



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 $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT) DENGAN METODA MOLTEN SALT

SKRIPSI



**DONA TRIWAHYUNI
05135032**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG 2010**

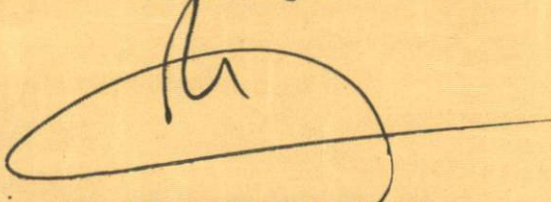
SKRIPSI
SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK
 $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT) DENGAN METODA *MOLTEN SALT*

Yang disusun oleh

DONA TRIWAHYUNI
05 135 032

Telah dipertahankan di depan Dewan Penguji
pada tanggal 03 Agustus 2010
dan dinyatakan telah lulus memenuhi syarat

Pembimbing I



Drs. Alimin Mahyudin, M.Si.
NIP.196106031989011001

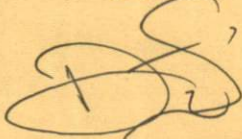
Pembimbing II



Evi Yulianti, M.Si.
NIP.196807201993122002

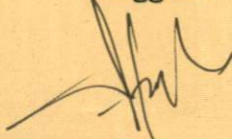
Susunan Tim Penguji :

Ketua



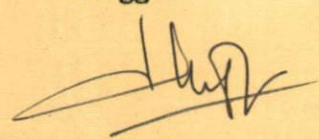
Dr. Dahyunir Dahlan, M.Si.
NIP.196908021994122002

Anggota



Astuti, M.Si.
NIP.198108142005012002

Anggota



Rahmat Rasyid, M.Si.
NIP.196711031998021002



Padang, 30 Agustus 2010

Ketua Jurusan Fisika

FMIPA Universitas Andalas, Padang


Arif Budiman, M.Si.

NIP.19731114 1999031004

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

"Boleh jadi kamu membenci sesuatu, padahal ia amat baik bagimu, dan boleh jadi (pula) kamu menyukai sesuatu, padahal ia amat buruk bagimu. ALLAH mengetahui sedang kamu tidak mengetahui"

(Q.S. Al-Baqarah: 216)

Alhamdulillahirabbil alamin, Terima kasih ya ALLAH.....

Tanpa izin dari-Mu, hamba yakin tak ada satupun yang bisa hamba perbuat setelah banyaknya ujian yang hamba lalui, Akhirnya amanah ini dapat hamba selesaikan dan hamba persembahkan untuk orang-orang yang hamba cintai....Seiring rasa syukur pada-Mu Ya Allah, kupersembahkan setitik keberhasilan ini untuk:

Kedua Orang Tuaku Tercinta

Ayah (Yusri Halim) dan Ibu (Yusmafidar)

Masih ku ingat sebingkai asa, dalam raut wajahmu masih ku ingat sebingkai cita dalam tatapanmu aku tahu, peluh yang kau cucurkan tak kan pernah terbalas, namun sebagai tanda bakti dan terima kasihku atas ribuan do'a yang tiada putus semangat dan air mata serta pengorbanan yang tak henti-hentinya terimalah sepenggal karya ini sebagai buah dari do'a mu, sebagai mutiara dari keringatmu, sebagai berlian dari air mata mu...

I LUV U Pa, Ma.....,,

SaudaraQu tersayang

Bg Doni, Bg Donal, dan Dorez" hidup adalah perjuangan, jd berjuanglah!!!

Someone yang selalu di HATI "Makasih atas kebersamaan perhatian, pengertian, motivasi, bantuan yg bg berikan selama ini...

VISK'05ITAS yang takkan terlupakan

El, Winda, Ami.M, Ami.N, Icha, Risti, Bimby, Dilla Bandit, Isil, Meri Maniz, Dila ko dila n smua yg tak tersebutkan satu persatu....(smuanya tak kan terlupakan, Thanks tuk kebersamaannya selama kuliah, semoga kita semua dapat selalu menjalin silaturahmi.....)

Wassalam,

Dona Triwahyuni

KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan puji dan syukur kehadiran ALLAH SWT, atas rahmat dan karunia-NYA, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi dengan judul “ Sintesis dan Karakterisasi Bahan Piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT) dengan Metoda *Molten Salt*“. Penulisan skripsi merupakan salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana program S1 Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.

Penulis menyadari bahwa tanpa bimbingan, bantuan, dan doa dari berbagai pihak, Tugas Akhir ini tidak akan 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, terutama kepada :

1. Ayahanda Yusri Halim dan Ibunda Yusmalidar yang telah memberikan dukungan moril dan materil, selalu menyertai penulis dengan dorongan semangat, kasih sayang dan do'a tulus.
2. Bapak Drs Alimin Mahyudin, M.Si selaku pembimbing utama.
3. Ibu Evi Yulianti M.Si selaku pembimbing di PTBIN-BATAN kawasan PUSPIPTEK Serpong Tangerang.
4. Bapak Dr. Dahyunir Dahlan, Bapak Rahmat Rasyid M.Si dan Ibu Astuti M.Si selaku tim penguji tugas akhir ini.
5. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Fisika FMIPA UNAND yang telah memberikan pendidikan selama di Jurusan Fisika FMIPA UNAND.

6. Kakandaku tercinta Doni dan Donal serta adindaku tersayang Does semoga kita semua bisa jadi anak yang berbakti.
7. Bapak Prof. Dr. PM Chatar, Mama Mar, Pak Nof (terima kasih atas bantuannya baik moril maupun materil).
8. Teman-teman special q : iel n winda, Ami cumin, ami mentawai, Isil, bg nope, wi2k, meri manis, dila bandit, Ros, mbak Fina, Hendri, Rico, Debby, Ayu, , hendri dan semua anggota Visk05itas.
9. Special buat yang selalu mewarnai hidup ku "BabeQu" terima kasih atas semua semangat, pengertian, dorongan, bantuan dan ketulusannya.
10. Semua pihak yang telah turut serta memberikan dukungan pada penulis yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu. Semoga amalnya dapat balasan yang setimpal dari Allah SWT, Amiin.

Akhirnya, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat untuk kemajuan ilmu pengetahuan. Sebagai suatu hasil penelitian yang dilakukan oleh seorang manusia biasa maka skripsi ini tak luput dari kesalahan dan kekhilafan. Untuk itu penulis harapkan kritik dan saran yang membangun untuk kesempurnaan dari skripsi ini. Atas perhatian penulis ucapkan terima kasih.

Padang, Agustus 2010

Penulis

INTISARI

Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi material piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT) dengan metode *molten salt*. Sintesis BNT dilakukan dalam dua tahap diawali dengan sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$. Kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ diproduksi dalam lelehan garam dengan mencampurkan dua bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 , selanjutnya $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang telah terbentuk ditambahkan dengan Na_2CO_3 berlebih untuk menghasilkan BNT. BNT yang telah disintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fasa, struktur kristal dan ukuran butir kristal dan bentuk morfologi dianalisis dengan SEM. Dengan melakukan variasi proses diantaranya variasi temperatur dan variasi komposisi berat NaCl-KCl, diperoleh temperatur optimal sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ pada 950°C dengan perbandingan berat komposisi NaCl-KCl sama dengan berat campuran Bi_2O_3 - TiO_2 . Sedangkan temperatur optimal untuk sintesis BNT adalah pada 600°C . BNT yang diperoleh mempunyai struktur kristal rhombohedral dengan $a = b = c = 3,884 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90,12243^\circ$. Ukuran butir kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk adalah 16,76916 nanometer sedangkan ukuran butir kristal BNT yang terbentuk adalah 17,13943 nanometer.

Kata kunci : piezoelektrik, $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT), *molten salt*

ABSTRACT

$\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ (BNT) piezoelectric material has been synthesized and characterisation with molten salt method. There are two steps in synthesis process of BNT, the first is synthesis of $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$. Synthesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ crystal were produced by molten salt synthesis with mixture starting materials Bi_2O_3 and TiO_2 , then the crystal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ mixed with excessive Na_2CO_3 so that yield BNT. After that BNT were characterized by X-Ray Diffractometer (XRD) for phase identification, crystal structure, and crystallite size calculation and Scanning Electron Microscope (SEM) to morphology type. By varying process such as temperature and NaCl-KCl composition weight ratio, optimal temperature of synthesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ at 950°C with mixture of NaCl-KCl composition weight and mixture of Bi_2O_3 - TiO_2 composition weight at equal weight, optimal temperature of synthesis BNT at 600°C , structure of the ceramic BNT material is rhombohedral with lattice parameters $a = b = c = 3,884 \text{ \AA}$ and $\alpha = \beta = \gamma = 90,12243^\circ$. The calculated crystallite size of $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ is 16,76916 nanometers and the calculated crystallite size of BNT is 17,13943 nanometers.

Key words : piezoelectric, $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ (BNT), molten salt

DAFTAR ISI

	halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR GAMBAR	iii
DAFTAR TABEL	iv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	3
1.3 Manfaat Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tinjauan Pustaka.....	5
2.2 Landasan Teori.....	6
2.2.1 Bahan Dielektrik.....	6
2.2.2 BNT.....	7
2.2.3 Struktur Kristal BNT.....	9
2.2.4 Bidang Kristal.....	12
2.2.5 Metoda <i>Molten Salt</i>	13
2.2.6 XRD (<i>X – Ray Diffraction</i>).....	14
BAB III METODE PENELITIAN	17
3.1 Tempat dan Waktu.....	17
3.2 Alat dan Bahan.....	17

3.2.1 Alat	17
3.2.2 Bahan	18
3.3 Tata Laksana Penelitian.....	18
3.3.1 Sintesis Bahan.....	18
3.3.2 Karakterisasi.....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	23
4.1 Karakterisasi dengan XRD.....	23
4.1.1 Identifikasi Bahan Dasar.....	23
4.1.2 Analisa pola difraksi sintesa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$	27
4.1.3 Analisa pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan penambahan Na_2CO_3 berlebih.....	31
4.2 Karakterisasi dengan SEM.....	35
4.2.1 Bentuk morfologi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$	35
4.2.2 Bentuk morfologi $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	38
5.1 Kesimpulan.....	38
5.2 Saran.....	38
DAFTAR KEPUSTAKAAN	
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Efek Piezoelektrik.....	7
Gambar 2.2 Sel Satuan Perovskite.....	11
Gambar 2.3 Difraksi sinar-X oleh bidang kristal	15
Gambar 3.1 Tahapan Penelitian.....	22
Gambar 4.1 Pola Difraksi Bahan Dasar Bi_2O_3	24
Gambar 4.2 Pola Difraksi Bahan Dasar Na_2CO_3	25
Gambar 4.3 Pola Difraksi Bahan Dasar TiO_2	26
Gambar 4.4 Pola Difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis cara padat pada temperatur yang bervariasi.....	27
Gambar 4.5 Pola Difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis dengan <i>molten salt</i>	28
Gambar 4.6 Pola Difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ eksperimen dan literatur.....	30
Gambar 4.7 Pola Difraksi campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 dengan perbandingan campuran NaCl-KCl 1 : 2 pada temperatur yang bervariasi.....	31
Gambar 4.8 Pola Difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan penambahan Na_2CO_3 berlebih pada temperatur yang bervariasi.....	32
Gambar 4.9 Pola Difraksi BNT (Xiujie Yi, 2005).....	33
Gambar 4.10 Bentuk morfologi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$	35
Gambar 4.11 Bentuk morfologi $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$	36

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Temperatur Curie beberapa keramik piezoelektrik.....	8
Tabel 2.2 Sel Satuan Konvensional dan 14 Kisi Bravais.....	10
Tabel 3.1 Variasi Temperatur dalam Mensintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$	20

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Piezoelektrik didefinisikan sebagai suatu kemampuan yang dimiliki sebagian kristal maupun bahan-bahan tertentu lainnya yang dapat menghasilkan tegangan listrik jika mendapatkan perlakuan tekanan. Piezoelektrik adalah suatu efek yang reversibel, dimana terdapat efek piezoelektrik langsung (*direct piezoelectric effect*) yaitu produksi potensial listrik akibat adanya tekanan mekanik dan efek piezoelektrik balikan (*converse piezoelectric effect*) yaitu produksi tekanan akibat pemberian tegangan listrik yang menghasilkan perubahan dimensi.

Piezoelektrik ditemukan tahun 1880 oleh Curie bersaudara yaitu Pierre Curie dan Jacques Curie, dimulai dari penemuan kristal SiO_2 dan dilanjutkan dengan penemuan Barium Titanat (BaTiO_3) sekitar tahun 1940-an. Dalam sejarah piezoelektrik, bahan piezoelektrik pertama kali diaplikasikan pada detektor ultrasonik kapal selam pada awal tahun 1920-an.

Material piezoelektrik merupakan material yang dapat membangkitkan tegangan listrik yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber energi. Dikarenakan sifatnya yang unik inilah para peneliti banyak menggunakannya sebagai transduser/sensor, salah satunya adalah transduser yang digunakan pada alat-alat ultrasonografi (USG) di bidang kesehatan.

Pada saat ini bahan-bahan transduser kesehatan banyak menggunakan *Lead Zirconium Titanat* (PZT). Unsur Pb dari PZT merupakan unsur yang bersifat racun. Apabila Pb ini masuk ke dalam tubuh manusia dapat mengganggu proses metabolisme di dalam tubuh. Secara jangka panjang, kontaminasi terjadi karena kerusakan mekanis dari transduser (bocor). Begitu pula hasil samping produk PZT pada industri berupa limbah produksi yang pada gilirannya nanti akan menjadi suatu masalah yang serius dalam penanganannya agar tidak mencemari lingkungan. Hal inilah yang menjadi alasan para peneliti untuk mencari bahan-bahan piezoelektrik alternatif yang bebas Pb.

