



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:

- Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
- Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.

2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

PENGARUH PENAMBAHAN $\text{BiO}_5\text{Ko}_5\text{TiO}_3$ (BKT) PADA BAHAN PIEZOELEKTRIK RAMAH LINGKUNGAN $\text{BiO}_5\text{NaO}_5\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ (BNT-BT) DENGAN METODE SOLID STATE REACTION

SKRIPSI



HELGA DWI FAHYUAN
07 135 013

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

SKRIPSI

**PENGARUH PENAMBAHAN $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) PADA BAHAN
PIEZOELEKTRIK RAMAH LINGKUNGAN $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$
(BNT-BT) DENGAN METODE *SOLID STATE REACTION***

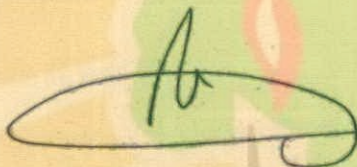
Yang disusun oleh

HELGA DWI FAHYUAN

07 135 013

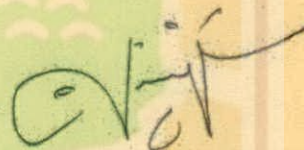
Telah dipertahankan di depan Dewan Penguji
pada tanggal 27 Juni 2011
dan dinyatakan telah lulus memenuhi syarat

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Drs. Syahfandi Ahda, M.T.
NIP.196002021987021001

Susunan Tim Penguji :

Ketua



Sri Handani, M.Si.
NIP.196907141995122001

Anggota



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

Anggota



Drs. Wildian, M.Si.
NIP.196108121994031001

Padang, 11 Juli 2011

Ketua Jurusan Fisika

FMIPA Universitas Andalas, Padang



Arif Budiman, M.Si.

NIP. 197311141999031004

1234567

STATE OF NEW YORK
OFFICE OF THE ATTORNEY GENERAL
ALBANY, NEW YORK

IN SENATE

REPORT OF THE
COMMISSIONER OF THE
DEPARTMENT OF SOCIAL SERVICES

Report made pursuant to the provisions of the
Social Services Law, Chapter 100, Section 100
of the Laws of 1962, as amended.

Presented by

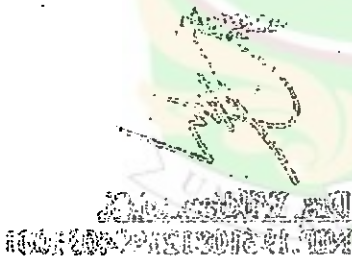
Testimony of



Commissioner of the Department of Social Services

Attorney General

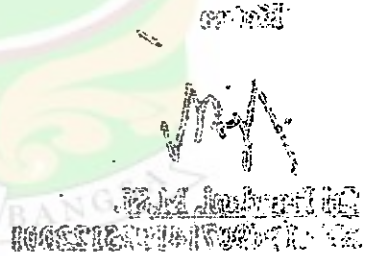
Approved by the Senate:



President of the Senate

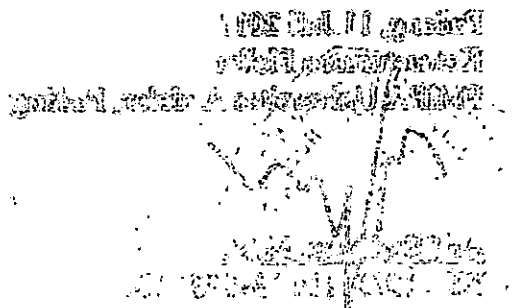


Speaker of the Assembly



Governor

Printed by the
State Printing Office
Albany, New York



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 **“Pengaruh Penambahan $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) pada Bahan Piezoelektrik Ramah Lingkungan $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ - BaTiO_3 (BNT-BT) dengan Metode *Solid State Reaction*“**. Penelitian ini tergabung dalam program intensif riset terapan yang diketuai oleh Bapak Drs. Syahfandi Ahda, M.T. pada tahun 2011. Tujuan penulisan skripsi ini 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, skripsi 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 skripsi ini, terutama kepada :

1. Ayahanda Yusni Darmanto, S.Pd. dan Ibunda Efanetti, S.Pd. atas segala doa, semangat, dorongan, perhatian dan curahan kasih sayangnya, kakak dan adik-adikku serta uwak atas semangat dan doanya.
2. Bapak Drs. Alimin Mahyudin, M.Si. selaku pembimbing utama yang telah memberikan petunjuk, saran, semangat, motivasi serta arahan selama penulisan skripsi ini, dan terimakasih yang tak terhingga buat Bapak Drs. Syahfandi Ahda, M.T. yang telah memberikan bimbingan sehingga skripsi ini dapat selesai.

3. Bapak Arif Budiman, M.Si. selaku ketua jurusan. Terimakasih pak atas bimbingannya selama ini.
4. Bapak Afdal, M.Si. terimakasih pak atas bantuannya.
5. Bapak Dr. Dahyunir Dahlan, Bapak Wildian, M.Si. dan Ibu Sri Handani, M.Si. sebagai penguji yang telah memberikan kritikan, petunjuk, serta saran selama penulisan skripsi.
6. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Fisika FMIPA UNAND yang telah memberikan pendidikan selama di Jurusan Fisika FMIPA UNAND.
7. Bapak Mardianto, Pak Engkir, Ibu Saryati dan seluruh staf Batan yang telah membantu sehingga skripsi ini dapat selesai.
8. Teman seperjuangan selama di Batan, Iin Lidia Putama Mursal, Hamdi Putra dan Stefanus Tanzil yang telah memberikan bumbu-bumbu semangatnya dan senyum-senyum terindahya.
9. Teman seperjuanganku all of RELATIVITAS yang sangat penting dan berarti bagi penulis, terimakasih atas kekompakkan dan kerja samanya.
10. Yang tak pernah terlupakan *Nusantara Corporation* (NC) ijep sanakqu (cepat nyusul ya, terimakasih atas semua canda tawanya), rizka, isil, gebi, ayu, yani, iin, resti, hamdi, oos, and adi yang telah mengukir kenangan terindah selama perjalanan S1, semoga persahabatan kita tidak terputus sampai di sini.
11. Sahabatqu Rani, winda and imil terimakasih atas semangat dan doanya.
12. Teman-teman kos, kak nana, yovi, mutia, icha, bunga, febi, desi khususnya melin terimakasih atas pengertiannya.

13. Special buat yang selalu mewarnai hidup ku “Azharie Wibowo, S.Si.”

terima kasih atas semua semangat, pengertian, dorongan, bantuan dan ketulusannya.

14. 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.

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

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

Padang, Juli 2011

Penulis

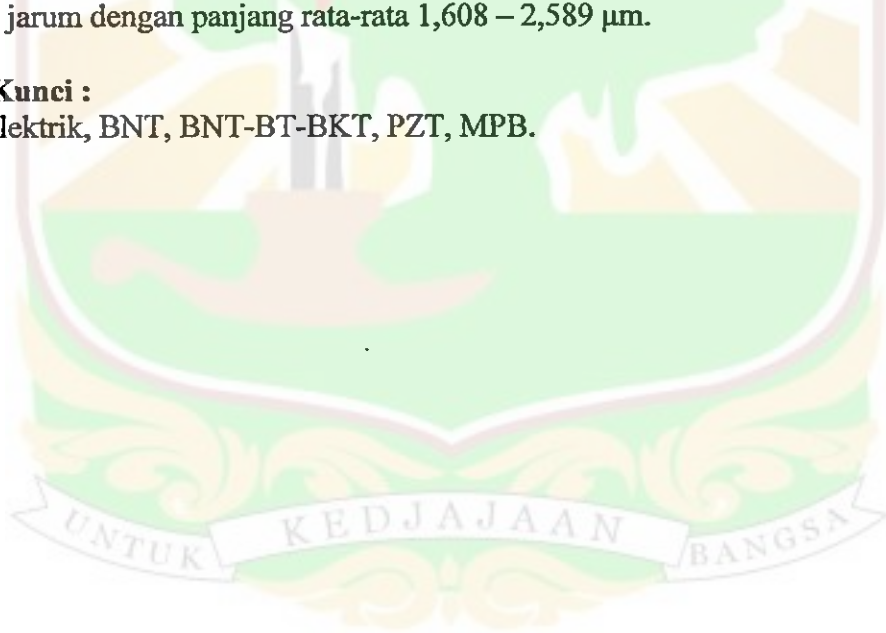
**Pengaruh Penambahan $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) pada Bahan Piezoelektrik
Ramah Lingkungan $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ (BNT-BT) dengan Metode
*Solid State Reaction***

ABSTRAK

Proses sintesis BNT-BT-BKT telah dilakukan dengan menggunakan metode *solid state reaction*. Sintesis BKT mendapatkan struktur *perovskite* dengan besar tekanan optimal 3500 psi dengan suhu sintering 1000 °C. Sintesis BNT-BT dengan penambahan % mol BKT yaitu 2%, 5%, 8%, 15% juga mendapatkan struktur *perovskite* dengan komposisi yang optimal pada penambahan 5% mol BKT. Pola difraksi XRD pada bahan BNT-BT dengan penambahan % mol BKT menunjukkan adanya perubahan puncak-puncak yang *overlapping* dari (200) rhombohedral menjadi (200) dan (002) dari tetragonal. Daerah perubahan fasa ini dikenal dengan MPB yang terjadi pada komposisi penambahan BKT 2%. Penambahan bahan dopan BKT ke BNT-BT menunjukkan perubahan pola difraksi sinar-x dengan pergeseran sudut 45° - 47°. Mikrograph SEM, menunjukkan penambahan 2% BKT pada BNT-BT memiliki bentuk partikel seperti jarum dengan panjang rata-rata 1,608 – 2,589 µm.

Kata Kunci :

Piezoelektrik, BNT, BNT-BT-BKT, PZT, MPB.



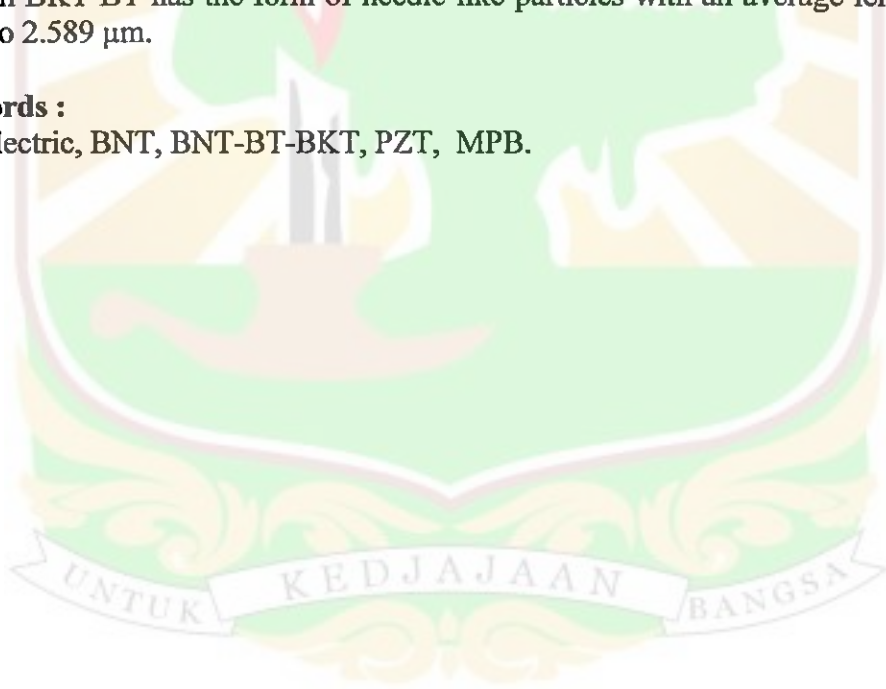
Effect of Addition $\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3$ (BKT) at Lead-free Piezoelectric Ceramics, $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ (BNT-BT) by Solid State Reaction Method

ABSTRACT

The synthesis process of BNT-BT-BKT has been carried out using solid state reaction method. The synthesis process of BKT get a perovskite structure with a large gain optimum pressure of 3500 psi, with temperature of sintering 1000 °C. Synthesis of BNT-BT with the addition of mole% BKT namely 2%, 5%, 8%, 15% also get a perovskite structure with an optimal composition of the addition of 5 mole% BKT. XRD diffraction pattern of the BNT-BT material with the addition of mole% BKT indicate a change in the overlapping peaks of (200) rhombohedral to (200) and (002) of tetragonal. Area is known as phase change that occurs in the composition of MPB BKT addition of 2 mole% BKT. The addition of dopant material into BNT-BT-BKT showed changes in the x-ray diffraction pattern with a shift angle of 45 ° - 47 °. Mikrograph SEM, showed the addition of 2 mole% BNT on BKT-BT has the form of needle-like particles with an average length of 1.608 to 2.589 μm .

Keywords :

Piezoelectric, BNT, BNT-BT-BKT, PZT, MPB.



DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL

KATA PENGANTAR..... ii

ABSTRAKv

ABSTRACTvi

DAFTAR ISI..... vii

DAFTAR GAMBARx

DAFTAR TABELxi

DAFTAR LAMPIRAN xii

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang..... 1

1.2 Tujuan Penelitian4

1.3 Manfaat Penelitian4

1.4 Batasan Masalah4

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Pustaka6

2.2 Landasan Teori7

2.2.1 Material Piezoelektrik7

2.2.2 Bahan Dielektrik9

2.2.3 Struktur Kristal10

2.2.3.1 Bidang Kristal.....10

2.2.3.2 Kristal *Perovskite*.....12

2.2.3.3 *Morphotropic Phase Boundary* (MPB)14

2.3 XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)	15
2.4 Sifat Piezoelektrik	17
2.4.1 Bismut Natrium Titanat (BNT)	17
2.4.2 Bismut Kalium Titanat (BKT)	18
2.4.3 Bismut Natrium Titanat- Barium Titanat- Bismut Kalium Titanat (BNT-BT-BKT)	19
2.5 Dielektrikum	20
2.6 Metode Padat (<i>Solid State Reaction</i>) Struktur Kristal	21
2.7 Metode Hanawalt	24
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian	27
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	27
3.2.1 Alat Penelitian	27
3.2.1.1 Alat Sintesis	27
3.2.1.2 Alat Karakterisasi	28
3.2.2 Bahan Penelitian	28
3.3 Tahapan Penelitian	29
3.3.1 Sintesis Bismut Kalium Titanat (BKT)	29
3.3.2 Sintesis Bismut Natrium Titanat- Barium Titanat- Bismut Kalium Titanat (BNT-BT-BKT)	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Bahan Dasar BNT-BT-BKT	35
4.1.1 Bismut Oksida (Bi_2O_3)	36
4.1.2 Natrium Karbonat (Na_2CO_3)	37

4.1.3 Barium Karbonat (BaCO_3)	38
4.1.4 Kalium Karbonat (K_2CO_3).....	38
4.1.5 Titanium Oksida (TiO_2).....	39
4.2 Sintesis BKT (Bismut Kalium Titanat)	40
4.2.1 Penggerusan BKT	40
4.2.2 Kompaksi BKT	41
4.2.3 Sintering BKT	42
4.2.4 Identifikasi BKT Menggunakan XRD	42
4.3 Sintesis BNT-BT-BKT	49
4.3.1 Penggerusan BNT-BT-BKT	49
4.3.2 Kompaksi BNT-BT-BKT	49
4.3.3 Sintering BNT-BT-BKT	50
4.3.4 Identifikasi BNT-BT-BKT Menggunakan XRD	50
4.3.5 Karakterisasi dengan SEM	56
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	58
5.2 Saran	59
DAFTAR KEPUSTAKAAN	60
LAMPIRAN	65
DAFTAR SINGKATAN	86

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Efek Piezoelektrik.....	8
Gambar 2.2 Sebuah Sel Satuan Heksagonal tidak Memiliki Simetri Pusat	9
Gambar 2.3 Struktur Kristal yang Memperlihatkan Sudut dan <i>hkl</i>	12
Gambar 2.4 Sel Satuan <i>Perovskite</i>	12
Gambar 2.5 Representasi dari <i>Perovskite</i> ABO_3 Ditampilkan sebagai BNT Kubik	13
Gambar 2.6 Diagram MPB yang Terkait dengan <i>Perovskite</i> Bi Berbasis Komposisi.....	15
Gambar 2.7 Pola Difraksi Sinar-X	16
Gambar 2.8 Diagram Fasa Ternier ($Bi_{1/2}Na_{1/2}$) TiO_3 –($Bi_{1/2}K_{1/2}$) TiO_3 – $BaTiO_3$	19
Gambar 2.9 Proses Sintesis dengan Metode <i>Solid State Reaction</i>	22
Gambar 2.10 Skema Perpindahan Material pada <i>Solid State Reaction</i>	24
Gambar 2.11 Model Kartu Data Hanawalt	25
Gambar 3.1 Diagram Pewaktuan Proses Sintering.....	30
Gambar 3.2 Diagram Tahapan Kegiatan dalam Sintesis BKT	31
Gambar 3.3 Diagram Tahapan Kegiatan dalam Sintesis BNT-BT-BKT	34
Gambar 4.1 Pola Difraksi Bahan Dasar.....	36
Gambar 4.2 Hasil Penggerusan Sampel BKT.....	43
Gambar 4.3 Pola Difraksi BKT pada Percobaan Pertama	44
Gambar 4.4 Pola Difraksi BKT pada Percobaan Kedua	44
Gambar 4.5 Pola difraksi Bismut Kalium Titanat (BKT) dengan Variasi Tekanan	46
Gambar 4.6 Pola Hasil Difraksi BKT	48

Gambar 4.7 Pola Difraksi BNT-BT-BKT dengan Sudut 2θ antara $10^\circ - 80^\circ$..	50
Gambar 4.8 Pergeseran Puncak-puncak yang Spesifik dari Penambahan BKT	52
Gambar 4.9 Pola Hasil Difraksi BNT-BT-BKT5%	53
Gambar 4.10 Hubungan Harga $a[\text{\AA}]$ dari Rhombohedral dan Tetragonal Terhadap Penambahan % mol BKT	56
Gambar 4.11 Mikrograph dari SEM dengan Perbesaran 5000 kali untuk Sampel Penambahan 2% BKT	56



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Komposisi Bahan yang Berada pada Daerah MPB	20
Tabel 3.1 Massa Bahan Dasar Sesuai Variasi Penambahan % Mol BKT	32
Tabel 4.1 Perbandingan Tiga Puncak Tertinggi Bi_2O_3 Hasil Eksperimen dengan Tabel Hanawalt	36
Tabel 4.2 Perbandingan Tiga Puncak Tertinggi Na_2CO_3 Hasil Eksperimen dengan Tabel Hanawalt	37
Tabel 4.3 Perbandingan Tiga Puncak Tertinggi BaCO_3 Hasil Eksperimen dengan Tabel Hanawalt	38
Tabel 4.4 Perbandingan Tiga Puncak Tertinggi K_2CO_3 Hasil Eksperimen dengan Tabel Hanawalt	39
Tabel 4.5 Perbandingan Tiga Puncak Tertinggi TiO_2 Hasil Eksperimen dengan Tabel Hanawalt	40
Tabel 4.6 Nilai FWHM Puncak Tertinggi	48
Tabel 4.7 Hasil Perhitungan Parameter Kisi untuk Rhombohedral dan Tetragonal	55
Tabel 4.8 Persen Massa Atom K Seiring Meningkatnya Pertambahan Mol BKT	57

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar Bi_2O_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt.....	65
Lampiran 2. Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar Na_2CO_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt	67
Lampiran 3. Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar BaCO_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt.....	69
Lampiran 4. Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar K_2CO_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt.....	70
Lampiran 5. Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi TiO_2 eksperimen dengan Tabel Hanawalt	71
Lampiran 6. Hasil XRD sampel BKT	72
Lampiran 7. Hasil SEM BNT-BT-BKT dan Hasil EDS	73
Lampiran 8. Foto Bahan Penelitian	77
Lampiran 9. Foto Peralatan Penelitian	78
Lampiran 10. Menghitung Parameter Kisi BNT-BT-BKT	79
Lampiran 11. Tabel Sel Satuan Konvensional dan 14 kisi Bravais	84
Lampiran 12. Konversi Satuan Tekanan Psi ke N/m^2	85

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan teknologi memerlukan dukungan ketersediaan sumber energi untuk menjalankan peralatan, diantaranya energi listrik. Energi listrik yang diperlukan, dapat diperoleh dari suatu sumber energi lain dengan menggunakan teknologi pembangkit energi listrik. Selain pembangkit energi listrik skala makro yang mampu menghasilkan energi listrik dalam skala besar (seperti konversi energi air, angin, dan panas bumi), terdapat pula pembangkit energi listrik skala mikro, yang pada umumnya memanfaatkan energi sekitar (seperti energi getaran, perbedaan temperatur, dan sinar) untuk dikonversikan ke bentuk energi listrik. Salah satu bahan yang berpengaruh terhadap perkembangan teknologi berskala mikro tersebut adalah bahan-bahan yang mempunyai sifat piezoelektrik.

Piezoelektrik adalah suatu kemampuan yang dimiliki sebagian kristal maupun bahan-bahan tertentu lainnya yang dapat menghasilkan tegangan listrik jika mendapatkan perlakuan tekanan atau regangan. Bahan piezoelektrik merupakan bahan yang mempunyai hambatan yang tinggi dan mampu membangkitkan tegangan listrik sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sumber energi.

Aplikasi piezoelektrik baru berkembang 10 tahun belakangan. Seiring berkembangnya zaman aplikasi dari bahan piezoelektrikpun ikut berkembang. Hal ini dapat dilihat dari penggunaan material piezoelektrik pada alat-alat elektronik maupun non elektronik, diantaranya adalah pada bidang kesehatan, piezoelektrik

dapat dimanfaatkan sebagai transduser yang digunakan pada alat-alat ultrasonografi (USG). Selain pada bidang kesehatan, piezoelektrik juga dapat diaplikasikan dalam bidang instrumentasi yaitu sebagai sensor, dengan menggunakan mikrokontroller. Selain itu piezoelektrik juga diaplikasikan pada pembangkit daya, motor listrik kecil, dan alat-alat berteknologi tinggi.

Sebagian besar bahan piezoelektrik yang umum digunakan adalah bahan yang berasal dari kelompok *Lead Zirconium Titanate* (PZT), karena PZT mempunyai parameter sifat piezoelektrik yang baik, mempunyai sifat stabilitas termal, dan sifat dielektrik yang sangat baik, selain itu PZT juga memiliki nilai konstanta pizoelektrik $d_{33} = 460 \text{ pC/N}$, faktor kopling $K_p = 0,56$, $P_r = 39,2 \text{ } \mu\text{C/cm}^2$, medan koersif $E_c = 14,9 \text{ kV/cm}$ dan suhu Curie yang tinggi yaitu $450 \text{ }^\circ\text{C}$ (Donnelly, dkk, 2007). Material PZT adalah material piezoelektrik yang mengandung unsur timbal (Pb). 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 $d_{33} = 73 \text{ pC/N}$ (Aksel and Jones, 2010) serta memiliki sifat *ferroelectricity* kuat pada suhu kamar dengan suhu Curie T_c 320°C (Smolenskii, 1961; Hagiyeve, 1984; 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 kali ini dilakukan dengan penambahan Bismut Kalium Titanat (BKT) ke dalam Bismut Natrium Titanat – Barium titanat (BNT-BT). Pemilihan dopan BKT dikarenakan BKT memiliki sifat piezoelektrik dan dielektrik yang relatif tinggi (Wang. X. X, 2004), dengan konstanta piezoelektrik $d_{33} = 101 \text{ pC/N}$, suhu Curie $T_c = 370^\circ\text{C}$ (Aksel and Jones, 2010). Oleh karena itu, pendopingan dengan bahan BKT diharapkan dapat meningkatkan sifat piezoelektrik, sifat dielektrik serta mudah dalam proses penyearahan dipol dan mendapatkan piezoelektrik yang ramah lingkungan. BNT-BT-BKT adalah

gabungan bahan-bahan piezoelektrik yang bebas timbal (Pb), tidak bersifat racun dan ramah lingkungan.

