



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
  - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
  - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

# **SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK BNT DENGAN PENAMBAHAN MnO<sub>2</sub> MENGGUNAKAN METODE SOLID STATE REACTION**

**SKRIPSI**



**Nur' Aim Fadillah  
05 135 010**

**JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2011**

## بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

"...Allah meninggikan orang yang beriman diantara kamu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan, beberapa derajat...."

(QS. Al-Mujaadalah : 11)

(Allah) pencipta langit dan bumi.  
Apabila Dia hendak Menetapkan sesuatu,

Dia hanya berkata kepadanya,  
"Jadilah!" Maka jadilah sesuatu itu.

(QS. Al-Baqarah : 117)

Segala puji dan syukur kehadirat Allah Subhanahuwata'ala atas rahmat dan karunia-Nya sehingga hamba dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini dan shalawat serta Salam semoga selalu Allah curahkan kepada Rasulullah Muhammad Salallahu'alaihiwassalam yang merupakan gudang ilmu pengetahuan dan suritauladan bagi seluruh umat manusia agar mendapatkan keselamatan di Dunia dan Akhirat.

Ya Allah....

Terima Kasih Engkau selalu mendengarkan dan menjawab doaku,  
Engkau permudah urusanku, Engkau lancarkan rezekiku,  
Engkau lapangkan hatiku dan Engkau berikan kebahagiaan untukku.

~Kedua orang tua~

Syukur ku ucapkan pada Allah SWT karena memiliki orang tua yang telah membesarkan ku dengan penuh cinta dan kasih sayang, tiada kata selain terimakasih atas dorongan, nasehat, doa dan semangat yang diberikan sehingga aku dapat melalui bakhtera dalam menjalani kehidupan ini. Karya ini ku persembahkan sebagai wujud pengorbanan ku pada-mu, sebagai pengobat jerih payah yang telah dijalani. Rasa senang dihati ku saat melihat -mu tersenyum mendengar ku telah menyelesaikan karya ini. Ku harapkan diri -mu selalu mendoakanku disetiap langkah hidupku. Aku kan berusaha menggapai angan ku demi secercah senyum-mu.

~abang2 ku & uniz ku tercinta~

Moga-moga persaudaraan diantara kita akan tetap berjalan dengan baik, rukun dan damai. Gelak, canda dan tawa riang yang selalu kita ukir akan ku kenang selalu sebagai bagian hidup yang indah.

Ku berharap kita dapat menjadi orang sukses, yang dibanggakan keluarga. Amin...

~Semua Ponakanku, I Love you all so much~

∞ *Seluruh Dosen Jurusan Fisika FMIPA-UA*

*Terima kasih kepada seluruh staf yang telah memberikan pelayanan yang baik, semoga ALLAH SWT membalas semua kebaikan itu.*

**~Teman2 VISK'05ITAS~**

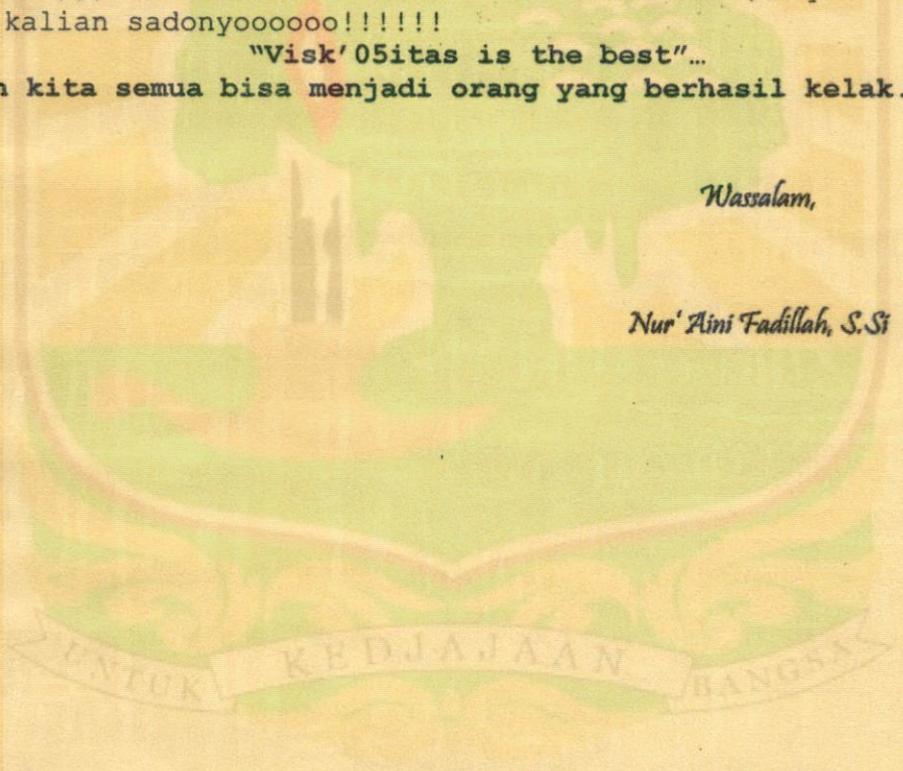
"Ni2. Alhamdulillah,, akhirnya Qt bisa wisuda juga dil walaupun masalah besar m'hadang tapi s'man9at qt tak pernah pudar, qt ttap Optimis (Pasti Bisa)....., (Ntan, Ic, Aan, Kudil, Icha, Risty, Ya2) aq kan9en kalian....., Wa2, "Ttap Sman9at ya syg,,, aq ykin qm bisa, Cayoooo Wa!!!!!!" Na2, Mkasih atas bantuannya slma ini ya na,, kapan2 trima job lagi khan??? Ayu, Tian, kacu, Ellen, Ipit, Ci21, mudah2an qt bsa kumpul l9i ya....., Awit & Cimel " Ado gosip baru tuw?????" Boder, Bilo ka taplau lai der???? Taragak makan pele der,,, Untuk semua teman2 Visk'05itas....., Aq kan9en samo kalian sadonyooooo!!!!!!

**"Visk'05itas is the best"...**

**Mdh2n kita semua bisa menjadi orang yang berhasil kelak.amiin...**

*Wassalam,*

*Nur' Aini Fadillah, S.Si*



## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kepada Allah SWT yang telah melimpahkan segala rahmat dan karuniaNya kepada kita semua, khususnya kepada penulis. Shalawat beserta salam untuk Nabi Muhammad SAW yang telah membawa umat manusia dari zaman jahiliyah kepada zaman yang berilmu pengetahuan seperti sekarang ini. Sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana program S1 Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas. Skripsi ini berjudul **“SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK BNT DENGAN PENAMBAHAN  $MnO_2$  MENGGUNAKAN METODE *SOLID STATE REACTION*”**.

Kelancaran dalam penulisan skripsi ini tidak lepas dari dukungan dan bantuan berbagai pihak sehingga dapat diselesaikan tepat pada waktunya. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu dalam proses pengerjaan Tugas Akhir ini, yaitu kepada :

1. Bapak Dr. Alimin Mahyudin, M.Si dan Drs. Syahfandi Ahda sebagai pembimbing yang telah memberikan ilmu, petunjuk, saran dan arahan selama penulisan skripsi.
2. Ketua dan sekretaris Jurusan Fisika FMIPA UNAND, seluruh dosen dan karyawan Jurusan Fisika UNAND yang telah memberikan pendidikan selama di Jurusan FMIPA UNAND.

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK BNT DENGAN PENAMBAHAN $MnO_2$ MENGGUNAKAN METODE SOLID STATE REACTION

### Intisari

Bahan piezoelektrik  $PbZr_x Ti_{(1-x)}O_3$  (PZT) mempunyai banyak aplikasi, tetapi memiliki sifat beracun. Maka dari itu dicarilah suatu bahan yang ramah lingkungan, yaitu bahan piezoelektrik  $Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO_3$  (BNT). Bahan BNT memiliki temperature currie  $320^{\circ}C$ . Sintesa bahan dasar  $Bi_2O_3$ ,  $Na_2CO_3$ ,  $TiO_2$ , dan  $MnO_2$  dilakukan dengan metode *Solid State Reaction* atau cara padat. Identifikasi dan karakterisasi dilakukan dengan menggunakan alat XRD dan SEM untuk mengetahui struktur kristal dan struktur morfologis. Hasil analisa pola difraksi sinar-x menunjukkan sangat sedikit kontaminan disertai dengan struktur kristalnya. Dengan memfariasikan suhu sintering untuk sintesa BNT, maka diperoleh struktur kristal rombohedral. Parameter eksperimen tekanan 3500 psi, pengerusan 4 jam, suhu sintering  $1000^{\circ}C$  dan lama sintering 4 jam. Penambahan  $MnO_2$  dengan variasi persentasi berat yaitu 0.2% , 0.5 %, dan 0.8%, menyebabkan terjadi perubahan struktur kristal. Semakin besar penambahan  $MnO_2$  menunjukkan sistem kristal tetragonal, terlihat pada perubahan parameter kristal rombohedral ke tetragonal, yaitu pada penambahan  $MnO_2$  sekitar 0,00262. Bentuk morfologi dari BNT tambah  $MnO_2$  menunjukkan partikel-partikel mencirikan kotak, partikel tersebut semakin mengecil setelah di tambahkan  $MnO_2$

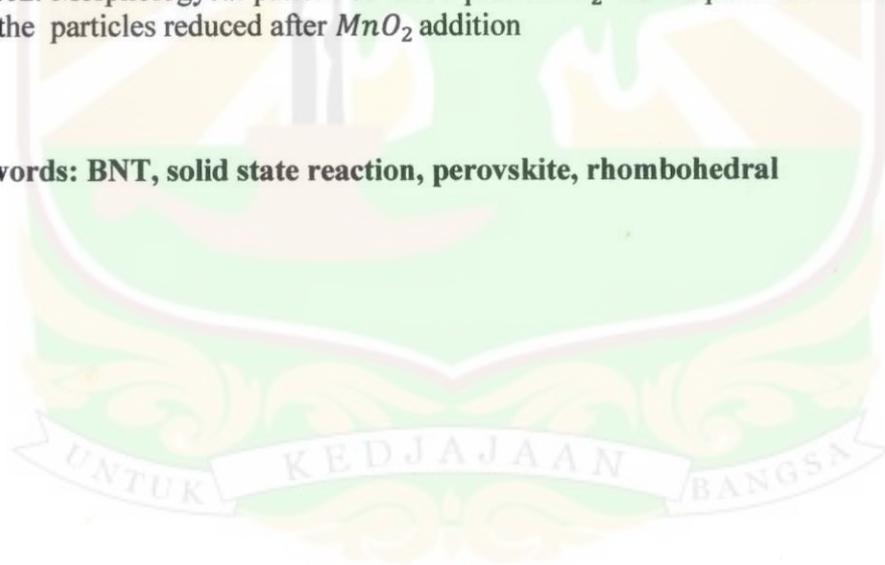
**Kata-kata kunci:** BNT, reaksi padat, perovskite, rombohedral

UNTUK KEDJAJAAN BANGSA

## SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION PIEZOELECTRIC BNT SUBSTANCE WITH DOPANT $MnO_2$ USING SOLID STATE REACTION METHOD.

Piezoelektrik material  $PbZr_x Ti_{(1-x)}O_3$  (PZT) have many applications, but it is poisonous. So, more environmentally friendly material searched, i.e piezoelektrik  $Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO_3$  (BNT). BNT material have curie temperature about  $320^{\circ}C$ . The synthesis of basic material  $Bi_2O_3$ ,  $Na_2CO_3$ ,  $TiO_2$ , and  $MnO_2$  done with Solid State Reaction method, or simply solid method. Identification and characterization done with XRD and SEM to know the crystal structure and morphological structure. Diffraction pattern analysis result shows very few contaminants with it's crystal structure. Wite variatian the sintering temperature for BNT's synthesis, we found rhombohedral srystal structure. The experiment paramater is pressure 3500 psi, milling time 4 hours, sintering temperature  $1000^{\circ}C$  and sintering duration 4 hours.  $MnO_2$  addition writh weight percentage 0.2%, 0.5% and 0.8%, cause changes in crystal structure. The more  $MnO_2$  addition shows tetragonal crystal system, as seen in changes of rhombohedral crystal parameter to tetragonal, i.e.  $MnO_2$  addition about 0.00262. Morphological pattern of BNT plus  $MnO_2$  shows particles characterized a box, the particles reduced after  $MnO_2$  addition

**Keywords:** BNT, solid state reaction, perovskite, rhombohedral



## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>Daftar Isi</b> .....	i
<b>Daftar Gambar</b> .....	iii
<b>Daftar Tabel</b> .....	iv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Penelitian .....	3
1.3 Manfaat Penelitian .....	4
1.4 Batasan Masalah .....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Struktur Kristal .....	5
2.2 Difraksi Sinar-X .....	6
2.3 Hanawalt .....	8
2.4 Solid State Reaction.....	10
2.5 Bismut Natrium Titanium(BNT) .....	10
2.5.1 Struktur Bismut Natrium Titanium .....	12
2.5.2 Parameter Kisi BNT .....	13
2.6 Kalsinasi dan Sintering. ....	14
2. Scanning Electron Microscopy SEM.....	15
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	16
3.2 Alat dan Bahan Penelitian .....	16
3.2.1 Alat penelitan .....	16

3.2.2 Bahan penelitian .....	17
3.3 Tahapan Penelitian .....	17
3.4 Sintesis Bahan .....	19
3.5 Karakterisasi .....	19

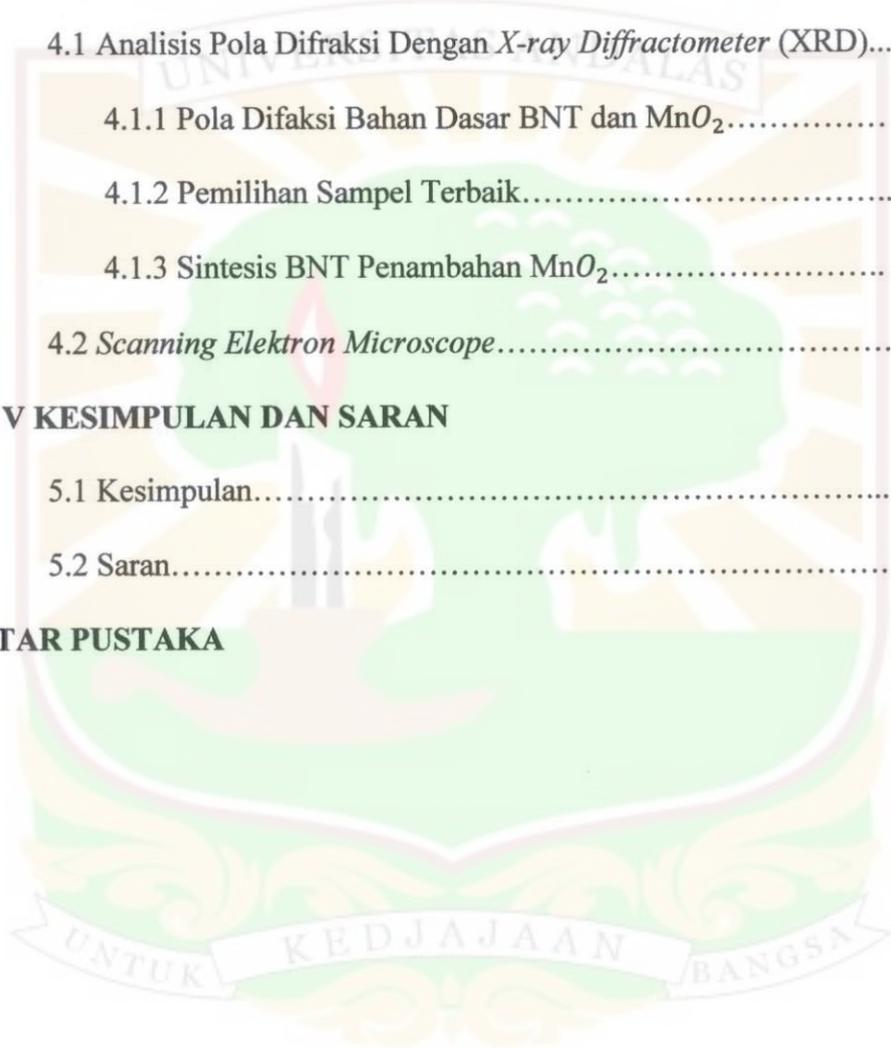
**BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1 Analisis Pola Difraksi Dengan <i>X-ray Diffractometer</i> (XRD)....	22
4.1.1 Pola Difaksi Bahan Dasar BNT dan $MnO_2$ .....	22
4.1.2 Pemilihan Sampel Terbaik.....	27
4.1.3 Sintesis BNT Penambahan $MnO_2$ .....	30
4.2 <i>Scanning Elektron Microscope</i> .....	35

