



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
RAMAH LINGKUNGAN $\text{Bi}_{0,5}\text{Nb}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$
(BNT-BT-KNN) DENGAN METODE SOLID-STATE REACTION**

SKRIPSI



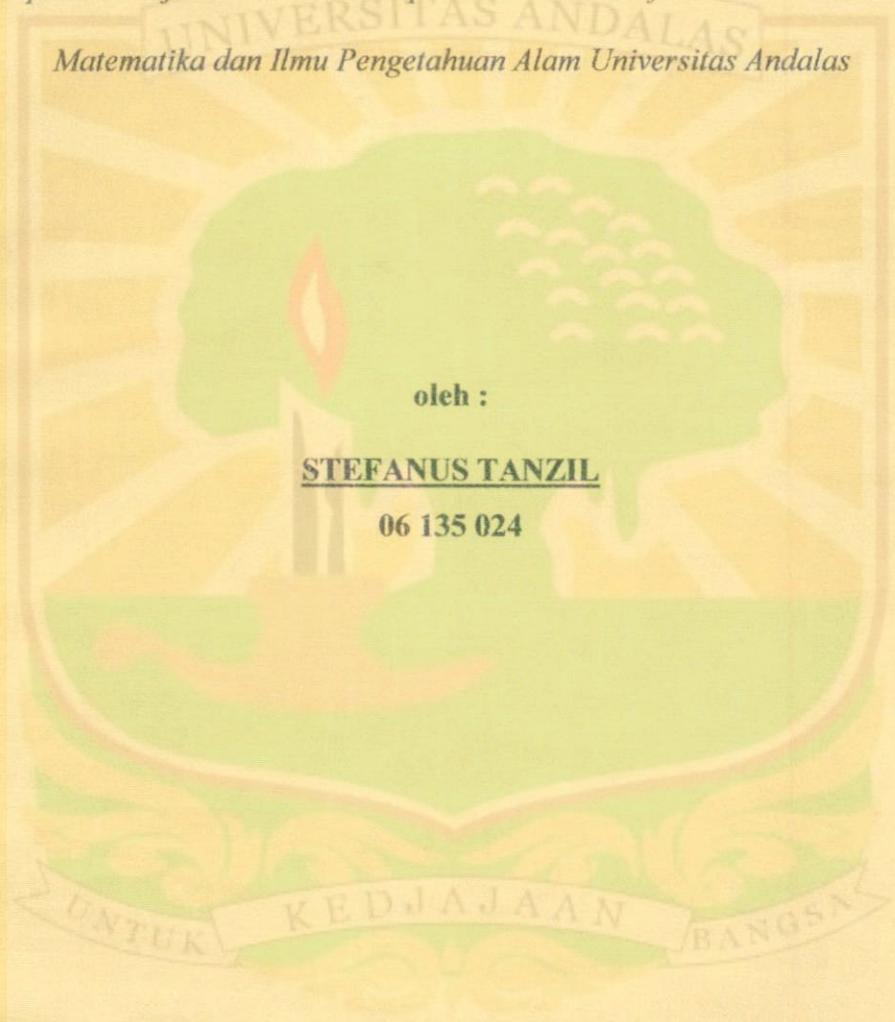
**STEFANUS TANZIL
06135024**

**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2012**

SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK RAMAH LINGKUNGAN $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (BNT-BT-KNN) DENGAN METODE *SOLID-STATE REACTION*

Skripsi Ini Diajukan Uuntuk Memperoleh Gelar Sarjana Fisika Fakultas

Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas



oleh :

STEFANUS TANZIL

06 135 024

**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2012**

SKRIPSI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK RAMAH LINGKUNGAN $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (BNT-BT-KNN) DENGAN METODE *SOLID-STATE REACTION*

Yang disusun oleh

STEFANUS TANZIL

06 135 024

Telah dipertahankan di depan Dewan Penguji
pada tanggal 11 Januari 2012
dan dinyatakan telah lulus memenuhi syarat

Pembimbing I

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

Pembimbing II

Dr. Ir. Mardiyanto, M.Sc.
NIP.196002021987021001

Susunan Tim Penguji :

Ketua

Dian Milvita, M.Si.
NIP.197401081999032001

Anggota

Astuti, M.Si.
NIP.198108142005012002

Anggota

Dr. Dahyunir Dahlan.
NIP.196811281995121002

Padang, 30 Januari 2012

Ketua Jurusan Fisika

FMIPA Universitas Andalas, Padang



Arif Budiman, M.Si.
NIP. 19731114 1999031004

SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK RAMAH LINGKUNGAN $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (BNT-BT-KNN) DENGAN METODE *SOLID-STATE REACTION*

UNIVERSITAS ANDALAS
ABSTRAK

Sintesis dan karakterisasi bahan piezoelektrik ramah lingkungan $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (BNT-BT-KNN) dengan metode *solid-state reaction*. Sintesis BNT-BT dengan penambahan % mol KNN yaitu 3%, 6%, 8%, 10% dengan besar tekanan optimal 3500 psi dan suhu sintering 1000 °C. BNT-BT-KNN juga mendapatkan struktur *perovskite* dengan komposisi yang optimal pada penambahan 10% mol KNN. Daerah perubahan fasa ini dikenal dengan MPB yang terjadi pada komposisi penambahan KNN 6%. Mikrograph SEM, menunjukkan penambahan 3% KNN pada BNT-BT memiliki bentuk partikel seperti balok dengan panjang 2 μm - 3 μm .

Kata Kunci : BNT, BNT-BT-KNN, MPB, Piezoelektrik, PZT.

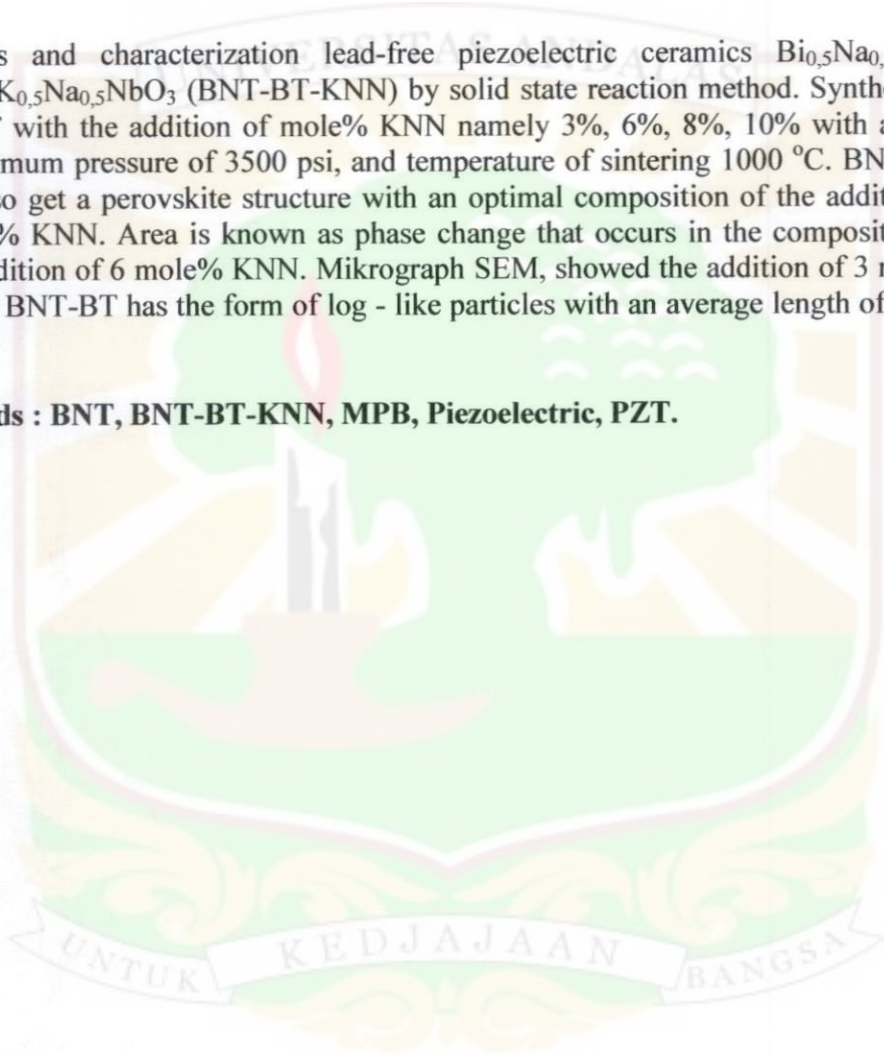
UNTUK KEDJAJAAN BANGSA

Synthesis and Characterization Lead-free Piezoelectric Ceramics $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (BNT-BT-KNN) by Solid State Reaction Method

ABSTRACT

Synthesis and characterization lead-free piezoelectric ceramics $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (BNT-BT-KNN) by solid state reaction method. Synthesis of BNT-BT with the addition of mole% KNN namely 3%, 6%, 8%, 10% with a large gain optimum pressure of 3500 psi, and temperature of sintering 1000 °C. BNT-BT-KNN also get a perovskite structure with an optimal composition of the addition of 10 mole% KNN. Area is known as phase change that occurs in the composition of MPB addition of 6 mole% KNN. Mikrograph SEM, showed the addition of 3 mole% KNN on BNT-BT has the form of log - like particles with an average length of 2 to 3 μm .

Keywords : BNT, BNT-BT-KNN, MPB, Piezoelectric, PZT.



KATA PENGANTAR

Dengan mengucapkan puji dan syukur kehadirat TYME, atas Rahmat dan Karunia-NYA, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3 - \text{BaTiO}_3 - \text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (BNT-BT-KNN) dengan Metode *Solid-State Reaction*.”. Penulisan skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana sains program S1 Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.

Atas terlaksananya penelitian dan penulisan skripsi ini, dengan segala keridhoan hati penulis mengucapkan terima kasih dan penghargaan kepada semua pihak yang telah ikut membimbing dan membantu serta mendoakan dalam menyelesaikan skripsi ini, terutama kepada :

1. Kedua orang tua penulis atas segala doa yang tak pernah putus, semangat, dorongan, perhatian dan curahan kasih sayangnya. Kepada adik-adikku atas semangat dan segala bantuan moril dan materil yang telah diberikan sehingga penelitian dan penulisan skripsi berjalan dengan lancar.
2. Bapak Drs. Alimin Mahyudin, M.Si sebagai pembimbing utama yang telah meluangkan waktu dan pikiran, memberikan petunjuk, arahan, saran, motivasi dan bantuan selama penulisan skripsi.
3. Bapak Dr. Ir. Mardiyanto, M.Sc sebagai pembimbing kedua yang telah memberi petunjuk, arahan, saran, motivasi, bantuan serta kemudahan-kemudahan selama penelitian dan penulisan skripsi.

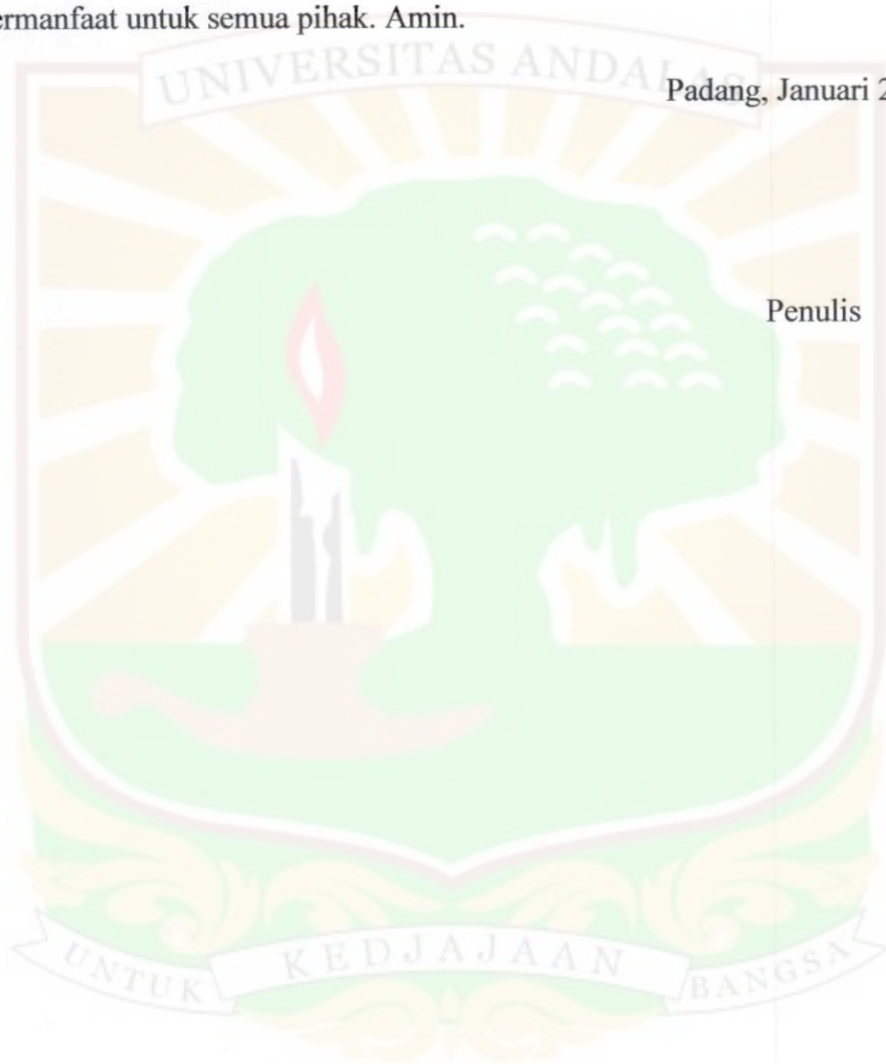
4. Ketua dan sekretaris jurusan Fisika FMIPA UNAND, seluruh dosen dan karyawan jurusan Fisika FMIPA UNAND yang telah memberikan pendidikan selama di jurusan Fisika FMIPA UNAND.
5. Untuk pembimbingku yang ada di BATAN Pak Syahfandi, Ibu Saryati, Pak Engkir, Pak Yus, Pak Yosep serta semua Staf BATAN yang membantu dalam kelancaran skripsi ini, skripsi ini merupakan bagian proyek penelitian program insentif tahun 2011 dengan pimpinan Pak Syahfandi Ahda. Terimakasih banyak atas bantuan Bapak dan Ibu sehingga skripsi ini dapat selesai
6. Buat teman-teman yang ada di BATAN selama penelitian (Adek, Iin, dan Hamdi). Terimakasih atas motivasi dan saram-sarannya.
7. Buat teman-teman seperjuanganku (Arie Tings, Jack Saparo, Nitsutens Taufik, Popok, Ragil, Miki, Fakhrol, Rendy, Ryan, Ape). Terimakasih atas motivasi dan saran-sarannya.
8. Yang takkan pernah dilupakan *all of* Φ 6xBrain except members only, yang sangat penting dan berarti bagi penulis.
9. Special buat seseorang yang sangat banyak memberikan kontribusi baik tenaga maupun pikiran demi terciptanya karya ini my lovely Cino's Loverz (Ayie[^]bocet[^]), terimakasih buat semua pengorbanan dan ketulusannya.

Dalam penulisan skripsi ini, penulis menyadari sepenuhnya bahwa masih banyak terdapat kekurangan dan ketidaksempurnaan. Untuk itu, kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan demi kesempurnaan skripsi ini.

Akhir kata penulis berharap, semoga apa yang terdapat dalam skripsi ini dapat bermanfaat untuk semua pihak. Amin.

Padang, Januari 2012

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	ii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	4
1.3 Manfaat Penelitian.....	4
1.4 Batasan Masalah.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Tinjauan Pustaka.....	5
2.2 Landasan Teori.....	6
2.2.1 Material Pizoelektrik.....	6
2.2.2 Bahan Dielektrik.....	7
2.2.3 Struktur Kristal.....	8
2.3 XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>).....	14
2.4 Sifat Piezoelektrik.....	16
2.4.1 Bismut Natrium Titanat.....	16

2.4.2 Kalium Natrium Niobate.....	17
2.4.3 Bismut Natrium Titanat - Barium Titanat - Kalium Natrium Niobate.....	18
2.5 Dielektrikum.....	19
2.6 Metode Padat (Solid-State Reaction).....	20
2.7 Metode Hanawalt.....	23
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	26
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	26
3.2.1 Alat	26
3.2.2 Bahan	28
3.3 Tata Laksana Penelitian.....	29
3.3.1 Sintesis Bahan Kalium Natrium Niobate.....	29
3.3.2 Sintesis Bismut Natrium Titanat – Barium Titanat – Kalium Natrium Niobate.....	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Identifikasi Bahan Dasar BNT-BT-KNN.....	35
4.2 Sintesis KNN (Kalium Natrium Niobate).....	41
4.2.1 Penggerusan KNN.....	41
4.2.2 Kompaksi KNN.....	41
4.2.3 Sintering KNN.....	41
4.2.4 Identifikasi KNN Menggunakan XRD.....	42
4.3 Sintesis BNT-BT-KNN.....	45
4.3.1 Penggerusan BNT-BT-KNN.....	45

4.3.2 Kompaksi BNT-BT-KNN.....	45
4.3.3 Sintering BNT-BT-KNN.....	46
4.3.4 Identifikasi BNT-BT-KNN Menggunakan XRD.....	46
4.4 Karakterisasi dengan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	51

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan.....	55
5.2 Saran.....	55

DAFTAR KEPUSTAKAAN

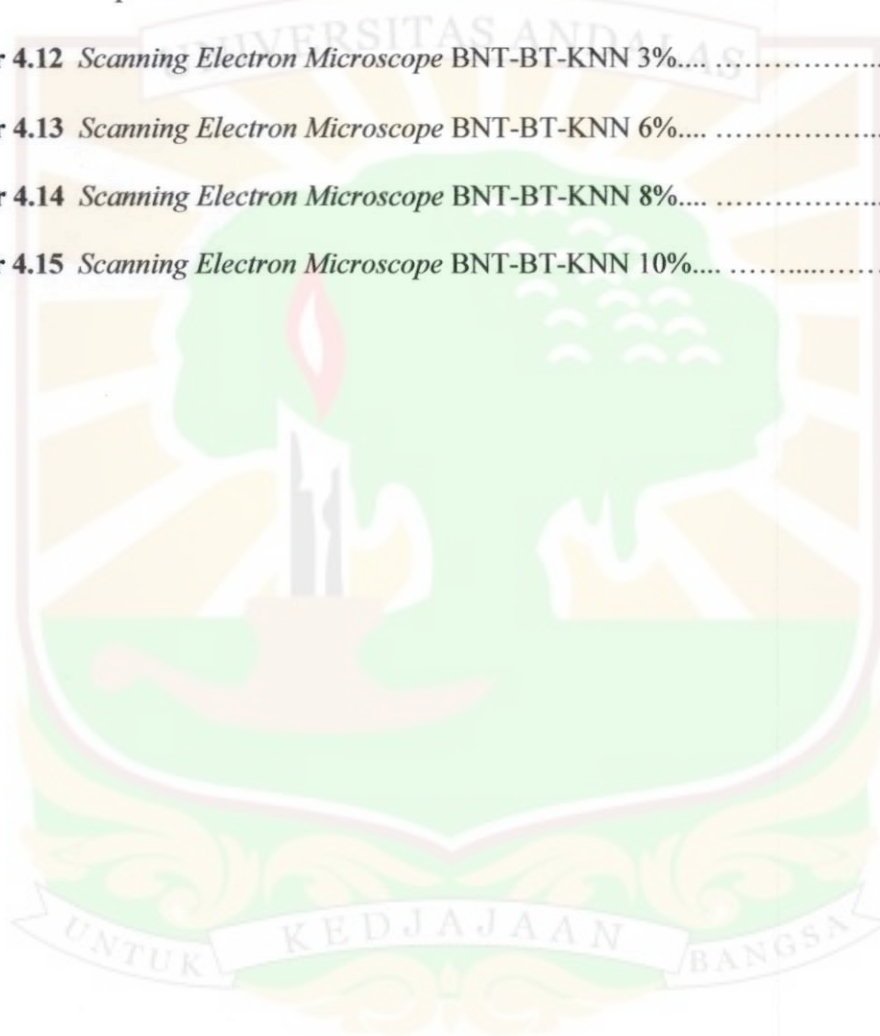
LAMPIRAN



DAFTAR GAMBAR

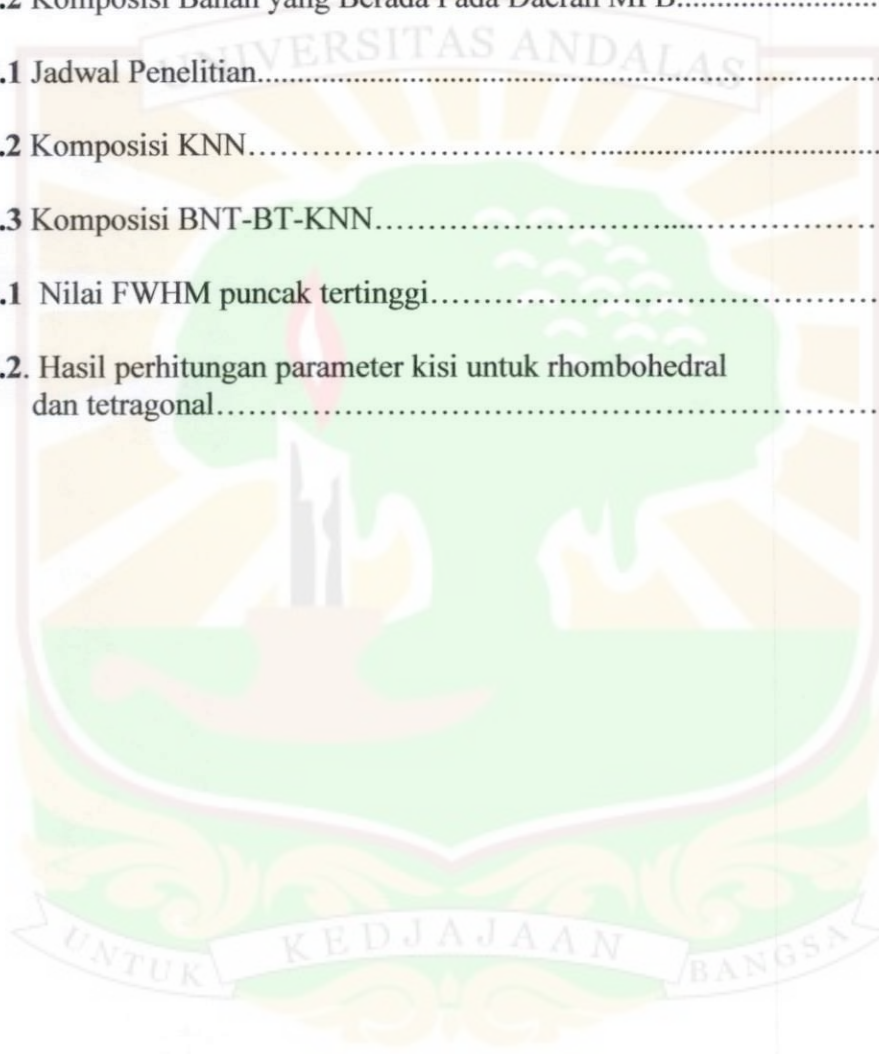
	Halaman
Gambar 2.1 Efek Piezoelektrik.....	6
Gambar 2.2 Struktur Kristal yang Memperlihatkan Sudut dan <i>hkl</i>	9
Gambar 2.3 Sel Satuan Perovskite.....	9
Gambar 2.4 Representasi dari <i>Perovskite</i> ABO_3 Ditampilkan sebagai BNT Kubik.....	10
Gambar 2.5 Diagram MPB yang Terkait dengan <i>Perovskite</i> Bi Berbasis Komposisi.....	13
Gambar 2.6 Pola Difraksi Sinar-X	14
Gambar 2.7 Diagram Fasa Ternier $Bi_{0,5}Na_{0,5}TiO_3$ - $BaTiO_3$ - $K_{0,5}Na_{0,5}NbO_3$	18
Gambar 2.8 Proses Sintesis dengan Metode <i>Solid State Reaction</i>	21
Gambar 2.9 Skema Perpindahan Material Pada <i>Solid State Reaction</i>	23
Gambar 2.10 Model Kartu Data Hanawalt.....	24
Gambar 3.1 Diagram Tahapan Kegiatan dalam Sintesis KNN.....	31
Gambar 3.2 Diagram Tahapan Kegiatan dalam Sintesis BNT-BT-KNN.....	34
Gambar 4.1 Pola Difraksi Bahan Dasar Bi_2O_3	35
Gambar 4.2 Pola Difraksi Bahan Dasar Na_2CO_3	36
Gambar 4.3 Pola Difraksi Bahan Dasar TiO_2	37
Gambar 4.4 Pola Difraksi Bahan Dasar Ba_2CO_3	38
Gambar 4.5 Pola Difraksi Bahan Dasar K_2CO_3	39
Gambar 4.6 Pola Difraksi Bahan Dasar Nb_2O_5	40
Gambar 4.7 Pola Difraksi $K_{0,5}Na_{0,5}NbO_3$ yang disintesis dengan metode <i>solid state reaction</i> pada temperatur yang bervariasi.....	43