Berbagai macam bahan keramik piezoelektrik bebas Pb dan ramah lingkungan telah dikembangkan dan diperoleh, salah satunya bahan piezoelektrik tipe *perovskite* yang menjadi kandidat kuat untuk diaplikasikan dikarenakan keanisotropisan sifat piezoelektrik relatif kecil dibandingkan dengan piezoelektrik tipe lain (Keiji, 2001 ; Takeuchi dkk, 2002).

Tipe keramik *perovskite* pertama kali diteliti dan dikembangkan pada tahun 1947 adalah BaTiO_3 (BT) dan menunjukkan sifat piezoelektrik yang cukup kuat. Namun demikian bahan ini mengalami kesulitan dalam aplikasinya karena memiliki rentang temperatur aplikasi (temperatur Curie, T_c) yang relatif rendah yaitu 130°C . Lain halnya dengan tipe keramik *perovskite* Kalium Niobat (KNbO_3) yang memiliki temperatur Curie yang tinggi yaitu 435°C dengan sifat piezoelektrisitas yang kuat tetapi KNbO_3 sulit disintesis dikarenakan penguapan Potasium Oksida selama proses sintering (Kosec, 1975).

Dewasa ini para peneliti mengembangkan bahan piezoelektrik alternatif yang bebas Pb, salah satunya adalah Bismut Natrium Titanat (BNT) yang dapat dipandang sebagai bahan piezoelektrik masa depan. BNT merupakan bahan keramik yang memiliki sifat piezoelektrik kuat, dapat bekerja tanpa penambahan Pb dan memiliki temperatur Curie 320°C (Smolenskii dkk, 1961 ; Takenaka dkk, 1991).

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mensintesis $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ dengan metode *molten salt*.
2. Mengetahui komposisi optimal NaCl-KCl dan temperatur optimal terbentuknya $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$.
3. Mengetahui temperatur optimal terbentuknya $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$.
4. Mengukur ukuran kristalin dari $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ yang telah disintesis.
5. Mengkarakterisasi produk sintesis dengan menggunakan XRD dan SEM.

1.3 Manfaat penelitian

Dengan adanya penelitian ini diharapkan dapat memberikan masukan pada perkembangan metoda sintesis bahan piezoelektrik selanjutnya.

1.4 Batasan Masalah

Permasalahan yang dikaji pada penelitian ini adalah :

1. Sintesis BNT hanya dilakukan dengan metoda *molten salt*.
2. Pengidentifikasian produk sintesis hanya dengan menggunakan XRD dan SEM. XRD digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal dan ukuran kristalinnya, sedangkan SEM digunakan untuk melihat bentuk morfologi dan komposisi kimia bahan yang telah disintesis.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Pustaka

Penelitian tentang sintesis bahan piezoelektrik BNT dengan metoda *molten salt* pernah dilakukan oleh kelompok peneliti yang berasal dari Thailand yaitu Paison Setasowon dkk pada tahun 2005 yang melakukan sintesis BNT dengan memvariasikan temperatur sinteringnya. Sintesis dilakukan dengan waktu sintering selama 12 jam dengan berat campuran NaCl-KCl sama dengan berat campuran bahan dasar $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ dan kecepatan pendinginan $180\text{ }^\circ\text{C/menit}$. Setasewon dkk melakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM. XRD digunakan untuk melihat pola difraksi dan ukuran kristalin BNT yang dihasilkan tanpa melakukan penghitungan terhadap parameter kisi. SEM digunakan untuk melihat bentuk morfologi produk sintesis. Dari percobaan yang dilakukannya didapatkan bahwa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ optimal terbentuk pada temperatur $1000\text{ }^\circ\text{C}$ dan BNT optimal terbentuk pada tempetarur $650\text{ }^\circ\text{C}$ dengan ukuran kristalinnya 80 ± 10 nanometer.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis BNT dengan berat campuran NaCl-KCl sama dan dua kali berat campuran bahan dasar $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ dan temperatur sintesisnya divariasikan dengan waktu sintering selama 4 jam dan dengan proses pendinginan biasa. Pada penelitian ini juga dilakukan karakterisasi dengan XRD dan SEM dilanjutkan dengan menghitung parameter kisinya.

2.2 Landasan Teori

2.2.1 Bahan Dielektrik

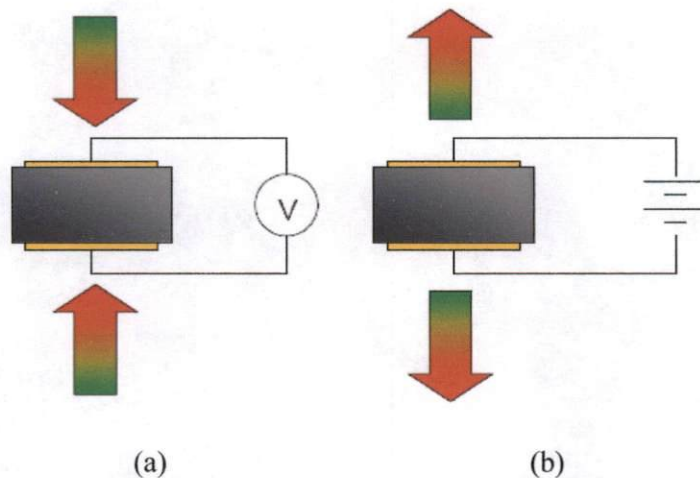
Berbeda dengan konduktor, bahan dielektrik tidak memiliki elektron bebas yang dapat bergerak dengan mudah di dalam material. Elektron di dalam material dielektrik merupakan elektron terikat. Pada suhu kamar, di bawah pengaruh medan listrik pergerakan elektron hampir tidak terdeteksi. Namun pada temperatur tinggi aliran arus bisa terdeteksi jika diberikan medan listrik pada material dielektrik. Arus ini ditimbulkan oleh pergerakan molekul polar yaitu molekul yang membentuk dipol.

Bahan dielektrik adalah suatu bahan yang secara kelistrikan bersifat isolasi dan bisa memperlihatkan struktur dipol listrik, yaitu adanya pemisahan antara muatan listrik positif dan muatan listrik negatif pada tingkatan molekuler atau atomik (Callister, 1994). Sebagian bahan dielektrik merupakan bahan feroelektrik yaitu suatu bahan yang bisa menghasilkan kepolaran (*polarization*) secara spontan. Bahan ini menunjukkan medan listrik permanen, dan ini merupakan sumber konstanta dielektrik yang tinggi.

Hampir semua bahan feroelektrik menunjukkan sifat piezoelektrik yaitu efek tekan listrik. Piezoelektrik merupakan bahan dielektrik yang polarisasinya disebabkan oleh pengaruh gaya dari luar seperti tekanan.

Piezoelektrik berasal dari bahasa Yunani yaitu *piezo* atau *piezein* yang berarti tekan dan *elektrik* yang berarti listrik. Bahan piezoelektrik merupakan suatu bahan yang memiliki kemampuan membangkitkan muatan listrik dalam merespon tekanan mekanis yang disebabkan adanya beda potensial antara sisi-sisi

yang berhadapan pada kristal seperti terlihat pada Gambar 2.1 (a), begitu juga sebaliknya dapat menyebabkan perubahan dimensi bahan dalam merespon medan listrik teraplikasi pada bahan seperti yang terlihat pada gambar 2.1 (b).



(a) **Gambar 2.1** Efek piezoelektrik
 (a) Tekanan menghasilkan tegangan listrik
 (b) Tegangan listrik menyebabkan perubahan dimensi bahan

2.2.2 BNT (Bismut Natrium Titanat)

BNT termasuk material feroelektrik. BNT dikembangkan oleh Smolenski pada tahun 1960. BNT merupakan bahan piezoelektrik yang baik karena mempunyai rentang temperatur Curie yang tinggi dan mempunyai kemampuan bekerja dengan baik walaupun tanpa penambahan Pb (Nagata and Takenaka, 1997). Material BNT sedang dipelajari untuk menggantikan material PZT yang masih mengandung timbal (Pb).

BNT dan keramik piezoelektrik bebas timbal lainnya memiliki sifat piezoelektrisitas dan temperatur Curie (T_c) yang lebih rendah dibandingkan

dengan kelas piezoelektrik berbasis timbal seperti PZT. PZT memiliki temperatur Curie 450°C sedangkan BNT memiliki temperatur Curie 320°C sehingga rentang suhu aplikasi PZT lebih lebar apabila dibandingkan dengan BNT. Temperatur Curie beberapa keramik piezoelektrik dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Temperatur Curie beberapa keramik piezoelektrik

Keramik piezoelektrik	Temperatur Curie (T_c)
$\text{Pb}_x\text{Zr}_{1-x}\text{TiO}_3$ (PZT)	450°C
KNbO_3 (Kalium Niobat)	435°C
$\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT)	320°C
BaTiO_3	130°C

Temperatur Curie adalah temperatur dimana terjadi perubahan fasa dari rhombohedral atau tetragonal menjadi kubik. Di atas temperatur Curie tetapan dielektrik memperlihatkan perilaku Curie-Weiss. Hukum Curie-Weiss memberikan suatu persamaan yaitu permitivitas relatif turun dengan cepat di atas temperatur Curie (Moulson and Herbert, 2003). Penurunan drastis permitivitas relatif tergantung pada batas temperatur Curie dari bahan piezoelektrik yang digunakan (Soukhojak dkk, 2000).

BNT merupakan bahan keramik piezoelektrik yang memiliki tipe kristal *perovskite* ABO_3 . Seperti yang telah disinggung sebelumnya, BNT memiliki sifat piezoelektrik kuat serta temperatur Curie relatif tinggi dibandingkan bahan piezoelektrik bebas timbal lainnya, sehingga BNT menjadi layak dan patut untuk dikembangkan. Rentang temperatur yang lebar ini tidak hanya menguntungkan

pada aplikasi bidang kesehatan, tetapi juga dapat diaplikasikan pada industri-industri aotomotif, minyak dan gas alam maupun pada permukaan mesin-mesin yang relatif panas.

BNT merupakan bahan piezoelektrik bebas Pb (timbal) yang mempunyai temperatur Curie tertinggi dibandingkan bahan piezoelektrik bebas Pb lainnya yaitu 320°C . Keramik BNT mempunyai struktur kristal rhombohedral pada suhu kamar (Park and Hong, 1997 ; Jones and Thomas, 2002).

2.2.3 Struktur Kristal BNT

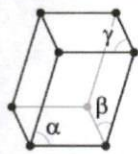
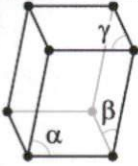
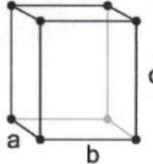
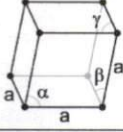
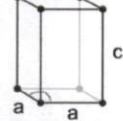
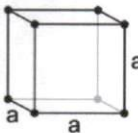
Bahan kristal merupakan suatu bahan yang terdiri dari atom-atom yang tersusun secara berulang dalam pola tiga dimensi dengan rangkaian yang panjang (Cullity, 1978). Pengelompokan atom tersebut dalam kristal menghasilkan simetri distribusi kerapatan elektron dan ukuran pengulangan transisi terkecil bagian tiga dimensi kristal. Bagian ini dikenal sebagai sel satuan, yang merupakan volume terkecil yang mengandung semua informasi struktur dan simetri kristal (Cullity, 1978).

Kisi merupakan pola geometri yang dibentuk oleh atom-atom yang setimbang. Sedangkan basis (konstanta kisi) merupakan dua vektor satuan yang berbeda, diberi simbol **a** dan **b**. 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 α , β dan γ .

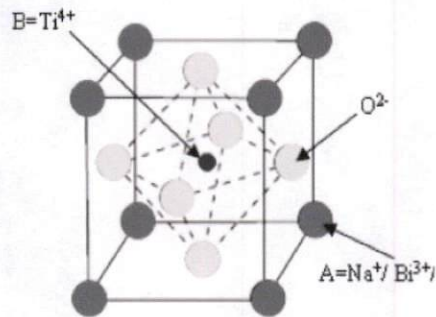
Volume sel satuan ditetapkan oleh tiga kisi a, b dan c dan tiga sudut α , β dan γ . Tujuh bentuk sel satuan yang berbeda bisa dibentuk dari parameter-parameter ini yang dikenal sebagai sel satuan konvensional, dan bila

dikombinasikan dengan posisi atom khusus dengan sel satuan, akan menghasilkan 14 kisi bravais, yang rincinya dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Sel Satuan Konvensional dan 14 Kisi Bravais

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 $a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	- Simple - Base-centered	P C	
Ortorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	- Simple - Base-centered - Face-centered - Body-centered	P C F I	
Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	- Simple - Body-centered	P I	
Trigonal Rombohedral	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ < 120^\circ$	- Simple	P	
Hexagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	- Simple	P	
Kubus	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	- Simple - Face-centered - Body-centered	P F I	

BNT memiliki struktur kristal *perovskite*. Rumus umum dari stuktur kristal *perovskite* adalah ABO_3 (Gambar 2.2). Struktur *perovskite* merupakan salah satu jenis struktur dari material piezoelektrik.



Gambar 2. 2 Sel satuan *perovskite*

Karakteristik struktur *perovskite* ABO_3 dapat dipengaruhi dengan mengontrol keberadaan kation–kation B dan A, sehingga berdampak pada sifat–sifat spesifiknya. Kepiezoelektrisitasan suatu bahan dipengaruhi oleh peranan posisi B dari pada posisi A (Woodward, 1997). Dengan kata lain posisi A dapat dikontribusi dalam penentuan sifat piezoelektrik yang kuat, akan tetapi peranan posisi B jauh lebih kuat. Dalam hal ini, pada struktur BNT posisi B ditempati oleh Ti^{4+} , sedangkan posisi A ditempati oleh Bi^{3+} dan Na^+ .