**BAB V KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1 Kesimpulan.....	38
5.2 Saran.....	39

**DAFTAR PUSTAKA**



## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Pantulan sinar -x oleh bidang atom S1S1 dan S2S2 terpisah pada jarak $d$ (Kittel,2002).....	7
Gambar 2.3 Struktur BNT dalam bentuk perovskite.....	12
Gambar 3.1 Tahapan Penelitian.....	18
Gambar 4.1 Pola Difraksi bahan ( $Bi_2O_3$ ).....	22
Gambar 4.2 Pola Difraksi bahan ( $Na_2CO_3$ ).....	24
Gambar 4.3 Pola Difraksi bahan ( $TiO_2$ ).....	25
Gambar 4.4 Pola Difraksi bahan ( $MnO_2$ ).....	26
Gambar 4.5 Pola Difraksi sinar-x bahan dasar dan BNT dengan variasi suhu.....	28
Gambar 4.6 Pola Difraksi bahan BNT dengan perlakuan tekanan.....	29
Gambar 4.7 Pola Difraksi bahan BNT yang dibandingkan dengan jurnal Rozidawati Awang pada tahun 2009.....	30
Gambar 4.8 Pola Difraksi sinar-x dari hasil sintesis BNT dengan Penambahan $MnO_2$ secara bervariasi pada suhu sintering $1000^{\circ}C$ .....	31
Gambar 4.9 Bidang-bidang simulasi oleh Vittayakor pada tahun 2004.....	32
Gambar 4.10 Pergeseran sudut pola difraksi terhadap persentasi berat dengan penambahan ( $MnO_2$ ).....	34
Gambar 4.11 Grafik persinggungan antara rhombohedral dan tetragonal...	34
Gambar 4.12 <i>Micrograph</i> hasil sintesis BNT pada suhu $1000^{\circ}C$ dengan Perbesaran 2000X.....	36
Gambar 4.13 <i>Micrograph</i> hasil sintesis BNTMn dengan penambahan 0,5% $MnO_2$ pada suhu $1000^{\circ}C$ dengan perbesaran 5000X.....	36
Gambar 4.14 <i>Micrograph</i> hasil sintesis BNTMn dengan penambahan 0,8% $MnO_2$ pada suhu $1000^{\circ}C$ dengan perbesaran 5000X.....	37

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Sel satuan konvensional dan 14 kisi Bravais .....	5
Tabel 2.1 Contoh kartu hawalt $TiO_2$ .....	9
Tabel 4.1 Perubahan Parameter kisi penambahan ( $MnO_2$ ) dengan perbedaan persentase berat dengan rumus rhombohedral.....	33
Tabel 4.1 Perubahan Parameter kisi penambahan ( $MnO_2$ ) dengan perbedaan persentase berat dengan rumus tertagonal.....	33



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Bahan piezoelektrik adalah suatu bahan yang sangat menarik untuk dikembangkan dan diteliti, karena memiliki fenomena yang dapat membangkitkan muatan listrik pada saat material dikenai tekanan mekanis. Begitu juga sebaliknya fenomena tersebut dapat pula membangkitkan strain mekanis dalam merespon medan listrik terapan pada bahan.

Oleh karena itu sangat dimungkinkan sekali bahan piezoelektrik ini dapat menjadi konverter antara energi listrik dan gerakan mekanis bahan. Sifat-sifat piezoelektrik ini dapat terjadi pada bahan-bahan kristal dan juga dapat diinduksikan pada bahan-bahan polikristalin.

Piezoelektrik ditemukan tahun 1880 oleh Curie bersaudara, dimulai dari penemuan kristal quartz ( $\text{SiO}_2$ ) dan dilanjutkan dengan penemuan barium titanat ( $\text{BaTiO}_3$ ) pada sekitar 1940-an. Piezoelektrik pertama kali diaplikasikan secara praktis pada detektor *submarine* ultrasonik pada awal tahun 1920-an. Setelah itu bahan-bahan piezoelektrik semakin banyak ditemukan, salah satunya adalah bahan yang memiliki sifat piezoelektrik rendah seperti  $\text{LiNbO}_3$ ,  $\text{LiTaO}_3$  dan  $\text{ZnO}$ . Selain pada bahan keramik, sifat piezoelektrik juga dapat ditemukan pada bahan polimer walaupun kualitasnya masih rendah.

Bahan piezoelektrik semakin banyak dikembangkan oleh para peneliti, baik pada proses sintesis bahan maupun integrasi ke bentuk aplikasinya. Aplikasi-

aplikasi industri bahan piezoelektrik dapat ditunjukkan pada kapasitor berkonstanta dielektrik tinggi, begitu juga belakangan ini telah digunakan sebagai sensor atau *actuator*. Piezoelektrik, salah satunya berupa bahan  $PbZr_x Ti_{(1-x)}(PZT)$  yang memiliki sifat piezoelektrik yang relatif baik. Namun timbal (Pb) juga merupakan salah satu bahan beracun yang tidak ramah lingkungan, karena ketidak ramah lingkungannya ini, dikembangkanlah bahan lain yang lebih ramah lingkungan.

Efek piezoelektrik dapat dibuat dengan beberapa metode, diantaranya dengan metode basah (kimia) dan metode kering (*solid state reaction*). Dengan metode *sol-gel* diperoleh *powder* yang bagus tetapi dengan harga yang tinggi. Dengan metode *solid state reaction* didapatkan material piezoelektrik dengan biaya yang rendah.

Dengan berjalannya waktu, pengembangan piezoelektrik alternatif yang bebas dari Pb mulai diteliti dan dikembangkan. Pada tahun 1960-an Bismut Natrium Titanium (BNT) ditemukan oleh Smolenskii dan dipelajari karena konstanta dielektrik yang tinggi dan mempunyai kemampuan untuk bekerja tanpa penambahan Pb. Namun BNT dengan metode *solid state reaction* juga mempunyai kekurangan yakni BNT tidak mudah terbentuk pada suhu rendah, oleh karena itu diperlukan suhu sintering yang tinggi.

BNT juga memiliki keunggulan, yaitu memiliki sifat mekanik yang baik dan memiliki rentang suhu aplikasi yang relatif lebar tanpa mengandung timbal (Pb), dibandingkan dengan bahan PZT yang memiliki efek piezoelektrik yang cukup kuat dan mempunyai banyak aplikasi, namun PZT memiliki sifat yang

tidak ramah lingkungan. Begitu pula hasil samping produk PZT pada industri berupa limbah produksi yang pada gilirannya akan berdampak negatif terhadap kesehatan manusia. Secara jangka panjang, kontaminan terjadi karena kerusakan mekanis dari transduser (bocor).

Aplikasi dari BNT dapat diterapkan dalam bidang kesehatan contohnya untuk USG, pembangkit sumber energi rendah juga bisa digunakan dalam bidang industri, biasanya digunakan untuk outomotif dan banyak lainnya.

## 1.2 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mengidentifikasi struktur kristal bahan dasar piezoelektrik BNT.
2. Sintesis bahan piezoelektrik BNT dengan penambahan  $MnO_2$  dengan menggunakan *Solid State Reaction* (cara padat).
3. Karakterisasi bahan piezoelektrik BNT dengan penambahan  $MnO_2$ .

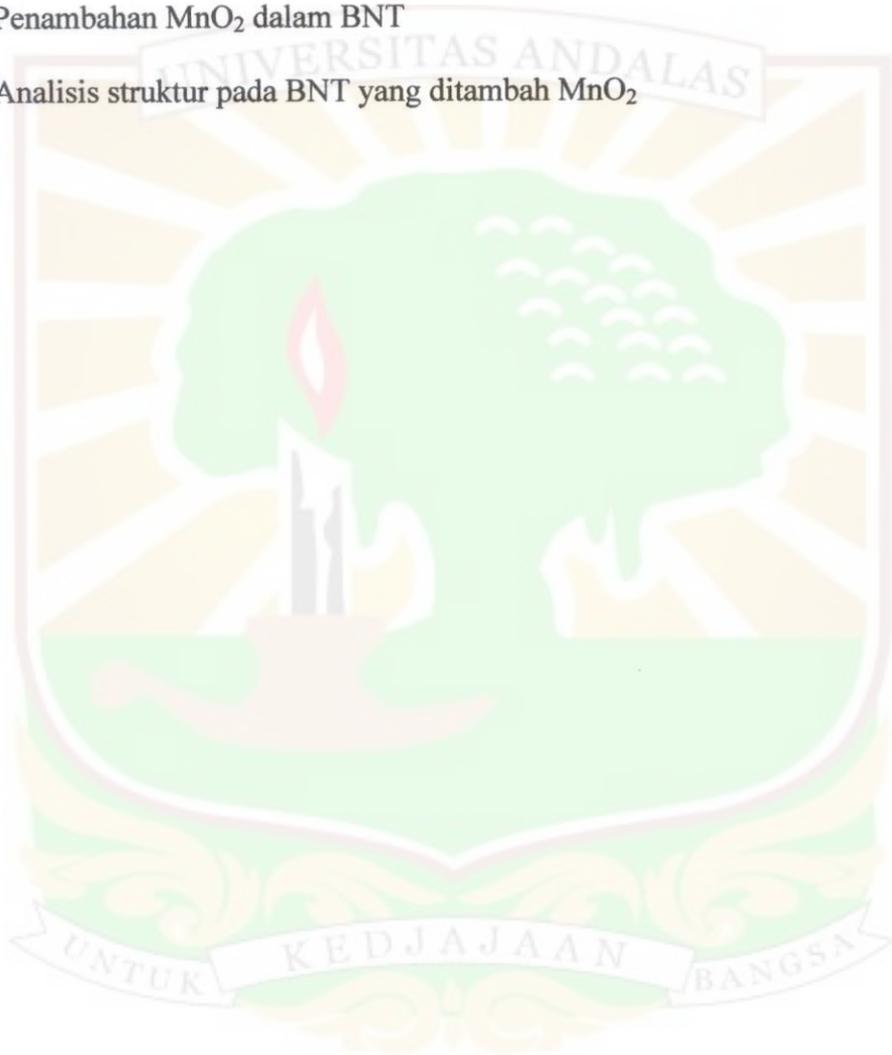
## 1.3 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah meningkatkan kualitas dari bahan piezoelektrik BNT agar berdampak jangka panjang dalam meningkatkan kualitas aplikasinya. Diantaranya adalah sebagai aktuator atau sensor pada ultrasonografi untuk kesehatan, sumber energi listrik rendah sebagai aplikasi baru yang sedang dikembangkan dan lain-lain.

#### 1.4 Batasan Pemasalahan

Permasalahan yang dikaji pada penelitian ini adalah sintesis dan karakterisasi bahan BNT dengan penambahan  $\text{MnO}_2$ , dengan rincian yaitu:

1. Identifikasi bahan dasar BNT
2. Penambahan  $\text{MnO}_2$  dalam BNT
3. Analisis struktur pada BNT yang ditambah  $\text{MnO}_2$



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

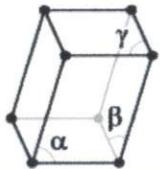
#### 2.1 Struktur Kristal

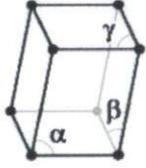
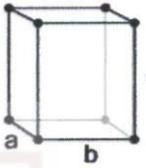
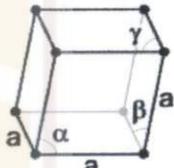
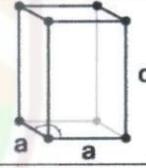
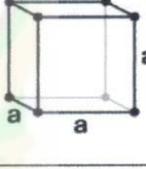
Bahan kristal merupakan suatu bahan yang terdiri dari atom-atom yang tersusun secara berulang dalam pola tiga dimensi dengan rangkaian yang panjang (Callister dan William, 2003). Sel satuan merupakan volume terkecil yang mengandung semua informasi struktur dan simetri kristal.

Kisi merupakan jarak yang berulang atau sering juga disebut dengan konstanta kisi, diberi simbol (**a**). Suatu konstanta kisi kristal yang terbentuk dalam bentuk 3 dimensi diberi simbol dengan **a**, **b** dan **c**. Sudut antara ketiga konstanta kisi tersebut diberi simbol dengan  $\alpha$ ,  $\beta$  dan  $\gamma$ .

Tujuh bentuk sel satuan yang berbeda bisa dibentuk dari parameter-parameter ini yang dikenal sebagai sel satuan konvensional, dan bila dikombinasikan dengan posisi atom khusus dengan sel satuan, akan menghasilkan 14 kisi Bravais, yang rincinya dapat dilihat pada Tabel 2.1 berikut :

**Tabel 2.1** Sel satuan konvensional dan 14 kisi Bravais (Kittel, 2002)

Sistem kristalografi	Panjang sumbu Dan sudut	Kisi Bravais	Simbol Kisi	Skema tiga-dimensi Simple
Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	- Simple	P	

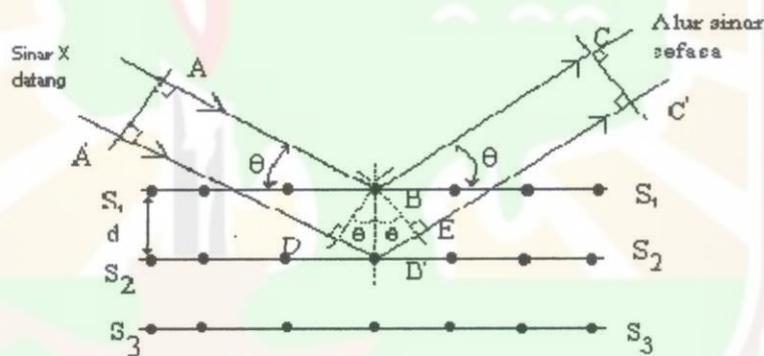
Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$ atau $a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Simple</li> <li>- Base-centered</li> </ul>	P C	
Ortorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Simple</li> <li>- Base-centered</li> <li>- Face-centered</li> <li>- Body-centered</li> </ul>	P C F I	
Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Simple</li> <li>- Body-centered</li> </ul>	P I	
Trigonal Rombohedral	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ < 120^\circ$	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Simple</li> </ul>	P	
Hexagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Simple</li> </ul>	P	
Kubus	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Simple</li> <li>- Face-centered</li> <li>- Body-centered</li> </ul>	P F I	

## 2.2 Difraksi Sinar-x

Difraksi sinar-x digunakan dalam karakterisasi material untuk mendapatkan informasi tentang kristal maupun nonkristal. Difraksi tergantung pada struktur kristal dan panjang gelombangnya. Jika panjang gelombang lebih besar dari pada ukuran atom atau konstanta kisi kristal maka tidak akan terjadi peristiwa difraksi karena sinar akan dipantulkan sedangkan jika panjang

gelombangnya mendekati atau lebih kecil dari ukuran atom atau kristal maka akan terjadi peristiwa difraksi. Ukuran atom dan panjang gelombang dari sinar yang dilewati harus dalam orde angstrom ( $\text{\AA}$ ) supaya terjadi peristiwa difraksi.

Pada Gambar 2.1 menerangkan sinar-X yang datang dan difraksikan oleh suatu bahan kristal. Sinar-x akan dipantulkan, dibiaskan dan diteruskan apabila melalui suatu bahan. Garis-garis  $S_1 S_1$ ,  $S_2 S_2$  dan  $S_3 S_3$  mewakili bidang-bidang atom yang sejajar dengan permukaan hamburan dan dipisah satu sama lain pada jarak  $d$ .



**Gambar 2.1** Pantulan sinar-X oleh bidang atom  $S_1 S_1$  dan  $S_2 S_2$  terpisah pada jarak  $d$  (Kittel, 2002)

Beda lintasan  $ABC$  dengan  $A'B'C'$  terjadi akibat bidang identik, adalah sepanjang  $DBE$ . Interferensi difraksi yang konstruktif ditimbulkan pada kelipatan panjang sinar  $X$  yang dipancarkan. Jika berkas sinar sefasa, maka nilai  $DB + BE = n\lambda$ , dan karena  $DB = BE = d \sin \theta$ , maka akan terbentuk suatu persamaan yang disebut sebagai hukum Bragg yaitu:

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (2.1)$$

Dengan :  $\lambda$  = panjang gelombang sinar-x  
 $d$  = jarak antar bidang  
 $\theta$  = sudut hamburan  
 $n$  = nomor orde hamburan

Persamaan di atas dinamakan sebagai Hukum Bragg dan sudut  $\theta$  dikenal sebagai sudut Bragg untuk penyinaran sinar-X oleh bidang-bidang atom hamburan yang dipisahkan pada jarak  $d$  dan  $n = 1, 2, 3$  dan seterusnya (Reed dan Hill, 1973).