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

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah :

1. Memperoleh material BKT dan BNT-BT-BKT dengan metode *solid state reaction*.
2. Mengidentifikasi struktur produk hasil sintesis (BKT dan BNT-BT-BKT) dengan menggunakan XRD.
3. Mengidentifikasi morfologi bahan BNT-BT-BKT dengan menggunakan SEM.

1.3 Manfaat Penelitian

Penelitian ini dapat memberikan informasi bagi perkembangan penelitian tentang material piezoelektrik yang ramah lingkungan.

1.4 Batasan Masalah

Pada penelitian sintesis BNT-BT-BKT dilakukan dengan metode *solid state reaction* dengan memvariasikan persen BKT, sedangkan sintesis BKT dilakukan hanya dengan memvariasikan besar tekanan, dan penambahan BT

(Barium Titanat) dilakukan pada 5% mol BT, serta karakterisasi produk sintesis dengan menggunakan XRD dan SEM.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Pustaka

Penelitian tentang sintesis bahan piezoelektrik Bismut Natrium Titanat - Barium Titanat - Bismut Kalium Titanat (BNT-BT-BKT) dengan metode *solid state reaction* pernah dilakukan oleh kelompok peneliti yang berasal dari China yaitu Wang X. X, dkk (2004) yang melakukan sintesis $(0.95-x)\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3 - 0.05\text{BaTiO}_3 - x\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3$ (disingkat BNT-BT-BKT100x, dengan x berkisar 0 - 20 % mol). Sintesis dilakukan dengan penghomogenan menggunakan *stirrer magnetic*, dicampur dalam alkohol menggunakan bola *zirconia* dengan stabilisasi Y_2O_3 selama 10 jam. Kemudian campuran dikeringkan dan ditambahkan dengan PVA sebagai pengikat. Selanjutnya sampel ditekan dengan cakram padat (proses kompaksi), diteruskan dengan proses kalsinasi pada suhu 800 °C selama 1 jam, kemudian diikuti dengan proses sintering dengan suhu 1170 °C selama 2 jam.

Pada penelitian tersebut juga dilakukan karakterisasi dengan menggunakan XRD dan hasil yang diperoleh adalah semua pola difraksi x-ray (XRD) dari BNT-BT-BKT100x menunjukkan bahwa keramik memiliki struktur *perovskite* murni, dimana terjadi perubahan struktur dari BNT-BT-BKT0% rhombohedral menjadi tetragonal pada BNT-BT-BKT10%, dengan daerah MPB (*Morphotropic Phase Boundary*) pada BNT-BT-BKT5%.

Selain itu ada juga Nur'ain (2010) mahasiswa Unand yang telah melakukan sintesis BNT dengan penambahan Mn, dengan metode *solid state*

reaction, proses homogenisasi dilakukan dengan cara penggerusan menggunakan mortar selama 4 jam, suhu kalsinasi 300 °C, dan mendapatkan suhu sintering yang optimal 1000 °C selama 4 jam. Begitu juga dengan Nofitriana (2010) mahasiswa Unand, telah melakukan sintesis BNT dengan penambahan BT pada metode *solid state reaction*, juga mendapatkan suhu sintering yang optimal pada suhu 1000 °C selama 4 jam.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) dengan memvariasikan besarnya tekanan pada saat kompaksi, dan sintesis $(0.95-x)\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3-0.05\text{BaTiO}_3-x\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT-BT-BKT100x) dengan x berkisar 0 - 20 % mol. Proses homogenisasi dilakukan dengan pencampuran dan penggerusan sampel dengan menggunakan mortar selama 4 jam, kemudian dikompaksi dan dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada suhu 300 °C selama 1 jam dan proses sintering pada suhu 1000 °C selama 4 jam. Pada penelitian ini juga dilakukan karakterisasi dengan XRD (*x-ray diffraction*) dan SEM (*scanning electron microscope*).

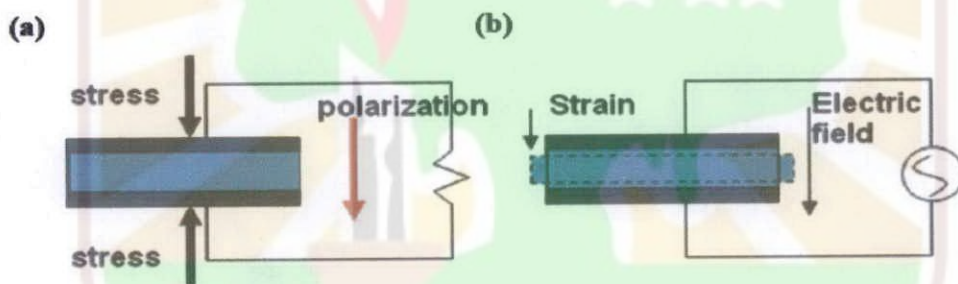
2.2 Landasan Teori

2.2.1 Material Piezoelektrik

Piezoelektrik berasal dari bahasa Yunani yaitu *piezo* atau *piezein* yang berarti tekan dan elektrik yang berarti listrik (Cullity, 1978). Secara bahasa, piezoelektrik berarti efek tekan listrik. 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**.



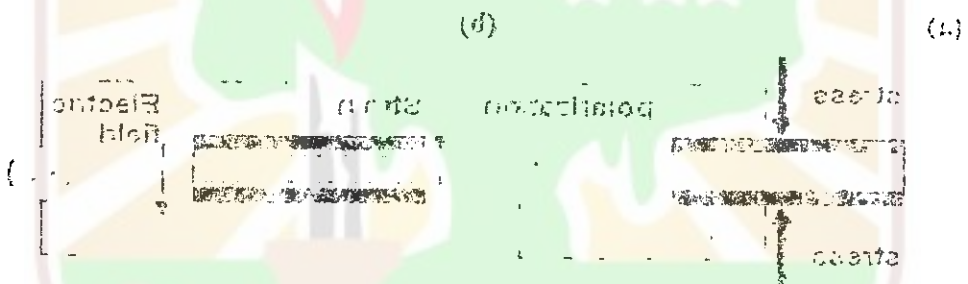
Gambar 2.1 Efek Piezoelektrik (a) *Direct piezoelectric effect* (b) *converse piezoelectric effect* (sumber : Chien-Chih Huang, 2008)

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 (*stress*) pada kristal tersebut. Ketika kristal ditekan pada arah sumbu y akan mengakibatkan pergeseran pusat massa atom A

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 balik (converse piezoelectric effect). Efek piezoelektrik langsung menghasilkan kemampuan material untuk mengubah regangan mekanik menjadi tegangan listrik. Sedangkan efek piezoelektrik balik akan menghasilkan kemampuan material untuk mengubah tegangan listrik yang terjadi menjadi energi regangan mekanik seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1.

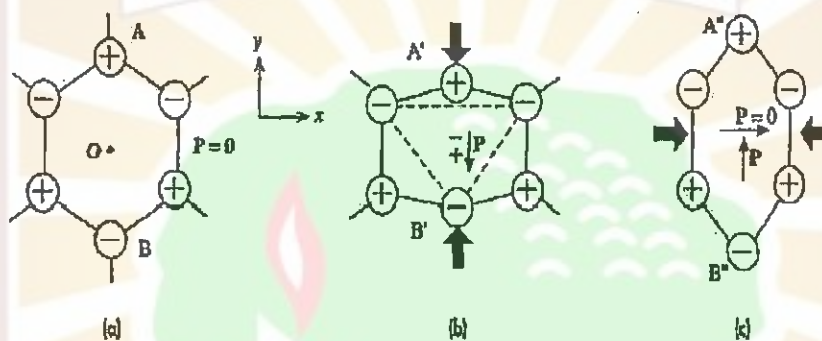


Gambar 2.1 : (a) Direct piezoelectric effect (b) converse piezoelectric effect (Sumber : Chinn-Hib (Hong Kong 2008))

Direct piezoelectric effect dapat dimanfaatkan sebagai sensor sedangkan converse piezoelectric effect dapat dimanfaatkan sebagai aktuator. Karena efek ini kristal piezoelektrik memiliki banyak aplikasi seperti dalam generator dan UFG. Material piezoelektrik yang telah dikembangkan antara lain PbTiO_3 , $\text{PbTiO}_3/\text{PNT}$ (Lead Zirconate Titanate), dan PZT-4PT .

Bahan piezoelektrik apabila diberikan akan terjadi polarisasi dimana adanya regangan pada arah tekan (stress) pada kristal tersebut. Ketika kristal diberikan pada arah sumbu z akan mengakibatkan pergeseran pusat massa atom A

dan atom B yang saling menjauh sepanjang sumbu y. Seperti yang diilustrasikan pada **Gambar 2.2(b)**. Pada kasus ini polarisasi hanya dihasilkan pada sumbu y, namun ketika stres diterapkan pada arah sumbu x yang ditunjukkan pada **Gambar 2.2(c)** tidak ada polarisasi pada arah ini, maka perpindahan pusat massa atom A dan atom B tidak terjadi.



Gambar 2.2 Sebuah sel satuan heksagonal tidak memiliki simetri pusat (a) tidak ada tegangan (b) *stress* pada sumbu y dan (b) *stress* di sumbu x (sumber : Kasap, 2006)

2.2.2 Bahan Dielektrik

Bahan dielektrik adalah suatu bahan yang secara kelistrikan bersifat isolator dan bisa memperlihatkan struktur dipol listrik, yaitu adanya pemisahan antara muatan listrik positif dan muatan listrik negatif pada tingkatan molekuler atau atomik (Callister, 1994).

Berbeda dengan konduktor, bahan dielektrik tidak memiliki elektron bebas yang dapat bergerak dengan mudah di dalam material. Elektron di dalam bahan dielektrik merupakan elektron terikat. Pada suhu kamar, di bawah pengaruh medan listrik pergerakan elektron hampir tidak terdeteksi. Namun pada suhu tinggi aliran arus bisa terdeteksi jika diberikan medan listrik pada material

dielektrik. Arus ini ditimbulkan oleh pergerakan molekul polar yaitu pergerakan molekul-molekul di dalam bahan sehingga membentuk dipol pada saat dikenai tekanan.

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 Bismut Kalium Titanat (BKT).

2.2.3 Struktur Kristal

2.2.3.1 Bidang Kristal

Secara sederhana kristal dapat didefinisikan sebagai zat padat yang mempunyai susunan atom atau molekul yang teratur serta berulang secara periodik. Keteraturannya tercermin dalam permukaan kristal yang berupa bidang-bidang datar dan rata yang mengikuti pola-pola tertentu. Bidang-bidang datar ini disebut sebagai bidang kristal. Besarnya sudut antar bidang-bidang kristal yang saling berpotongan selalu tetap pada suatu kristal. Letak dan arah bidang kristal ditentukan oleh perpotongan sumbu-sumbu kristal. Dalam sebuah kristal, sumbu kristal berupa garis bayangan lurus yang menembus kristal melalui pusat kristal. Sumbu kristal tersebut mempunyai satuan panjang yang disebut sebagai parameter kisi.

Aturan yang digunakan dalam menentukan bidang sebuah kristal yaitu dengan menentukan titik-titik potong dari setiap sumbu kristal tiga dimensi kemudian membalikkan nilai titik-titik potong tersebut dengan menjadikan penyebut suatu pecahan yang memiliki nilai pembilang 1. Nilai dari ketiga bilangan tersebut dibuat dalam bentuk $\langle hkl \rangle$, yang disebut dengan indeks Miller.

Jarak antar bidang (d) merupakan fungsi dari indeks bidang (hkl) (Cullity, 1978). Jarak bidang kristal merupakan panjang suatu garis, yang diambil secara tegak lurus antara 2 bidang kristal yang sama dalam sebuah kristal. Penentuan jarak antara bidang kristal bergantung pada sistem kristal, karena setiap sistem kristal memiliki rumus jarak bidang kristal yang berbeda. PZT dan BKT memiliki sistem kristal tetragonal (Wada dkk, 2001), sehingga jarak bidang kristal diberikan oleh persamaan (2.1) berikut :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2}} + \frac{c}{l} \quad (2.1)$$

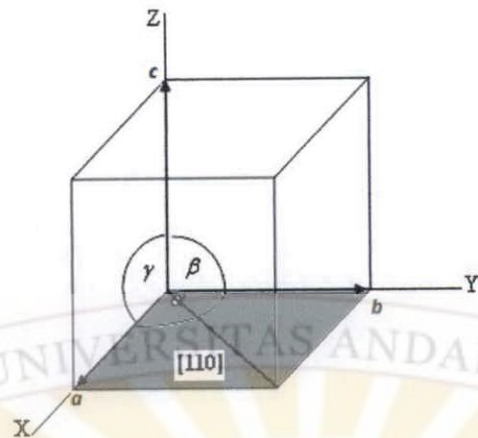
Sedangkan BNT memiliki sistem kristal rhombohedral (Jones and Thomas, 2002), sehingga jarak bidang kristal diberikan oleh persamaan (2.2) berikut :

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

Dengan : d_{hkl} = jarak bidang kristal

a dan c = parameter kisi

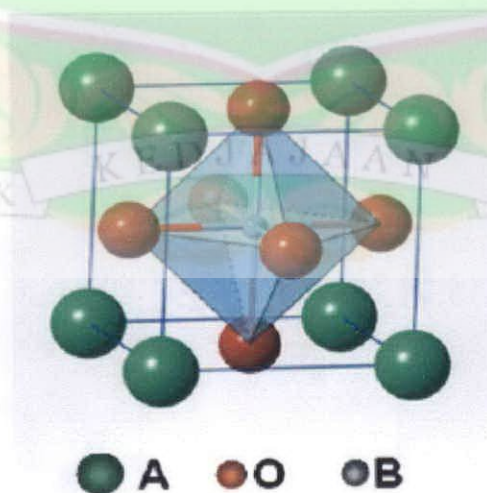
h, k dan l = indeks Miller bidang Kristal



Gambar 2.3 Struktur kristal yang memperlihatkan sudut dan hkl
(sumber : Kasap, 2006)

2.2.3.2 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 (Suchanicz dkk, 1988). Struktur *perovskite* merupakan salah satu jenis struktur dari material piezoelektrik. Struktur Kristal *perovskite* ditunjukkan pada **Gambar 2.4**.



Gambar 2.4 Sel satuan *perovskite*
(sumber : Chien-Chih Huang, 2008)

(2) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x} = \infty$ (3) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^2} = \infty$

(4) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^3} = \infty$

(5) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^4} = \infty$

(6) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^5} = \infty$ (7) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^6} = \infty$ (8) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^7} = \infty$

(9) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^8} = \infty$ (10) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^9} = \infty$ (11) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{10}} = \infty$

(12) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{11}} = \infty$ (13) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{12}} = \infty$ (14) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{13}} = \infty$

(15) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{14}} = \infty$ (16) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{15}} = \infty$ (17) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{16}} = \infty$

(18) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{17}} = \infty$

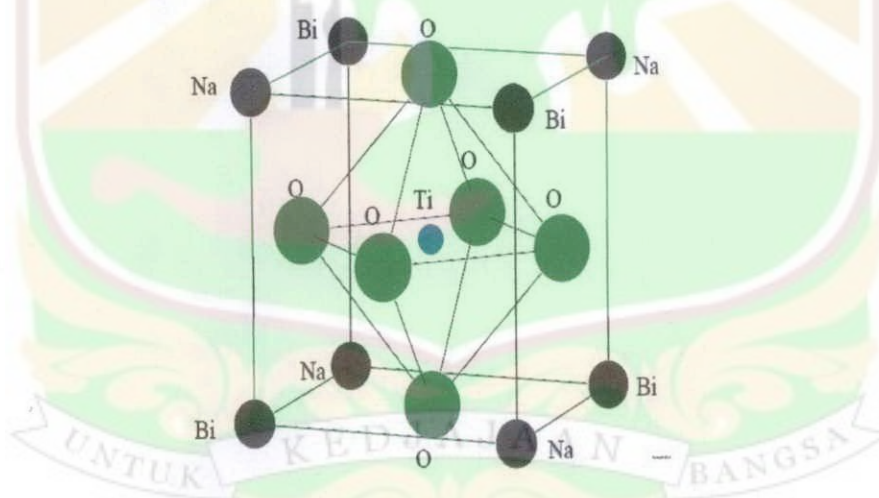
(19) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{18}} = \infty$

(20) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{19}} = \infty$ (21) $\lim_{x \rightarrow 0} \frac{1}{x^{20}} = \infty$

UNTUK KEDJAJAAN BANGSA

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 berkontribusi 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 2.5**.



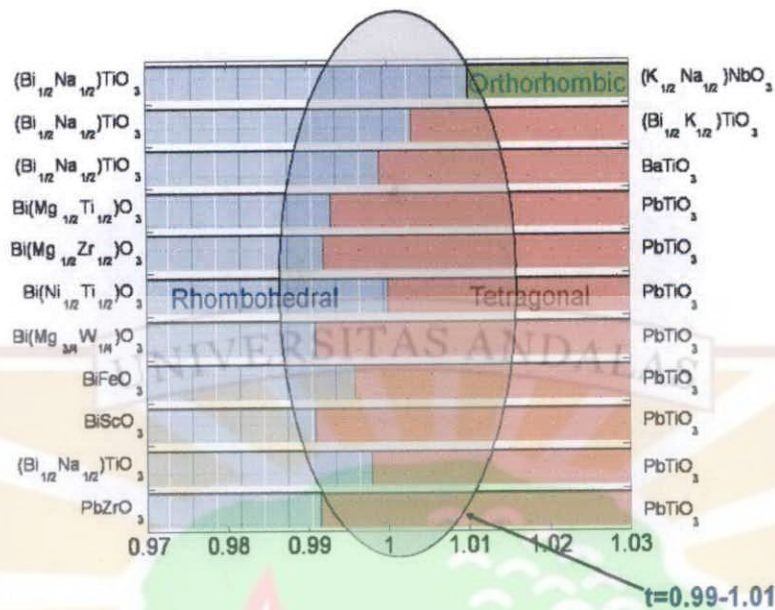
Gambar 2.5 Representasi dari *perovskite* ABO_3 ditampilkan sebagai BNT kubik (sumber : Moharana, 2009)

Sel satuan *perovskite* terdiri dari delapan ion besar A^{a+} , satu ion kecil B^{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^{a+} berada pada sudut sel

satuan, ion O^{2-} berada pada permukaan sel satuan dan ion B^{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).

2.2.3.3 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 2.6**.



Gambar 2.6 Diagram MPB yang terkait dengan *perovskite* Bi berbasis komposisi (sumber : Chien-Chih Huang, 2008)

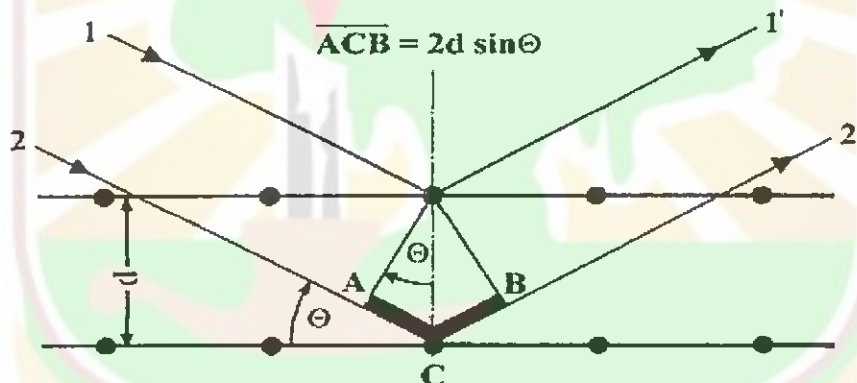
2.3 XRD (X-Ray Diffraction)

XRD merupakan alat karakterisasi yang memanfaatkan prinsip sinar-X yang digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal. Sinar-X dihasilkan dari sepasang elektroda yang terdapat di dalam tabung sinar-X. Elektron dihasilkan dari pemanasan elektroda bertegangan rendah (katoda) yang terbuat dari filamen Tungsten. Kemudian elektron dipercepat dengan kecepatan yang sangat tinggi ke arah anoda. Elektron-elektron kehilangan energi karena terjadi tumbukan dengan anoda dan menghasilkan sinar-X dalam jumlah kecil (kurang dari 1%) dan yang lainnya terhambur menjadi panas (Suryanarayana, 1998). Energi inilah yang disebut dengan sinar-X.

Analisis kualitatif XRD adalah suatu cara untuk menentukan identifikasi substansi atau kristal yang terkandung di dalam sampel, biasanya selalu

memperlihatkan pola difraksi yang unik, kecuali bila sampel tersebut amorf atau gas. Pola difraksi yang muncul mencerminkan substansi apa saja yang dikandung sampel tersebut. Analisis kualitatif XRD dimulai dengan mengidentifikasi pola-pola difraksi yang muncul dari hasil XRD sampel tersebut.

Nilai puncak pada grafik hasil XRD merupakan pola difraksi yang dihasilkan suatu bahan, dimana akan memenuhi hukum Bragg. Dari nilai jarak antar bidang (d) dapat ditentukan sifat khas bahan tersebut. Jalannya sinar pada bidang kristal pada peristiwa difraksi sinar-X dapat dilihat pada **Gambar 2.7** berikut :



Gambar 2.7 Pola Difraksi Sinar-X
(sumber : Suryanarayana, 1998)

Dari gambar pola difraksi sinar-X, maka diperoleh suatu rumusan yang disebut dengan hukum Bragg, seperti 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 ($\lambda = 1,5404 \text{ \AA}$)

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 $200^\circ\text{C} - 300^\circ\text{C}$ terjadi transformasi struktur dari rhombohedral ke tetragonal diikuti dengan transisi ke simetri kubik pada suhu lebih dari 540°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°C (East, 1997). Kurva hysteresis 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, 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 $d_{33} = 460 \text{ pC/N}$, dengan suhu Curie 450°C (Donnelly dkk, 2007) sedangkan BNT memiliki konstanta piezoelektrik $d_{33} = 73 \text{ pC/N}$ (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.

