, dengan sedikit penambahan ion lantanida seperti Nd dan Sm untuk ion La temperatur kritis naik disekitar 55 K karena tekanan kimia. Seri kedua

dengan famili “122” adalah seri  $AFe_2As_2$  ( $A = Ba, Sr, Ca, Eu$ ) dengan struktur kristal  $ThCr_2Si_2$  tetragonal.  $(Ba_{1-x}K_x)Fe_2As_2$  dimunculkan dengan temperatur tertinggi sebesar 38 K. Seri ketiga dengan famili “111” adalah seri sistem  $LiFeAs$  dengan temperatur kritis 18 K [4].

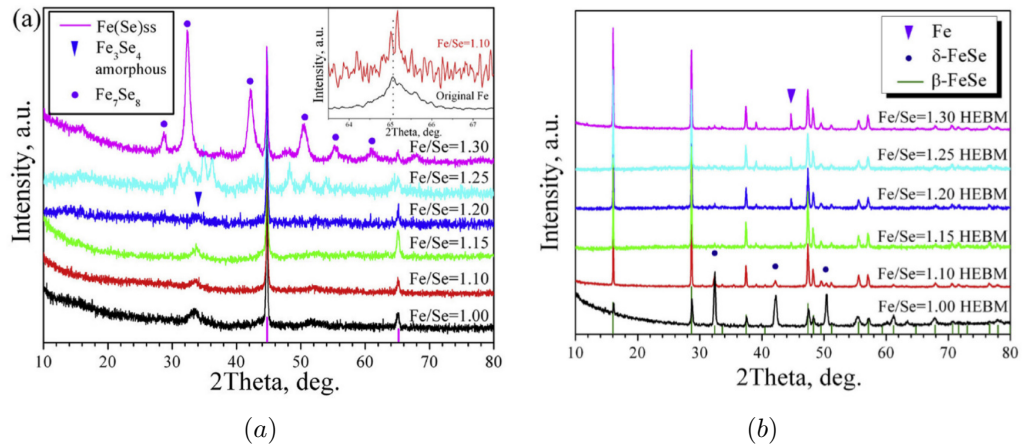
Di tahun yang sama saat penemuan superkonduktor berbasis besi, telah ditemukan pula seri terakhirnya dengan famili “11” adalah tetragonal  $FeSe$  dengan suhu kritis  $T_c \sim 8$  K dan naik mencapai 37 K dibawah tekanan tinggi.  $FeSe$  dengan struktur kristal tetragonal memiliki struktur kisi paling sederhana untuk superkonduktor berbasis besi. Kisi kristal yang berbeda antara ke empat famili dari superkonduktor berbasis besi terlihat pada Gambar 2.4 [9][10].



**Gambar 2.4** Kisi kristal dari beberapa superkonduktor berbasis besi [10].

Struktur kristal dan fasa sampel akan mempengaruhi nilai temperatur kritis pada superkonduktor.  $FeSe$  memiliki transisi struktur kristal pada suhu rendah yang tidak dimiliki pada superkonduktor berbasis  $Fe$  lainnya.  $FeSe$  memiliki dua fasa yang berbeda, yaitu  $\beta$ - $FeSe$  (stabil pada suhu rendah) dan  $\delta$ - $FeSe$  (stabil pada suhu tinggi). Fasa heksagonal adalah fasa yang dimiliki oleh nonsuperkonduktor sedangkan fasa tetragonal adalah fasa yang dimiliki oleh superkonduktor. Ketika tidak diberikan perlakuan panas, feromagnetik heksagonal  $Fe_7Se_8$ , monoklinik  $Fe_3Se_4$  dan  $Fe$  murni muncul sebagai fasa

pengotor dalam fasa ini seperti pada Gambar 2.5 [5][11].



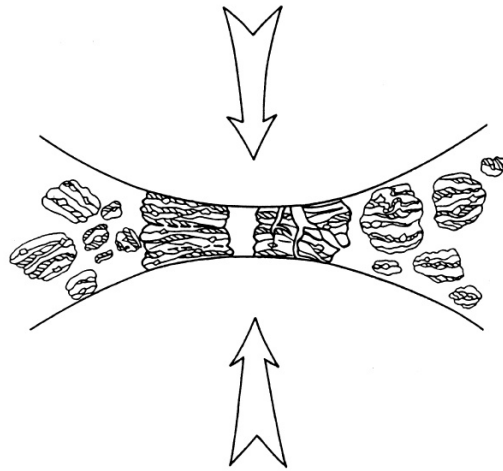
**Gambar 2.5** (a) dan (b) Pola XRD dari bubuk campuran dengan rasio berbeda Fe/Se dan HEBM selama 6 jam [5].

### II.3 Pemaduan Mekanik (*Mechanical Alloying*)

Pemaduan mekanik adalah teknik pemrosesan serbuk yang memproduksi material campuran homogen dimulai dari pencampuran unsur dalam bentuk serbuk. Juga digunakan untuk mensintesis pada suhu ruang dimulai dari pengelasan unsur yang berbentuk bubuk. Proses ini melibatkan penggabungan ulang, penghancuran dan penggabungan kembali dari partikel bubuk dalam bola penggilingan berenergi tinggi menghasilkan logam campuran [12].

Proses pemaduan mekanik dimulai dari mencampur bubuk dalam jumlah yang tepat dan pemuatan campuran bubuk ke dalam vial selama penggiling. Penumbukan bubuk campuran di dalam vial selama proses pemaduan mekanik ditunjukkan pada Gambar 2.6. Campuran ini digiling dengan waktu yang diinginkan hingga memperoleh komposisi setiap bubuk partikel sama dengan jumlah unsur-unsur campuran bubuk. Serbuk digiling kemudian dibentuk menjadi bulk dan disintering untuk memperoleh material mikro [6].





**Gambar 2.6** Penumbukan bubuk campuran pada pemaduan mekanik [6].

### II.3.1 Peralatan Pemaduan Mekanik

#### 1. Penggiling (*Shaker Mills*)

Penggilingan sekitar 10-20 gram bubuk setiap satuan waktu dan paling umum digunakan untuk skala laboratorium dengan tujuan penyaringan logam campuran. Versi umum dari penggilingan ini memiliki satu vial yang berisi sampel bubuk dan bola penggiling, dipasang dalam penjepit dan di kocok dengan keras secara bolak-balik sebanyak ribuan kali permenit [12].

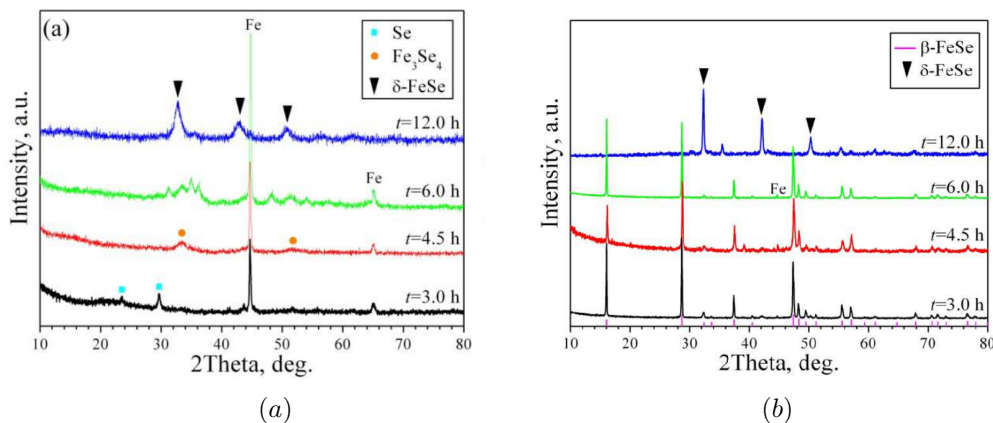
#### 2. Bola giling (*Planetary Ball Mills*)

Penggilingan yang lain untuk pemaduan meknik adalah bola giling dengan beberapa ratus gram bubuk digiling pada waktu yang sama. Ini disusun pada vial yang berputar, dan mekanisme khusus yang menyebabkan mereka berputar di sekitar sumbunya sendiri. Gaya sentrifugal yang dibentuk oleh rotasi vial disekitar sumbu akan berindikasi pada isi vial akan berotasi atau terdiri dari material yang digiling oleh bola penggiling. Karena vial berputar dalam arah berlawanan, gaya sentrifugal bergantian dalam arah berlawanan [12].

### 3. Mesin attritor (*Attritor Mills*)

Bola giling konvensional terdiri dari putaran vial horizontal setengah penuh dengan bola baja kecil. Bola menumbuk serbuk menjadi rata, kecepatan penggilingan meningkat karena kecepatan rotasi. Mesin attritor mampu menghasilkan energi yang lebih tinggi pada bola giling. Pada kecepatan tinggi, gaya sentrifugal yang bekerja pada bola baja kecil melebihi gaya gravitasi sehingga bola melekat pada dinding vial. Pada titik ini penggilingan berhenti. Hal ini menyebabkan ukuran bubuk berkurang karena tumbukan bola dan dinding vial, dan antara bola serta poros vial [12].

FeSe yang disintesis dengan metode pemaduan mekanik dipengaruhi oleh waktu penggilingan. Waktu penggilingan yang semakin lama akan meningkatkan pembentukan fasa  $\delta$ -FeSe. Fasa  $\beta$ -Fe<sub>7</sub>Se<sub>8</sub> heksagonal,  $\beta$ -FeSe tetragonal, Fe<sub>3</sub>Se<sub>4</sub> monoklinik, Fe murni, dan Se amorf terbentuk pada rentang waktu penggilingan 3-12 jam. Waktu penggilingan selama 12 jam menghasilkan fase  $\beta$ -Fe<sub>7</sub>Se<sub>8</sub> heksagonal tipe NiAs dan sedikit fasa  $\beta$ -FeSe tetragonal. Sedangkan pada waktu penggilingan 6 jam, terbentuk fasa  $\beta$ -FeSe tetragonal yang lebih dominan seperti pada Gambar 2.7 [13].



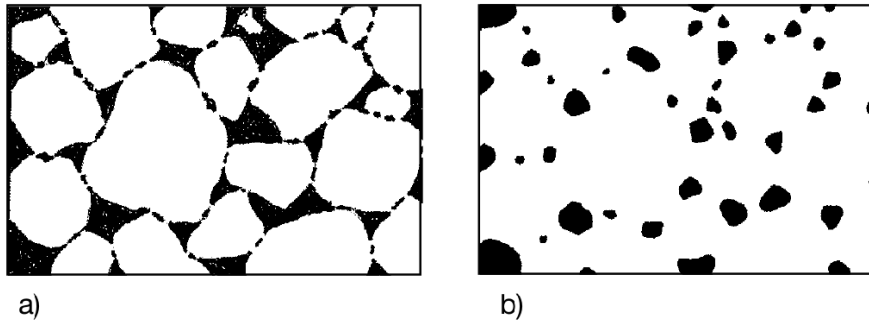
**Gambar 2.7** (a) dan (b) Data XRD FeSe dengan variasi waktu penggilingan [13].

Terdapat dua puncak Se amorf pada sudut  $2\theta = 23^\circ$  dan  $2\theta = 30^\circ$  dan puncak Fe pada sudut  $2\theta = 65^\circ$  pada waktu *high-energy ball milling* (HEBM) 3 jam. Pada waktu HEBM 4,5 jam terdapat satu puncak  $\text{Fe}_3\text{Se}_4$  pada sudut  $2\theta = 33^\circ$  dan dan puncak Fe pada sudut  $2\theta = 65^\circ$ . Dalam waktu HEBM 12 jam, tidak terdapat puncak Fe dan  $\text{Fe}_3\text{Se}_4$ . Hanya terdapat tiga puncak  $\delta\text{-FeSe}$ . Hal ini mengindikasikan bahwa reaksi Fe dan Se dapat dicapai selama proses HEBM dan fasa  $\delta\text{-FeSe}$  heksagonal terbentuk disekitar waktu HEBM selama 6 jam [13].

#### II.4 Perlakuan Panas

Perlakuan panas adalah proses pemanasan pada tingkat suhu tertentu untuk mendapatkan struktur mikro dan mencapai sifat yang ingin ditentukan. Perlakuan panas memiliki tipe perlakuan, salah satunya adalah sintering. Sintering adalah proses perubahan bahan dari bubuk dengan spesifik permukaan yang besar ke bentuk padat tanpa mencapai titik leleh. Tampilan fenomenologis dari sintering adalah peningkatan kekuatan fisik bahan dan penurunan porositasnya. Untuk satu sistem komponen, sintering dilakukan pada suhu 0,6 sampai 0,7 dari titik leleh bahan yang disintering [14].

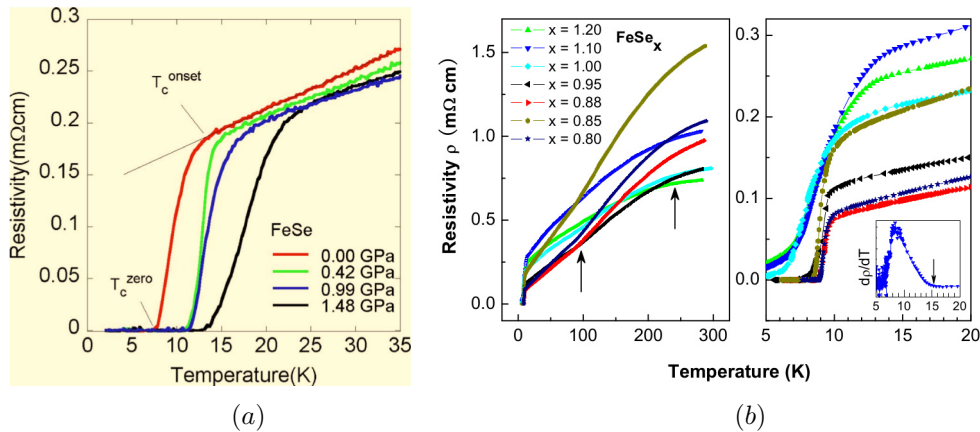
Perubahan bentuk partikel pada proses sintering melewati dua tahap berbeda, yaitu tahap awal dan tahap akhir seperti pada Gambar 2.8. Pada tahap awal terjadi ikatan antara partikel yang berdekatan dan tahap akhir dengan pembulatan pori dan penyusutan pori. Dalam kedua tahapan, penyusutan volume partikel terbesar pada proses sintering terjadi pada tahap awal dan jarak antara partikel yang berdekatan akan berkurang. Pada tahap akhir, total volume pori akan membulat dan menyusut [15].



**Gambar 2.8** (a) Tahap awal sintering (b) Tahap akhir sintering [15]

Berdasarkan hasil yang diperoleh,  $\delta$ -FeSe struktur heksagonal (P63/mmc) muncul pada suhu tinggi sementara fasa  $\beta$ -FeSe muncul pada suhu rendah terutama selama tahap pendinginan sebagai struktur tetragonal dengan simetri kristal (P4/nmm). Sehingga, untuk mengubah fasa hexagonal tipe-NiAs ke fasa tunggal tetragonal tipe-PbO yang diperlukan, maka diberikan perlakuan panas pada suhu rendah sekitar 300-400 °C [16].

Berdasarkan jurnal milik Mizuguchi dkk, bahwa sampel disintering pada suhu 680 °C selama 12 jam. Hasil yang diperoleh, resistivitas mulai menurun drastis ( $T_c^{Onset}$ ) pada suhu 13,5 K dan resistivitas mencapai 0 ( $T_c^{Zero}$ ) pada suhu 7,5 K ditunjukkan pada Gambar 2.9(a). Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Xiao-Li Shen dengan mensintering sampel pada suhu 680 °C agar terbentuk senyawa FeSe dan ditahan selama 20 jam kemudian diturunkan pada suhu 400 °C dan ditahan selama 60 jam dengan tujuan membentuk fasa tetragonal  $\beta$ -FeSe tipe PbO memiliki hasil berupa  $T_c^{Onset} \sim 15$  K dan  $T_c^{Zero} \sim 9$  K serta terlihat fasa tunggal dari senyawa FeSe tipe PbO pada sampel FeSe<sub>0.95</sub> ditunjukkan pada Gambar 2.9(b) [4][17].



**Gambar 2.9** (a) Hubungan resistivitas dan perubahan suhu dengan sintering pada suhu 680 °C selama 12 jam ( $T_c^{Onset}=13.5$  K dan  $T_c^{Zero}=7.5$  K) (b) Hubungan perubahan temperatur dan resistivitas dengan sintering 680 °C selama 20 jam kemudian 400 °C selama 60 jam ( $T_c^{Onset}=15$  K) [4][17].

Untuk memperoleh  $T_c^{Onset}$  yang tinggi dan mencapai  $T_c^{Zero}$  serta terbentuk fasa tunggal dari sampel FeSe, maka dilakukan pendinginan dengan penurunan suhu secara bertahap dan perlahan di dalam tungku dan di luar tungku hingga mencapai suhu ruang [5][17].