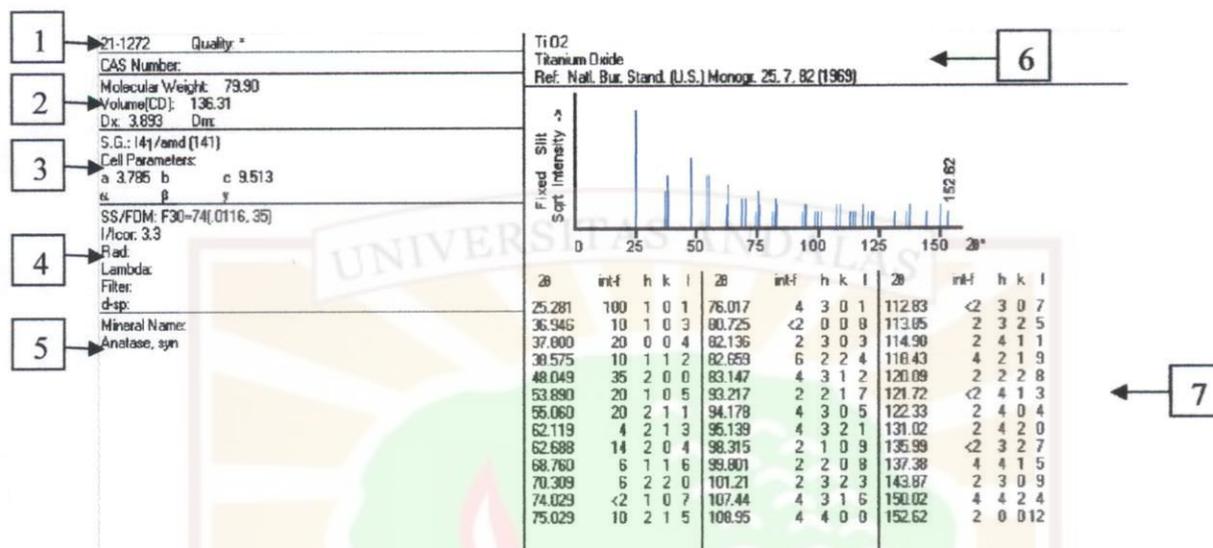
### 2.3 Hanawalt

Pola difraksi dari suatu bahan kristal adalah khas dan unik sehingga tak ada dua fase kristal yang mempunyai pola difraksi yang tepat sama. Sifat inilah dimanfaatkan untuk kegunaan analisis kualitatif.

Analisis kuantitatif dengan metode sinar-X, pada prinsipnya adalah bahwa pola difraksi suatu bahan merupakan "sidik jari". Setiap pola serbuk, dicirikan dengan sekumpulan posisi sudut difraksi ( $2\theta$ ) dan intensitas relatif ( $I/I_0$ ).

Dari hukum Bragg kita ketahui bahwa posisi sudut difraksi tergantung pada gelombang sinar-X yang digunakan, sehingga jarak antara bidang atom ( $d$ ) merupakan suatu besaran yang penting. Karena Hanawalt menyatakan setiap pola suatu bahan terdiri dari besaran  $d$  dan  $I/I_0$ .

Pada Tabel 2.2 ditunjukkan model bentuk kartu Hanawalt beserta keterangan data bahan.

Tabel 2.2 contoh kartu hanawalt  $TiO_2$ 

Pada Tabel 2.2 kolom-kolom yang terdapat pada kartu Hanawalt tersebut berisikan data seperti yang ditunjukkan berikut ini:

- Kolom 1 : Nomor kode kartu
- Kolom 2 : Data fisik bahan
- Kolom 3 : Data kristalografi seperti jenis sistem kristal, struktur kristal dan harga para meternya
- Kolom 4 : Kondisi percobaan seperti radiasi yang digunakan, filter yang dipakai dan lain-lainnya
- Kolom 5 : Analisis kimia
- Kolom 6 : Rumus kimia, nama kimia dan nama sebutan
- Kolom 7 : Daftar harga d atau  $2\theta$ , intensita relatifnya dan indeks Miller

Pada sudut atas data kartu data, dituliskan simbol yang mengandung arti:

\* = Untuk data yang mempunyai nilai kepercayaan yang besar

o = Untuk data yang kurang dapat dipercaya.

#### **2.4 Solid State Reaction**

*Solid state reaction* disebut juga dengan metode padatan atau kering. Metode padatan ini, menggunakan bahan yang berupa serbuk. Bahan tersebut digerus selama 4 jam, setelah itu dikompaksi. *Solid state reaction* terjadi apabila sampel yang telah dikompaksi tersebut diberi tekanan, sehingga sampel yang satu dan lainnya akan bereaksi, akan terjadi pemampatan antara atom yang satu dengan yang lainnya. Setelah itu baru dipanaskan dengan suhu yang telah ditentukan, setelah dipanaskan terbentuklah satu fasa baru. Dimana fasa sebelum ditekan dan dipanaskan masih dalam bentuk fasa dasar. Setelah ditekan dan dipanaskan baru terbentuk fasa baru, ini disebut dengan metode *solid state reaction*.

#### **2.5 Bismut Natrium Titanium (BNT)**

Pada tahun 1956, seorang peneliti dari Soviet mengganti ion  $Pb^{2+}$  dengan ion  $Bi^{3+}$  dan ion  $Na^+$  dalam struktur perovskite untuk membentuk  $Bi_{0,5}Na_{0,5}TiO_3$  atau BNT (Isupov, 2005). BNT termasuk material ferroelektrik (Hosono *et al.*, 2001). Keramik BNT dilanjutkan dan dikembangkan oleh Smolenski pada tahun 1960 (Hosono *et al.*, 2001).

Dengan meningkatnya permintaan material piezoelektrik bebas timbal (Pb) dan ramah lingkungan, BNT dianggap sebagai calon dielektrik bahan untuk masa depan yang dapat dikembangkan sebagai material piezoelektrik yang bebas

Pb. Material BNT sedang dipelajari untuk menggantikan material PZT yang masih mengandung timbal (Pb).

Bismut sodium titanat merupakan keluarga material piezoelektrik yang relatif baru. BNT dipelajari karena memiliki nilai temperatur dielektrik yang tinggi (Nagata dan Takenaka, 1997).

BNT merupakan bahan keramik piezoelektrik yang memiliki tipe kristal perovskite  $ABO_3$ . Sebagaimana telah disinggung sebelumnya, BNT memiliki sifat feroelektrik kuat serta temperatur curie relatif tinggi, sehingga BNT menjadi layak dan patut untuk dikembangkan. Rentang temperatur lebar tidak hanya menguntungkan pada aplikasi bidang kesehatan saja, akan tetapi juga dapat diaplikasikan pada industri-industriomotif, minyak, gas alam maupun pada permukaan mesin-mesin yang relatif panas. BNT dipelajari untuk menciptakan suatu material yang bisa menggantikan standar industri sekarang yaitu barium titanat (BT) dan PZT.

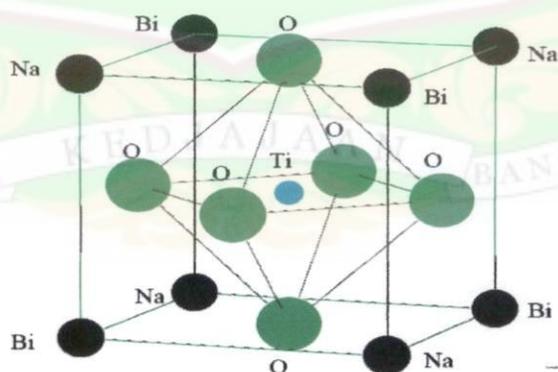
BNT merupakan bahan piezoelektrik bebas Pb (timbal) yang mempunyai temperatur curie  $320^{\circ}\text{C}$ . BNT mengalami sebuah perubahan fase difusi ke tetragonal pada temperatur ini (Pronin *et al.*, 1980). Pada temperatur ruangan, keramik BNT mempunyai struktur kristal rhombohedral (Park and Chung, 1994 ; Chu *et al.*, 2002b ; Jones and Thomas, 2002).

Material piezoelektrik BNT murni dan keramik feroelektrik bebas timbal lainnya mempunyai sifat piezoelektrisitas yang lebih rendah dibandingkan dengan kelas feroelektrik berbahan dasar timbal seperti PZT. PZT memiliki temperatur curie ( $T_c$ )  $450^{\circ}\text{C}$ . Pada umumnya penelitian material keramik BNT

difokuskan pada peningkatan sifat-sifat piezoelektrik dari material BNT. Selain itu ada parameter utama lainnya dalam meningkatkan sifat-sifat spesifik dari bahan piezoelektrik yaitu transisi fasa. Transisi fasa dapat menentukan sifat dielektrik maupun sifat piezoelektrik. Transisi fasa dapat dikontrol dengan memvariasikan temperatur.

### 2.5.1 Struktur Bismut Natrium Titanat

BNT mempunyai struktur kristal perovskite terdistorsi  $ABO_3$ . Dimana atom  $Bi^{+3}$  dan  $Na^{+3}$  menempati sudut-sudut sel satuan kubik, pada pojok-pojoknya, sedangkan  $TiO_2$  menempati pusat sel satuan kubik *Body Centred Cubic* (BCC). Akan tetapi atom  $O^{2-}$  di tengah bidang-bidang dari sel satuan *Face Centred Cubic* (FCC). Bentuk struktur BNT skematik terlihat pada Gambar 2.3. Ini hanya menunjukkan bentuk *stoikiometri* dalam bentuk campuran yang ideal.



**Gambar 2.3** struktur BNT dalam bentuk perovskite.

Fase transisi adalah salah satu dari penentu utama dari sifat dielektrik material. Tambahan BNT dapat dipilih untuk mengubah fase transisi yang terjadi dalam berbagai temperatur. Struktur perovskite merupakan salah satu jenis struktur dari material feroelektrik dan Damjanovic (2001) berpendapat bahwa struktur perovskite adalah jenis yang paling utama. Sekarang ratusan dari formula  $ABO_3$  divariasikan dengan menggantikan larutan padatan atau penambahan bahan pengotor atau *dopants* (Shrout dan Swartz, 1992)

Analog dengan Barium Titanat ( $BaTiO_3$ ) struktur kristal dari keramik  $Na_{0.5}Bi_{0.5}Ti_{1-x}Mn_xO_3$  mempunyai bentuk  $A_mB_nX_p$  yang memiliki 3 (tiga) bentuk kation ( $Bi^{2+}$ ,  $Na^{2+}$  dan  $Ti^{4+}$ ) dan 1 (satu) anion ( $O^{2-}$ ). Sehingga material ini mempunyai struktur kristal yang dinamai perovskite dan ion  $Mn^{4+}$  diharapkan akan mensubstitusi dengan ion  $Ti^{4+}$ , karena besar jari-jari kedua jenis atom tersebut tidak terlalu jauh berbeda yang mana jari-jari atom untuk  $Ti = 1,45 \text{ \AA}$  dan untuk  $Mn = 1.60 \text{ \AA}$  (Keenan,dkk.,1996)

Jika temperatur dinaikkan, struktur perovskite adalah kubik. Ketika material didinginkan sampai *temperatur curie* terjadi perubahan fase dari kubik ke tetragonal, rhombohedral, orthorhombik, dan lain-lain. BNT memiliki struktur kristal rhombohedral.

### 2.5.2 Parameter Kisi BNT

Sistem kristal memiliki berbagai bentuk parameter kisi. Sebagaimana ditentukan pada Bab 2.1 Parameter kisi merupakan salah satu cara dalam menganalisis struktur kristal. Setiap sistem kristal memiliki perumusan parameter

kisi yang berbeda-beda. Untuk sistem kristal BNT memiliki struktur rhombohedral dan tetragonal pada suhu kamar. Hubungan antara parameter kisi dengan jarak antar bidang untuk sistem rhombohedral (Cullity, 1978):

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)\sin^2 a + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 a - \cos a)}{a^2(1 - 3\cos^2 a + 2\cos^3 a)} \quad (2.2)$$

Sedangkan untuk sistem tetragonal dari BNT terdapat hubungan antara parameter kisi dengan jarak antar bidang diberikan oleh persamaan berikut (Cullity, 1978):

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.3)$$

Dengan:  $d_{hkl}$  = jarak bidang kristal  
 $a$  dan  $c$  = parameter kisi  
 $h, k$  dan  $l$  = indeks Miller bidang kristal

## 2.6 Kalsinasi dan Sintering

*Kalsinasi* merupakan proses pemanasan suatu objek dengan tujuan membersihkan objek tersebut dari pengotor-pengotor organik. *Kalsinasi* perlu dilakukan karena dalam pembuatan kristal sering kali terdapat pengotor-pengotor, terutama pengotor organik. Adapun *sintering* dilakukan sebagai proses awal reaksi bahan menjadi kristal. Proses *sintering* tersebut diintensifkan di dalam tanur sinter dan memanfaatkan panas yang dihasilkan dari proses pembakaran bahan bakar. Pada tahap *sintering* terjadi dekomposisi endotermis akibatnya senyawa

dasar karbonat terdekomposisi meninggalkan oksida menjadi produk padat dan melepaskan gas sehingga terbentuk serbuk keramik (Sumari et al.2008).

Kalsinasi BNT sangat dipengaruhi oleh suhu sintering. Semakin lama waktu sintering pada suhu optimal, maka reaksi pembentukan kristal BNT semakin sempurna. Semakin sempurna reaksi pembentukan kristal tersebut akan mengakibatkan konstanta dielektrik dari BNT diharapkan semakin besar sehingga akan sangat baik jika diaplikasikan ke dalam pembuatan bahan kapasitor maupun sensor (Yunasfi, 2001). Kapasitansi juga sangat dipengaruhi oleh tekanan. Semakin besar tekanan yang diberikan, maka pengkristalan BNT akan semakin baik.

## **2.7 Scanning Electron Microscopy SEM**

Mikroskop elektron merupakan alat sinar elektron berenergi tinggi untuk menguji objek yang berukuran sangat kecil. Pengujian ini mengenai topografi, morfologi, komposisi dan kristalografi. SEM adalah salah satu tipe mikroskop elektron yang mampu menghasilkan suatu gambaran permukaan sampel dengan resolusi tinggi. Oleh karena itu gambar yang dihasilkan oleh SEM mempunyai karakteristik secara kualitatif dalam 3 dimensi karena menggunakan elektron sebagai pengganti gelombang cahaya pada mikroskop optik dan hal ini sangat berguna untuk menentukan struktur permukaan dari sampel.

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Pusat Teknologi Bahan Nuklir (PTBIN), Badan Tenaga Atom Nasional, Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang, selama jangka waktu 3 bulan, dimulai pada bulan Februari 2010 dan selesai pada bulan Mei 2010.

#### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

##### 3.2.1 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- Difraktometer sinar-X (*Philips X-ray Diffraction*) digunakan untuk karakterisasi dengan pengidentifikasian struktur kristal berbagai fasa dalam struktur kristal dan besaran butir.
- SEM (*Scanning Electron Microscopy*) digunakan untuk melihat bentuk morfologi dan kandungan elemen bahan baik sebelum dan sesudah disinter.
- Tungku pemanas (*ADVANTEC KL-600 Electric Muffle Furnaces*) digunakan untuk mengkalsinasi dan mensintering sampel.
- Peralatan penekan dengan sistem *hidrolik* digunakan untuk mengkompaksi bahan.
- Neraca digital yang memiliki ketelitian yang tinggi ( $\pm 0,0001$  gr) digunakan untuk menimbang sampel.

- Mortar digunakan untuk menggerus serbuk sampel.