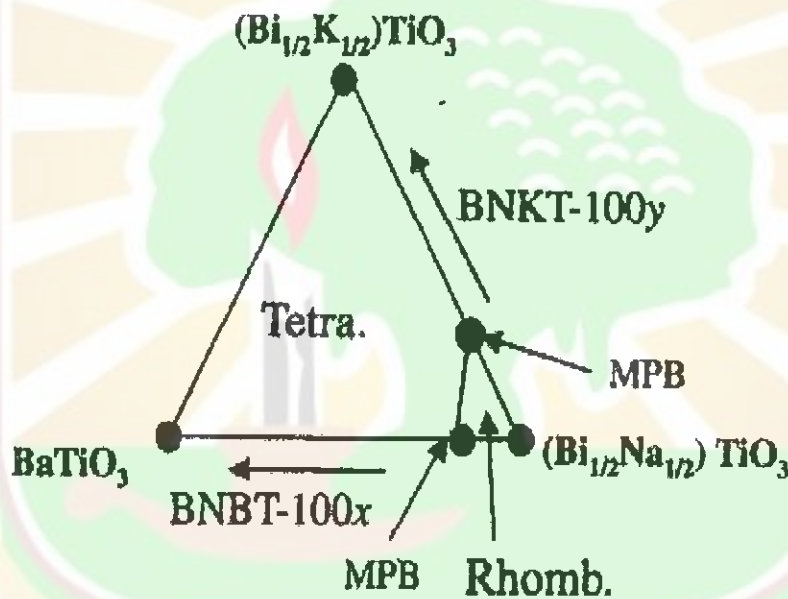
Membandingkan BNT dengan PZT, dengan mempelajari komposisi dan struktur, dapat dilihat tiga perbedaan yang sangat jelas. Pertama, situs A keramik BNT ditempati oleh Bi^{3+} dan Na^+ . Jari-jari BNT relatif kecil (Bi^{3+} dengan 1,14 Å dan Na^+ dengan 0,94 Å) dibandingkan dengan Pb^{2+} di situs A, sedangkan 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 Bismut Kalium Titanat (BKT)

Bismut Kalium Titanat (BKT), adalah sebuah bahan feroelektrik dikenal dengan struktur *perovskite* (Poper dkk, 1957). BKT memiliki struktur tetragonal dengan parameter kisi $a = 3,913$ Å, $c = 3,993$ dan memiliki suhu Curie yang relatif tinggi $T_c = 370$ °C (Buhrer, 1962) yang membuat bahan ini cocok untuk pengembangan bahan piezoelektrik bebas timah, untuk suhu rentang yang lebar. Namun *sinterability* yang rendah dan kesulitan dalam proses pengkutupan dipol-dipol telah membatasi aplikasi bahan ini.

2.4.3 Bismut Natrium Titanat - Barium Titanat - Bismut Kalium Titanat (BNT-BT-BKT)

BT dan BKT memiliki struktur tetragonal, sedangkan BNT memiliki struktur rhombohedral (Panda, 2009). 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 2.8.



Gambar 2.8 Diagram Fasa Ternier $(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3$ – $(\text{Bi}_{1/2}\text{K}_{1/2})\text{TiO}_3$ – BaTiO_3
(sumber : Nagaha dkk, 2003 ; Makiuchi dkk, 2005)

Diagram fasa Ternier, merupakan diagram gabungan dari ketiga fasa BNT, BT dan BKT. Pada Gambar 2.8 dapat dilihat titik yang ditunjuk panah 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 2.8 dan Tabel 2.1, adanya contoh variasi sampel dari beberapa peneliti.

Tabel 2.1 Komposisi bahan yang berada pada daerah MPB

Komposisi	d_{33} (pC/N)
$\text{Na}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3\text{-K}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$ (1-3x)BNT-2xBKT-xBT (x = 0,01, 0,02, 0,025, 0,03, 0,035, 0,04) at x = 0,035	150 (Lin dkk, 2004)
(1-5x)BNT-4xBKT-xBT (x = 0,0001, 0,002, 0,024, 0,028, 0,03, 0,032) at x = 0,03	145 (Li dkk, 2005)

(sumber : Panda, 2009)

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 (2.5) :

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

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 (Bishop dan Smallman, 2000). 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*) Struktur Kristal

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

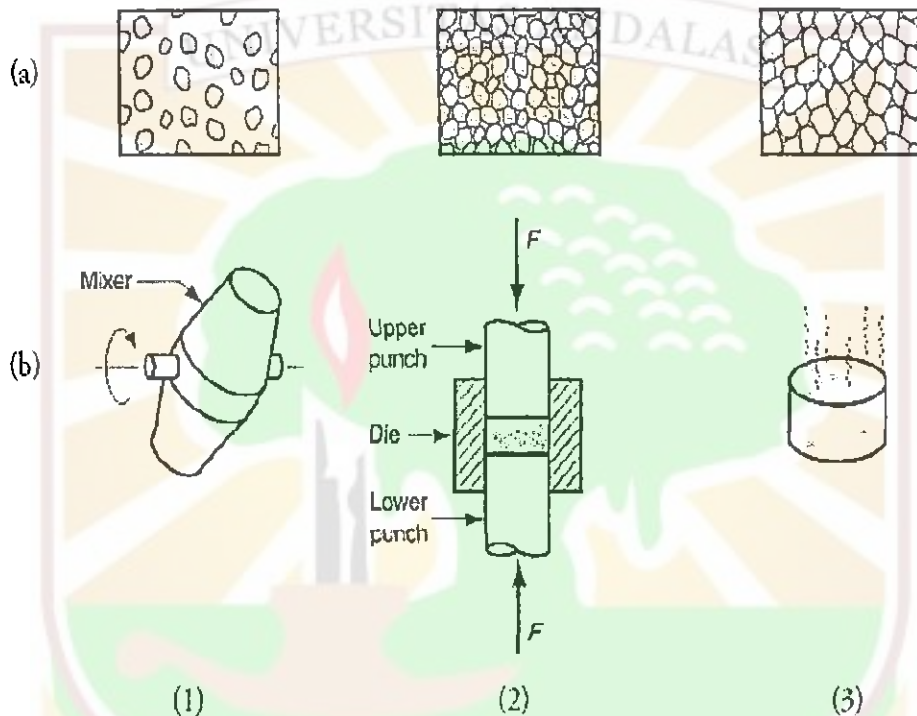
- c. *Sintering*/ Pemanasan

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 2.9 berikut :



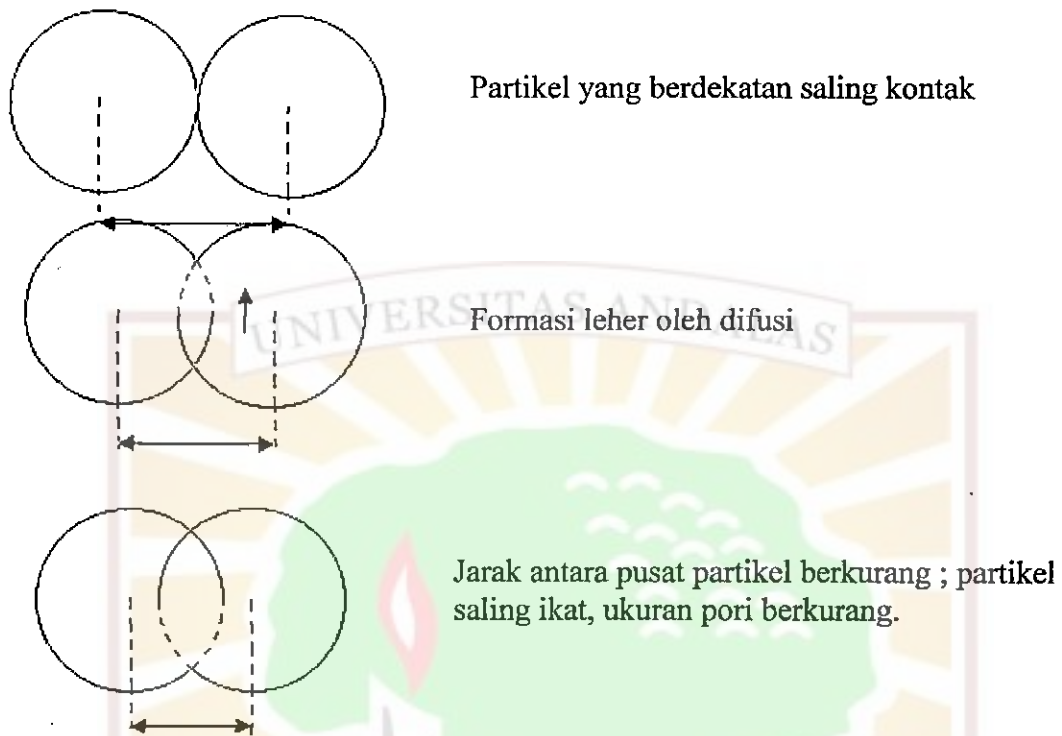
Gambar 2.9 Proses sintesis dengan metode *solid state reaction* (1) Pencampuran, (2) kompaksi, dan (3) sintering; (a) kondisi sampel, dan (b) skema kerja (sumber : Calton, 2009)

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 2.9(a.1)**. Luas kontak antarmuka pereaksi-pereaksi juga dapat ditingkatkan dengan cara memberikan tekanan pada campuran reaksi (proses kompaksi), dapat dilihat pada **Gambar 2.9(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 2.9(a.3)**. untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada **Gambar 2.10**.



Gambar 2.10 Skema perpindahan material pada *solid state reaction* (sumber : Ahda, 2004)

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 2.10**.

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_0 , 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 Sociaty for Testing Material*” (ASTM) dan beberapa perkumpulan lain di Amerika. Kemudian terdiri dari suatu komite “*Joint Comitee On Powder diffraction Standards*” (JCPDS). Pada **Gambar 2.11** 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 2.11 Model Kartu Data Hanawalt
(*sumber : Asmuni, 2004*)

Pada **Gambar 2.11** kolom-kolom yang terdapat pada kartu Hanawalt tersebut berisikan data seperti yang ditunjukkan berikut ini :

- a. Kolom 1 : Merupakan nomor kode kartu.
- b. Kolom 2 : Merupakan harga d yang memiliki intensitas relatif

paling kuat dan cukup kuat.

- c. Kolom 3 : Merupakan harga intensitas relatif yang dimiliki oleh nilai d diatas.
- d. Kolom 4 : Mengenai kondisi percobaan seperti radiasi yang digunakan, filter yang dipakai dan lain-lainnya.
- e. Kolom 5 : Mengenai data kristalografi seperti jenis sistem kristal, struktur kristal serta harga para meternya.
- f. Kolom 6 : Berisi data fisik bahan.
- g. Kolom 7 : Berisi analisis kimia.
- h. Kolom 8 : Berisi rumus kimia, nama kimia dan nama sebutan.
- i. Kolom 9 : Merupakan daftar harga d intensitas relatifnya dan indeks Miller.

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

* = untuk data yang mempunyai nilai kepercayaan yang besar.

o = Untuk data yang kurang dapat dipercaya.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan Februari – Juni 2011 di Pusat Penelitian dan Pengembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan, Badan Tenaga Nuklir Nasional, 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 ($\pm 0,0001$ gr) digunakan untuk menimbang sampel.
2. Mortar AGATE, yang digunakan sebagai tempat penggerus sampel.
3. Spatula, fungsinya sebagai sendok dan pengaduk sampel.
4. *Dies*, fungsinya sebagai pencetak pelet berdiameter 1 cm.
5. *Hydraulic Press* CARVER, fungsinya sebagai alat penekan pelet/ kompaksi yang memiliki kemampuan tekan mencapai 15000 *psi*.
6. *Electric Furnace* (Advantec KL-600), digunakan dalam proses sintering.

7. *Quartz Crucible* , sebagai wadah tempat mensintering dan kalsinasi bahan.
8. Oven Memmert berfungsi untuk memanaskan bahan dengan suhu rendah (100 °C).

3.2.1.2 Alat Karakterisasi

1. XRD (Philips *x-ray diffraction*) digunakan untuk mengkarakterisasi sampel dengan melihat pola difraksi (puncak-puncak difraksi).
2. SEM (*scanning electron microscope*) merek JOEL JSM-6510LA digunakan untuk melihat bentuk morfologi dan kandungan elemen di dalam sampel.

3.2.2 Bahan Penelitian

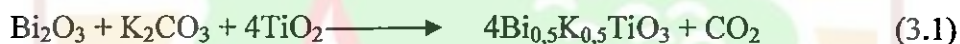
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Bismut Oksida (Bi_2O_3), merek dagang ABCR, Puratrem AB106142, kemurnian 99,999%.
2. Natrium Karbonat (Na_2CO_3), MERCK KgaA 64271, No 1.06392.1000, kemurnian 99,9%.
3. Titanium Oksida (TiO_2), STREM, No 93-2207, kemurnian 99,99% .
4. Barium Karbonat (BaCO_3), MERCK KgaA 64271, No 1.01714.0250, kemurnian 99%.
5. Kalium Karbonat (K_2CO_3), ABCR, No AB101373, kemurnian 99,998%, dan MERCK, No 4928.1000, kemurnian 99,0%.

3.3 Tahapan Penelitian

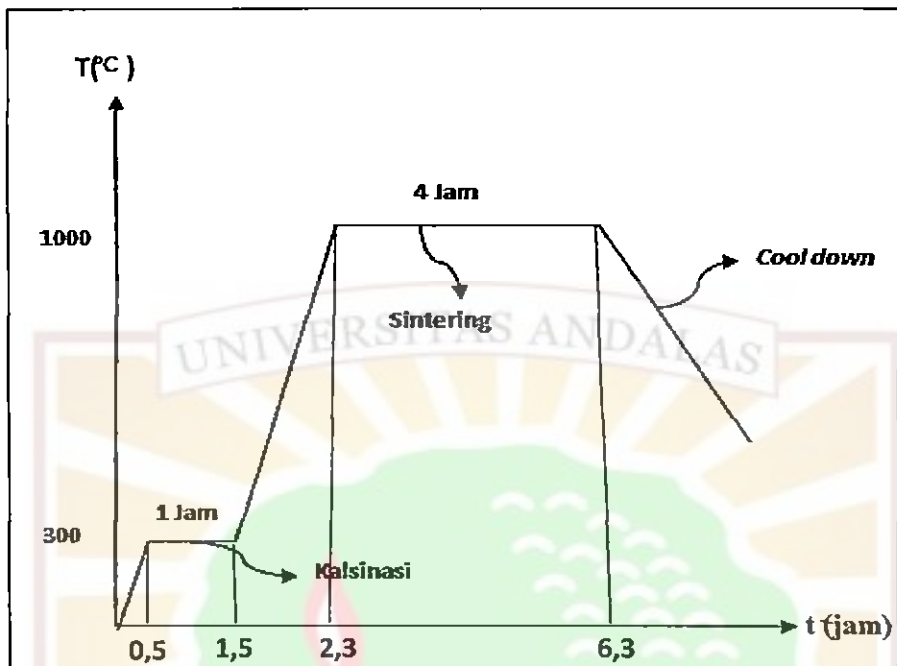
3.3.1 Sintesis Bismut Kalium Titanat (BKT)

Prosedur pembuatan BKT diawali dengan pengidentifikasian bahan-bahan dasar dengan menggunakan *x-ray diffraction* (XRD), bertujuan untuk melihat perubahan struktur dari bahan dasar ke bahan produk sintesis serta dapat melihat tingkat impuritas/ kemurnian dari bahan yang digunakan. Kemudian dilanjutkan dengan penimbangan dan pencampuran bahan dasar Bi_2O_3 , K_2CO_3 serta TiO_2 secara stokiometri, sebagaimana terlihat pada Persamaan (3.1).



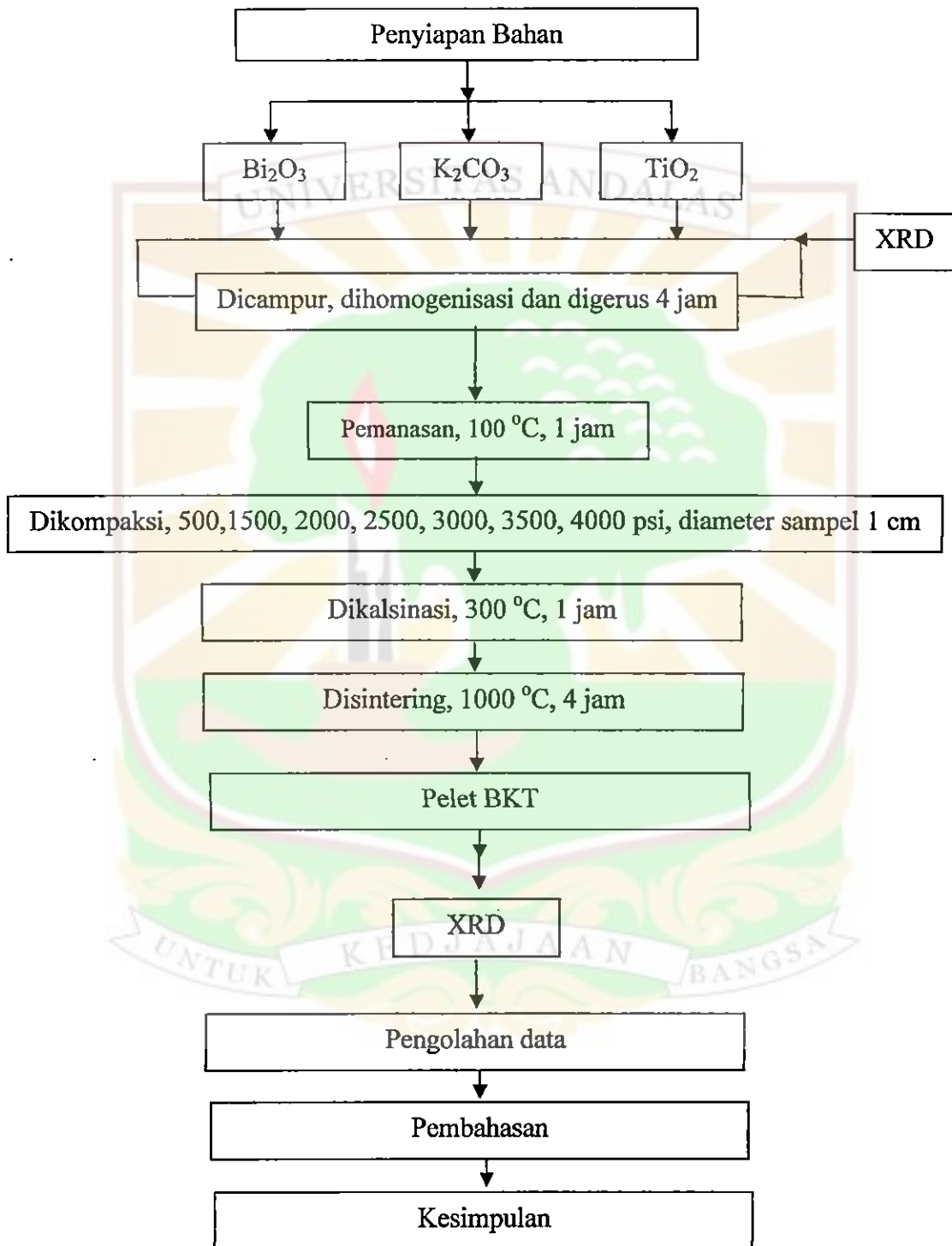
Proses penggerusan bahan dasar BKT dilakukan dengan menggunakan mortar AGATE, selama 4 jam agar tercampur secara homogen dan ukuran partikel semakin mengecil. Hasil penggerusan tersebut dipanaskan pada suhu 100°C dengan menggunakan oven selama 1 jam. Setelah sampel mengering (tidak ada kandungan air), maka dilakukan kembali penggerusan secara cepat dan dilanjutkan ke proses kompaksi. Proses kompaksi ini dilakukan pada tekanan 500, 1500, 2000, 2500, 3000, 3500 dan 4000 psi melalui *Dies* dengan diameter 1 cm.

Agar terjadi transformasi bahan dasar ke bahan BKT, maka dilakukan proses sintering pada suhu 1000°C selama 4 jam. Akan tetapi sebelum sintering, terlebih dahulu dilakukan kalsinasi pada suhu 300°C selama 1 jam, diagram pewaktuan pada proses sintering dapat dilihat pada **Gambar 3.1**. Sesudah proses sintesis dilakukan, dilanjutkan dengan pengidentifikasian dan karakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD). Tahapan kegiatan yang dilakukan dalam sintesis BKT ini ditunjukkan secara skematis pada **Gambar 3.2**.



Gambar 3.1 Diagram pewaktuan proses sintering

Secara umum tahapan penelitian ditunjukkan pada **Gambar 3.2**.