Gambar 4.8 Pola Difraksi BNT-BT-KNN dengan metode <i>solid state reaction</i> ..	46
Gambar 4.9 Pola Difraksi BNT-BT-KNN (Zhang dkk, 2010).....	47
Gambar 4.10 Pergeseran puncak-puncak yang agak spesifik dari penambahan % KNN.....	48
Gambar 4.11 Hubungan harga $a[\text{Å}]$ dari rhombohedral dan tetragonal terhadap penambahan % KNN.....	51
Gambar 4.12 <i>Scanning Electron Microscope</i> BNT-BT-KNN 3%.....	52
Gambar 4.13 <i>Scanning Electron Microscope</i> BNT-BT-KNN 6%.....	52
Gambar 4.14 <i>Scanning Electron Microscope</i> BNT-BT-KNN 8%.....	53
Gambar 4.15 <i>Scanning Electron Microscope</i> BNT-BT-KNN 10%.....	53



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Sel Satuan Konvensional dan 14 Kisi Bravais.....	21
Tabel 2.2 Komposisi Bahan yang Berada Pada Daerah MPB.....	19
Tabel 3.1 Jadwal Penelitian.....	26
Tabel 3.2 Komposisi KNN.....	29
Tabel 3.3 Komposisi BNT-BT-KNN.....	31
Tabel 4.1 Nilai FWHM puncak tertinggi.....	44
Tabel 4.2. Hasil perhitungan parameter kisi untuk rhombohedral dan tetragonal.....	50



DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1** Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi Lbahan dasar Bi_2O_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt
- Lampiran 2** Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar Na_2CO_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt
- Lampiran 3** Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi TiO_2 eksperimen dengan Tabel Hanawalt
- Lampiran 4** Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar BaCO_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt
- Lampiran 5** Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar K_2CO_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt
- Lampiran 6** Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar Nb_2O_5 eksperimen dengan Tabel Hanawalt
- Lampiran 7** Proses penggerusan selama 3 jam bahan BNT-BT-KNN menjadi memadat atau mengeras
- Lampiran 8** Gambar alat-alat penelitian
- Lampiran 9** Foto bahan penelitian
- Lampiran 10** Menghitung Parameter Kisi BNT-BT-KNN
- Lampiran 11** Hasil EDS BNT-BT-KNN
- Lampiran 12** Konversi Satuan Tekanan Psi ke N/m^2
- Lampiran 13** Daftar Singkatan

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kata piezoelektrik berasal dari bahasa Yunani yaitu piezo atau piezein yang berarti tekan, dan elektrik yang berarti listrik. Piezoelektrik merupakan fenomena listrik yang dihasilkan dari material padat dan kristal yang ditekan dan ditarik. Proses reversibel dalam bahan menunjukkan efek piezoelektrik langsung (*direct piezoelectric effect*) yaitu menghasilkan tegangan listrik akibat adanya tekanan mekanik, dan juga menunjukkan efek piezoelektrik terbalik (*converse piezoelectric effect*) yaitu menghasilkan tekanan akibat adanya tegangan listrik sehingga menyebabkan terjadinya perubahan dimensi.

Pada pertengahan abad ke-18 Carl Linnaeus dan Franz Aepinus mempelajari pengaruh piezoelektrik, dimana material memiliki tegangan listrik sebagai respon terhadap perubahan suhu. Sementara itu, Rene Hany Haüy dan Antoine Cesar Becquerel melakukan percobaan tentang mengemukakan hubungan antara stres mekanik dan muatan listrik, namun terbukti tidak meyakinkan. Demonstrasi pertama dari efek piezoelektrik langsung adalah pada tahun 1880 oleh 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, piezoelektrik

pertama kali diaplikasikan pada kapal selam dengan menggunakan sonar (*sound navigation and ranging*) oleh Paul Langevin pada tahun 1915.

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 satu contohnya adalah transduser yang digunakan pada alat-alat mesin cetak (printer) di bidang elektronik.

PbZrTiO₃ (PZT) merupakan salah satu bahan piezoelektrik yang banyak diaplikasikan dalam kehidupan sekarang ini, contohnya pada alat-alat *ultrasonography* (USG). Unsur Pb dari PZT merupakan unsur yang bersifat racun dan tidak ramah lingkungan. Apabila Pb ini masuk ke dalam tubuh manusia dapat mengganggu proses metabolisme di dalam tubuh. Secara jangka panjang, limbah produksi hasil pembuatan material PZT pada akhirnya nanti akan menjadi suatu masalah yang serius, sehingga diperlukan penanganan yang cepat 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, diantaranya adalah Bismut Natrium Titanat (BNT) dengan struktur *perovskite-rhombohedral* (Toshihiko, 1989), telah dianggap menjadi kandidat yang baik untuk keramik piezoelektrik bebas Pb karena memiliki polarisasi remanen yang tinggi $P_r = 38\mu\text{C}/\text{cm}^2$ (Hussain A, 2009), konstanta piezoelektrik $d_{33} = 73 \text{ pC}/\text{N}$ (Aksel and Jones, 2010) serta memiliki sifat *ferroelectricity* kuat pada suhu kamar dengan suhu Curie T_c 320 °C

(Smolenskii, 1961; Takenaka dkk, 1991). BNT memiliki suhu Curie tertinggi pada kelompok piezoelektrik yang bebas timbal (Pb). Tetapi ketinggian ini belum setara bila dibandingkan dengan bahan PZT. Selain itu BNT memiliki sifat *electromechanical* yang jauh lebih rendah dari pada keramik PZT dan mengalami kesulitan dalam proses pengkutupan dikarenakan medan koersif yang besar yaitu $E_c = 73 \text{ kV/cm}$ (Hussain, 2009; Min dkk, 2007).

Untuk meningkatkan *performance* BNT, dilakukan penambahan dopan kedalam BNT. Penambahan dopan Barium Titanat (BT) ke dalam BNT telah dilakukan oleh Takenaka (1991) dan Nofitriana (2010), selain itu Nur'aini (2010) juga telah melakukan penambahan Mn ke dalam BNT, tetapi kenyataannya penambahan BT dan Mn ke dalam bahan BNT belum juga mampu menyaingi sifat piezoelektrik yang dimiliki PZT.

Oleh karena itu penelitian dilakukan dengan penambahan Kalium Natrium Niobate (KNN) ke dalam Bismut Natrium Titanat – Barium Titanat (BNT-BT). Pemilihan dopan KNN dikarenakan KNN memiliki sifat piezoelektrik dan dielektrik yang relatif tinggi (Zhang, 2010), dengan konstanta piezoelektrik $d_{33} = (80 - 110) \text{ pC/N}$, suhu Curie $T_c = 420 \text{ }^\circ\text{C}$. Oleh karena itu, pendopongan dengan bahan KNN diharapkan dapat meningkatkan sifat piezoelektrik, sifat dielektrik serta mudah dalam proses penyearahan dipol dan mendapatkan piezoelektrik yang ramah lingkungan. BNT-BT-KNN adalah gabungan bahan-bahan piezoelektrik yang bebas timbal (Pb), tidak bersifat racun dan ramah lingkungan.

Pada penelitian ini, metode yang dilakukan adalah metode kering (*solid state reaction*) karena metode ini cukup mudah dalam pengerjaannya dan efisien serta bisa menghasilkan material piezoelektrik yang baik.

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mensintesis dan mengkarakterisasikan bahan piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (BNT-BT-KNN).

1.3 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian adalah menghasilkan piezoelektrik yang kuat dan memiliki dampak yang aman serta ramah bagi lingkungan dalam penggunaannya.

1.4 Batasan Masalah

Beberapa batasan masalah dalam penelitian antara lain :

- Pada penelitian menggunakan metode *solid state reaction* dalam proses mensintesisnya.
- Pengidentifikasian produk sintesis menggunakan XRD dan SEM.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Pustaka

Penelitian tentang sintesis piezoelektrik bahan $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3 - \text{BaTiO}_3 - \text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (BNT-BT-KNN) dengan metode *solid-state reaction* pernah dilakukan sebelumnya oleh kelompok peneliti yang berasal dari China yaitu Zhang, dkk (2010) yang melakukan sintesis $(0.94-x)\text{BNT} + 0.06\text{BT} + x\text{KNN}$ (disingkat BNT-BT-KNN100x, dengan x berkisar 15 - 30 % mol). Zhang, dkk melakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM. Dari percobaan yang dilakukannya sifat kelistrikan yang baik di dapatkan pada $x = 20$ % mol dan $x = 25$ % mol serta memiliki struktur kristal tetragonal.

Tujuan penambahan $\text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ pada bahan dasar $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3 - \text{BaTiO}_3$ untuk meningkatkan konstanta piezoelektrik, temperatur currie (T_c), polarisasi remanen (P_r), dan mendapatkan medan koersiv (E_c) yang rendah. Pada tahun 2011 pernah dilakukan penelitian tentang piezoelektrik yaitu penambahan $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ pada bahan dasar BNT-BT dengan metode *solid state reaction*.

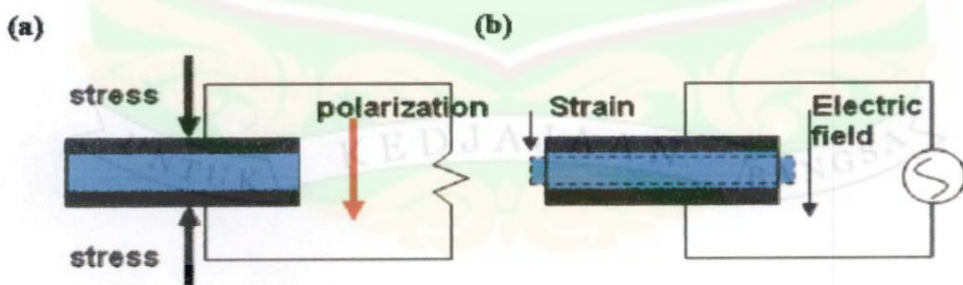
Pada penelitian ini dilakukan sintesis KNN dan BNT-BT dengan bahan dasar $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3 - \text{BaTiO}_3$ dengan penambahan bahan dopan $\text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ serta memvariasikan persentase BNT-BT-KNN sebesar 3 %, 6 %, 8 %, dan 10 % mol menggunakan persamaan $(0.94-x)\text{BNT}-0.06\text{BT}-x\text{KNN}$ dengan waktu sintering selama 4 jam dan dengan proses pendinginan biasa.

2.2 Landasan Teori

2.2.1 Material Piezoelektrik

Material piezoelektrik merupakan suatu material yang memproduksi tegangan listrik ketika dikenai regangan atau tekanan mekanis. Sebaliknya, jika medan listrik diterapkan, maka material tersebut akan mengalami regangan atau tekanan mekanis. Oleh karena itu, material ini sangat menarik untuk diteliti dan dikembangkan.

Piezoelektrik merupakan suatu efek yang reversibel, dimana terdapat efek piezoelektrik langsung (*direct piezoelectric effect*) dan piezoelektrik balikan (*converse piezoelectric effect*). Efek piezoelektrik langsung menggambarkan kemampuan material untuk mengubah tegangan mekanik menjadi tegangan listrik. Sedangkan efek piezoelektrik balikan menggambarkan kemampuan material untuk mengubah tegangan listrik yang terjadi menjadi energi tegangan mekanik seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Efek Piezoelektrik (a) *Direct piezoelectric effect* (b) *converse piezoelectric effect* (sumber : Chien-Chih Huang, 2008)

Direct piezoelectric effect dapat difungsikan sebagai sensor sedangkan *converse piezoelectric effect* dapat difungsikan sebagai aktuator. Karena efek ini,

kristal piezoelektrik memiliki banyak aplikasi seperti dalam generator, dan USG. Material piezoelektrik yang telah dikembangkan antara lain *quartz*, $BaTiO_3$, $PbTiO_3$, PZT (*Lead Zirconate Titanate*), dan PZN-9PT. Bahan piezoelektrik apabila ditekan akan terjadi polarisasi, dimana arahnya tergantung pada arah tekan (*stres*) pada kristal tersebut.

2.2.2 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.

Beberapa bahan feroelektrik menunjukkan sifat piezoelektrik yaitu efek tekan listrik, diantaranya adalah kristal buatan berupa keramik seperti *Barium*

Titanat (BT), Lead Zirconium Titanat (PZT), Bismut Natrium Titanat (BNT) dan Kalium Natrium Niobate (KNN).

2.2.3 Struktur Kristal

a. 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 (2.1) dan persamaan (2.2).

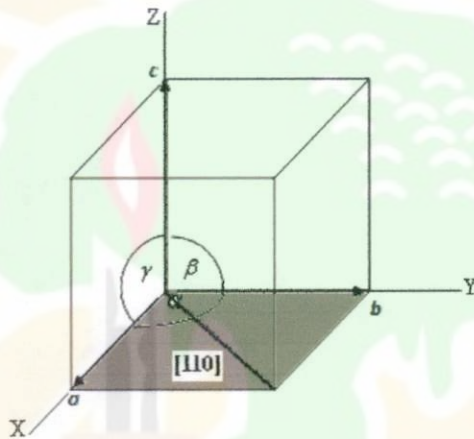
Untuk tetragonal :

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

Untuk rhombohedral :

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

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



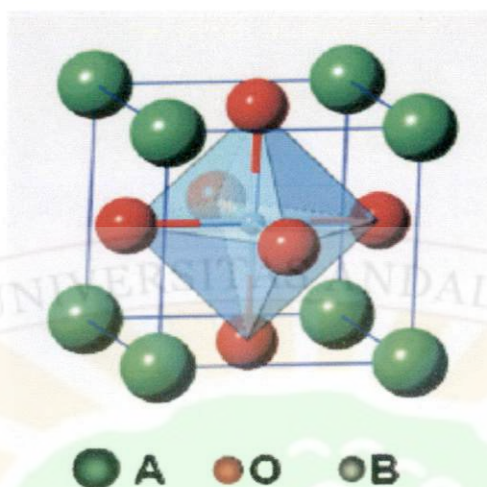
Gambar 2.2 Struktur kristal yang memperlihatkan sudut dan hkl
(sumber : Kasap dkk, 2006)

b. Kristal *Perovskite*

Gabungan struktur *Face Center Cubic* (FCC) dan *Body Center Cubic* (BCC) disebut kristal *perovskite*. Salah satu contoh kristal yang memiliki struktur *perovskite* adalah BNT. Struktur *perovskite* merupakan salah satu jenis struktur dari material piezoelektrik.

MILIK
UPT PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS ANDALAS

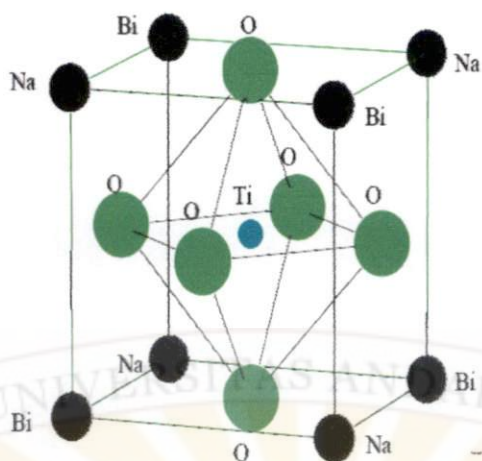
Struktur Kristal *perovskite* ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Sel satuan *perovskite*
(sumber : Chien-Chih Huang, 2008)

Struktur *perovskite* ditulis dengan rumus ABO_3 , dimana struktur tersebut merupakan struktur kristal yang paling serbaguna. Selain itu, bahan piezoelektrik dan feroelektrik juga berasal dari struktur *perovskite*.

Karakteristik struktur *perovskite* ABO_3 dapat dipengaruhi dengan mengontrol keberadaan kation B dan kation A, sehingga berdampak pada sifat-sifat spesifiknya. Kepiezoelektrisitas 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^+ . Seperti ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Representasi dari *perovskite* ABO_3 ditampilkan sebagai BNT kubik (sumber : Moharana, 2009)

Sel satuan *perovskite* terdiri dari delapan ion besar A^{+} , satu ion kecil B^{+} , dan enam ion O^{2-} . Seperti yang telah dikemukakan sebelumnya, sel satuan *perovskite* dapat digambarkan sebagai gabungan struktur FCC (*Face Centred Cubic*) dan BCC (*Body Centred Cubic*), dimana ion A^{+} berada pada sudut sel satuan, ion O^{2-} berada pada permukaan sel satuan dan ion B^{+} menduduki lokasi *interstitial octahedral*. Jika suhu material dinaikkan melebihi suhu Curie, struktur *perovskite* menjadi kubik, ketika material diaplikasikan pada suhu kamar dan di atasnya hingga mencapai suhu Curie terjadi perubahan fase dari kubik ke tetragonal atau rhombohedral, dan lain-lain (Jones and Thomas, 2002).

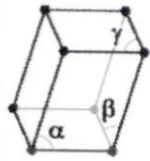
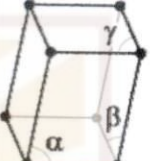
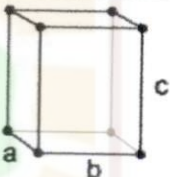

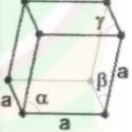
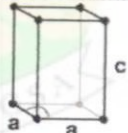
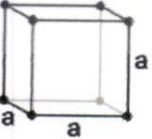
c. Parameter Kisi

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 α , β dan γ . Kelompok atom yang simetri dalam tiga dimensi memperlihatkan 14 tipe kisi yang berbeda-beda, seperti yang terlihat pada

Tabel 2.1. Sistem kristal merupakan metode untuk menggolongkan bahan kristal berdasarkan sel satuannya. Sejumlah kisi di atas disebut dengan kisi bravais yang terdiri dari 7 sistem kristal, yaitu triklinik, monoklinik, ortorombik, tetragonal, kubik, trigonal, dan heksagonal.



Tabel 2.1 Sel Satuan Konvensional dan 14 Kisi Bravais

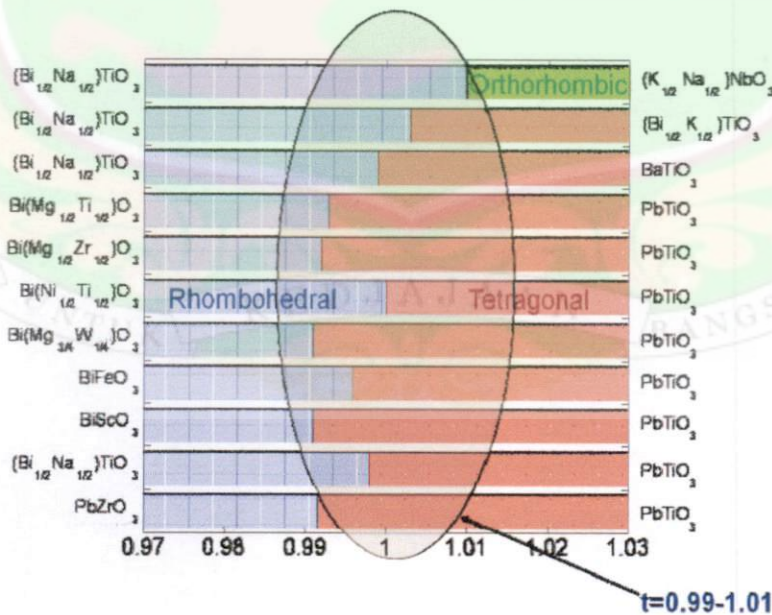
Sistem Kristalografi	Panjang sumbu Dan sudut	Kisi Bravais	Simbol Kisi	Skema tiga-dimensi Simple
Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	- Simple	P	
Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$ atau $a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ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

(sumber : Kittel, 2004)

MILIK
UPT PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS ANDALAS

d. Morphotropic Phase Boundary (MPB)

MPB adalah suatu daerah dimana dapat terjadi perubahan fasa, yaitu dari fasa rhombohedral ke fasa tetragonal atau sebaliknya. Sebuah MPB dapat diperoleh dari batas komposisi antara dua fasa yang berbeda yang dapat dicapai dengan mengontrol rasio setiap komponen *perovskite*. Kasus yang paling terkenal untuk penelitian MPB adalah *lead zirconium titanate*, $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$ (PZT). Batas fasa vertikal antara $PbTiO_3$ (tetragonal simetri) dan $PbZrO_3$ (rhombohedral simetri) di dekat komposisi $x = 0,5$. Jika respon piezoelektrik tinggi dalam MPB, maka dapat menjelaskan tingkat kebebasan dipol listrik dalam batas fasa yang dapat berorientasi melalui medan listrik. Pada material piezoelektrik, MPB sangat penting, karena pada daerah inilah sifat piezoelektrik dan sifat dielektrik menunjukkan hasil yang maksimum. Struktur MPB dapat dilihat pada Gambar 2.5.