Sel satuan *perovskite* terdiri dari delapan ion besar A^{a+} , satu ion kecil B^{b+} , dan enam ion O^{2-} . Sel satuan *perovskite* dapat digambarkan sebagai gabungan struktur FCC (*Face Centred Cubic*) dan BCC (*Body Centred Cubic*), dimana ion A^{a+} berada pada sudut sel satuan, dan ion O^{2-} berada pada permukaan sel satuan. Ion B^{b+} menduduki lokasi *interstitial octahedral*. Jika temperatur dinaikkan melebihi temperatur Curie, struktur *perovskite* adalah kubik. Ketika material

diaplikasikan pada suhu kamar dan di atasnya hingga mencapai temperatur Curie terjadi perubahan fase dari kubik ke tetragonal, rhombohedral, dan lain-lain.

2.2.4 Bidang Kristal

Bidang dalam sebuah kristal dapat ditentukan dengan menggunakan aturan-aturan sebagai berikut:

1. Menentukan titik-titik potong dari setiap sumbu kristal tiga dimensi.
2. Membalikkan nilai titik-titik potong tersebut dengan menjadikan penyebut suatu pecahan yang memiliki nilai pembilang 1.
3. Nilai dari ketiga bilangan tersebut dibuat dalam bentuk $\langle hkl \rangle$, yang disebut dengan indeks Miller.

Jarak bidang kristal diperlukan dalam menganalisis sebuah kristal. Jarak bidang kristal merupakan panjang garis yang diambil secara tegak lurus antara 2 bidang kristal yang sama dalam sebuah kristal. Penentuan jarak antara bidang kristal bergantung pada sistem kristal yang dimiliki, karena setiap sistem kristal memiliki rumus jarak bidang kristal yang berbeda. BNT memiliki sistem kristal tetragonal, atau rhombohedral, sehingga jarak bidang kristal diberikan oleh persamaan berikut:

Untuk tetragonal :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.1)$$

Untuk rhombohedral :

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

Keterangan: d_{hkl} = jarak bidang kristal
 a dan c = parameter kisi

h, k dan l = indeks Miller bidang kristal

2.2.5 Metoda *molten salt*

Sifat piezoelektrik suatu material dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya kemurnian, kehomogenan, ukuran kristal dan sistem kristal. Faktor-faktor tersebut sangat dipengaruhi oleh metoda yang digunakan dalam mensintesis material piezoelektrik.

Sintesis bahan piezoelektrik dapat dilakukan dengan dua metoda yaitu dengan metoda konvensional atau disebut juga dengan metoda kering atau *solid state reaction* dan metoda kimia atau dikenal juga dengan metoda basah.

Metoda kering merupakan suatu metoda untuk mensintesis suatu bahan yang reaksinya dilakukan dalam fasa padat. Metoda ini relatif sederhana yaitu hanya dengan mencampurkan semua bahan dasar kemudian dikompaksi (ditekan) dilanjutkan dengan proses sintering pada temperatur tertentu sehingga terbentuk bahan yang diinginkan. Namun metoda ini mempunyai beberapa kekurangan diantaranya dibutuhkan temperatur sintering yang lebih tinggi, bahan yang didapat kurang homogen, dan kemurniannya relatif rendah dibandingkan dengan metoda basah.

Dengan metoda basah semua kekurangan dari metoda kering tersebut dapat diatasi namun dibutuhkan bahan tambahan untuk mempercepat reaksi dan prosedur pengerjaannya menjadi lebih panjang. Metoda basah dapat dibagi tiga yaitu metoda *solgel*, hidrotermal dan *molten salt*. Sintesis bahan dengan metoda *solgel* dan hidrotermal relatif sulit dilakukan karena bahan-bahan kimia yang digunakan pada metoda ini sulit didapat dan dibutuhkan biaya yang tinggi untuk

mensintesis bahan dengan metoda ini. Sedangkan dengan *molten salt* hanya dibutuhkan bahan tambahan seperti NaCl dan KCl yang mudah didapat dan harganya pun relatif terjangkau.

Metoda *molten salt* merupakan suatu metoda yang digunakan untuk mensintesis suatu bahan dimana proses sintesis terjadi dalam lelehan garam. *Molten salt* dapat dibuat dengan mencampurkan Natrium klorida (NaCl) dan Kalium klorida (KCl), kemudian dipanaskan dengan temperatur yang lebih tinggi dari titik lelehnya yaitu lebih tinggi dari 801°C , sehingga garam tersebut meleleh (mencair). Lelehan garam ini mempunyai kemampuan seperti air yaitu dapat berfungsi sebagai pelarut dan katalis.

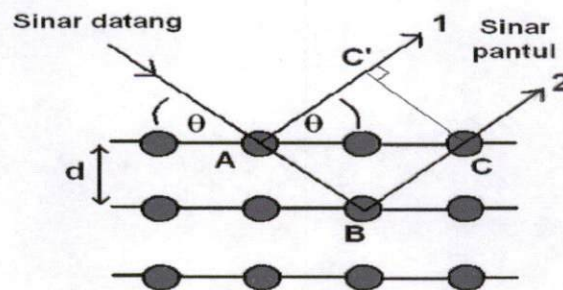
Metoda *molten salt* memiliki banyak keunggulan jika dibandingkan dengan metoda konvensional (cara padat) diantaranya yaitu bentuk dan ukuran kristal yang dihasilkan dapat dikendalikan, tingkat kehomogenan campuran bahan lebih tinggi, temperatur sintesisnya lebih rendah dan tingkat keberhasilannya lebih tinggi.

2.2.6 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Pola difraksi sinar-X dapat digunakan dalam analisis kualitatif (identifikasi fasa) dan kuantitatif material. Pada waktu suatu material dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling

menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi.

Hukum Bragg merupakan rumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi. Berkas sinar-X monokromatik yang datang pada permukaan kristal akan dipantulkan, dan pantulan terjadi hanya jika sudut datangnya mempunyai sudut tertentu (Gambar 2.3).



Gambar 2.3 Difraksi sinar-X oleh bidang kristal

Alat *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengetahui struktur kristal, perubahan fasa dan ukuran kristalin. Metode XRD berdasarkan sifat difraksi sinar X, yaitu hamburan cahaya dengan panjang gelombang λ saat melewati kisi kristal dengan sudut datang θ dan jarak antar kristal sebesar d . Data yang diperoleh dari metoda karakterisasi XRD adalah sudut hamburan (sudut Bragg) dan intensitas. Hal yang perlu diperhatikan pada metoda XRD yaitu posisi difraksi maksimum, intensitas puncak dan distribusi intensitas sebagai fungsi dari sudut difraksi.

Berkas sinar pantul akan saling berinterferensi pada detektor dan terjadi interferensi konstruktif hanya jika perbedaan lintasan antara sinar 1 dan sinar 2 sama dengan bulat dari panjang gelombang.

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (2.3)$$

dengan : d = jarak bidang kristal
 θ = sudut difraksi
 n = orde difraksi ($n = 1, 2, 3, \dots$)
 λ = panjang gelombang sinar-X ($\lambda \approx 1,5404 \text{ \AA}$)

Persamaan ini disebut sebagai Hukum Bragg. Pantulan Bragg hanya terjadi untuk gelombang dengan $\lambda \leq 2d$, dan itulah sebabnya cahaya tampak tidak dapat digunakan dalam hal ini.

Sudut θ yang ditentukan berdasarkan Persamaan (2.3), untuk jarak antar bidang d dan λ tertentu merupakan sudut unik terjadinya pantulan. Pada sudut yang lain, berkas sinar pantul akan saling berinterferensi destruktif satu sama lain, sehingga pantulan efektifnya nol. Data yang diperoleh dari pengukuran difraksi adalah sudut difraksi 2θ dan intensitasnya $I(2\theta)$ pada sudut pantul yang sesuai. Pantulan $n = 1, 2, 3, \dots$ berturut-turut disebut pantulan orde pertama, orde kedua, orde ketiga, ... dan seterusnya. Semakin tinggi orde pantulan semakin rendah intensitas pantulnya. Istilah difraksi lebih banyak dipakai dalam hal ini dari pada pantulan, sehingga sebutan lazimnya "difraksi sinar-X" (Cullity, 1978).

Dari pola difraksi yang didapat dengan karakterisasi yang menggunakan alat XRD, dapat dilakukan penghitungan terhadap ukuran kristalin suatu bahan dengan menggunakan rumus Debye-Scherrer yaitu sesuai dengan Persamaan 2.4.

$$t = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta} \quad (2.4)$$

Dimana : t = diameter partikel
 B = lebar setengah puncak maksimal dalam rad 2θ
 θ = sudut Bragg

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan selama 3 bulan di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN), Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah :

1. Neraca digital yang memiliki ketelitian yang tinggi ($\pm 0,0001$ gram) digunakan untuk menimbang bahan dasar.
2. Mortar dan lumpang digunakan sebagai tempat penggerusan.
3. Spatula berfungsi sebagai sendok dan pengaduk.
4. *Crucible* (cawan porselin) sebagai wadah bahan uji.
5. *Magnetic stirrer* sebagai sumber panas dan pengaduk saat proses pencucian.
6. Tungku pemanas dengan merk *Thermolyne 48000 furnace* untuk proses kalsinasi dan sintering.
7. Peralatan gelas sebagai wadah saat proses pencucian.
8. Difraktometer sinar-X merek PHILIPS tipe APD 3520 digunakan sebagai alat karakterisasi untuk melihat pola difraksi.

9. SEM merek JEOL JSM-6510LA digunakan sebagai alat karakterisasi untuk melihat bentuk morfologi dan kandungan kimia yang terdapat dalam bahan.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah :

1. Bismut Oksida (Bi_2O_3)(ABCR, Puratrem AB106142, Jerman) dengan kemurnian 99.999 %.
2. Titanium Oksida (TiO_2)(stream chemical inc no. 93. 2207, Jerman) dengan kemurnian 99,99%.
3. Natrium Karbonat (Na_2CO_3)(1.06392.1000, Jerman) dengan kemurnian 99.999%.
4. NaCl (ABCR, Jerman) dengan kemurnian 99.999%.
5. KCl (ABCR, Jerman) dengan kemurnian 99.999%.
6. Larutan AgNO_3 .
7. Aquades.

Semua bahan dari no 1 sampai no 5 berbentuk serbuk.

3.3 Tata Laksana Penelitian

3.3.1 Sintesis Bahan

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis kristal BNT dengan metoda basah yaitu dengan metoda *molten salt*, kristal BNT disintesis dalam dua tahap, diawali dengan sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dalam lelehan garam yaitu campuran NaCl–

KCl. Selanjutnya $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk ditambahkan dengan Na_2CO_3 sehingga terbentuk BNT.

Prosedur pembuatan $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ (BNT) diawali dengan pembuatan $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$. $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dibentuk dalam larutan garam dengan mencampurkan 2 bahan dasar yaitu Bi_2O_3 dan TiO_2 .

Kedua bahan Bi_2O_3 dan TiO_2 ditimbang dan dicampur secara stokiometri. Selanjutnya digerus selama 4 jam agar kedua bahan menjadi homogen. NaCl dan KCl ditimbang dengan perbandingan mol 1 : 1. Seperti halnya Bi_2O_3 dan TiO_2 , NaCl dan KCl juga dihomogenkan dengan cara menggerusnya. Campuran bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 yang telah digerus dicampurkan dengan campuran garam NaCl-KCl yang beratnya sama dan dua kali berat campuran Bi_2O_3 - TiO_2 . Kemudian campuran ini dipanaskan pada berbagai temperatur selama 4 jam. Untuk menghilangkan garamnya, maka campuran yang telah disinter tersebut dicuci dengan menggunakan air panas dan di tes dengan larutan AgNO_3 untuk memastikan bahwa sudah tidak ada lagi garam dalam campuran dan yang tersisa hanyalah $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$. Selanjutnya $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang telah dicuci dikeringkan. Ukuran dan bentuk kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang sudah diproduksi dilihat dengan XRD dan SEM. Untuk lebih jelas berikut merupakan tabel variasi temperatur yang dilakukan dalam mensintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$.