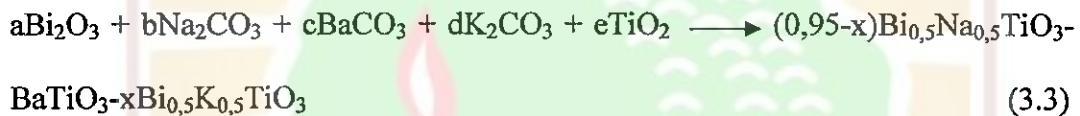


Gambar 3.2 Diagram tahapan kegiatan dalam sintesis BKT

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

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

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



Tabel 3.1 Massa bahan dasar sesuai variasi penambahan % mol BKT

% mol BKT	Mol					Massa 1 Pelet (gr)				
	Bi ₂ O ₃	Na ₂ CO ₃	BaCO ₃	K ₂ CO ₃	TiO ₂	Bi ₂ O ₃	Na ₂ CO ₃	BaCO ₃	K ₂ CO ₃	TiO ₂
2 %	0,237	0,232	0,05	0,005	1	0,49	0,109	0,044	0,003	0,354
5 %	0,237	0,450	0,05	0,0125	1	0,539	0,116	0,048	0,008	0,3888
8 %	0,237	0,217	0,05	0,04	1	0,489	0,102	0,043	0,012	0,353
15 %	0,237	0,2	0,05	0,037	1	0,488	0,0934	0,0435	0,023	0,352

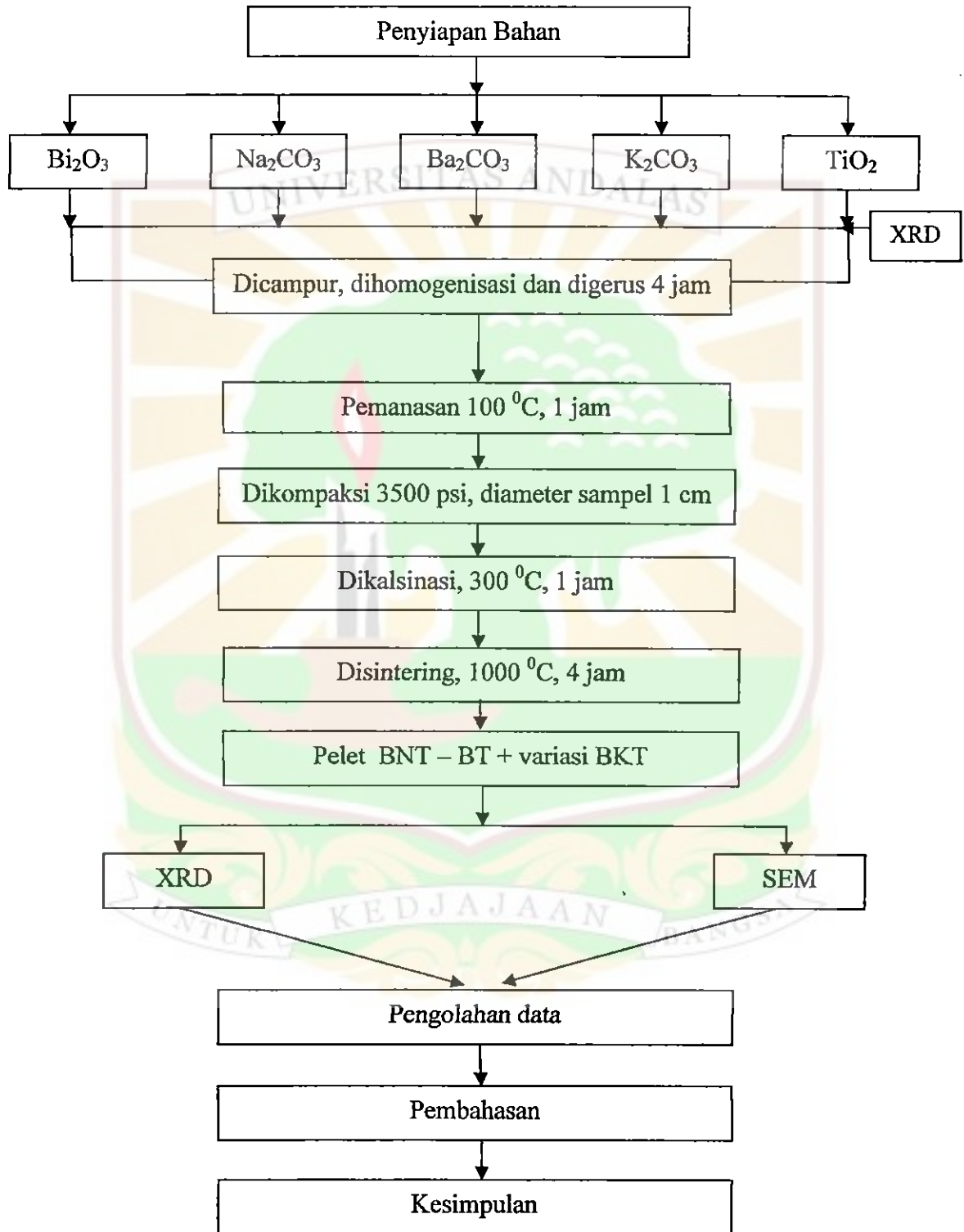
Bahan-bahan dasar (serbuk BNT-BT dan BKT) ditimbang dengan berbagai variasi mol BKT (2%, 5%, 8%, dan 15%), kemudian digerus. Penggerusan dilakukan selama 4 jam dengan mortar. Hasil penggerusan tersebut dipanaskan pada suhu 100 °C dengan menggunakan oven selama 1 jam. Sintesis ini dilakukan dengan menggunakan metode *solid state reaction* dengan parameter yang dominan pada penelitian kali ini adalah homogenisasi yang cukup merata, kompaksi dan suhu sintering. Homogenisasi dikualifikasi dengan lamanya

penggerusan. Sedangkan kompaksi dengan tekanan 3500 psi dan sintering pada suhu 1000 °C selama 4 jam. Untuk kalsinasi pada suhu 300 °C selama 1 jam. Setelah proses sintesis dilakukan, dilanjutkan dengan pengidentifikasian dan karakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD) dan *scanning electron microscope* (SEM). Diagram tahapan dari proses penelitian dapat dilihat pada **Gambar 3.3.**



Secara umum alur tahapan tata laksana penelitian ditunjukkan pada

Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Diagram tahapan kegiatan dalam sintesis BNT-BT-BKT

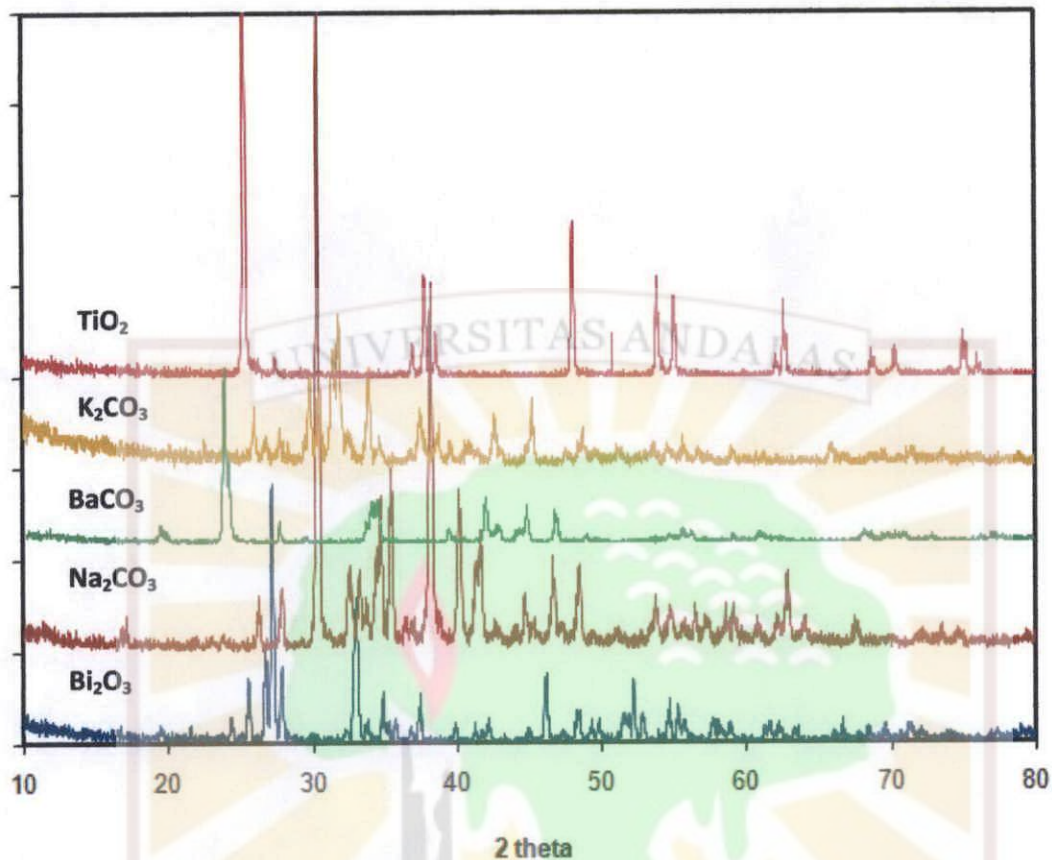
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Bahan Dasar BNT-BT-BKT

Sintesis Bismut Natrium Titanat - Barium Titanat - Bismut Kalium Titanat (BNT-BT-BKT) dilakukan dengan metode *solid state reaction*. Penelitian sebelumnya telah dilakukan oleh para peneliti di lingkungan PT-BIN BATAN yakni Bismut Natrium Titanat - Barium Titanat (BNT-BT), sehingga untuk meningkatkan *performance* bahan tersebut dilakukan pendopongan dengan bahan Bismut Kalium Titanat (BKT) sehingga menjadi BNT-BT-BKT. Langkah awal yang dilakukan adalah mengidentifikasi bahan dasar dengan menggunakan *X-ray diffraction* (XRD), dengan tujuan melihat seberapa besar kemurnian bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini, dan melihat transformasi dari bahan dasar ke produk sintesis (BKT dan BNT-BT-BKT). Dari hasil XRD akan diperoleh pola difraksi bahan dasar. Pola difraksi bahan dasar akan disesuaikan dengan data yang ada pada Tabel Hanawalt, hal ini bertujuan untuk mengidentifikasi bahan-bahan dasar.

Bahan dasar yang digunakan adalah Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , BaCO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2 . Adapun hasil XRD dari kelima bahan tersebut ditunjukkan pada **Gambar 4.1**.



Gambar 4.1 Pola difraksi bahan dasar

4.1.1 Bismut Oksida (Bi_2O_3)

Pola difraksi dari Bi_2O_3 dapat dilihat pada **Gambar 4.1**, kemudian diidentifikasi dengan metode Hanawalt. Adapun nomor Tabel Hanawalt yang cocok dengan pola difraksi di atas adalah 41-1449. Perbandingan pola difraksi dengan Tabel Hanawalt ditunjukkan pada **Tabel 4.1** dengan membandingkan tiga puncak tertinggi.

Tabel 4.1 Perbandingan tiga puncak tertinggi Bi_2O_3 hasil eksperimen dengan Tabel Hanawalt

Jarak antar bidang (d) eksperimen	Jarak antar bidang (d) Hanawalt
3,268	3.255
2.7089	2.709
1.9633	1.959

Dari Tabel Hanawalt diketahui struktur kristal Bi_2O_3 adalah monoklinik dengan parameter kisi $a = 5,849 \text{ \AA}$, $b = 8,169 \text{ \AA}$, $c = 7,512 \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta = 112,98^\circ$. Pada Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa jarak antar bidang yang diperoleh dari eksperimen identik dengan jarak antar bidang pada Tabel Hanawalt. Pada Pola difraksi Bi_2O_3 (Lampiran 1), terlihat bahwa pola difraksi bahan Bi_2O_3 tidak memiliki puncak-puncak asing. Hal ini menunjukkan bahwa bahan dasar Bi_2O_3 secara kualitatif memiliki kemurnian yang tinggi, sebagaimana ditunjukkan juga dari bahan dasar dengan merek dagang ABCR, Puratrem AB106142 dengan kemurnian 99,999%.

4.1.2 Natrium Karbonat (Na_2CO_3)

Seperti halnya Bi_2O_3 , karakterisasi dengan XRD juga dilakukan terhadap Na_2CO_3 . Ketiga puncak tertinggi dari eksperimen dicocokkan dengan Tabel Hanawalt. Nomor Tabel Hanawalt yang cocok dengan hasil eksperimen ini adalah 19-1130, seperti yang terlihat pada Tabel 4.2, dengan struktur kristal 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 $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 101,0^\circ$.

Tabel 4.2 Perbandingan tiga puncak tertinggi Na_2CO_3 hasil eksperimen dengan Tabel Hanawalt

Jarak antar bidang (d) eksperimen	Jarak antar bidang (d) Hanawalt
2,9322	2.9
2,3493	2,365
2,5239	2.54

Puncak-puncak asing atau puncak-puncak di luar Tabel Hanawalt tidak terlihat, seperti yang terlampir pada Lampiran 2. Hal ini mengidentifikasi bahwa Na_2CO_3 tidak memiliki kontaminan, secara kualitatif menunjukkan kemurnian

yang tinggi, sebagaimana ditunjukkan juga dari bahan dasar dengan merek dagang MERCK KgaA 64271, No 1.06392.1000 yang memiliki kemurnian 99,9%,

4.1.3 Barium Karbonat (BaCO_3)

Tabel Hanawalt yang cocok dengan pola difraksi BaCO_3 adalah 41-0373, dengan tiga puncak tertinggi seperti terlihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Perbandingan tiga puncak tertinggi BaCO_3 hasil eksperimen dengan Tabel Hanawalt

Jarak antar bidang (d) eksperimen	Jarak antar bidang (d) Hanawalt
3,7036	3,7215
3,6545	3,6461
2,5814	2,5655

Dengan struktur kristal Ortorombik, parameter kisi $a = 6,433 \text{ \AA}$, $b = 5,314 \text{ \AA}$, $c = 8,903 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Pola difraksi BaCO_3 yang dicocokkan dengan Tabel Hanawalt, tidak ditemukannya puncak-puncak asing (Lampiran 3). Ini menandakan bahwa bahan dasar yang digunakan tidak memiliki kontaminan dan secara kualitatif memiliki kemurnian yang tinggi, sebagaimana ditunjukkan juga dari bahan dasar dengan merek dagang MERCK KgaA 64271, No 1.01714.0250, dengan kemurnian 99%.

4.1.4 Kalium Karbonat (K_2CO_3)

Karakterisasi dengan XRD juga dilakukan terhadap K_2CO_3 seperti yang terlihat pada Gambar 4.1. Adapun nomor Tabel Hanawalt yang cocok dengan pola difraksi K_2CO_3 adalah 16-0820. Pada Tabel 4.4 dapat dilihat tiga puncak tertinggi dari pola difraksi K_2CO_3 adalah :

Tabel 4.4 Perbandingan tiga puncak tertinggi K_2CO_3 hasil eksperimen dengan Tabel Hanawalt

Jarak antar bidang (d) eksperimen	Jarak antar bidang (d) Hanawalt
2,8044	2,828
2,7908	2,787
2,985	2,90

Struktur kristal yang didapat dari Tabel Hanawalt adalah monoklinik dengan parameter kisi $a = 5,638 \text{ \AA}$, $b = 9,841 \text{ \AA}$, $c = 6,876 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \gamma = 90^\circ$ $\beta = 98,66^\circ$. Pada Lampiran 4 terlihat adanya puncak-puncak asing pada pola difraksi K_2CO_3 hasil eksperimen, yaitu pada puncak 3,21031, 3,3133, dan 3,9296 menunjukkan bahwa bahan terkontaminasi. Hal yang mungkin menjadi penyebab adanya puncak asing pada pola difraksi K_2CO_3 hasil eksperimen adalah bahan dasar yang digunakan memang sudah terkontaminasi pada saat pengkarakterisasian dengan XRD. Kemurnian bahan K_2CO_3 yang digunakan adalah 99,998%, dengan merek dagang ABCR, No AB101373. Jadi, tidak mungkin rasanya bahan dasar yang digunakan terkontaminasi dari awal, kuat dugaan bahan terkontaminasi pada saat proses pengkarakterisasian dengan XRD.

4.1.5 Titanium Oksida (TiO_2)

Pola difraksi bahan dapat dilihat pada **Gambar 4.1**. Setelah dicocokkan dengan Tabel Hanawalt, nomor tabel yang cocok adalah 21-1272 seperti terlihat pada **Tabel 4.5**.

Tabel 4.5 Perbandingan tiga puncak tertinggi TiO₂ hasil eksperimen dengan Tabel Hanawalt

Jarak antar bidang (d) eksperimen	Jarak antar bidang (d) Hanawalt
3,50547	3,520
1,891	1,892
2,3755	2,378

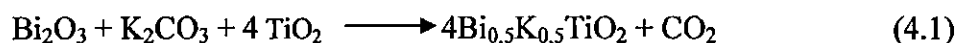
Sebagaimana tercantum pada Tabel Hanawalt struktur kristalnya adalah tetragonal dengan parameter kisi $a = b = 3,7852 \text{ \AA}$, $c = 9,5139 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Puncak-puncak asing tidak terlihat pada perbandingan pola difraksi TiO₂ dengan Tabel Hanawalt seperti yang terlampir pada Lampiran 5.

Dari hasil keterangan kelima bahan dasar di atas, dapat disimpulkan bahan dasar yang digunakan untuk mensintesis BNT-BT-BKT adalah layak untuk digunakan, dengan tingkat kemurnian yang cukup tinggi. Adapun untuk bahan dasar K₂CO₃ yang memiliki 3 puncak asing yang dimungkinkan berasal dari persiapan XRD.

4.2 Sintesis BKT (Bismut Kalium Titanat)

4.2.1 Penggerusan BKT

Sintesis BKT dilakukan dengan cara mencampurkan ketiga bahan dasar, yaitu Bi₂O₃, K₂CO₃ dan TiO₂ secara stokiometri dapat dilihat pada Persamaan 4.1 berikut :



Sampel BKT dilakukan penggerusan selama 4 jam dan hasil penggerusan ini terjadi perubahan bentuk sampel dari bubuk menjadi pasta/ *cream*. Perubahan

bentuk ini disebabkan karena sifat higroskopis dari K_2CO_3 , sehingga bahan mudah menyerap uap air dari lingkungan sekitar. Pada proses ini faktor yang paling penting untuk dijaga adalah faktor kebersihan. Semakin bersih sampel dari pengotor-pengotor lingkungan sekitar, maka sampel yang diperoleh akan semakin baik dan reaksi kimia akan menjadi semakin stokiometri.

Hasil penggerusan sampel diperlukan pemanasan sekitar $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam, agar kandungan air yang berada pada sampel dapat hilang. Dari hasil pemanasan tersebut, didapatkan kembali sampel yang berbentuk bubuk dengan cara menggerus sampel ± 3 menit. Untuk proses selanjutnya sampel akan dibagi kedalam beberapa bagian, dimana pada masing-masing bagian akan dilakukan proses kompaksi. Pada proses pembagian ini sebisa mungkin selang waktu yang digunakan adalah 1 menit, agar sampel BKT yang telah dipanaskan tidak menyerap kembali uap air.

4.2.2 Kompaksi BKT

Kompaksi sampel BKT dilakukan secara bertahap. Hal tersebut bertujuan agar hasil yang didapatkan relatif homogen kepadatannya. Hal ini dianalisa 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 BKT

Sebelum dilakukan proses sintering, terlebih dahulu dinaikkan suhu mencapai 300 °C selama 1 jam, yang disebut dengan proses kalsinasi. Kalsinasi ini bertujuan untuk menghilangkan pengotor-pengotor atau kontaminan yang didominasi oleh bahan organik selama proses sintesis.

Kemudian dilanjutkan dengan proses sintering dengan suhu 1000 °C . Proses sintering dilakukan dengan cara pemanasan sampel di dalam *furnace*. Setelah sampel dikalsinasi pada suhu 300 °C, kemudian suhu dinaikkan menjadi 800 °C selama 5 menit, bertujuan untuk menghilangkan *thermal stress* pada sampel, dan proses yang terakhir dilakukan penaikan suhu tepat pada suhu 1000 °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 BKT. Untuk tinjauan lebih lanjut dilakukan proses identifikasi dengan XRD.

4.2.4 Identifikasi BKT Menggunakan XRD

Pada penelitian ini telah dilakukan tiga kali proses sintesis BKT. Sampel setelah penggerusan terlihat pada **Gambar 4.2**.



(a)

(b)

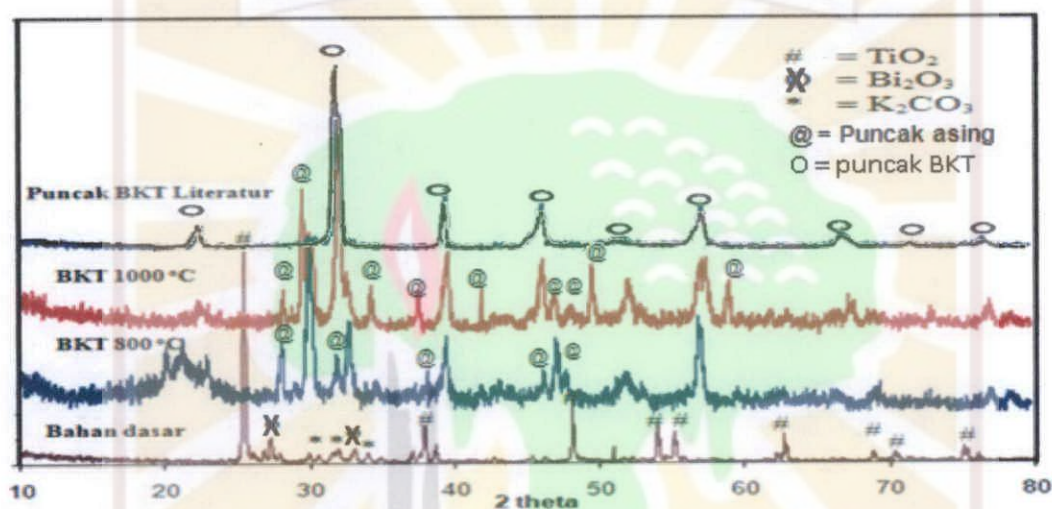
(c)

Gambar 4.2 Hasil penggerusan sampel BKT (a) percobaan pertama bahan berbentuk pasta/cream (b) percobaan kedua, bahan berbentuk gumpalan, dan (c) percobaan ketiga bahan berbentuk serbuk.

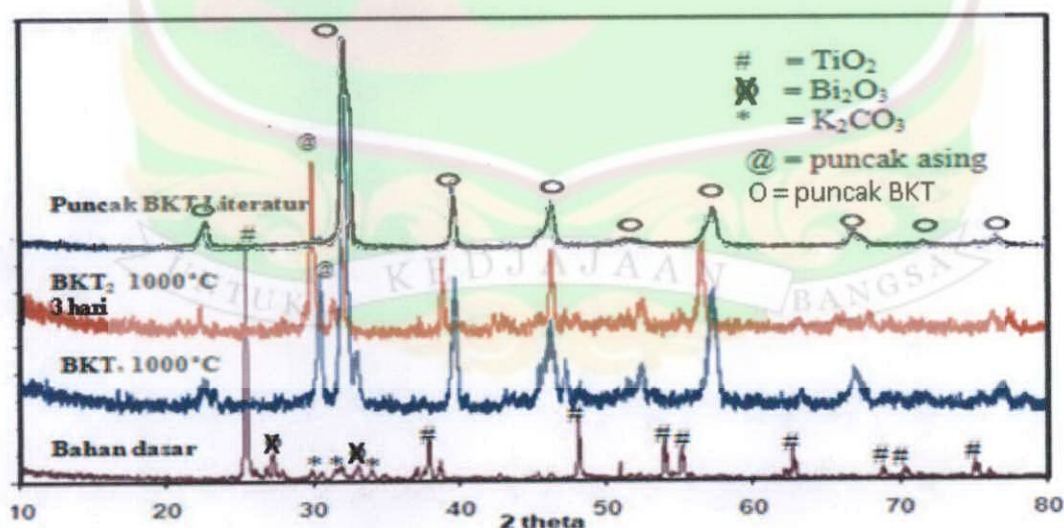
Perbedaan hasil penggerusan pada percobaan pertama dengan percobaan dua dan tiga adalah karena penggunaan merek K_2CO_3 yang berbeda dengan tingkat kemurnian yang berbeda pula. Percobaan pertama menggunakan K_2CO_3 dengan merek ABCR dengan tingkat kemurnian 99,998%, sedangkan percobaan dua dan tiga menggunakan K_2CO_3 dengan merek MERCK dengan kemurnian 99,0%. Semakin tinggi tingkat kemurnian bahan, sifat yang dimiliki bahan semakin kuat pula, seperti sifat higroskopis yang dimiliki bahan dasar K_2CO_3 . Pada kemurnian yang lebih tinggi, sifat higroskopisnya juga semakin besar. Hal itulah yang menyebabkan hasil penggerusan pada percobaan pertama berbentuk pasta/ cream dengan kata lain lebih banyak mengandung air dibandingkan percobaan dua dan tiga. Sedangkan percobaan dua dan tiga menggunakan bahan dasar K_2CO_3 dengan merek yang sama dan kemurnian yang sama, tetapi juga didapat hasil penggerusan yang berbeda. Ini dimungkinkan karena faktor lingkungan pada saat penggerusan, salah satunya faktor suhu.

Percobaan kedua dan ketiga dilakukan di ruangan yang sama dan tertutup. Bedanya percobaan ketiga dilakukan di dekat jendela yang cahaya matahari

menembus kaca, sedangkan percobaan kedua dilakukan di pojok ruangan yang tidak terkena matahari, dengan kata lain pada percobaan kedua suhu lingkungan tempat penggerusan bahan rendah sehingga uap air yang ada banyak terserap oleh bahan. Pola difraksi sinar-x (XRD) pada percobaan pertama dapat dilihat pada **Gambar 4.3** dan percobaan kedua pada **Gambar 4.4**.