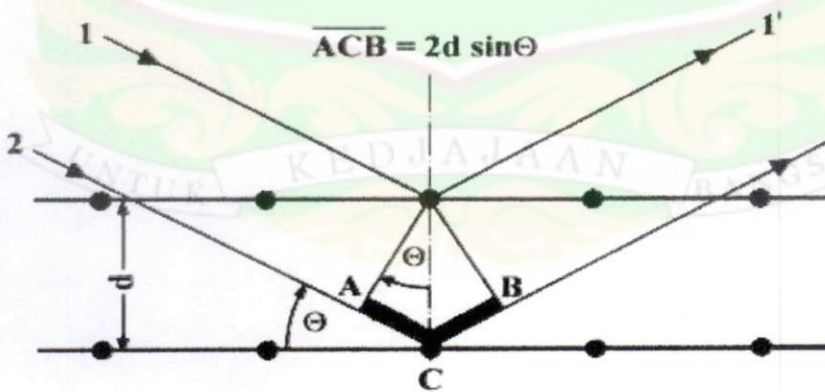


Gambar 2.5 Diagram MPB yang terkait dengan *perovskite* Bi berbasis komposisi (sumber : Chien-Chih Huang, 2008)

2.3 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 fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya 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 2.6).



Gambar 2.6 Pola Difraksi Sinar-X
(sumber : Suryanarayana, 1998)

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 metode karakterisasi XRD adalah sudut hamburan (sudut Bragg) dan intensitas. Hal yang perlu diperhatikan pada metode 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, yang dapat dilihat pada persamaan 2.3.

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

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 (2.3) 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.

2.4 Sifat Piezoelektrik

2.4.1 Bismut Natrium Titanat (BNT)

Bismut natrium titanat $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT), ditemukan oleh Smolenskii, et al (1961), adalah material yang bersifat ferroelektrik (Hosono, 2001), bebas timbal (Pb) dengan struktur *perovskite* ABO_3 dan memiliki struktur kristal rhombohedral pada suhu kamar dengan parameter kisi $a = 3,98 \text{ \AA}$, $\alpha = 89.67^\circ$ (Toshihiko, 1998). Pada suhu $200 \text{ }^\circ\text{C} - 300 \text{ }^\circ\text{C}$ terjadi transformasi struktur dari rhombohedral ke tetragonal diikuti dengan transisi ke simetri kubik pada suhu lebih dari $540 \text{ }^\circ\text{C}$ (Zvirgzds dkk, 1982).

Serbuk BNT sangat stabil di lingkungan yang lembab dan dapat disimpan di udara selama sebulan tanpa ada perubahan (Isupov, 2005). Konstanta dielektrik BNT adalah sekitar 500 di suhu kamar dan naik ke nilai maksimum 2000 pada suhu $300 \text{ }^\circ\text{C}$ (East dkk, 1997). Kurva histeresis BNT membenarkan adanya *ferroelectricity* dari fasa rhombohedral ke paraelektrik dalam fasa kubik. Namun ada perdebatan tentang perilaku dielektrik dari fasa tetragonal di BNT. Perilaku paraelektrik dapat muncul dalam fasa tetragonal dari BNT (East dkk, 1997).

BNT dan keramik piezoelektrik bebas timbal (Pb) lainnya memiliki konstanta piezoelektrik dan suhu Curie (T_c) yang lebih rendah dibandingkan

dengan kelas piezoelektrik berbasis timbal seperti PZT. PZT memiliki konstanta piezoelektrik $d_{33} = 460$ pC/N, dengan suhu Curie 450 °C (Donnelly dkk, 2007) sedangkan BNT memiliki konstanta piezoelektrik $d_{33} = 73$ pC/N (Aksel and Jones, 2010) dan suhu Curie 320 °C (Smolenskii dkk, 1961 ; Takenaka dkk, 1991) sehingga rentang suhu aplikasi PZT lebih lebar apabila dibandingkan dengan BNT.

Membandingkan BNT dengan dengan PZT, dengan mempelajari komposisi dan struktur, dapat dilihat tiga perbedaan yang sangat jelas. Pertama, situs A keramik BNT ditempati oleh Bi^{3+} dan Na^+ . Jari-jari BNT relatif kecil (Bi^{3+} dengan $1,14$ Å dan Na^+ dengan $0,94$ Å) dibandingkan dengan Pb^{2+} di situs A, sedangkan PZT yang memiliki jari-jari yang besar yaitu $1,32$ Å. Kedua, tidak seperti keramik PZT, keramik BNT tidak memiliki fasa *morphotropic* atau yang lebih dikenal dengan MPB. Telah diketahui bahwa MPB memegang peranan yang sangat penting dalam keramik PZT karena piezoelektrik dan sifat dielektrik menunjukkan hasil yang maksimum selama komposisi sampel berada dikisaran MPB. Ketiga, keramik BNT menjalani transisi suhu rendah dari fasa feroelektrik ke fasa antiferroelektrik pada suhu transisi, sedangkan keramik PZT tidak memiliki suhu transisi.

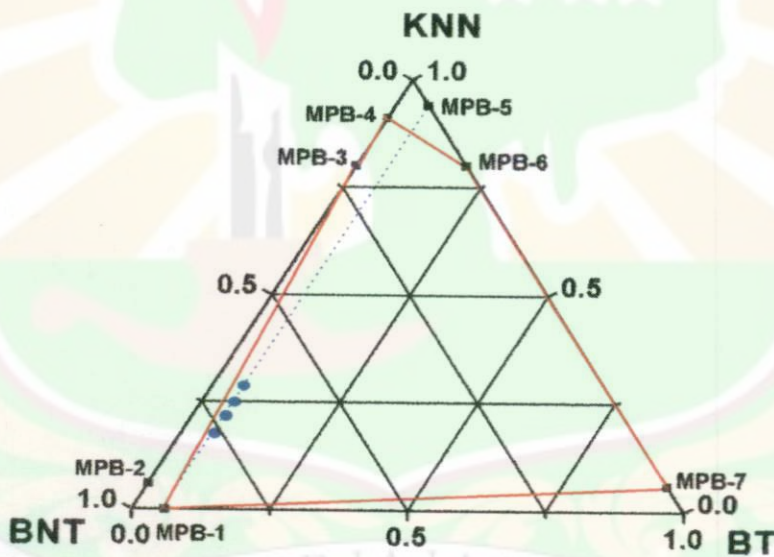
2.4.2 Kalium Natrium Niobate (KNN)

Kalium Natrium Niobate (KNN) merupakan bahan feroelektrik yang memiliki sifat yang diinginkan untuk aplikasi delay-line ultrasonik padat dan ultrasonik transduser. KNN memiliki struktur tetragonal, suhu Curie (T_c) =

420⁰C, densitas yang rendah sebesar 4,51 g.cm⁻³ dan konstanta piezoelektrik d₃₃ antara (80 – 110) pC/N.

2.4.3 Bismut Natrium Titanat - Barium Titanat – Kalium Natrium Niobate (BNT-BT-KNN)

BT dan KNN memiliki struktur tetragonal, sedangkan BNT memiliki struktur rhombohedral (Zhang,dkk 2010). Apabila dilakukan sintesis antar ketiga bahan ini menjadi BNT-BT-BKT, akan terjadi perubahan struktur antara tetragonal dan rhombohedral, seperti yang dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Diagram Fasa Ternier $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3 - \text{BaTiO}_3 - \text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (sumber : Zhang dkk, 2010)

Diagram fasa Ternier, merupakan diagram gabungan dari ketiga fasa BNT, BT dan BKT. Pada Gambar 2.7 dapat dilihat titik yang ditunjuk garis merupakan daerah MPB. Pada daerah MPB dilakukan variasi komposisi sampel yang tepat, agar mendapatkan sifat piezoelektrik dan sifat dielektrik yang tinggi.

Seperti yang terlihat pada Gambar 2.7 dan Tabel 2.2, adanya contoh variasi sampel dari beberapa peneliti.

Tabel 2.2 Komposisi bahan yang berada pada daerah MPB

Daerah MPB	Komposisi
MPB 1	(0,94BNT-0,06BT) = rhombohedral-tetragonal
MPB 2	(0,94BNT-0,06KNN) = rhombohedral-tetragonal
MPB 3	(0,80KNN-0,20BNT) = tetra/rhombo-kubik
MPB 4	(0,91KNN-0,09BNT) = kubik-ortorombik
MPB 5	(0,94KNN-0,06BT) = ortorombik-tetragonal
MPB 6	(0,80KNN-0,20BT) = tetragonal-kubik
MPB 7	(0,94BT-0,06KNN) = kubik-tetragonal

(sumber : Zhang dkk, 2010)

2.5 Dielektrikum

Bahan dielektrik memiliki suatu konstanta yang dikenal sebagai konstanta dielektrik. Konstanta dielektrik suatu bahan dapat ditentukan dari perbandingan antara permitivitas dielektrik bahan dengan permitivitas vakum (ruang hampa), yang diberikan oleh persamaan (2.4) :

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (2.4)$$

Dengan: ϵ_r = konstanta dielektrik

ϵ = permitivitas dielektrik bahan (F/m)

ϵ_0 = permitivitas vakum ($8,85 \times 10^{-12}$ F/m)

Konstanta dielektrik suatu bahan tidak memiliki satuan karena merupakan perbandingan antara 2 besaran yang memiliki satuan yang sama. Permitivitas

dielektrik bahan itu sendiri ditentukan melalui pengukuran dengan alat atau dari percobaan.

Bahan dielektrik juga mempunyai sifat piezoelektrik dan feroelektrik. Bahan dielektrik biasanya terikat kuat oleh masing-masing atom sehingga tidak dapat bergerak walaupun bahan itu berada dalam medan listrik. Bila suatu bahan dielektrik diletakkan dalam medan listrik, maka dipol listrik yang terjadi akan mengarahkan diri sehingga pada permukaan bahan akan timbul muatan-muatan listrik induksi. Muatan-muatan ini akan menimbulkan medan listrik baru di dalam bahan yang arahnya berlawanan dengan medan listrik luar akibatnya medan listrik di dalam bahan menjadi lebih lemah, yaitu $1/k$ kali medan listrik luar, sedangkan tetapan k disebut tetapan dielektrik.

2.6 Metode Padat (*Solid State Reaction*)

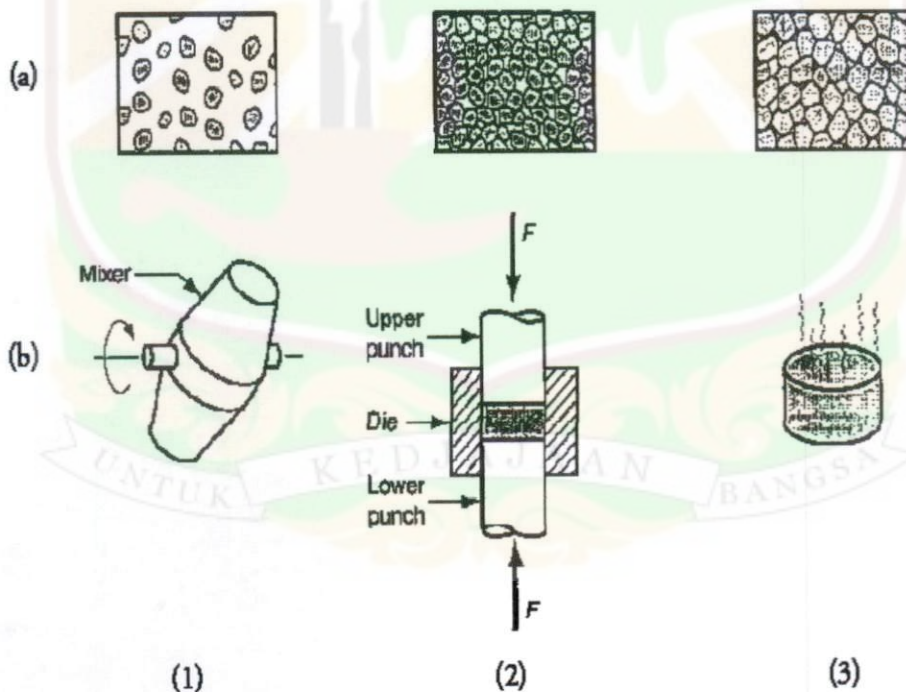
Metode padat (*solid state reaction*) disebut juga dengan metode kering/metode konvensional. *Solid state reaction* merupakan reaksi padatan yang terjadi antar partikel yang bereaksi di atas permukaan, yang dipengaruhi oleh sifat kehomogenan bahan, tekanan saat kompaksi, suhu sintering, dan lama waktu pemanasan. Metode padat merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk sintesis bahan anorganik mengikuti rute yang hampir universal yaitu melibatkan pemanasan komponen-komponen pada suhu tinggi dengan periode yang relatif lama. Reaksi ini melibatkan pemanasan campuran dua atau lebih padatan untuk membentuk produk yang juga berupa padatan.

Tahapan dari metode *solid state reaction*, yaitu :

- a. *Blending*/ penggerusan
Bertujuan untuk menghomogenisasi bahan.
- b. *Compacting*/ kompaksi
- c. *Sintering*/ Pemanasan

Proses sintering adalah proses pemanasan serbuk pada suhu dibawah titik lelehnya dalam rentang waktu yang cukup lama dengan tujuan mendapatkan kualitas bahan yang lebih tinggi. Selain itu, agar butiran-butiran yang berdekatan dapat bereaksi dan berdekatan.

Secara umum tahapan metode *solid state reaction* ditunjukkan seperti pada Gambar 2.8.



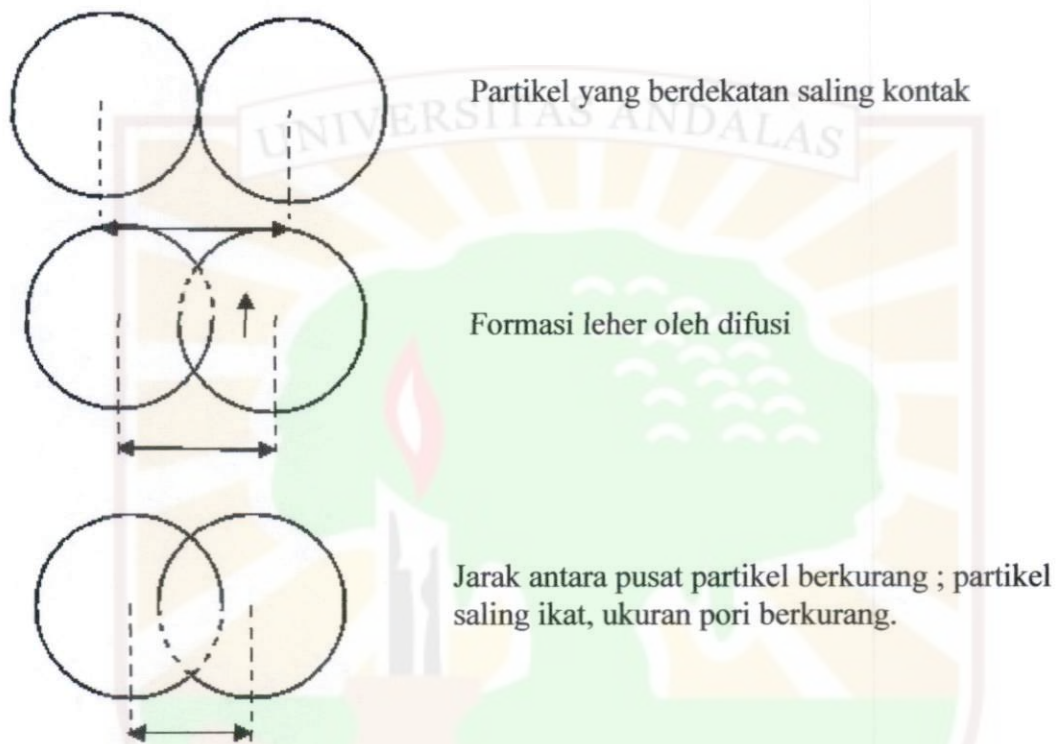
Gambar 2.8 Proses sintesis dengan metode *solid state reaction* (1) Pencampuran, (2) kompaksi, dan (3) sintering; (a) kondisi sampel, dan (b) skema kerja (sumber : Calton, 2009)

Pada metode padat ini bahan tidak dapat tercampur secara homogen sehingga akan mempengaruhi proses reaksinya, untuk itu diperlukan suhu yang relatif tinggi pada proses sintering agar bahan dasar dapat tercampur secara homogen.

Beberapa faktor yang menyebabkan reaksi kimia dalam keadaan padat sukar dilakukan dan hanya dapat dilakukan pada suhu yang relatif tinggi, yaitu perbedaan struktur kristal antara pereaksi-pereaksi dengan produk reaksi yang dihasilkan. Ion-ion harus melakukan migrasi, sedangkan ion-ion pereaksi yang akan bereaksi terjebak pada kisi kristal sehingga mengalami kesukaran untuk bermigrasi ke antarmuka kristal antara masing-masing pereaksi, sehingga terjadi penyusunan ulang struktur kristal pada proses pembentukan produk reaksi yang meliputi peristiwa pemutusan dan pembentukan ikatan-ikatan kimia, serta migrasi ion-ion dalam jarak yang signifikan bagi skala ionik atau atomik.

Faktor lain yang penting adalah proses penggerusan, dimana akan mengurangi rongga antar partikel pereaksi dan juga membuat ukuran serbuknya menjadi kecil, sehingga permukaan partikel yang dapat bereaksi semakin luas, seperti yang terlihat pada Gambar 2.8 (a.1). Luas kontak antarmuka pereaksi-pereaksi juga dapat ditingkatkan dengan cara memberikan tekanan pada campuran reaksi (proses kompaksi), dapat dilihat pada Gambar 2.8 (a.2), dan yang terakhir adalah proses sintering atau yang disebut juga dengan proses pemadatan atau pematangan dari serbuk bahan yang dibentuk pada suhu tinggi, namun masih berada di bawah titik leleh bahan tersebut untuk menjadi bahan padat. Selama proses sintering terjadi pengurangan pori-pori bahan yang disertai pembesaran

dari masing-masing butir bahan sehingga terjadi ikatan yang kuat antara masing-masing butir, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.8 (a.3). untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Skema perpindahan material pada *solid state reaction* (sumber : Ahda dan Mardiyanto 2010)

Pada proses sintering menyebabkan perpindahan material secara difusi. Difusi yang terjadi adalah pergerakan dari atom atau kekosongan (pori) sepanjang permukaan batas butir atau melewati volume dari material dalam kata lain material-material akan melebar sehingga pori akan semakin mengecil, hal ini menandakan *solid state reaction* bereaksi secara sempurna. Difusi volume sepanjang batas butir atau melewati *dislokasi lattice* akan mengakibatkan penyusutan seperti yang diilustrasikan pada Gambar 2.9.

2.7 Metode Hanawalt

Pada tahun 1936 Hanawalt dan kawan-kawan telah merintis pengumpulan pola difraksi berbagai bahan rujukan, dan membuat suatu metode sebagai prosedur untuk mendapatkan dengan cepat pola suatu bahan yang dicari. Dari hukum Bragg kita ketahui bahwa posisi sudut difraksi tergantung pada riak gelombang sinar-x yang digunakan, sehingga jarak antara bidang atom (d) merupakan suatu besaran yang penting. Karenanya Hanawalt menyatakan setiap pola suatu bahan terdiri dari besaran d dan I/I_1 , dimana data setiap pola berdasarkan pada tiga garis refleksi terkuat.

Pada mulanya metode Hanawalt dirancang untuk teknik fotografis, tetapi sekarang telah diarahkan ke teknik difraktometris. Metode ini kemudian dikembangkan oleh "American Society for Testing Material" (ASTM) dan beberapa perkumpulan lain di Amerika. Kemudian terdiri dari suatu komite "Joint Comitee On Powder diffraction Standards" (JCPDS). Pada Gambar 2.10 ditunjukkan model bentuk kartu Hanawalt beserta keterangan data bahan yang disimpan.

1	D			2	8				
	I/I_0			3					
	4				$D(^{\circ}A)$	I/I_0	Hkl	$d(^{\circ}A)$	I/I_0
	5								hkl
	6								
	7							9	

Gambar 2.10 Model Kartu Data Hanawalt
(sumber : Asmuni, 2004)

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan Februari – Juni 2011 di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang, Propinsi Banten.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Gambar alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini terlihat pada Lampiran 8 dan Lampiran 9.

3.2.1 Alat Penelitian

3.2.1.1 Alat Sintesis

1. Timbangan *electronic OHAUS GALAXY™* 160, neraca digital yang memiliki ketelitian yang tinggi ($\pm 0,0001$ gram) digunakan untuk menimbang bahan dasar.
2. Mortar dan lumpang, digunakan sebagai tempat penggerusan bahan uji.
3. Spatula, berfungsi sebagai sendok dan pengaduk.
4. *Dies*, sebagai tempat untuk cetakan pelet dengan diameter berukuran 1 cm.
5. *Hydraulic Press Carver*, sebagai alat penekan pelet yang memiliki kemampuan tekanan mencapai 15.000 PSi.
6. Tungku pemanas dengan merk *Thermolyne 47900 furnace* untuk proses kalsinasi dan sintering bahan.

7. Difraktometer sinar-X merek *PHILIPS* tipe APD 3520 digunakan sebagai alat karakterisasi untuk melihat pola difraksi.
8. SEM merk *JEOL JSM-6510LA* digunakan sebagai alat karakterisasi untuk melihat bentuk morfologi dan kandungan kimia yang terdapat dalam bahan.
9. Metoda Hanawalt digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan parameter kisi dari bahan dasar piezoelektrik yang akan disintesis.