Tabel 3.1 Variasi Temperatur dalam Mensintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$

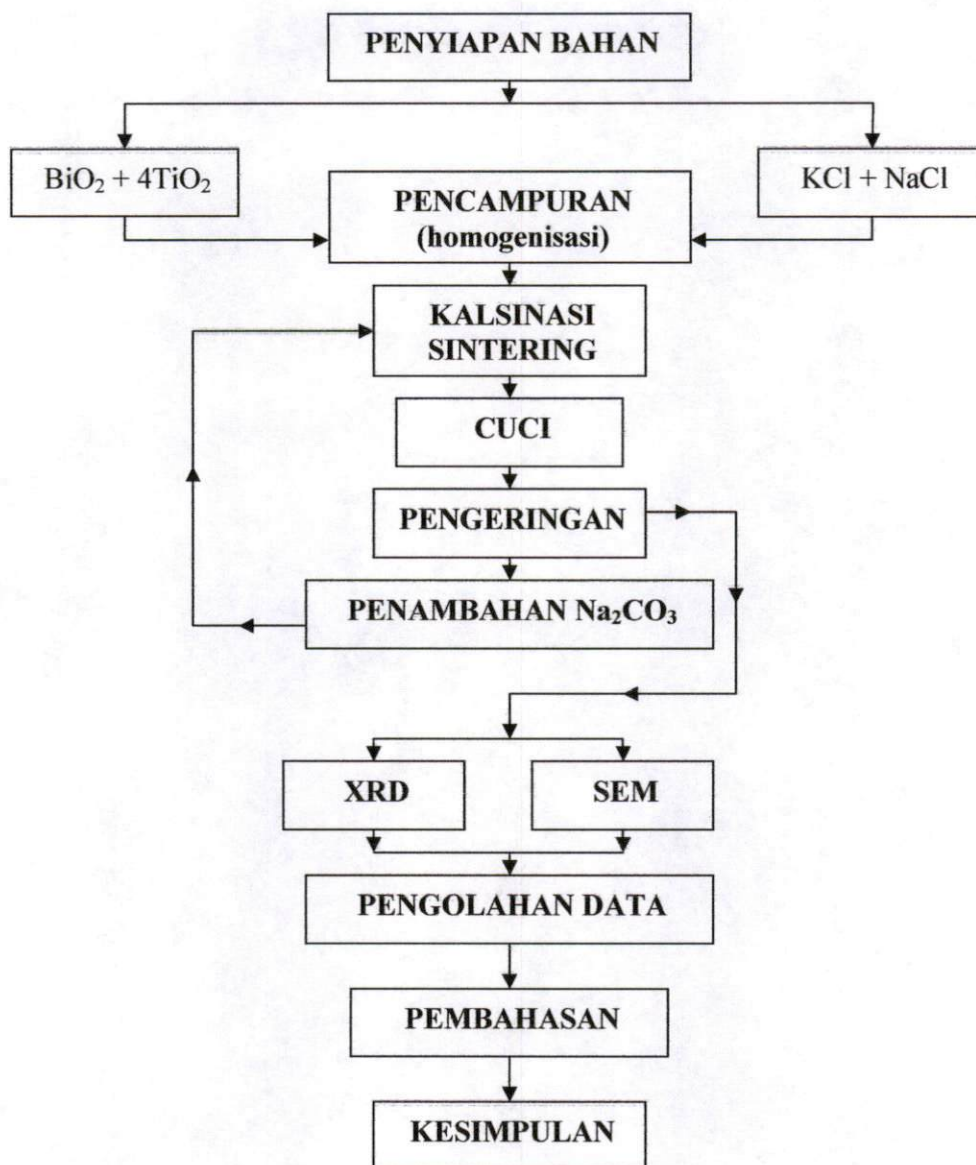
Berat NaCl-KCl	Temperatur ($^{\circ}\text{C}$)
Tanpa garam atau tanpa NaCl-KCl	800
	950
	1000
	1100
Sama dengan berat campuran $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$	800
	950
	1000
	1100
Dua kali berat campuran $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$	800
	950
	1000
	1100

Selanjutnya kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk dicampurkan dengan Na_2CO_3 berlebih ($> 50\%$ dari berat) dan digerus selama 4 jam. Setelah campuran kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dan Na_2CO_3 homogen, campuran tersebut disinter dengan temperatur bervariasi mulai dari 600°C , 650°C , dan 700°C . Kelebihan bahan Na_2CO_3 selanjutnya dapat dihilangkan dengan mencucinya dengan air panas sehingga bahan Na_2CO_3 yang tidak bereaksi akan terbuang dan yang tersisa adalah bahan $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT) murni.

3.3.2 Karakterisasi

Karakterisasi sampel dilakukan dengan menggunakan XRD dan SEM. XRD digunakan untuk melihat pola difraksi dan ukuran butir kristal, sedangkan bentuk morfologi dan analisa semi kuantitatif dilihat dengan SEM. Kedua alat ini tersedia di PTBIN BATAN Serpong, Tangerang.

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

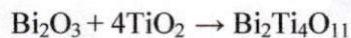


Gambar 3. 1 Tahapan Penelitian

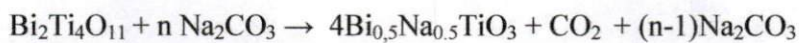
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Telah dilakukan proses sintesis BNT dengan metoda *molten salt*. Sintesis dilakukan dengan dua tahap. Diawali dengan tahap awal yaitu sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan mencampurkan dua bahan dasar yaitu Bi_2O_3 dan TiO_2 . Sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ terjadi dalam dalam lelehan garam. Adapun reaksi yang terjadi adalah :



Selanjutnya kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang telah terbentuk dicampurkan dengan Na_2CO_3 berlebih ($> 50\%$ dari berat $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$) agar seluruh kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ bereaksi sempurna dengan Na_2CO_3 membentuk BNT yang bersifat piezoelektrik. Na_2CO_3 yang tidak bereaksi dapat dibuang dengan cara mencucinya dengan air panas. Persamaan reaksi proses pembuatan BNT yaitu :



Sintesis BNT dilakukan dengan menvariasikan temperatur sintering dan berat campuran NaCl-KCl agar diperoleh bahan $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$. Setelah BNT terbentuk, selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

4.1 Karakterisasi dengan XRD

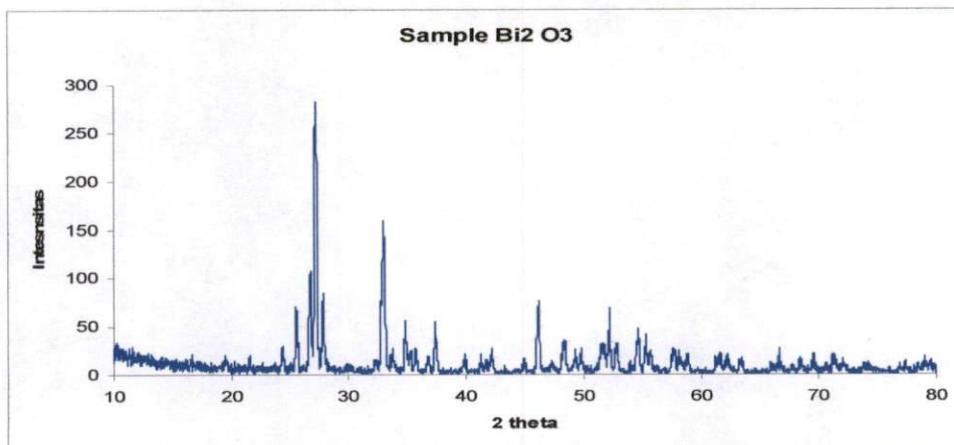
4.1. 1 Identifikasi Bahan Dasar

Bahan dasar yang digunakan pada penelitian ini adalah Bi_2O_3 , TiO_2 dan Na_2CO_3 dengan kemurnian mencapai 99,999%. Bahan dasar yang berupa serbuk

dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (X-ray diffraction). Selanjutnya sampel yang sudah dikarakterisasi diidentifikasi dengan cara mencocokkan 3 puncak tertinggi pada eksperimen dengan tabel Hanawalt.

a. Bismut Oksida (Bi_2O_3)

Pola difraksi dari bahan dasar Bi_2O_3 dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pola Difraksi Bahan Dasar Bi_2O_3

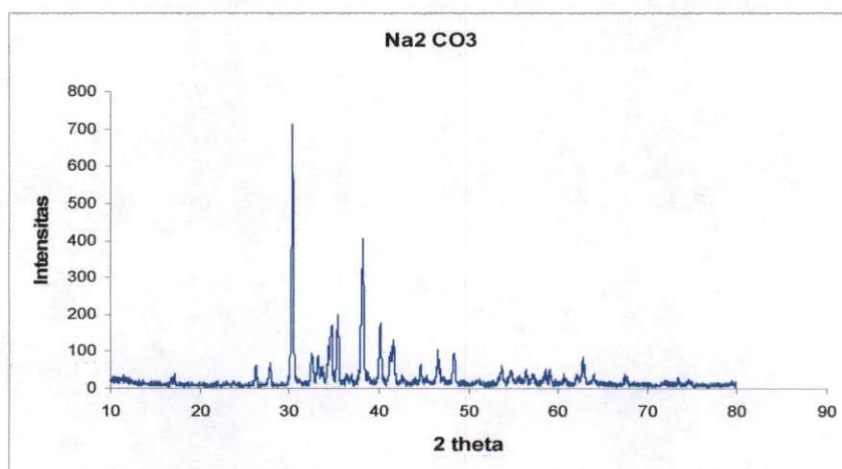
Tiga puncak tertinggi dari Gambar 4.1 berturut-turut adalah pada 2 theta sama dengan $27,26^\circ$, $33,04^\circ$ dan $26,78^\circ$. Ketiga puncak tertinggi dari eksperimen ini dicocokkan dengan tabel Hanawalt. Adapun nomor tabel Hanawalt yang cocok dengan pola difraksi di atas adalah 41-1449 dengan struktur kristalnya monoklinik dengan parameter kisi $a = 5,849 \text{ \AA}$, $b = 8,169 \text{ \AA}$, $c = 7,512 \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta = 112,98^\circ$.

Harga intensitas relatif dan jarak antar bidang pada eksperimen cocok dengan harga intensitas relatif dan jarak antar bidang pada tabel Hanawalt,

sebagaimana terlampir dalam tabel hanawalt 41-1449 (Lampiran 1). Hal ini mengidentifikasi bahwa bahan dasar Bi_2O_3 tidak memiliki kontaminan.

b. Natrium Karbonat (Na_2CO_3)

Pola difraksi dari bahan dasar Na_2CO_3 dapat dilihat pada Gambar 4.2.

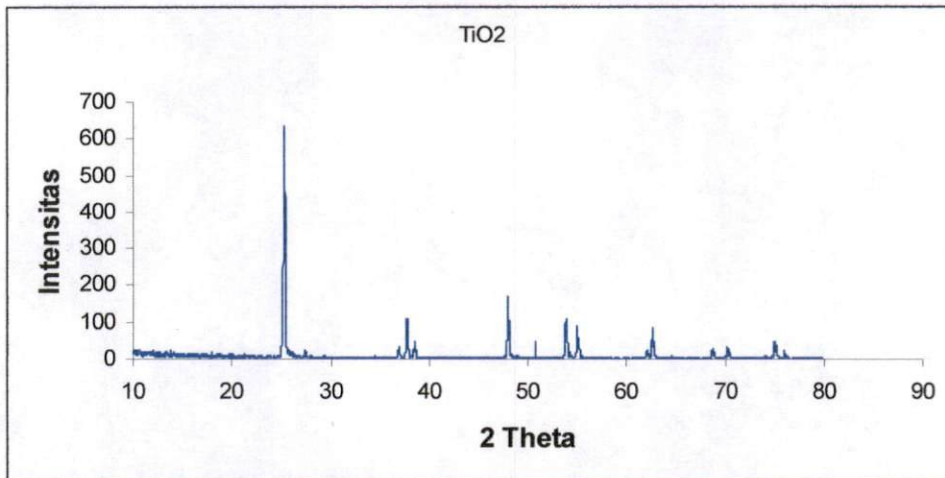


Gambar 4.2 Pola Difraksi Bahan Dasar Na_2CO_3

Seperti halnya Bi_2O_3 , karakterisasi dengan XRD juga dilakukan terhadap Na_2CO_3 . Tiga puncak tertinggi dari pola difraksi Na_2CO_3 adalah berturut-turut pada 2 Theta sama dengan $30,46^\circ$, $38,281^\circ$, $35,539^\circ$. Ketiga puncak tertinggi dari eksperimen dicocokkan dengan tabel Hanawalt, dan nomor tabel Hanawalt yang cocok dengan hasil eksperimen ini adalah 19-1130 (Lampiran 2). dengan struktur kristalnya monoklinik. Parameter kisiya sebagaimana tercantum pada tabel Hanawalt adalah $a = 8,907 \text{ \AA}$, $b = 5,239 \text{ \AA}$, $c = 6,043 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 101,0^\circ$. Puncak-puncak asing atau puncak-puncak yang diluar dari tabel Hanawlt tidak ada, hal ini mengidentifikasikan bahwa Na_2CO_3 tidak memiliki kontaminan.

c. Titanium Oksida (TiO_2)

Pola difraksi dari bahan dasar TiO_2 dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Pola Difraksi Bahan Dasar TiO_2

Bahan TiO_2 mempunyai 3 puncak tertinggi adalah $25,4^\circ$, $48,082^\circ$, dan $37,861^\circ$. Hal ini juga ditunjukkan pada tabel Hanawalt untuk bahan TiO_2 (Lampiran 3). Adapun nomor table Hanawalt yang cocok adalah 21-1272 dengan struktur kristalnya tetragonal. Parameter kisinya sebagaimana tercantum pada tabel Hanawalt adalah $a = b = 3,7852 \text{ \AA}$, $c = 9,5139 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Puncak-puncak asing yang terlihat pada sudut 2θ adalah $54,061^\circ$. Hal ini dimungkinkan adanya kontaminan yang relatif sangat kecil yang terjadi pada saat karakterisasi dengan XRD.

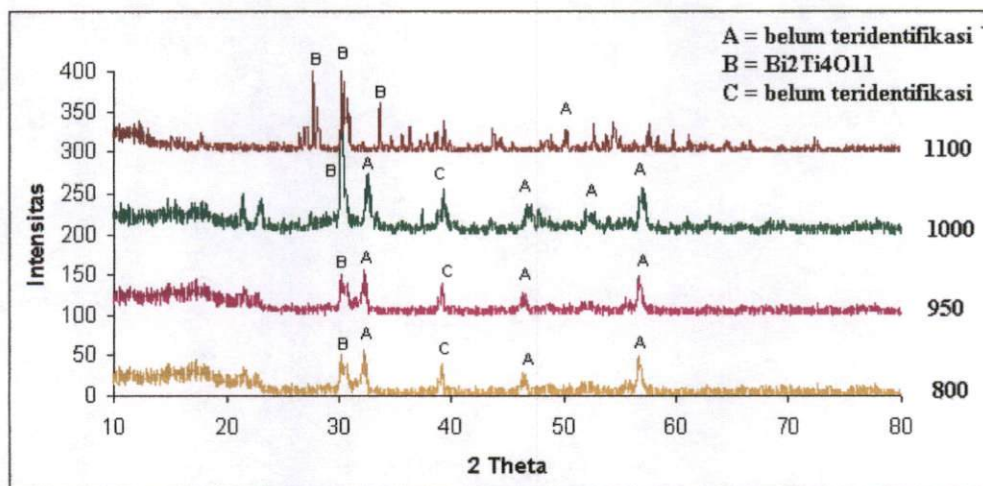
4. 1. 2 Analisa pola difraksi sintesa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$

Proses sintesis BNT dengan *molten salt* dilakukan dengan memvariasikan temperatur sinteringnya yaitu $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, dan $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ sedangkan berat campuran NaCl-KCl juga dibuat bervariasi yaitu sama dan dua kali berat campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 .