Gambar 4.3 Pola difraksi KT pada percobaan pertama



Gambar 4.4 Pola difraksi BKT pada percobaan kedua

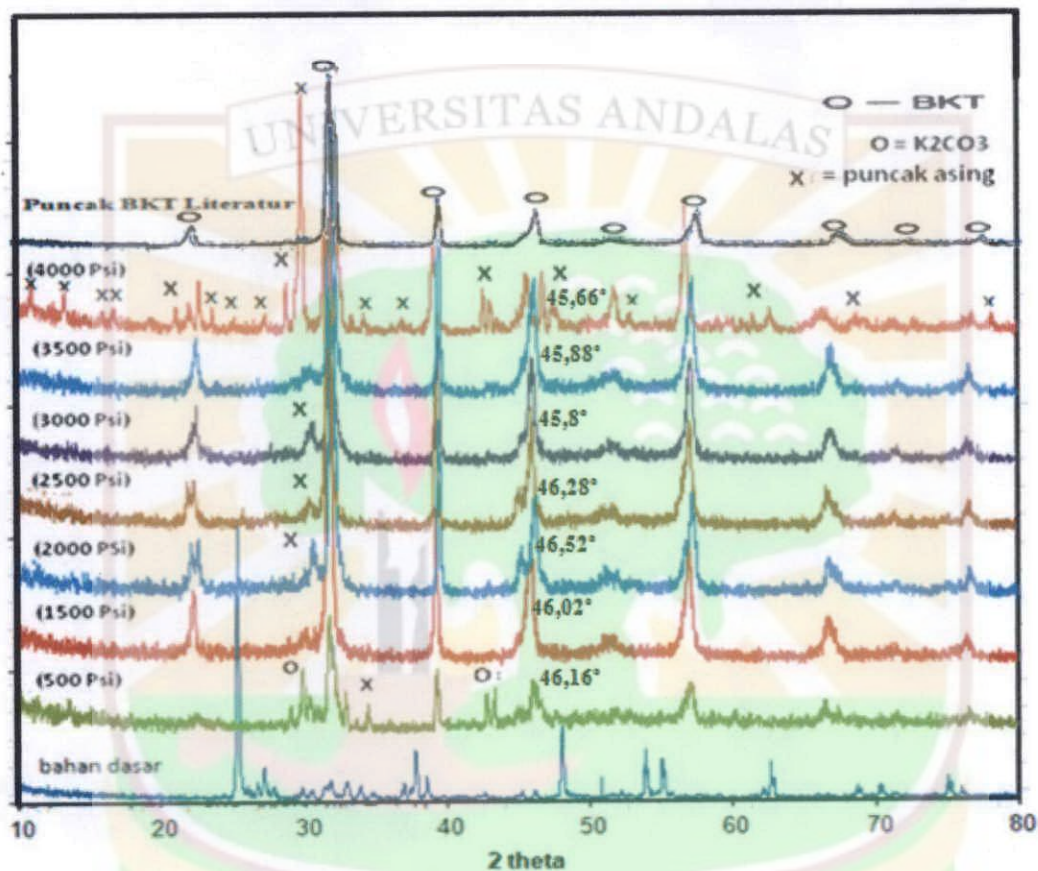
Pada **Gambar 4.3** dan **Gambar 4.4** dapat dilihat bahwa pola XRD yang terbentuk secara dominan telah menunjukkan intensitas dari struktur *perovskite*,

meskipun terdapat banyak puncak asing. Semua keberadaan puncak asing tidak merepresentasikan dari puncak-puncak bahan dasar (Bi_2O_3 , K_2CO_3 , TiO_2). Penyebab dari kegagalan tersebut lebih dimungkinkan karena BKT merupakan bahan yang sangat higroskopis sehingga perlu dilakukan pemanasan bahan sebelum dilanjutkan dengan proses kompaksi, kemudian jarak waktu antara proses pemanasan dengan proses kompaksi yang relatif lebih lama. Sehingga bahan mengandung uap air kembali serta proses pengkompaksian/ penekanan menjadi tidak sempurna yang berakibat proses *solid state reaction* menjadi kurang sempurna. Langkah selanjutnya dilakukan pemanasan untuk menghilangkan kandungan air dengan cara memanaskan sampel dengan oven pada suhu 100°C .

Selain pentingnya memperkecil rentang waktu antara proses pemanasan ke proses kompaksi, rentang waktu antara proses kompaksi ke proses sintering juga perlu diperkecil. Pada percobaan kedua yaitu sampel BKT_2 (**Gambar 4.4**) dilanjutkan ke proses sintering setelah 3 hari selesai dikompaksi. Selama 3 hari tersebut, sampel disimpan di sebuah lemari khusus dimana terjadi perubahan warna, yaitu dari warna kuning menjadi warna kehitam-hitamam dan di permukaan sampel terdapat uap air.

Pada percobaan yang ketiga barulah diperoleh hasil sintesis BKT yang relatif baik, seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 4.2(c)**, dengan pola difraksi yang ditunjukkan pada **Gambar 4.5**. Keberhasilan sintesis BKT sangat ditentukan oleh kandungan air pada bahan sebelum di kompaksi. Semakin rendah kandungan air pada sampel sebelum kompaksi, maka proses kompaksi menjadi lebih sempurna dan proses *solid state reaction* menjadi sempurna pula.

Pola difraksi (XRD) dari BKT keramik memiliki struktur *perovskite* murni, seperti yang terlihat pada **Gambar 4.5**. Struktur kristal dari BKT adalah tetragonal (Wang, 2004).



Gambar 4.5 Pola difraksi Bismut Kalium Titanat (BKT) pada percobaan ketiga dengan variasi tekanan.

Dari variasi besar tekanan kompaksi yang diberikan pada sampel BKT, yaitu 500, 1500, 2000, 2500, 3000, 3500 dan 4000 psi memiliki pola difraksi seperti terlihat pada **Gambar 4.5** dengan pergeseran puncak yang signifikan terlihat pada sudut berturut-turut yaitu 46,16°, 46,02°, 46,52°, 46,28°, 45,8°, 5,88°, dan 45,66°. Pergeseran sudut itu menandakan terjadinya perubahan parameter struktur kristal akibat besarnya tekanan yang diberikan.

Pada tekanan 500 psi dari pola difraksi pada **Gambar 4.5**, telah menunjukkan puncak-puncak dari bahan piezoelektrik *perovskite*, terletak pada sudut difraksi 2θ yaitu $31,82^\circ$, $39,4^\circ$, $46,16^\circ$, $57,26^\circ$, $66,6^\circ$, dan $76,56^\circ$. Disamping puncak-puncak bahan piezoelektrik, masih terlihat puncak-puncak dari bahan dasar, yaitu pada sudut $29,9^\circ$ dan $42,9^\circ$ serta terdapat puncak asing pada sudut $34,6^\circ$. Adanya puncak bahan dasar, menandakan bahan belum tersintesis secara sempurna. Meskipun demikian, sintesis BKT pada tekanan 500 psi telah terbentuk bahan piezoelektrik walaupun puncak-puncak yang diperoleh belum optimal.

Pada tekanan 1500 sampai 3500 psi, telah terbentuk bahan piezoelektrik. Adapun pada tekanan 2000, 2500, dan 3000 psi, diperoleh puncak asing yang semakin terlihat, yaitu berturut-turut pada sudut $30,74^\circ$, $30,64^\circ$, $30,74^\circ$ dan puncak ini tidak dimiliki oleh bahan dasar. Ini dimungkinkan ada reaksi yang belum sempurna yang menyebabkan adanya fasa baru dan kontaminasi pada proses sintesis.

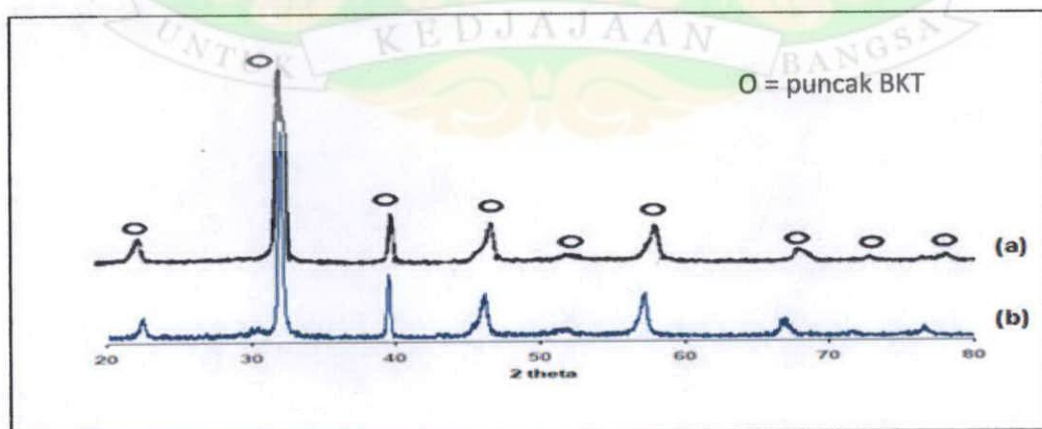
Dari pola difraksi BKT, diperoleh nilai FWHM (*Full Width of Half Maximum*) yang semakin mengecil seiring meningkatnya besar tekanan yang diberikan pada sampel. Semakin kecil nilai FWHM maka semakin besar ukuran partikel yang diperoleh, itu menunjukkan sampel memiliki sifat piezoelektrik yang baik (Scott, 2007). Nilai FWHM yang terkecil terdapat pada tekanan 3500 psi. Hal ini menandakan ukuran partikel secara kualitatif paling besar adalah pada tekanan 3500 psi, seperti yang terlihat pada **Tabel 4.6**.

Tabel 4.6. Nilai FWHM puncak tertinggi

Variasi Tekanan (psi)	500	1500	2000	2500	3000	3500	4000
Puncak tertinggi 1	0,79	0,364	0,359	0,374	0,395	0,357	0,284

Pada tekanan 4000 psi diperoleh puncak-puncak asing yang sangat banyak seperti yang terlihat pada **Gambar 4.5**. Puncak asing yang terlihat pada tekanan 4000 psi terletak pada sudut $11,12^\circ$, $13,42^\circ$, $16,98^\circ$, $21,22^\circ$, $22,1^\circ$, $28,86^\circ$, $29,94^\circ$, $42,66^\circ$, $43,24^\circ$, $45,78^\circ$, $46,86^\circ$, $47,82^\circ$, $50,8^\circ$, $52,98^\circ$, $62,76^\circ$, $68,92^\circ$, $73,08^\circ$, dan $78,2^\circ$. 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 tekanan pada saat kompaksi ini adalah untuk melihat pada tekanan berapa BKT dapat terbentuk secara optimal. Dari hasil penelitian kali ini ternyata pada tekanan 3500 psi BKT dapat terbentuk secara optimal. Hal tersebut dapat dilihat dari perbandingan puncak-puncak yang diperoleh dari hasil XRD dengan literatur seperti terlihat pada **Gambar 4.6**.



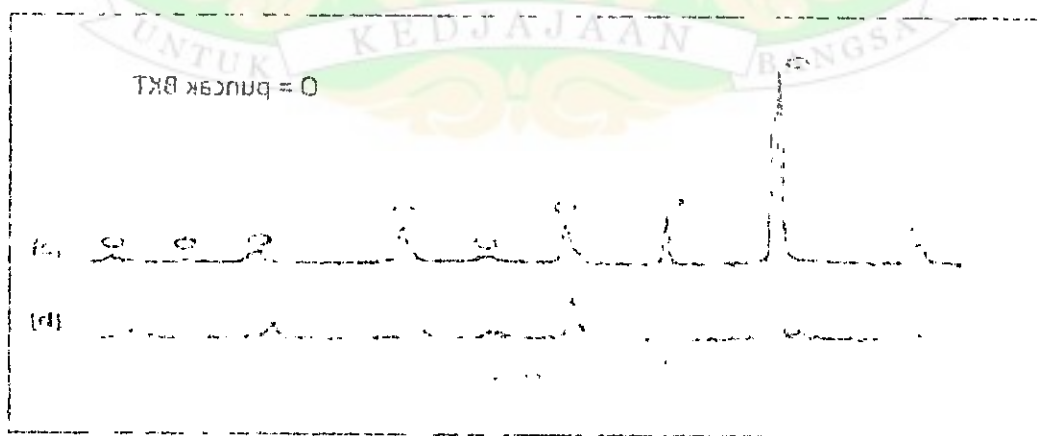
Gambar 4.6 Pola hasil difraksi BKT (a) BKT 1170 °C literatur (Wang, 2004)
(b) BKT 3500 psi, 1000 °C eksperimen.

Tabel 4.6. Nilai FWHM puncak tertinggi

Puncak tertinggi	200	1200	2000	2500	3000	3500	4000
FWHM (deg)	0.70	0.364	0.350	0.374	0.392	0.332	0.284

Pada tekanan 4000 psi diperoleh puncak-puncak asing yang sangat banyak seperti terlihat pada Gambar 4.5. Puncak asing yang terlihat pada tekanan 4000 psi terlihat pada sudut 11.12° , 13.42° , 16.98° , 21.22° , 22.1° , 28.86° , 29.94° , 42.66° , 43.24° , 45.78° , 46.86° , 47.82° , 50.8° , 52.98° , 62.76° , 68.02° , 73.08° dan 78.2° . Puncak asing ini tidak diidentifikasi oleh bahan dasar yang digunakan. Maka dari itu, kemungkinan ada fase baru yang terbentuk disamping fase piezoelektrik ini sendiri. Adapun fase baru tersebut belum dapat diidentifikasi.

Tujuan pemvariasian tekanan pada saat kompresi ini adalah untuk melihat pada tekanan berapa BKT dapat terbentuk secara optimal. Dari hasil penelitian kali ini ternyata pada tekanan 4500 psi BKT dapat terbentuk secara optimal. Hal tersebut dapat dilihat dari perbandingan puncak-puncak yang diperoleh dari hasil XRD dengan literatur seperti terlihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Pola hasil difraksi BKT (a) BKT 1170°C literatur (//, ug, 2004) (b) BKT 3200 psi 1000°C eksperimen.

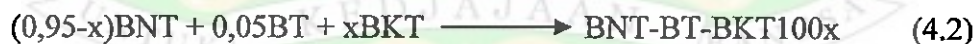
Dari **Gambar 4.6** dapat dilihat perbandingan sintesis BKT dari hasil eksperimen dan literatur yang dikutip dari Wang pada tahun 2004. Terlihat pola difraksi yang sangat identik antara hasil sintesis BKT yang dilakukan pada penelitian ini dengan pola difraksi dari literatur. Sintesis BKT yang dihasilkan pada penelitian ini relatif lebih baik dibandingkan literatur, dikarenakan suhu sinteringnya (1000 °C) lebih rendah dibandingkan dengan literatur (1170 °C).

4.3 Sintesis BNT-BT-BKT

4.3.1 Penggerusan BNT-BT-BKT

Sintesis BNT-BT-BKT dilakukan dengan memvariasikan % mol BKT. Hal ini bertujuan untuk mengetahui pada daerah mana sintesis BNT-BT-BKT terbentuk secara optimal sehingga batas fasa Morphotropik (MPB) diantara fasa struktur rhombohedral dan tetragonal dapat terbentuk (Sasaki, 1999).

Variasi % mol BKT yang digunakan adalah pada daerah 0 - 20 % mol BKT. Pada penelitian ini dilakukan variasi % mol BKT berturut-turut adalah 2%, 5%, 8% dan 15%. Penambahan sampel BKT akan mengakibatkan pengurangan pada sampel BNT, sesuai dengan Persamaan 4.2 berikut :



Persamaan 4.2 dinamakan dengan BNT-BT-BKT100x. Nilai mol 0.05BT dipilih karena 0.95BNT-0.05BT adalah komposisi yang dekat dengan MPB (Wang X. X, 2004).

4.3.2 Kompaksi BNT-BT-BKT

Proses kompaksi sampel BNT-BT-BKT sama halnya dengan sampel BKT, yaitu dilakukan secara bertahap. Hasil yang didapatkan berupa pelet dengan

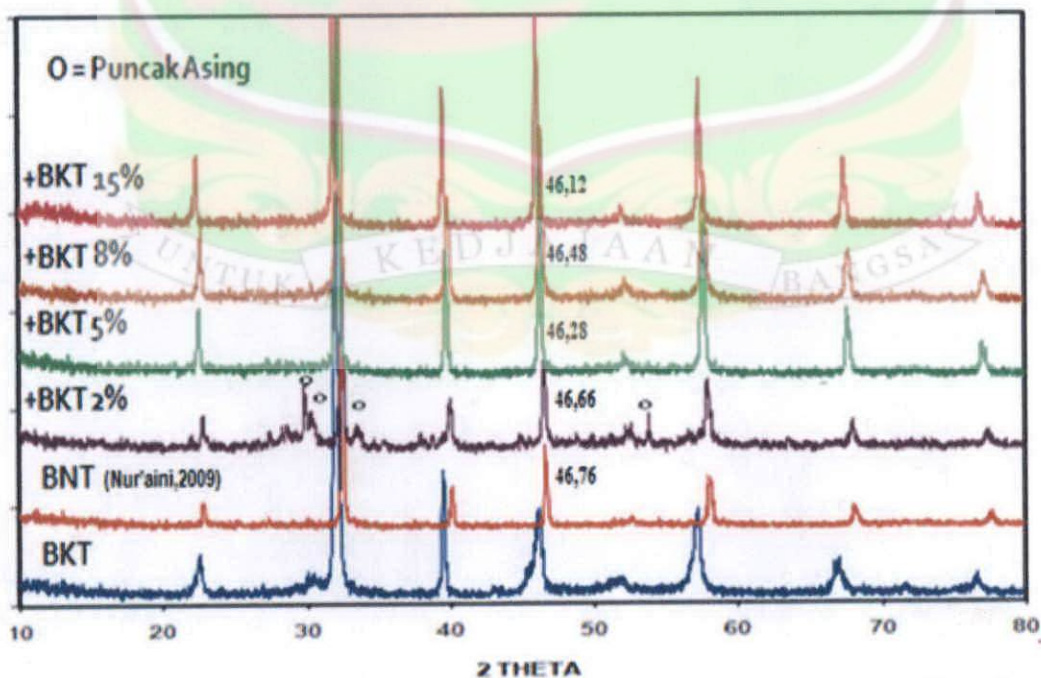
diameter 1 cm dan ketebalan $\pm 0,4$ cm. Besarnya tekanan kompaksi pada BNT-BT-BKT ini diambil dari tekanan yang optimal pada proses pengompaksian BKT, yaitu 3500 psi.

4.3.3 Sintering BNT-BT-BKT

Pada sintering BNT-BT-BKT100x tidak dilakukan pemvariasian suhu. Suhu yang dipakai untuk mensintering BNT-BT-BKT adalah suhu 1000 °C. Ini merujuk ke penelitian sebelumnya, yaitu sintering BNT dengan suhu 1000 °C yang dilakukan oleh Nur'aini pada tahun 2010 dan mendapatkan hasil yang optimal.

4.3.4 Identifikasi BNT-BT-BKT Menggunakan XRD

Pola difraksi yang diperoleh dari penambahan 2%, 5%, 8%, dan 15% BKT pada BNT-BT seperti yang terlihat pada **Gambar 4.7**.

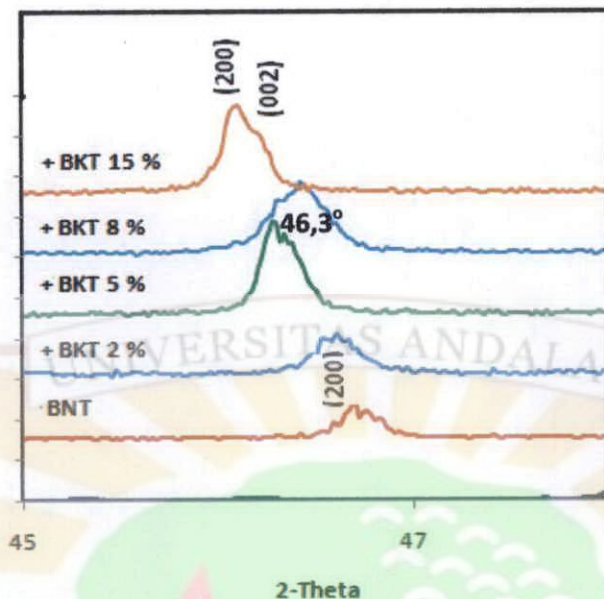


Gambar 4.7 Pola difraksi BNT-BT-BKT dengan sudut 2θ antara 10° – 80°

Semua pola difraksi (XRD) dari BNT-BT-BKT100x keramik memiliki struktur *perovskite* murni. Hal tersebut ditinjau dari literatur (Wang, 2004) yang menunjukkan pola difraksi BNT-BT-BKT100x memiliki struktur *perovskite* murni, seperti yang terlihat pada **Gambar 4.9**. Pola difraksi pada sampel BNT memiliki struktur rhombohedral (Toshihiko, 1998 ; ahda dkk, 2010).

Pada penambahan BKT 2% ke dalam BNT-BT, tampak adanya puncak-puncak asing yang terlihat pada sudut $29,86^\circ$, $33,64^\circ$, $37,98^\circ$, dan $53,84^\circ$. Semua puncak asing tidak mengidentifikasikan adanya puncak-puncak bahan dasar, dengan kata lain pada BNT-BT-BKT 2% semua bahan dasar telah tersintesis secara sempurna. Puncak-puncak asing itu dimungkinkan strukturnya masih dalam tahap pembentukan *perovskite*. Sedangkan pada penambahan BKT 5%, 8% dan 15% pola difraksi *clear* menunjukkan struktur *perovskite* dan tidak memiliki puncak asing.

Pola difraksi BKT 2% ke BKT 5%, tampak jelas terjadi perubahan struktur. Hal tersebut dapat dilihat dari pergeseran sudut (2-theta) ke arah kiri yang mengakibatkan jarak antar bidang (d) menjadi bertambah besar. Sesuai rumusan hukum Bragg, dimana semakin kecil sudut (theta), maka jarak antar bidang (d) menjadi bertambah besar. Secara keseluruhan terjadi pergeseran sudut sebagaimana terlihat pada salah satu puncak BNT $46,76^\circ$ menjadi $46,66^\circ$, $46,28^\circ$, $46,48^\circ$, $46,12^\circ$ secara berurutan dengan penambahan BKT. Sehingga dimungkinkan struktur BNT yang ditambahkan BKT menjadi berubah, baik bentuk, jarak antar bidang dan parameter kisi. Hal ini seperti yang terlihat pada **Gambar 4.8** secara spesifik.



Gambar 4.8 Pergeseran puncak-puncak yang agak spesifik dari penambahan BKT

Pola difraksi sampel dalam kisaran 2 theta adalah $45^\circ - 47^\circ$, seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 4.8**. Telah terjadi perubahan struktur dari BNT rhombohedral (200) menjadi (200) dan (002) tetragonal dengan penambahan BKT, sehingga adanya perubahan fasa berbasis BNT rhombohedral ke tetragonal dengan daerah *Morphotropic Phase Boundary* (MPB) berkisar 2% sampai 15%.

Pada puncak penambahan 5% dan 15% mol BKT ke dalam BNT-BT terlihat jelas terjadi *overlapping*, dikarenakan ada puncak (200) dan (002) dari tetragonal, sedangkan pada penambahan 2% dan 8% tidak jelas terjadi *overlapping*.