3.2.1.2 Alat Karakterisasi

1. XRD (*X-ray Diffraction*) digunakan untuk mengkarakterisasi sampel dengan melihat pola difraksi (puncak-puncak difraksi).
2. SEM (*Scanning Electron Microscope*) merk *JOEL JSM-6510LA* digunakan untuk melihat bentuk morfologi dan kandungan elemen di dalam sampel.

3.2.2 Bahan Penelitian

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) (*Merk, Jerman*) dengan kemurnian 99,99%.
3. Natrium Karbonat (Na_2CO_3) (*Merck, Jerman*) dengan kemurnian 99,999%.
4. Barium Karbonat (Ba_2CO_3) (*Merck, Jerman*) dengan kemurnian 99%.

5. Potasium Karbonat (K_2CO_3) (ABCR, Puratrem, Jerman) dengan kemurnian 99,998%
6. Niobium Oksida (Nb_2O_5) (ABCR, Puratrem, Jerman) dengan kemurnian 99,9%.

Semua bahan dari no 1 sampai no 6 berbentuk serbuk.

3.3 Tata Laksana Penelitian

3.3.1 Sintesis Bahan Kalium Natrium Niobate (KNN)

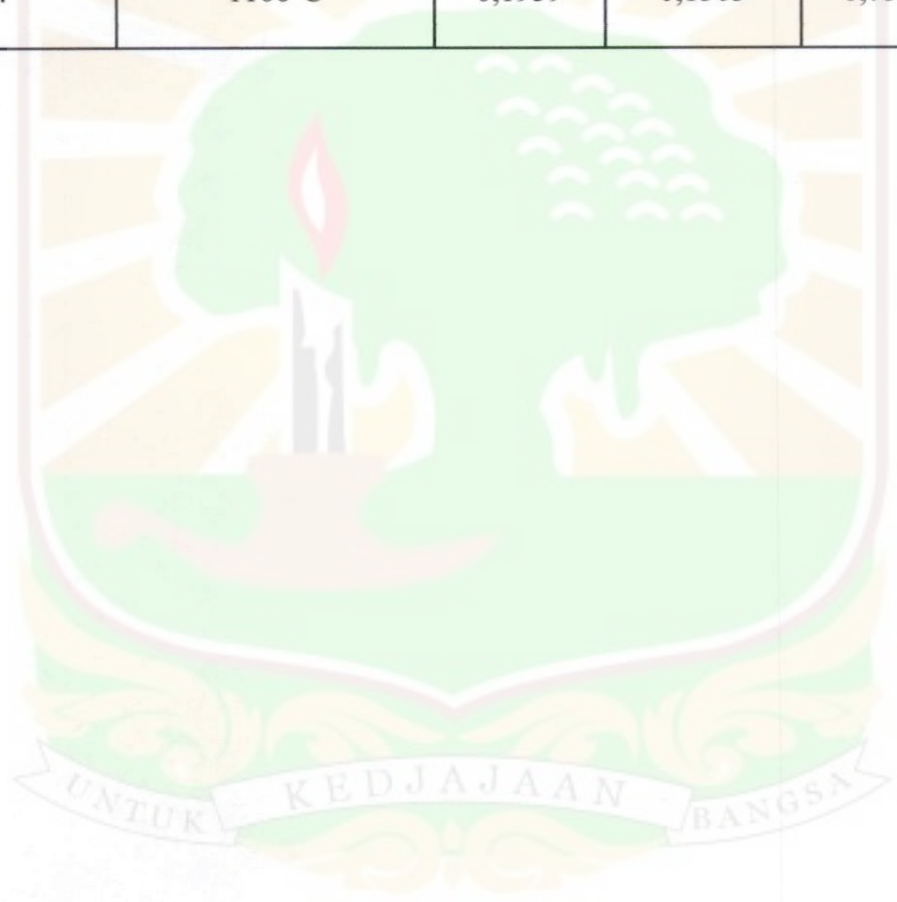
Pada penelitian kali ini akan dilakukan proses sintesis BNT-BT-KNN dengan metode kering yaitu metode *solid state reaction*. Prosedur pembuatan $Bi_{0,5}Na_{0,5}TiO_3$ - $BaTiO_3$ - $K_{0,5}Na_{0,5}NbO_3$ diawali dengan pembuatan bahan dopannya yaitu $KNaNbO_3$ dengan mencampurkan bahan dasar K_2CO_3 , Na_2CO_3 , dan Nb_2O_5 sesuai dengan persamaan (3.1) sebagai berikut :



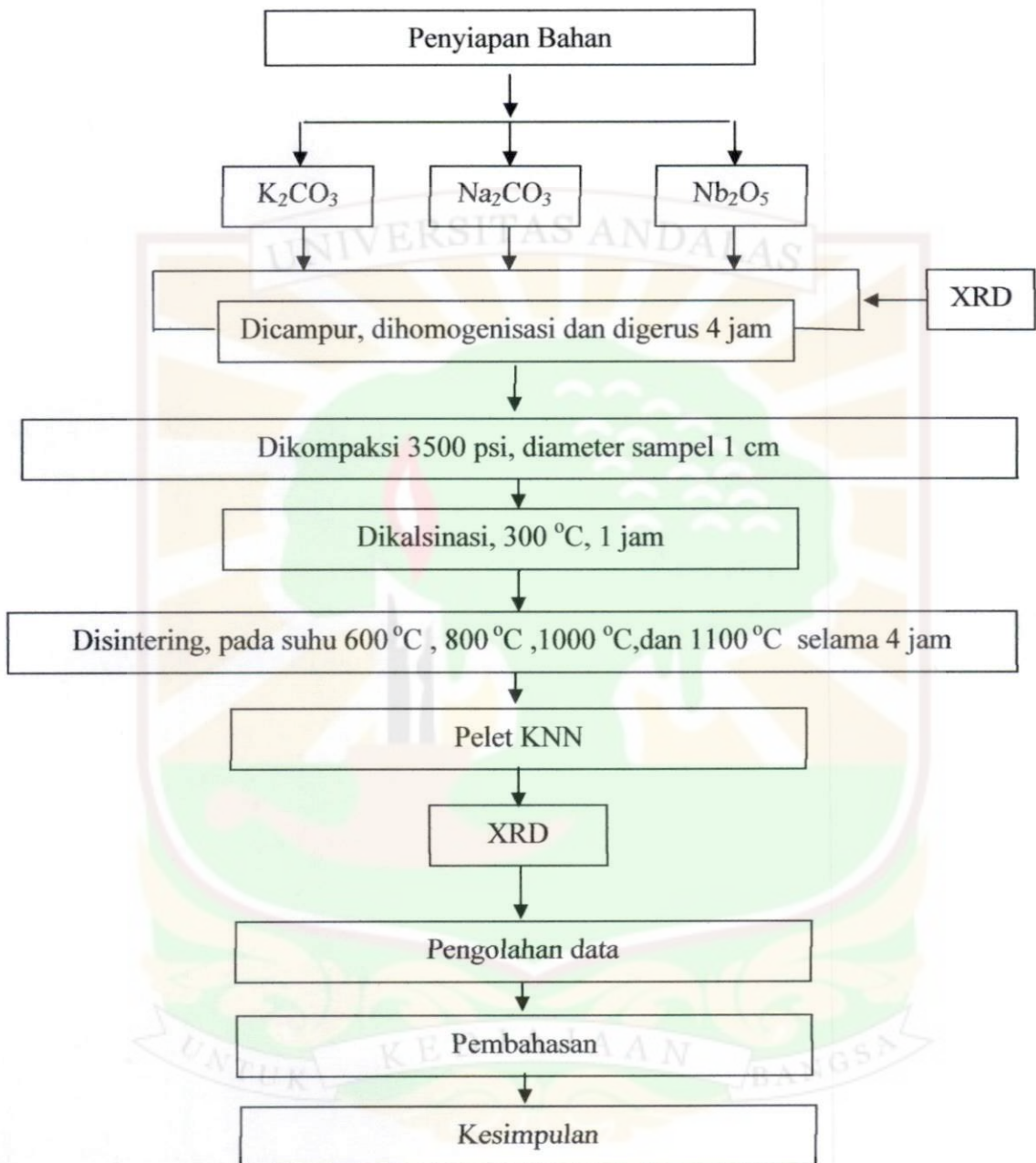
Semua bahan ditimbang secara stoikiometri dan dicampurkan, massa 1 pelet = 1,1 gram, selanjutnya digerus dengan menggunakan mortar selama 4 jam agar menjadi homogen. Setelah proses penggerusan, bahan dikompaksi pada *dies* sebagai wadahnya dengan tekanan sebesar 3500 psi. Bahan kristal yang sudah homogen dan memadat ini, kemudian disinter menggunakan *furnace* pada suhu $600^{\circ}C$, $800^{\circ}C$, $1000^{\circ}C$ dan $1100^{\circ}C$ selama 4 jam. Ukuran dan bentuk kristal KNN yang sudah di sinter dilihat dengan menggunakan XRD. Banyaknya persentase KNN dapat dilihat pada Tabel 3.1 :

Tabel 3.1 Komposisi KNN

Sampel	Suhu Sintering	Massa (gram)		
		K ₂ CO ₃	Na ₂ CO ₃	Nb ₂ O ₅
1	600 ⁰ C	0,1959	0,1503	0,7538
2	800 ⁰ C	0,1959	0,1503	0,7538
3	1000 ⁰ C	0,1959	0,1503	0,7538
4	1100 ⁰ C	0,1959	0,1503	0,7538



Secara umum tahapan penelitian ditunjukkan pada Gambar 3.1.

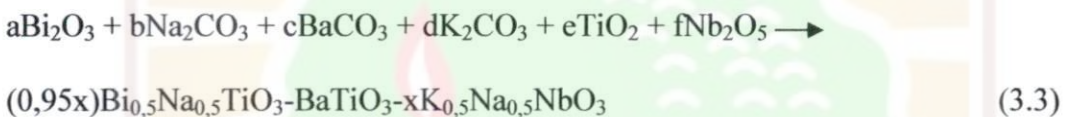


Gambar 3.1 Diagram tahapan kegiatan dalam sintesis KNN

3.3.2 Sintesis Bismut Natrium Titanat - Barium Titanat - Kalium Natrium Niobate (BNT-BT-KNN)

Setelah KNN disintesis, dilanjutkan dengan mensintesis BNT-BT-KNN.

Prosedur yang dilakukan pada sintesis BNT-BT-KNN sama dengan prosedur mensintesis KNN. Sintesis BNT-BT-KNN dilakukan dengan cara menambahkan KNN kedalam BNT-BT, dengan memvariasikan penambahan % mol KNN sesuai dengan Persamaan (3.2).

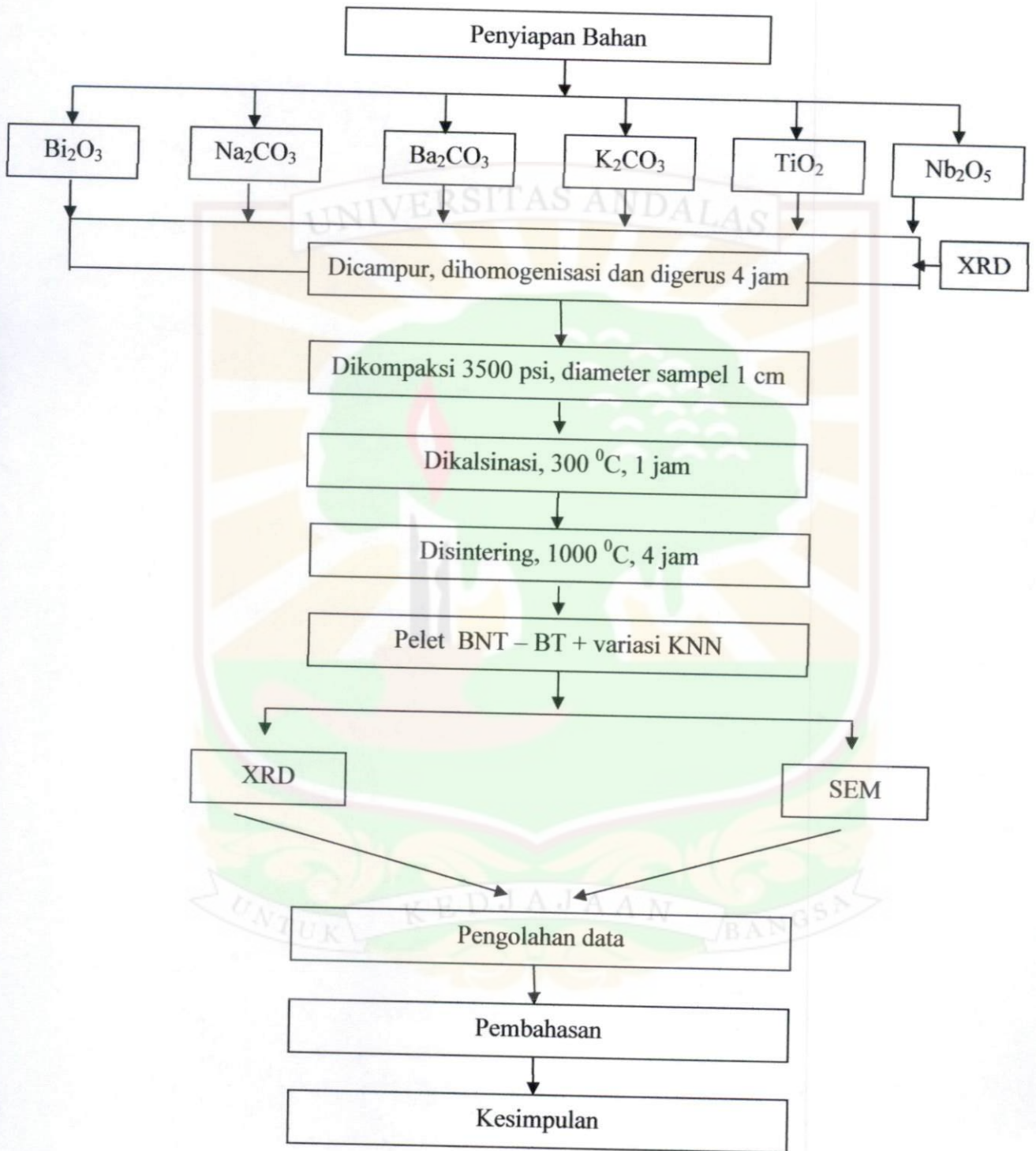


Tabel 3.3 Komposisi BNT-BT-KNN

Sampel	% Penambahan KNN ke dalam BNT-BT	Massa (gram)	
		BNT-BT	KNN
1	3%	1,067	0,033
2	6%	1,034	0,066
3	8%	1,012	0,088
4	10%	0,99	0,110

Seperti halnya dengan KNN, semua bahan dasar dari $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-KNaNbO}_3$ yaitu : Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , TiO_2 , Ba_2CO_3 , K_2CO_3 , dan Nb_2O_5 juga dihomogenkan dengan cara menggerusnya selama 4 jam. Pada penelitian ini akan memvariasikan persentase mol dari bahan dopantnya yaitu KNN sebanyak 3%,6%,8%,dan 10%. Bahan yang sudah digerus akan dikompaksi dengan tekanan

Secara umum alur tahapan tata laksana penelitian ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram tahapan kegiatan dalam sintesis BNT-BT-KNN

BAB IV

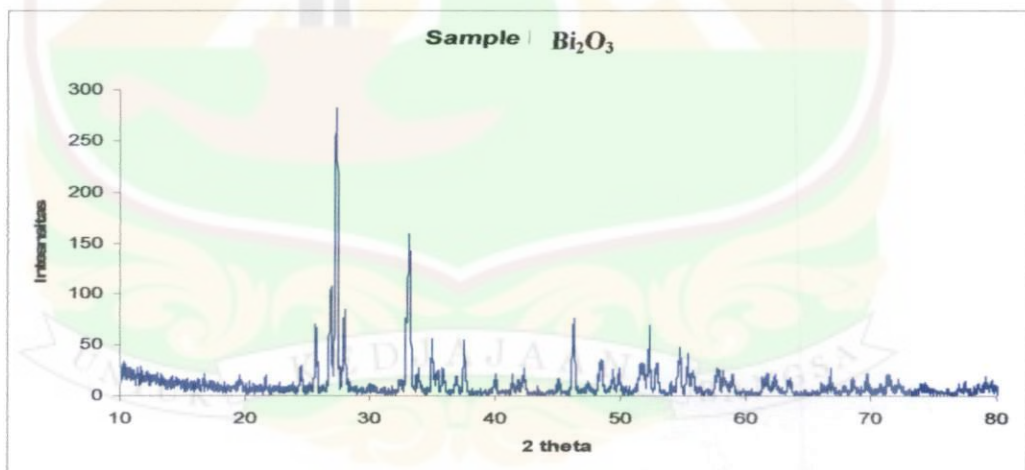
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Identifikasi Bahan Dasar BNT-BT-KNN

Bahan dasar yang digunakan pada penelitian ini adalah Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , TiO_2 , Ba_2CO_3 , K_2CO_3 , dan Nb_2O_5 dengan kemurnian mencapai 99,999%. Semua bahan dasar ini berbentuk serbuk kemudian 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 dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pola Difraksi Bahan Dasar Bi_2O_3

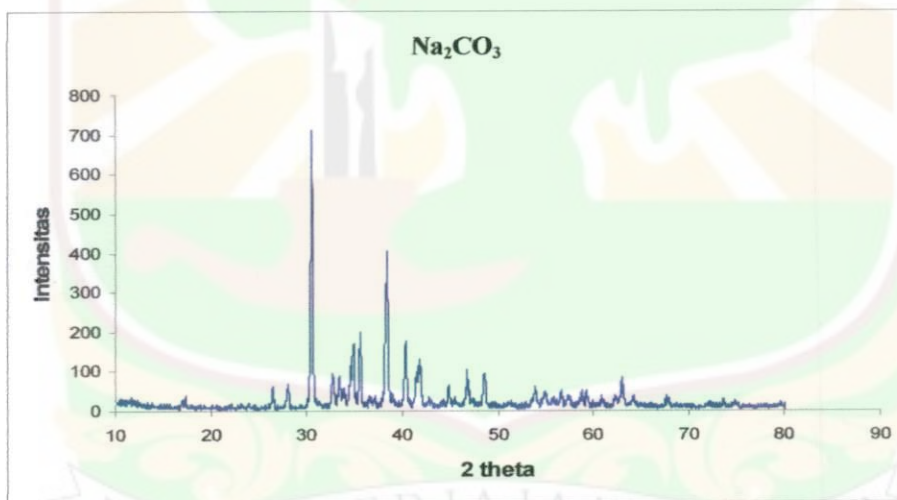
Dari Gambar 4.1 tiga puncak tertinggi berturut-turut adalah pada 2 theta sama dengan $26,78^\circ$, $27,26^\circ$, dan $33,04^\circ$ Ketiga puncak tertinggi dari penelitian

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.



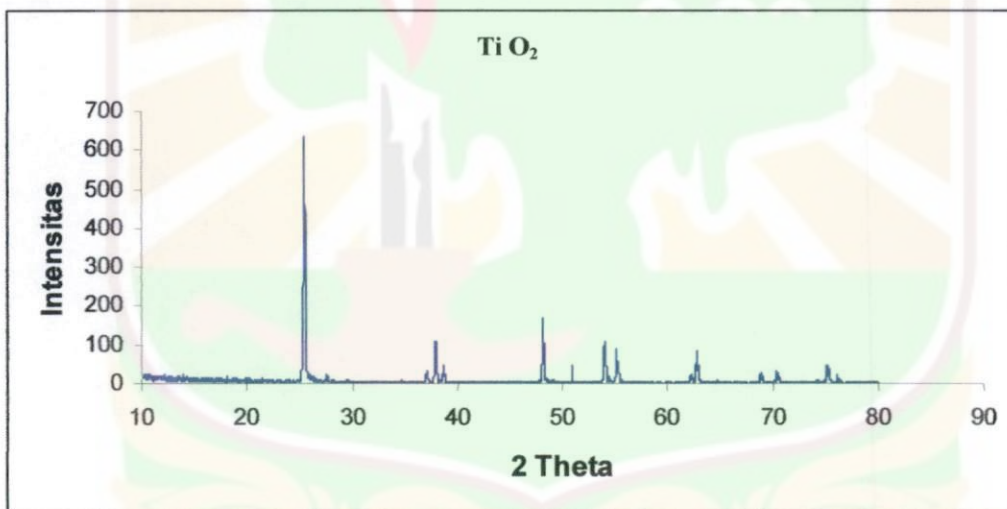
Gambar 4.2 Pola Difraksi Bahan Dasar Na_2CO_3

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

ekperimen dicocokkan dengan Tabel Hanawalt, dan nomor Tabel Hanawalt yang cocok dengan hasil eksperimen ini adalah 19 - 1130 (Lampiran 2). dengan struktur kristalnya monoklinik. Parameter kisinya 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 Hanawalt tidak ada, hal ini mengidentifikasi 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

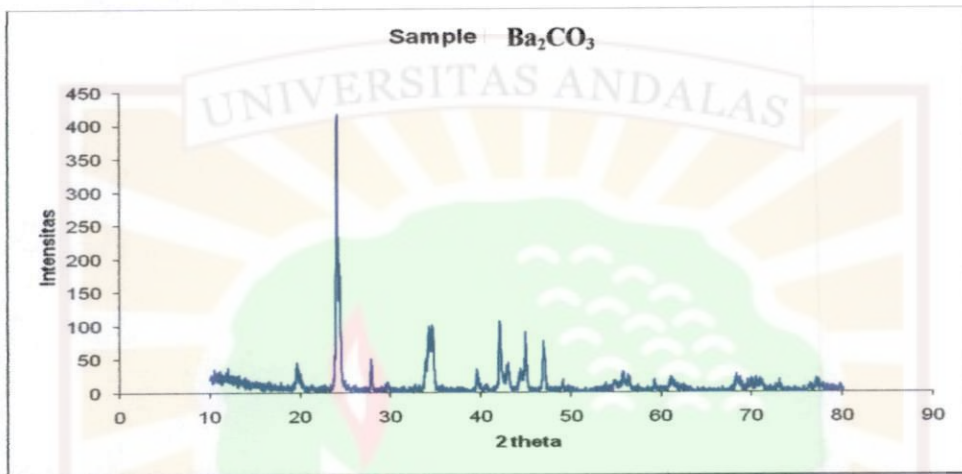
Bahan TiO_2 mempunyai 3 puncak tertinggi adalah $25,4^\circ$, $48,082^\circ$, dan $37,861^\circ$. Hal ini juga ditunjukkan pada Tabel Hanawalt untuk bahan TiO_2 (Lampiran 3). Adapun nomor Tabel Hanawalt yang cocok adalah 21 - 1272 dengan struktur kristalnya tetragonal. Parameter kisinya sebagaimana tercantum

pada Tabel Hanawalt adalah $a = b = 3,7852 \text{ \AA}$, $c = 9,5139 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$.