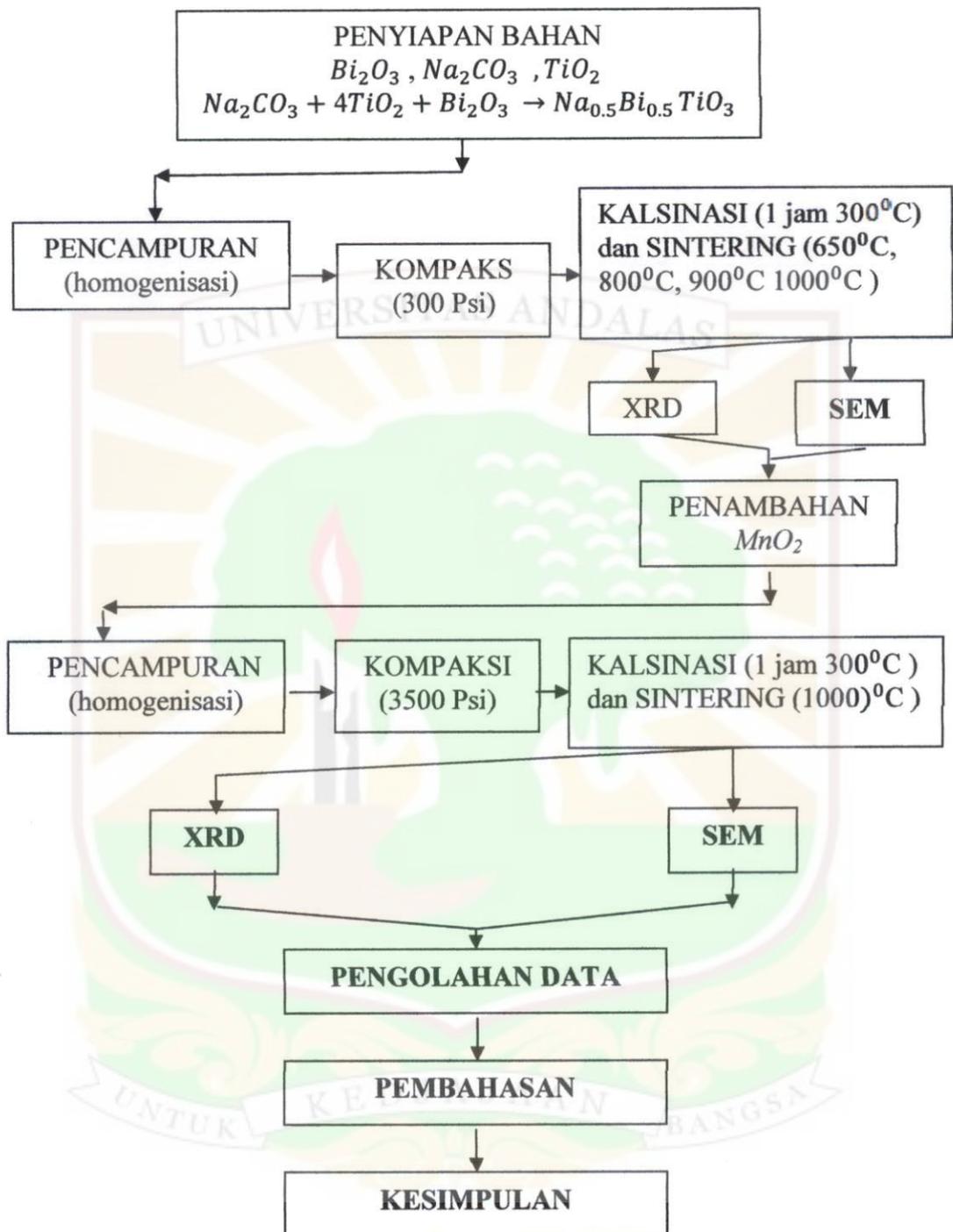
### 3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan dasar yang digunakan adalah:

- $Bi_2O_3$  (Bismut Oksida) merek dagang no ABCR, Puratrem AB106142, kemurnian 99.999%.
- $Na_2CO_3$  (Natrium Carbonat) merek dagang no 1.06392.1000 kemurnian 99.999%.
- $TiO_2$  (titanium IV Oksida) merek dagang stream chemical inc no. 93. 2207, kemurnian 99,999%
- $MnO_2$  (Mangan Oksida) merek dagang no 1,05957.1000, kemurnian 90 % .

### 3.3. Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan dalam penelitian ini, ditunjukkan secara skematis pada Gambar 3.1 berikut ini:



**Gambar 3.1** Tahapan Penelitian

### 3.4 Sintesis Bahan

Bahan dasar yang digunakan untuk mensintesis bahan piezoelektrik *BNT* adalah  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan  $\text{TiO}_2$ . Ketiga bahan tersebut ditimbang dan dicampur secara stokiometri  $\text{Na}_2\text{CO}_3 + 4\text{TiO}_2 + \text{Bi}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Na}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$  untuk menghasilkan bahan  $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ . Penimbangan dilakukan dengan menggunakan timbangan yang memiliki ketelitian yang tinggi ( $\pm 0,0001$  gr). Campuran tersebut digerus selama 4 jam. Tujuannya untuk menghomogenkan bahan yang satu dengan yang lainnya. Bahan yang telah digerus di dalam mortar, kemudian dipelet dengan menggunakan *hydraulic press CARVER* yang memiliki kemampuan tekanan mencapai 3000 *psi*. Setelah dipelet, dipanaskan sebelum dipanaskan dikalsinasi untuk menghilangkan bahan-bahan organik asing dengan suhu kalsinasi 300 °C selama kurang lebih 1 jam. Setelah itu dipanaskan pada suhu 650°C, 800°C, 900°C, 1000°C Tungku yang digunakan adalah tungku *Thermolyne 47900*. Setelah dipanaskan dengan suhu bervariasi, setelah itu ditentukan suhu terbaik yaitu 1000°C. Bahan tersebut didoping dengan  $\text{MnO}_2$  dengan perbandingan Berat 0,2%, 0,5%, 0,8% digerus dengan perlakuan yang sama dengan yang di atas. Dengan suhu 1000°C dan tekanan 350°C *psi*.

### 3.5 Karakterisasi

Karakterisasi sampel dilakukan dengan melihat pola difraksi, bentuk partikel dan konstanta dielektrik. Pengukuran pola difraksi dilakukan menggunakan *difraktometer* sinar-X, PHILIPS *diffractionmeter* (panjang gelombang  $\lambda=1,5404 \text{ \AA}$ ), untuk melihat bentuk butira dari suatu material

digunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan pengukuran data kapasitansi (kostanta dielektrikum) kompleks bahan dilakukan dengan peralatan DELICE *high precision*.



## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Dilakukan sintesis bahan BNT dengan penambahan  $MnO_2$  yang telah diteliti oleh Takenaka dan Nagata (2001). Penambahan  $MnO_2$  ke dalam BNT dilakukan berbagai macam variasi mulai dari 0,2, % 0,5% dan 0,8%  $MnO_2$ , agar memperoleh bahan  $Na_{0.5}Bi_{0.5}Ti_{1-x}Mn_xO_3$  yang bersifat piezoelektrik. Proses sintesis dilakukan dengan metode *solid-state reaction*. Sintesis BNT dengan penambahan  $MnO_2$  yang telah disintesis sebelumnya dengan metode yang sama dengan persentasi berat 0,2 %  $MnO_2$

Pada penelitian ini dilakukan identifikasi bahan dasar BNT ( $Bi_2O_3$ ,  $Na_2CO_3$ ,  $TiO_2$ ) dan  $MnO_2$  dengan menggunakan XRD. Tujuan identifikasi bahan dasar ini adalah untuk melihat kemurnian bahan dasar yang akan digunakan di dalam penelitian ini. Pola difraksi bahan dasar akan disesuaikan dengan data yang ada pada kartu *Hanawalt*. Sehingga dapat menyimpulkan apakah bahan dasar ini dapat digunakan atau tidak di dalam penelitian ini.

Telah dilakukan uji coba sintesis bahan pada berbagai temperatur sintering dan tekanan dengan metode *solid-state reaction*. Tujuannya adalah untuk melihat apakah bahan yang disintesis sudah terbentuk atau belum dengan mencocokkan pola difraksi (puncak- puncak difraksi) yang dihasilkan eksperimen yang telah dilakukan oleh peneliti-peneliti sebelumnya. BNT dengan penambahan  $MnO_2$  yang terbentuk

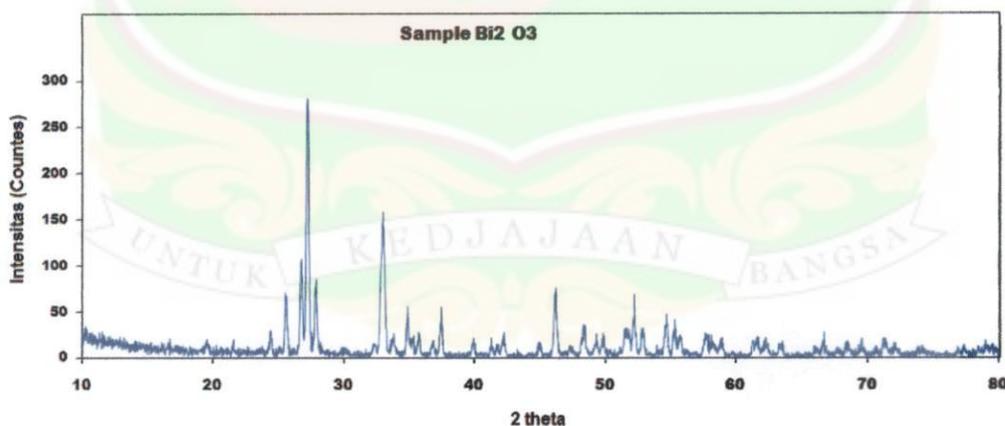
selanjutnya akan dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscope*).

#### 4.1 Analisis Pola Difraksi Dengan *X-Ray Diffractometer (XRD)*

##### 4.1.1 Pola Difraksi Bahan Dasar BNT dan $MnO_2$

Bismut Natrium Titanium (BNT) disintesis dengan mencampurkan tiga bahan dasar yaitu: Bismut Oksida ( $Bi_2O_3$ ), Natrium Carbonat ( $Na_2CO_3$ ) dan Titanium oksida ( $TiO_2$ ) dengan kemurnian 99%. Ketiga bahan dasar ini dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dalam bentuk serbuk pada suhu ruang untuk melihat pola difraksinya. Begitu juga dengan penambahan Mangan Oksida ( $MnO_2$ ). Berikut ini penjelasan dari masing-masing bahan dasar.

###### a. Bismut Oksida ( $Bi_2O_3$ )



Gambar 4.1 Pola Difraksi Bahan ( $Bi_2O_3$ )

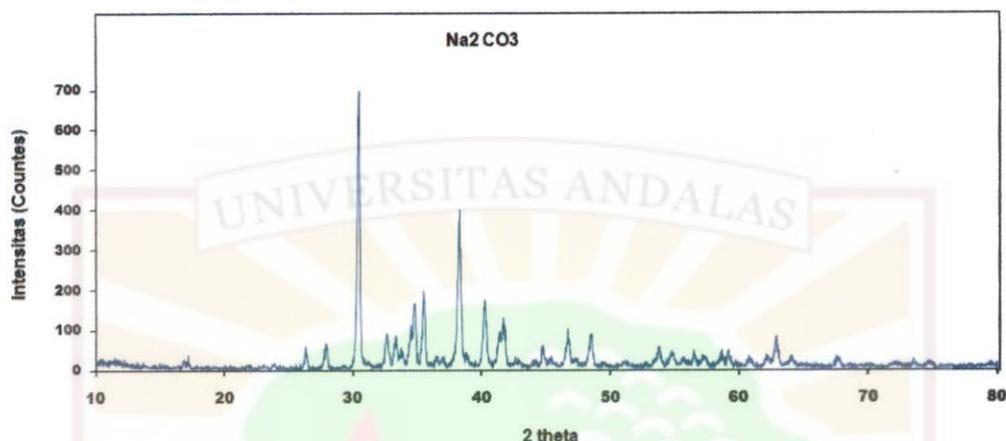
Puncak-puncak intensitas sinar-x terhadap  $2\theta$  sudut difraksi ditunjukkan pada Gambar 4.1. Dengan menggunakan analisis pola difraksi, maka dapat dihitung jarak antara bidang kristal ( $d$ ). Hal ini dilakukan dengan menggunakan hukum Bragg dimana  $\lambda = 1.5404 \text{ \AA}$  merupakan panjang gelombang sinar-x,  $\theta$  adalah sudut difraksi dan  $d$  adalah jarak antar bidang. Pada Lampiran I dapat dilihat jarak antar bidang dan intensitas relatif.

Tiga puncak tertinggi dari Gambar 4.1 adalah  $27,26^\circ$ ,  $33,04^\circ$  dan  $46,199^\circ$  diwakili oleh jarak antara bidang ( $d$ ) adalah 3,26882, 2,7089 dan 1,963. Ketiga puncak tertinggi dari eksperimen dicocokkan dengan struktur bahan pada tabel hanawlt, yaitu pada nomor tabel 41-1449.

Tabel menunjukkan bahan  $Bi_2O_3$  dengan struktur kristalnya *monoclinic* dengan parameter kisinya  $a = 5,849 \text{ \AA}$ ,  $b = 8,169 \text{ \AA}$ ,  $c = 7,512 \text{ \AA}$  dan  $\alpha = \gamma = 90^\circ$ ,  $\beta = 112,98$

Harga intensitas relatif dan jarak antara bidang kristal, antara eksperimen dan hanawlt menunjukkan kecocokan, sebagaimana terlampir pada Lampiran I dengan tabel hanawalt 41-1449. Puncak-puncak asing atau puncak-puncak yang diluar pada tabel hanawlt tidak ada, seperti yang ditunjukkan kesamaan antara tabel hanawlt dengan eksperimen. Hal ini mengidentifikasi bahan dasar  $Bi_2O_3$  mempunyai kontaminan yang sangat kecil.

b. Natrium Carbonat ( $Na_2CO_3$ )



**Gambar 4.2** Pola Difraksi Bahan ( $Na_2CO_3$ )

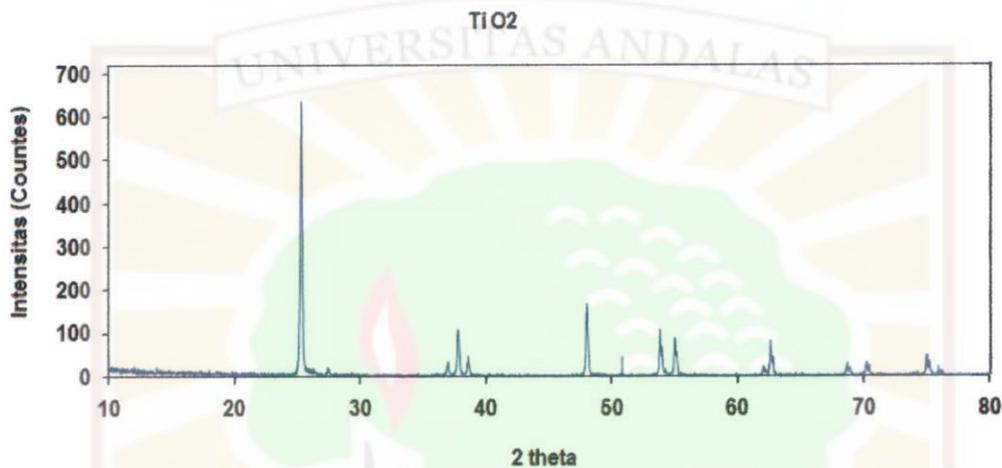
Dari data XRD bahan dasar  $Na_2CO_3$  terlihat pada Gambar 4.2 dengan harga jarak antara bidang ( $d$ ) dan intensitas relatif ( $I$ ) sebagaimana di tunjukan secara lengkap pada Lampiran 2. Tiga puncak tertinggi adalah  $30,46^\circ$ ,  $38,281^\circ$ ,  $35,539^\circ$ . diwakili oleh jarak antara bidang ( $d$ ) adalah 2,9322, 2,3493 dan 2,5239.

Ketiga puncak tertinggi dari eksperimen dicocokkan dalam struktur bahan pada tabel hanawlt, yaitu pada tabel nomor 19-1130, dengan struktur kristalnya monoklinik. Parameter kisi, sebagaimana tercantum pada table hanawalt yaitu  $a = 8,907 \text{ \AA}$ ,  $b = 5.239 \text{ \AA}$ ,  $c = 6,043 \text{ \AA}$  dan  $\alpha = \gamma = 90^\circ$ ,  $\beta = 101,0^\circ$ .

Puncak-puncak asing pada intensitas eksperimen yang di luar tabel hanawalt tidak ada. Pada eksperimen sudah mulai menunjukkan kesamaan

antara data eksperimen dengan data tabel hanawalt, dengan kontaminan yang sangat kecil.

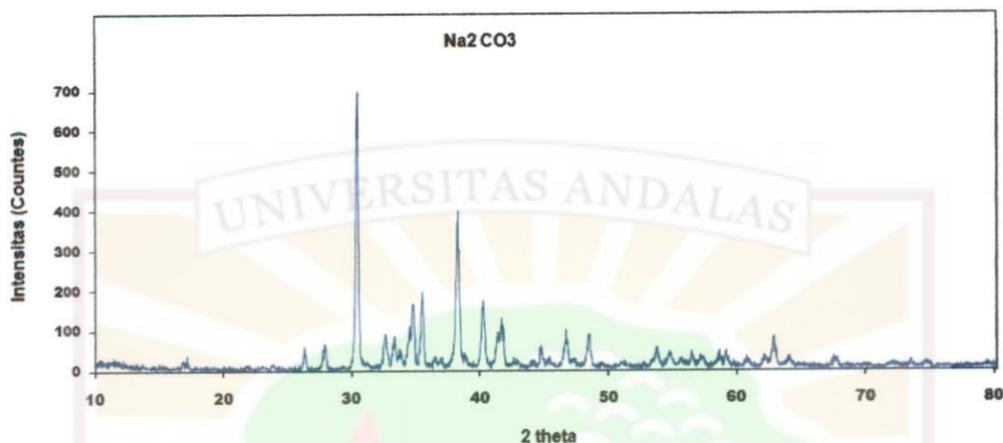
c. Titanium Oksida ( $TiO_2$ )



Gambar 4.3 Pola Difraksi Bahan  $TiO_2$

Dari hasil eksperimen yang telah dilakukan didapatkan data XRD yang terlihat pada Gambar 4.3. Tiga puncak tertinggi yaitu  $25,4^\circ$ ,  $48,082^\circ$ , dan  $37,861^\circ$ . Diwakili oleh jarak antara bidang ( $d$ ) yaitu 3,5037, 1,8908 dan 2,3743. Hal ini juga ditunjukkan pada tabel hanawalt untuk bahan  $TiO_2$ , pada nomor tabel 21-1272 dengan struktur kristalnya tetragonal. Parameter kisinya sebagaimana tercantum pada table hanawalt adalah  $a_o = b_o = 3,7852 \text{ \AA}$ ,  $c_o = 9,5139 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

Puncak-puncak asing yang terlihat pada sudut  $2\theta$  adalah  $54,061$ . Hal ini dimungkinkan adanya kontaminan yang relatif sangat kecil terjadi pada saat kerakterisasi dengan XRD.

d. Mangan Okside ( $MnO_2$ )

Gambar 4.4 Pola Difraksi Bahan ( $MnO_2$ )

Dari hasil eksperimen yang telah dilakukan juga didapatkan data XRD dengan harga jarak antara bidang ( $d$ ) dan intensitas relatif ( $I$ ) sebagaimana ditunjukkan secara lengkap pada Lampiran 4, dari Gambar 4.4 terlihat 3 puncak tertinggi adalah  $28,76^\circ$ ,  $59,4^\circ$ ,  $56,66^\circ$ . Diwakili oleh jarak antara bidang ( $d$ ) adalah 3,1017, 1,551 dan 1,6232.