Pada penambahan 5% mol BKT, tidak ada perubahan yang jelas dalam pola difraksi jika diamati dan dibandingkan dengan BNT keramik. Tetapi pada puncak sekitar $46,3^\circ$ terlihat sedikit asimetris. Ketidak simetrisan itu terjadi akibat pengaruh variasi komposisi dan struktur kristal yang dianggap sebagai suatu

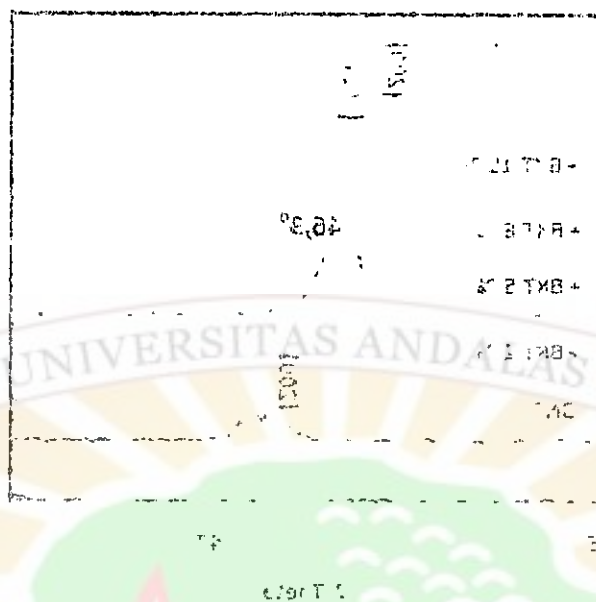
program variasi komposisi dan struktur kristal yang dianggap sebagai suatu pemrosesan sedikit asimetris. Ketika simetri ini terjadi akibat pemrosesan, maka jika diamati dan dibandingkan dengan BNT keramik. Tetapi pada BNT keramik yang tidak ada pemrosesan yang jelas dalam

overlapping.

tersebut, sedangkan pada pemrosesan 5% dan 8% tidak jelas terjadi terlihat jelas terjadi overlapping. dikawatirkan ada pemrosesan (200) dan (002) dari BNT pemrosesan 5% dan 12% mol BKT ke dalam BNT-BT dengan dalam Monoclinic Phase Boundary (MPB) berkisar 5% sampai 12%.

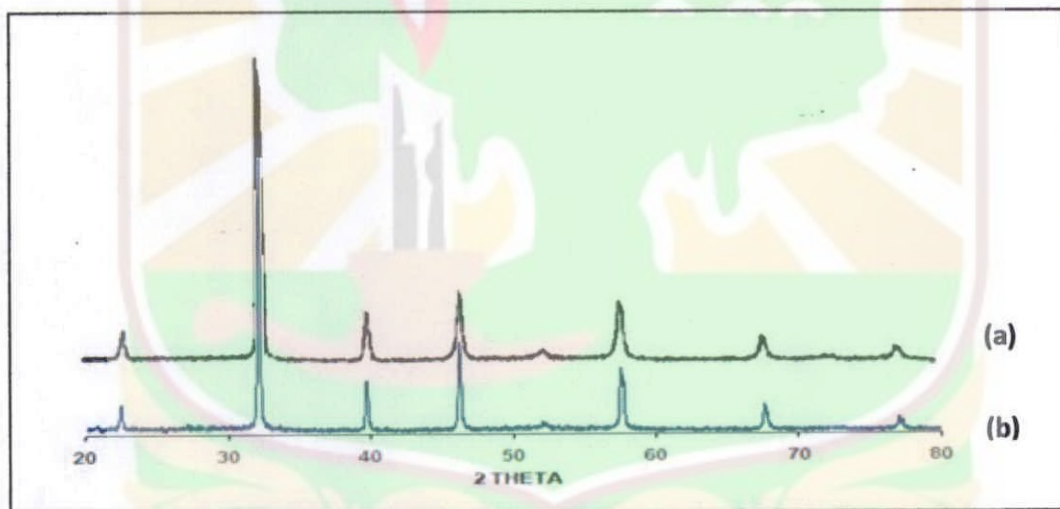
BKT, sehingga adanya perubahan fase berbasis BNT rhombohedral ke tetragonal rhombohedral (200) menjadi (200) dan (002) teragon dengan pemrosesan dibandingkan pada Gambar 4.8. Tidak terjadi perubahan struktur dari BNT Bola difraksi sampel dalam kisaran 2 theta adalah $42^{\circ} - 47^{\circ}$, seperti yang

Gambar 4.8 Persebaran puncak-puncak yang agak spesifik dari pemrosesan BKT.



koeksistensi fasa rhombohedral dan tetragonal, yang menunjukkan batas fasa *morphotropic* (MPB) harus dekat BNT-BT pada komposisi 5% mol BKT (Wang, 2004).

Pada penelitian ini telah terjadi perubahan struktur dari BKT dan BNT-BT-BKT telah terjadi selama proses sintering dimana BKT berdifusi ke dalam kisi BNT-BT untuk membentuk larutan padat. Komposisi yang tepat dalam mensintesis BNT-BT-BKT adalah pada penambahan 5% mol BKT, yang akan meningkatkan sifat piezoelektrik secara signifikan. Selain itu, pola difraksi BNT-BT-BKT5% sesuai dengan literatur, seperti yang terlihat pada **Gambar 4.9**.



Gambar 4.9 Pola hasil difraksi BNT-BT-BKT5% (a) BNT-BT-BKT5% 1170 °C literatur (Wang, 2004) (b) BNT-BT-BKT5% 1000 °C eksperimen.

Dari gambar di atas dapat dilihat perbandingan sintesis BNT-BT-BKT5% dari hasil eksperimen dan literatur yang dikutip dari Wang pada tahun 2004, yang melakukan sintesis BNT-BT-BKT5% dengan metode *solid state reaction*, dimana penghomogenisasian sampel dilakukan dengan *stirrer magnetic*, dicampur dalam alkohol menggunakan bola *zirconia* dengan stabilisasi Y_2O_3 selama 10 jam.

alkohol menggunakan pola sirkuit dengan stabilitas Y_{30} selama 10 jam perbandingan sampel dilakukan dengan *silver wire method* dilakukan dalam melakukan sintesis BNT-BKT dengan metode *solid state reaction* dimana dari hasil eksperimen dan literatur yang dikutip dari Wang tahun 2004 yang dari gambar di atas dapat dilihat perbandingan sintesis BNT-BT-BKT_{5%}

Gambar 4.9 Pola hasil difraksi BNT-BT-BKT_{5%} (a) BNT-BT-BKT_{5%} 1170 °C literatur (Wang, 2004) (b) BNT-BT-BKT_{5%} 1000 °C eksperimen



BNT-BKT_{5%} sesuai dengan literatur, seperti yang terlihat pada Gambar 4.9

menyatakan sifat piezoelektrik secara signifikan. Selain itu pola difraksi BNT-BKT_{5%} sesuai dengan literatur, seperti yang terlihat pada Gambar 4.9 untuk membentuk larutan padatan komposisi yang tepat dalam HT-BKT ialah terjadi selama proses sintesis dimana BKT berdifusi ke dalam kisi Pada penelitian ini ialah terjadi perubahan struktur dari BKT dan BNT-

2004).
 mikroskopis (AFM) harus dekat BNT-BT pada komposisi 5% mol BKT (Wang, koksistensi fase rhomboedris dan tetragonal, yang menunjukkan batas fase

Kemudian campuran dikeringkan dan dicampur dengan alkohol polivinil (PVA), dikompaksi dan disinter dengan suhu 1170 °C. Sedangkan pada penelitian ini proses homogenisasi dilakukan dengan cara penggerusan, yaitu menggunakan mortar selama 4 jam, dan disintering dengan suhu 1000 °C. Pola difraksi yang didapat dari hasil eksperimen sangat identik dengan literatur. Dari segi besar suhu sintering, hasil penelitian ini lebih baik dari literatur karena suhu sinteringnya lebih rendah (1000 °C).

Dengan keberadaan fasa dengan struktur rhombohedral maupun tetragonal, kita dapat menentukan parameter kisi dengan rumus sebagai berikut :

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

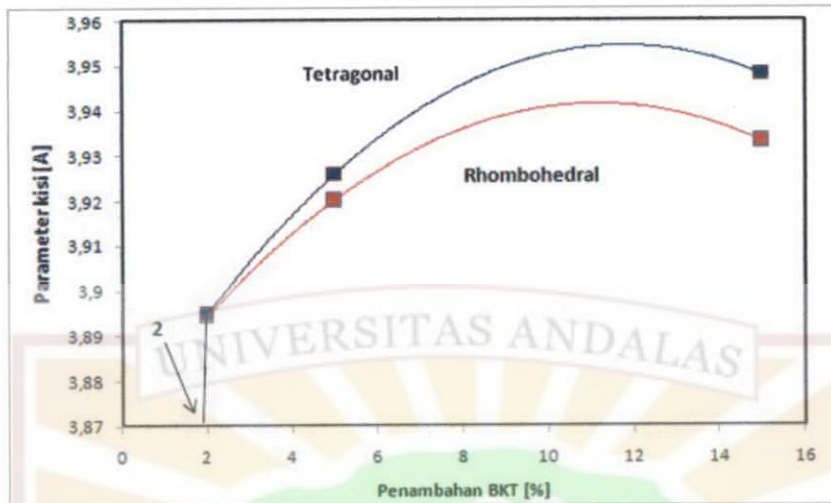
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (\text{Tetragonal}) \quad (4.4)$$

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 Konapala pada tahun 2010 seperti yang terlihat pada Lampiran 10, sehingga diperoleh harga parameter kisi sebagai berikut :

Tabel 4.7. Hasil perhitungan parameter kisi untuk rhombohedral dan tetragonal

No	% BKT	Rhombohedral		Tetragonal	
		a[Å]	α [°]	a[Å]	c[Å]
1	2	3,8944	89,98	3,8949	2,7541
2	5	3,9202	89,83	3,9258	2,7760
3	8	3,9096	89,89	3,9131	2,7670
4	15	3,9332	89,56	3,9479	2,7916

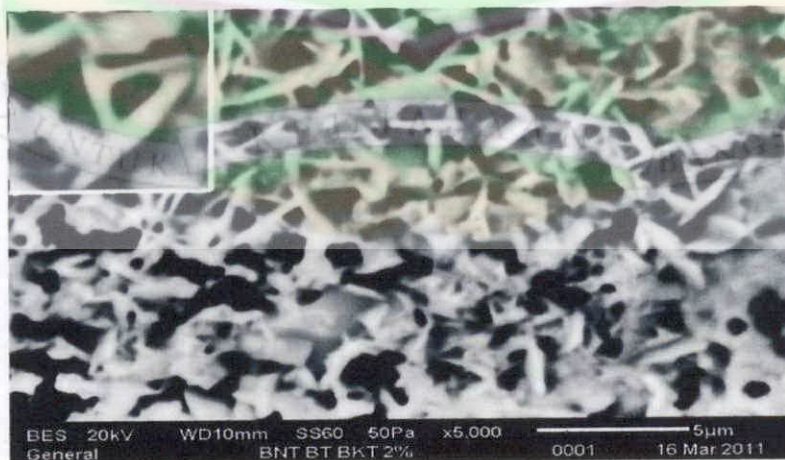
Harga parameter kisi (a) dari rhombohedral mengalami kenaikan sebanding dengan pertambahan % mol BKT, begitu juga untuk tetragonal mengalami kenaikan dengan penambahan % mol BKT. Hal tersebut disebabkan karena jarak bidang (d) dari BNT-BT-BKT meningkat seiring meningkatnya penambahan % mol BKT. **Gambar 4.10** merupakan gambar hubungan harga parameter kisi (a) untuk rhombohedral dan tetragonal. Perpotongan harga a dalam Angstrom diperkirakan terjadi pada persentase penambahan BKT sebesar 2%. Besar harga a untuk tetragonal dan rhombohedral pada daerah penambahan 2% BKT cenderung sama, sedangkan untuk penambahan BKT di atas 2%, harga a untuk tetragonal cenderung lebih besar dari rhombohedral. Dari analisis di atas dimungkinkan adanya batas MPB dari rhombohedral ke tetragonal pada penambahan 2% mol BKT. Prediksi MPB juga dilakukan dengan cara yang sama oleh Wei-Chih Lee tahun 2008, pada bahan BNT dengan penambahan BZT dan juga dengan penambahan BSrT.



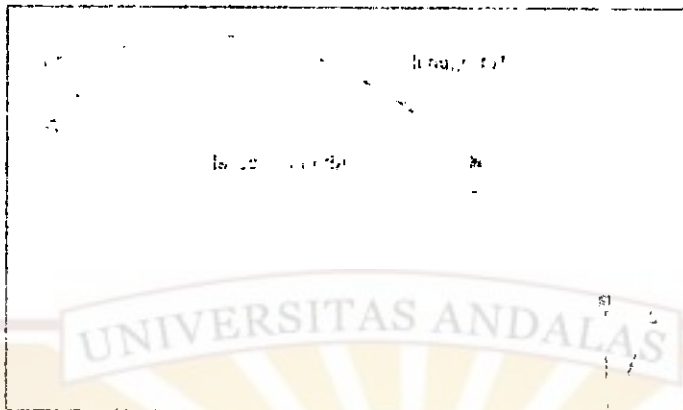
Gambar 4.10. Hubungan harga $a[\text{\AA}]$ dari rhombohedral dan tetragonal terhadap penambahan % BKT

4.4 Karakterisasi dengan SEM

Hasil SEM terhadap kristal BNT-BT-BKT 2% dengan perbesaran sampai 5000 kali dapat dilihat pada **Gambar 4.11**. Sementara untuk BNT-BT-BKT 5%, 8%, dan 15% dapat dilihat pada Lampiran 7. Pada Gambar-gambar tersebut menunjukkan mikrograph terhadap komposisi dari penambahan BKT.



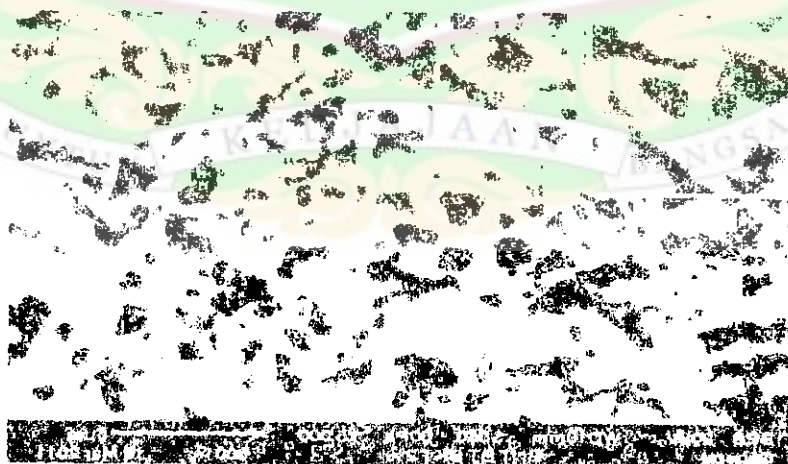
Gambar 4.11. Mikrograph dari SEM dengan perbesaran 5000 kali untuk sampel penambahan 2% BKT



Gambar 4.10. [Hubungan antara] dari komposisi dan terdapat terdapat komposisi 20 BKT

4.4 Karakterisasi dengan SEM

Hasil SEM terhadap kristal BNT-BT-BKT 20 dengan perbandingan sampel 2000 kali dapat dilihat pada Gambar 4.11. Sementara untuk BNT-BT-BKT 20% 80% dan 12% dapat dilihat pada Lampiran 7. Pada Gambar-gambar tersebut menunjukkan mikrotografi terhadap komposisi dari perbandingan BKT.



Gambar 4.11. Mikrotografi dari SEM dengan perbandingan 2000 kali untuk sampel perbandingan 20 BKT

Seperti terlihat pada **Gambar 4.11**, partikel-partikel dari mikrogarph berbentuk jarum pada penambahan 2% BKT, sedangkan pada penambahan 5%, 8% dan 15% BKT bentuk butirannya tidak begitu jelas (Lampiran 7). Hal tersebut disebabkan karena penambahan mol BKT dalam jumlah besar, sehingga permukaan agak tertutup dan bentuk partikel tidak begitu terlihat, hal ini dimungkinkan karena bahan K_2CO_3 yang bersifat higroskopis. Ukuran partikel untuk penambahan 2% BKT adalah 1,608 – 2,589 μm , sedangkan pada penambahan 5%, 8%, 15% BKT tidak dapat diukur karena bentuk partikel yang tidak jelas.

Kandungan berbagai unsur kimia dari sampel BNT-BT-BKT 2%, 5%, 8%, dan 15%, dapat dilihat dengan menggunakan teknik EDS. Sampel-sampel tersebut hanya mengandung bahan dasar yang membentuknya dan tidak terkontaminasi oleh unsur lain (Lampiran 7). Dari hasil EDS terlihat massa atom K yang meningkat seiring meningkatnya jumlah penambahan mol BKT (**Tabel 4.8**), ini menandakan bahan tersintesis secara stokiometri tidak ada bahan dasar yang hilang/ tidak tersintesis.

Tabel 4.8 Persen massa atom K seiring meningkatnya pertambahan mol BKT

Penambahan BKT	Massa Atom K (%)
2 %	0,11
5%	0,17
8%	0,33
15%	1,00

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, yaitu sintesis BKT dan sintesis BNT-BT dengan penambahan % mol BKT, didapatkan struktur dan bentuk morfologi dari bahan tersebut. Sehingga berdasarkan penelitian didapatkan kesimpulan sebagai berikut :

1. Sintesis BKT dengan menggunakan metode *solid state reaction* mendapatkan struktur *perovskite* dengan besar tekanan optimal 3500 psi.
2. Sintesis BNT-BT dengan penambahan % mol BKT yaitu 2%, 5%, 8%, dan 15% juga mendapatkan struktur *perovskite* dengan komposisi yang optimal pada penambahan 5% mol BKT.
3. Penambahan bahan dopan BKT ke BNT-BT menunjukkan perubahan pola difraksi sinar-x dengan pergeseran sudut 45° - 47° .
4. Pola difraksi XRD pada bahan BNT-BT dengan penambahan % mol BKT menunjukkan adanya perubahan puncak-puncak yang *overlapping* dari (200) rhombohedral menjadi (200) dan (002) dari tetragonal, sehingga adanya perubahan fasa berbasis BNT rhombohedral ke tetragonal yang memungkinkan adanya batas MPB pada penambahan 2% mol BKT.
5. Dalam mikroph SEM, menunjukkan penambahan 2% BKT pada BNT-BT memiliki bentuk partikel seperti jarum dengan panjang rata-rata 1,608 –

2,589 μm . Meningkatnya massa atom kalium (EDS) identik dengan penambahan BKT pada BNT-BT secara proposional.

5.2 Saran

1. Perlu adanya peralatan *glove box* untuk meminimalisasi timbulnya sifat higroskopis pada bahan.
2. Untuk membuat bahan piezoelektrik yang siap untuk diaplikasikan, diperlukan *Dies* dengan ukuran yang beragam.
3. Untuk penelitian selanjutnya disarankan untuk mengukur konstanta dielektrikum, suhu Curie, pengukuran kurva histerisis dan konstanta piezoelektrik dari BNT-BT-BKT serta analisa struktur dengan menggunakan metode Rietveld.

DAFTAR KEPUSTAKAAN

- Ahda and Mardiyanto. 2010. *Synthesis of Lead Free Piezoelectric BNT Ceramics by Use of Solid State Reactionn Method*. To be published.
- Aksel and Jones. 2010. *Advances in Lead-Free Piezoelectric Material for Sensor and Actuators*. Depertement of Materials Science and Engineering, University of Florida, 100 Rhines Hall, Gainesville, FL 32611 : USA.
- Asmuni. 2004. *Karakterisasi Pasir Kuarsa (SiO₂) Dengan Metode XRD*. Fmipa Universitas Sumatera Utara : Medan.
- Bhalla, R. Guo, R. Roy. 2000 . *The perovskite structure-a review of its role in ceramic science and technology*. Mat. Res. Innovat., 4: 3.
- Burhrer. 1962. *Some Properties of Bismuth Perovskite*. The Journal of Chemical Physic 36:798.
- Callister. 1994. *Material Science and Engineering and Introduction, 3rd Ed.*, John Wiley and Sons, Inc., New York, pp. 9 – 14, 623 – 633.
- Calton. 2009. *Metal Powder Processing Manufakturng Proseses and Angineering*. Gorgia Institute Of Technology.
- 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.
- Cullity. 1978. *Element of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Pub, Co. Inc., Massachusetts.
- Donnelly, Harada, and Yamashita. 2007. *Crystal Growth and Elecrical 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.
- Hagiye, and A. K. Abiyev. 1984. *Synthesis and microstructure of Ca-doped BaTiO₃ ceramics prepared by high-energy ball-milling*. Ferroelectrics. 56, 215.
- 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}TiO₃ ceramics fabricated by reactive templated grain growth (RTGG)*. Current Applied Phy., 10, 305-310.
- Isupov. 2005. *Ferroelectric Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO₃ and K_{0.5}Bi_{0.5}TiO₃ 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}TiO₃*. Acta Crystallogr., B 58 [2] 168-78.
- Konapala. 2010. *Piezoelectric Properties of (Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO₃ Ceramics-Lead Free Piezoelectric Ceramics Developed at AIST Chubu*.
- 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})O₃-(1-x)Pb(Ni_{1/3}Nb_{2/3})O₃ Perovskite Solid Solution* Izv. Akad. Nauk SSSR 26, 354.
- 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)LaxTiO₃ 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.
- 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.
- Nagata, Yoshida, M., Makiuchi, Y. and Takenana, T. 2003. *Large piezoelectric constant and high Curie temperature of lead-free piezoelectric ceramic ternary system based on bismuth sodium titanate-bismuth potassium titanate-barium titanate near the morphotropic phase boundary*. Jpn. J. Appl. Phys., 42, 7401–7403.
- Nagata, M. Yoshida, Y. Makiuchi, and T. Takenaka. 2003. *Normal ferroelectric to ferroelectric relaxor conversion in fluorinated polymers and the relaxor dynamics*. Jpn. J. Appl. Phys. Part 1 42, 7401.
- Nofitriana. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi Bahan Piezoelektrik BNT dengan Penambahan BT*. Skripsi Sarjana Fisika Universitas Andalas : Padang.
- Nur'aini. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi Bahan Piezoelektrik BNT dengan Penambahan Berat Mn*. Skripsi Sarjana Fisika Universitas Andalas : Padang.
- Panda. 2009. *environmental friendly lead-free piezoelectric materials*. Journal of Alloys and Compounds. 489, 59 (2010).
- Sasaki, Chiba, Mamiya, and E. Otsuki. 1999. *Piezoelectric Ceramics*. Jpn. J. Appl. Phys. Part 1 38, 5564.
- 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 (BaTiO_3) Ceramics*. Sov. Phys. Solid State 2, 2651.

Sudaryatno, P. Gomes de Lima, B. Despax, C. Mayoux. 1985. *Partial Synthesis of a Discharge-Effects On a Polymer Characterized By Thermal Stimulated Curren.* makalah, Conf. on Gas Discharge, Oxford.

Sudaryatno. 1985. *Reponse Electrique d'un Polyimide Soumis a une Decharge Luminescente dans l'Argon.* Disertasi, UNPT.

Sudirham & Utari. 2010. *Mengenal Sifat-Sifat Materia.* Bandung, msm-1010.