Tidak ada ditemukan adanya puncak asing.

d. Barium Karbonat (Ba_2CO_3)

Pola difraksi dari bahan dasar Ba_2CO_3 dapat dilihat pada Gambar 4.4.

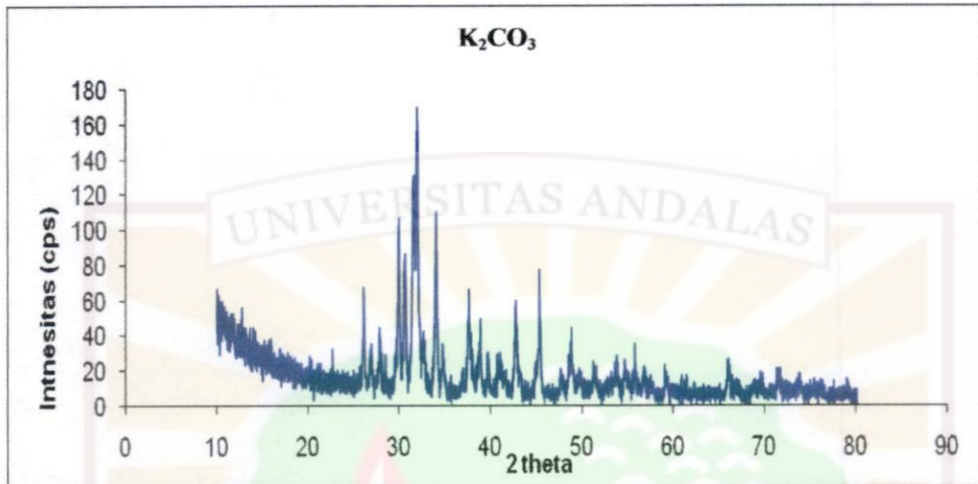


Gambar 4.4 Pola Difraksi Bahan Dasar Ba_2CO_3

Bahan Ba_2CO_3 mempunyai 3 puncak tertinggi adalah $24,02^\circ$, $42,06^\circ$, dan $34,64^\circ$. Hal ini juga ditunjukkan pada Tabel Hanawalt untuk bahan TiO_2 (Lampiran 4). Adapun nomor Tabel Hanawalt yang cocok adalah 41 - 0373 dengan struktur kristalnya ortorombik. Parameter kisiya sebagaimana tercantum pada Tabel Hanawalt adalah $a = 6,459 \text{ \AA}$, $b = 5,225 \text{ \AA}$, $c = 8,834 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Puncak-puncak asing atau puncak-puncak yang diluar dari Tabel Hanawalt tidak ada, hal ini mengidentifikasikan bahwa Ba_2CO_3 tidak memiliki kontaminan.

e. Potasium Karbonat (K_2CO_3)

Pola difraksi dari bahan dasar K_2CO_3 dapat dilihat pada Gambar 4.5.

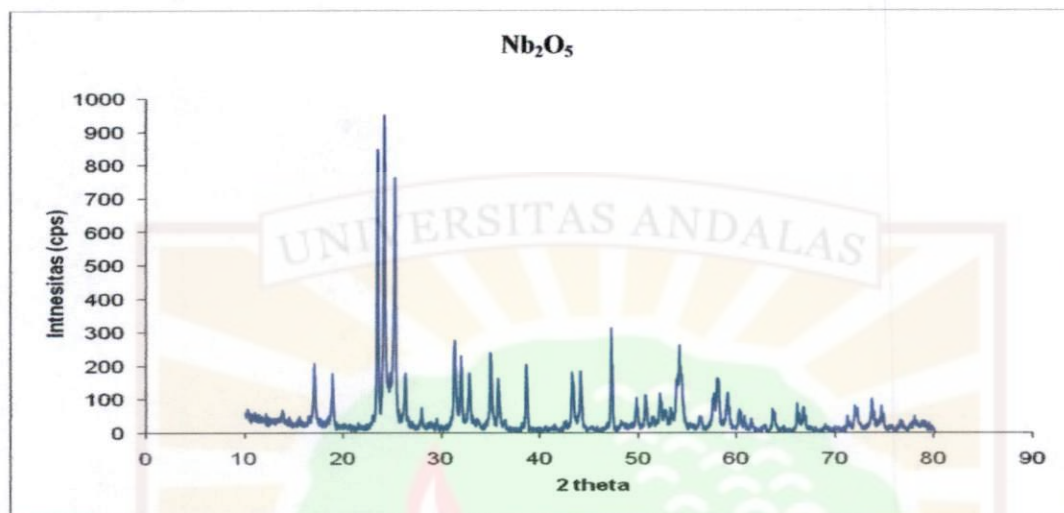


Gambar 4.5 Pola Difraksi Bahan Dasar K_2CO_3

Bahan K_2CO_3 mempunyai 3 puncak tertinggi adalah $31,9^{\circ}$, $33,98^{\circ}$, dan $29,9^{\circ}$. Hal ini juga ditunjukkan pada Tabel Hanawalt untuk bahan K_2CO_3 (Lampiran 5). Adapun nomor Tabel Hanawalt yang cocok adalah 16 - 0820 dengan struktur kristalnya monoklinik. Parameter kisinya sebagaimana tercantum pada Tabel Hanawalt adalah $a = 5,638 \text{ \AA}$, $b = 9,841 \text{ \AA}$, $c = 6,876 \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^{\circ}$ $\beta = 98,66^{\circ}$. Terdapat puncak asing pada $d = 3,21031$, $d = 3,3133$, dan $d = 3,9296$.

f. Niobium Oksida (Nb_2O_5)

Pola difraksi dari bahan dasar Nb_2O_5 dapat dilihat pada Gambar 4.6.



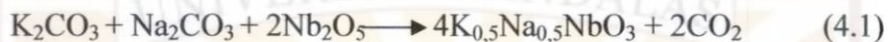
Gambar 4.6 Pola Difraksi Bahan Dasar Nb_2O_5

Bahan Nb_2O_5 mempunyai 3 puncak tertinggi adalah $24,12^\circ$, $47,16^\circ$, dan $54,1^\circ$. Hal ini juga ditunjukkan pada Tabel Hanawalt untuk bahan Nb_2O_5 (Lampiran 6). Adapun nomor Tabel Hanawalt yang cocok adalah 37 - 1468 dengan struktur kristalnya monoklinik. Parameter kisiya sebagaimana tercantum pada Tabel Hanawalt adalah $a = 20,38 \text{ \AA}$, $b = 3,824 \text{ \AA}$, $c = 19,36 \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ $\beta = 115,69^\circ$. Puncak- puncak asing atau puncak-puncak yang diluar dari Tabel Hanawalt tidak ada, hal ini mengidentifikasi bahwa Nb_2O_5 tidak memiliki kontaminan.

4.2 Sintesis KNN (Kalium Natrium Niobate)

4.2.1 Penggerusan KNN

Sintesis KNN dilakukan dengan cara mencampurkan ketiga bahan dasar yaitu K_2CO_3 , Na_2CO_3 , Nb_2O_5 secara stoikiometri dapat dilihat pada Persamaan 4.1.



Sampel KNN yang telah ditimbang secara stoikiometri digerus selama 4 jam dan hasil penggerusan sampel berbentuk partikel serbuk.

4.2.2 Kompaksi KNN

Kompaksi sampel KNN dilakukan secara bertahap. Hal tersebut bertujuan agar hasil yang didapatkan relatif homogen kepadatannya. Hal ini dianalisis karena partikel serbuk memiliki selang waktu untuk menyusun kerapatannya. Faktor yang perlu diperhatikan dalam proses ini adalah penjagaan kestabilan pada jarum kompaksi. Jika jarum kompaksi mengalami penurunan, secepat mungkin diberikan tekanan lagi sehingga jarum naik kembali. Hal ini bertujuan agar tekanan tetap stabil pada saat kompaksi. Hasil yang diperoleh berupa bentuk pelet dengan diameter 1 cm dan ketebalan $\pm 0,4$ cm.

4.2.3 Sintering KNN

Sebelum dilakukan proses sintering, terlebih dahulu dinaikkan suhu mencapai $300^\circ C$ selama 1 jam, yang disebut dengan proses kalsinasi. Kalsinasi

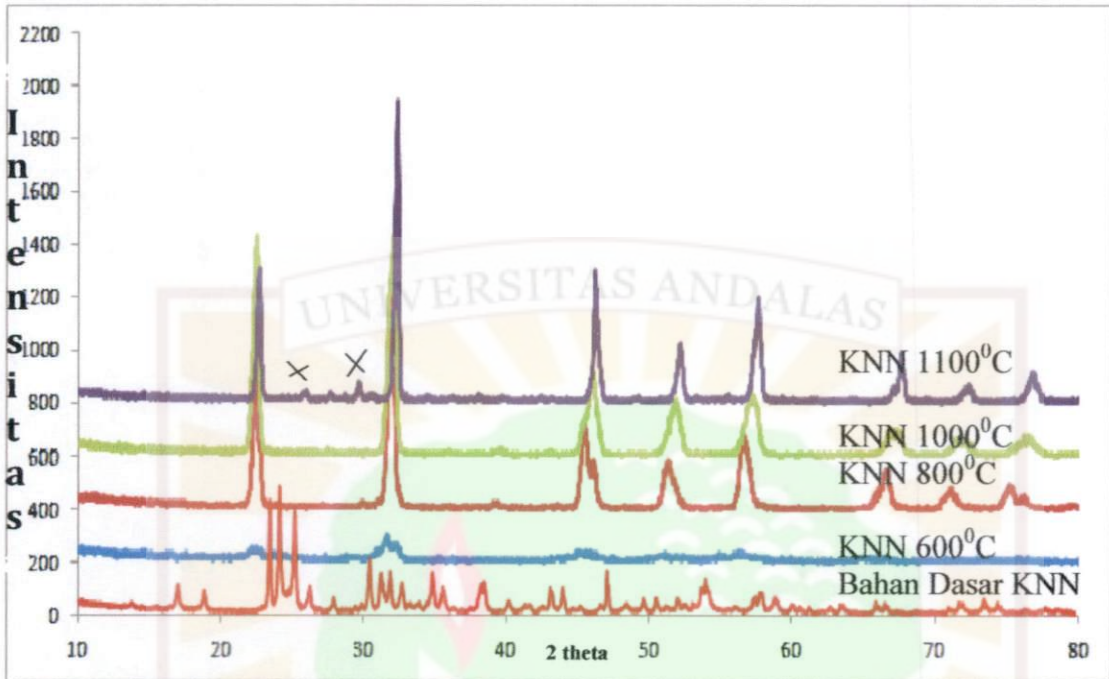
ini bertujuan untuk menghilangkan pengotor-pengotor atau kontaminan yang di dominasi oleh bahan organik selama proses sintesis.

Kemudian dilanjutkan dengan proses sintering dengan memvariasikan suhu sinteringnya mulai dari suhu 600°C, 800 °C, 1000 °C, dan 1100 °C . Proses sintering dilakukan dengan cara pemanasan sampel di dalam *furnace*. Setelah sampel dikalsinasi pada suhu 300 °C, dan proses yang terakhir dilakukan kenaikan suhu tepat pada suhu 600 °C, 800 °C, 1000 °C, dan 1100 °C, sampel dibiarkan selama 4 jam di dalam *furnace*.

Hasil yang didapatkan dalam proses sintering ini berbentuk padat, dengan perubahan warna dari sebelumnya, yaitu dari kuning menjadi putih. Perubahan warna ini menunjukkan telah terjadi reaksi *solid state* menjadi bahan KNN. Untuk tinjauan lebih lanjut dilakukan proses identifikasi dengan XRD.

4.2.4 Identifikasi KNN Menggunakan XRD

Proses sintesis KNN dengan metode *solid state reaction* dilakukan dengan memvariasikan suhu sinteringnya yaitu 600°C, 800°C, 1000°C, dan 1100°C sedangkan tekanan yang digunakan sama yaitu sebesar 3500 psi. Hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Pola Difraksi $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ yang disintesis dengan metode *solid state reaction* pada temperatur yang bervariasi

Pola difraksi $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ yang disintesis dengan metode *solid state reaction* dengan memvariasikan suhu sinternya dapat dilihat pada Gambar 4.7. Pada temperatur 800⁰ C, 1000⁰ C, dan 1100⁰ C puncak tertinggi yang terbentuk yaitu pada 2 theta 31,74⁰.

Pada suhu 600⁰C dari pola difraksi pada Gambar 4.7, telah menunjukkan puncak - puncak dari bahan piezoelektrik *perovskite*, akan tetapi $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ belum terbentuk total. Meskipun demikian sintesis $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ dengan temperatur sintering 600⁰ C telah terbentuk bahan piezoelektrik walaupun puncak-puncak yang diperoleh belum optimal. Pada suhu 800⁰ C, 1000⁰ C, dan 1100⁰ C telah terbentuk bahan piezoelektrik.

Dari pola difraksi KNN, diperoleh nilai FWHM (*Full Width of Half Maximum*) yang semakin mengecil seiring meningkatnya besar tekanan yang diberikan pada sampel. Semakin kecil nilai FWHM maka semakin besar ukuran partikel yang diperoleh, itu menunjukkan sampel memiliki sifat piezoelektrik yang baik. Nilai FWHM yang terkecil terdapat pada suhu 1000⁰C. Hal ini menandakan ukuran partikel secara kualitatif paling besar adalah pada suhu 1000⁰C, seperti yang terlihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Nilai FWHM puncak tertinggi

Variasi Suhu (°C)	600	800	1000	1100
Puncak tertinggi 1	1,018	0,740	0,569	0,659

Pada suhu sintering 1100⁰C diperoleh puncak-puncak asing seperti yang terlihat pada Gambar 4.7. Puncak asing yang terlihat pada suhu sintering 1100⁰C terletak pada sudut 25,882 dan 29,678. Puncak asing ini tidak dimiliki oleh bahan dasar yang digunakan. Maka dari itu, kuat kemungkinan ada fasa baru yang terbentuk disamping fasa piezoelektrik itu sendiri. Adapun fasa baru tersebut belum dapat diidentifikasi.

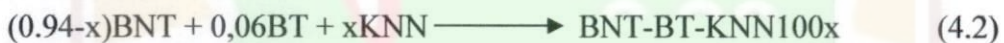
Tujuan pemvariasian suhu pada saat sintering ini adalah untuk melihat pada suhu berapa KNN dapat terbentuk secara optimal. Dari hasil penelitian kali ini ternyata pada suhu 1000⁰C dapat terbentuk secara optimal.

4.3 Sintesis BNT-BT-KNN

4.3.1 Penggerusan BNT-BT-KNN

Sintesis BNT-BT-KNN dilakukan dengan memvariasikan % mol KNN. Hal ini bertujuan untuk mengetahui pada daerah mana sintesis BNT-BT-KNN terbentuk secara optimal sehingga Batas Fasa Morphotropik (MPB) diantara fasa struktur rhombohedral dan tetragonal dapat terbentuk.

Pada penelitian ini dilakukan variasi % mol KNN berturut-turut adalah 3%, 6%, 8% dan 10%. Penambahan sampel KNN akan mengakibatkan pengurangan pada sampel BNT, sesuai dengan Persamaan 4.2.



Proses penggerusan bahan dilakukan selama 4 jam, namun pada saat penggerusan selama 3 jam, bahan BNT-BT-KNN menjadi memadat atau mengeras (Lampiran 7).

4.3.2 Kompaksi BNT-BT-KNN

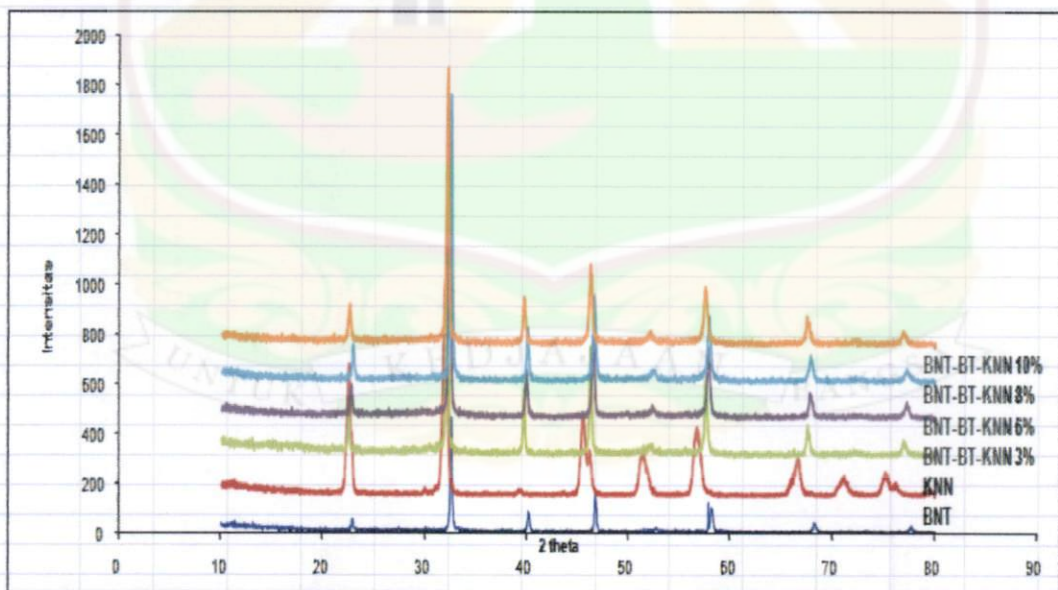
Proses kompaksi sampel BNT-BT-KNN sama halnya dengan sampel KNN, yaitu dilakukan secara bertahap. Hasil yang didapatkan berupa pelet dengan diameter 1 cm dan ketebalan $\pm 0,4$ cm. Besarnya tekanan yang digunakan untuk mengompaksi BNT-BT-KNN adalah 3500 psi. Ini merujuk ke penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Helga pada tahun 2011 dan mendapatkan hasil optimal.

4.3.3 Sintering BNT-BT-KNN

Pada sintering BNT-BT-KNN100x tidak dilakukan pemvariasian suhu. Besarnya suhu yang dipakai untuk mensintering BNT-BT-KNN ini diambil dari suhu yang optimal pada proses sintering KNN, yaitu suhu 1000°C.

4.3.4 Identifikasi BNT-BT-KNN Menggunakan XRD

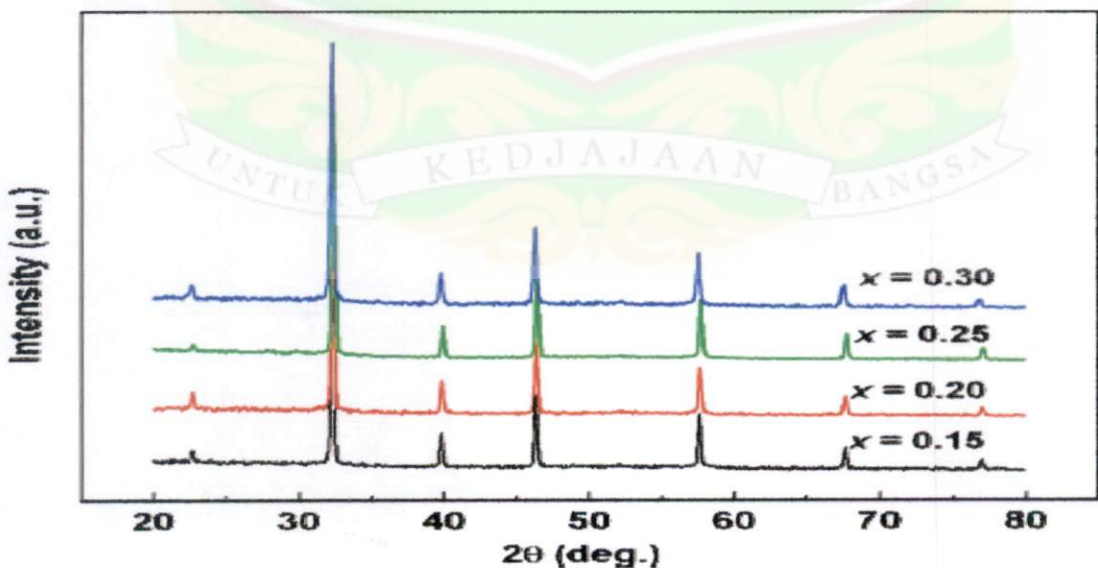
Proses sintesis $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ dengan metode solid state reaction dilakukan dengan memvariasikan persentase molnya sesuai dengan Persamaan 4.2 sedangkan tekanan yang digunakan sama yaitu sebesar 3500 psi dan di sintering pada suhu yang sama yaitu 1000°C selama 4 jam. Pola difraksi yang diperoleh dari penambahan 3%, 6%, 8%, dan 10% KNN pada BNT-BT seperti yang terlihat pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Pola Difraksi BNT-BT-KNN dengan metode *solid state reaction*

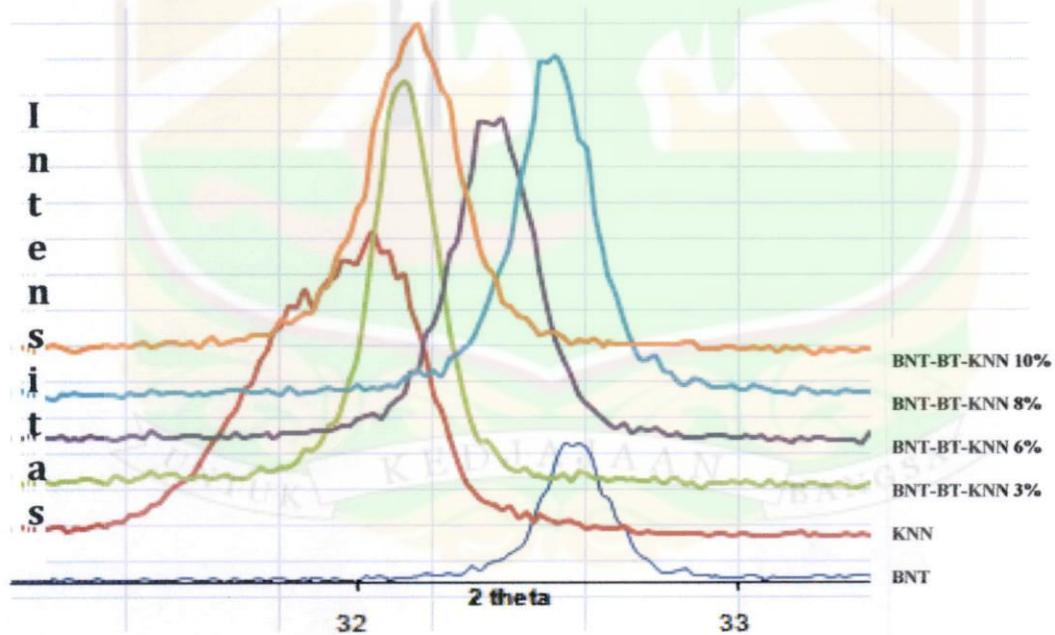
Pola difraksi $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ yang terbentuk hampir sama dengan pola difraksi pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Zhang,dkk pada tahun 2010, hanya saja pada penelitian yang dilakukan oleh Zhang,dkk menggunakan persentase KNN sebesar 15%, 20%, 25%,dan 30%. Dari uraian di atas dapat dikatakan bahwa penelitian kali ini hampir mendekati dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Zhang, dkk. Pada penelitian ini persentase bahan doping yang digunakan tidak terlalu banyak yaitu KNN dan suhu sinteringnya pada 1000°C serta tekanan yang digunakan hanya sebesar 3500 psi.