Sebagai perbandingan juga dilakukan sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan cara padat (tanpa *molten salt*). Hasil karakterisasi dengan XRD dapat dilihat sebagai berikut :

a. Analisa pola difraksi sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan cara padat

Untuk proses sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ tanpa *molten salt* yaitu dengan cara padat, diperoleh pola difraksi seperti pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Pola Difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis cara padat pada temperatur yang bervariasi

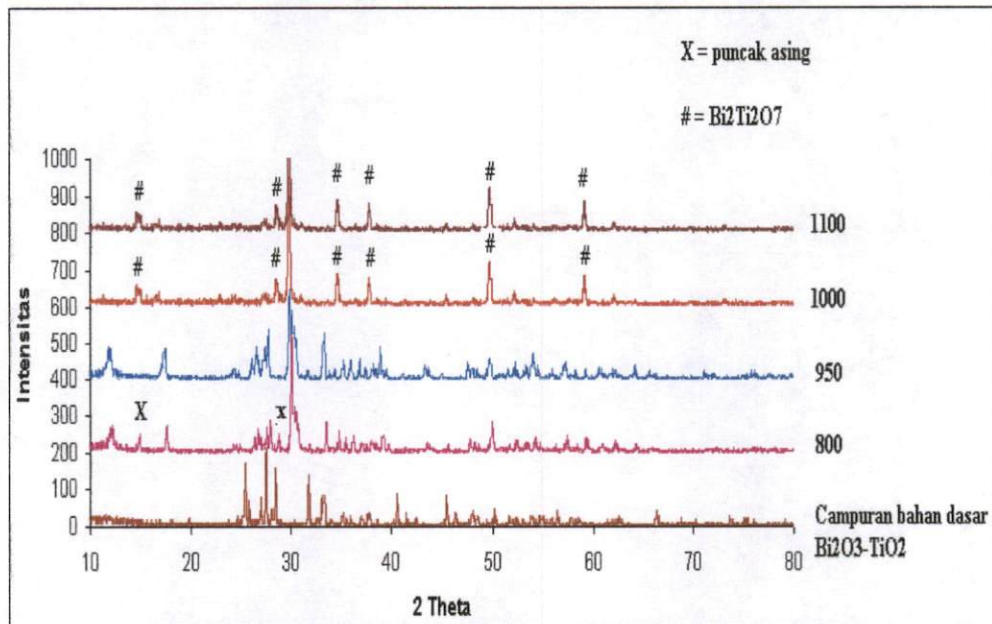
Pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis dengan cara padat dengan temperatur sintering yang bervariasi di tunjukkan pada Gambar 4.4. Pada temperatur $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ hanya satu puncak $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang

terbentuk yaitu pada 2θ $30,239^\circ$. Pada temperatur ini fasa yang dominan terbentuk adalah fasa lain yang belum diidentifikasi. Pada temperatur 1100°C $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ sudah mulai terlihat dengan munculnya puncak identitas $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yaitu sekitar sudut dua theta sama dengan $27,202^\circ$, $30,239^\circ$ dan sudut $33,741^\circ$ akan tetapi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ belum total terbentuk.

Dari analisis pola difraksi di atas dapat dijelaskan bahwa sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan cara padat dengan temperatur sintering 800°C , 950°C , 1000°C , 1100°C belum terbentuk secara maksimal dan dibutuhkan temperatur sintering yang lebih tinggi lagi untuk mensintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan cara padat ini.

b. Analisa pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis dengan *molten salt*

Hasil sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ pada berbagai temperatur dengan *molten salt* dimana perbandingan garam dan sampel 1 : 1 dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Pola Difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis dengan *molten salt*

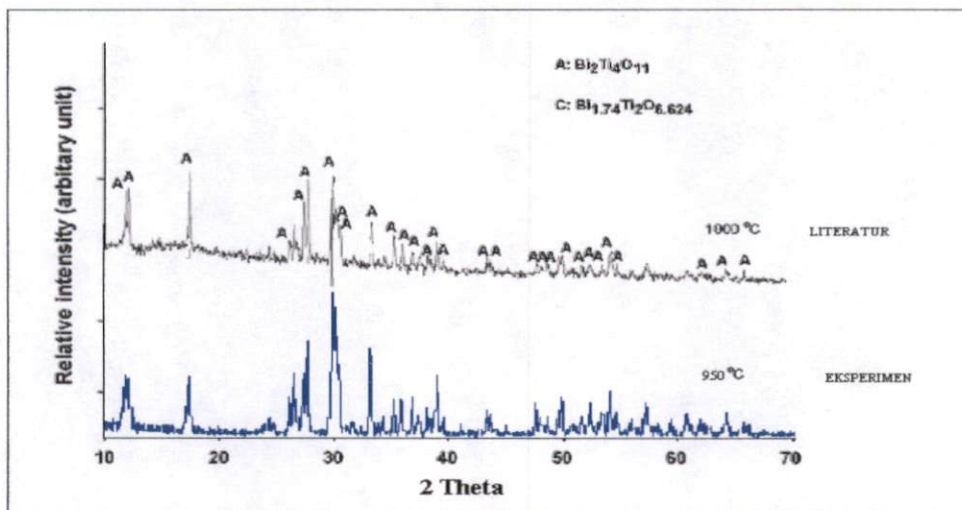
Transformasi bahan dasar ke fasa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ ditunjukkan dari perubahan pola difraksi dari variasi suhu sintering $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ sampai $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Fasa struktur $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ mulai terbentuk pada suhu $800\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pada suhu $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ masih tampak puncak-puncak asing di sekitar sudut $15,001^{\circ}$ dan $28,818^{\circ}$. Fasa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang baik muncul pada suhu $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ tanpa puncak asing. Hal ini dapat diketahui dengan mencocokkan puncak-puncak pola difraksi di atas dengan tabel Hanawalt.

Pola difraksi yang baik dari identifikasi puncak difraksi kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk pada suhu $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ sesuai dengan tabel Hanawalt dengan nomor 15-0325 dengan stuktur kitalnya adalah triklinik (Lampiran 4). Tiga puncak tertinggi dari pola difraksi ini adalah berturut-turut pada 2 Theta sama dengan $29,939$, $30,16$ dan $27,761$.

Jika dibandingkan dengan sintesis cara padat, sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan metoda *molten salt* jauh lebih baik. Dengan cara padat, pada temperatur $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ hanya sedikit $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk sedangkan dengan metoda *molten salt* pada temperatur sintesis $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ sudah total terbentuk. Jadi dapat disimpulkan bahwa *molten salt* tidak hanya sebagai wadah sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ tetapi juga berfungsi sebagai katalis. Reaksi antara Bi_2O_3 dan TiO_2 terjadi setelah campuran NaCl-KCl meleleh. Dengan adanya lelehan garam, reaksi antara Bi_2O_3 dan TiO_2 lebih mudah terjadi, sehingga $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk semakin banyak. Dengan *molten salt* temperatur sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ menjadi relatif lebih rendah dan tingkat keberhasilannya pun jauh lebih tinggi.

Pola difraksi dari $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk pada temperatur $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ sesuai dengan penelitian sebelumnya [Paisan Setasuwon, 2005] hanya saja pada

penelitian Paison fasa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ terbentuk pada temperatur yang lebih tinggi yaitu pada temperatur 1000°C (Gambar 4.6). Sedangkan pada penelitian ini pada temperatur 1000°C dan 1100°C terbentuk puncak-puncak baru yaitu fasa $\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ (Lampiran 5).



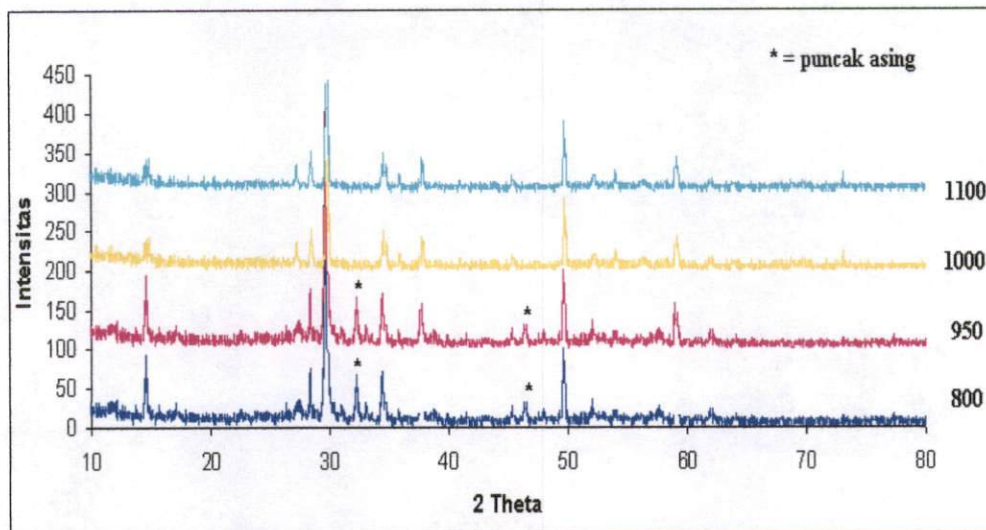
Gambar 4.6 Pola Difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ eksperimen dan literatur

c. Analisa pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis dengan memvariasikan campuran NaCl-KCl

Pola difraksi dari hasil reaksi Bi_2O_3 dan TiO_2 dalam *molten salt* dengan perbandingan berat campuran NaCl-KCl dua kali berat campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 dapat dilihat pada Gambar 4.7.

Dari bentuk pola difraksi sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan perbandingan berat campuran NaCl-KCl dua kali berat campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 pada temperatur sintering 800°C , 950°C , 1000°C dan 1100°C terbentuk fasa baru yaitu $\text{Bi}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$.

Pola difraksi pada keempat temperatur sintering tersebut hampir sama. Hanya saja pada temperatur 800 °C dan 950 °C ditemukan puncak asing di sekitar sudut 32,34 ° dan 46,52 °.



Gambar 4.7 Pola Difraksi campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 dengan perbandingan campuran NaCl-KCl 1 : 2 pada temperatur yang bervariasi

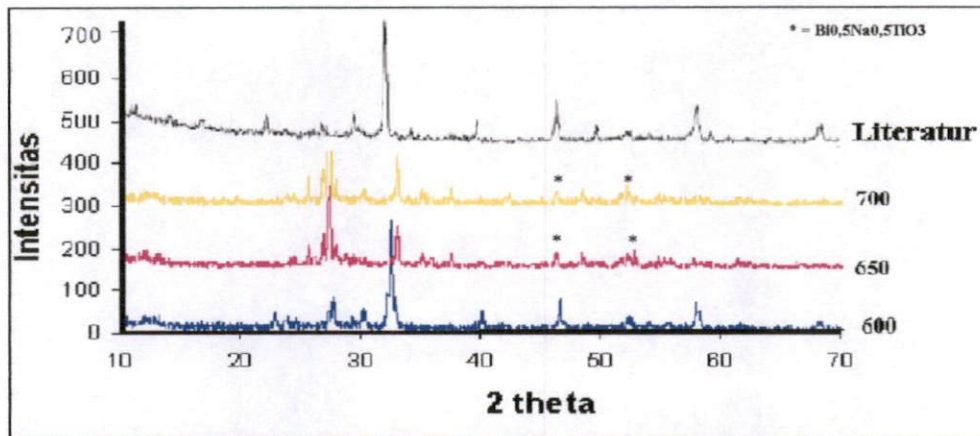
Tiga puncak tertinggi dari pola difraksi di atas adalah pada 2 theta sama dengan 29,86°, 49,86°, dan 28,598°. Adapun nomor tabel Hanawalt yang cocok dengan pola difraksi di atas adalah 32-0118 dengan struktur kristalnya berbentuk kubus dengan $a = b = c = 20,68 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ (Lampiran 6).

4. 1. 3 Analisa pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan penambahan Na_2CO_3 berlebih

Identifikasi fasa dari $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan penambahan Na_2CO_3 berlebih dengan temperatur sintering yang bervariasi di tunjukkan pada Gambar 4.8. Pada temperatur 650 °C dan 700 °C ditemukan fasa baru dan hanya sedikit $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ yang ditemukan yaitu di sekitar sudut dua theta sama dengan

30,46°, 46,84°, dan 52,74°. Tetapi pada suhu 600 °C $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ total terbentuk.

Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.8.

