

# Pengukuran Resistivitas Bahan Organik Superkonduktor $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$ dengan Metode *Four Point Probe*

Enang Saepuloh<sup>1)\*</sup>, Riza Iskandar<sup>1)</sup>, Fandi Angga Prasetya<sup>2)</sup>, Gelys Annisa Nindry<sup>3)</sup>, Hiromi Taniguchi<sup>4)</sup>

<sup>1)</sup>Jurusan Fisika, FMIPA Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Bandung-Sumedang KM. 21 Jatinangor

<sup>2)</sup>Jurusan Fisika, FMIPA ITS, Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

<sup>3)</sup>Jurusan Fisika, FMIPA Universitas Udayana, Jl. Kampus Bukit Jimbaran Bali

<sup>4)</sup>Departement of Physics, Faculty of Sciences Saitama University, Shimo-Okubo 255, Saitama 338-8570

\*prianang33@yahoo.com

**Abstrak** – Telah dilakukan pembuatan kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  dengan proses elektro sintesis kimia selama 8 hari. Proses elektrolisis ini dilakukan di dalam incubator dengan arus 1.5  $\mu$ A. Kristal yang dihasilkan berwarna hitam memanjang  $15 \times 10^{-2}$  mm. Kristal ini bersifat bahan organik metal dimana BEDT-TTF sebagai kation dan ICl $_2$  sebagai anion. Selanjutnya kristal ini dilakukan pengukuran resistivitas dengan menggunakan metode four point probe. Metode ini menggunakan kawat emas (Au) sebagai probe, dua probe sebagai sumber arus dan 2 probe lainnya sebagai pengukur beda potensial. Hasil karakterisasi menunjukkan penambahan resistivitas sesuai dengan penurunan temperatur. Hal ini dikibatkan pengaruh dari  $\beta'$ , sehingga kristal ini memiliki bentuk satu dimensi. Oleh sebab itu kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  ini bersifat antiferromagnetik insulator (Mott Insulator).

**Kata kunci:**  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$ , elektro sintesis kimia, four point probe, resistivitas

**Abstract** – Synthesis of Crystal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  has been done by electrochemical process for 8 days. The electrochemical process was done in an incubator with giving current of 1.5  $\mu$ A. The resulting of crystal is elongated black by size  $15 \times 10^{-2}$  mm. This crystal has organic metal properties where BEDT-TTF as cations and ICl $_2$  as anions. Furthermore, it was characterized resistivity measurement with four point probe method. This method use gold wire (AU) as probe. Two probe as current source and the other as a measure of potential different. Characterization results indicate the addition of resistivity as temperature decrease. In this case is caused by influence of  $\beta'$ . So that, it has 1 dimension form. Therefore, this crystal of  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  has antiferromagnetic insulator properties (Mott Insulator).

**Key words:**  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$ , electrochemical process, four point probe method, resistivity

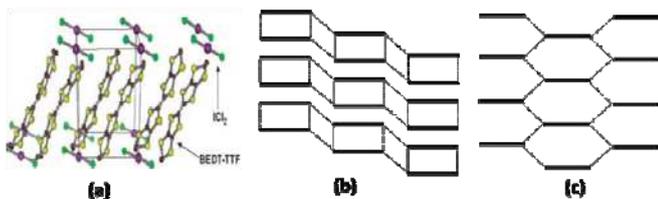
## I. PENDAHULUAN

Superkonduktivitas adalah sebuah fenomena yang dapat ditemui pada beberapa bahan yang memiliki resistivitas nol ketika didinginkan pada suhu tertentu yang disebut dengan temperatur kritis ( $T_c$ ) [6]. Jika temperatur berada diatas temperatur kritis, maka bahan berada dalam keadaan normal seperti bahan logam lainnya. Sejak ditemukannya fenomena superkonduktivitas oleh H. K. Onnes (1911), perkembangan penemuan bahan superkonduktor meningkat dari tahun ketahun. Dimulai dari superkonduktor yang berbasis anorganik yang saat ini mempunyai suhu kritis ( $T_c$ ) mencapai 150 K [2]. Penelitian superkonduktor tidak hanya difokuskan pada bahan anorganik tetapi juga pada bahan organik. Bahan organik superkonduktor yang pertama kali berhasil ditemukan adalah *organic salt* (TMTSF) $_2$ PF $_6$  (TMTSF=tetramethyl-tetraselenafulvalene). Superkonduktor ini merupakan kelompok (TMTSF) $_2$ X [4] dengan  $T_c$  0.9 K pada tekanan 12 Kbar [2].