Bentuk pola difraksi $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ yang terbentuk hampir sama dengan bentuk pola difraksi yang di lakukan oleh Zhang,dkk. Hal ini mengidentifikasi bahwa $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ yang terbentuk mempunyai struktur kristal tetragonal. Bentuk pola difraksi bahan piezoelektrik BNT-BT-KNN (Zhang dkk, 2010) adalah sebagai berikut yang terlihat pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Pola Difraksi BNT-BT-KNN (Zhang dkk, 2010)

Pola difraksi KNN 3% ke KNN 10%, tampak jelas terjadi perubahan struktur. Hal tersebut dapat dilihat dari pergeseran sudut (2θ) ke arah kiri yang mengakibatkan jarak antar bidang (d) menjadi bertambah besar. Sesuai rumusan hukum Bragg, dimana semakin kecil sudut (θ), maka jarak antar bidang (d) menjadi bertambah besar. Secara keseluruhan terjadi pergeseran sudut sebagaimana terlihat pada salah satu puncak BNT $32,600^\circ$ menjadi $32,119^\circ$, $32,354^\circ$, $32,515^\circ$, $32,143^\circ$ secara berurutan dengan penambahan KNN Sehingga dimungkinkan struktur BNT yang ditambahkan KNN menjadi berubah, baik bentuk, jarak antar bidang dan parameter kisi. Hal ini seperti yang terlihat pada Gambar 4.10 secara spesifik.



Gambar 4.10 Pergeseran puncak-puncak yang agak spesifik dari penambahan % KNN

Pada Gambar 4.10 dapat dilihat terjadinya pergeseran pola difraksi dari BNT-BT-KNN dan memiliki struktur kristal tetragonal. Dengan keberadaan fasa dengan struktur rhombohedral maupun tetragonal, kita dapat menentukan parameter kisi dengan rumus sebagai berikut :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)\sin^2\alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2\alpha - \cos\alpha)}{a(1 - 3\cos^2\alpha + 2\cos^3\alpha)} \quad (\text{Rombohedral}) \quad (4.3)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (\text{Tetragonal}) \quad (4.4)$$

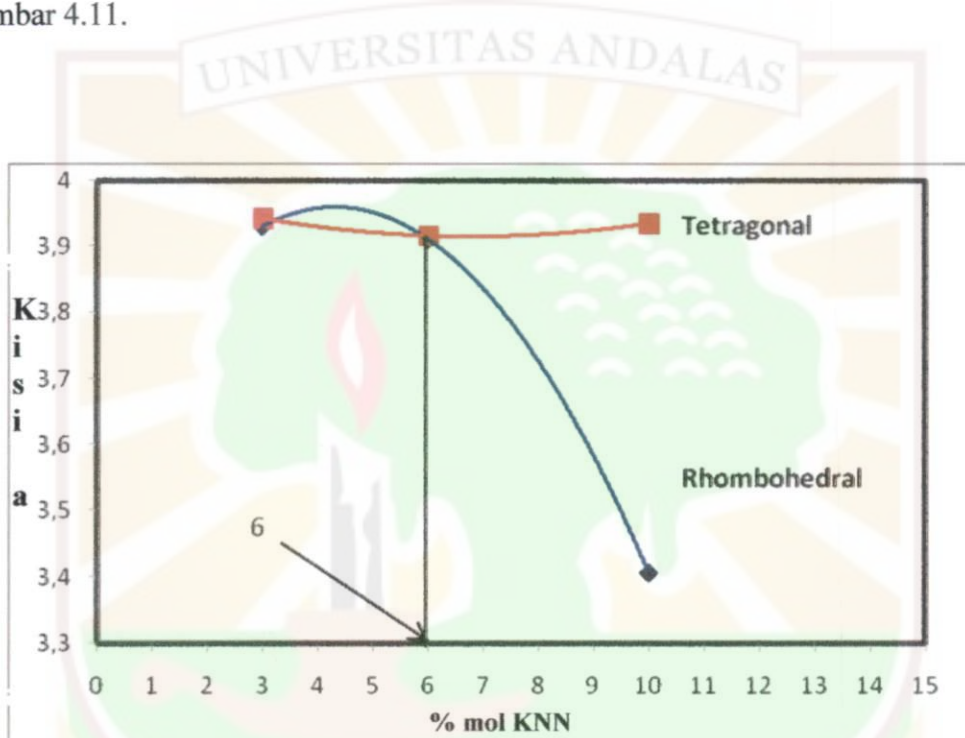
Dimana a , c dan α merupakan parameter kisi, h , k dan l adalah indeks Miller dari bidang refleksi, sedangkan d adalah jarak antar bidang refleksi yang didapat dari $\lambda = 2 d \sin \theta$. Panjang gelombang sinar x yang digunakan berasal dari Cu K α sebesar $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ dan θ merupakan sudut refleksi sinar-x. Hasil dari penghitungan dengan menggunakan data-data puncak pola difraksi diatas dan indek miller yang telah diteliti oleh Konapala (2010) seperti yang terlihat pada Lampiran 10, sehingga diperoleh harga parameter kisi pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Hasil perhitungan parameter kisi untuk rhombohedral dan tetragonal

No.	% mol KNN	Rhombohedral		Tetragonal	
		a (Å)	α (°)	a (Å)	c (Å)
1	3	3,930228	89,65 ⁰	3,942021	2,266758
2	6	3,910906	89,85 °	3,915881	2,2570
3	8	3,901378	90,12 °	3,897103	2,253270
4	10	3,405092	149,21 °	3,934843	2,269366

Harga parameter kisi (a) dari rhombohedral mengalami penurunan berbanding terbalik dengan penambahan % mol KNN, begitu juga untuk tetragonal mengalami penurunan dengan penambahan % mol KNN. Hal tersebut disebabkan karena jarak bidang (d) dari BNT-BT-KNN menurun seiring meningkatnya penambahan % mol KNN. Gambar 4.11 merupakan gambar hubungan harga parameter kisi (a) untuk rhombohedral dan tetragonal. Perpotongan harga a dalam Angstrom diperkirakan terjadi pada persentase penambahan KNN sebesar 6%. Besar harga a untuk tetragonal dan rhombohedral pada daerah penambahan 6% KNN cenderung sama, sedangkan untuk penambahan KNN di atas 6%, harga a untuk tetragonal cenderung lebih besar dari rhombohedral, kecuali pada daerah penambahan KNN 8% besar harga a untuk rhombohedral lebih besar dari tetragonal. Hal ini disebabkan karena kurang telitinya dalam menimbang bahan dasar pada saat melakukan sintesis. Dari

analisis di atas dimungkinkan adanya batas MPB dari rhombohedral ke tetragonal pada penambahan 6% mol KNN dan terlihat struktur perovskite dengan komposisi yang optimal pada penambahan 10% mol KNN. Hubungan harga a [\AA] dari rhombohedral dan tetragonal terhadap penambahan % KNN dapat dilihat pada Gambar 4.11.



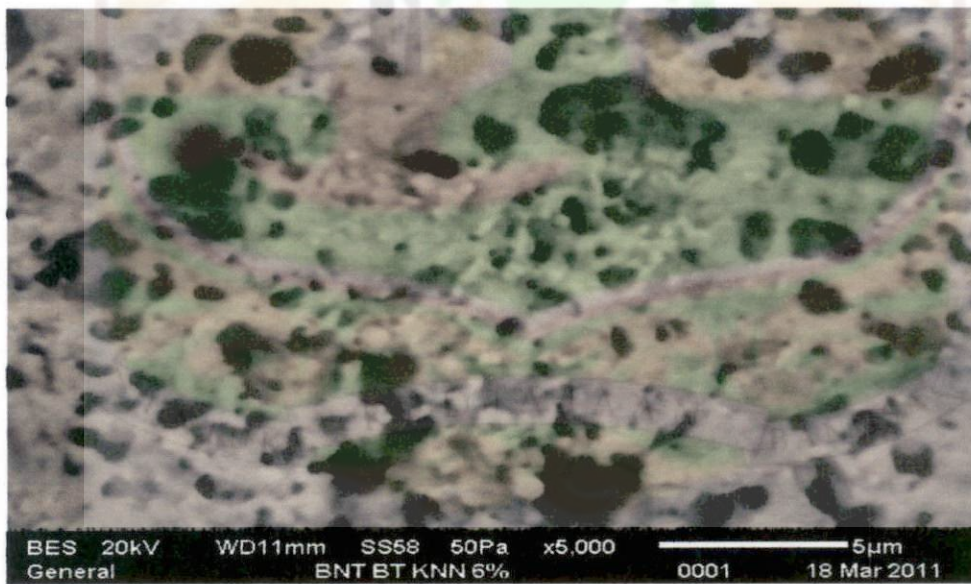
Gambar 4.11. Hubungan harga a [\AA] dari rhombohedral dan tetragonal terhadap penambahan % KNN

4.4 Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope (SEM)*

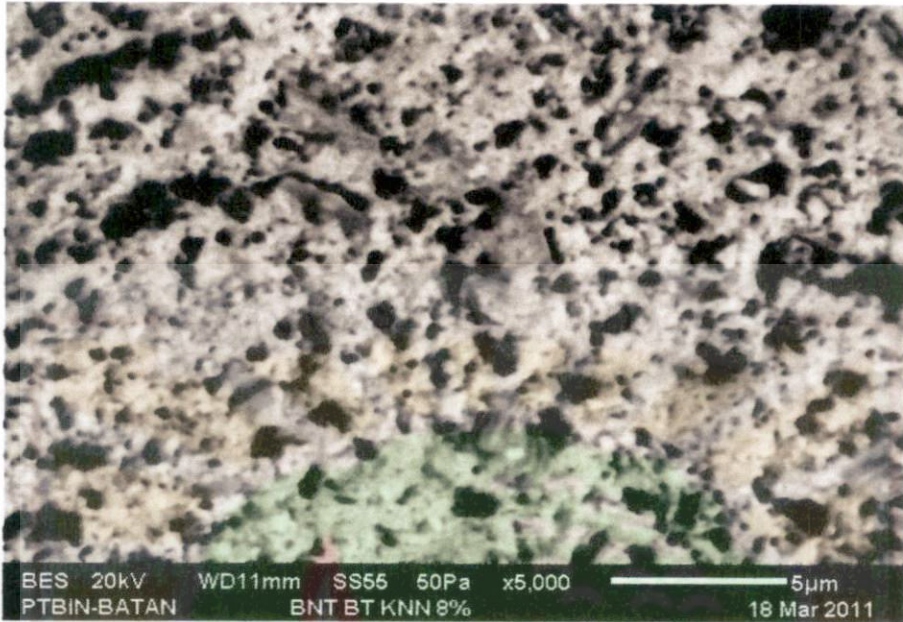
BNT-BT-KNN yang disintesis dengan temperatur sintering 1000°C selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)*. Dengan menggunakan SEM kita dapat melihat bentuk morfologi BNT-BT-KNN dan komposisi zat-zat yang terkandung di dalam bahan. Bentuk morfologi dari BNT-BT-KNN dapat dilihat pada Gambar 4.12 – Gambar 4.15.



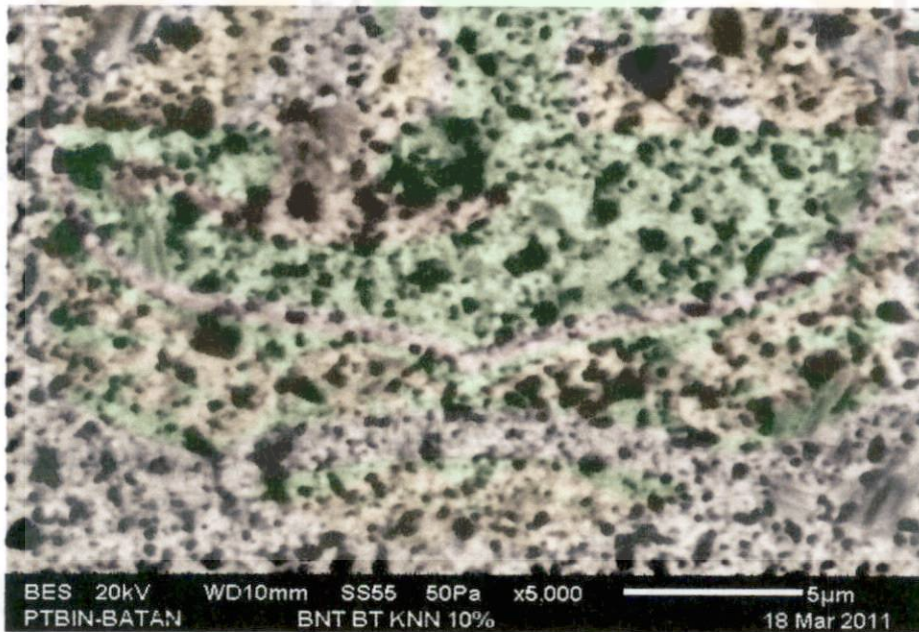
Gambar 4.12 *Scanning Electron Microscope* BNT-BT-KNN 3%



Gambar 4.13 *Scanning Electron Microscope* BNT-BT-KNN 6%



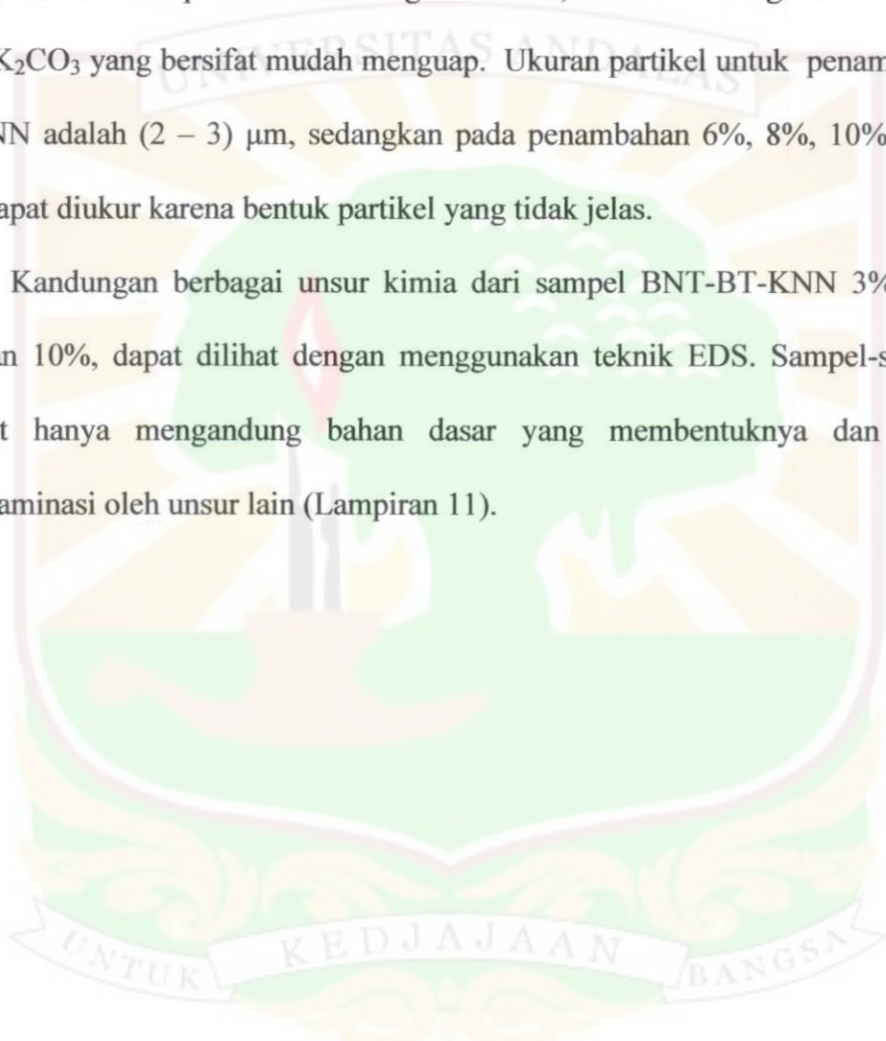
Gambar 4.14 *Scanning Electron Microscope* BNT-BT-KNN 8%



Gambar 4.15 *Scanning Electron Microscope* BNT-BT-KNN 10%

Seperti terlihat pada Gambar 4.12, partikel-partikel dari mikrogarph berbentuk balok pada penambahan 3% KNN, sedangkan pada penambahan 6%, 8% dan 10% BKT bentuk butirannya tidak begitu jelas. Hal tersebut disebabkan karena penambahan mol KNN dalam jumlah besar, sehingga permukaan agak tertutup dan bentuk partikel tidak begitu terlihat, hal ini dimungkinkan karena bahan K_2CO_3 yang bersifat mudah menguap. Ukuran partikel untuk penambahan 3% KNN adalah (2 – 3) μm , sedangkan pada penambahan 6%, 8%, 10% KNN tidak dapat diukur karena bentuk partikel yang tidak jelas.

Kandungan berbagai unsur kimia dari sampel BNT-BT-KNN 3%, 6%, 8%, dan 10%, dapat dilihat dengan menggunakan teknik EDS. Sampel-sampel tersebut hanya mengandung bahan dasar yang membentuknya dan tidak terkontaminasi oleh unsur lain (Lampiran 11).



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang didapatkan dari hasil penelitian ini adalah :

- BNT-BT-KNN yang didapatkan dari hasil penelitian memiliki struktur kristal tetragonal dengan daerah MPB pada penambahan 6% mol KNN dan mendapatkan struktur perovskite dengan komposisi yang optimal pada penambahan 10% mol KNN.
- Pada SEM terlihat adanya perubahan bentuk partikel dengan penambahan % mol KNN.

5.2 Saran

Adapun beberapa hal yang perlu di perhatikan untuk penelitian selanjutnya yaitu:

- Perlu dilakukan penggerusan bahan lebih lama agar lebih halus dan hati-hati pada saat penggerusan untuk menghindari adanya kontaminasi bahan dari luar.
- Perlu dilakukan kajian struktur yang lebih mendalam agar mendapatkan stoikiometri dari penelitian yang dilakukan lebih tepat.

DAFTAR KEPUSTAKAAN

- Ahda and Mardiyanto. 2010. *Synthesis of Lead Free Piezoelectric BNT Ceramics by Use of Solid State Reaction Method. to be published.*
- Asmuni. 2004. *Karakterisasi Pasir Kuarsa (SiO₂) Dengan Metode XRD.* Skripsi Fmipa Universitas Sumatera Utara : Medan.
- Birol, Hansu, Dragan Damjanovic, and Nava Setter. 2006. *Preparation and Characterization Of (K_{0.5}Na_{0.5})NbO₃ Ceramics.* Journal of the European Ceramic Society Part 26, 61–866.
- Calton. 2009. *Metal Powder Processing Manufacturing Process and Engineering.* Journal Gorgia Institute Of Technology.
- Callister. 1994. *Material Science and Engineering and Introduction, 3rd Ed.,* John Wiley and Sons, Inc., New York, pp. 9 – 14, 623 – 633.
- Chien-Chih Huang. 2008. *Structure and Piezoelectric Properties of Lead-Free Bismuth-Based Perovskite Solid Solutions. for the degree of Doctor of Philosophy in Materials Science presented on July 30.*
- Daniels J. E, W. Jo, J. Rödel, and J. L. Jones. 2009. *Journal. Appl. Phys. Part 95.*
- Donnelly, Harada, and Yamashita. 2007. *Crystal Growth and Electrical Properties of Lead-Free Piezoelectric Material (Na_{0.5}Bi_{0.5})TiO₃-BaTiO₃.* Japanese Journal of Applied Physics, 40, 5722-5726.
- East, Sinclair, D. C. J. Mater. 1997. *Piezoelectric and dielectric properties of ceramics in the system potassium–sodium titanate.* Lett. 16, 422.
- Egerton, L and Dillon, D. M. 1959. *Piezoelectric and Dielectric Properties Of Ceramics in The System Potassium-Sodium Niobate.* J. Am. Ceramics Soc. Part 42, 438–442.
- Fahyuan, Helga Dwi. 2011. *Pengaruh Penambahan Bi_{0.5}K_{0.5}TiO₃ Pada Bahan Piezoelektrik Ramah lingkungan BNT-BT dengan Metoda Solid State Reaction.* Skripsi Sarjana Fisika Universitas Andalas : Padang.
- Hosono. 2001. *Ferroelectric Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO₃ perovskites and their solid solutions.* Ferro-electrics, 206, 1616.