## II.5 Powder-In-Sealed-Tube (PIST)

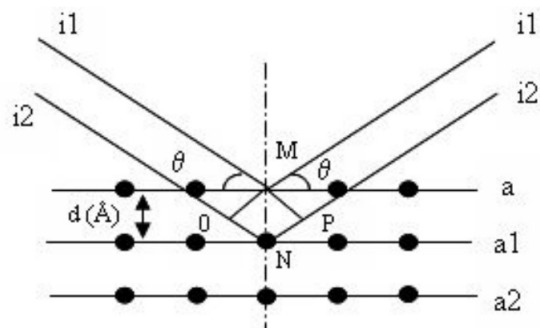
Pembuatan *powder-in-sealed-tube* ini bertujuan agar partikel sampel campuran tersusun rapat dan padat sehingga tidak terjadi reaksi antara udara dan sampel yang mengindikasikan adanya perlakuan lain yang tidak diinginkan, dan apabila diberi perlakuan panas (sintering) akan terjadi proses difusi atom dan terbentuk ikatan yang kuat antar partikel. Proses ini dapat menghindari pori yang timbul dari reaksi kimia dan membantu dalam membentuk densitas inti yang relatif tinggi. Cara ini meminimalisasi oksidasi dan pengurangan sampel di dalam tabung Fe dari sintesis dan merupakan metode paling sederhana dibandingkan dengan *inert gas and vacuum furnaces*[7][18].

## II.6 Karakterisasi Superkonduktor

### II.6.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar-x ditemukan pertama kali oleh Wilhelm Conrad Roentgen pada tahun 1895 dengan melihat gejala yang ditimbulkan suatu berkas yang belum diketahui sifat dasarnya. Pada perkembangannya, Laue mengusulkan teori yang menyatakan bahwa jika berupa gelombang, dipastikan sinar-x memiliki panjang gelombang meskipun sangat kecil (dalam orde sepersepuluh nm), hal ini berimplikasi sinar-x dapat dihamburkan oleh material kristalin yang dibuktikan terjadinya difraksi sinar-x melalui eksperimen [19].

Sinar-x adalah bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi antara 200 eV - 1 MeV dan panjang gelombang antara 0,5 - 2,5 Å. Karena panjang gelombangnya hampir sama dengan jarak antara atom dalam kristal. Sinar-x dihasilkan dari tumbukan elektron berkecepatan tinggi dengan logam sebagai sasaran. Oleh karena itu, tabung sinar-x harus memiliki suatu sumber elektron, voltase tinggi, dan logam sasaran. Selanjutnya elektron-elektron yang ditumbuk ini mengalami pengurangan kecepatan dengan cepat dan energinya berubah menjadi foton. Difraksi sinar-x XRD oleh atom-atom pada bidang ditunjukkan pada Gambar 2.8 [19].



**Gambar 2.10** Difraksi sinar-x XRD oleh atom-atom pada bidang [20].

Elektron-elektron pada atom akan membiaskan berkas bidang yang

tersusun secara periodik. Difraksi sinar-x oleh atom-atom pada bidang atom paralel  $a$  dan  $a_1$  yang terpisah oleh jarak  $d$ . Berkas sinar-x  $i_1$  dan  $i_2$  yang bersifat paralel, monokromatik serta koheren dengan panjang gelombang  $\lambda$  datang pada bidang dengan sudut  $\theta$ . Jika kedua berkas sinar tersebut berturut-turut terdifraksi oleh  $M$  dan  $N$  menghasilkan  $i_1'$  dan  $i_2'$  yang masing-masing membentuk sudut  $\theta$  terhadap bidang dan bersifat paralel, monokromatik serta koheren. Perbedaan panjang antara  $i_1 - M - i_1'$  dengan  $i_2 - N - i_2'$  adalah sama dengan  $n$  kali panjang gelombang, maka persamaan difraksi dapat dituliskan sebagai berikut [20]:

$$n\lambda = ON + NP \text{ atau}$$

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

Persamaan (1) dikenal sebagai Hukum Bragg, dengan  $n$  adalah bilangan refleksi yang bernilai bulat (1, 2, 3, 4, . . .). Karena nilai  $\sin \theta$  tidak melebihi 1, maka pengamatan berada pada interval  $0 < \theta < \pi/2$ , sehingga [21]:

$$n\lambda < 2d \quad (2)$$

Difraksi untuk nilai  $n$  terkecil ( $n = 1$ ), persamaan tersebut dapat diubah menjadi [21]:

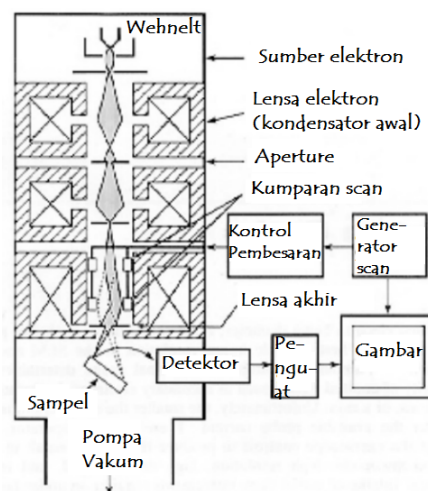
$$\lambda < 2d \quad (3)$$

Persamaan (3) menjelaskan bahwa panjang gelombang sinar-x yang digunakan untuk menentukan struktur kristal harus lebih kecil dari jarak antar atom [21].

## II.6.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

*Scanning electron microscope* (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang menggunakan elektron untuk menghasilkan citra dalam bentuk gambar dari sampel dengan *scanning* sinar elektron yang terfokus. Elektron dari SEM berinteraksi dengan elektron dalam sampel yang menghasilkan berbagai sinyal yang dapat dideteksi dan yang berisi informasi tentang topografi permukaan sampel dan komposisi sampel. Berkas elektron umumnya di *scan* dalam pola *scan raster*; dan posisi balok ini dikombinasikan dengan sinyal terdeteksi untuk menghasilkan gambar [22].

Instrumen SEM terdiri dari dua komponen utama, konsol elektronik dan kolom elektron. Konsol elektronik menyediakan tombol-tombol kontrol dan switch yang memungkinkan untuk penyesuaian instrumen seperti arus filamen, percepatan tegangan, fokus, perbesaran, kecerahan dan kontras sedangkan kolom elektron adalah tempat berkas elektron dihasilkan di bawah vakum, lalu difokuskan ke diameter kecil, dan di scan pada seluruh permukaan sampel dengan kumparan defleksi elektromagnetik seperti pada Gambar 2.9 [23].



**Gambar 2.11** Kontruksi dasar kolom elektron pada *Scanning Electron Microscopy* [24].



Kolom elektron memiliki bagian antara lain seperti *Electron Gun* yang terletak di bagian atas kolom elektron di mana elektron bebas yang dihasilkan oleh emisi termionik dari filamen. Filamen di dalam *Wehnelt* mengontrol jumlah elektron yang meninggalkan *gun* dan elektron utama dipercepat menuju anoda. Setelah berkas melewati anoda yang dipengaruhi oleh dua lensa kondensor dan menyebabkan berkas terkumpul dan melewati titik fokus. Lensa kondensor bertugas untuk menentukan intensitas berkas elektron ketika menumbuk sampel [24].

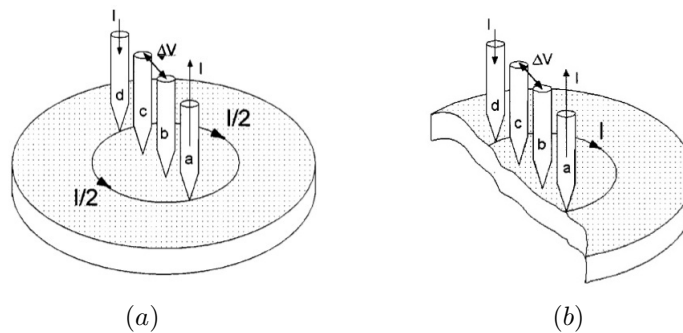
Selanjutnya *Spray Aperture* akan mengurangi dan menghalangi elektron asing masuk pada lensa. *Aperture* lensa akhir berada dibawah kumparan *scanning* untuk menentukan ukuran titik berkas sampel sebagai penentu resolusi gambar. Kemudian titik terbentuk dari kumpulan titik berkas elektron oleh *Scanning* menggunakan kumparan defleksi dalam lensa objektif dan ditampilkan pada layar monitor. Interaksi elektron dengan atom sampel ini menghasilkan sinyal elektron sekunder [24].

### **II.6.3 Cryogenic Magnet**

Pada kondisi normal bagi manusia yaitu suhu sekitar 20 °C, medan magnet 0,45 G (medan magnet bumi) dan tekanan udara 1 atm merupakan kondisi ekstrim bagi elektron sehingga untuk melihat sifat asli elektron pada benda padat dibutuhkan kondisi suhu sangat dingin, biasanya memakai Nitrogen cair (78 K) atau Helium cair (~ 4,2 K). Dengan adanya *cryogenic magnet* sebagai teknologi vakum dan pemampatan/ekspansi gas yang berdasarkan pada prinsip *Four-Point Probe* (FFP) berguna dalam menurunkan suhu gas Helium, sehingga dalam menciptakan kondisi suhu super rendah jauh lebih sederhana [8].

Metode pengukuran *four-point probe* adalah salah satu metode untuk

mengukur resistivitas seperti pada Gambar 2.10. Four-point probe memiliki 4 empat elektroda seperti jarum yang menyentuh permukaan sampel dalam susunan linear dengan arus ( $I = \frac{V}{R}$ ) yang disuntikkan ke dalam bahan melalui dua elektroda terluar. Resultan distribusi potensial listrik diukur melalui dua elektroda dalam untuk injeksi arus dan untuk penentuan potensial listrik, sampel yang memiliki resistansi akan menunjukkan penurunan tegangan ketika arus mengalir sepanjang sampel [25].



**Gambar 2.12** (a) Metode pengukuran *four-point probe*. (b) *Probe* dekat tepi sampel; semua arus melalui setengah bidang kiri [25].

Aliran arus pada FPP membentuk pola setengah bola sehingga luas yang dialiri arus adalah  $A = 2 \pi r^2$ , dan untuk memperoleh resistivitas sampel digunakan persamaan sebagai berikut [25]:

$$\rho = R \frac{A}{l} \quad (4)$$

Ket :

$\rho$  = Resistivitas ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )

$R$  = resistansi ( $\Omega$ )

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

$l$  = Panjang sampel (cm)

Resistivitas logam pada temperatur rendah dapat dinyatakan dengan

rumus *Mathiessen* [26].

$$\rho = \rho_{res} + \rho_{ph}(T) + \rho_m \quad (5)$$

$\rho_{res}$  (T) adalah resistivitas sisa akibat unsur pengotor pada logam,  $\rho_{ph}$  (T) adalah resistivitas yang bergantung perubahan temperatur akibat interaksi elektron dan phonon dan  $\rho_m$  adalah resistivitas akibat medan magnet luar. Pada temperatur yang mendekati  $T = 0$  K, nilai  $\rho_{ph}$  (T) mendekati nilai 0 akibat hilangnya interaksi elektron di dalam atom sehingga  $\rho_{res}$  (T) merupakan nilai yang menentukan resistivitas benda [26].

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### III.1 Alat dan Bahan

##### III.1.1 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Neraca Ohaus* digital sebagai penimbang bahan atau sampel yang akan di gunakan. Sendok spatula untuk memindahkan bahan atau sampel ke tempat lain. Jangka sorong untuk mengukur ukuran sampel. *Vial milling* sebagai penggiling sampel. *Shaker Mill PPF-UG* sebagai penggoyang *Vial milling* untuk pembentukan sampel. *Vacum cleaner* berfungsi sebagai pemvakum tempat preparasi sampel. Mesin pres berfungsi sebagai penekan benda menjadi bentuk yang lebih padat dan mampat. Tungku pemanas (*Furnace Nabertherm*) sebagai pemanas untuk suatu benda. Cawan (*Crucible*) sebagai tempat sampel saat proses sintering. termos Nitrogen sebagai wadah *quench* Nitrogen. XRD sebagai pengkarakterisasi dalam melihat pembentukan struktur kristal sampel. SEM-EDX sebagai pengkarakterisasi dalam melihat morfologi permukaan sampel serta *cryogenic system* sebagai pengkarakterisasi dalam melihat sifat superkonduktivitas berdasarkan uji resistivitas terhadap suhu.

##### III.1.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk Fe (*iron*) kemurnian 99,99%, serbuk Se (Selenium) kemurnian 99,99%, plastik sampel sebagai wadah sampel. *Fe-Tube Stainless Stell* (SS 201) dengan diameter dalam (DD) 1 cm, diameter luar (DL) 1.23 cm serta tinggi 5 cm. Gas

Nitrogen sebagai pengembang dalam preparasi sampel serta Nitrogen cair sekitar 500 mL sebagai pendingin sampel.

### **III.2 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini berlangsung dari tanggal 26 Juli 2016 sampai dengan tanggal 7 Oktober 2016 dan dilakukan di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material (P2MM) - Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Kawasan Puspiptek - Ged. 470, Serpong, Tangerang Selatan dan tanggal 18 Oktober dan 7-8 November 2016 untuk karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Material Science Ged. Science Building Lt. 2 FMIPA Unhas, Makassar.

### **III.3 Prosedur Penelitian**

#### **III.3.1 Persiapan Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan tentunya sesuai dengan judul dari penelitian ini yaitu Fe 99,99% dan Se 99,99% berupa serbuk dengan kemurnian tinggi. Secara fisik, kedua bahan memiliki penampilan yang berbeda. Serbuk Fe sedikit kasar dan berwarna abu-abu gelap sedangkan serbuk Se lebih halus dan berwarna hitam pekat.

Persiapan bahan diawali dengan perhitungan stoikiometri dan penimbangan yang menggunakan *neraca ohaus* digital, yaitu serbuk FeSe dengan perbandingan mol 1:1 masing-masing massa Fe dan Se yang sesuai dengan perbandingan mol diperoleh dari perhitungan pada Lampiran 1. Sehingga, untuk sampel FeSe dibutuhkan massa Fe = 4,04 gram dan massa Se = 5,71 gram untuk siap dipreparasi.

#### **III.3.2 Preparasi Sampel**

Proses preparasi dilakukan di dalam plastik dalam keadaan vakum untuk menghindari oksidasi pada bahan. Dengan memasukkan *vial milling*,

bola-bola milling dan bahan ke dalam plastik lalu di vakumkan dengan *vacuum cleaner*, kemudian ujung plastik diikat kuat hingga terjepit rapat. Setelah keadaan vakum, plastik kembali di kembangkan dengan gas Nitrogen melalui ujung selang yang di masukkan ke dalam plastik tanpa membuat celah untuk mencegah masuknya udara dan mempermudah proses pembuatan sampel. Proses pembuatan sampel dari preparasi hingga proses kompaksi dilakukan sekaligus dalam satu variasi sampel dengan memasukkan bahan ke dalam *vial milling* dalam ruang vakum kemudian diputar hingga rapat untuk di milling selama 6 jam 40 menit.

### III.3.3 Milling

Bahan dari hasil preparasi, dimilling agar terjadi reaksi padatan antara partikel Fe dan Se berdasarkan mekanisme interdifusi menghasilkan material campuran yang membentuk kristal FeSe. Selain BPR (*Ball of Powder Weight Ratio*), waktu milling adalah parameter yang paling penting dalam pembentukan kristal FeSe, hasil terbaik biasanya dilakukan pada rentang waktu kisaran 6 jam.

Milling ini menggunakan *Shaker Mill PPF-UG*. Dengan memasukkan *vial milling* ke dalamnya dan diletakkan pada penyangga lalu dikunci dengan rapat pada sekrup dan murnya kemudian di *shaker* dengan BPR 1,5:1 pada kecepatan 300 rpm selama 6 jam 40 menit dengan waktu *on* selama 3 menit dan *off* selama 1 menit sepanjang  $533\frac{1}{3}$  menit proses milling. Alat ini menggoyangkan *vial milling* ke segala arah yang berindikasi pada bola-bola milling dan bahan yang berada di dalamnya akan saling menumbuk.

### III.3.4 Penimbangan

Setelah milling, sampel ditimbang dengan menggunakan *Neraca Ohaus Digital* agar diperoleh massa sampel 1,5 g untuk ditubing. Sampel diambil

dengan memakai sendok spatula hingga mencapai 1,5 g.

### **III.3.5 *Powder-In-Sealed-Tube***

Sampel hasil penimbangan, ditubing agar partikel sampel tersusun rapat dan padat sehingga tidak terjadi reaksi antara udara dan sampel serta jika disintering sampel tidak menguap dan tertahan di dalam tabung.

Cara yang dilakukan yaitu memasukkan sampel ke dalam tube Fe (SS 201), yang salah satu ujungnya ditekan lalu sampel dimasukkan kedalamnya kemudian ditekan ujung yang lainnya selanjutnya sampel berada di tengah dalam tabung ditekan lagi secara menyeluruh dengan tekanan 10 MPa menggunakan alat pengepres/alat penekan yang berada di ruang Laboratorium Pembentukan P2MM-LIPI agar sisa udara di dalamnya bisa dikurangi.

