

**EKSPLORASI METODE LELEHAN GARAM DALAM SINTESIS  
SENYAWA  $\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  YANG DIDOPING  $\text{Ba}^{2+}$  DAN  $\text{La}^{3+}$  UNTUK  
MATERIAL ELEKTROKALORIK**

**SKRIPSI SARJANA KIMIA**

**Oleh**  
**NURUL PRATIWI**  
**NIM = 1810412036**



**Dosen Pembimbing I : Prof. Dr. Zulhadjri, M.Eng**  
**Dosen Pembimbing II : Dr. Upita Septiani, M.Si**

**PROGRAM SARJANA**  
**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS ANDALAS**  
**PADANG**  
**2022**

## INTISARI

### EKSPLORASI METODE LELEHAN GARAM DALAM SINTESIS SENYAWA $\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ YANG DIDOPING $\text{Ba}^{2+}$ DAN $\text{La}^{3+}$ UNTUK MATERIAL ELEKTROKALORIK

Oleh:

Nurul Pratiwi (BP : 1810412036)  
Prof. Dr. Zulhadjri, M.Eng, Dr. Upita Septiani, M.Si

$\text{SrBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  (SBN) merupakan senyawa Aurivillius lapis dua, tersusun atas dua lapis perovskit  $[\text{SrNbO}_7]^{2-}$  yang diapit oleh lapis bismut  $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}$  sepanjang sumbu c. Senyawa SBN telah menarik perhatian dalam beberapa tahun terakhir sebagai material yang menjanjikan dalam perangkat elektronik khususnya material elektrokalorik karena memiliki nilai konstanta dielektrik yang tinggi serta daya tahan kelelahan yang besar. Namun, tingginya suhu Curie ( $T_c$ ) membuat senyawa SBN kurang menarik untuk diaplikasikan sebagai material elektrokalorik. Eksplorasi senyawa SBN dalam upaya penurunan suhu  $T_c$  serta peningkatan sifat dielektrik dapat dilakukan dengan pendopingan unsur tanah jarang ( $\text{Ln}^{3+}$ ) ke dalam lapis bismut menggunakan metode lelehan garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ - $\text{K}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{NaCl}$ - $\text{KCl}$ . Pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa sintesis senyawa SBN yang didoping  $\text{Ba}^{2+}$  dan  $\text{La}^{3+}$  menggunakan garam  $\text{NaCl}$ - $\text{KCl}$  menghasilkan senyawa Aurivillius berfasa tunggal, sedangkan penggunaan garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ - $\text{K}_2\text{SO}_4$  menghasilkan senyawa Aurivillius yang bercampur dengan fasa lain. Analisis lanjutan terhadap pola difraksi sinar-X dilakukan menggunakan aplikasi Rietica, didapatkan bahwa senyawa SBN yang didoping  $\text{Ba}^{2+}$  dan  $\text{La}^{3+}$  memiliki sistem kristal ortorombik dengan grup ruang  $A21am$ . Hasil SEM (*Scanning Electron Microscopy*) menunjukkan morfologi permukaan senyawa SBN yang didoping  $\text{Ba}^{2+}$  dan  $\text{La}^{3+}$  seperti lempengan, yang merupakan karakteristik dari senyawa Aurivillius. Penggunaan garam  $\text{NaCl}$ - $\text{KCl}$  sebagai media reaksi menghasilkan ukuran butir partikel yang relatif lebih homogen dibandingkan garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ - $\text{K}_2\text{SO}_4$ . Sifat dielektrik dikarakterisasi menggunakan LCR (*Inductance, Capacitance and Resistance*) meter terlihat bahwa penggunaan garam  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ - $\text{K}_2\text{SO}_4$  menghasilkan konstanta dielektrik yang besar tetapi nilai loss dielektriknya juga besar. Pendopingan  $\text{La}^{3+}$  terhadap  $\text{Bi}^{3+}$  pada lapis bismut mengurangi distorsi struktur sehingga menyebabkan penurunan  $T_c$  serta menghasilkan disorder kation yang meningkatkan sifat relaksor feroelektrik. Hasil FTIR (*Fourier Transform Infrared*) menunjukkan munculnya vibrasi Nb-O yang tidak mengalami pergeseran dengan penambahan dopan  $\text{La}^{3+}$  karena tidak terjadi pendopingan terhadap kation Nb. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa sintesis menggunakan metode lelehan garam  $\text{NaCl}$ - $\text{KCl}$  menghasilkan senyawa SBN berfasa tunggal serta pendopingan  $\text{La}^{3+}$  terhadap  $\text{Bi}^{3+}$  menyebabkan penurunan suhu  $T_c$ .