Ketiga puncak tertinggi dari eksperimen dicocokkan dalam struktur bahan pada tabel hanawlt, yaitu Tabel nomor 24-0735 (Lampiran 4). Dengan struktur kristalnya *tetragonal*. Parameter kisinya sebagaimana tercantum pada table hanawalt adalah  $a_0 = b_0 = 4.399 \text{ \AA}$ ,  $c_0 = 28.74 \text{ \AA}$  dan  $\alpha = \gamma = \beta = 90^\circ$ .

Puncak-puncak asing pada intensitas eksperimen yang diluar tabel hanawalt tidak ada. Pada eksperimen sudah mulai menunjukkan kesamaan

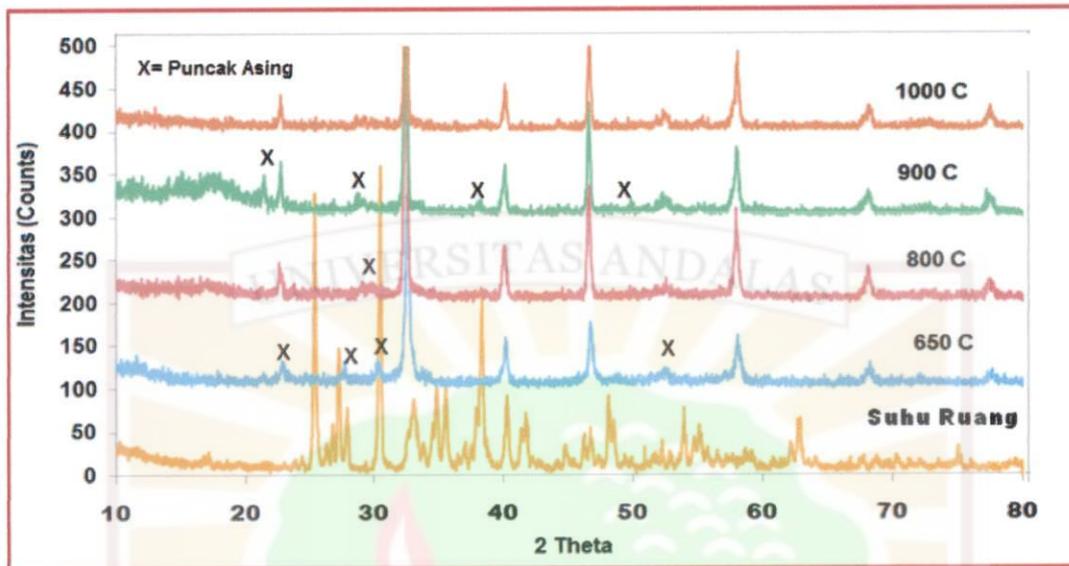
antara data eksperimen dengan data tabel hanawalt, dengan kontaminan yang sangat kecil.

#### 4.1.2 Pemilihan Sampel Terbaik

Dari data XRD terlihat bahan dasar yang digunakan mempunyai kemurnian 99%. Telah dicocokkan dengan tabel hanawalt dengan melihat tiga puncak tertinggi. Untuk meningkatkan kualitas suatu bahan diperlukan pemilihan sampel terbaik. Pemilihan sampel terbaik dilakukan dengan dua cara yaitu:

##### a. Pemilihan Temperatur

Berdasarkan hasil percobaan yang telah dilakukan dapat dijelaskan hasil dari bahan dasar  $Bi_2O_3$ ,  $Na_2CO_3$  dan  $TiO_2$  digerus selama 4 jam dengan harapan selama pengerusan partikelnya semakin kecil dan pencampuran diharapkan homogen, dipelet dengan tekanan 3000 psi dengan perlakuan temperatur sintering yang bervariasi dari suhu  $650^{\circ}C$ - $1000^{\circ}C$ . Proses pemanasan diawali dengan kalsinasi selama 1 jam dan kemudian disintering selama 4 jam. Tujuan dari kalsinasi ini untuk menghilangkan zat-zat pengotor yang berasal dari organik dari bahan tersebut.

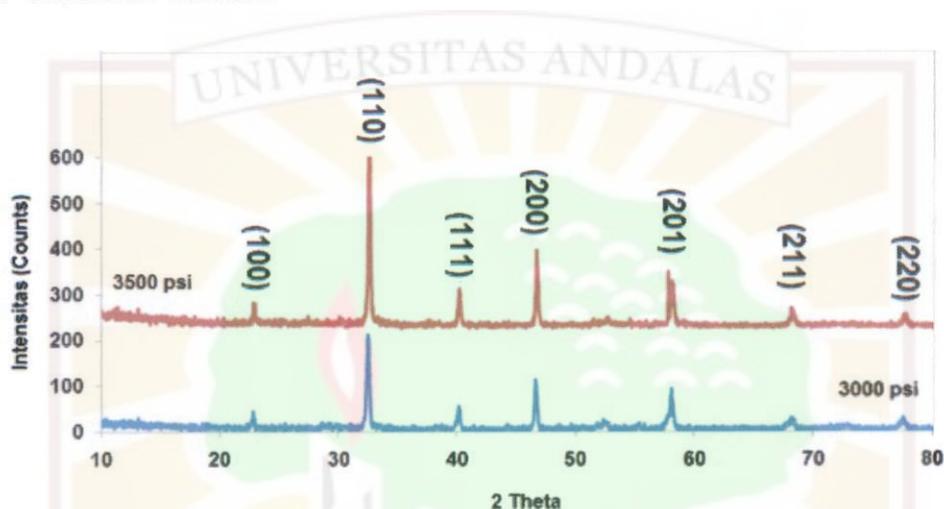


Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-x bahan dasar dan BNT dengan variasi suhu.

Pada Gambar 4.5 pada suhu  $650^{\circ}\text{C}$ , struktur dari  $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$  (BNT) sudah mulai terbentuk, tapi masih menunjukkan adanya puncak asing, dimungkinkan puncak asing ini berasal dari bahan dasar atau dari pengotor lainnya. Dengan adanya pembentukan pola difraksi yang kontras. Pada suhu  $800^{\circ}\text{C}$  menunjukkan bentuk struktur yang relatif baik akan tetapi masih ada indikasi puncak asing. Pada suhu  $900^{\circ}\text{C}$  banyak puncak asing, ini dimungkinkan disebabkan faktor pengerusan atau pun pengaruh elektronik. Kalau dilihat secara seksama antara suhu  $800^{\circ}\text{C}$  dan  $1000^{\circ}\text{C}$ , akan terlihat kemiripan. Tetapi pada suhu  $800^{\circ}\text{C}$  noise agak lebih besar dibandingkan dengan suhu  $1000^{\circ}\text{C}$ . Dari sini dapat disimpulkan pola difraksi yang bagus pada suhu  $1000^{\circ}\text{C}$ . Untuk memperhalus noise tersebut dibuatlah tekanan yang

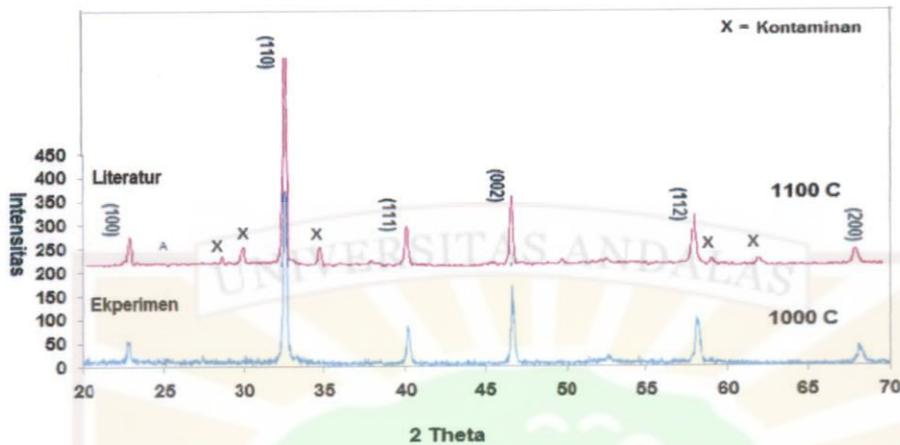
berbeda, asumsi bahwa struktur kristal yang terbentuk menunjukkan partikel yang lebih besar.

b. Pemilihan Tekanan



Gambar 4.6 Pola Difraksi Bahan BNT dengan Perlakuan Tekanan.

Pada Gambar 4.6 dibuat suatu perlakuan yang berbeda dimana suhunya sama tapi tekanan berbeda. Disini terlihat bahwa tekanan 3500 psi pola difraksinya lebih halus atau tajam dari tekanan 3000 psi. Puncak-puncak difraksi lebih tinggi dengan tekanan 3500 psi dari pada 3000 psi, sedangkan sinyal per noise (S/N) lebih baik atau lebih besar pada tekanan 3500 psi dari pada 3000 psi secara kualitatif. Jadi dapat disimpulkan bahwa pada temperatur  $1000^{\circ}\text{C}$  dan tekanan 3500 psi lebih baik dibandingkan dengan yang lainnya.



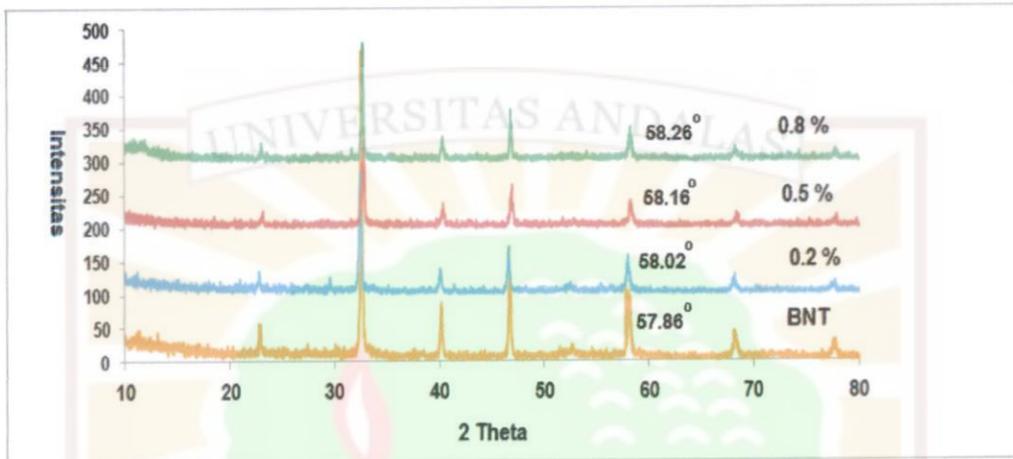
**Gambar 4.7** Pola Difraksi Bahan BNT yang dibandingkan dengan jurnal Rozidawati Awang pada tahun 2009

Pada jurnal Rozidawati Awang terlihat bahwa pada 1100<sup>o</sup> struktur BNT sudah mulai terbentuk dengan kontaminan yang relatif banyak. Kontaminan terbentuk di mungkin adanya bahan dasar yang belum tercampur. Pada eksperimen di dapatkan struktur BNT dengan suhu 1000<sup>o</sup> di mana kontaminan relatif tidak ada.

#### 4.1.3. Sintesis BNT penambahan $MnO_2$

Sintesa dilakukan BNT dengan penambahan  $MnO_2$  ke dalam BNT. Hal ini dirujuk dari jurnal Nagata dan Takenaka 2000, dengan menambahkan  $MnO_2$  dengan fraksi berat 0,2%. Tapi pada eksperimen ini dilakukan penambahan  $MnO_2$  ke dalam BNT, secara bervariasi. Adapun fraksi berat tersebut dimulai dari 0,2 %, 0,5% dan 0,8%. Selanjutnya digerus lebih kurang 4 jam, lalu disinter dengan suhu

1000<sup>o</sup> dan kemudian untuk mengidentifikasi dilakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD.

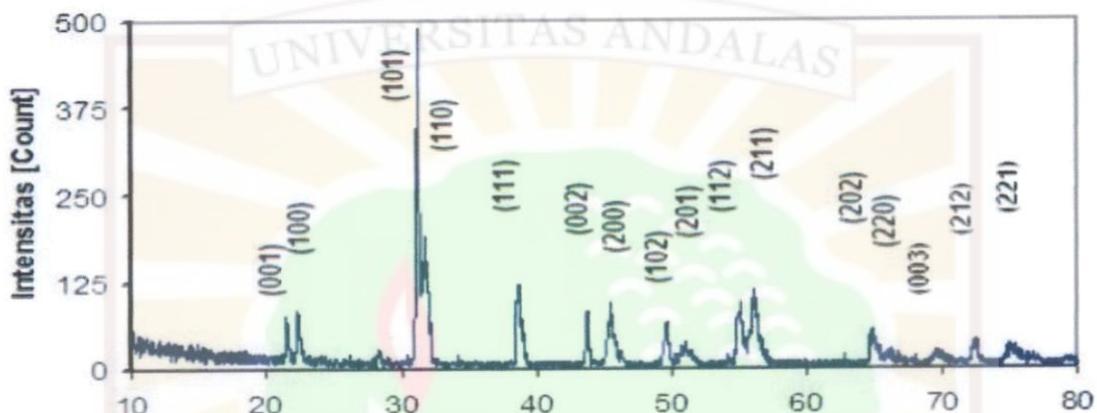


**Gambar 4.8.** Pola difraksi sinar-x dari hasil sintesa BNT dengan penambahan  $MnO_2$  secara bervariasi pada suhu sintering 1000<sup>o</sup>C

Pada Gambar 4.8 menunjukkan pola difraksi yang hampir sama dengan BNT tanpa penambahan  $MnO_2$ . Tetapi kalau dilihat secara seksama terjadi pergeseran puncak difraksi yang terlihat pada pergeseran  $2\theta$ , pada puncak BNT 57,86<sup>o</sup>. Sedangkan untuk penambahn  $MnO_2$  bergeser puncaknya menjadi 58,02<sup>o</sup>, 58,16<sup>o</sup> dan 58,26<sup>o</sup>, seiring dengan penambahan  $MnO_2$  (0,2%, 0,5% dan 0,8%). Pergeseran ini menyebabkan parameter kisi juga berubah. Tentunya harga jarak antar bidang kystal mengalami perubahan.

Hasil eksperimen BNT dengan penambahan  $MnO_2$  terjadi pengabungan atau tranformasi puncak-puncak, dibandingkan dengan puncak-puncak BNT sebelum penambahan  $MnO_2$ , intensitasnya memiliki kesesuaian dengan hasil simulasi yang

dikembangkan oleh Vittayakorn, (2004) berupa *rhombohedral*. Hal ini dapat dilihat dari pola difraksi Gambar 4.9



Gambar 4.9 Bidang-bidang simulasi oleh Vittayakorn tahun 2004

Dengan kata lain puncak-puncaknya tidak mewakili puncak kembar pada sudut-sudut tersebut, maka struktur kristalnya merupakan rhombohedral. Hal ini dapat dilihat dari pola difraksi Gambar 4.8 dan di cocokkan dengan bidang-bidang hasil simulasi dari Vittayakorn,(2004).

Jika kita lihat antara BNT dan BNT yang ditambahkan  $MnO_2$  terjadi pergeseran puncak secara sistematis ke kanan dimana pergeseran  $2\theta$  di setiap puncak berbeda-beda dengan penambahan  $MnO_2$ . Penambahan  $MnO_2$  menunjukkan pergeseran  $2\theta$  semakin ke kanan (besar), puncak-puncak tunggal semakin tidak simetris dan mengindikasikan adanya dua puncak yang tumpang tindih, jika dibandingkan dengan puncak-puncak BNT, sebagai mana terlihat pada Gambar 4.8.