### **III.3.6 Sintering**

Sampel dalam bentuk *powder-in-sealed-tube* disintering agar sampel menjadi lebih mampat dan diharapkan terjadi proses difusi atom dan terbentuk ikatan yang kuat antar partikel.

Cara yang dilakukan yaitu meletakkan sampel pada cawan lalu di masukkan ke dalam tungku pemanas melalui cerobong hingga terletak pada daerah pemanasan. Sintering dilakukan dengan dua variasi, yaitu pada suhu 680 °C dengan laju 4 °C/menit dari suhu awalnya 27 °C (suhu kamar) selama 2 jam 43 menit lalu dipertahankan pada suhu konstan 680 °C selama 12 jam hingga siap untuk didinginkan dan pada suhu 680 °C dengan laju 4 °C/menit dari suhu awalnya 27 °C (suhu kamar) selama 2 jam 43 menit lalu dipertahankan pada suhu konstan 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan pada suhu konstan 400 °C selama 3 jam selanjutnya dipertahankan pada suhu konstan 400 °C selama 36 jam hingga siap untuk didinginkan.

### III.3.7 Pendinginan

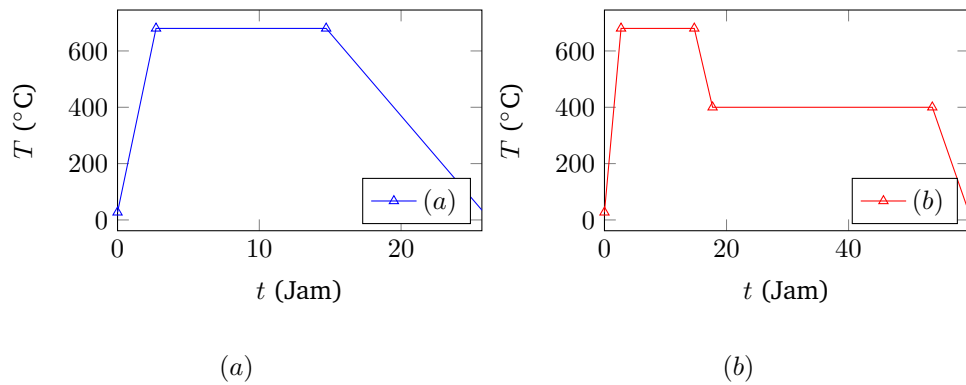
Sampel hasil sintering, didinginkan hingga suhunya mencapai suhu kamar agar proses karakterisasi terhadap sampel bisa dilakukan karena proses karakterisasi hanya berlaku saat sampel berada pada suhu kamar hingga mendapat perlakuan khusus dari alat karakterisasi yang digunakan. Pendinginan dilakukan dengan tiga variasi, yaitu:

#### 1. Pendinginan alami

Pendinginan alami adalah pendinginan sampel yang berada di dalam tungku dengan bantuan udara disekitar yang mengenainya. Setelah proses sintering selesai ditandai dengan *off* nya kontroler tungku, sampel dibiarkan tetap berada dalam tungku dimana kedua lubang cerobongnya ditutup dengan penutup berbahan karet hingga suhunya turun sampai ke suhu kamar disebabkan oleh udara disekitar yang mengenai tungku kemudian di keluarkan untuk siap di karakterisasi.

Pendinginan alami memakan waktu yang paling lama diantara ketiga pendinginan yang dilakukan yaitu sekitar 11 jam dan 8 jam untuk masing-masing sintering pada suhu 680 °C dengan penurunan rata-rata 1 °C/menit hingga mencapai 34 °C dan 400 °C dengan penurunan rata-rata 0,76 °C/menit hingga mencapai 34 °C yang diawali dari proses sintering selama 14 jam 43 menit dan 53 jam 43 menit seperti pada Gambar 3.1.



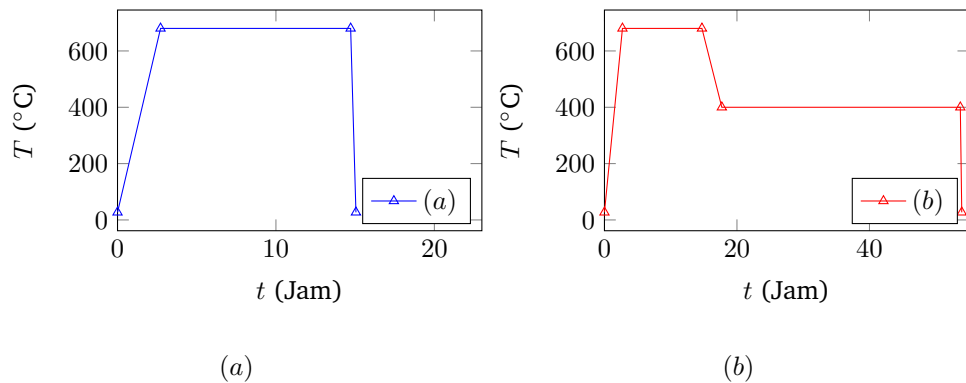


**Gambar 3.1.** Grafik sintering-pendinginan alami (a) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu pendinginan alami selama 11 jam dan (b) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu diturunkan pada suhu 400 °C ditahan 36 jam lalu pendinginan alami selama 6 jam

## 2. Pendinginan di udara

Pendinginan di udara adalah pendinginan sampel di luar tungku dengan bantuan udara disekitarnya. Dengan berakhirnya proses sintering ditandai dengan *off* nya kontroler tungku, maka sampel dikeluarkan dari dalam tungku dan dibiarkan berinteraksi dengan udara disekitarnya sehingga sampel melepaskan kalor ke udara dan sebaliknya udara menyerap kalor dari sampel hingga suhunya turun sampai ke suhu kamar kemudian siap untuk di karakterisasi.

Pendinginan di udara memakan waktu lebih cepat dari pendinginan alami yaitu sekitar 20 menit dan 13 menit untuk masing-masing sintering pada suhu 680 °C dengan penurunan rata-rata 32,65 °C/menit hingga mencapai 27 °C dan 400 °C dengan penurunan rata-rata 28,7 °C/menit hingga mencapai 27 °C yang diawali dari proses sintering selama 14 jam 43 menit dan 53 jam 43 menit seperti pada Gambar 3.2.

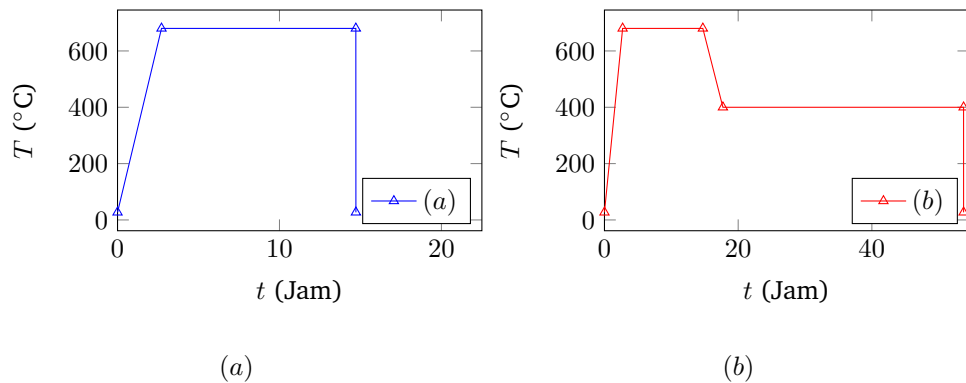


**Gambar 3.2.** Grafik sintering-*quench* udara (a) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu *quench* udara selama 20 menit dan (b) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu diturunkan pada suhu 400 °C ditahan 36 jam lalu *quench* udara selama 13 menit

### 3. *Quench* Nitrogen cair (N<sub>2</sub>)

*Quench* Nitrogen cair adalah pendinginan sampel di luar tungku dengan bantuan cairan Nitrogen. Berakhirnya proses sintering ditandai dengan *off* nya kontroler tungku, maka sampel dikeluarkan dari dalam tungku lalu direndam kedalam wadah yang berisi Nitrogen cair hingga gelembung-gelembung udaranya tidak muncul hingga suhunya naik mencapai suhu kamar kemudian siap untuk di karakterisasi.

*Quench* Nitrogen memakan waktu paling cepat dari pendinginan yang dilakukan yaitu sekitar 10 detik dan 6 detik untuk masing-masing sintering pada suhu 680 °C dengan penurunan rata-rata 65,3 °C/s hingga mencapai 27 °C dan 400 °C dengan penurunan rata-rata 62,16 °C/s hingga mencapai 27 °C yang diawali dari proses sintering selama 14 jam 43 menit dan 53 jam 43 menit seperti pada Gambar 3.3.



**Gambar 3.3.** Grafik sintering-*quench*  $N_2$  (a) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu *quench*  $N_2$  selama 10 detik dan (b) pada suhu 680 °C ditahan 12 jam lalu diturunkan pada suhu 400 °C ditahan 36 jam lalu *quench*  $N_2$  selama 6 detik

### III.3.8 Pembongkaran Tube

Pembongkaran tube dilakukan untuk memperoleh sampel yang siap dikarakterisasi, karena PIT hanya proses yang dilalui oleh sampel untuk menghindari oksidasi. Cara yang digunakan untuk mengambil sampel di dalam tube dari hasil pendinginan adalah cara mekanik.

Cara yang dilakukan adalah memotong salah satu ujung tube dengan mesin pemotong kemudian tube di press pada bagian ujung yang dibenturkan pada bagian ujung yang lain pada baja sehingga ujung tube yang awalnya tertutup menjadi terbuka. Sampel siap di keluarkan menggunakan sendok spatula untuk langsung dikarakterisasi dalam tiga pengujian.

### III.3.9 Peletisasi

Peletisasi dilakukan agar sampel bisa dikarakterisasi dalam tiga pengujian, karena tidak semua sampel dari hasil pembongkaran tube menghasilkan bulk, terkadang sampel berupa serbuk dalam satu tube. Oleh karena itu, sampel yang berupa serbuk dipeletisasi menggunakan cetakan pelet. Cara yang

dilakukan adalah cara mekanik agar menghasilkan bulk sedangkan sampel yang menghasilkan bulk tidak perlu dipeletisasi.

Serbuk sampel dimasukkan ke dalam cetakan pelet yang telah dibersihkan menggunakan kain lap lalu ditutup dengan penutupnya kemudian diompaksi dengan tekanan 3 MPa kemudian sampel dikeluarkan dari cetakan pelet dengan meletakkan ring dibawahnya yang selanjutnya penutup cetakan di dorong menggunakan mesin press secara perlahan hingga sampel bulk jatuh ke dalam ring. Hasil yang diperoleh dari kompaksi ini terlihat.

### III.3.10 Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui adanya sifat superkonduktivitas, fasa-fasa yang terbentuk dan morfologi permukaan serta komposisi FeSe dari berbagai variasi perlakuan panas dan pendinginan. Karakterisasi dilakukan dengan tiga pengujian, yaitu:

#### 1. *Cryogenic system*

Karakterisasi menggunakan alat *cryogenic* dilakukan untuk mengetahui suhu kritis sampel. Alat ini menggunakan metode *Four Point Probe* (FPP) dengan hasil berupa grafik hubungan antara resistivitas ( $\rho$ ) terhadap perubahan suhu (T), dimana resistivitas sampel diperoleh melalui persamaan  $\rho = R \frac{A}{l}$ . Peralatan *Cryogenic Magnet "Cryotron FR"* buatan *Oxford* tersebut memakai sistem *Pulse Tube Cryocooler* untuk mendinginkan gas helium. Sistem pendinginan ini mengekspansi gas helium oleh kompresor sehingga temperatur gas helium akan turun.

Komponen *Cryogenic System* yang lain meliputi *Cryogenic magnet*, pompa sirkulasi, kompresor gas helium dan *controller*. Komponen-komponen ini memiliki fungsi yang berbeda. *Cryogenic magnet* berfungsi sebagai unit utama dalam menurunkan suhu sampel, sistem pompa

sirkulasi berfungsi untuk mengurangi tekanan gas helium sehingga suhu dapat diturunkan hingga 1,5 K, kompresor gas helium memiliki fungsi memompa gas helium ke pompa sirkulasi dan controller berfungsi untuk mengontrol temperatur dan medan magnet.

Persiapan pengujian *cryogenic* ini dimulai dengan menempelkan isolasi bening keemasan terhadap piranti tengah *holder*, lalu direkatkan 2 sampel di atasnya menggunakan lem perekat. Selanjutnya kawat Cu tipis yang telah disambungkan pada titik-titik *holder* (titik 1-4 untuk sampel pertama dan titik 5-8 untuk sampel) menggunakan kawat timah yang disolder dan ditempelkan pada sampel di salah satu ujungnya lalu direkatkan menggunakan pasta Ag (perak). Sampel yang terpasang pada PCB *holder* dimasukkan ke dalam penyangga sampel dan diletakkan pada unit utama *cryogenic magnet*.

## 2. SEM-EDX

Alat SEM-EDX digunakan untuk menganalisis morfologi permukaan FeSe dan komposisi atom Fe dan Se yang disintesis dengan metode pemaduan mekanik dan variasi perlakuan panas serta variasi pendinginan.

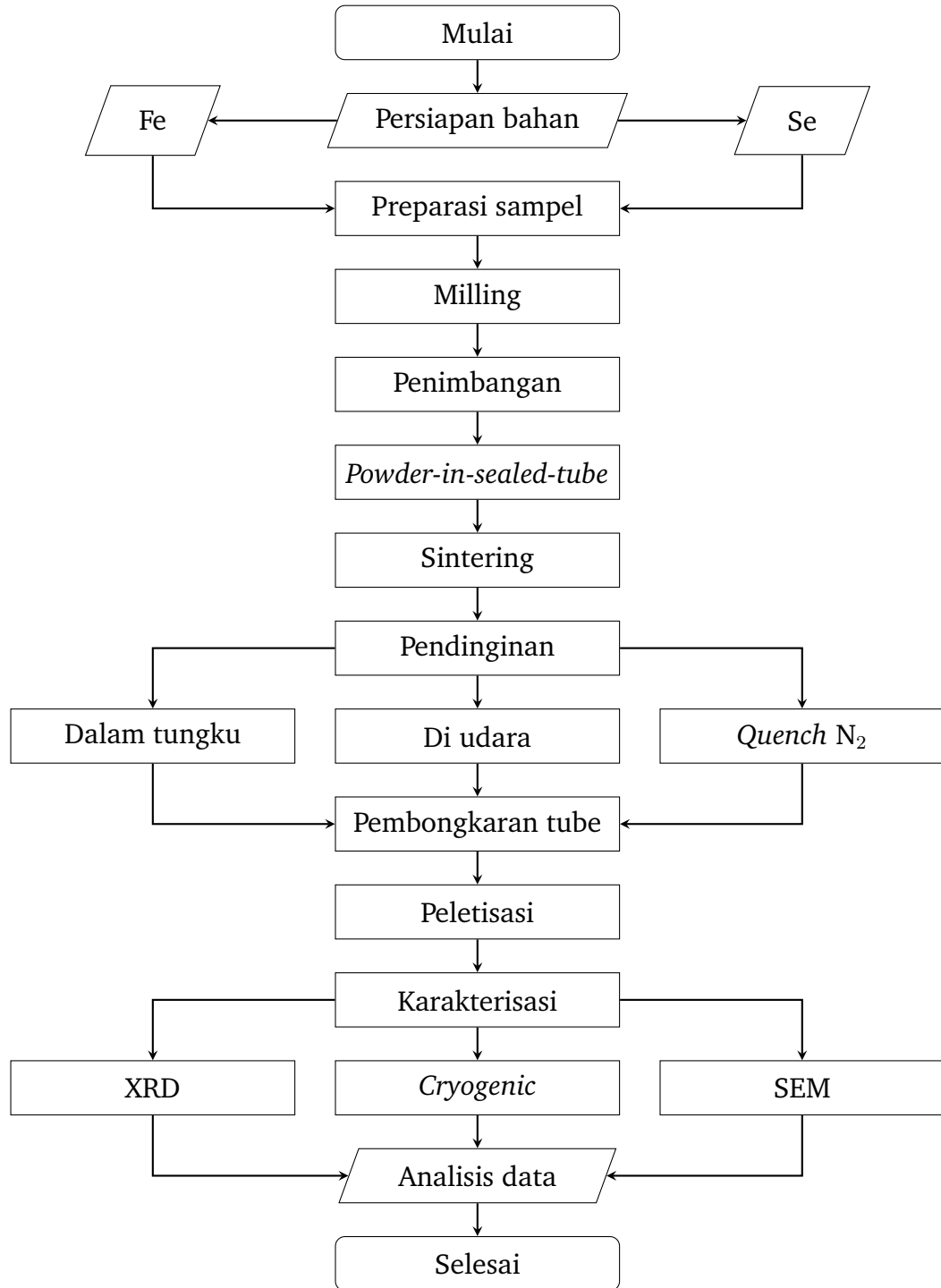
Sebelum dilakukan pengujian, sampel di *coating* di atas Au-Pt agar elektron lebih cepat terhantarkan sampai tekanan vakum  $10^{-1}$  mbar dan dapat menghindari kerusakan sampel saat di *scanning*. Sampel yang sudah di *coating* kemudian dimasukkan ke perangkat SEM tipe JSM-6390A. Setelah itu, sampel diuji dengan perbesaran 3.000 X hingga berukuran  $5 \mu\text{m}$ .