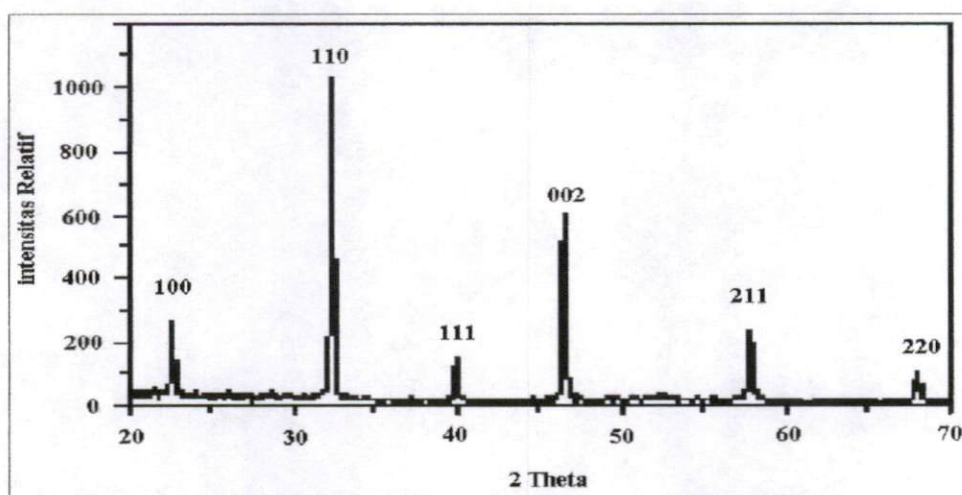


Gambar 4.8 Pola Difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan penambahan Na_2CO_3 berlebih pada temperatur yang bervariasi

Konversi dari $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ menjadi $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ terjadi pada temperatur relatif rendah yaitu pada temperatur 600 °C, pada temperatur di atas 600 °C terbentuk fasa lain. Ini dengan jelas menandakan bahwa pada temperatur rendah proses konversi dapat dikendalikan oleh energi difusi yang rendah dari ion Na yang ditambahkan ke $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ untuk membentuk $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$. Na_2CO_3 berlebih tidak berpengaruh dalam reaksi pembentukan $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$. Ketika semua $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ telah terkonversi menjadi $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$, tidak ada lagi kelebihan ion Na yang bereaksi. Pada temperatur yang lebih tinggi dari 600 °C, difusi dari jenis lain menjadi lebih aktif dan kelebihan Na_2CO_3 berpengaruh pada proses meminimalkan energi dari keseluruhan sistem, sehingga menghasilkan fasa baru yang lebih stabil.

Pola difraksi $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ yang terbentuk sama dengan pola difraksi pada dengan penelitian sebelumnya oleh Paisan Setasuwon pada tahun 2005, hanya saja pada penelitian Paisan fasa $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ terbentuk pada temperatur yang lebih tinggi yaitu pada temperatur 650°C . Dari uraian di atas dapat dikatakan bahwa penelitian ini lebih baik dari penelitian sebelumnya karena pada penelitian ini temperatur sintesisnya lebih rendah dan puncak-puncak asing pola difraksi yang ada pada penelitian sebelumnya relatif berkurang.

Bentuk pola difraksi $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ yang telah disintesis juga hampir sama dengan pola difraksi bahan piezoelektrik BNT yang disintesis dengan cara padat (Xiujie Yi, 2005). Bentuk pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ sesudah penambahan Na_2CO_3 berlebih membentuk puncak yang simetris. Hal ini mengidentifikasikan bahwa $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ yang terbentuk mempunyai struktur kristal rhombohedral. Bentuk pola difraksi bahan piezoelektrik BNT (Xiujie Yi, 2005) adalah sebagai berikut yang terlihat pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Pola Difraksi BNT (Xiujie Yi, 2005)

Karena pola difraksi $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ yang terbentuk mengidentifikasi struktur kristalnya rhombohedral, maka rumus yang dipakai adalah:

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

Dengan d didapat pada eksperimen, h , k dan l dicocokkan dengan literatur sedangkan a dan α merupakan parameter yang akan dicari.

Dari perhitungan didapatkan bahwa kristal $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ yang terbentuk mempunyai struktur kristal rhombohedral dengan parameter kisi $a = b = c = 3,884 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90,12243^\circ$ (Lampiran 7).

Dari pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dan $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ di atas juga dilakukan pengukuran terhadap ukuran kristalnya dengan menggunakan rumus Debye-Scherrer sesuai dengan persamaan 2.4 :

$$t = \frac{0,9 \lambda}{B \cos \theta}$$

Dimana :
 t = diameter partikel
 B = lebar setengah puncak maksimal dalam rad 2θ
 θ = sudut Bragg
 λ = panjang gelombang, pada penelitian ini panjang gelombang yang digunakan adalah $1,5406 \text{ \AA}$.

Untuk kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan data difraksi sebagai berikut :

$$B = 0,547 = \frac{(0,547)(3,14)}{180} = 0,00949 \text{ rad } 2\theta$$

$$2\theta = 11,841 ; \theta = 5,9205$$

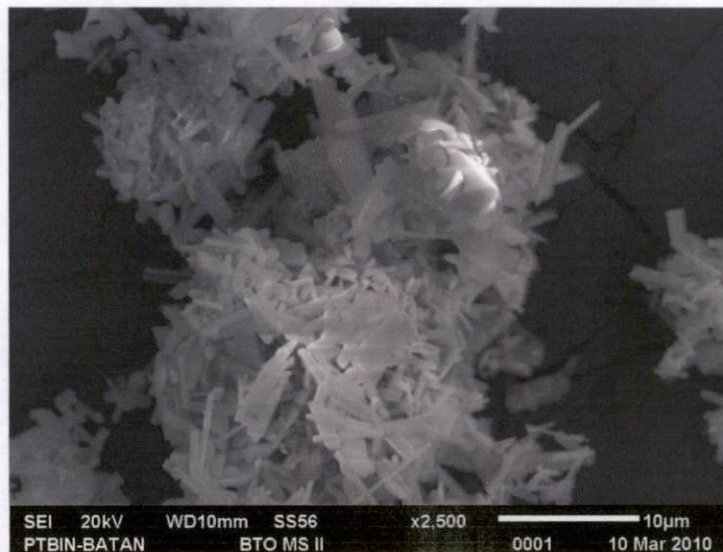
$$\text{Didapat } t = \frac{(0,9)(1,5406 \text{ \AA})}{(0,00949)(\cos 5,9205)} = 146,0126 \text{ \AA} = 14,60126 \text{ nm}$$

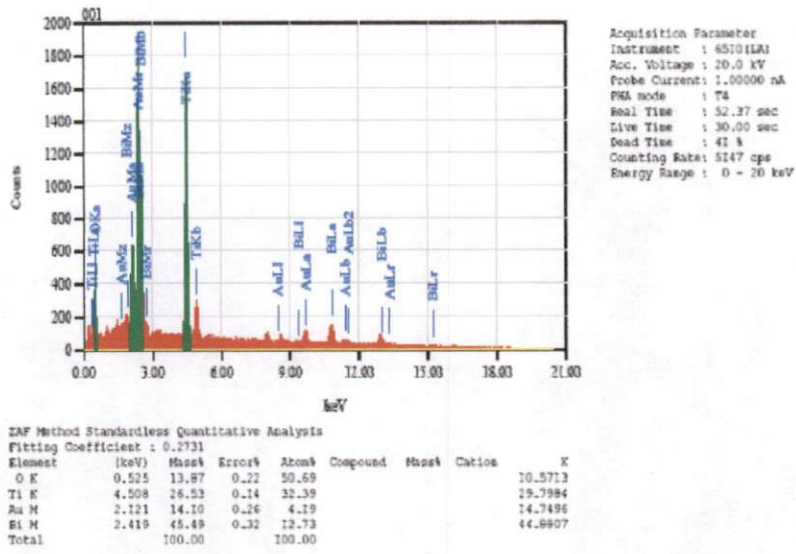
Dari perhitungan yang telah dilakukan didapatkan diameter partikel rata-rata untuk kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ sama dengan 16,76916 nm dan untuk kristal $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ didapatkan diameter partikel rata-ratanya sama dengan 17,13943 nm. Untuk lebih jelas dapat dilihat pada Lampiran 8 dan Lampiran 9.

4.2 Karakterisasi dengan SEM

4.2.1 Bentuk morfologi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$

Telah dilakukan karakterisasi dengan SEM terhadap kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ sebelum dan sesudah penambahan Na_2CO_3 berlebih dengan perbesaran 2500 dan 3000 kali. Bentuk morfologi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ ditunjukkan pada Gambar 4.10. Kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk mempunyai bentuk morfologi seperti balok tetapi ukuran partikelnya tidak seragam yaitu berkisar 2,8 μm sampai 5,77 μm .

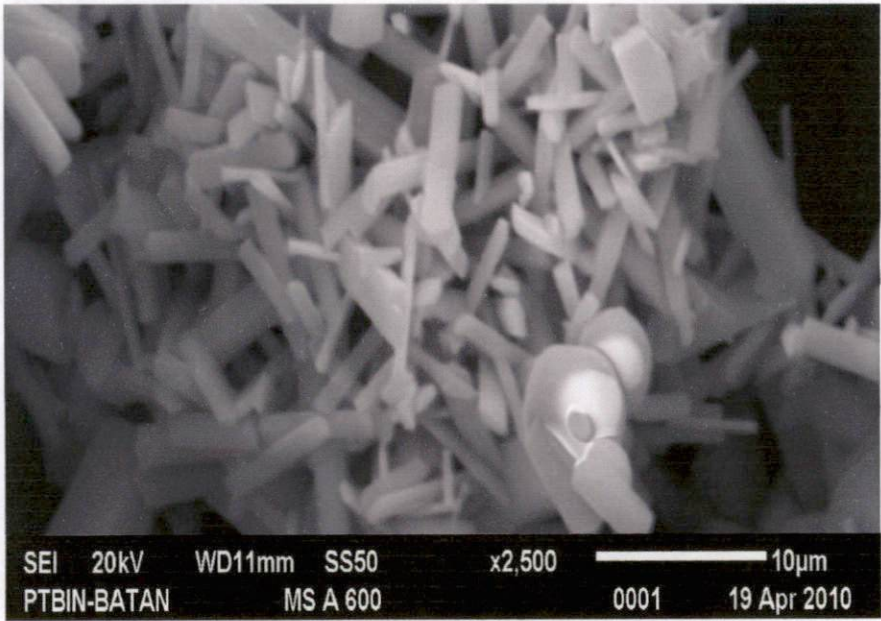


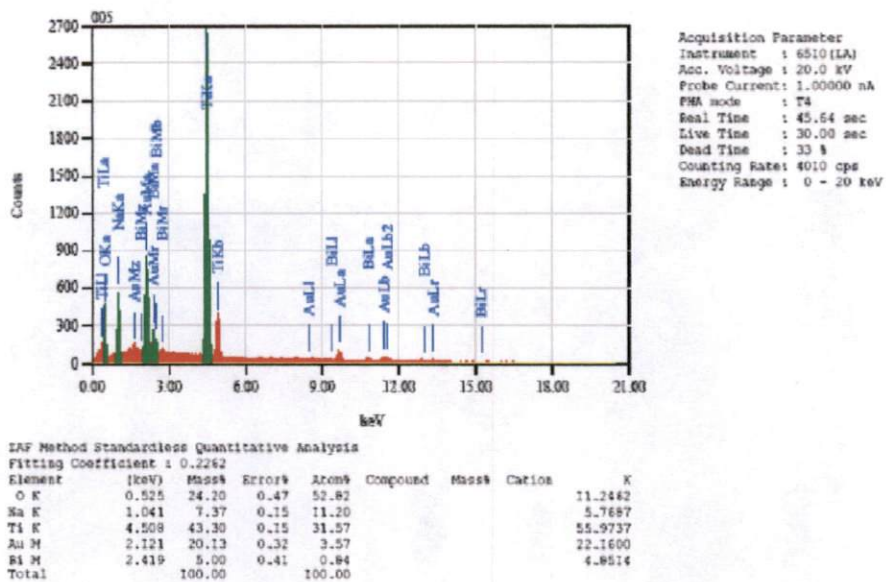


Gambar 4.10 Bentuk morfologi Bi₂Ti₄O₁₁

4.2.2 Bentuk morfologi Bi_{0,5}Na_{0,5}TiO₃

Bentuk morfologi Bi₂Ti₄O₁₁ setelah penambahan Na₂CO₃ ditunjukkan pada Gambar 4.11.





Gambar 4.11 Bentuk morfologi $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$

Bentuk kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ setelah penambahan Na_2CO_3 hampir sama dengan kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ sebelum penambahan Na_2CO_3 yaitu seperti balok dan sebagian kecil berbentuk bola dengan ukuran partikel berkisar 3,165 μm sampai 7,57 μm .

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ dari bahan dasar Bi_2O_3 , TiO_2 dan Na_2CO_3 dapat disintesis dengan metoda *molten salt*.
2. BNT optimal terbentuk pada suhu 600°C dengan struktur kristal rhombohedral dengan parameter kisi $a = b = c = 3,884 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90,12243^\circ$ dan di atas suhu 600°C terbentuk fasa baru.
3. Ukuran kristalin $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk adalah 16.76916 nm dan ukuran kristalin BNT yang terbentuk adalah 17.13943 nm .
4. Partikel $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis dengan metoda *molten salt* berbentuk balok dengan ukuran partikel berkisar $2,8 \text{ }\mu\text{m}$ sampai $5,77 \text{ }\mu\text{m}$.
5. Partikel $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ yang disintesis dengan metoda *molten salt* berbentuk balok dan sebagian kecil berbentuk bola dengan ukuran partikel berkisar $3,165 \text{ }\mu\text{m}$ sampai $7,57 \text{ }\mu\text{m}$.

5.2 Saran

1. Pada penelitian selanjutnya sebaiknya proses penggerusan dilakukan dengan alat yang lebih modern agar campuran lebih homogen.