Kemungkinan hal ini membuktikan bahwa struktur Kristal yang terbentuk mengarah ke *tetragonal*. Dengan adanya puncak-puncak kembar atau terindikasi dua puncak tumpang tindih yang disesuaikan dengan hasil simulasi yang dikembangkan oleh N.Vittayakorn dengan file data JCPDS no 73-2022, berupa struktur kristal tetragonal, sudah menunjukkan puncak yang teratur jika dibandingkan dengan puncak-puncak BNT. Parameter kisi kristal rombohedral dan tetragonal secara manual dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)\sin^2\alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2\alpha - \cos\alpha)}{a(1 - 3\cos^2\alpha + 2\cos^3\alpha)} \quad (4.1)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.2)$$

Sehingga diperoleh hasil dari Tabel 4.1 dan 4.2 ini yang dikalkulasi melalui bidang d (100) dan d (110):

**Tabel. 4.1** Perubahan parameter kisi penambahan  $MnO_2$  dengan perbedaan persentase berat dengan rumus *Rhombohedral*

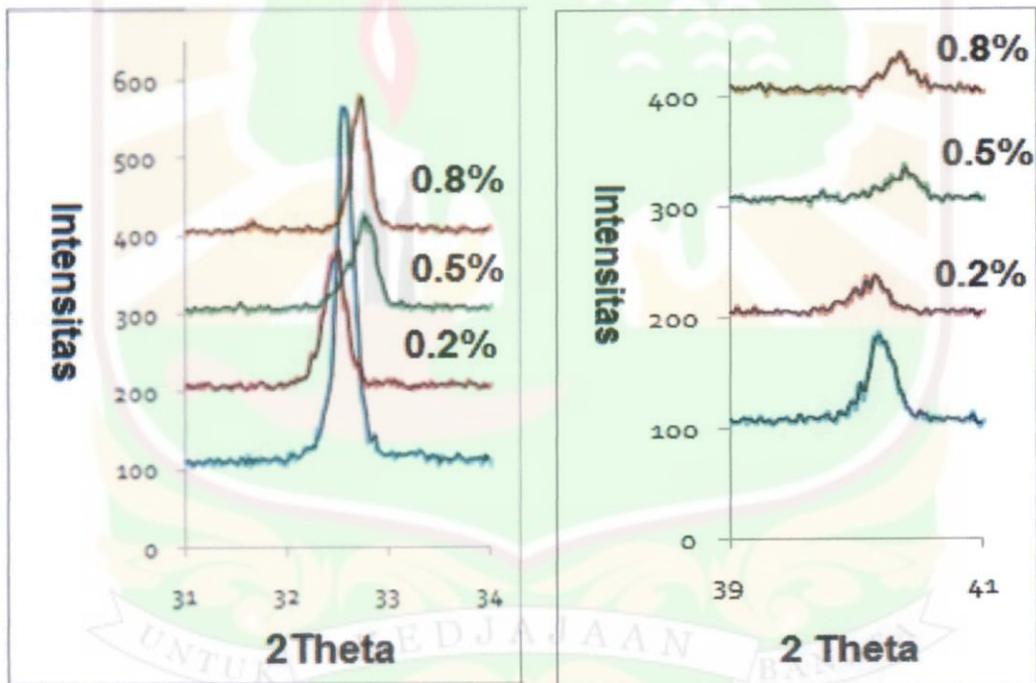
No.	Penambahan $MnO_2$	$2\theta$ (100)	$2\theta$ (110)	D (100)	d (110)	$a_0 = b_0 \neq c_0$	$\alpha = \beta = \gamma$
1	0,2%	22,8	32,5	3,8966	2,7523	3,8966	89,87
2	0,5%	23,06	32,76	3,8532	2,7311	3,85338	90,27
3	0,8%	23,02	32,72	3,8598	2,7343	3,85995	90,21

**Tabel.4.2** Perubahan Parameter kisi penambahan  $MnO_2$  dengan perbedaan persentase berat dengan rumus *Tetragonal*

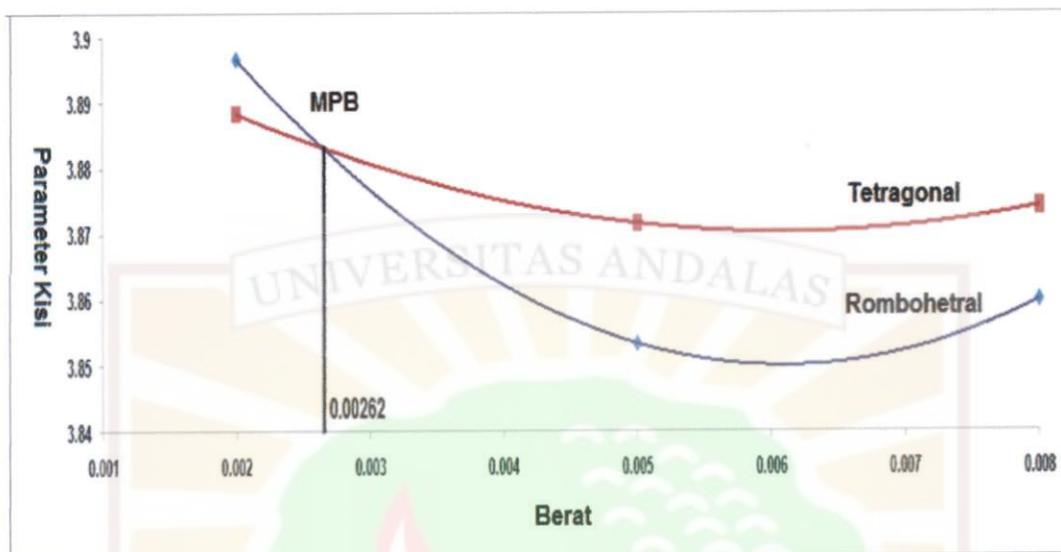
No.	Penambahan $MnO_2$	$2\theta$ (100)	$2\theta$ (110)	D (100)	d (110)	$a_0 = b_0 = c_0$	$\alpha = \beta = \gamma$
-----	--------------------	-----------------	-----------------	---------	---------	-------------------	---------------------------

1	0,2%	22,8	32,5	3,8966	2,7524	3,8883 dan 2,7423	90
2	0,5%	23,06	32,76	3,8533	2,7311	3,8716 dan 3,8635	90
3	0,8%	23,02	32,72	3,8599	2,7344	3,8741 dan 3,8963	90

Pada Gambar 4.8 menunjukkan secara jelas dengan penambahan 0,5% dan 0,8%  $MnO_2$  puncak-puncaknya terlihat tidak simetris, khususnya pada puncak dengan  $2\theta$   $32^{\circ}$ - $33,5^{\circ}$  begitu juga pada  $39,5^{\circ}$ - $41^{\circ}$  terlihat puncak simetris pada bahan BNT dan sedikit relatif pada penambahan 0,2%.



Gambar. 4.10 Pergeseran sudut pola difraksi terhadap persentase berat dengan penambahan  $MnO_2$



**Gambar 4.11** Grafik persinggungan antara *rhombohedral* dan *tetragonal*

Dari perhitungan dan Gambar 4.11 dapat ditunjukkan bahwa semakin ditambah  $MnO_2$  maka parameter kisinya ( $a_0$ ) untuk *rhombohedral* berkurang dengan sudut ( $2\theta$ ) semakin membesar, atau pergeseran puncak ke arah kanan. Sedangkan asumsi untuk *tetragonal* penambahan persentase berat  $MnO_2$  diperbesar, maka parameter kisi ( $a_0$ ) semakin membesar dan pergeseran jarak antara bidang semakin membesar juga pada bidang difraksi yang sama.

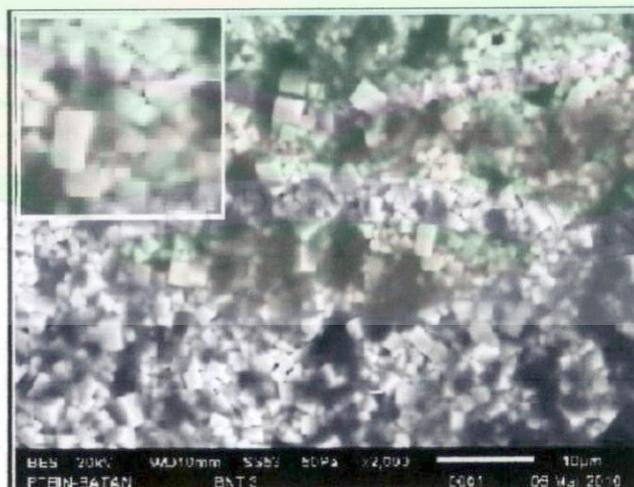
Untuk lebih jelasnya pada Gambar 4.10 menunjukkan adanya puncak tunggal seakan-akan menjadi 2 puncak. Hal ini mengidentifikasi adanya transisi struktur BNT perovskite. Bentuk puncak-puncak pada penambahan 0,2% yaitu masih simetris, yang dominan *rhombohedral*. Pada penambahan 0,5% dan 0,8% seakan akan tidak simetris atau mengidentifikasi adanya tumpang tindih satu puncak menjadi dua puncak namun dominan *tetragonal*. Maka antara penambahan

$MnO_2$  0,5% dan 0,8% adanya transisi dari struktur *rhombohedral* ke struktur tetragonal dengan parameter kisi  $a_0$  yang sama pada 0,00262 fraksi berat dalam arti terjadinya perubahan fasa yang disebut dengan *Morphotropic boundary phase* (MPB).

Dari analisis dimungkinkan bahwa penambahan  $MnO_2$  masih berstruktur perovskite dan bersifat piezoelektrik, keberadaan atom  $MnO_2$  dalam intensitas difraksi, tentunya akan mengalami perubahan relatif, sebagaimana terlihat pada tinggi puncak relatifnya.

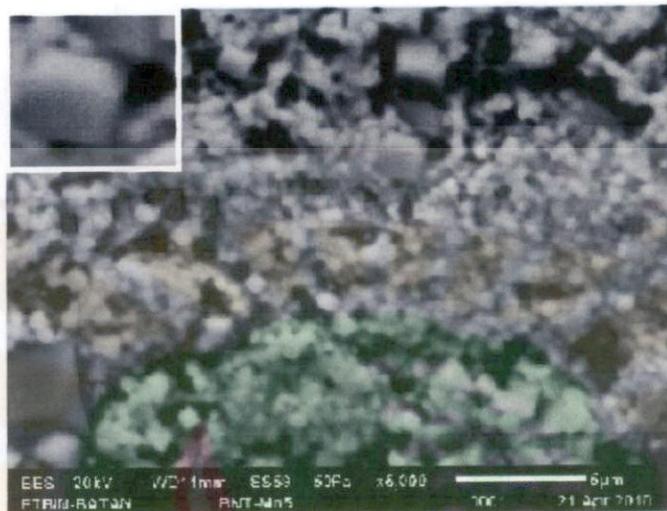
#### 4.2 Scanning Elektron Microscope (SEM)

Secara mikrograph hasil sintesa ini ditunjukkan dengan butiran-butiran yang ada dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*), Pada SEM dapat kita lihat besar partikel BNT yang terbentuk dengan penambahan  $MnO_2$ . Sebagaimana terlihat pada gambar di bawah ini:

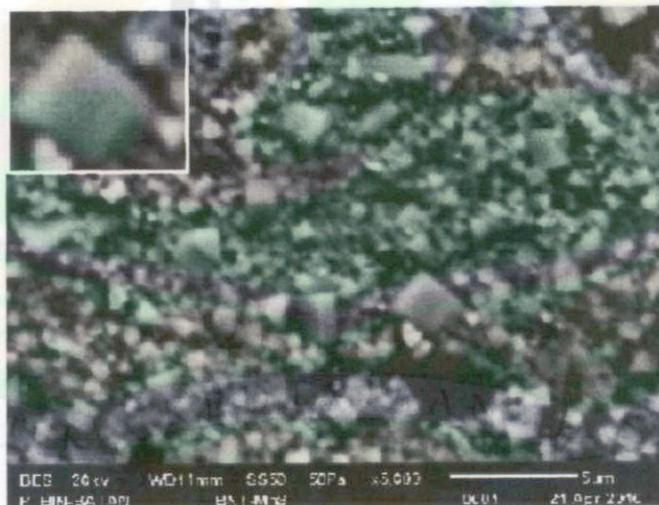


**Gambar 4.12** *Micrograph* hasil sintesa BNT pada suhu 1000

dengan perbesaran 2000X



**Gambar 4.13** *Micrograph* hasil sintesa BNTMn dengan penambahan 0,5%  $MnO_2$  pada suhu 1000 dengan perbesaran 5000X



**Gambar 4.14** *Micrograph* hasil sintesa BNTMn dengan penambahan 0,8%  $MnO_2$  pada suhu 1000 dengan perbesaran 5000X

Dari *micrograph* SEM telah dilakukan yaitu, tampak dengan perbesaran 2000 kali untuk BNT dan perbesaran 5000 kali. Untuk besaran partikel dari BNT

menunjukkan kisaran partikel dari  $0,345 \mu\text{m} - 0,65 \mu\text{m}$ . Setelah penambahan dengan  $\text{MnO}_2$  mengindikasikan besar partikel semakin mengecil. Hal ini dapat kita lihat perkiraan ukuran partikel pada Gambar 4.13 – 4.14 yaitu  $1,23 \mu\text{m} - 3 \mu\text{m}$  dan  $0,87 \mu\text{m} - 2,34 \mu\text{m}$ . Masing-masing dengan penambahan fraksi berat  $\text{MnO}_2$ . Penambahan  $\text{MnO}_2$  bentuk partikelnya masih pada bentuk bersudut atau kotak sebagaimana terlihat pada Gambar 4.13 - 4.14.

Dari EDS/SEM secara kualitatif dapat dilihat pada sintesa BNT dengan penambahan  $\text{MnO}_2$  telah bereaksi secara baik, karena persentase masing-masing partikel  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{MnO}_2$ , eksis secara elemental. Dapat ditunjukkan dari gambar EDS SEM pada Lampiran 5.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 KESIMPULAN

Dari penelitian yang dilakukan dapat kita simpulkan bahwa:

1. Analisa bahan dasar  $Bi_2O_2$ ,  $Na_2CO_3$ ,  $TiO_2$  dan  $MnO_2$  tidak terdapat kontaminan, pada  $TiO_2$  diketahui bahwa ada kontaminasi yang relatif kecil ditunjukkan pada puncak asing  $54.061^\circ$ .
2. Identifikasi stuktur bahan dasar diperoleh  $Bi_2O_2$  berupa struktur kristal monokilik, bahan dasar  $Na_2CO_3$  berupa struktur kristal monoklinik, bahan dasar  $TiO_2$  berupa struktur tetragonal dan bahan dasar  $MnO_2$  berupa struktur kristal tetragonal.
3. Struktur kristal BNT, BNT penambahan  $MnO_2$  Mencirikan struktur perovskite.
4. Pada BNT yang ditambah  $MnO_2$ , semakin ditambah  $MnO_2$  maka puncak semakin bergeser ke kanan, sudut  $\theta$  membesar sehingga  $d$  mengecil dan parameter kisi juga ikut berubah, dan MPB terjadi pergeseran berkisar 0.00262 faksi berat.
5. Penamabahan  $MnO_2$  adanya perubahan struktur kristal dari rombohedral ke tetragonal.
6. Pada SEM terjadinya perubahan ukuran dan bentuk partikel dengan penambahan variasi persentasi berat  $MnO_2$ .

## 5.2 SARAN

Dari penelitian penulis masih banyak yang perlu di teliti antara lain:

1. Untuk analisa perubahan struktur maka diperlukan penambahan  $MnO_2$  yang lebih tinggi
2. Kajian maupun interpretansi struktur BNT dan BNT+  $MnO_2$  diperlukan analisa komputasi yang berupa softwer Rielietveb.
3. Sangat dimungkinkan pengembangan bahan BNT atau BNT+  $MnO_2$  menggunakan metoda *Solid State Reaction* dengan memvariasikan tekanan yang lebih tinggi.
4. Proses homogenisasi perlu ditingkatkan dengan menggunakan alat miling yang penggunaanya lebih lama.
5. Untuk lebih jelasnya, kualitas bahan piezoelektrik ini perlu dilakukan pengukuran kostanta piezoelektrik(D)

## DAFTAR PUSTAKA

- Awang, Rozidawati. 2009. Microstructure and Piezoelektrik Behavior of BNT Ceramics.
- Callister, William D. 2003. *Materials Sciences and Engineering*. New York: J Wiley.
- Cullity B.D., 1978, *Elements of X-Ray Diffraction*, 2<sup>nd</sup> Edition, Addison-Wesley Publishing Company, Inc, Sidney.
- Damjanovic, D. (2001), Piezoelektrik properties of perovskite ferroelectrics: unsolved problems and future research, *Annales de chimie Science des Materiaux*, 26, 99-106 (8)
- Isupov, V., 2005, *Ferroelectric  $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$  and  $\text{K}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$  perovskites and their solid solutions*, *Ferroelectrics*, 315 (1), 147-123.
- Hosono, Y., Harada, K., and Yamashita, Y. 2001, *Crystal Growth and Electrical Properties of Lead-Free Piezoelectric Material ( $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}$ )  $\text{TiO}_3$ - $\text{BaTiO}_3$* , *Japanese Journal of Applied Physics*, 40, 5722-5726.
- Kittel, Charles, 2002, *Introduction of solid State Physics*, 8<sup>th</sup> Ed., John Wiley & Sons, Inc. United State of America.
- N. Vittayakorn, G. Rujiyanagul, T. Tunkasiri, X. Tan, and D.P. Cann, *Mater. Sci. Eng B*[108] (2004) 258-265
- Shrout, T. and Zhang, S. (2007). Lead free piezoelectric ceramics ; Alternatives for PZT, *Journal of Electroceramics*, 19 (1), 111-124.
- Sumari, Wayan, DI., and Zeni, C. 2008, *Sintesis pewarna keramik dari campuran oksida logam  $\text{MgO-Fe}_2\text{O}_3$  dan aplikasinya pada keramik melalui metode spinel dan nonspinel*, BSS-324-1-1-6
- Takeanka, T., Nagata, H. 2001, *Additive effects on electrical properties of  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_2$  ferroelectric ceramic*.
- Park, S.E., Chung, S.J., Kim, I.T., and Hong, K.S. 1994, *Nonstoichiometry and the long-range cation ordering in crystals of  $(\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{TiO}_2$* , *Journal of the American Ceramic Society*, 77 (10), 2641-2647.
- Pronin, I., Syrnikov, P., Isupov, V., Egorov, V., and Zaitseva, N. 1980, *Peculiarities of phase transitions in sodium-bismuth titanate*, *Ferroelectrics*, 25 (1), 395-397.
- Reed-Hill RE. 1973. *Physical Metallurgy Principles* 2<sup>nd</sup>. New Delhi: Affiliat...