Bahan lainnya adalah (BEDT-TTF) $_2$ X (BEDT-TTF=bisethylenedithio-tetrafulvalene) [4], dimana BEDT-TTF sebagai basis dan X sebagai anion yang dipadukan membentuk lembaran quasi 2-D [1]. Pada berbagai tipe kristal, secara alamiah memperlihatkan anisotropi sifat konduktivitas dan superkonduktivitas [5].

Pada penelitian ini, kami berhasil membuat kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  dengan metode elektro kimia, struktur kristal ditunjukkan pada gambar 1. Pada temperatur 14.2 K, kristal ini mempunyai sifat superkonduktivitas [3]. Pertumbuhan kristalnya sangat bergantung pada temperatur, arus yang dilewatkan, waktu pemberian arus, dan konsentrasi elektrolit dari larutan itu sendiri [7].

Hal yang sangat penting dari fenomena superkonduktor adalah resistivitas pada temperatur tertentu. Sehingga untuk mengetahui kebergantungan resistivitas bahan superkonduktor terhadap temperatur, kami melakukan pengukuran resistivitas dengan menggunakan metode *four point probe* pada kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$ . Teknik ini menggunakan empat *probe*, dua *probe* digunakan sebagai sumber arus dan dua *probe* lainnya untuk pengukuran beda potensial. *Probe* diletakan di tengah bahan yang tidak diketahui nilai resistansinya [8]. Sedangkan untuk mengukur temperatur menggunakan termokopel yang dihubungkan dengan *probe*.



Gambar 1. (a) Struktur kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF)<sub>2</sub>ICl<sub>2</sub> [3], (b) tipe- $\beta'$ , (c) tipe- $\beta$

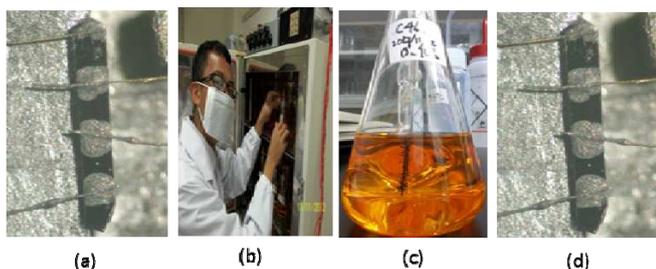
II. EKSPERIMEM

A. Pembuatan Kristal

Berdasarkan standar penelitian yang dilakukan di laboratorium Prof. Taniguchi, kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF)<sub>2</sub>ICl<sub>2</sub> dibuat dalam bentuk *single* kristal, campuran dari bahan BEDT-TTF dan (n-Bu)<sub>4</sub>NICl<sub>4</sub> dengan pelarut THF (tetrahydrofuran). Proses ini melalui persamaan reaksi



Supaya bahan tercampur dengan sempurna dilakukan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 24 jam yang dibungkus dengan aluminium foil. Kemudian dilakukan preparasi sampel kedalam dua sel elektrolisis dengan menaruh dua elektroda platina elektroda, seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.a. Selanjutnya, sel elektrolisis disimpan di dalam *incubator* selama 8 hari dengan diberikan tegangan konstan sebesar 20.2 mV, arus 1.5  $\mu\text{A}$  dan hambatan 10 k $\Omega$ , ditunjukkan pada gambar 2.b.



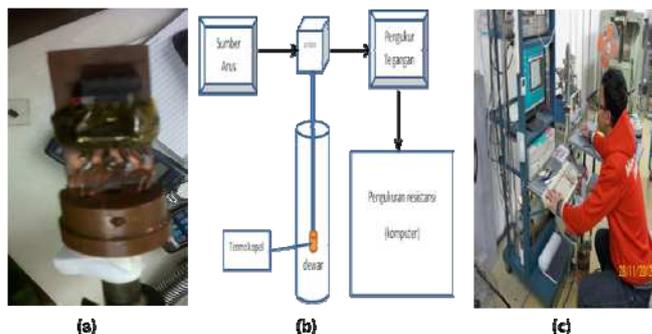
Gambar 2. (a) Proses elektrosintesis kimia kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF)<sub>2</sub>ICl<sub>2</sub> (b) Sampel yang disimpan dalam incubator (c) Kristal tumbuh setelah kurang lebih 7 hari (d) Pemasangan kawat Au pada kristal

Gambar 2.c. adalah kristal yang sudah tumbuh yang selanjutnya dilakukan penyaringan dan pencucian dengan menggunakan diethyl ether. Kristal yang sudah kering diletakkan kawat Au dengan diameter 25  $\mu\text{m}$  dan dihubungkan dengan *probe* menggunakan perekat karbon pasta. Supaya diketahui letak kawat dan ukuran geometri kristal dilakukan foto dengan menggunakan mikroskop cahaya pembesaran 1000 kali, Gambar 2.d.