DAFTAR KEPUSTAKAAN

- A. Moulson and J.M. Herbert, 2003, *Electroceramics: Materials, Properties, Applications.*, 2nd ed. Wiley and Sons, West Sussex, England.
- A.N. Soukhojak et al., 2000, *Superlattice in Single Crystal Barium-Doped Sodium Bismuth Titanate*, *J. Phys. Chem. Solids*, 61 [2] 301-4.
- Cullity B.D., 1978, *Elements of X-Ray Diffraction*, 2nd Edition, Addison-Wesley Publishing Company, Inc, Sidney.
- G.O. Jones and P.A. Thomas, 2002, *Investigation of the Structure and Phase Transitions in the Novel A-site Substituted Distorted Perovskite Compound $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$* , *Acta Crystallogr.*, B 58 [2] 168-78.
- H. Nagata and T. Takenaka, 1997, *Lead-Free Piezoelectric Ceramics of BNT-BSc ($\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_{3-0.5}(\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-Sc}_2\text{O}_3)$ System*, *J. Appl. Phys. Japan*.
- Keiji Kusumoto, 2001, *Piezoelectric Properties of ($\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ Ceramics-Lead Free Piezoelectric Ceramics Developed at AIST Chubu*.
- Kosec, M dan Kolar, 1975, *D, Mat.Res .Bull.*, vol 10, p335.
- P.Woodward, 1997, *Octahedral Tilting in Perovskites.I. Geometrical Considerations*, *Acta Crystallogr.*, B 53 [1] 32-43.
- Setasewon P., 2005, *Nanocrystallization of $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ piezoelectric material*, National Metal and Materials Technology Center, Thailand.
- S.-E. Park and K.S. Hong, 1997, *Variations of Structure and Dielectric Properties on Substituting A-site Cations for Sr^{2+} in ($\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$* , *J. Mater. Res.*, 12 [8] 2152-7.
- Smolenskii et al., 1961, *Sov. Phys. Solid State* 2, 2651.
- Takenaka et al., 1991, *Jpn. J.Appl. Phys. Part I* 30, 2236.
- Takeuchi, T, and Tani, T, 2002, *J.Ceram. Soc. Jpn. Vol. 110*, p232.
- W.D. Callister, Jr., 1994, *Material Science and Engineering and Introduction*, 3rd Ed., John Wiley and Sons, Inc., New York, pp. 9 – 14, 623 – 633.
- Xiujie Yi et al., 2005, *Flux growth and characterization of lead-free piezoelectric single crystal [$\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x}\text{K}_x)_{0.5}\text{TiO}_3$* , State Key Laboratory of Crystal Materials, Shandong University, Jinan 250100, China.

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

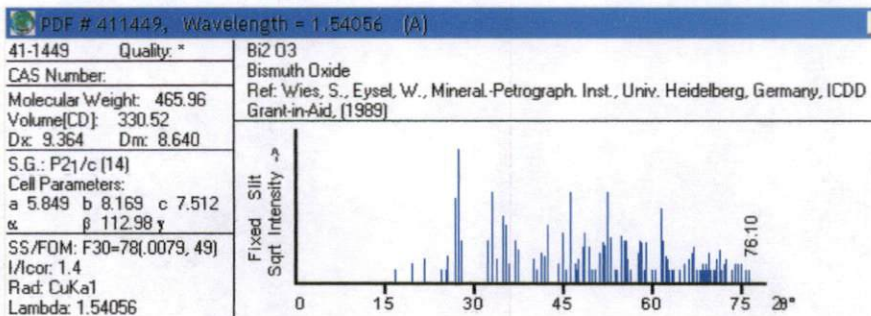
<http://en.wikipedia.org/wiki/>, 10 Juli 2010.

Lampiran 1

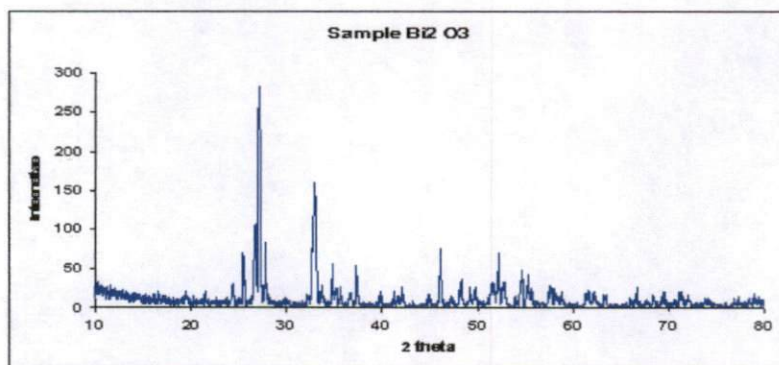
Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar

Bi_2O_3 eksperimen dengan tabel Hanawalt.

Eksperimen		Hanawalt	
d	intensitas	d	Intensitas
4.5349	4.8	4.5	2
4.1149	3.7	4.088	3
3.642	9.5	3.62	1
3.4743	22	3.45	4
3.3262	34.1	3.3	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	2.5586	25
2.5377	7	2.533	18
2.5075	7.3	2.499	2
2.4353	4.8	2.43	10
2.3987	13.9	2.39	6
2.2554	5.9	2.249	2
2.1842	4.4	2.1761	5
2.1602	3.7	2.1551	4
2.136	6.6	2.1323	18
2.0146	4.4	2.0079	14
1.9633	23.8	1.959	45
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	1.8241	1
1.773	7.7	1.779	5
1.7666	8.8	1.7665	9
1.7615	7.7	1.76	8
1.7491	16.5	1.7455	45
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	1.596	5
1.5644	4	1.5635	1
1.5101	4.8	1.5068	30
1.5021	4.8	1.5	30
1.4895	5.1	1.4995	10



Hanawalt



eksperimen

Lampiran 2

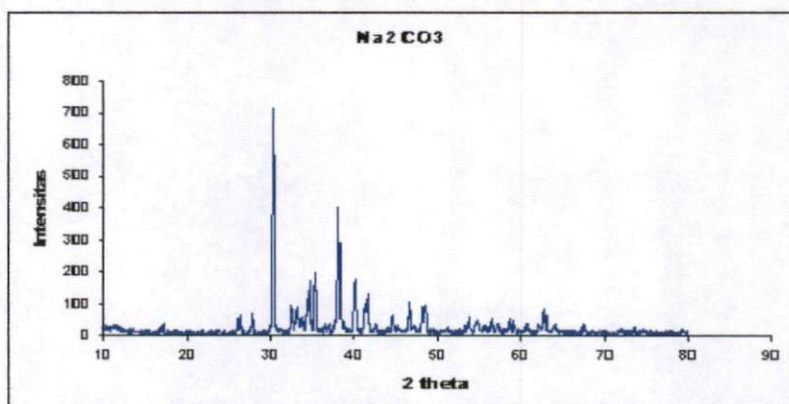
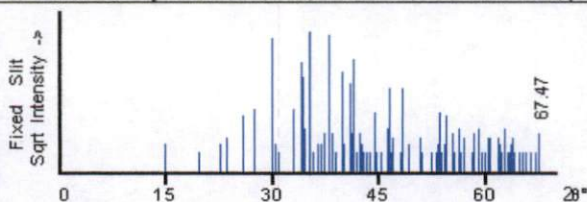
Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar

Na_2CO_3 eksperimen dengan tabel Hanawalt.

Eksperimen		Hanawalt	
d(A)	I%	d(A)	I%
5.2482	2.4	-	-
5.1623	2.6	4.9	2
4.0693	1.5	3.91	2
3.3808	6.8	3.4	8
3.1886	9	3.2	12
2.9322	100	2.9	100
2.8933	2.6	2.86	2
2.7412	12	2.71	15
2.6853	9.9	2.67	10
2.6436	4.2	2.63	5
2.5975	12.9	5.6	20
2.5758	22.5	5.57	30
2.5239	25.3	2.54	60
2.4596	3.5	2.4	3
2.4325	2.9	2.39	2
2.3493	54.8	2.36	70
2.3168	4.2	2.31	7
2.2382	22.6	2.25	35
2.1782	12.3	2.19	20
2.1622	15.8	2.16	17
2.1186	2.3	2.11	2
2.1034	2	2.1	2
2.0247	6.5	2.02	8
1.9434	11.4	1.95	15
1.9201	2.4	1.93	4
1.8733	11.7	1.88	20
1.7019	7.1	1.7	10
1.6743	4.6	1.68	8
1.6273	3.9	1.65	3
1.6091	2.7	1.6	2
1.5716	3.8	1.57	5
1.5599	4.9	1.57	5
1.4899	3.5	1.5	4
1.4763	10.5	1.48	17
1.4504	2.6	1.45	2
1.385	3.9	1.39	4
1.3814	3.2	1.38	2
1.2866	2.4	1.3	2

19-1130	Quality: I	Na ₂ CO ₃
CAS Number: 497-19-8		Sodium Carbonate
Molecular Weight: 105.99		Ref: Technisch Physische Dienst, Delft, Netherlands, ICDD Grant-in-Aid, (1967)
Volume[CD]: 276.52		
Dx: 2.546	Dm: 2.509	
S.G.: C*/ μ (12)		
Cell Parameters:		
a 8.907	b 5.239	c 6.043
α	β 101.3	γ
SS/FOM: F30=60(0122, 41)		
I/Cor:		
Rad: CuK α 1		
Lambda: 1.54056		

Hanawalt

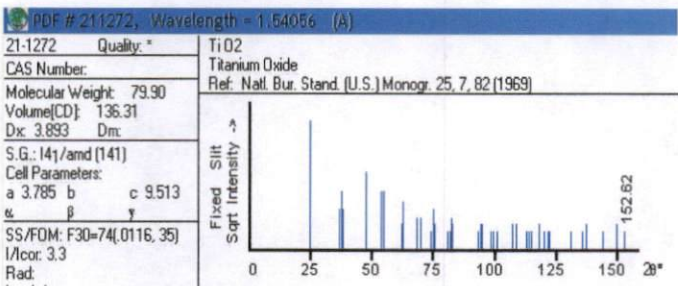


Eksperimen

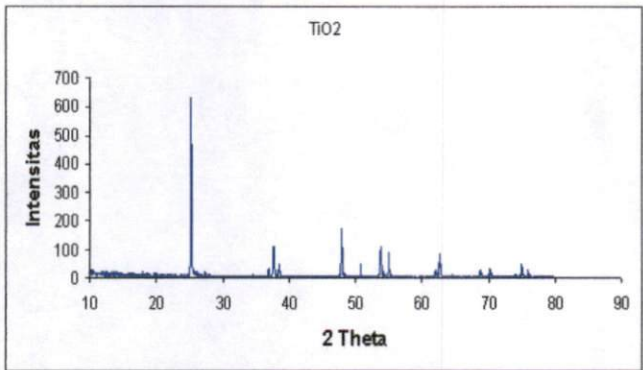
Lampiran 3

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi TiO₂ eksperimen dengan tabel Hanawalt

Eksperimen		Hanawalt	
d(A)	I%	d(A)	I%
3.5037	100	3.52	100
2.4239	5.1	2.43	10
2.3743	16.9	2.37	20
2.3272	5.9	2.33	10
1.8908	26.5	1.89	35
1.8873	16.4	1.87	20
1.699	14.9	1.699	20
1.6949	10	-	-
1.6654	14.4	1.666	20
1.4802	11.1	1.4808	14
1.3637	4.1	1.3641	6
1.3603	3	1.36	4
1.3379	4.6	1.78	6
1.3346	3.5	1.3	2
1.2645	7.3	1.27	10
1.2611	5.1	1.259	4



Hanawalt

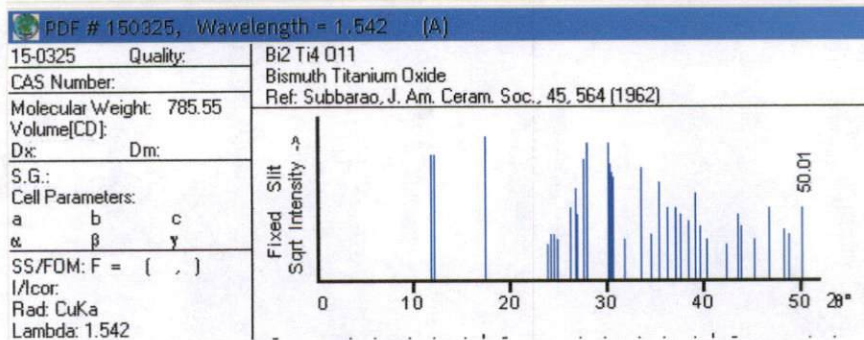


Eksperimen

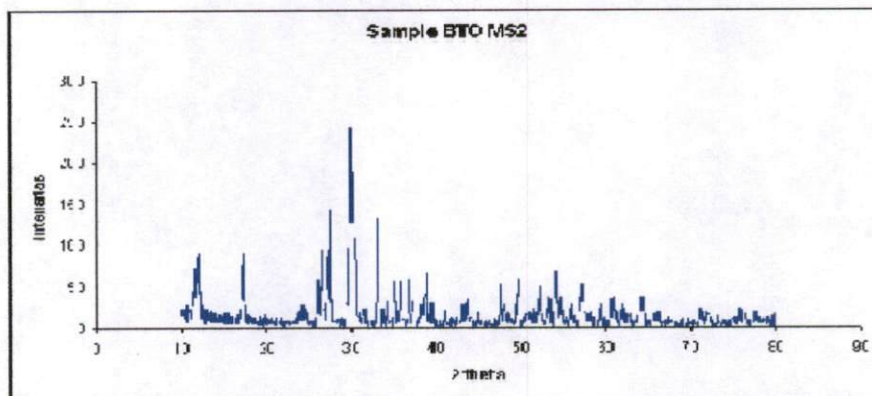
Lampiran 4

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis pada temperatur 950 °C dengan berat NaCl-KCl sama dengan berat campuran $\text{TiO}_2\text{-Bi}_2\text{O}_3$ dengan tabel Hanawalt.