Suryanarayana. 1998. *XRD (X-Ray Diffraction).* 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 ((Bi1/2Na1/2)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 Bi0.5Na0.5TiO3 using the Taguchi method.* Journal of the Korean Physical Society, Vol. 32; No. , Feburary , pp. S1217_S1220.

Wada, Toyoiike, K, Imanaka, Y. and Matsuo, Y. 2001. *Dielectric and piezoelectric properties of (A0.5Bi0.5)TiO3-ANbO3 (A = Na, K) systems.* Jpn. J. Appl. Phys., 2001, 40, 5703–5705.

Wang, X. G. Tang, and H. L. W. Chan. 2004. *Bi1/2Na1/2.TiO3–Bi1/2K1/2.TiO3–BaTiO3 lead-free piezoelectric ceramics.* Department of Applied Physics and Materials Research Center, The Hong Kong Polytechnic University, Hunghom Kowloon, Hong Kong, China.

Wang, H. L. W. Chan, and C. L. Choy. 2003. *(Bi1/2Na1/2)TiO3–BaTiO3 system for lead-free piezoelectric ceramics* Solid State Commun. 125, 395.

- 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.
- Wei Zhao, Jing Ya, Ying Xin, Zhifeng Liu, Lei E. and Dan Zhao. 2008. *Large piezoelectric constant and high Curie temperature of lead-free piezoelectric ceramic ternary system based on bismuth sodium titanate–bismuth potassium titanate–barium titanate near the morphotropic phase boundary*. Recent Patents on Materials Science, 1, 241-248.
- Woodward. 1997. *Octahedral Tilting in Perovskites.I. Geometrical Considerations*, Acta Crystallogr., B 53 [1] 32-43.
- 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.



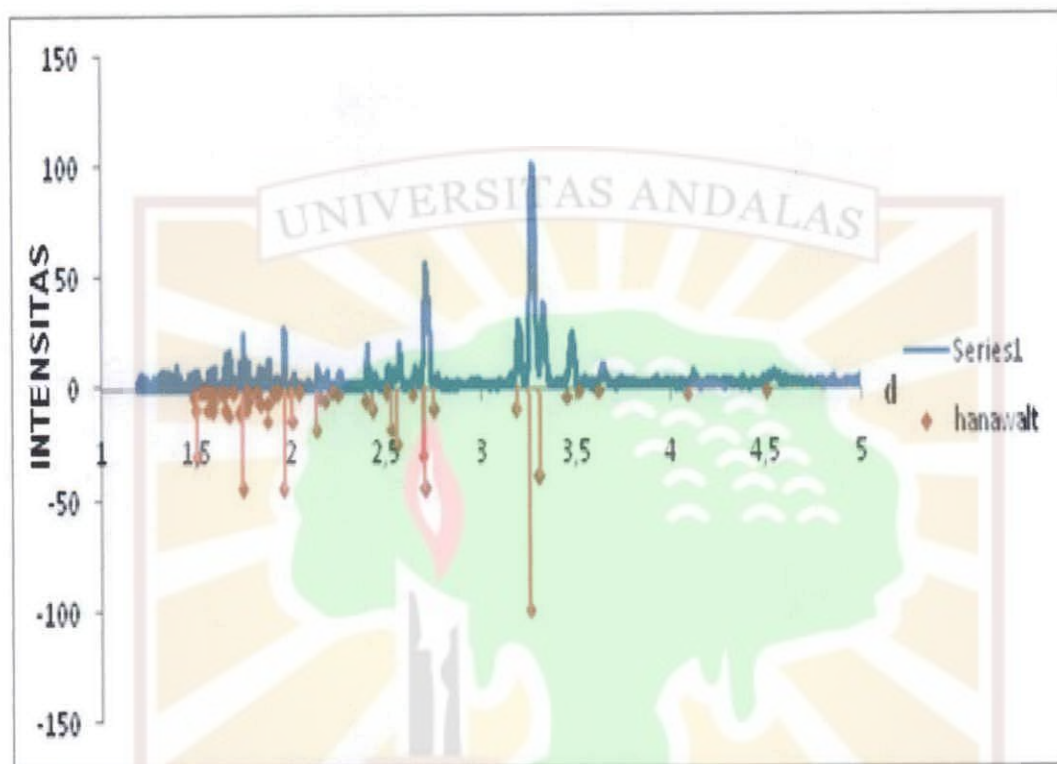
LAMPIRAN

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 perbandingan antara hasil XRD pola difraksi Bi_2O_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt (41-1449).

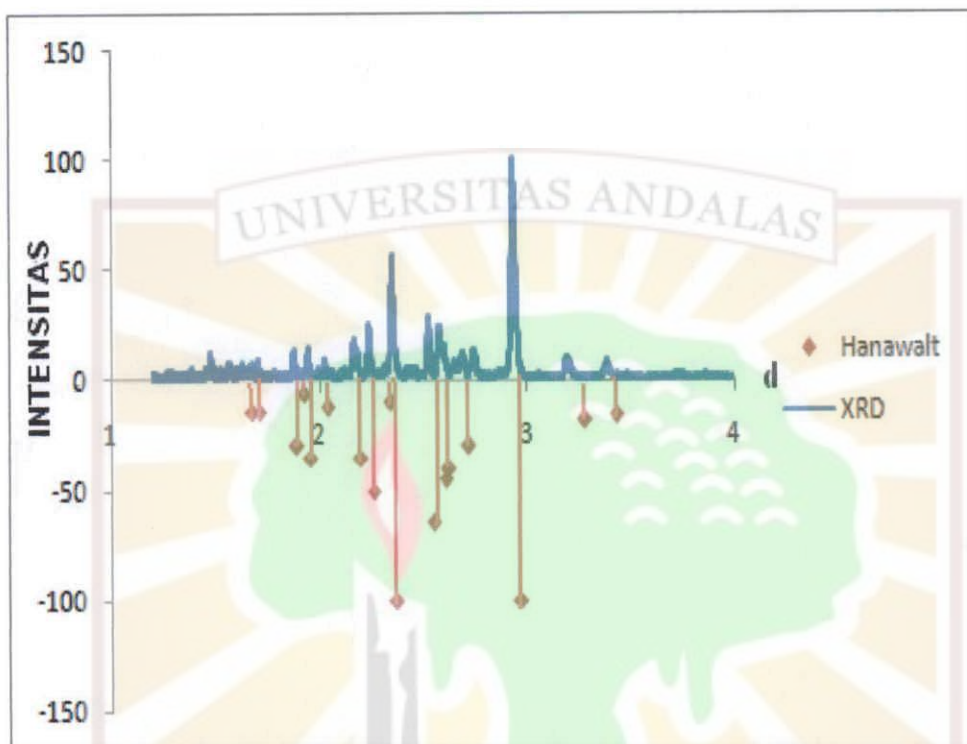


Lampiran 2

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 perbandingan antara hasil XRD pola difraksi Na_2CO_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt (19-1130).

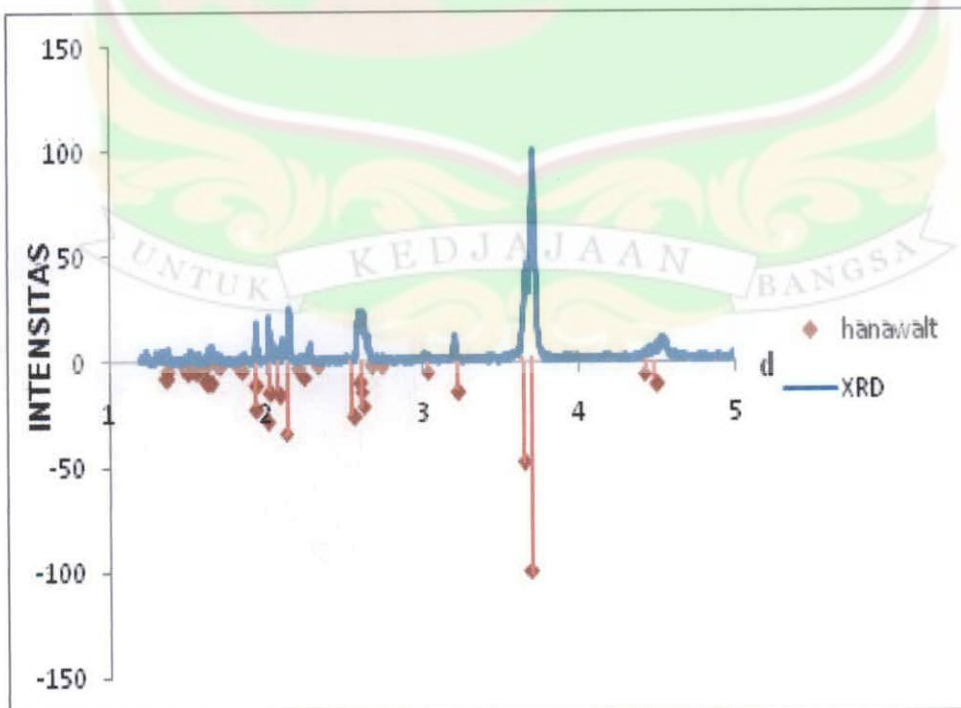


Lampiran 3

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar BaCO_3 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

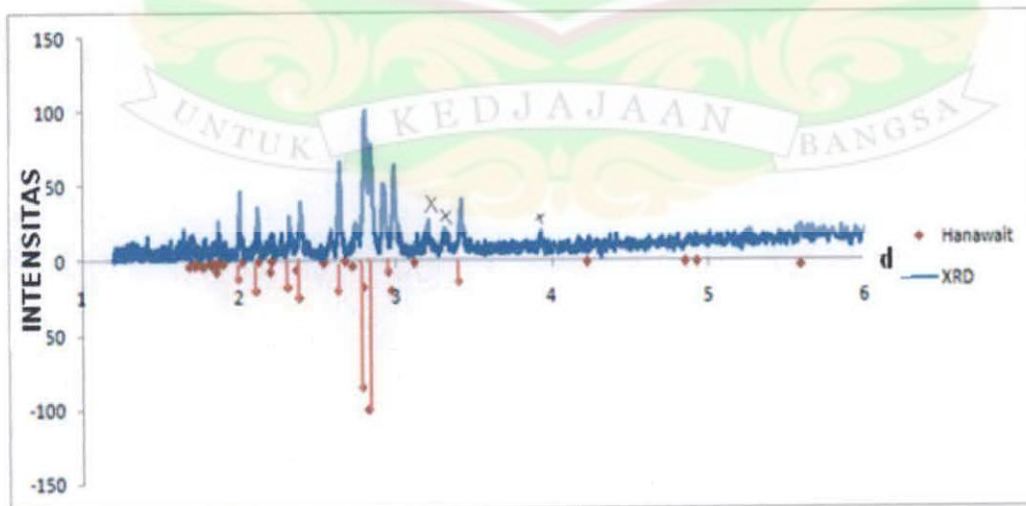
Gambar perbandingan antara hasil XRD pola difraksi BaCO_3 eksperimen dengan Tabel Hanawalt (41-0373).



Lampiran 4

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



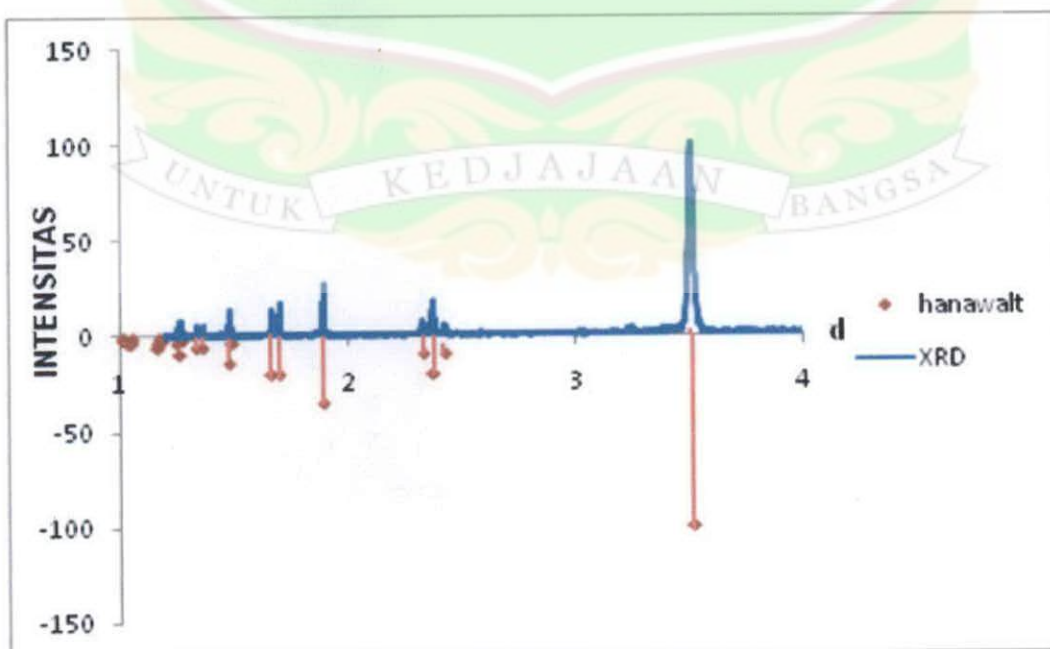
Terdapat banyak puncak asing yaitu pada jarak bidang 3,21031, 3,3133, 3,9296.

Lampiran 5

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

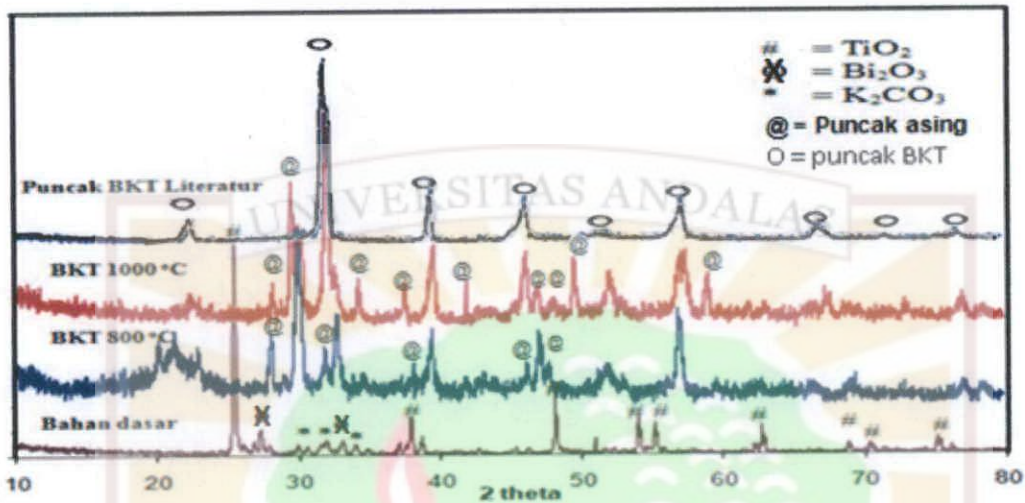
Eksperimen		Hanawalt	
d(A)	I%	d(A)	I%
3.5037	100	3.52	100
2.4239	5.1	2.43	10
2.3743	16.9	2.37	20
2.3272	5.9	2.33	10
1.8908	26.5	1.89	35
1.8873	16.4	1.87	20
1.699	14.9	1.699	20
1.6949	10	-	-
1.6654	14.4	1.666	20
1.4802	11.1	1.4808	14
1.3637	4.1	1.3641	6
1.3603	3	1.36	4
1.3379	4.6	1.78	6
1.3346	3.5	1.3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

Gambar perbandingan antara hasil XRD pola difraksi TiO_2 eksperimen dengan Tabel Hanawalt 21-1272.



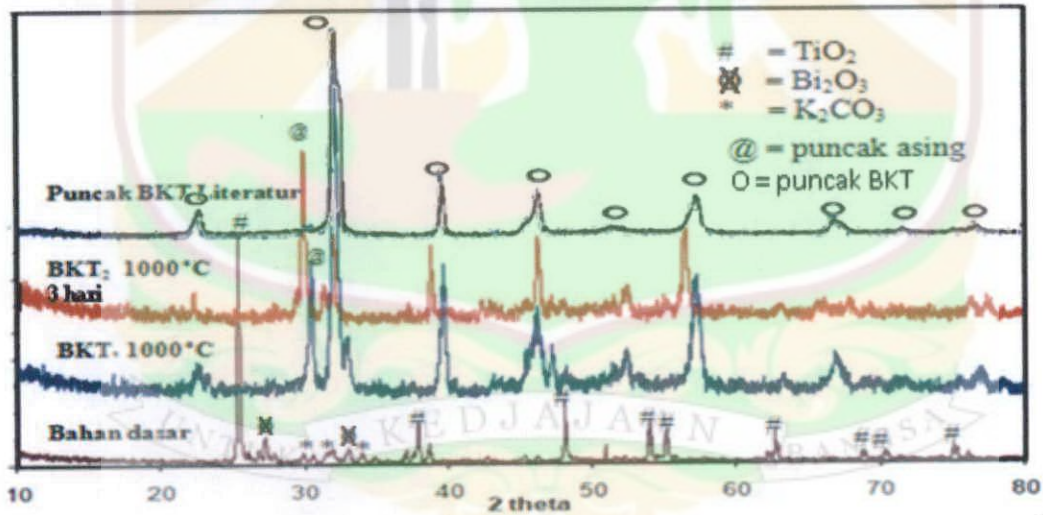
Lampiran 6

1. Hasil XRD sampel BKT percobaan 1



Pola difraksi BKT pada suhu 800 °C, 1000 °C, pada tekanan 3500 Psi.

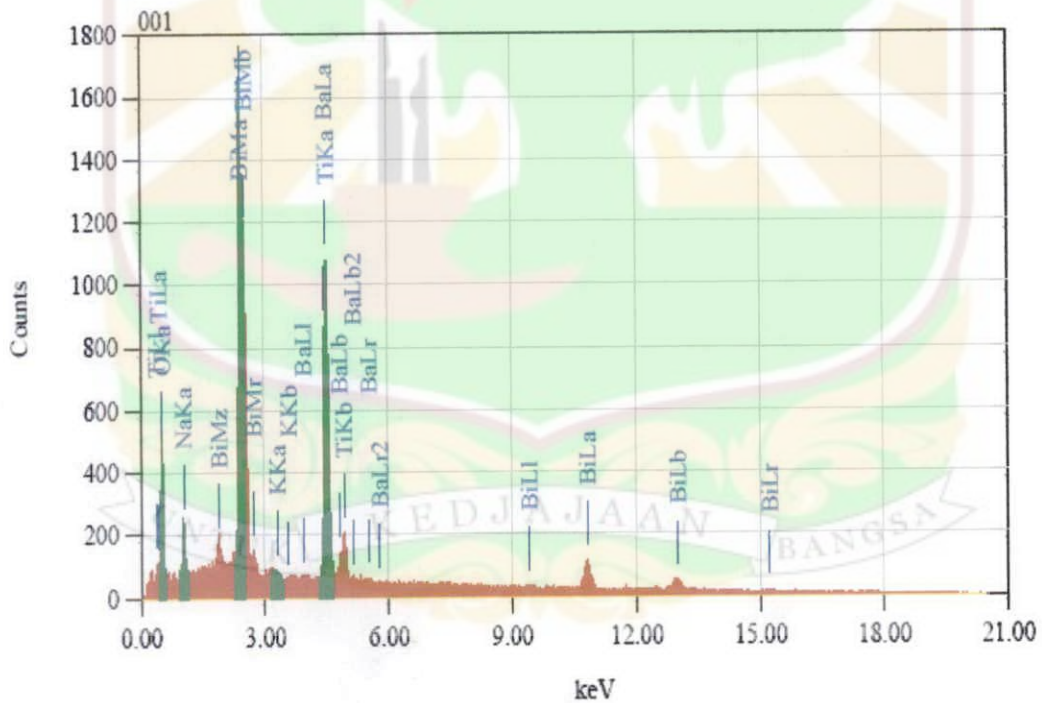
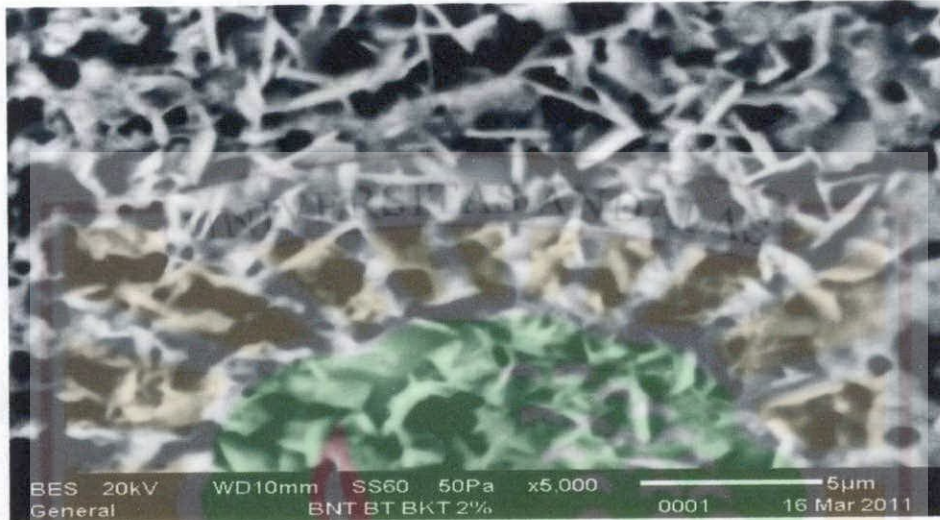
2. Hasil XRD sampel BKT percobaan 2



Pola difraksi BKT pada suhu 1000 °C, dan tekanan 3500 Psi.