- Hussain, Ahn C.W., Lee H.J., Kim I.W., Lee J.S., Jeong S.J., Rout S.K. 2009. *anisotropic electrical properties of $Bi_{0.5}(Na_{0.75}K_{0.25})_{0.5}TiO_3$ ceramics fabricated by reactive templated grain growth (RTGG)*. *Current Applied Phy.*, 10, 305-310.
- Isupov. 2005. *Ferroelectric $Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO_3$ and $K_{0.5}Bi_{0.5}TiO_3$ perovskites and their solid solutions*. *Ferro-electrics*, 315(1), 123-147.
- Jones and P.A. Thomas. 2002, *Investigation of the Structure and Phase Transitions in the Novel A-site Substituted Distorted Perovskite Compound $Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO_3$* . *Acta Crystallogr.*, B 58 [2] 168-78.
- Kasap, Kapyshev, Y. N. Venevtsev and G. S. Zhdanov. 2006. *The Morphotropic Phase Boundary and Dielectric Properties of the $xPb(Zr_{1/2}Ti_{1/2})O_3-(1-x)Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O_3$ Perovskite Solid Solution* *Izv. Akad. Nauk SSSR* 26, 354.
- Kittel. 2004. *Introduction to Solid State Physics* John Willey and Sons Inc. New York.
- Min, Y. W. Liao, L. J. Mao, Y. L. Deng, H. P. Wang, Q. Chen, J. L. Zhu, D. Q. Xiao, J. G. Zhu, and G. L. Xu. 2007. *Processing and electromechanical properties of $(Bi_{0.5}Na_{0.5})(1-1.5x)LaxTiO_3$ ceramics*. *Phys. Status Solidi A* 206, 1616.
- Moharana. 2009. *Synthesis Of Low Loss Lead Free Piezoelectric BNTBT Ceramics*. Department Of Ceramic Engineering National Institute Of Technology: Rourkella.
- Moulson and J.M. Herbert. 2003. *Electroceramics: Materials, Properties, Applications, and ed*. Wiley and Sons, West Sussex, England.
- N. Soukhojak et al. 2000. *Superlattice in Single Crystal Barium-Doped Sodium Bismuth Titanate*. *J. Phys. Chem. Solids Part* 61 (2), 301-4.
- Nagata and T. Takenaka. 1997. *Lead-Free Piezoelectric Ceramics of BNT-BSc $(Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO_{3-0.5}(Bi_2O_3-Sc_2O_3)$ System*. *J. Appl. Phys, Japan*.
- Nasution, Zulkarnaen. 1999. *Pengaruh Penambahan 0,5 Mol Berat Mn Terhadap Struktur Kristal dan Konstanta Dielektrik Pada Keramik Barium Titanat $(BaTiO_3)$* . Skripsi Universitas Indonesia : Jakarta.
- Nofitriana. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi Bahan Piezoelektrik BNT dengan Penambahan BT*. Skripsi Sarjana Fisika Universitas Andalas : Padang.

- Shrout, T and Zhang S. 2007. *Lead-Free Piezoelectric Ceramics: Alternatives for PZT*. Journal of Electroceramics, Part 19(1), 111-124.
- Smolenskii et al. 1961. *Synthesis and dielectric properties of substituted barium titanate ceramics*. Sov. Phys. Solid State 2, 2651.
- Smolenskii, V. A. Isupov, A. I. Agranovskaya, and N. N. Krainik. 1961. *Dielectric Properties of Bismuth Doped Barium Titanate (BaTiO₃) Ceramics*. Sov. Phys. Solid State 2, 2651.
- Sung-Soo R, Dang-Hyok Y. 2007. *Solid-State Synthesis Of Nano-Sized BaTiO₃ Powder With High Tetragonality*. Journal of Material Science Part 42, 7093 - 7099.
- Suryanarayana. 1998. *XRD (X-Ray Diffraction)*. Journal Gorgia Institute Of Technology.
- Takenaka et al. 1991. *Synthesis of Barium Titanate-Lead Zirconate Titanate Solid Solutions by a Modified Mixed-oxide Synthetic Route*. Jpn. J. Appl. Phys. Part I 30, 2236.
- Takenaka, K. Maruyama, and K. Sakata. 1991. *Bismuth Sodium Titanate ((Bi_{1/2}Na_{1/2})TiO₃)-Barium Titanate System for Lead-free Piezoelectric Ceramics*. Jpn. J. Appl. Phys. Part 1 30, 2236.
- Toshihiko. 1998. *The optimum conditions for preparing the lead-free piezoelectric ceramic of Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO₃ using the Taguchi method*. Journal of the Korean Physical Society, Vol. 32, No. , February , pp. S1217_S1220.
- Wei-Chih Lee, Chi-Yuen Huang, Liang-Kuo Tsao, Yu-Chun Wu. 2008. *Chemical composition and tolerance factor at the morphotropic phase boundary in (Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO₃-based piezoelectric ceramics*. W.-C. Lee et al. / Journal of the European Ceramic Society.
- Wei-Chih Lee, Yi-Fang Lee, Min-Hui Tseng, and Chi-Yuen Huang. 2007. *The Structure and Dielectric Properties of Lead-Free Piezoelectric (Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO₃ (Zr_{0.05}Ti_{0.95})O₃ Ceramic System* ceramic.che.nthu.edu.tw/document/ceramic2007/PF/PF%2015.pdf.
- Woodward. 1997. *Octahedral Tilting in Perovskites. I. Geometrical Considerations*, Acta Crystallogr, Part B 53 (1), 32-43.

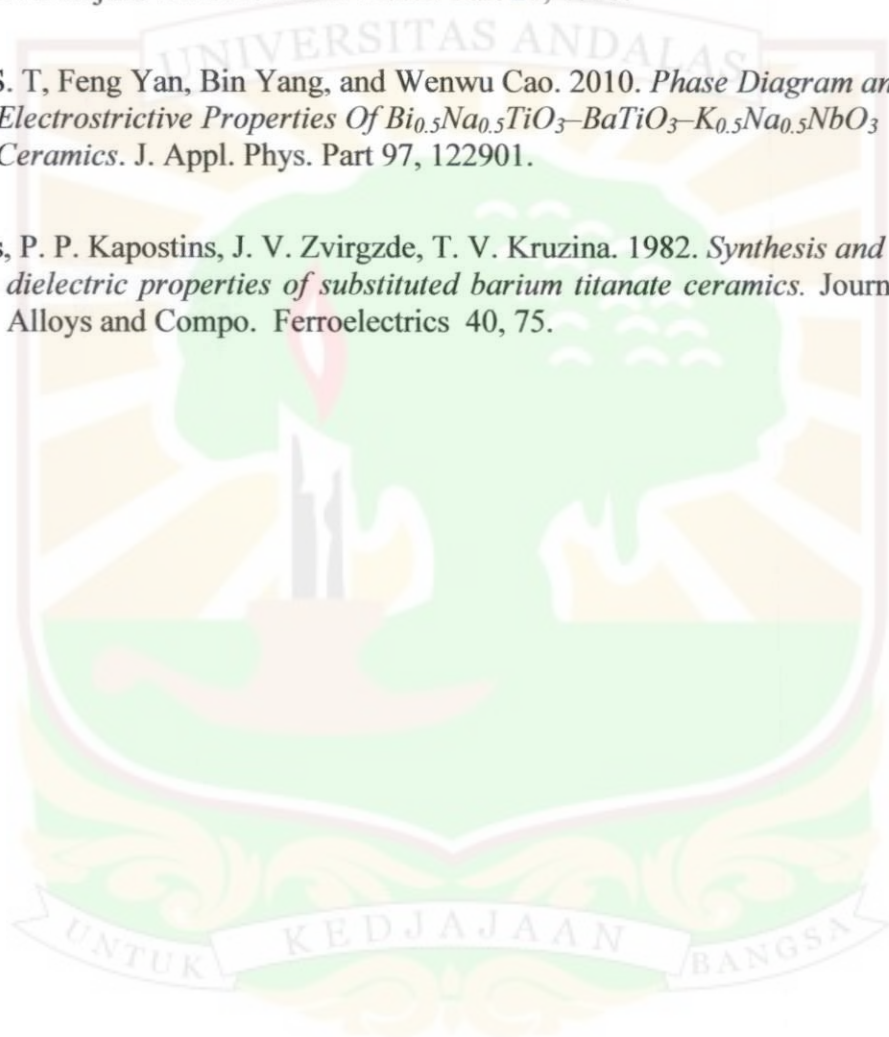
Xiujie Yi et al. 2005, *Flux growth and characterization of lead-free piezoelectric single crystal $[Bi_{0.5}(Na_{1-x}K_x)_{0.5}]TiO_3$* , State Key Laboratory of Crystal Materials, Shandong University, Jinan 250100, China.

Zhang, S. T, A. B. Kounga, E. Aulbach, H. Ehrenberg, and J. Rödel. 2007. *J. Appl. Phys. Part 91*, 112906.

Zhang, S. T, A. B. Kounga, W. Jo, C. Jamin, K. Seifert, T. Granzow, J. Rödel, and D. Damjanovic. 2009. *Adv. Mater. Part 21*, 4716.

Zhang, S. T, Feng Yan, Bin Yang, and Wenwu Cao. 2010. *Phase Diagram and Electrostrictive Properties Of $Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ - $BaTiO_3$ - $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ Ceramics*. *J. Appl. Phys. Part 97*, 122901.

Zvirgzds, P. P. Kapostins, J. V. Zvirgzde, T. V. Kruzina. 1982. *Synthesis and dielectric properties of substituted barium titanate ceramics*. *Journal of Alloys and Compo. Ferroelectrics 40*, 75.



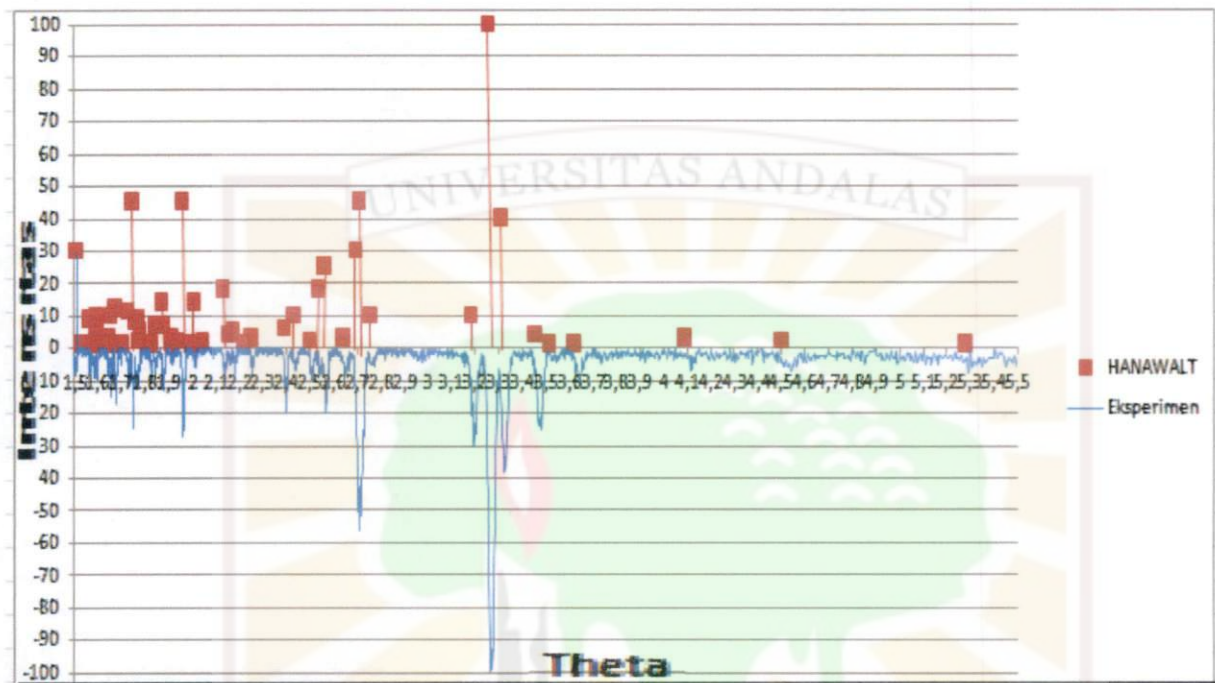


LAMPIRAN

Lampiran 1

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar Bi_2O_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt (41-1449).

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



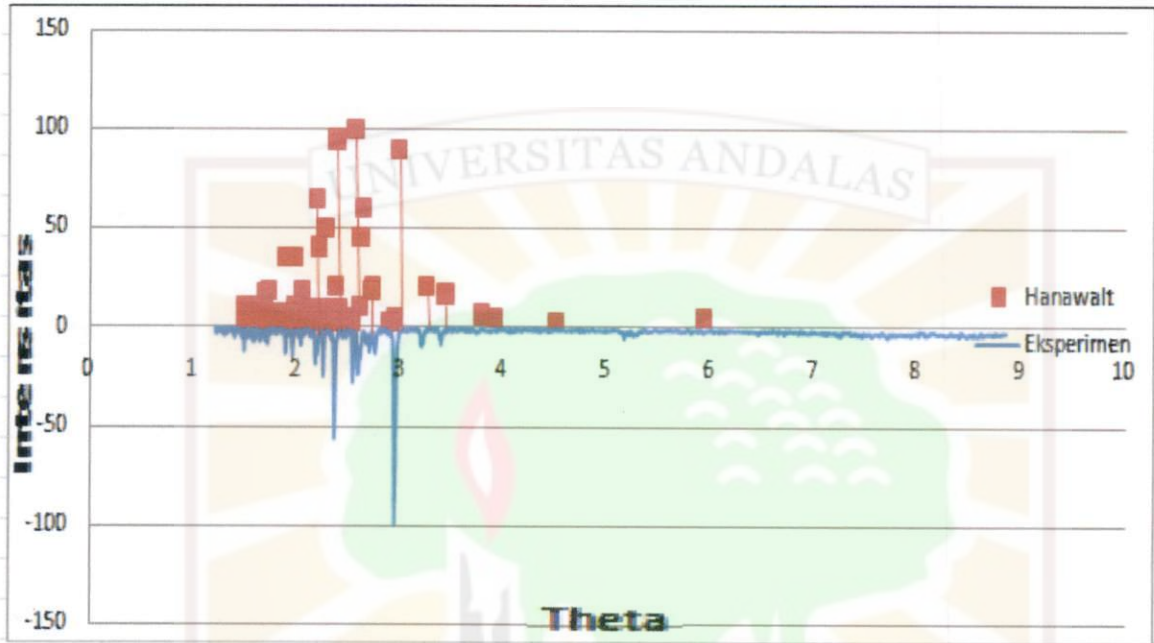
Gambar Hubungan antara Metoda Hanawalt dengan Hasil XRD Bi_2O_3

Lampiran 2

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar

Na_2CO_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt (19 - 1130).

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



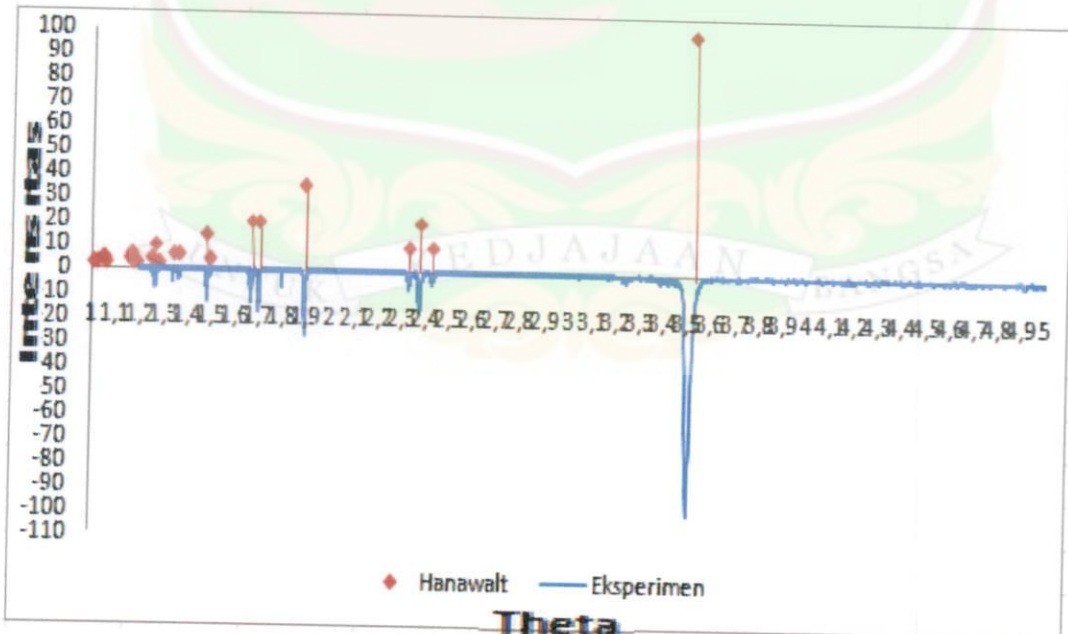
Gambar Hubungan antara Metoda Hanawalt dengan Hasil XRD Na_2CO_3



Lampiran 3

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi TiO_2 eksperimen dengan Tabel Hanawalt (21 - 1272)

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



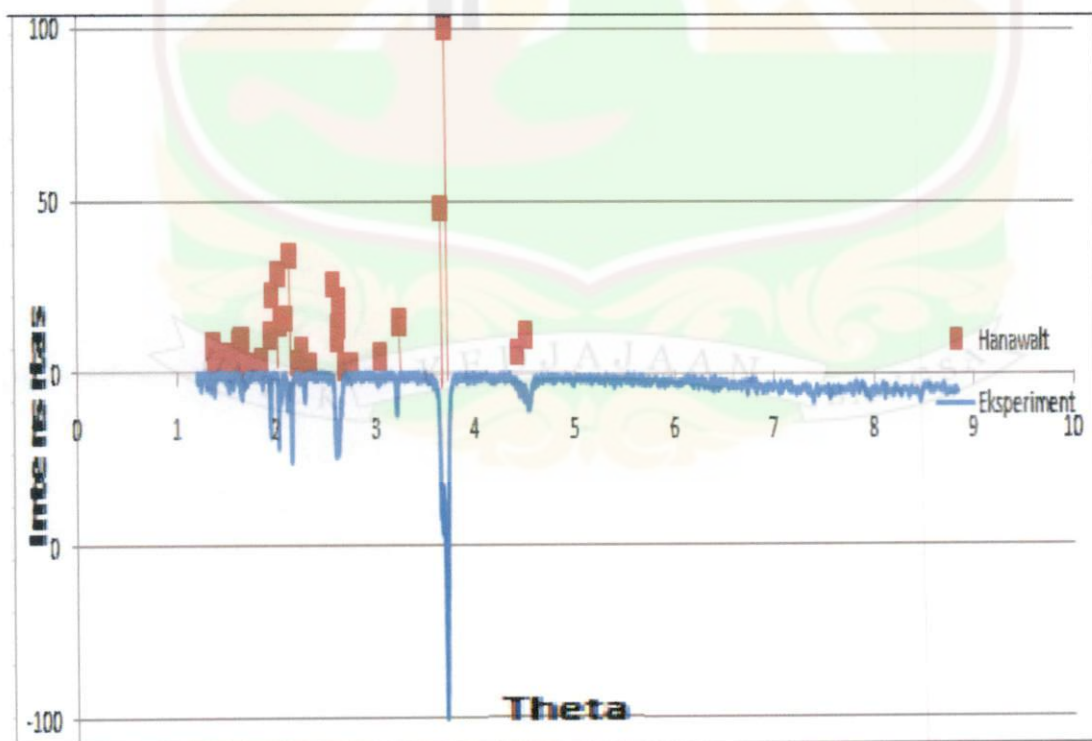
Gambar Hubungan antara Metoda Hanawalt dengan Hasil XRD TiO_2

Lampiran 4

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar

BaCO₃ eksperimen dengan Tabel Hanawalt (41 - 0373)

Eksperimen		Hanawalt	
d(A)	I%	d(A)	I%
4,5277	10,57	4,4975	11
3,7036	100	3,7215	100
3,6545	46,39	3,6461	48
3,2035	12,01	3,2294	15
2,5915	22,59	2,6128	14
2,5814	18,26	2,5655	26
2,2728	5,769	2,2488	7
2,1475	25,48	2,1238	34
2,0103	9,615	2,0312	15
2,0180	21,63	2,011	31
1,9388	18,26	1,9419	23
1,6302	5,528	1,6202	9
1,2964	4,567	1,3598	8

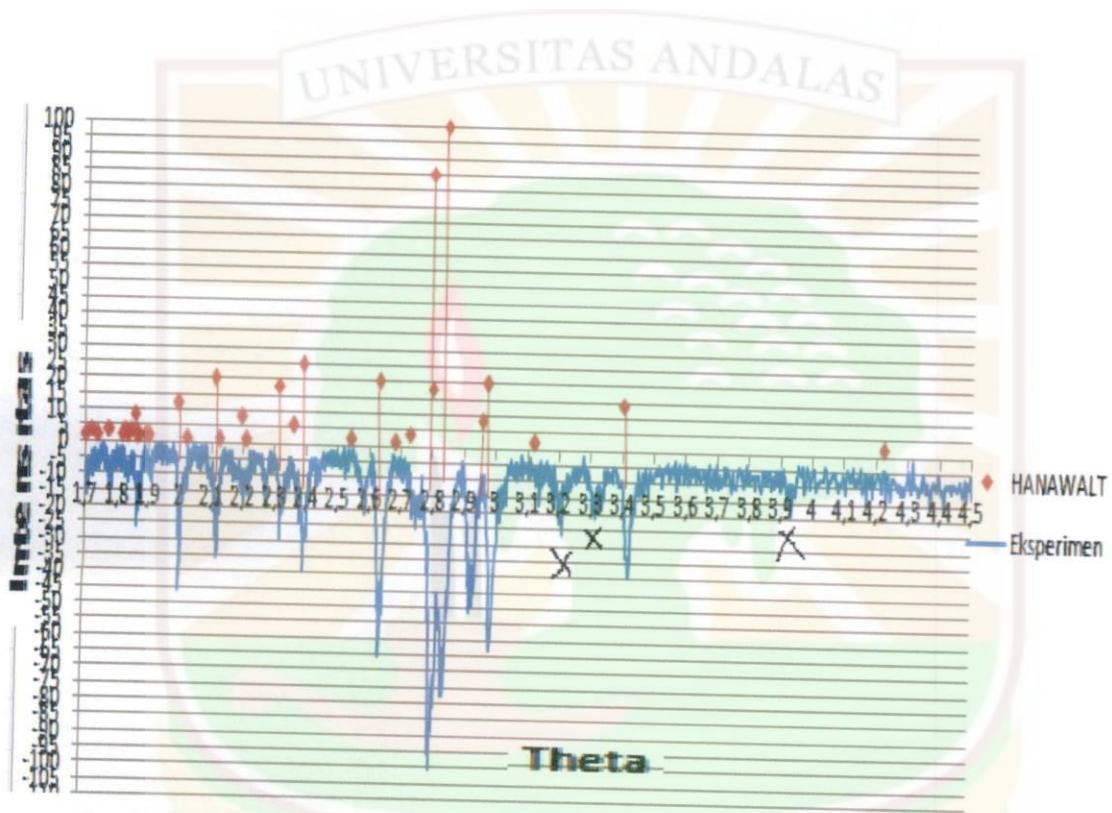


Gambar Hubungan antara Metoda Hanawalt dengan Hasil XRD BaCO₃

Lampiran 5

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar K_2CO_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt (16 - 0820).