B. Proses Karakterisasi

Proses karakterisasi kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF)<sub>2</sub>ICl<sub>2</sub> pada *four point probe* dengan memberikan nitrogen cair pada dewar secara konstan setiap penurunan 1 K setiap menitnya.

Kristal yang diletakkan pada *probe* gambar 3.a. dipasangkan pada tabung dewar, gambar 3.b., dalam kondisi tertutup rapat supaya terjadi proses adiabatik.

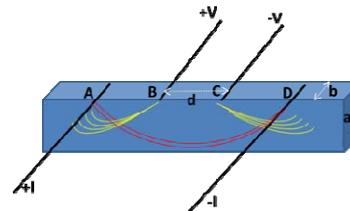


Gambar 3. (a) Kristal yang terpasang pada probe (b) dewar (c) pengoperasian software pengatur parameter

Pengaturan parameter fisis dilakukan dengan menggunakan software, Parameter yang diatur yaitu arus sekitar 1.0  $\mu\text{A}$  dan rentang temperatur dari 300 K sampai titik didih nitrogen cair 77 K, gambar 3.c.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses pembuatan kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF)<sub>2</sub>ICl<sub>2</sub> menghasilkan kristal organik berbasis BEDT-TTF dan anion ICl<sub>2</sub><sup>-</sup> yang memberikan tipe  $\beta'$  pada strukturnya, gambar 1.b. Kristal yang dihasilkan berwarna hitung memanjang dengan rata-rata panjang  $15 \times 10^{-2}$  m. Bentuk geometri kristal sangat bergantung pada pemberian arus secara konstan ketika proses elektrosintesisnya. Dengan adanya arus pada larutan elektrolit tersebut maka proses ionisasi terjadi, sehingga kristal tumbuh pada anoda.



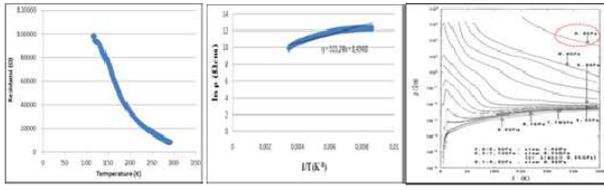
Gambar 4. Four point probe method

Resistivitas diukur dengan metode *four point probe*. Dalam metode ini, arus mengalir pada dua *probe* ujung sisi kristal. Arus yang diinjeksikan (titik A dan D) ini menghasilkan daerah ekuipotensial di dalam kristal. Sehingga dua *probe* yang berada di tengah sebagai pengukur beda potensial antara titik B dan C, yang ditunjukkan pada gambar 4. Dengan mengasumsikan bahwa kristal adalah seragam dan permukaan datar, maka nilai resistivitas bisa dihitung dengan persamaan (1), dimana  $\rho$  adalah resistivitas,  $R$  adalah resistansi bahan pada setiap penurunan temperatur,  $a$  adalah tebal kristal,  $b$  lebar kristal, dan  $d$  adalah jarak daerah beda potensial kristal (B dan C).

$$\rho = R \frac{ab^2}{d} \quad (1)$$

Dari hasil pengukuran ini diperoleh data hubungan resistansi disetiap daerah kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF)<sub>2</sub>ICl<sub>2</sub> terhadap penurunan temperatur. Gambar 5.a. menunjukkan besar resistansi berbanding terbalik dengan penurunan temperatur. Nilai resistansi meningkat seiring penurunan temperatur, pada temperatur 100 K dan pengukuran

dihentikan, karena nilai resistansi menunjukkan harga tetap. Sebelum temperatur mencapai 180 K resistansi sudah mencapai 40.000  $\Omega$ , sementara percobaan sebelumnya yang dilakukan oleh Nadya, resistansi mencapai 45.000  $\Omega$ . Karena proses elektrosintesis yang kami lakukan lebih lama 2 hari dari percobaan sebelumnya dan pemberian arus lebih kecil 1.5  $\mu$ A dari 2  $\mu$ A.