Yunasfi. 2001. *Pementukan Keramik titanium untuk peralatan elektronik*. Jakarta: Pusat Pemberdayagunaan Iptek Nuklir (PPdiN), Badan Tenaga Nuklir (BATAN)

<http://www.eeproductcenter.com/showArticle.jhtml>, diakses 26 Desember 2009.

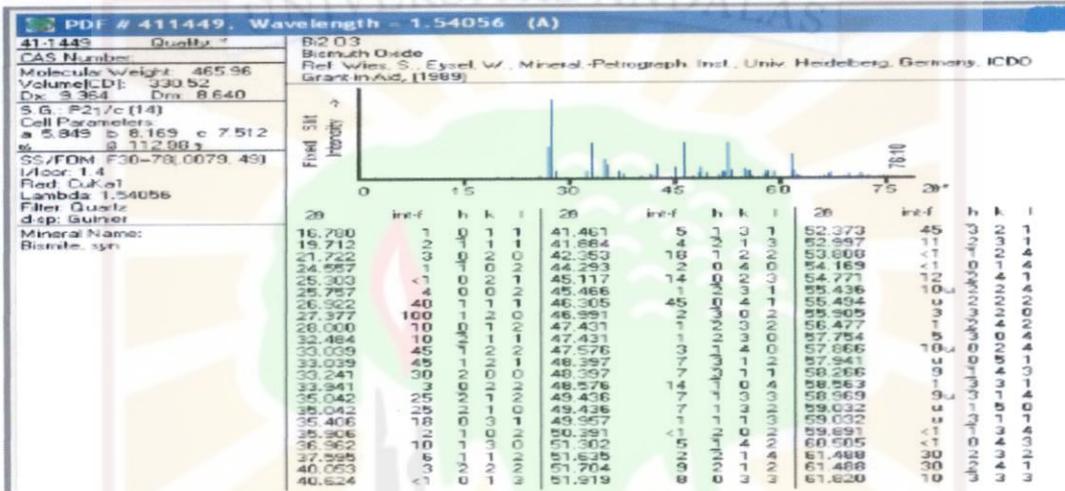
<http://en.wikipedia.org/wiki>, diakses 1 januari 2010.



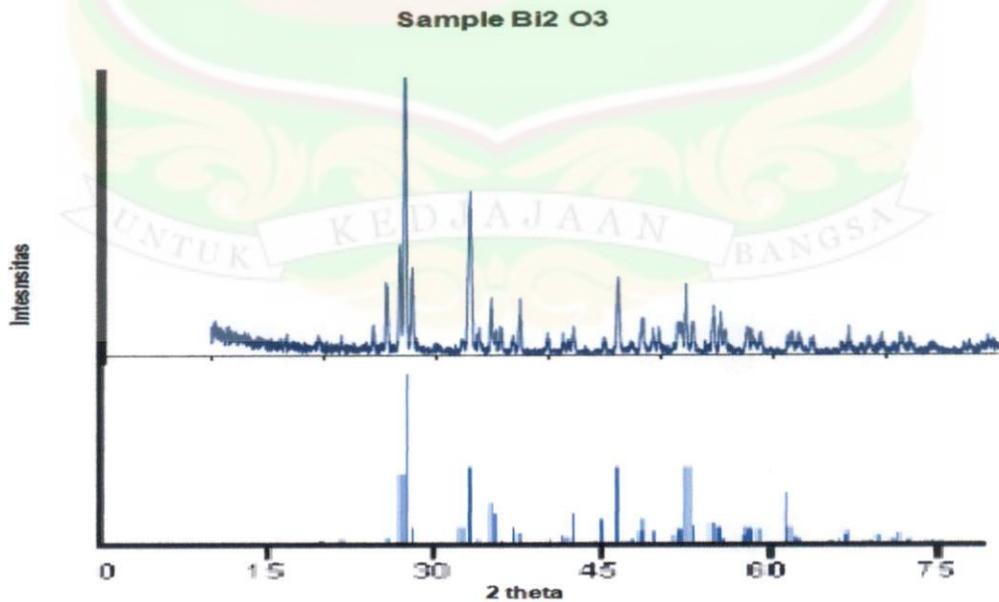
# LAMPIRAN 1

## Tabel Hannawalt

Bismut Oksida ( $Bi_2O_3$ )



Gambar gabungan  $Bi_2O_3$  dengan metode hannawalt dan eksperimen.



Jarak antar bidang (d) dan intensitas (I) dari eksperimen dan Hanawalt 41-1449

Eksperimen		Hanawalt 41-1449 Bismuth	
d(A)	I(%)	d(A)	I(%)
4.5349	4.8	4.5	2
4.1149	3.7	4.088	3
3.642	9.5	3.622	1
3.4743	22	3.456	4
3.3262	34.1	3.309	40
3.2688	100	3.255	100
3.1974	24.9	3.184	10
2.7089	51.6	2.709	45
2.6497	5.5	2.639	3
2.5673	15.8	2.754	10
4.5349	4.8	4.5	2
4.1149	3.7	4.088	3
3.642	9.5	3.622	1
3.4743	22	3.456	4
3.3262	34.1	3.309	40
3.2688	100	3.255	100
3.1974	24.9	3.184	10
2.7089	51.6	2.709	45
2.6497	5.5	2.639	3
2.5673	15.8	2.754	10
1.9173	2.9	1.9152	1
1.8798	9.9	1.8792	7
1.8461	5.5	1.8421	7
1.8274	5.9	-	-
1.773	7.7	1.7687	2
1.7666	8.8	1.7665	9
1.7615	7.7	1.7597	8
1.7491	16.5	1.6094	1
1.7299	9.2	1.7264	11
1.6755	13.6	1.6746	12
1.6582	9.9	1.6561	10
1.6462	7	1.6433	3
1.5964	7.3	1.5922	10
1.5644	4	1.565	9
1.5101	4.8	-	-
1.5021	4.8	1.5068	31

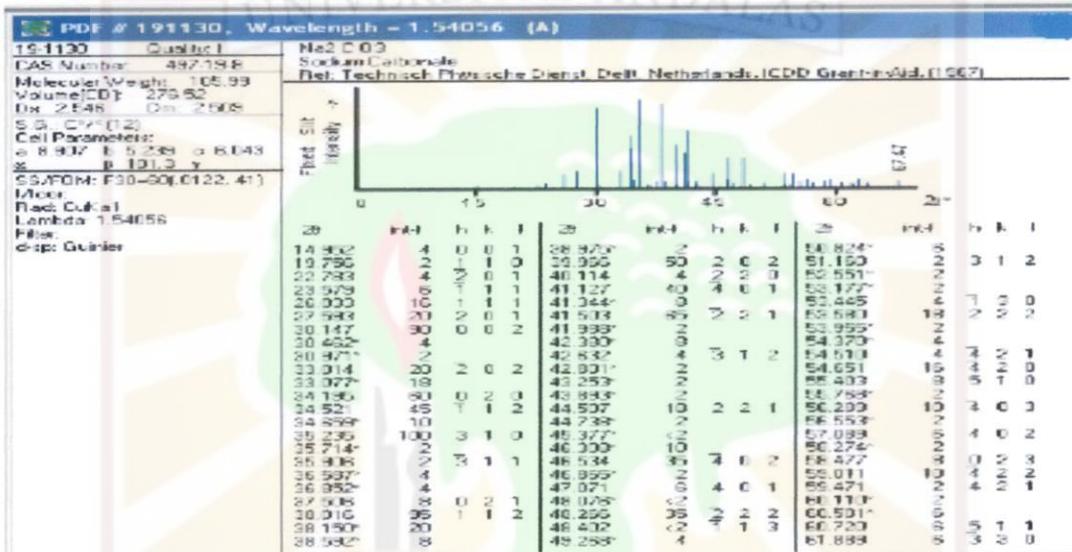
1.4895	5.1	1.4995	10
1.4671	3.7	-	-
1.4618	4.4	-	-
1.4112	2.9	-	-
1.4007	5.9	-	-
1.3811	2.9	-	-
1.3701	4	-	-
1.3669	3.7	-	-
1.3534	2.9	-	-
1.3496	5.9	-	-
1.346	2.6	-	-
1.3213	5.5	-	-
1.3194	4	-	-
1.3077	2.9	-	-
1.2814	2.6	-	-
1.2382	2.6	-	-
1.2322	2.9	-	-



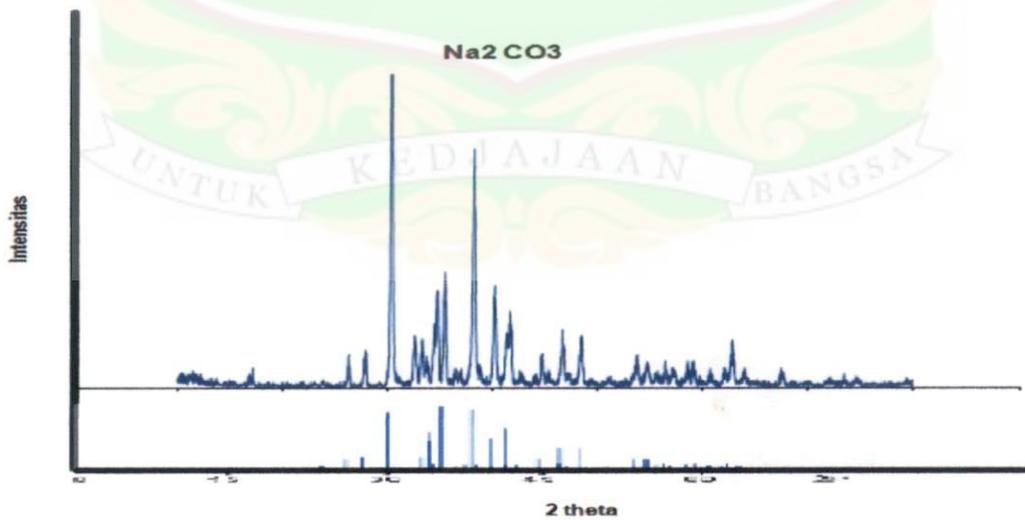
## LAMPIRAN 2

### Tabel Hanawalt

Natrium Carbonat ( $Na_2CO_3$ )



Gambar gabungan  $Na_2CO_3$  dengan metode hanawalt dan eksperimen.



Jarak antar bidang (d) dan intensitas (I) dari eksperimen dan Hanawalt 19-1130

Eksperimen		Hanawalt 19-1130 Natrium	
d(A)	I(%)	d(A)	I(%)
5.2482	2.4	-	-
5.1623	2.6	-	-
4.0693	1.5	-	-
3.3808	6.8	3.42	16
3.1886	9	-	-
2.9322	100	2.932	8
2.8933	2.6	2.885	2
2.7412	12	2.711	20
2.6853	9.9	-	-
2.6436	4.2	2.62	60
2.5975	12.9	2.596	45
2.5758	22.5	2.586	10
2.5239	25.3	2.512	2
2.4596	3.5	2.454	4
2.4325	2.9	2.437	4
2.3493	54.8	2.357	20
2.3168	4.2	2.309	2
2.2382	22.6	2.246	4
2.1782	12.3	2.174	65
2.1622	15.8	2.15	2
2.1186	2.3	2.119	4
2.1034	2	2.111	2
2.0247	6.5	2.024	2
1.9434	11.4	1.95	35
1.9201	2.4	1.937	2
1.8733	11.7	1.879	2
1.7019	7.1	1.709	18
1.6743	4.6	1.678	16
1.6273	3.9	1.626	2
1.6091	2.7	-	-
1.5716	3.8	1.577	8
1.5599	4.9	1.553	2
1.4899	3.5	1.498	6
1.4763	10.5	-	-
1.4504	2.6	-	-
1.385	3.9	-	-

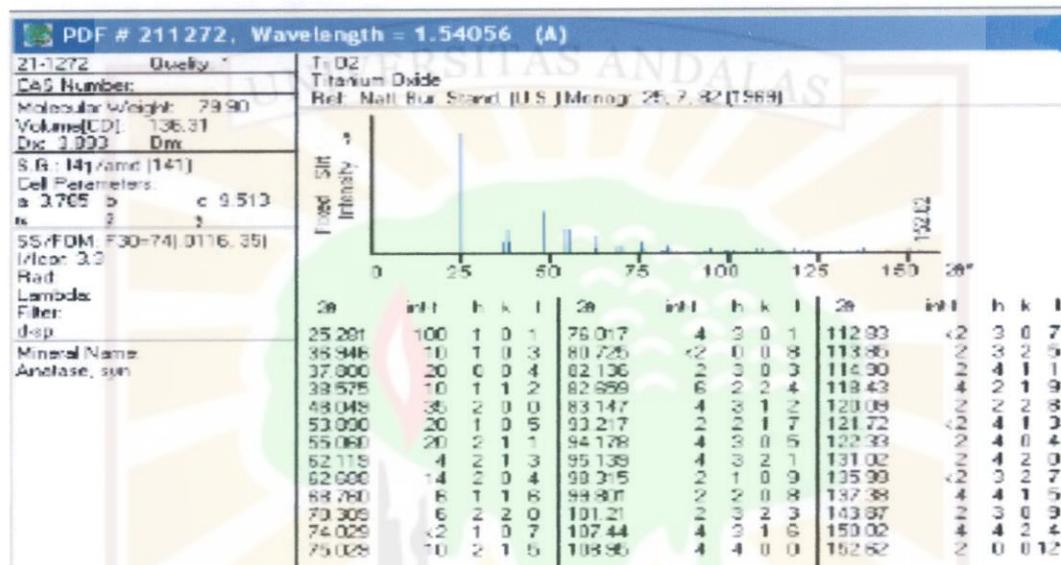
1.3814	3.2	-	-
1.2866	2.4	1.29	6



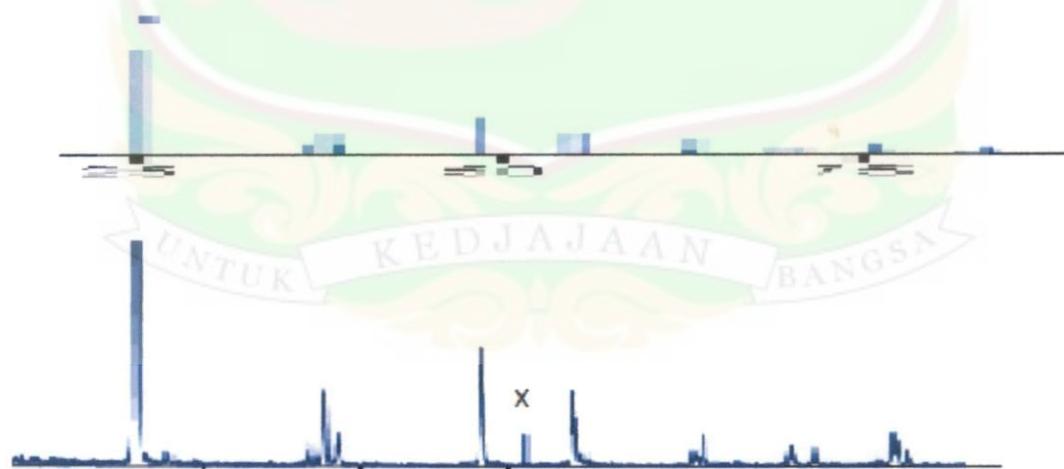
### LAMPIRAN 3

#### Tabel Hanawalt

Titanium Oksida ( $TiO_2$ )