Eksperimen			Hanawalt		
2-Theta	d(A)	I%	2-Theta	d(A)	I%
11.483	7.6998	9	-	-	-
11.841	7.4678	32.3	11.486	7.46	75
12.119	7.2969	33.2	12.142	7.29	75
17.44	5.0809	34.5	17.459	5.08	100
24.341	3.6537	8.1	24.141	3.7	10
24.776	3.5905	4.9	24.82	3.6	8
26.179	3.4012	18.8	26.2	3.39	25
26.579	3.351	33.6	26.62	3.34	40
26.78	3.3262	17.5	26.8	3.314	20
27.4	3.2524	35.4	27.46	3.25	70
27.761	3.2109	53.4	27.831	3.206	90
29.939	2.982	100	30	2.978	90
30.16	2.9607	73.5	30.2	2.957	65
30.54	2.9248	40.4	30.631	2.919	50
31.723	2.8183	7.6	31.8	2.81	8
33.319	2.6868	50.2	33.43	2.68	60
33.862	2.645	6.3	-	-	-
34.361	2.6078	9	34.4	2.605	10
35.24	2.5447	19.7	35.3	2.539	45
36	2.4927	21.1	36.12	2.487	25
36.882	2.435	17.9	37.01	2.429	25
37.442	2.4	9.9	37.5	2.393	20
38.183	2.3551	10.8	38.3	2.347	16
38.439	2.3399	7.6	-	-	-
39.018	2.3066	31.4	39.13	2.302	35
39.58	2.2751	8.5	39.65	2.27	14
41.202	2.1892	5.8	40.32	2.2	8
43.361	2.085	15.2	43.5	2.08	20
43.738	2.0679	9.4	43.8	2.065	14
45.119	2.0078	4.5	45.25	2.004	8
47.679	1.9058	17.5	46.78	1.942	25
48.081	1.8908	9	48.699	1.88	12
48.619	1.8711	9.9	48.69	1.87	8
49.601	1.8364	7.6	-	-	-
49.88	1.8267	22.9	50.01	1.82	25



Hanawalt

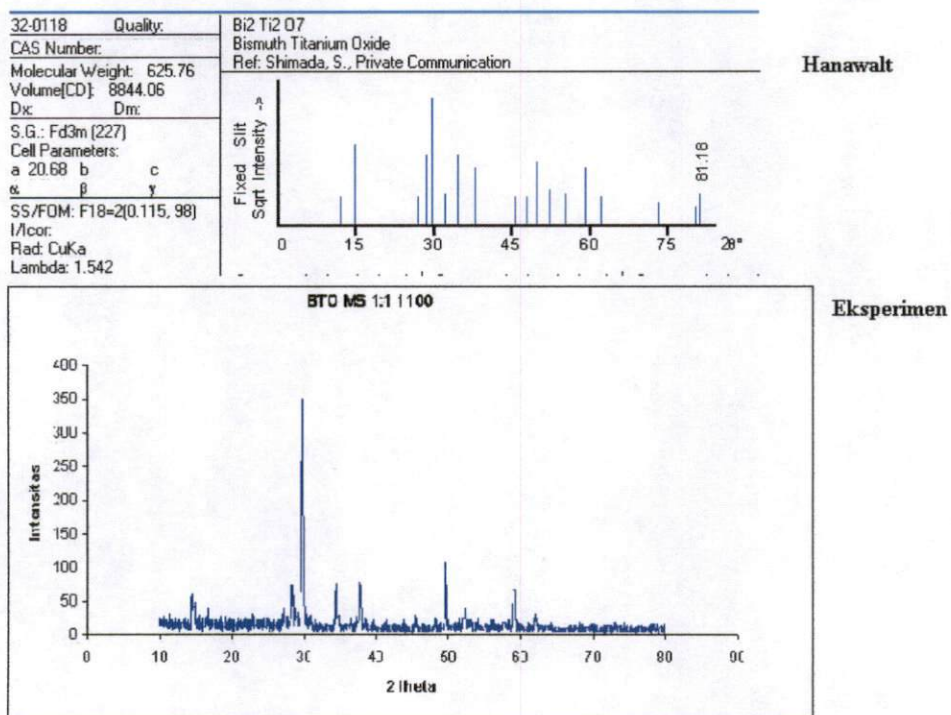


Eksperimen

Lampiran 5

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis pada temperatur 1000 °C dengan berat NaCl-KCl sama dengan berat campuran $\text{TiO}_2\text{-Bi}_2\text{O}_3$ dengan tabel Hanawalt.

Eksperimen			Hanawalt		
2-Theta	d(A)	I%	2-Theta	d(A)	I%
14.581	6.0698	15.5	14.8	5.59	40
14.938	5.9257	10.5	-	-	-
27.28	3.2664	6.6	27.106	3.29	5
28.501	3.1292	17.8	28.7	3.11	30
29.86	2.9898	100	29.98	2.98	100
34.621	2.5887	25.3	34.77	2.58	30
37.879	2.3732	20.1	38	2.36	20
45.52	1.991	5.9	45.7	1.98	5
49.86	1.8274	34.9	50	1.824	25
52.241	1.7496	7.9	52.5	1.74	5
59.2	1.5595	22.7	59.4	1.556	20
62.197	1.4913	6.3	62.41	1.488	8



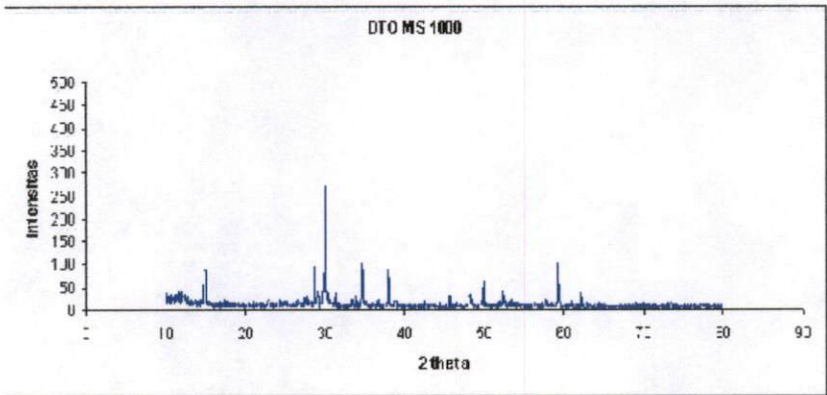
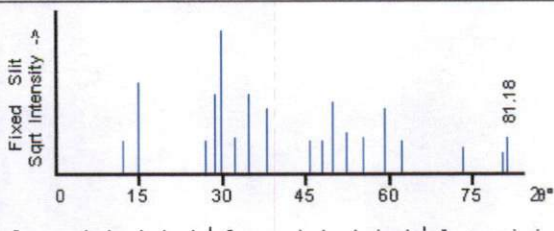
Lampiran 6

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis pada temperatur 1000 °C dengan berat NaCl-KCl dua kali berat campuran $\text{TiO}_2\text{-Bi}_2\text{O}_3$ dengan tabel Hanawalt.

Eksperimen			Hanawalt		
2-Theta	d(A)	I%	2-Theta	d(A)	I%
14.94	5.9249	21.7	14.891	5.95	40
16.938	5.2303	4.6	-	-	-
28.181	3.164	3.2	-	-	-
28.74	3.1037	22.3	28.7	3.1	30
29.178	3.0581	7	-	-	-
29.782	2.9974	7.8	-	-	-
30.041	2.9722	100	29.989	2.98	100
30.32	2.9454	6.7	-	-	-
31.379	2.8484	8.6	-	-	-
33.461	2.6758	3.8	-	-	-
33.904	2.6419	4.6	-	-	-
34.8	2.5759	25.7	34.776	2.58	30
35.179	2.549	4	-	-	-
36.705	2.4464	2.9	-	-	-
38.038	2.3637	18.5	38.137	2.36	20
38.896	2.3135	3.8	-	-	-
45.66	1.9853	6.2	45.7	1.98	5
48.3	1.8827	5.1	48.09	1.89	5
49.723	1.8321	2.4	-	-	-
49.963	1.8239	24.4	50.01	1.82	25
52.438	1.7435	6.4	52.5	1.74	5
59.341	1.5561	23.3	59.4	1.556	20
62.263	1.4899	5.4	62.4	1.48	5

32-0118	Quality:	Bi2 Ti2 O7
CAS Number:		Bismuth Titanium Oxide
Molecular Weight: 625.76		Ref: Shimada, S., Private Communication
Volume[CD]: 8844.06		
Dx:	Dm:	
S.G.: Fd3m (227)		
Cell Parameters:		
a 20.68 b c		
α β γ		
SS/FOM: F18=2(0.115, 98)		
I/acor:		
Rad: CuK α		
Lambda: 1.542		

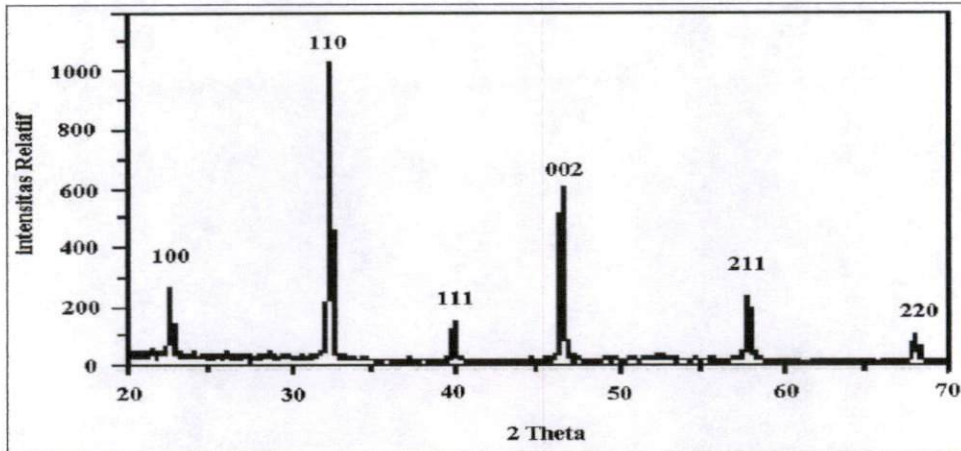
Hanawalt



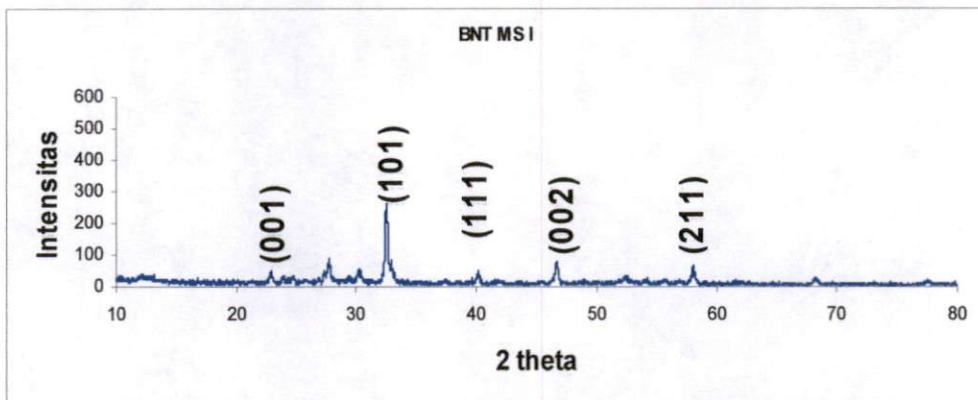
Eksperimen

Lampiran 7

Literatur



Eksperimen



Menghitung parameter kisi dari $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$

Dengan menggunakan rumus :

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

Dari data XRD $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ yang terbentuk, didapat nilai d untuk bidang (101) = 2,7444.

$$\frac{1}{2,7444^2} = \frac{2 \sin^2 \alpha + 2(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2 (1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$0,132772 = \frac{2(1 - \cos^2 \alpha) + 2(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2 (1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$a^2 = \frac{2(1 - \cos \alpha)}{0,132772(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)} \dots\dots\dots(1)$$

d untuk bidang (111) = 2,2393

$$\frac{1}{2,2393^2} = \frac{3 \sin^2 \alpha + 6(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2 (1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$a^2 = \frac{3 + 3 \cos^2 \alpha - 6 \cos \alpha}{0,199423(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)} \dots\dots\dots(2)$$

Substitusi persamaan (1) ke (2)

$$\frac{2(1 - \cos \alpha)}{0,132772(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)} = \frac{3(1 + \cos^2 \alpha - 2 \cos \alpha)}{0,199423(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$2(1 - \cos \alpha)0,199423 = 0,132772(3)(1 + \cos^2 \alpha - 2 \cos \alpha)$$

$$0,398846 (1 - \cos \alpha) = 0,398315 (1 + \cos^2 \alpha - 2 \cos \alpha)$$

$$0,398846 - 0,398846 \cos \alpha = 0,398315 + 0,398315 \cos^2 \alpha - 2(0,398315)(\cos \alpha)$$

$$0,398846 - 0,398846 \cos \alpha = 0,398315 + 0,398315 \cos^2 \alpha - 0,79663(\cos \alpha)$$

$$0,398315 \cos^2 \alpha - 0,397783 \cos \alpha - 0,00053 = 0$$

$$\cos_{12} \alpha = \frac{0,397783 \pm \sqrt{(-0,397783)^2 - (4)(0,398315)(-0,00053)}}{2(0,398315)}$$

$$\cos_{12} \alpha = \frac{0,397783 \pm \sqrt{0,158232 + 0,00085}}{0,79663}$$

$$\cos_{12} \alpha = \frac{0,397783 \pm 0,39885}{0,79663}$$

$$\cos_1 \alpha = \frac{0,397783 + 0,39885}{0,79663} = \frac{0,796634}{0,79663} = 1,000005 \quad \text{Solusi} \quad \text{tidak}$$

mungkin karena tidak ada nilai cos yang bernilai lebih dari 1.

$$\cos_2 \alpha = \frac{0,397783 - 0,39885}{0,79663} = \frac{-0,001067}{0,79663} = -0,00134$$

$$\alpha = \text{Arc cos } (-0,00134)$$

$$\alpha = 90,12243^\circ$$

substitusi $\cos \alpha = -0,00134$ ke persamaan (1)

$$a^2 = \frac{2(1 - (-0,00134))}{0,132772(1 - 3(-0,00134)^2 + 2(-0,00134)^3)}$$

$$a^2 = \frac{2,00268}{0,132772(0,999994613 - 0,000000048)}$$

$$a^2 = \frac{2,00268}{0,13277} = 15,08368$$

$$a = \sqrt{15,08368} = 3,884$$

Jadi kristal $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ yang terbentuk mempunyai struktur kristal rhombohedral dengan parameter kisi $a = b = c = 3,884 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90,12243^\circ$.

Lampiran 8

[illegible]

Lampiran 9

[illegible]