Gambar 5. (a) Resistansi kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  terhadap penurunan temperatur (b) grafik  $\ln \rho$  terhadap  $1/T$  pada kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  (c) Grafik resistivitas untuk kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  terhadap perubahan temperatur dengan variasi tekanan yang diberikan [3].

Gambar 5.b. merupakan hasil konversi ke bentuk fungsi logaritmik yang dibandingkan dengan percobaan Taniguchi pada tekanan 0 GPa (gambar 5.c). Respon resistivitas yang diberikan kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  adalah menurun. Peristiwa ini disebabkan karena anion ICl $_2$  memiliki tipe kristal  $\beta'$  berada pada posisi miring, gambar 1.b. Berbeda dengan tipe  $\beta$ , gambar 1.c, anionnya berada dalam posisi horisontal, menyebabkan molekul BEDT-TTF yang ujungnya terhubung dengan anion mengalami kemiringan juga. Hal ini menimbulkan perubahan struktur konduksi molekul BEDT-TTF menjadi 1-D dan bersifat insulator. Karena  $\beta'$  memiliki dimerisasi yang kuat, maka sifat insulator ini terjadi. Selain itu, pengaruh kalkulasi transfer muatan intermolekular yang mengakibatkan adanya tolakan antar elektron, peristiwa ini disebut dengan *Mott Insulator*. Seperti halnya percobaan yang pernah dilakukan Taniguchi bahwa struktur spinnya mengalami fasa antiferromagnetik ketika temperatur berada pada 22 K. Sifat konduktivitas pada kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  dengan anion ICl $_2$  berada pada tekanan 9 GPa.

#### IV. KESIMPULAN

Telah berhasil dibuat kristal organik  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  dengan metode elektrosintesis kimia, dengan pemberian arus 1.5  $\mu$ A selama 8 hari. Kristal yang dihasilkan berwarna hitam memanjang  $15 \times 10^{-3}$  mm. Pengukuran resistivitas dilakukan dengan metode four point probe dengan respon resistivitas bertambah sehingga kristal  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$  adalah bersifat sebagai antiferromagnetik insulator (Mott Insulator).

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dibiayai oleh Student Exchange Kanryu Program di Laboratorim Prof. Taniguchi Saitama University Jepang. Para penulis mengucapkan terimakasih kepada Prof. Taniguchi sebagai pembimbing eksperimen, staf akademik Saitama University, Dr. Risdiana sebagai pembimbing, dan teman-teman lab Prof. Taniguchi.

#### PUSTAKA

- [1] N. Nocker and J. Fink, *Investigation of  $\alpha$ - and  $\beta$ -(BEDT-TTF) $_2$ I $_3$  by Electron Energy-Loss Spectroscopy*, *Physica B*, 1986, pp. 482-484.
- [2] Suzuki, Yamochi and Sasaki, *Bis(ethylenedithio)-tetraiafulvalene*, *Phys Rev.*, 1989, PP. 3108-3109.
- [3] H. Taniguchi, et al., *Superconductivity at 14.2 K in Layered Organics Under Extreme Pressure*, *Journal of the Physical Society of Japan*, Vol. 72, 2003, PP. 468-471.
- [4] H. Kobayashi and H. Cui, *Organic Metals and Superconductors Based on BETS (BETS=Bis(ethylenedithio)tetraselenafulvalene.)*, *Chem. Rev*, 2004, Vol. 104, PP. 5265-5288.
- [5] N. Doiron, P. Auban, S. rene, K. Bechgaard, D. Jerome and L. Taillefer, *Towards a Consistent Picture for Quasi-1D Organic Superconductors*, *Physica B*, 2010, Vol. 405, PP. 265-268.
- [6] N. Plakida, *High Temperature Cuprate Superconductors*, Springer, 2010.
- [7] N. L. Kartika, *Pembuatan dan karakteristik Bahan Organik Superkonduktor  $\beta$ -(BEDT-TTF) $_2$ I $_3$  dan  $\beta'$ -(BEDT-TTF) $_2$ ICl $_2$* , Sarja Skripsi, Universitas Padjadjaran, Jatinangor, 2012.
- [8] Keithley, *Four-Probe Resistivity and Hall Voltage Measurements Applications Note Series, 2475, 2011 with the Model 4200-SCS*, 2011, Website: <http://www.keithley.com/data?asset=15222>, diakses tanggal 22 Januari 2013