**Kata kunci:** Fasa Aurivillius, Metode lelehan garam, Sifat dielektrik

## ABSTRACT

### EXPLORATION OF MOLTEN SALT METHOD IN SYNTHESIS OF Ba<sup>2+</sup> AND La<sup>3+</sup> DOPED SrBi<sub>2</sub>Nb<sub>2</sub>O<sub>9</sub> COMPOUND FOR ELECTROCALORIC MATERIAL

By:

Nurul Pratiwi (BP : 1810412036)  
Prof. Dr. Zulhadjri, M.Eng, Dr. Upita Septiani, M.Si

SrBi<sub>2</sub>Nb<sub>2</sub>O<sub>9</sub> (SBN) is a typical double layer Aurivillius compound, composed of the two-layered perovskite like units [SrNb<sub>2</sub>O<sub>7</sub>]<sup>2-</sup> that is sandwiched in between bismuth oxide [Bi<sub>2</sub>O<sub>2</sub>]<sup>2+</sup> layers along the c axis. SBN compounds have attracted much attention in recent years as a promising material in electronic devices, especially electrocaloric materials due to their high dielectric constants and high fatigue resistance. However, the Curie temperature ( $T_c$ ) is too high for electrocaloric materials. Exploration of SBN compounds to reduce  $T_c$  and enhance its electrical property can be done by doping rare earth elements ( $Ln^{3+}$ ) to bismuth layers using molten salt method Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and NaCl-KCl. The X-ray diffraction pattern shows that the synthesis of Ba<sup>2+</sup> and La<sup>3+</sup> doped SBN compounds using NaCl-KCl salt confirming the formation of single phase Aurivillius compounds, while the use of Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> salts confirming the formation of Aurivillius compounds that are mixed with other phases. Further analysis of the X-ray diffraction pattern using the Rietica application found that Ba<sup>2+</sup> and La<sup>3+</sup> doped SBN compound has an orthorhombic crystal system with the A21am space group. The results of SEM analysis show that the surface morphology of Ba<sup>2+</sup> and La<sup>3+</sup> doped SBN compounds was plate-like, typical of layer structured Aurivillius compound. The grain size more homogeneous using medium of NaCl-KCl salt compared to Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. The dielectric properties were characterized using an LCR (Inductance, Capacitance ,and Resistance) meter. It can be seen that the use of Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> salt produces a large dielectric constant but the dielectric loss value is also large. The substitution of La<sup>3+</sup> for Bi<sup>3+</sup> at bismuth layer reduces the distortion of the structure leading to decrease  $T_c$  and also induced the disorder of the cations which can give rise to relaxor behavior. The results of FTIR (Fourier Transform Infrared) show the presence of Nb-O vibrations that do not shift with the substitution of La<sup>3+</sup> because there is no substitution for cation Nb. Therefore, it can be concluded that the synthesis using the molten NaCl-KCl method confirming the formation of single-phase SBN compounds and the doping of La<sup>3+</sup> to Bi<sup>3+</sup> leading to a decrease in  $T_c$ .

**Keywords:** Aurivillius phase, Molten salt method, Dielectric property