Eksperimen		Hanawalt	
d(A)	I%	d(A)	I%
5,579	20,71	5,59	4
4,878	15,38	4,92	2
4,768	9,46	4,82	7,1
4,154	11,24	4,22	2
3,420	39,64	3,4	14
3,137	17,15	3,0	4,7
2,985	62,72	2,90	54
2,920	50,88	2,95	8
2,804	100	2,82	100
2,790	53,25	2,78	85
2,734	21,89	2,72	4
2,637	65,08	2,62	20
2,458	7,10	2,47	3,55
2,393	39,05	2,38	25
2,317	28,99	2,36	6
2,219	17,15	2,31	18
2,195	14,79	2,19	8
2,116	34,91	2,10	20
2,002	45,56	1,99	12
1,866	26,03	1,82	4
1,722	11,24	1,75	0,59
1,648	20,71	1,68	1,18



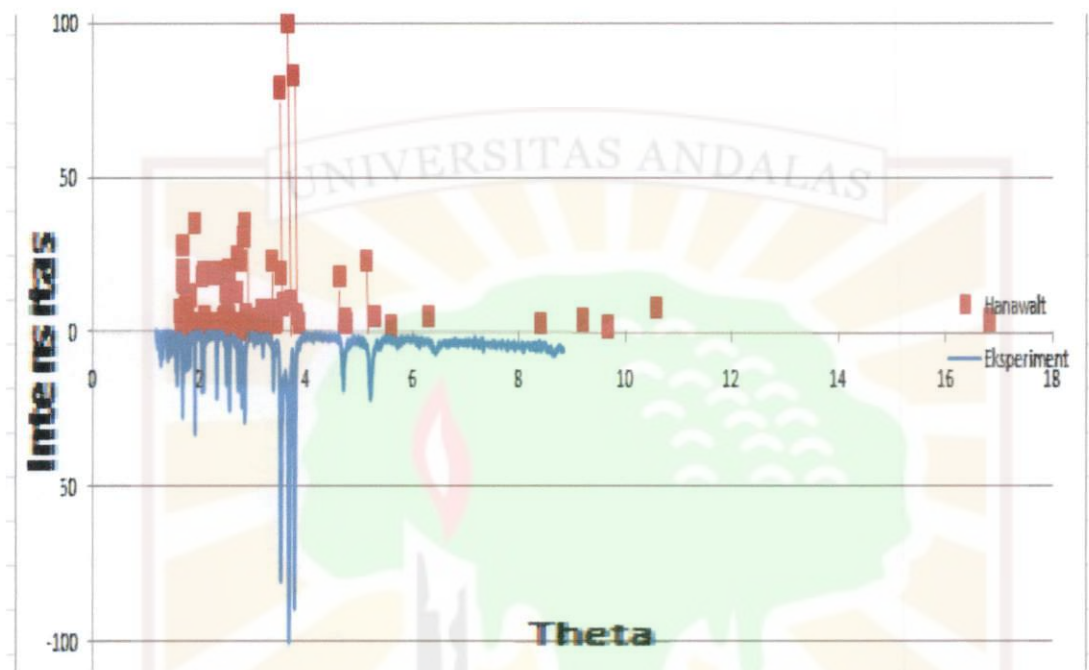
Gambar Hubungan antara Metoda Hanawalt dengan Hasil XRD K_2CO_3

Terdapat puncak asing pada $d = 3,21031$, $d = 3,3133$, $d = 3,9296$

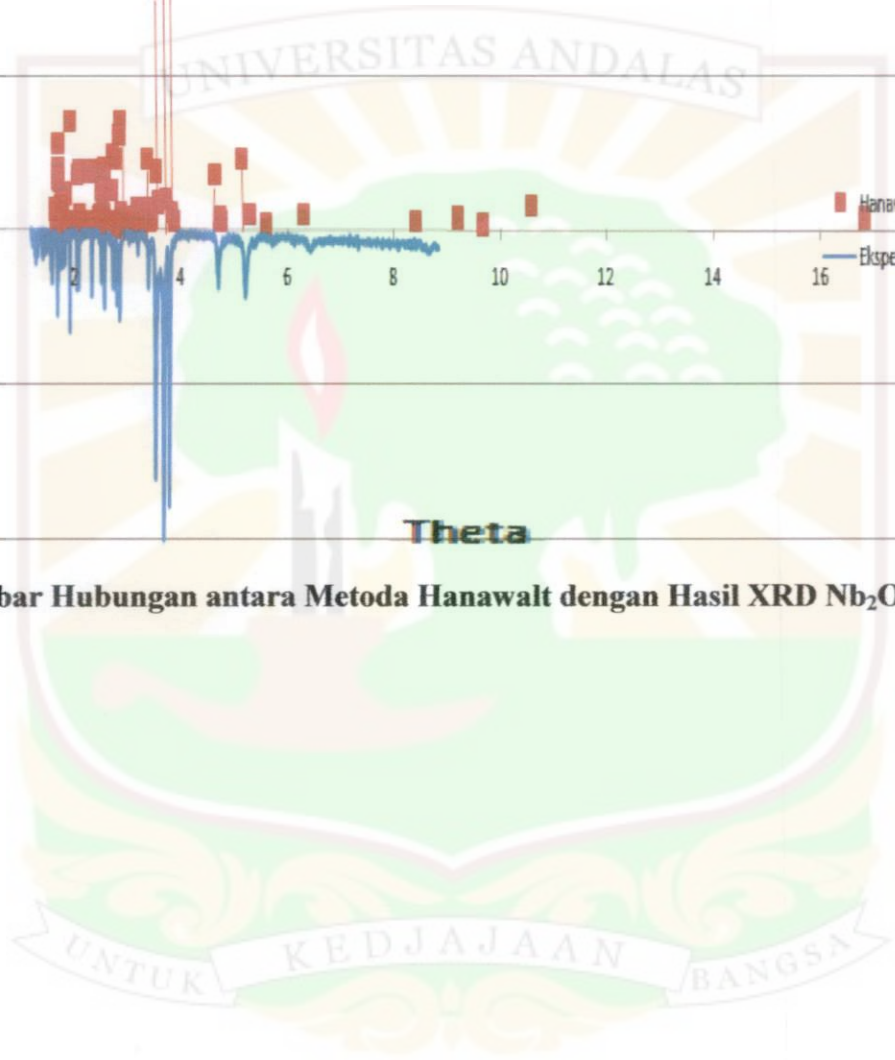
Lampiran 6

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar Nb_2O_5 eksperimen dengan Tabel Hanawalt (37 - 1468).

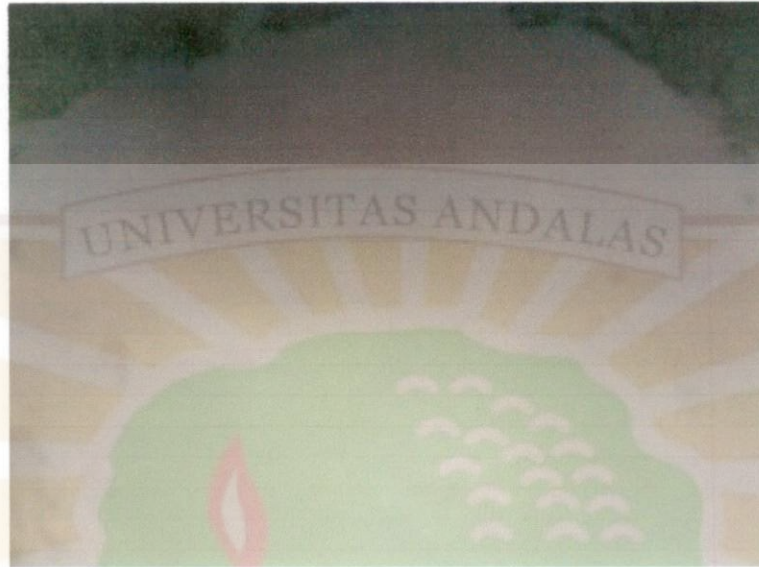
Eksperimen		Hanawalt	
d(A)	I%	d(A)	I%
8,390	3,266	8,3992	3
6,305	4,004	6,3041	5
5,593	2,423	5,5949	2
5,300	5,163	5,2839	5
5,118	4,84	5,1223	23
4,743	6,533	4,7428	3
4,728	11,1	4,7277	4
4,625	3,68	4,6254	18
3,8655	4,00	3,8655	3
3,8261	11,38	3,8277	6
3,746	7,06	3,7453	83
3,712	25,92	3,711	10
3,68	100	3,6424	100
3,557	29,3	3,5572	9
3,51	32,9	3,523	19
2,86	27,29	2,8346	35
2,56	22,12	2,5462	20
2,11	3,05	2,1128	3
1,92	32,98	1,9117	35
1,874	3,05	1,8713	3
1,763	4,21	1,767	4
1,63	5,16	1,6279	7



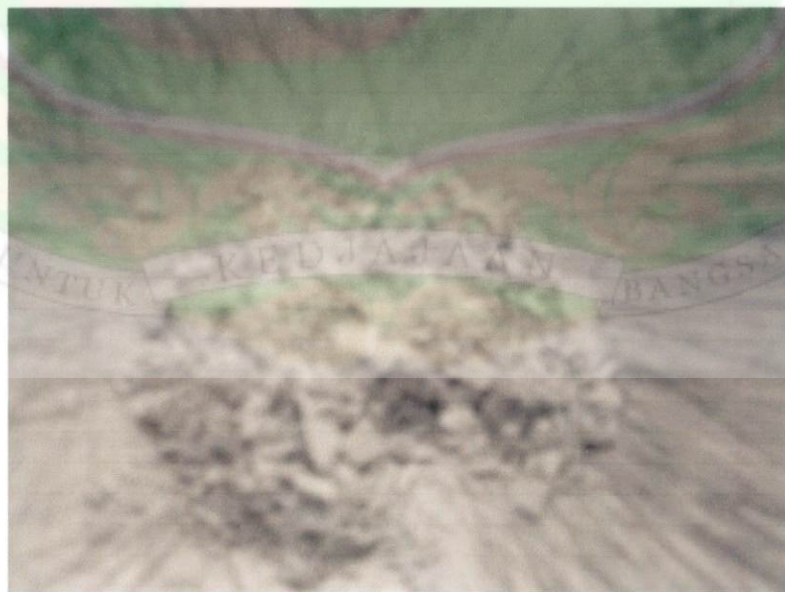
Gambar Hubungan antara Metoda Hanawalt dengan Hasil XRD Nb₂O₅



LAMPIRAN 7



Sebelum dikerok menggunakan spatula



Sesudah dikerok menggunakan spatula

LAMPIRAN 8

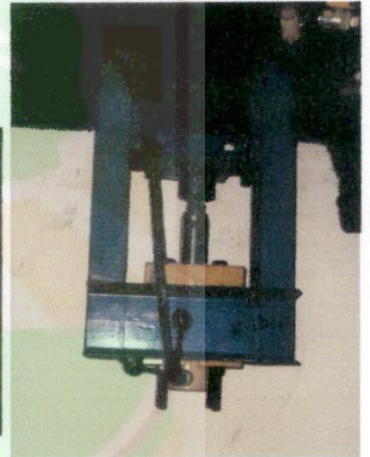
XRD



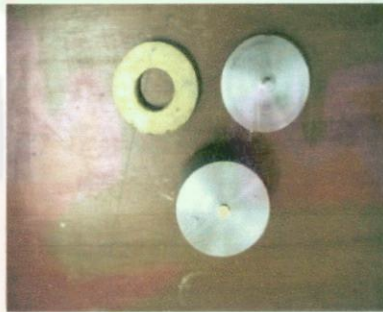
SEM



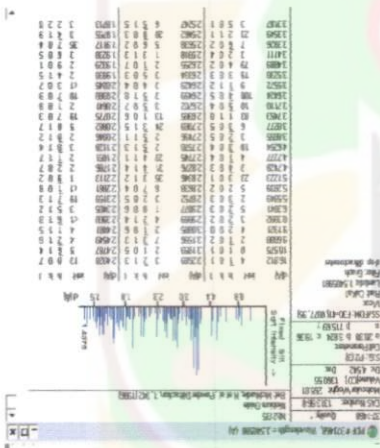
Penekan Hidrolik



Dies



Metoda Hanawalt



Mortar



Furnace



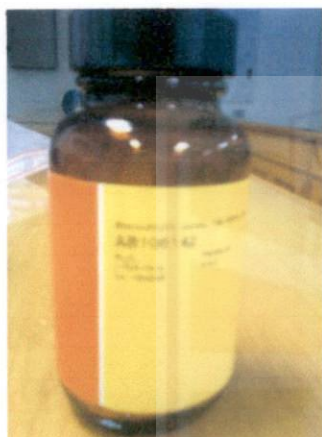
Neraca Digital



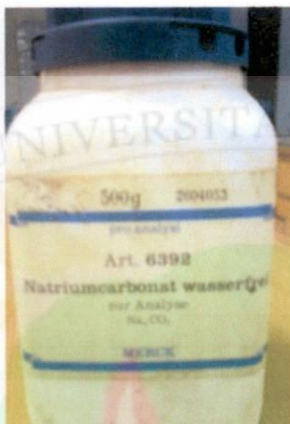
Gambar Alat-Alat Penelitian

Lampiran 9

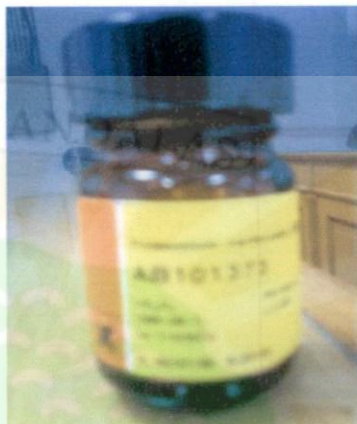
Foto Bahan Penelitian



Bi_2O_3 (99,999 %)



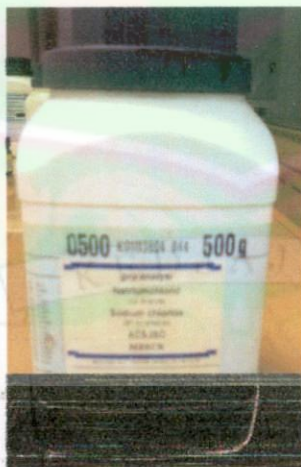
Na_2CO_3 (99,999 %)



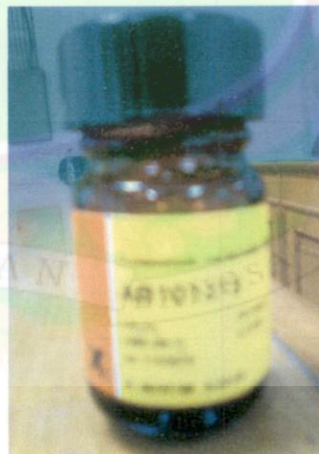
K_2CO_3 (99,998 %)



TiO_2 (99,99 %)



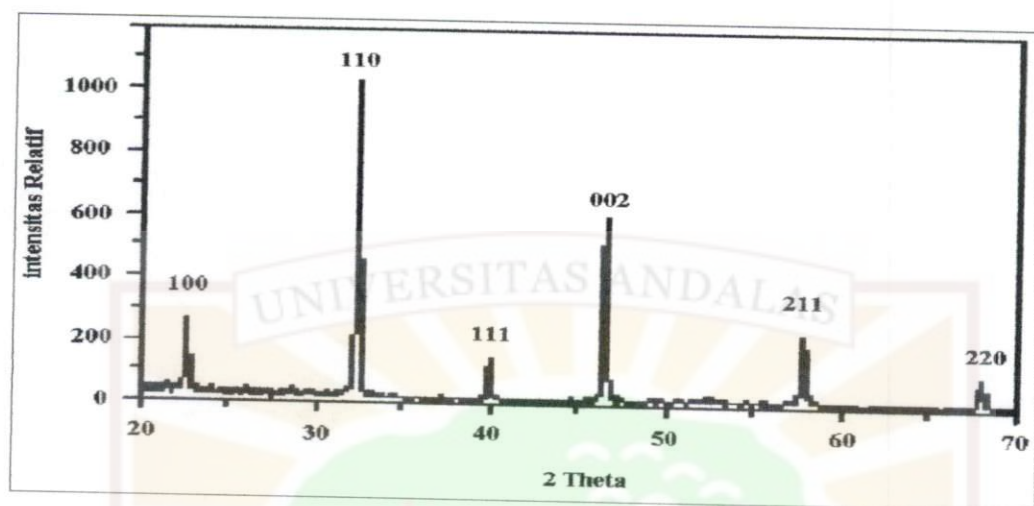
BaCO_3 (99%)



Nb_2O_5 (99,9%)

Lampiran 10

Literatur



Gambar indeks Miller (sumber : Konapala, 2010)

Menghitung Parameter Kisi dari BNT-BT-KNN

a. Rhombohedral

Dengan menggunakan rumus :

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

BNT-BT-KNN 3%

Dari data XRD BNT-BT-KNN 3% yang terbentuk didapat nilai d untuk bidang (101) = 2,787421

Rhombohedral

$$\frac{1}{2,787421^2} = \frac{(1^2 + 0^2 + 1^2) \sin^2 \alpha + 2(0 + 0 + 1)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2 (1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$0,128705 = \frac{2 \sin^2 \alpha + 2 (\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2 (1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$0,128705 = \frac{2(1 - \cos^2 \alpha)}{a^2(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$a^2 = \frac{2(1 - \cos^2 \alpha)}{0,128705(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)} \dots (1)$$

Untuk bidang (002) memiliki $d = 1,965044$

$$\frac{1}{1,965044^2} = \frac{(0^2 + 0^2 + 2^2) \sin^2 \alpha + 2(0+0+0)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$0,258974 = \frac{4 \sin^2 \alpha}{a^2(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$a^2 = \frac{4 \sin^2 \alpha}{0,258974(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)} \dots (2)$$

Substitusi pers (1) ke (2)

$$\frac{2(1 - \cos^2 \alpha)}{0,128705(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)} = \frac{4 \sin^2 \alpha}{0,258974(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

$$0,258974(2(1 - \cos^2 \alpha)) = 0,128705(4 \sin^2 \alpha)$$

$$0,517947(1 - \cos^2 \alpha) = 0,514819 \sin^2 \alpha$$

$$0,517947(1 - \cos^2 \alpha) = 0,514819(1 - \cos^2 \alpha)$$

$$0,517947 - 0,517947 \cos^2 \alpha = 0,514819 - 0,514819 \cos^2 \alpha$$

$$0,514819 \cos^2 \alpha - 0,517947 \cos \alpha + 0,003128 = 0$$

$$\cos_{12} \alpha = \frac{0,517947 \pm \sqrt{(-0,517947)^2 - 4(0,514819)(0,003128)}}{2(0,514819)}$$

$$\cos_{12} \alpha = \frac{0,517947 \pm \sqrt{0,268269 - 0,006441}}{1,029638}$$

$$\cos_{12} \alpha = \frac{0,517947 \pm 0,511691}{1,029638}$$

$$\cos_1 \alpha = \frac{0,517947 + 0,511691}{1,029638} = \frac{1,029638}{1,029638} = 1$$

$$\cos_2 \alpha = \frac{0,517947 - 0,511691}{1,029638} = \frac{0,006256}{1,029638} = 0,006076$$

$$\alpha = \text{Arc cos}(0,006076) = 89,65^\circ$$

substitusi $\cos \alpha = 0,006076$ ke persamaan (1)

$$a^2 = \frac{2(1 - 0,006076)}{0,128705(1 - 3(0,006076)^2 + 2(0,006076)^3)}$$

$$a^2 = \frac{2(0,993924)}{0,128705(1 - 1,10753328 \times 10^{-4} + 4,48624814 \times 10^{-7})}$$

$$a^2 = \frac{1,987848}{0,128690803} = 15,44669824$$

$$a = \sqrt{15,44669824} = 3,93022877$$

b. Tetragonal

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

(110) $h \neq 1$

$$\frac{1}{2,787421^2} = \frac{(1)^2 + (1)^2}{a^2} + \frac{(0)^2}{c^2}$$

$$0,128704 = \frac{2}{a^2} + \frac{0}{c^2}$$

$$a^2 = \frac{2}{0,128704} = 15,53953257$$

$$a = \sqrt{15,53953257} = 3,942021381$$

(002) = d = 1,965044

$$\frac{1}{1,965044^2} = \frac{(1)^2 + (0)^2}{3,942021381^2} + \frac{(1)^2}{c^2}$$

$$0,258973 = \frac{1}{15,539532567} + \frac{1}{c^2}$$

$$0,258973 = 0,064352 + \frac{1}{c^2}$$

$$0,258973 - 0,064352 = \frac{1}{c^2}$$

$$0,194621 = \frac{1}{c^2}$$

$$c^2 = \frac{1}{0,194621}$$

$$c = \sqrt{5,138192} = 2,266758$$

Lampiran 12

Konversi satuan tekanan psi ke N/m^2

$$1 \text{ kg/cm}^2 = 14,221 \text{ Psi}$$

$$1 \text{ psi} = 0,0703 \text{ kg/cm}^2$$

Dimana : Tekanan (P) = $F/A = N/m^2$ $F = \text{Newton} = \text{kg m/s}^2$

$$A = \text{m}^2$$

$$\text{Sehingga } P = \text{kg /m s}^2 = \text{kg/100 cm s}^2$$

$$\text{Kg/100 cm s}^2 \times 1 \text{ s}^2/\text{cm} = 0,01 \text{ kg/cm}^2$$

$$1 \text{ N/m}^2 = 0,01 \text{ kg/cm}^2$$

Sehingga didapat

$$1 \text{ psi} = 0,0703 \times 100 \text{ N/m}^2$$

$$= 7,03 \text{ N/m}^2$$

$$\text{Jadi, } 3500 \text{ psi} = 3500 \times 7,03 \text{ N/m}^2$$

$$= 24605 \text{ N/m}^2$$

a (percepatan) merupakan nilai percepatan alat, dan dianggap

konstan(1 cm/s^2)

Lampiran 13

DAFTAR SINGKATAN

- KNN** = Kalium Natrium Niobate
- BNT** = Bismut Natrium Titanat
- BT** = Barium Titanat
- MPB** = Morphotropic Phase Boundary