### 3. XRD

Alat XRD digunakan untuk menganalisis fasa-fasa yang terbentuk pada FeSe dari berbagai variasi perlakuan panas dan pendinginan yang terbentuk. Alat XRD yang digunakan untuk mengkarakterisasi sampel menggunakan sumber sinar-x berupa Cu dengan panjang gelombang ( $\lambda$ ) sebesar 154 Å.

Sebelum dilakukan pengujian, sampel disiapkan dalam bentuk serbuk sekitar 500 mg di atas wadah aluminium XRD yang berbentuk lingkaran.

### III.4 Bagan Alir Penelitian



Gambar 3.4. Bagan alir sintesis komposit superkonduktor sistem FeSe

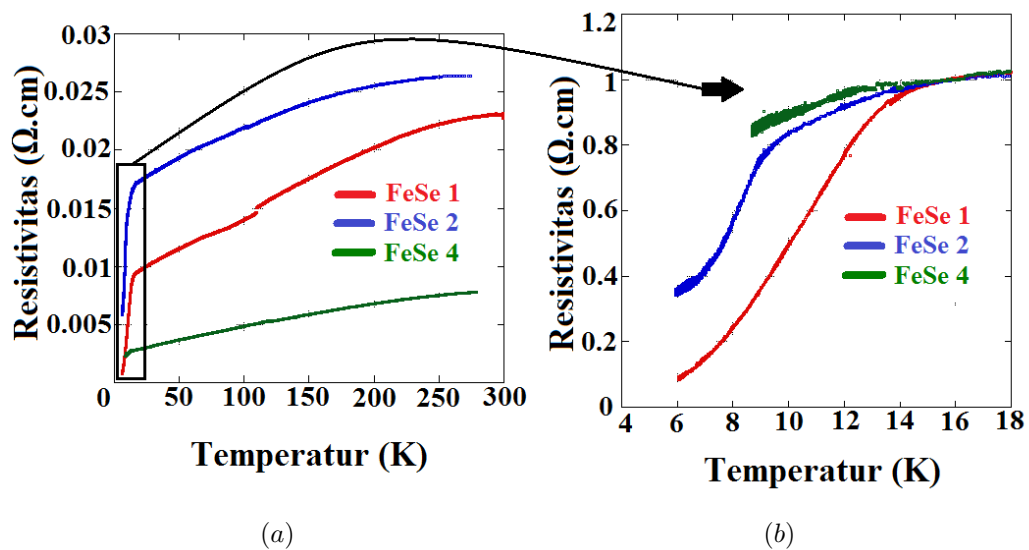
## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### IV.1 Hasil Uji Resistivitas Terhadap Perubahan Suhu

##### IV.1.1 Sampel FeSe yang bersifat superkonduktor

Hasil uji resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe yang bersifat superkonduktor yaitu sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam lalu di *quench* N<sub>2</sub> cair (sampel 1), sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan ke suhu 400 °C selama 36 jam lalu di *quench* N<sub>2</sub> cair (sampel 2), dan sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan pada suhu 400 °C selama 36 jam lalu pendinginan di udara (sampel 4) dengan waktu milling selama 6 jam 40 menit dan BPR sebesar 1,5:1 berupa grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu ditunjukkan pada Gambar 4.1.



**Gambar 4.1.** (a) Grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe yang bersifat superkonduktor dan (b) Perbesaran Gambar 4.1.(a)



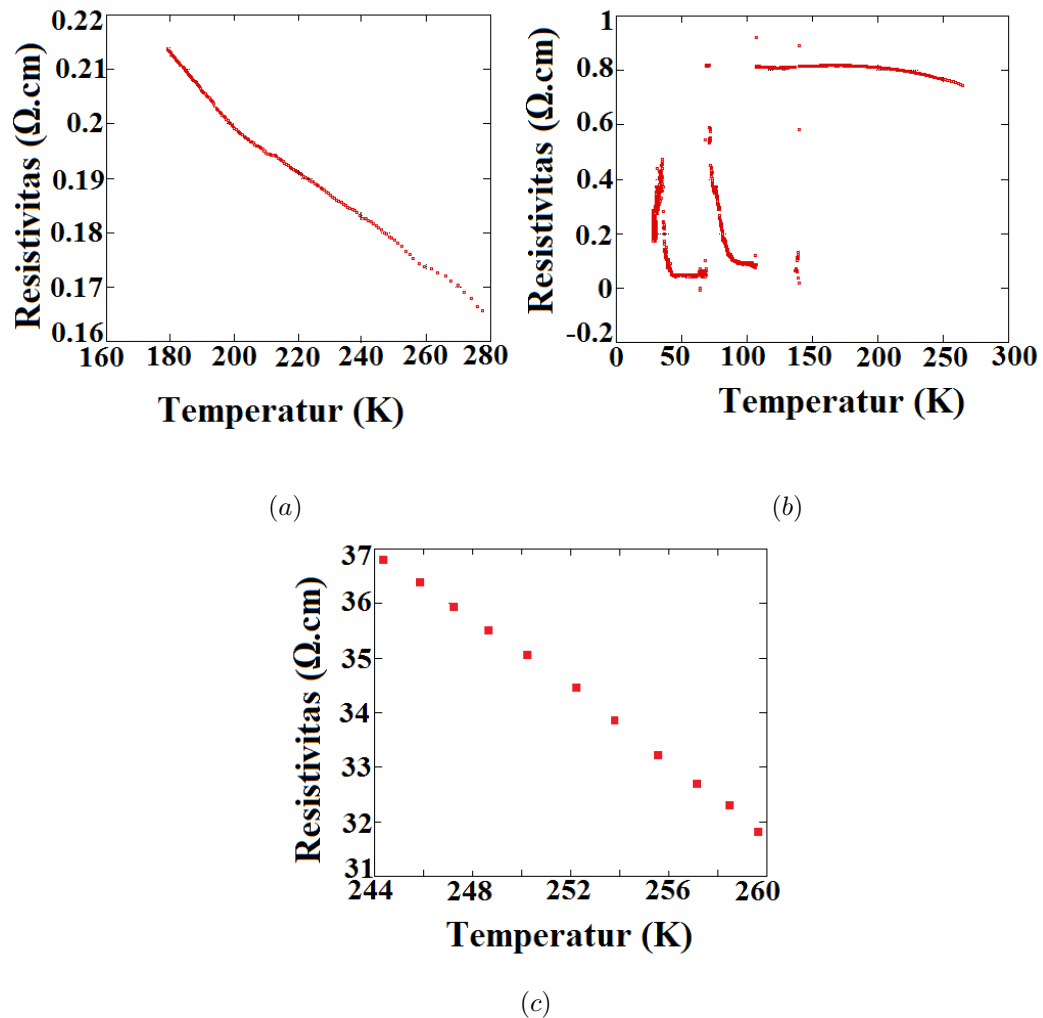
Grafik tersebut menunjukkan nilai  $T_c^{Onset}$  pada sampel FeSe yang bersifat superkonduktor. Superkonduktivitas pada sampel FeSe dipengaruhi oleh proses sintering dengan suhu tinggi dan pendinginan yang cepat. Seluruh sampel FeSe yang bersifat superkonduktor memiliki suhu sintering yang sama, namun sampel 2 memiliki nilai resistivitas paling tinggi yaitu  $\sim 17$  K karena proses pendinginannya yang paling cepat kemudian sampel 1 sebesar  $\sim 16$  K serta yang paling rendah sampel 4 sebesar  $\sim 13$  K karena proses pendinginannya yang paling lama.

Resistivitas pada sampel 1 terus menurun dari suhu  $\sim 16$  K hingga mencapai suhu terendah  $\sim 6$  K sebesar  $7,86 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$ , resistivitas pada sampel 2 terus menurun dari suhu  $\sim 17$  K hingga mencapai suhu terendah  $\sim 6$  K sebesar  $5,8 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ , dan resistivitas pada sampel 4 terus menurun dari suhu  $\sim 13$  K hingga mencapai suhu terendah  $\sim 9$  K sebesar  $2,3 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ . Nilai resistivitas seluruh sampel pada suhu terendah belum mencapai  $0 \Omega \cdot \text{cm}$  sehingga sampel tidak memiliki  $T_c^{Zero}$ . Resistivitas yang tidak mencapai  $0 \Omega \cdot \text{cm}$  ini diakibatkan oleh adanya fasa pengotor pada sampel. Meskipun demikian, sampel ini tetap memiliki sifat superkonduktivitas yang ditunjukkan dengan adanya  $T_c^{Onset}$ .

#### **IV.1.2 Sampel FeSe yang bersifat nonsuperkonduktor**

Hasil uji resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe yang bersifat nonsuperkonduktor yaitu sampel FeSe dengan suhu sintering  $680^\circ \text{C}$  selama 12 jam lalu pendinginan di udara (sampel 3), sampel FeSe dengan suhu sintering  $680^\circ \text{C}$  selama 12 jam lalu pendinginan di dalam tungku (sampel 5), dan sampel FeSe dengan suhu sintering  $680^\circ \text{C}$  selama 12 jam kemudian diturunkan pada suhu  $400^\circ \text{C}$  selama 36 jam lalu pendinginan di dalam tungku (sampel 6) dengan waktu milling selama 6 jam 40 menit dan

BPR sebesar 1,5:1 berupa grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu ditunjukkan pada Gambar 4.2.



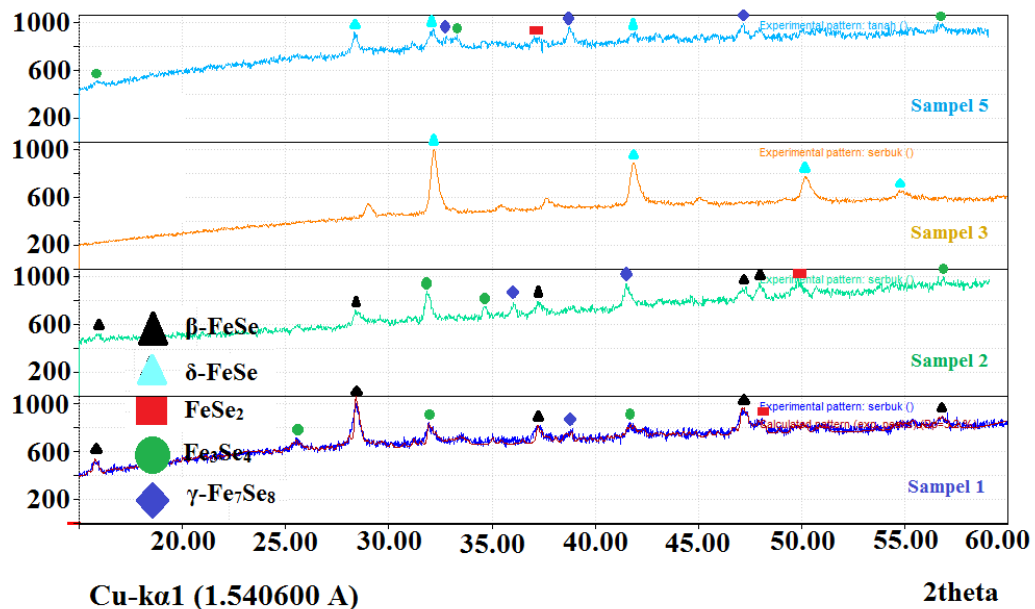
**Gambar 4.2.** Grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe yang bersifat nonsuperkonduktor, Gambar 4.2.(a) Sampel 3, Gambar 4.2.(b) Sampel 5, dan Gambar 4.2.(c) Sampel 6

Pengujian sampel 3, sampel 5, dan sampel 6 hanya dilakukan sampai pada suhu masing-masing 178,9 K, 107 K, dan 244 K dengan resistivitas masing-masing sampel 0,21  $\Omega$ .cm, 0,8  $\Omega$ .cm, dan 36,7  $\Omega$ .cm serta tidak menunjukkan adanya penurunan nilai resistivitas. Resistivitas seluruh sampel nonsuperkonduktor pada suhu masing-masing 277,5 K hingga 178,9 K, 264,8 K hingga 107 K, dan 259,6 K hingga 36,7 K terus meningkat disebabkan

adanya fasa  $\delta$ -FeSe sebagai salah satu fasa pengotor yang bersifat semikonduktor dimana pada temperatur yang semakin rendah nilai resistivitas semakin tinggi[8].

## IV.2 Hasil Uji XRD

Hasil uji XRD pada sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam lalu di *quench* N<sub>2</sub> cair (sampel 1), sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan ke suhu 400 °C selama 36 jam lalu di *quench* N<sub>2</sub> cair (sampel 2), sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam lalu pendinginan di udara (sampel 3), dan sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam lalu pendinginan di dalam tungku (sampel 5) dengan waktu milling selama 6 jam 40 menit dan BPR sebesar 1,5:1 berupa pola difraksi. Analisis pola difraksi menggunakan *software match 3* dengan *International Conferency Diffraction Data* (ICDD) terhadap fasa, struktur kristal dan *space group* yang terbentuk pada FeSe ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Analisa fasa yang terbentuk pada pola difraksi sampel 1, sampel 2, sampel 3, dan sampel 5

Hasil difraksi pada sampel 1, sampel 2, sampel 3 dan sampel 5 masing-masing ada 10 peak, 11 peak, 8 peak, dan 10 peak. Pada sampel 1 dan sampel 2, 5 peak yang teridentifikasi fasa  $\beta$ -FeSe dengan struktur kristal tetragonal dengan *space group* P4/nmm(129), sedangkan fasa  $\delta$ -FeSe dengan struktur kristal heksagonal dan *space group* P63mc(186) terindikasi pada sampel 3 sebanyak 4 peak dan pada sampel 5 sebanyak 3 peak. Fasa pengotor lainnya seperti fasa FeSe<sub>2</sub> dengan struktur kristal orthorhombic dengan *space group* Pmnn(58) terindikasi pada sampel 1, sampel 2, dan sampel 5 sebanyak 1 peak, fasa Fe<sub>3</sub>Se<sub>4</sub> dengan struktur kristal monoclinic dengan *space group* I12/m1(12) terindikasi pada sampel 1, sampel 2, dan sampel 5 sebanyak 3 peak, dan fasa  $\gamma$ -Fe<sub>7</sub>Se<sub>8</sub> dengan struktur kristal trigonal dengan *space group* P63mc(186) terindikasi pada sampel 1, sampel 2, dan sampel 5 masing-masing sebanyak 1 peak, 2 peak, dan 3 peak, serta 4 peak yang tidak teridentifikasi fasa, struktur kristal maupun *space group* pada sampel 3.

Analisa kualitatif hasil uji XRD terhadap sampel FeSe berupa peak tertinggi. Pada sampel 1 ada tiga peak yang memiliki intensitas tertinggi yaitu pada sudut  $2\theta = 930^\circ$ ,  $950^\circ$ , dan  $1000^\circ$  yang teridentifikasi fasa  $\beta$ -FeSe dan sampel 2 memiliki tiga peak dengan intensitas tertinggi pada sudut  $2\theta = 950^\circ$ ,  $980^\circ$ , dan  $1000^\circ$  yang masing-masing teridentifikasi fasa  $\beta$ -FeSe, fasa FeSe<sub>2</sub>, dan fasa Fe<sub>3</sub>Se<sub>4</sub>. Fasa  $\beta$ -FeSe memiliki peak yang dominan dari fasa lainnya. Sedangkan sampel 3 dan sampel 5 masing-masing memiliki tiga peak dengan intensitas tertinggi pada sudut  $2\theta = 780^\circ$ ,  $900^\circ$ , dan  $1000^\circ$  yang teridentifikasi fasa  $\delta$ -FeSe dan pada sudut  $2\theta = 970^\circ$ ,  $990^\circ$ , dan  $1000^\circ$  yang masing-masing mengidentifikasi fasa  $\delta$ -FeSe, fasa  $\gamma$ -Fe<sub>7</sub>Se<sub>8</sub>, dan fasa Fe<sub>3</sub>Se<sub>4</sub>. Fasa  $\delta$ -FeSe memiliki peak yang dominan dari fasa lainnya. Superkonduktivitas FeSe hanya ditentukan oleh fasa  $\beta$ -FeSe. Sedangkan fasa lainnya merupakan fasa pengotor yang merusak sifat superkonduktivitas FeSe[5].