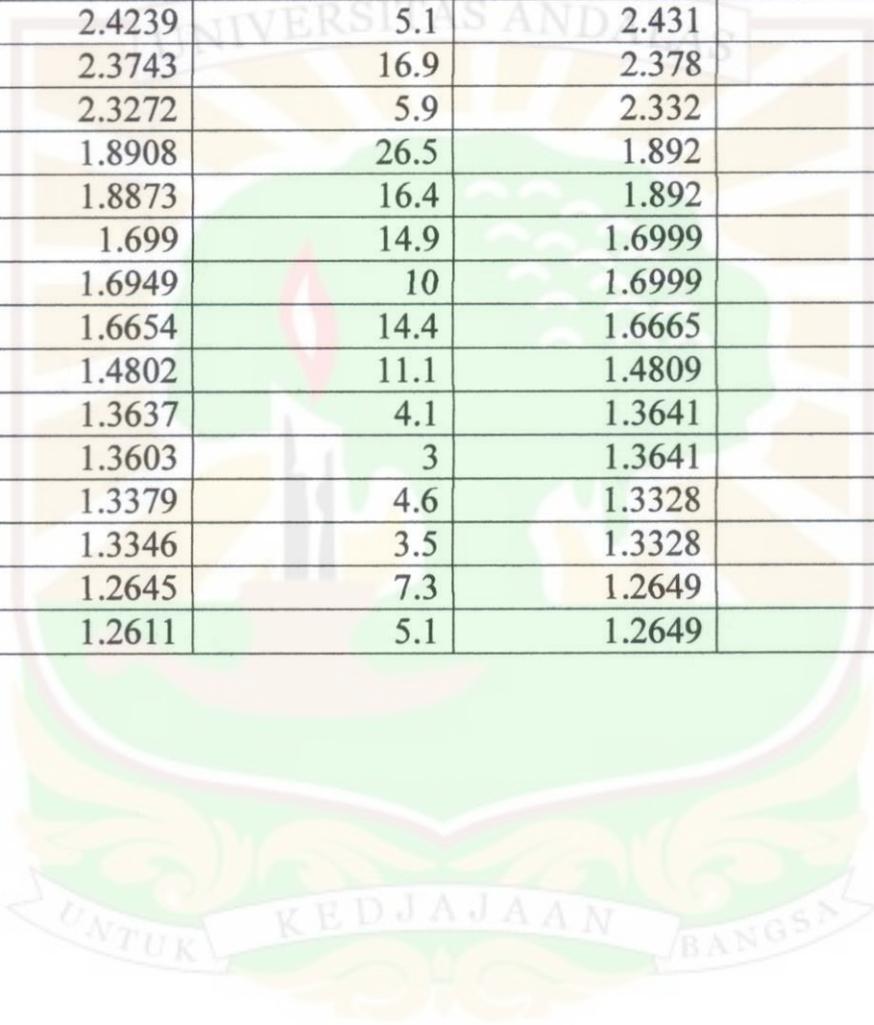


Gambar gabungan  $TiO_2$  dengan metode hanawalt dan eksperimen.



Jarak antar bidang (d) dan intensitas (I) dari eksperimen dan Hanawalt 21-1272

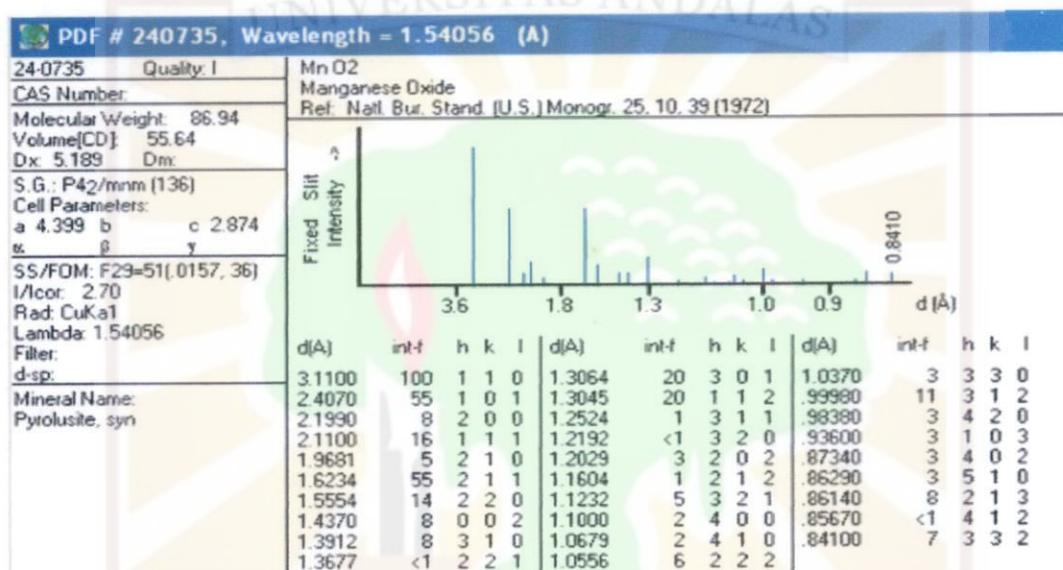
Eksperimen		Hanawalt 21-1272 Titanium	
d(A)	I(%)	d(A)	I(%)
3.5037	100	3.52	100
2.4239	5.1	2.431	10
2.3743	16.9	2.378	20
2.3272	5.9	2.332	10
1.8908	26.5	1.892	35
1.8873	16.4	1.892	35
1.699	14.9	1.6999	20
1.6949	10	1.6999	20
1.6654	14.4	1.6665	20
1.4802	11.1	1.4809	14
1.3637	4.1	1.3641	6
1.3603	3	1.3641	6
1.3379	4.6	1.3328	6
1.3346	3.5	1.3328	6
1.2645	7.3	1.2649	10
1.2611	5.1	1.2649	10



## LAMPIRAN 4

### Tabel Hanawalt

Mangan Oksida ( $MnO_2$ )



Data Hanawalt 24-0735 Maagan

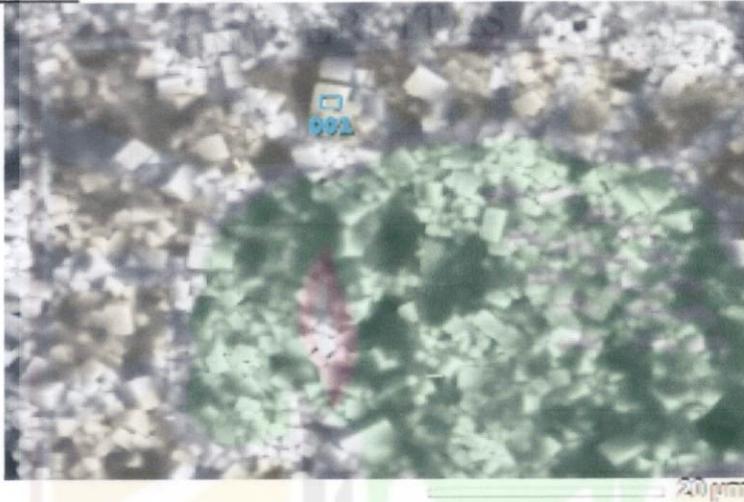
Eksperimen		Hanawalt 24-0735 mangan	
d(Å)	I(%)	d(Å)	I(%)
3.1017	100	3.11	100
3.0579	2	-	-
2.8803	3.7	-	-
2.4013	7.2	2.407	55
2.1975	7.5	2.199	8
1.9635	4.2	1.9681	5
1.6232	2	1.6234	55
1.5551	2	1.5554	14
1.3868	2	1.3912	8
1.3046	1	1.3045	20

## LAMPIRAN 5

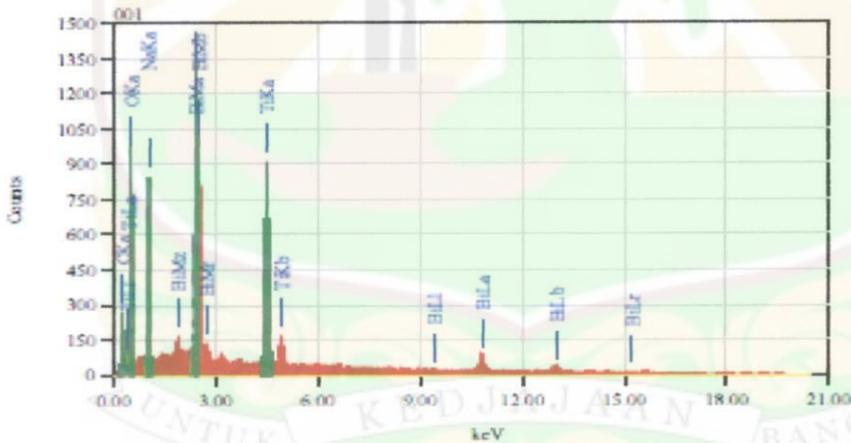
Hasil EDS/SEM sampel BNT di daerah 1 (diambil acak)

**BNT 3 001**

1/1



Title	: IM51
Instrument	: 6510(IA)
Volt	: 20.00 kV
Mag.	: x 2,000
Date	: 2010/03/09
Pixel	: 512 x 384



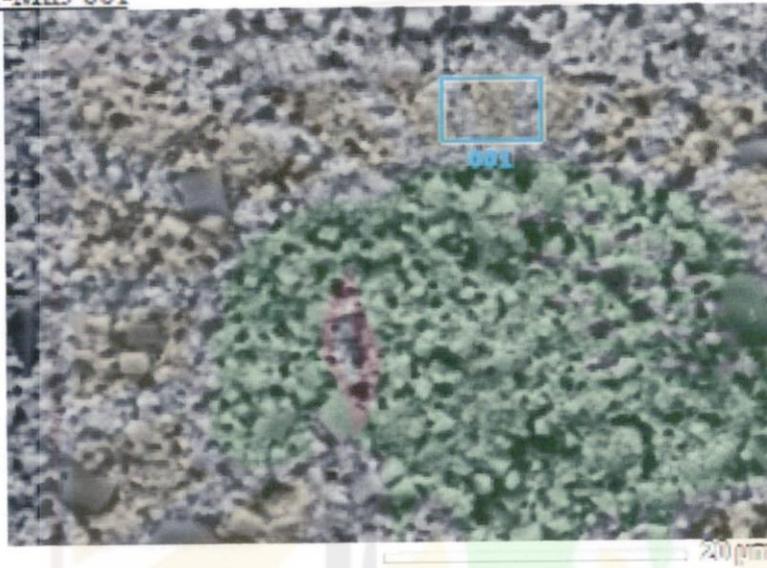
Acquisition Parameter	
Instrument	: 6510(IA)
Acc. Voltage	: 20.0 kV
Probe Current	: 1.00000 nA
PHA mode	: 74
Real Time	: 42.97 sec
Live Time	: 30.00 sec
Dead Time	: 30 %
Counting Rate	: 3475 cps
Energy Range	: 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
Fitting Coefficient : 0.2218

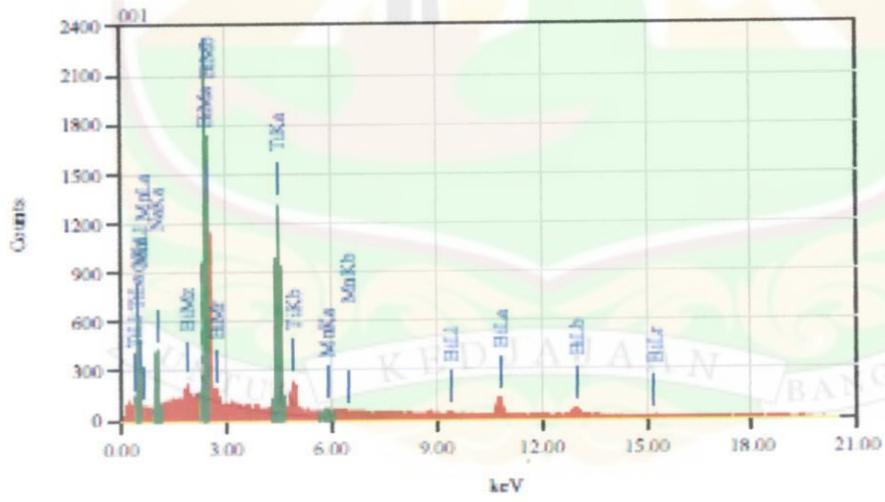
Element	[keV]	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	Z
C K	0.277	8.19	0.05	20.40				3.0619
O K	0.525	26.90	0.12	50.28				26.4734
Na K	1.041	11.02	0.08	14.34				8.7772
Ti K	4.500	15.13	0.09	9.44				19.0227
Bi M	2.419	39.76	0.19	5.55				43.6648
Total		100.00		100.00				

Hasil EDS/SEM sampel BNT +  $MnO_2$  dengan penambahan 0.5% di daerah 1 (diambil acak)

BNT-Mn5 001



Title	: IMG1
Instrument	: 6510(TA)
Volt	: 20.00 kV
Mag.	: x 2,500
Date	: 2010/04/21
Pixel	: 512 x 384



Acquisition Parameter	
Instrument	: 6510(TA)
App. Voltage	: 20.0 kV
Probe Current	: 1.00000 nA
PPA mode	: T4
Real Time	: 48.24 sec
Live Time	: 30.00 sec
Dead Time	: 37 %
Counting Rate	: 4588 cps
Energy Range	: 0 - 20 keV

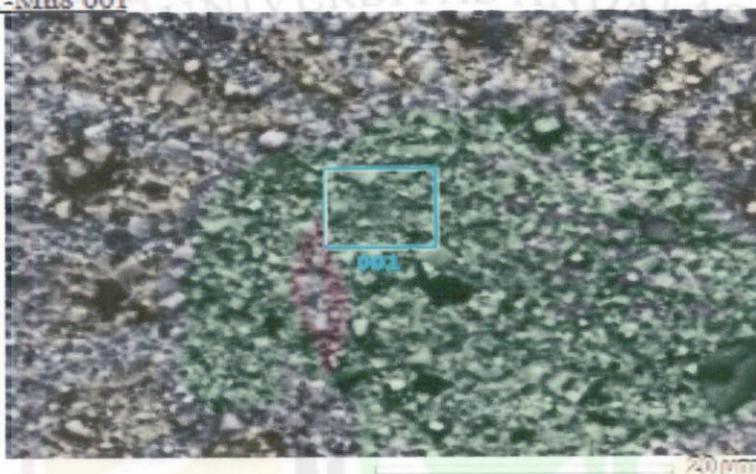
ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
Fitting Coefficient : 0.2543

Element	[keV]	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	Z
O K	0.525	14.95	0.37	52.31				14.7882
Na K	1.041	4.90	0.11	10.53				3.4400
Ti K	4.500	20.93	0.12	25.44				24.4255
Mn K	5.894	0.70	0.20	0.63				0.7913
Ba M	2.419	54.52	0.25	12.00				56.5541
Total		100.00		100.00				

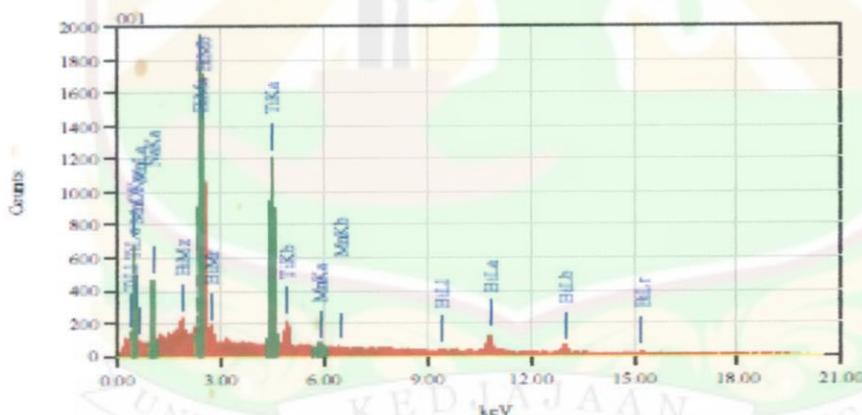
Hasil EDS/SEM sampel BNT +  $MnO_2$  dengan penambahan 0.8% di daerah 1 (diambil acak)

BNT-MnS 001

1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 6510 (IA)  
 Volt : 20.00 kV  
 Mag. : x 2,500  
 Date : 2010/04/21  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 6510 (IA)  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current : 1.00000 nA  
 PMA mode : T4  
 Real Time : 47.80 sec  
 Live Time : 30.00 sec  
 Dead Time : 37 %  
 Counting Rate : 4505 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis  
 Fitting Coefficient = 0.9733

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O	0.525	18.53	0.19	54.01				16.5513
Na	1.041	5.26	0.13	10.82				3.6899
Ti	4.508	21.92	0.15	21.65				23.3850
Mn	5.896	0.67	0.24	0.58				0.7562
Bi	9.419	53.62	0.30	12.14				55.6178
Total		100.00		100.00				