Lampiran 7

1. Hasil SEM BNT-BT-BKT 2% dan hasil EDS

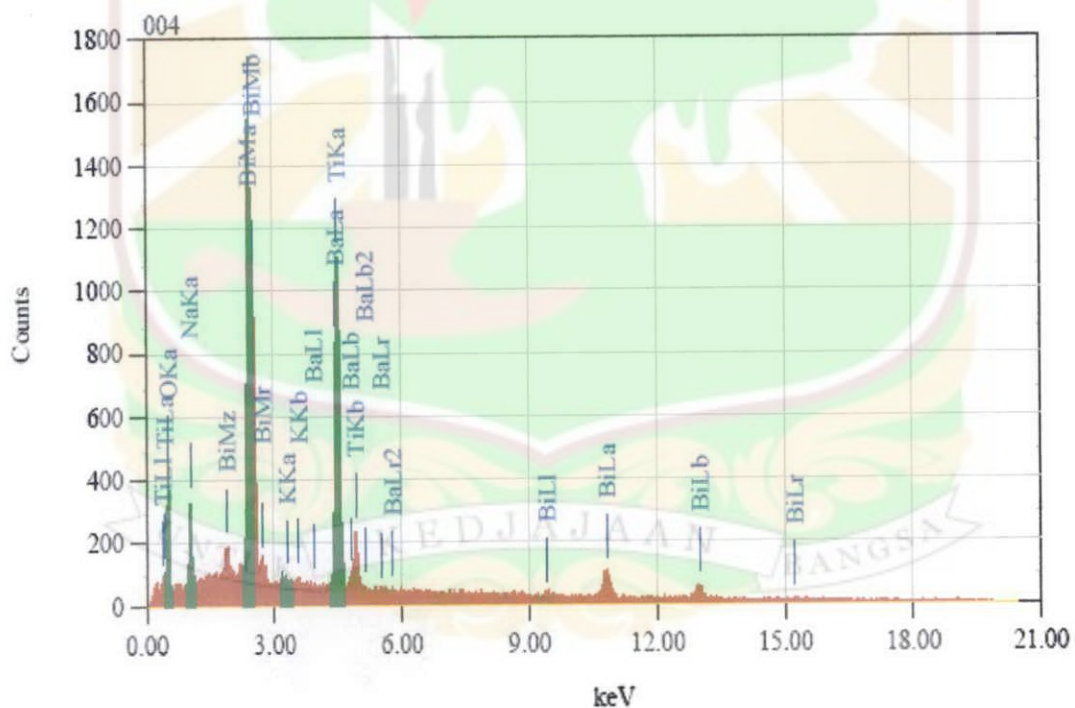
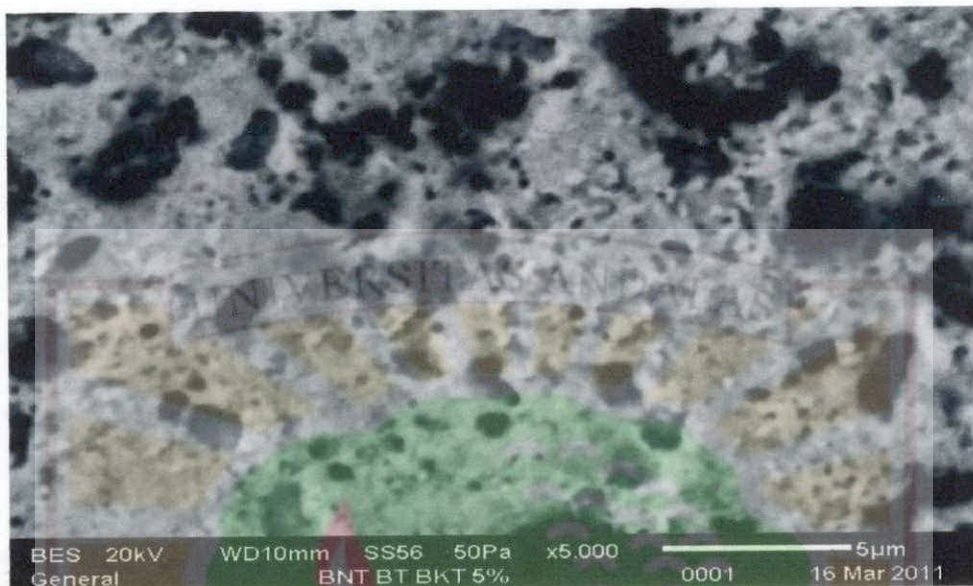


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2364

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	14.37	0.11	51.04				13.8783
Na K	1.041	3.05	0.08	7.53				2.0686
K K*	3.312	0.11	0.07	0.16				0.1141
Ti K	4.508	19.14	0.10	22.71				20.3006
Ba L*	4.464	9.46	0.25	3.92				9.5952
Bi M	2.419	53.87	0.19	14.65				54.0431
Total		100.00		100.00				

2. Hasil SEM BNT-BT-BKT 5% dan hasil EDS

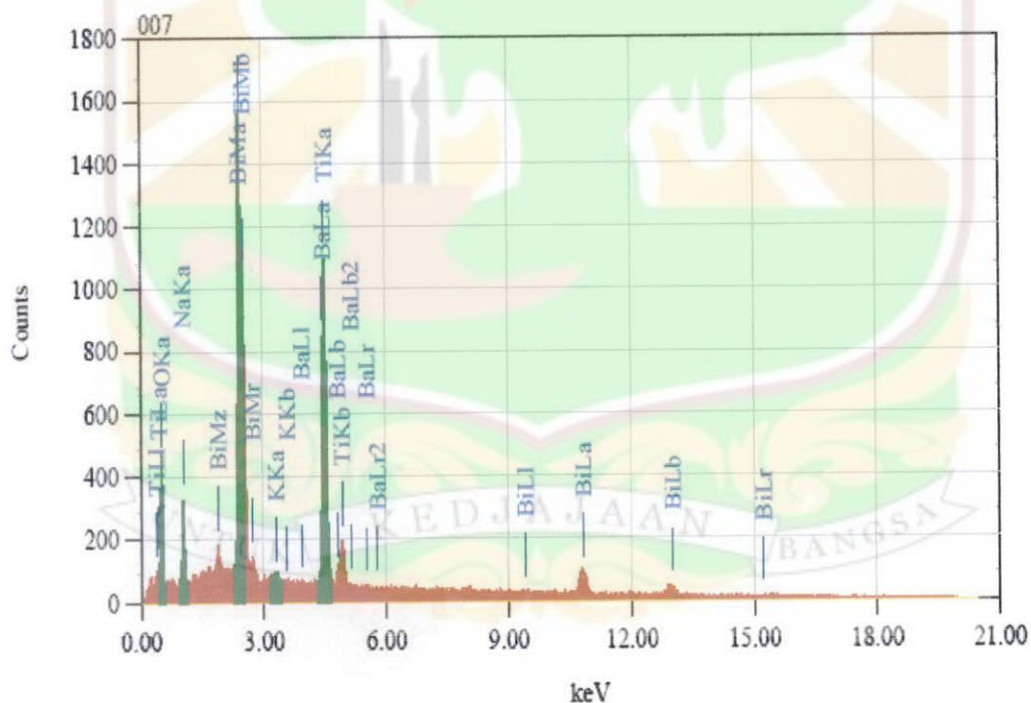
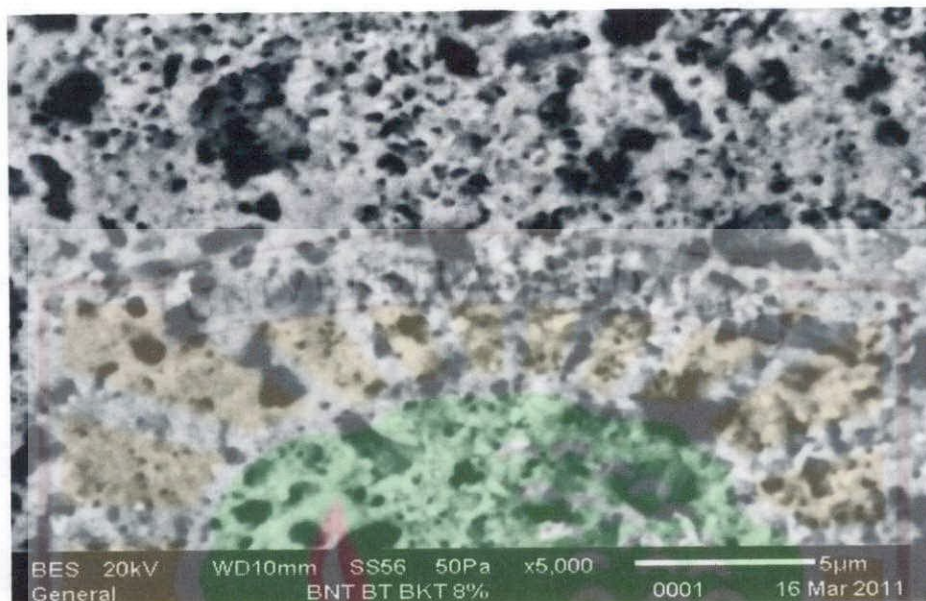


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2283

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	14.85	0.12	49.70				13.6234
Na K	1.041	4.38	0.09	10.20				3.0178
K K	3.312	0.17	0.08	0.23				0.1762
Ti K	4.508	21.01	0.11	23.48				22.6160
Ba L	4.464	8.36	0.25	3.26				8.6082
Bi M	2.419	51.23	0.20	13.13				51.9585
Total		100.00		100.00				

3. Hasil SEM BNT-BT-BKT 8% dan hasil EDS

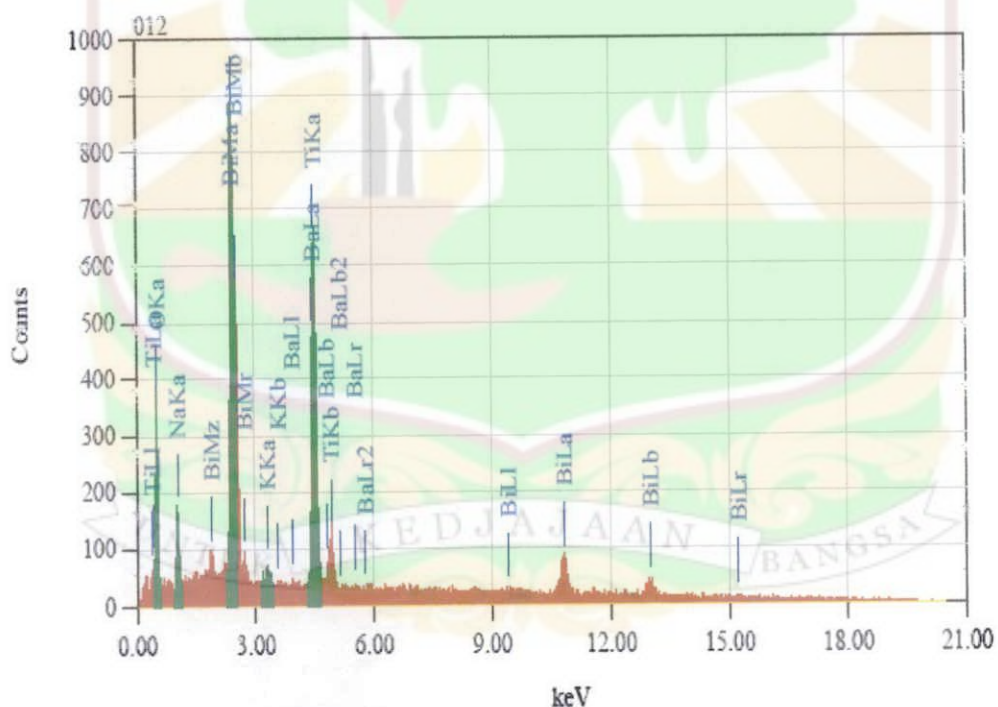
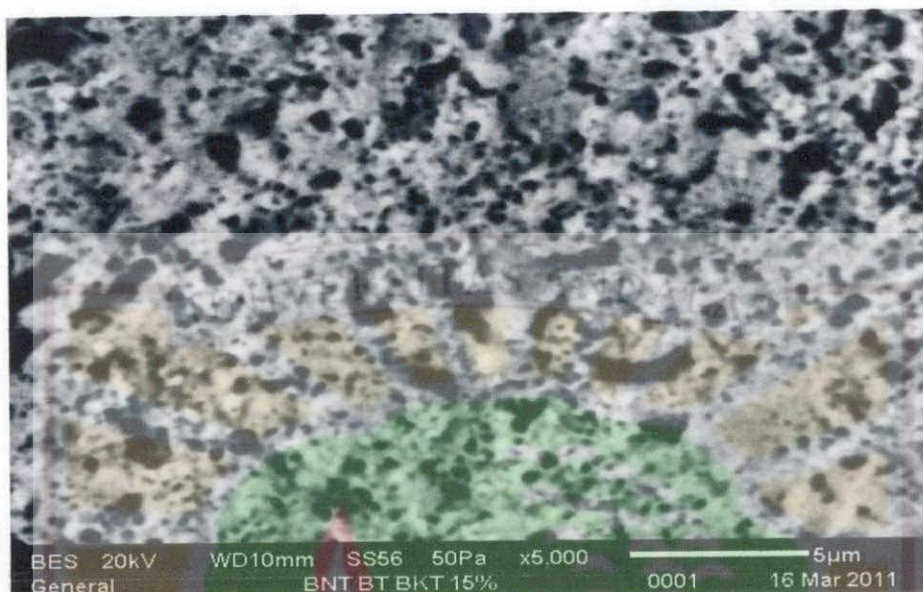


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2459

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	14.42	0.13	48.88				13.5170
Na K	1.041	4.62	0.10	10.90				3.1807
K K	3.312	0.33	0.08	0.46				0.3499
Ti K	4.508	20.04	0.12	22.69				21.6013
Ba L	4.464	9.94	0.28	3.92				10.2394
Bi M	2.419	50.65	0.22	13.14				51.1118
Total		100.00		100.00				

4. Hasil SEM BNT-BT-BKT 15% dan hasil EDS



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2564

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
O K	0.525	19.48	0.12	56.83				17.3818
Na K	1.041	4.25	0.09	8.64				2.9267
K K	3.312	0.90	0.07	1.08				0.9693
Ti K	4.508	21.16	0.10	20.62				22.9838
Ba L	4.464	6.24	0.25	2.12				6.4787
Bi M	2.419	47.97	0.20	10.71				49.2597
Total		100.00		100.00				

Lampiran 8

Foto Alat-alat Penelitian



Timbangan *electronic*
OHAUS GALAXY™160



Mortar



Spatula



Quartz Crucible



Oven Memmert



Dies



Hydraulic Press



Electric Furnace



XRD



SEM

Lampiran 9

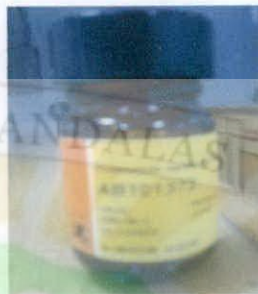
Foto Bahan Penelitian



Bi_2O_3 (99,999 %)



Na_2CO_3 (99,5 %)



K_2CO_3 (99,998 %) ABCR



TiO_2 (99,99 %)



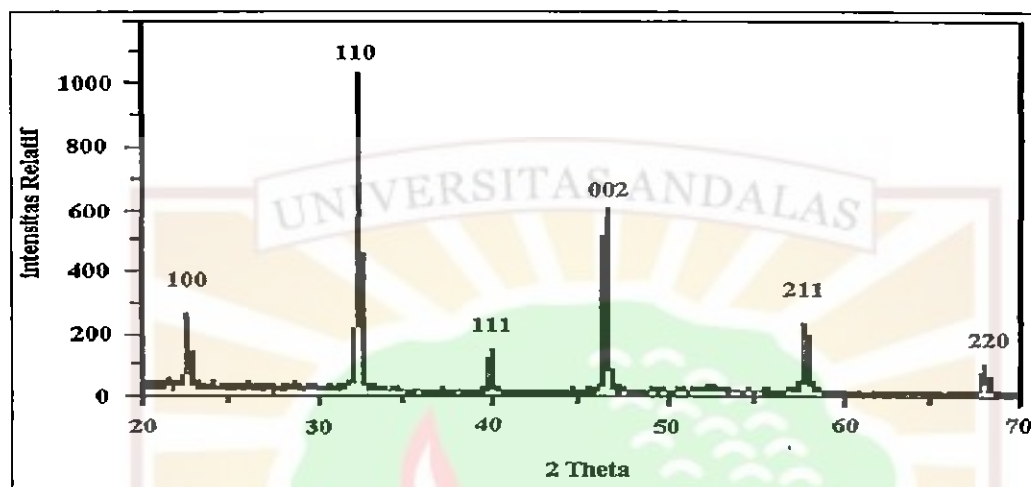
BaCO_3 (99%)



K_2CO_3 (99%) MERCK

Lampiran 10

Literatur



Gambar indeks Miller (sumber : Konapala, 2010)

Menghitung Parameter Kisi dari BNT-BT-BKT

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-BKT 2%

d untuk bidang (101) = 2,7541

$$\frac{1}{(2,7541)^2} = \frac{(1^2 + 0^2 + 1^2) \sin^2 a + 2(0 + 0 + 1)(\cos^2 a - \cos a)}{a^2(1 - 3 \cos^2 a + 2 \cos^3 a)}$$

$$0,131838 = \frac{2 \sin^2 a + 2(\cos^2 a - \cos a)}{a^2(1 - 3 \cos^2 a + 2 \cos^3 a)}$$

$$\begin{aligned}
 0,131838 &= \frac{2(1 - \cos^2 a) + 2(\cos^2 a - \cos a)}{a^2(1 - 3\cos^2 a + 2\cos^3 a)} \\
 a^2 &= \frac{2(1 - \cos a)}{0,132772(1 - 3\cos^2 a + 2\cos^3 a)} \quad (1)
 \end{aligned}$$

d untuk bidang (002) = 1,9472

$$\begin{aligned}
 \frac{1}{(1,9472)^2} &= \frac{(0^2 + 0^2 + 2^2)\sin^2 a + 2(0 + 0 + 0)(\cos^2 a - \cos a)}{a^2(1 - 3\cos^2 a + 2\cos^3 a)} \\
 0,263742 &= \frac{4\sin^2 a}{a^2(1 - 3\cos^2 a + 2\cos^3 a)} \\
 a^2 &= \frac{4\sin^2 a}{0,263742(1 - 3\cos^2 a + 2\cos^3 a)} \quad (2)
 \end{aligned}$$

Substitusi persamaan (1) ke (2)

$$\begin{aligned}
 \frac{2(1 - \cos a)}{0,131838(1 - 3\cos^2 a + 2\cos^3 a)} &= \frac{4\sin^2 a}{0,199423(1 - 3\cos^2 a + 2\cos^3 a)} \\
 0,263742(2(1 - \cos a)) &= 0,131838(4\sin^2 a) \\
 0,527483(1 - \cos a) &= 0,527352\sin^2 a \\
 0,527483(1 - \cos a) &= 0,527352(1 - \cos^2 a) \\
 0,527483 - 0,527483\cos a &= 0,527352 - 0,527352\cos^2 a \\
 0,527352\cos^2 a - 0,527483\cos a + 0,000132 &= 0
 \end{aligned}$$

Menggunakan rumus abc :

$$x_{1,2} = \frac{-b \pm \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a}$$

$$\cos_{1,2} a = \frac{0,527483 \pm \sqrt{(-0,527483)^2 - (4)(0,527352)(0,000132)}}{2(0,527352)}$$

$$\cos_{1,2} a = \frac{0,527483 \pm \sqrt{0,278239 - 0,000277}}{1,054704}$$

$$\cos_{1,2} a = \frac{0,527483 \pm \sqrt{0,277961}}{1,054704}$$

$$\cos_{1,2} a = \frac{0,527483 \pm 0,52722}{1,054704}$$

$$\cos a_1 = 1$$

$$\cos a_2 = 0,000249$$

$$a = \text{Arc cos } (0,000249)$$

$$a = 89,98^\circ$$

substitusi $\cos a = 0,000249$ ke persamaan (1)

$$a^2 = \frac{2(1 - 0,00249)}{0,131838(1 - 3(0,000249)^2 + 2(0,000249)^3)}$$

$$a^2 = \frac{2(0,999751)}{0,131838(1 - 1,86579 \times 10^{-7} + 3,10199 \times 10^{-11})}$$

$$a^2 = \frac{1,99950123}{0,13183797}$$

$$a = 3,894400242$$

b. Tetragonal

Dengan menggunakan rumus :

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

BNT-BT-BKT 2%

d untuk bidang (110) = 2,7541

$$\frac{1}{(2,7541)^2} = \frac{1^2 + 1^2 + 0^2}{a^2 + c^2}$$

$$0,131837995 = \frac{2}{a^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$a^2 = \frac{2}{0,131837995}$$

$$a = 3,894885572$$

d untuk bidang (101) = 2,7541

$$\frac{1}{(2,7541)^2} = \frac{1^2 + 0^2}{a^2} + \frac{1^2}{c^2}$$

$$0,131837995 = \frac{1}{a^2} + \frac{1^2}{c^2}$$

$$0,131837995 - \frac{1}{c^2} = \frac{1}{a^2}$$

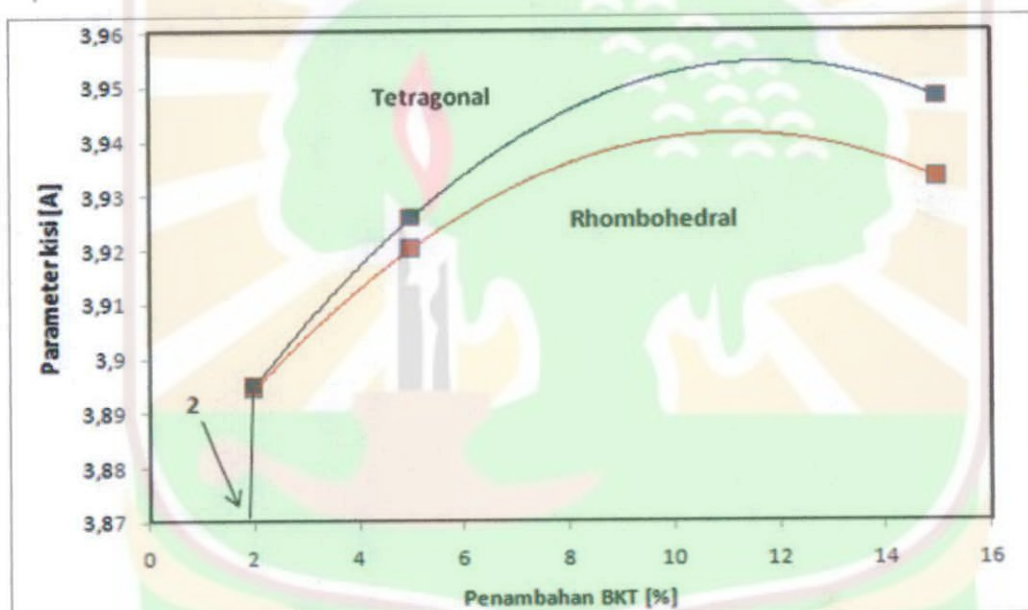
$$a^2 = \frac{1}{0,131837995 - \frac{1}{c^2}}$$

$$c^2 = \frac{1}{0,131837995 - 15,1761336^2}$$

$$c = 2,7541$$

Tabel. Hasil perhitungan parameter kisi untuk rhombohedral dan tetragonal

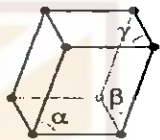
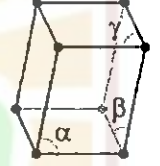
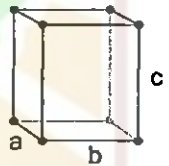
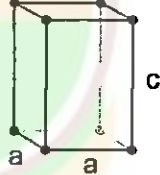
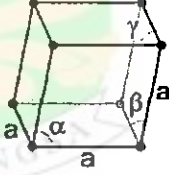
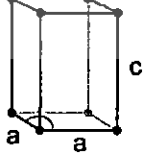
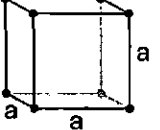
No	% BKT	Rhombohedral		Tetragonal	
		$a[\text{\AA}]$	$\alpha[^\circ]$	$a[\text{\AA}]$	$c[\text{\AA}]$
1	2	3,8944	89,98	3,8949	2,7541
2	5	3,9202	89,83	3,9258	2,7760
3	8	3,9096	89,89	3,9131	2,7670
4	15	3,9332	89,56	3,9479	2,7916



Gambar Hubungan harga $a[\text{\AA}]$ dari rhombohedral dan tetragonal terhadap penambahan % BKT

Lampiran 11

Tabel Sel satuan konvensional dan 14 kisi Bravais

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

(sumber : Kittel, 2005)

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) = $F/A = \text{N/m}^2$ $F = \text{Newton} = \text{kg m/s}^2$

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

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

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

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

Sehingga didapat

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

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

a (percepatan) merupakan nilai percepatan alat, dan dianggap konstan(1cm/s^2)