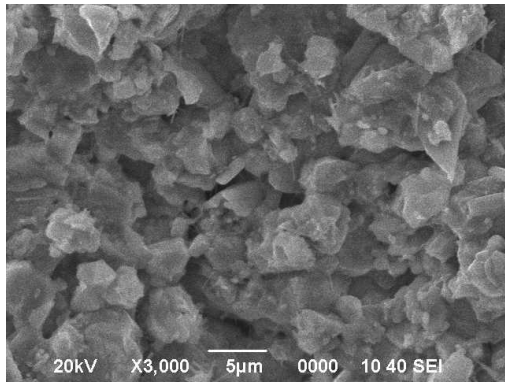
Analisa kuantitatif hasil uji XRD terhadap sampel FeSe berupa komposisi fasa yang diperoleh dari hasil *software match 3*. Komposisi fasa  $\beta$ -FeSe, FeSe<sub>2</sub>, Fe<sub>3</sub>Se<sub>4</sub>, dan  $\gamma$ -Fe<sub>7</sub>Se<sub>8</sub> yang terbentuk pada sampel 1 dan sampel 2 masing-masing adalah 17 %, 27 %, 41 %, dan 15 % dan 18 %, 30 %, 35 %, dan 17 % seperti pada Tabel 4.1. Hal ini menunjukkan bahwa fasa pengotor pada sampel hampir 100 % dari total komposisi fasa yang terbentuk. Komposisi fasa pengotor yang dominan disebabkan karena Se belum seluruhnya berdifusi ke dalam Fe selama proses milling sehingga masih terdapat kelebihan Se. Kelebihan Se ini menyebabkan terjadinya pembentukan fasa pengotor ketika proses sintering. Sedangkan pada sampel 3 terbentuk fasa  $\delta$ -FeSe dan komposisi fasa yang tidak teridentifikasi dan sampel 4 terbentuk fasa  $\delta$ -FeSe, FeSe<sub>2</sub>, Fe<sub>3</sub>Se<sub>4</sub>, dan  $\gamma$ -Fe<sub>7</sub>Se<sub>8</sub> yang memiliki komposisi fasa masing-masing 36,85 % dan 63,15 % dan 16 %, 27 %, 42 %, dan 15 % seperti pada Tabel 4.1. Hal ini menunjukkan bahwa sampel memiliki fasa pengotor 100 % dari total komposisi fasa yang terbentuk. Komposisi total yang dipenuhi oleh fasa pengotor disebabkan karena Se tidak berdifusi ke dalam Fe selama proses milling sehingga masih terdapat kelebihan Se. Kelebihan Se ini menyebabkan terjadinya pembentukan fasa pengotor ketika proses sintering[15].

**Tabel 4.1.** Komposisi fasa yang terbentuk pada pola difraksi sampel 1, sampel 2, sampel 3, dan sampel 5

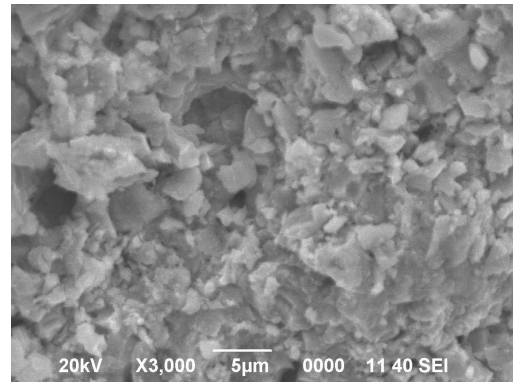
No.	Sampel FeSe	Fasa yang terbentuk	Komposisi
1.	Sampel 1	$\beta$ -FeSe FeSe <sub>2</sub> Fe <sub>3</sub> Se <sub>4</sub> $\gamma$ -Fe <sub>7</sub> Se <sub>8</sub>	17 % 27 % 41 % 15 %
2.	Sampel 2	$\beta$ -FeSe FeSe <sub>2</sub> Fe <sub>3</sub> Se <sub>4</sub> $\gamma$ -Fe <sub>7</sub> Se <sub>8</sub>	18 % 30 % 35 % 17 %
3.	Sampel 3	$\delta$ -FeSe Fasa yang tidak teridentifikasi	36,85 % 63,15 %
4.	Sampel 5	$\delta$ -FeSe FeSe <sub>2</sub> Fe <sub>3</sub> Se <sub>4</sub> $\gamma$ -Fe <sub>7</sub> Se <sub>8</sub>	16 % 27 % 42 % 15 %

### IV.3 Hasil Uji SEM-EDX

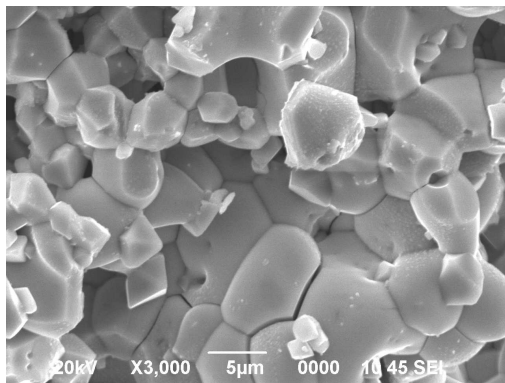
Karakterisasi menggunakan uji SEM dengan perbesaran X3.000 menunjukkan morfologi permukaan sampel FeSe. Pada sampel 1 berbentuk pipih dan sebagian lainnya membentuk gumpalan seperti pada Gambar 4.4.(a), pada sampel 2 berbentuk pipih dan kebanyakan membentuk gumpalan seperti pada Gambar 4.4.(b), pada sampel 3 berbentuk gumpalan dan sudah terbentuk kristal seperti pada Gambar 4.4.(c), pada sampel 5 berbentuk kasar dan menggumpal seperti pada Gambar 4.4.(e), dan sampel 6 berbentuk kristal dan sebagian besar berbentuk gumpalan seperti pada Gambar 4.4.(f). Gumpalan pada sampel terbentuk karena sampel diberi perlakuan panas dalam waktu yang lama. Sedangkan pada sampel 4 berbentuk kristal dan sebagian kecil berbentuk pipih seperti pada Gambar 4.4.(d). Kristal sampel terbentuk diberi perlakuan panas dengan suhu yang tinggi dan pendinginan dalam waktu yang singkat.



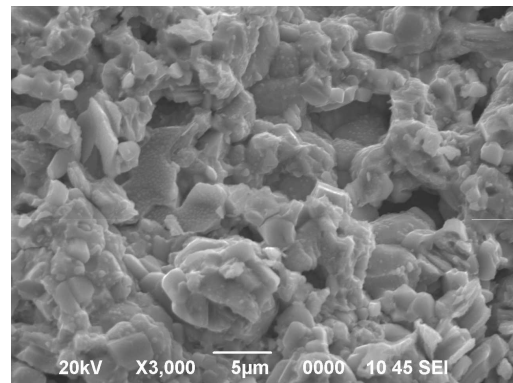
(a)



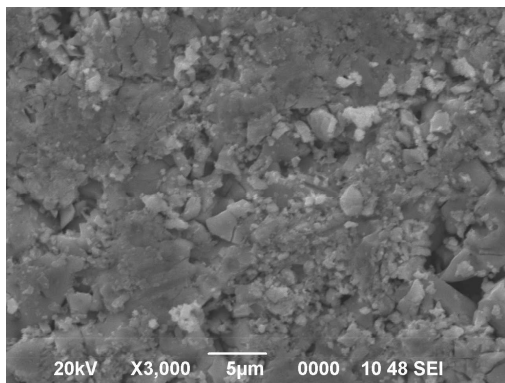
(b)



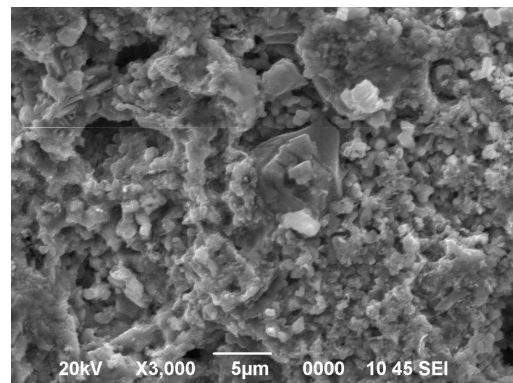
(c)



(d)



(e)



(f)

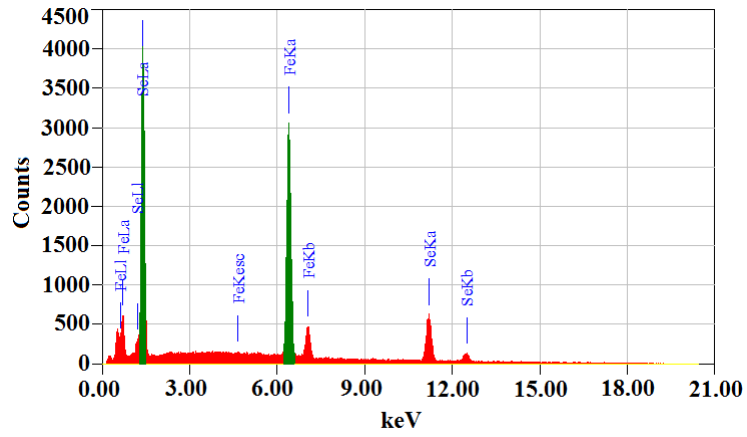
**Gambar 4.4.** Morfologi sampel FeSe. Gambar (a) adalah Sampel 1. Gambar (b) adalah Sampel 2. Gambar (c) adalah Sampel 3. Gambar (d) adalah Sampel 4. Gambar (e) adalah Sampel 5. Gambar (f) adalah Sampel 6.

Hasil EDX sampel 1, sampel 2, sampel 3, sampel 4, dan sampel 6 menunjukkan adanya semua unsur di setiap sampel yang berarti selama proses sintesis atom Se masuk ke dalam atom Fe. Kelima sampel FeSe ini menunjukkan hasil yang berbeda sebelum dan setelah disintesis, dengan persentase atom Fe lebih besar dari komposisi awal dan persentase atom Se lebih kecil dari komposisi awal. Perbedaan persentase ini menunjukkan terbentuknya dua fasa dominan yang berbeda. Persentase atom Se yang lebih besar akan menekan pembentukan fasa  $\delta$ -FeSe. Hasil EDX kelima sampel FeSe ditunjukkan pada Tabel 4.2. Sedangkan pada sampel 5 menunjukkan adanya atom pengotor lain yang muncul yaitu Oksigen (O), Mangan (Mn), dan Krom (Cr) akibat selama proses sintesis terjadi oksidasi pada sampel dan tube Fe melebur ke sampel. Hasil EDX sampel 5 ditunjukkan pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.5.

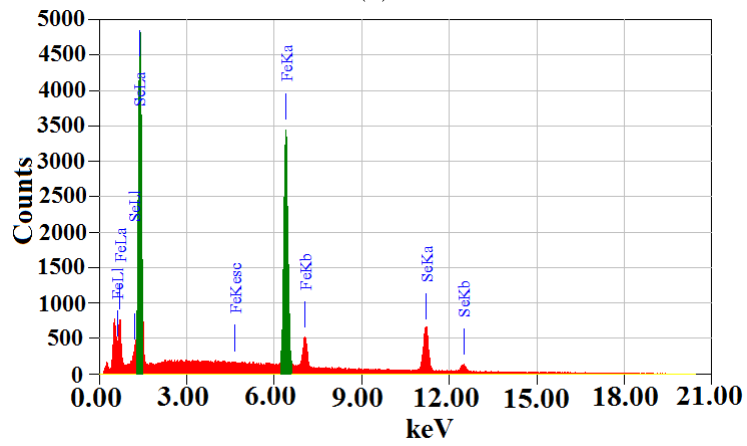
**Tabel 4.2.** Perbandingan persentase atom sampel FeSe sebelum disintesis dan setelah disintesis

No.	Sampel FeSe	Unsur	Persentase atom %	
			Sebelum disintesis	Setelah disintesis
1.	Sampel 1	Fe	50	66,08
		Se	50	33,92
2.	Sampel 2	Fe	50	65,12
		Se	50	34,88
3.	Sampel 3	Fe	50	70,01
		Se	50	29,99
4.	Sampel 4	Fe	50	62,16
		Se	50	37,84
5.	Sampel 5	Fe	50	59,06
		Se	50	21,78
		O	0	15,97
		Mn	0	2,20
		Cr	0	0,98
6.	Sampel 6	Fe	50	68,77
		Se	50	31,23

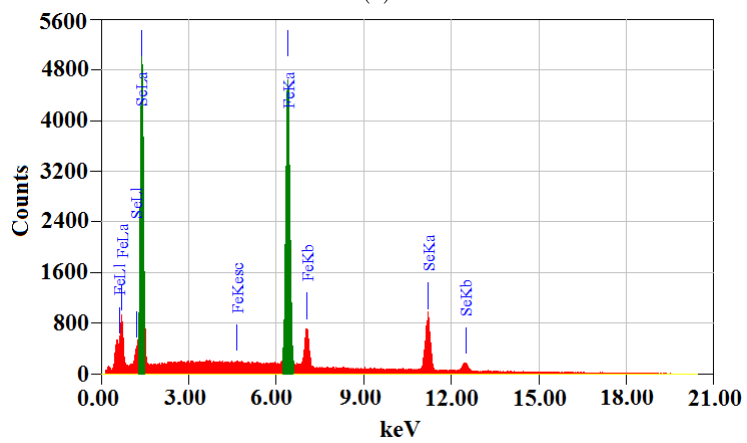




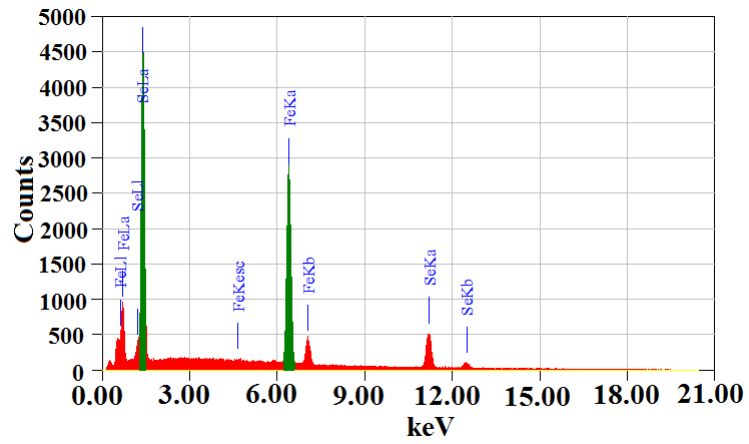
(a)



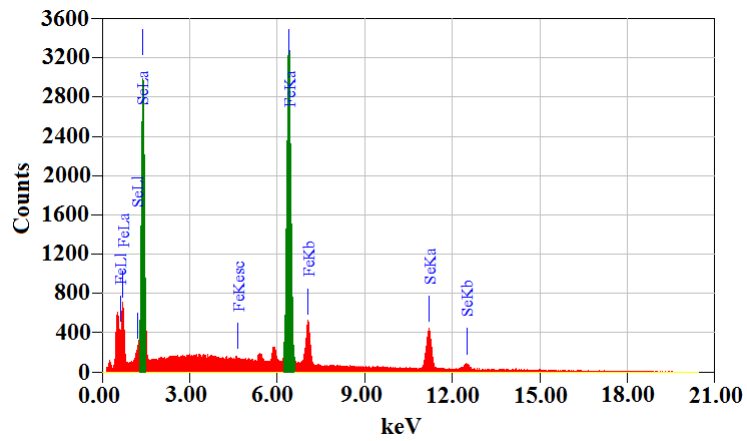
(b)



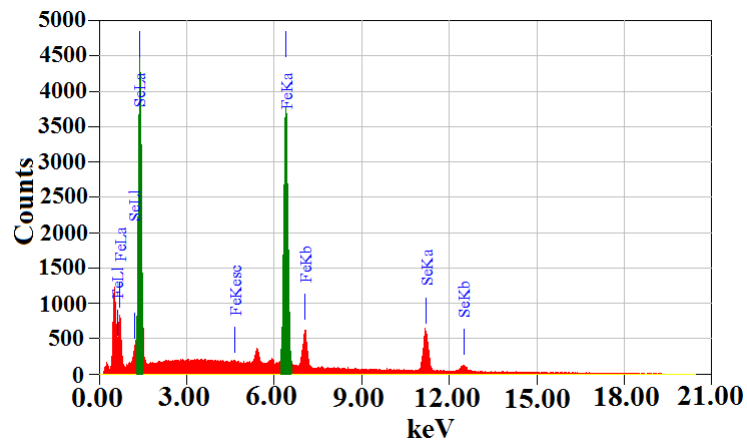
(c)



(d)



(e)



(f)

**Gambar 4.5.** Grafik hasil uji EDX sampel FeSe. Gambar (a) adalah Sampel 1. Gambar (b) adalah Sampel 2. Gambar (c) adalah Sampel 3. Gambar (d) adalah Sampel 4. Gambar (e) adalah Sampel 5. dan Gambar (f) adalah Sampel 6.

## BAB V

### PENUTUP

#### V.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, analisis data dan pembahasan maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Sampel 1, sampel 2, dan sampel 4 menunjukkan superkonduktivitas masing-masing pada temperatur  $\sim 16$  K,  $\sim 17$  K dan  $\sim 13$  K. Sedangkan sampel 3, sampel 5 dan sampel 6 tidak menunjukkan superkonduktivitas.
2. Cepatnya pendinginan sampel FeSe dari suhu tinggi ke suhu kamar menyebabkan komposisi fasa  $\beta$ -FeSe semakin meningkat (17 % dan 18 %). Selain fasa  $\beta$ -FeSe pada sampel terbentuk fasa FeSe<sub>2</sub>, Fe<sub>3</sub>Se<sub>4</sub>,  $\gamma$ -Fe<sub>7</sub>Se<sub>8</sub> dan fasa yang tidak teridentifikasi. Pada sampel FeSe yang proses pendinginannya lebih lambat menyebabkan hilangnya fasa  $\beta$ -FeSe dan memunculkan fasa pengotor seperti fasa  $\delta$ -FeSe, fasa FeSe<sub>2</sub>, fasa Fe<sub>3</sub>Se<sub>4</sub>, serta fasa  $\gamma$ -Fe<sub>7</sub>Se<sub>8</sub>.
3. Morfologi permukaan sampel 1, sampel 2 dan sampel 4 berbentuk kepingan, pipih, saling bertumpuk, bulat dan menggumpal. Sedangkan morfologi permukaan sampel 3, sampel 5 dan sampel 6 berbentuk kepingan, saling bertumpuk, bulat dan menggumpal. Komposisi sampel 1, sampel 2 dan sampel 4 menunjukkan rentang nilai yang dekat antara Fe dan Se yaitu sekitar 30 %. Sedangkan komposisi sampel 3, sampel 5 dan sampel 6 menunjukkan menunjukkan rentang nilai yang jauh antara Fe dan Se yaitu sekitar 40 %.

## V.2 Saran

1. Perlu mengganti tube SS 201 dengan tube SS 304 yang lebih lunak untuk menghindari oksidasi pada sampel.
2. Perlu menambah jumlah BPR dan disesuaikan dengan waktu milling agar menghasilkan sampel campuran yang murni dari mekanisme inter-difusi.
3. Tidak perlu menggunakan suhu penahan dan pendinginan yang lambat atau pendinginan di dalam tungku untuk menghindari sampel yang tidak memiliki superkonduktivitas.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Windartun. 2008. *Superkonduktor*. Bandung: FMIPA UPI.
- [2] Callister, W. D. dan Rethwisch, D. G. 2007. *Materials Science and Engineering: An Introduction 7th ed.* United States of America: John Wiley & Sons, Inc.
- [3] Kamihara, Y., Watanabe, T., Hirano, M., Hosono, H. 2008. Iron-Based Layered Superconductor  $\text{La}[\text{O}_{1-x}\text{F}_x]\text{FeAs}$  ( $x= 0.05\text{-}0.12$ ) with  $T_c$  26 K. *J. Am. Chem. Soc.* **130** 3296-3297.
- [4] Mizuguchi, Y., Tomioka, F., Tsuda, S., Yamaguchi, T., Takano, Y. 2008. Superconductivity At 27 K In Tetragonal FeSe Under High Pressure. *Applied Physics Letters* **93**, 152505.
- [5] Zhang, S., Liu, J., Feng, J., Li, C., Ma, X. 2015. Optimization of FeSe Superconductors with The High-Energy Ball Milling Aided Sintering Process. *Journal of Materiomics* **1** 118-123.
- [6] Suryanarayana, C. 2001. Mechanical Alloying and Milling. *Materials Science* **46** 1-184.
- [7] Li, X., liu, J. X., Zhang, S. N., Cui, L. J., Shi, Z. X. 2016. Fabrication Of  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  Superconducting Wires By An Ex Situ Powder-in-Tube Method. *J Supercond Nov Magn* **29**:1755-1759.
- [8] Imaduddin, A., Siswayanti, B., Pramono, A. W., Sebleku, P., Suryantoro, A., Yudianto, S. D., Hendrik. 2014. Analisa Hambat Jenis Listrik

Pada Kawat Superkonduktor Dengan Memakai Alat Kawat Cryogenic.  
*Tangerang Selatan: P2MM-LIPI.*

- [9] Hsu, F. C., Luo, J. Y., Yeh, K. W., Chen, T. K., Huang, T. W., Wu, P. M., Lee, Y. C., Huang, Y. L., Chu, Y. Y., Yan, D. C., Wu, M. K. 2008. Superconductivity in The PbO-Type Structure  $\alpha$ -FeSe. *Institute of Physics, Academia Sinica, Nankang, Taipei 115, Taiwan.* **105(38)**. 2-3.
- [10] Kordyuk, A. A. 2012. Iron-Based Superconductors: Magnetism, Superconductivity, and Electronic Structure (Review Article). *Low Temp. Phys.* **38**, 888.
- [11] McQueen, T.M., Huang, Q., Ksenofontov, V., Felser, C., Xu, Q., Zandbergen, H., Hor, Y. S., Allred, A., Williams, A. J., Qu, D., Checkelsky, J., Ong, N. P., Cava, R. J. 2009. Extreme Sensitivity of Superconductivity to Stoichiometry in  $\text{Fe}_{1+\delta}\text{Se}$ . *Physical Review B* **79** 014522.
- [12] Ali, A. A., Baumli, P., Mucsi, G. 2015. Mechanical Alloying and Milling. *Hungaria: University of Miskolc.*
- [13] Zhang, S. N., Ma, X. B., Liu, J. X., Feng, J. Q., Li, C. S., Zhang, P. X. 2016. Effect of HEBM Time on The Sintering Process of FeSe Superconductor. *Material Science Forum. ISSN: 1662-9752, Vol. 848, PP 657-663.*
- [14] Skotnicová, K., Kursá, M., Szurman, I. 2014. *Powder Metallurgy*. Ostrava: Technical University of Ostrava.
- [15] PM-School. 2013. *Production of Sintered Components*. Swedia: Höganäs AB Laboratory.

- [16] Campos, C. E. M., Lima, J. C. D., Grandi, T. A., Machado, K. D., Pizani, P. S. 2002. Structural Studies of Iron Seledines Prepared by Mechanical Alloying. *Solid State Communications* **123** 179-184.
- [17] Shen, X. L. 2012. The Synthesis, Structural Characterization and Superconductivity of FeSe<sub>x</sub> with 0.8 < X < 1.20. *J. At. Mol. Sci Vol. 3, No. 1*, PP 89-94.
- [18] Varghese, N., Vinod, K., Syamaprasad, U., Roy, S. B. 2009. Doping Effect of Nano-SiC on Structural and Superconducting Properties of MgB<sub>2</sub> Bulks Prepared by PIST Method in Air. *Journal of Alloys and Compounds* **484** 734-738.
- [19] Pratapa, S. 2009. Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld. Surabaya: Laboratorium Difraksi Sinar-X Jurusan Fisika FMIPA ITS. ISSN : 1411-1098.
- [20] Beck. 1977. *Principles of Scanning Electron Microscopy*. Jepang: Jeol Hightech co. Ltd.
- [21] Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis, dan Sifat-Sifatnya*. Bandung: ITB.
- [22] Zakaria. 2003. *Analisis Kandungan Mineral Magnetik pada Batuan Beku dari Daerah Istimewa Yogyakarta dengan Metode X-Ray Diffraction*. Kendari: FKIP Unhalu.
- [23] Kanungo, S. 2013. *Synthesis and Characterization of Gd Doped BSCCO-2212*. India: National Institute of Technology Rourkela.
- [24] Postek, M. T. *et al.* 1980. *Scanning Electron Microscopy: A Students Handbook*. Ladd Research Ind: Inc. Williston VT.

- [25] Schuetze, A. P., Lewis, W., Brown, C., Geerts, W. J. 2004. A Laboratory on the Four-Point Probe Technique. *Am. J. Phys.* **72** (2).
- [26] Rossiter, P. L. 1987. *The Electrical Resistivity of Metals and Alloys*. Cambridge: Cambridge University Press.



## LAMPIRAN

### Lampiran 1: Massa Fe dan Se yang digunakan

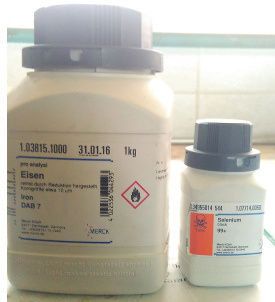
$$\begin{aligned}\text{Massa FeSe} &= (\text{mol} \times \text{Mr}) \text{ Fe} + (\text{mol} \times \text{Mr}) \text{ Se} \\ &= (1 \text{ mol} \times 55,847 \text{ g/mol}) \text{ Fe} + (1 \text{ mol} \times 78,96 \text{ g/mol}) \text{ Se} \\ &= (55,847 \text{ g}) \text{ Fe} + (78,96 \text{ g}) \text{ Se} \\ &= 134,807 \text{ g}\end{aligned}$$

Agar diperoleh massa sampel 1,5 g sebanyak 6 berdasarkan jumlah pemanasan dan pendinginan, maka pengali sampel dijadikan 6,5 untuk menghindari kekurangan tiap-tiap sampel dalam jumlah 1,5 g sehingga massa total sampel yang diinginkan 9,75 g yang dikalkulasikan sebagai berikut:

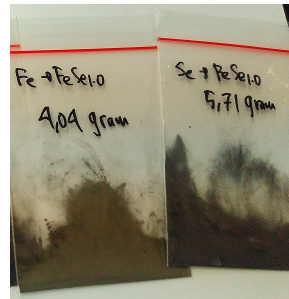
$$\begin{aligned}\text{Massa FeSe (9,75 g)} &= \frac{9,75 \text{ gr}}{134,807 \text{ gr}} (\text{massa Fe} + \text{massa Se}) \\ &= \frac{1}{13,8264} (55,847 \text{ g Fe} + 78,96 \text{ g Se}) \\ &= 4,04 \text{ g Fe} + 5,71 \text{ g Se}\end{aligned}$$

Jadi, untuk sampel FeSe dibutuhkan massa Fe = 4,04 gram dan massa Se = 5,71 gram.

## Lampiran 2: Foto-Foto Kegiatan



**Gambar 1.** Iron dan Selenium



**Gambar 2.** Perbandingan fisik Iron dan Selenium



**Gambar 3.** Preparasi sampel di dalam plastik



**Gambar 4.** Milling menggunakan *Shaker Mill PPF-UG* dengan vial milling di dalamnya



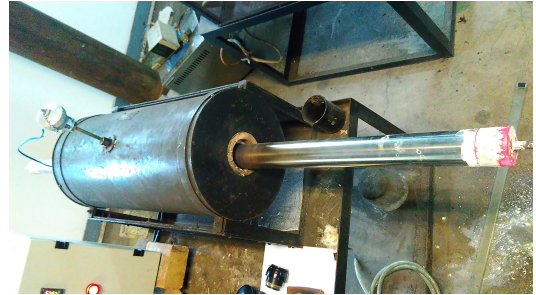
**Gambar 5.** Penimbangan sampel menggunakan *Neraca Ohaus* digital



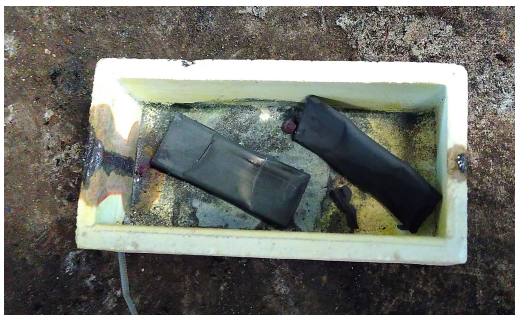
**Gambar 6.** Hasil *powder-in-sealed-tube*



**Gambar 7.** Proses sintering



**Gambar 8.** Pendinginan alami



**Gambar 9.** Pendinginan di udara



**Gambar 10.** Quench Nitrogen



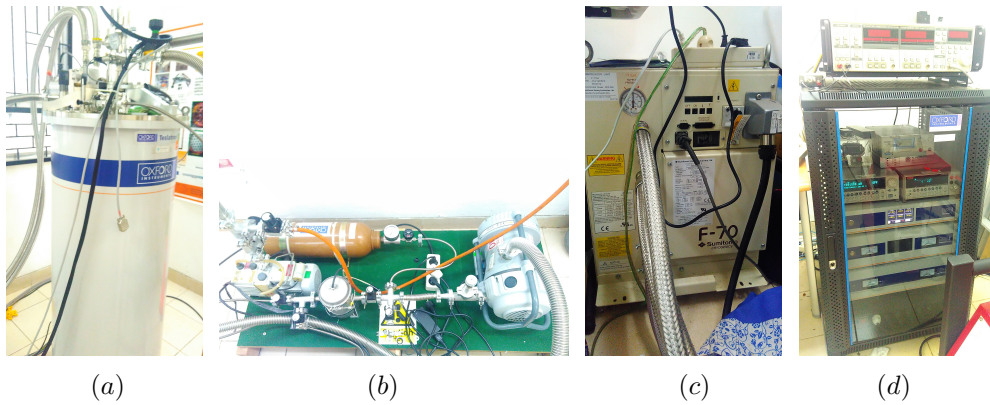
**Gambar 11.** Tube yang telah dibongkar dengan cara mekanik



**Gambar 12.** Cetakan pelet



**Gambar 13.** Sampel dalam bentuk pelet dan *bulk*



**Gambar 14.** Peralatan *Cryogenic Magnet "Cryotron FR"* buatan *Oxford* di P2MM LIPI. Gambar (a) adalah *Cryogenic*. Gambar (b) adalah sistem pompa sirkulasi. Gambar (c) adalah kompresor gas helium. Gambar (d) adalah controller suhu dan medan magnet.



**Gambar 15.** Persiapan sampel di atas Holder *cryogenic* dalam bentuk *bulk*



**Gambar 16.** Perangkat uji SEM  
Laboratorium Karakterisasi P2MM LIPI



**Gambar 17.** Persiapan sampel di atas  
Holder SEM dalam bentuk *bulk*



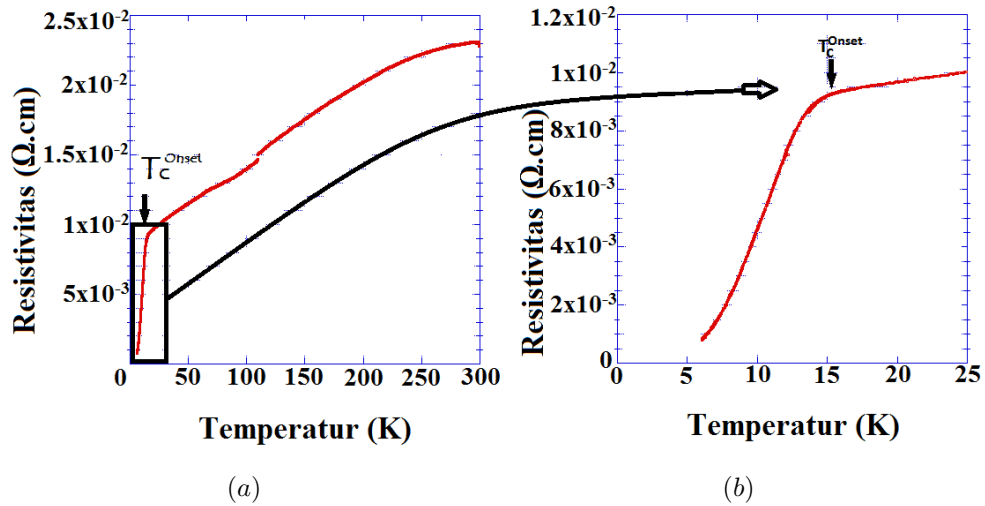
**Gambar 18.** Perangkat XRD  
Laboratorium Material Science  
FMIPA Unhas



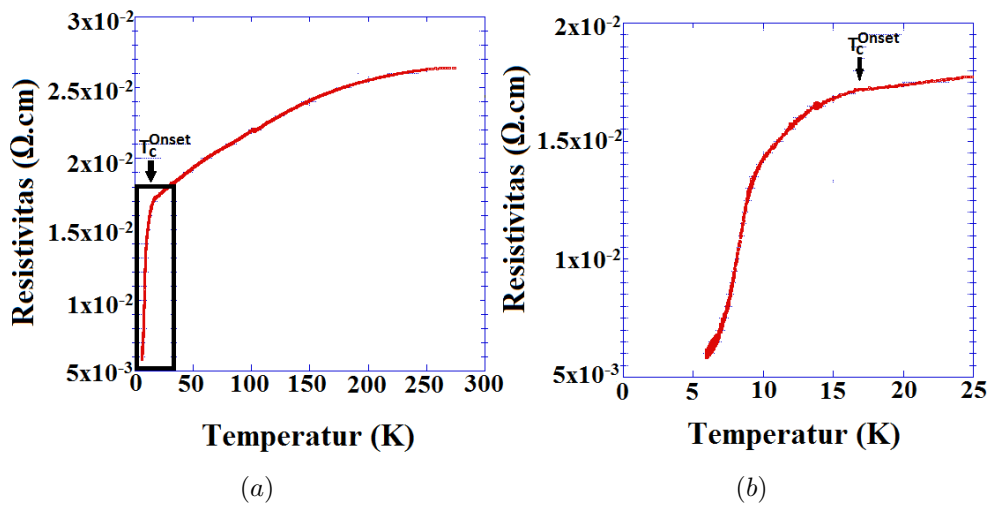
**Gambar 19.** Persiapan sampel di atas  
wadah aluminium XRD dalam bentuk serbuk



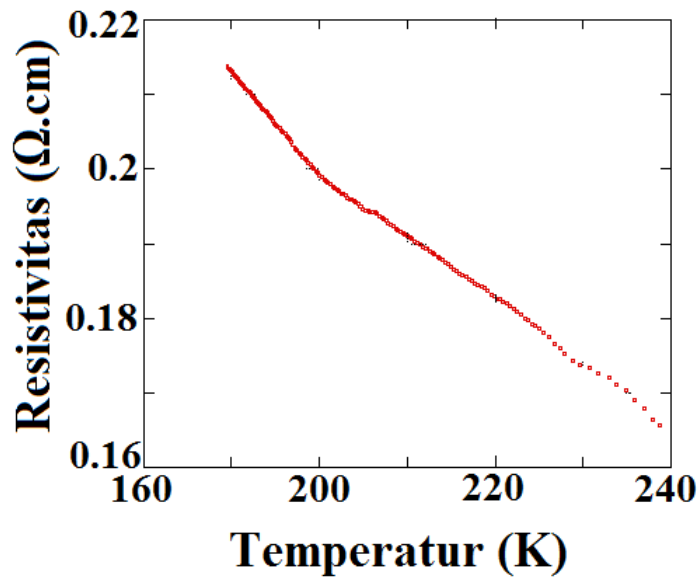
**Lampiran 3: Hasil uji resistivitas terhadap perubahan suhu dengan menggunakan *cryogenic system***



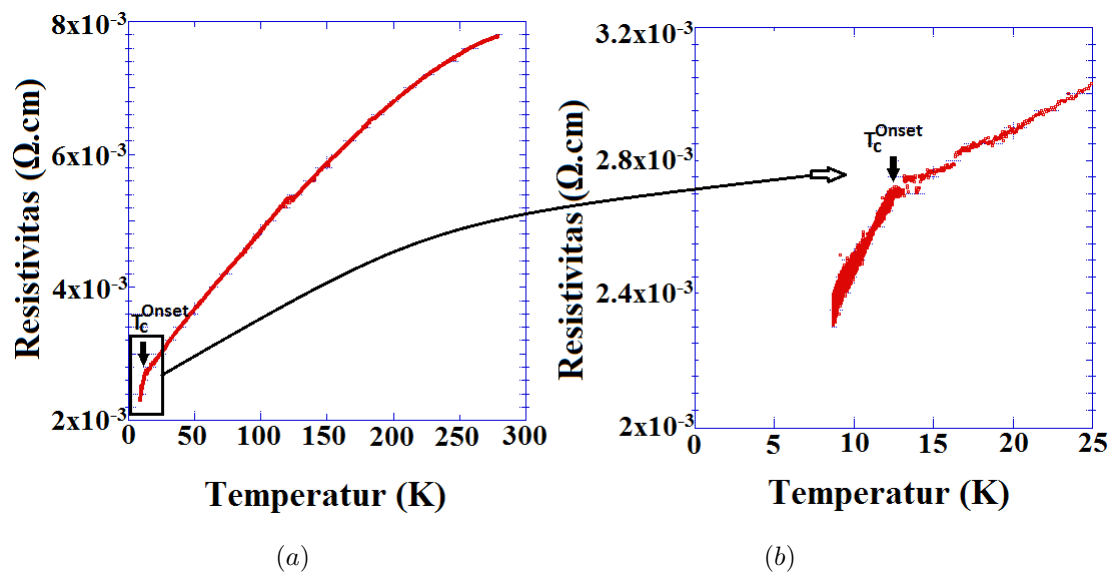
**Gambar 1.** (a) Grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe dengan suhu sintering  $680^\circ\text{C}$  selama 12 jam lalu di *quench*  $\text{N}_2$  cair dan (b) Perbesaran Gambar 1.(a)



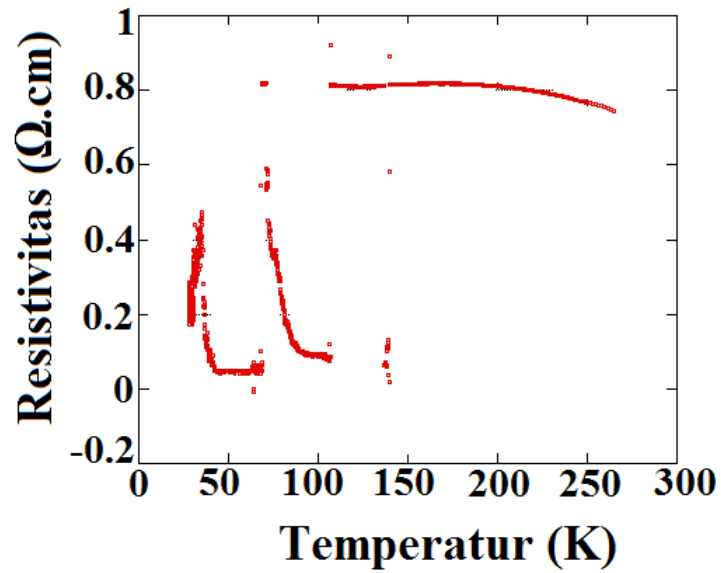
**Gambar 2.** (a) Grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe dengan suhu sintering  $680^\circ\text{C}$  selama 12 jam kemudian diturunkan ke suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 36 jam lalu di *quench*  $\text{N}_2$  cair dan (b) Perbesaran Gambar 2.(a)



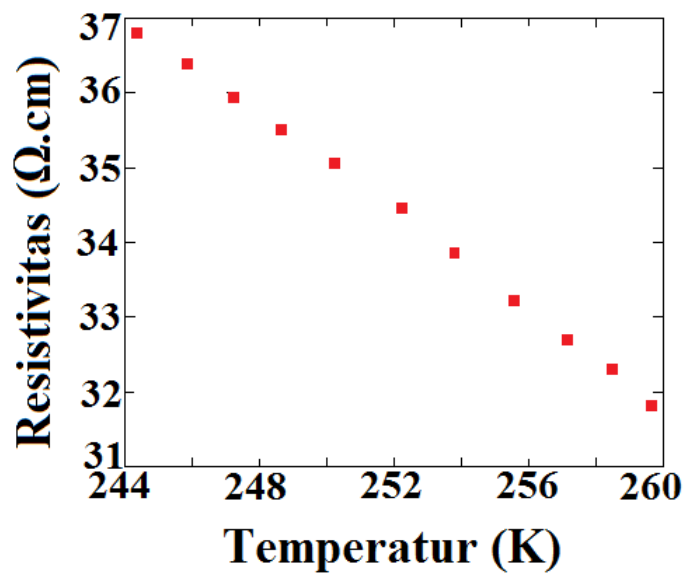
Gambar 3. Grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam lalu pendinginan di udara



Gambar 4. (a) Grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan ke suhu 400 °C selama 36 jam lalu pendinginan di udara dan (b) Perbesaran Gambar 4.(a)



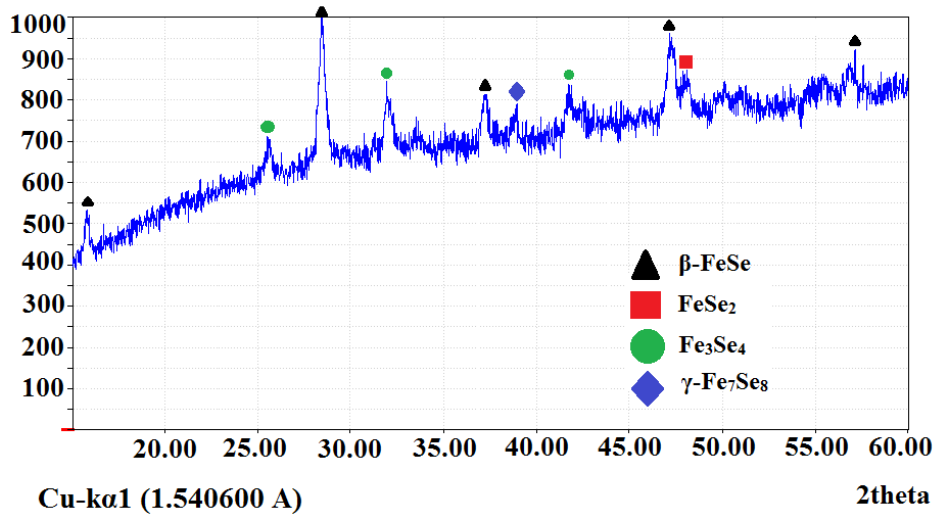
**Gambar 5.** Grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam lalu pendinginan di dalam tungku



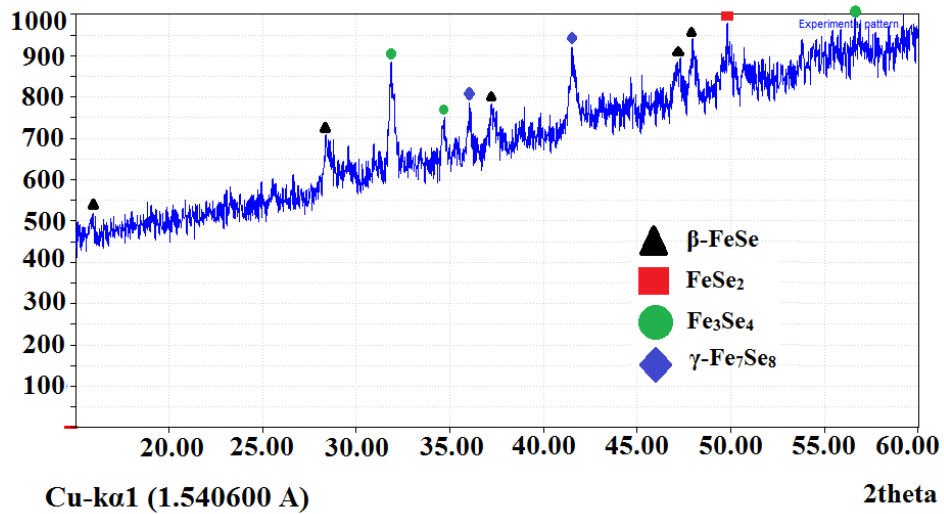
**Gambar 6.** Grafik hubungan resistivitas terhadap perubahan suhu pada sampel FeSe dengan suhu sintering 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan ke suhu 400 °C selama 36 jam lalu pendinginan di dalam tungku



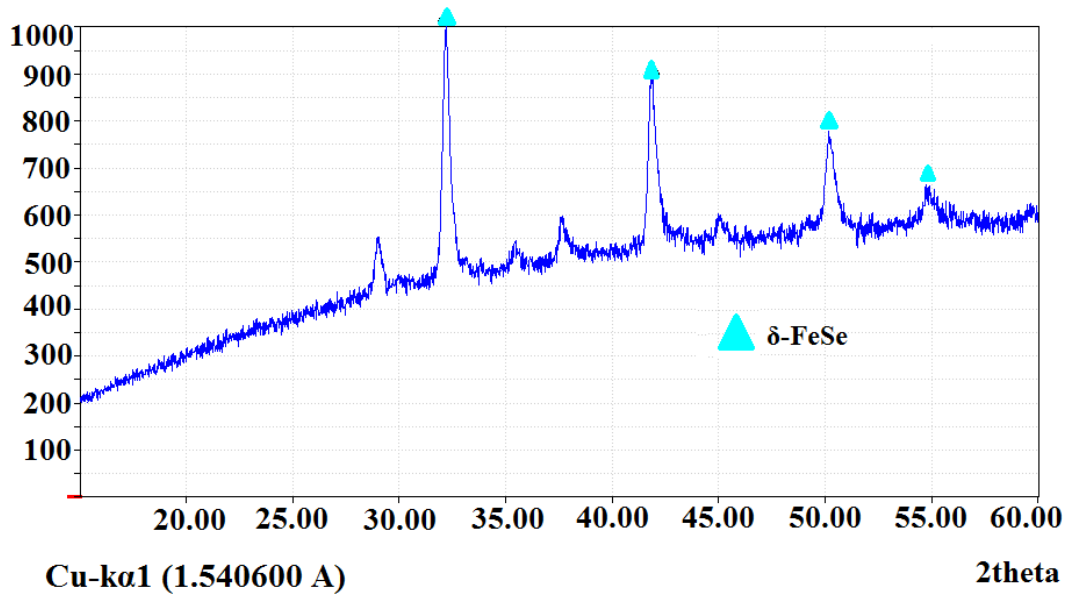
#### Lampiran 4: Hasil uji X-Ray Diffraction



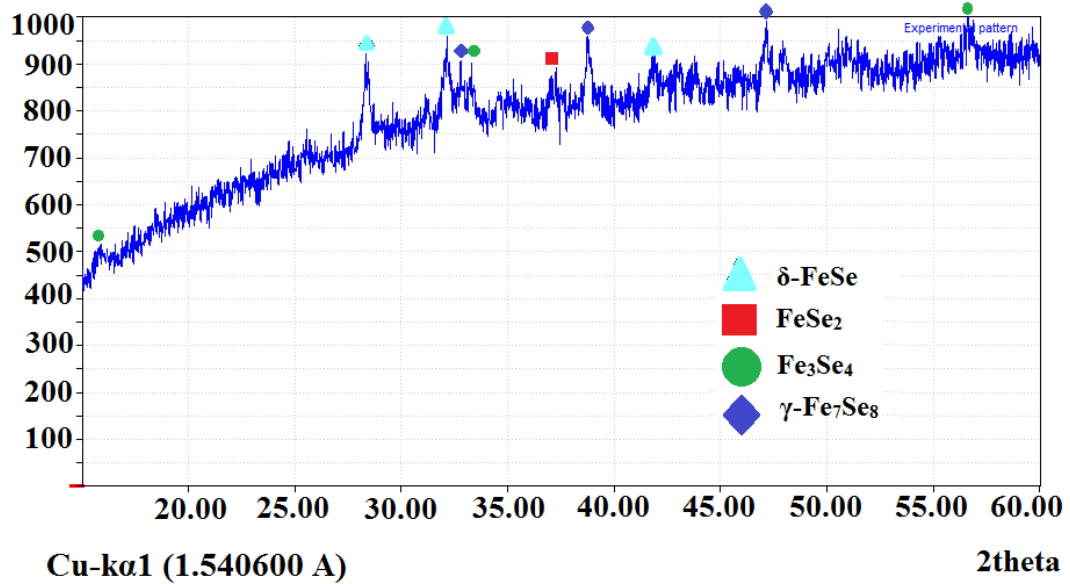
**Gambar 1.** Analisa fasa yang terbentuk pada pola difraksi sampel FeSe dengan sintering 680 °C selama 12 jam lalu di *quench* N<sub>2</sub> cair



**Gambar 2.** Analisa fasa yang terbentuk pada pola difraksi sampel FeSe dengan sintering 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan ke suhu 400 °C selama 36 jam lalu di *quench* N<sub>2</sub> cair



**Gambar 3.** Analisa fasa yang terbentuk pada pola difraksi FeSe disintering pada suhu 680 °C selama 12 jam lalu pendinginan di udara

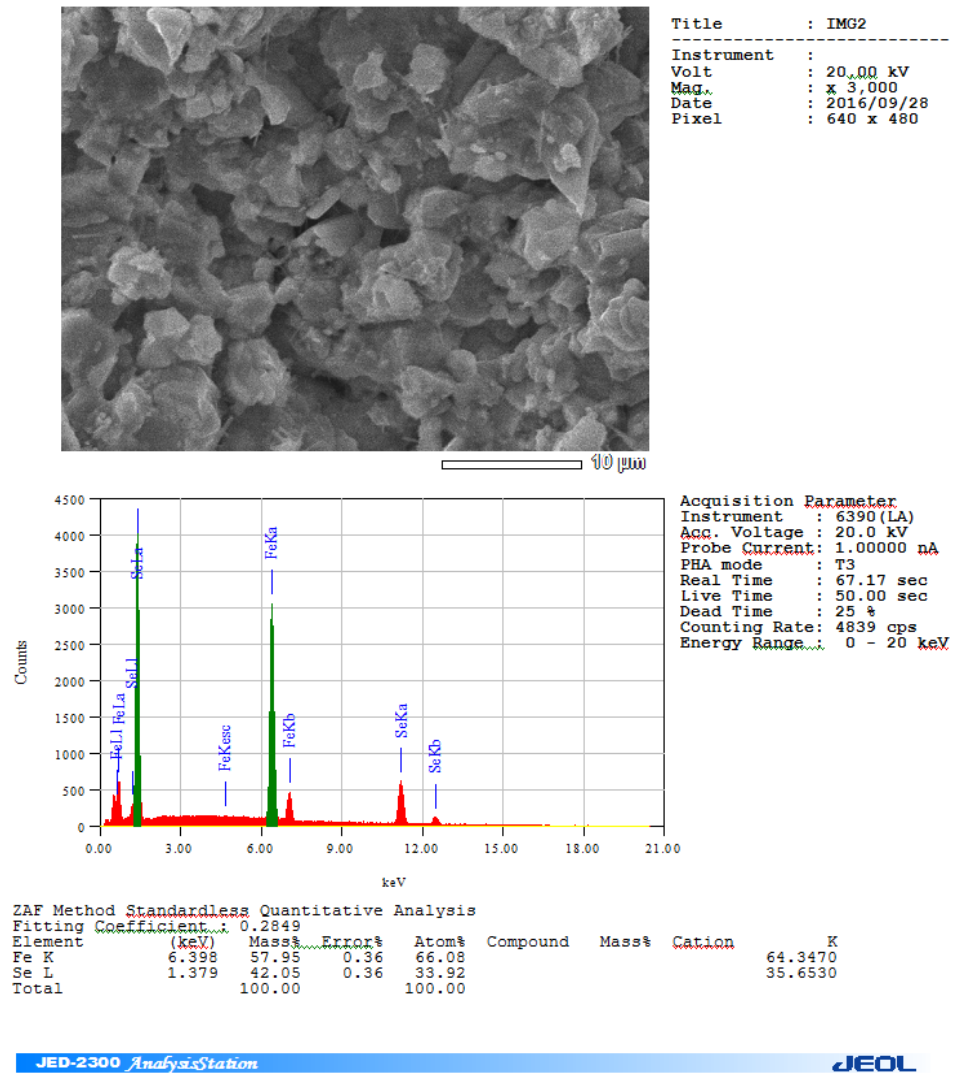


**Gambar 4.** Analisa fasa yang terbentuk pada pola difraksi FeSe disintering pada suhu 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan pada suhu 400 °C selama 36 jam lalu pendinginan di udara

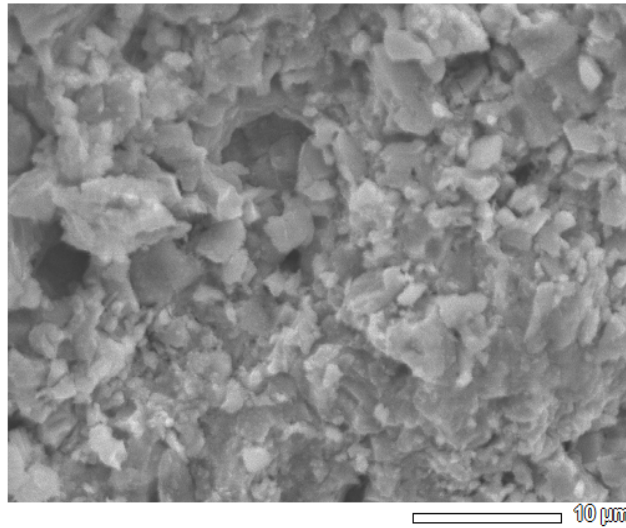
Lampiran 5: Hasil uji *Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-ray*

View000

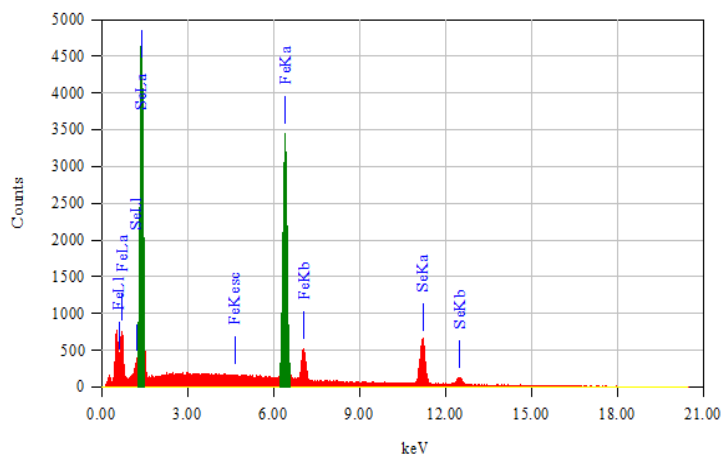
1/1



Gambar 1. Morfologi sampel FeSe yang disintering pada suhu 680 °C selama 12 jam lalu di *quench* N<sub>2</sub> cair



Title : IMG2  
 Instrument :  
 Volt : 20.00 kV  
 Mag. : x 3,000  
 Date : 2016/09/28  
 Pixel : 1280 x 960



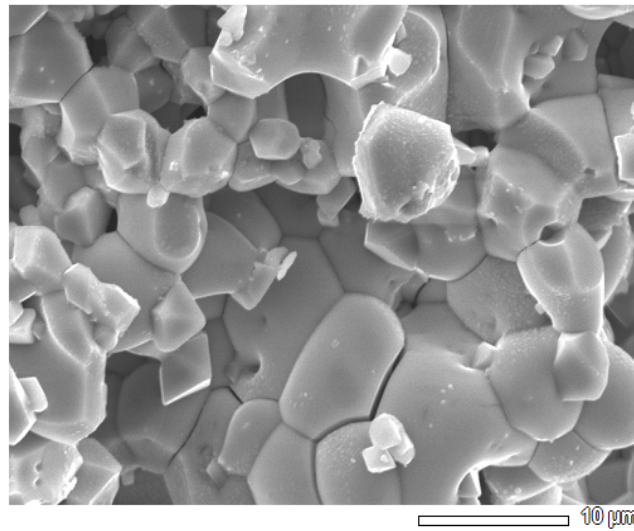
Acquisition Parameter  
 Instrument : 6390 (LA)  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current : 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 68.64 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 27 %  
 Counting Rate : 5872 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

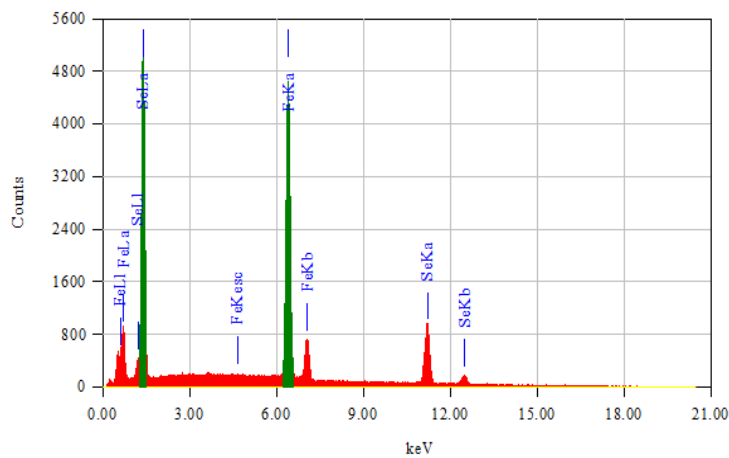
Fitting Coefficient : 0.2984

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Fe K	6.398	56.90	0.39	65.12				63.1665
Se L	1.379	43.10	0.39	34.88				36.8335
Total		100.00		100.00				

**Gambar 2.** Morfologi sampel FeSe yang disintering pada suhu 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan pada suhu 400 °C selama 36 jam lalu di *quench* N<sub>2</sub> cair



Title : IMG2  
 Instrument :  
 Volt : 20.00 kV  
 Mag. : x 3,000  
 Date : 2016/09/28  
 Pixel : 1280 x 960

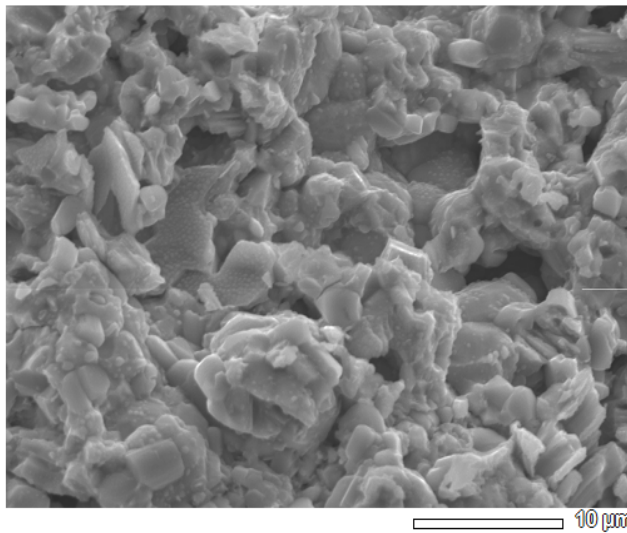


Acquisition Parameter  
 Instrument : 6390 (IA)  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 72.80 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 31 %  
 Counting Rate: 6995 cps  
 Energy Range...: 0 - 20 keV

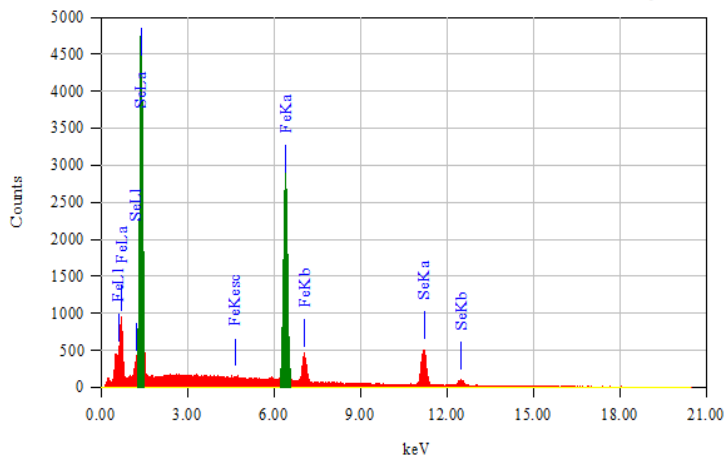
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient...: 0.2661  

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Fe K	6.398	62.28	0.34	70.01				69.1169
Se L	1.379	37.72	0.35	29.99				30.8831
Total		100.00		100.00				

Gambar 3. Morfologi sampel FeSe yang disintering pada suhu 680 °C selama 12 jam lalu pendinginan di udara



Title : IMG2  
 Instrument :  
 Volt : 20.00 kV  
 Mag. : x 3,000  
 Date : 2016/09/28  
 Pixel : 1280 x 960



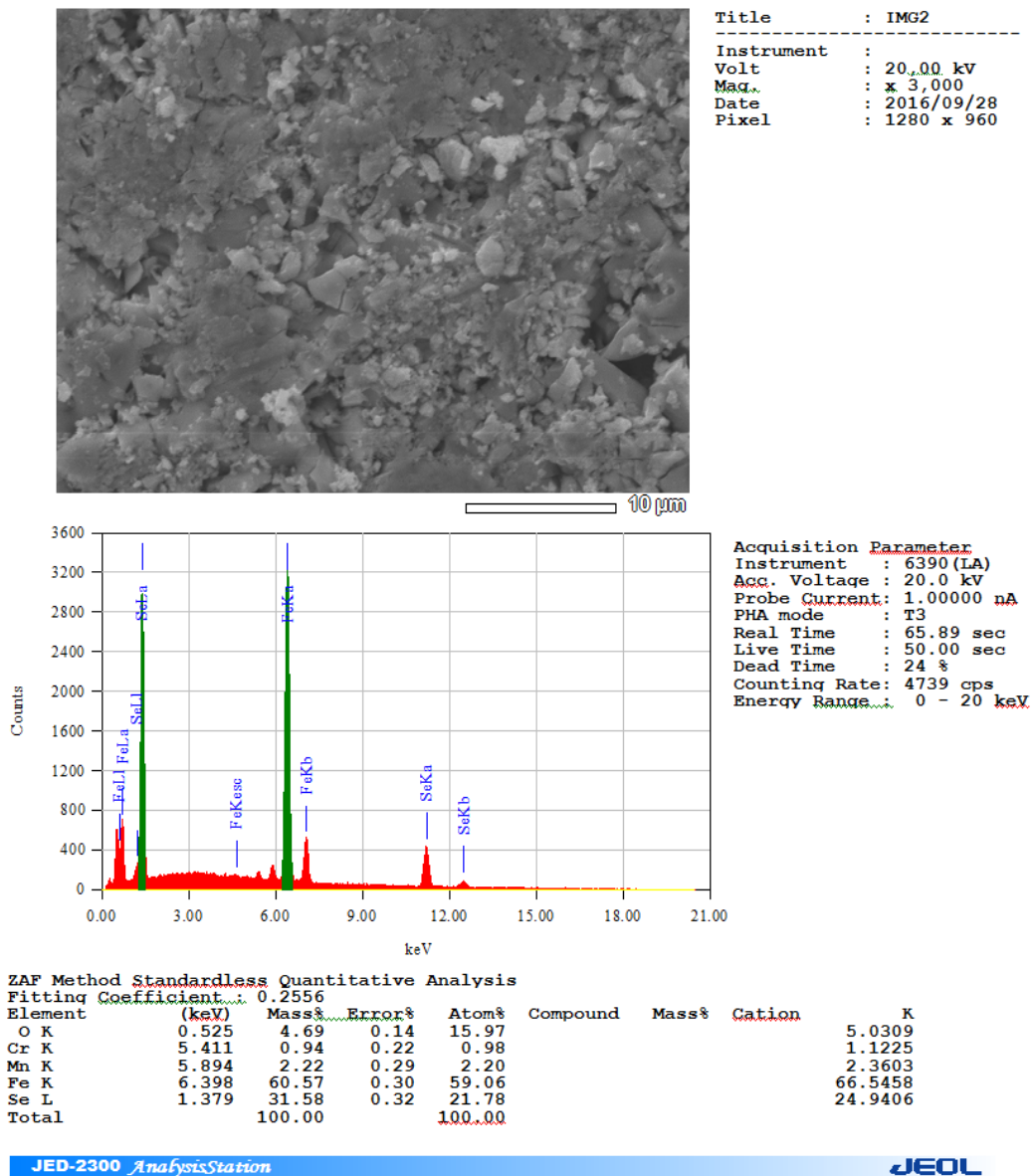
Acquisition Parameter  
 Instrument : 6390 (LA)  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current : 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 65.58 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 23 %  
 Counting Rate : 5139 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

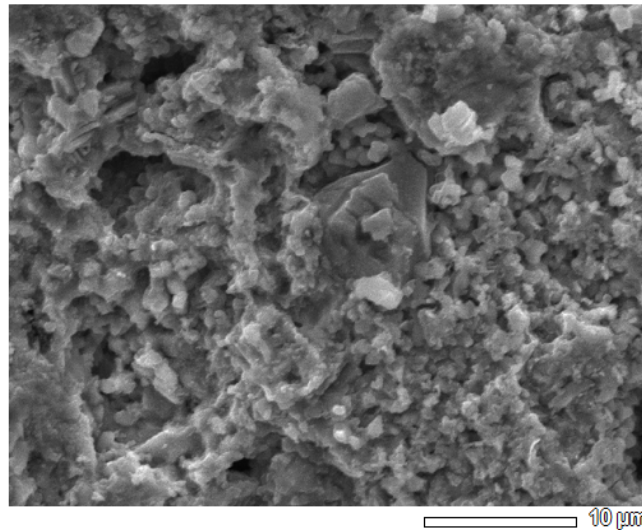
Fitting Coefficient : 0.2948

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Fe K	6.398	53.74	0.39	62.16				59.5275
Se L	1.379	46.26	0.38	37.84				40.4725
Total		100.00		100.00				

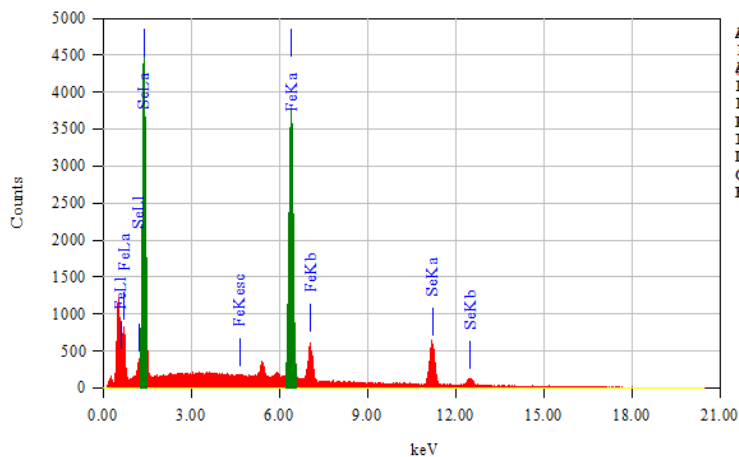
**Gambar 4.** Morfologi sampel FeSe yang disintering pada suhu 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan pada suhu 400 °C selama 36 jam lalu pendinginan di udara



**Gambar 5.** Morfologi sampel FeSe yang disintering pada suhu 680 °C selama 12 jam lalu pendinginan di dalam tungku



Title : IMG2  
 Instrument :  
 Volt : 20.00 kV  
 Mag. : x 3,000  
 Date : 2016/09/28  
 Pixel : 640 x 480



Acquisition Parameter  
 Instrument : 6390 (IA)  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current : 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 71.77 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 30 %  
 Counting Rate : 6166 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient : 0.3230  

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
Fe K	6.398	60.90	0.41	68.77				67.6216
Se L	1.379	39.10	0.43	31.23				32.3784
Total		100.00		100.00				

**Gambar 6.** Morfologi sampel FeSe yang disintering pada suhu 680 °C selama 12 jam kemudian diturunkan pada suhu 400 °C selama 36 jam lalu pendinginan di dalam tungku