



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK BEBAS
TIMBAL (Pb) $\text{Bi}_0.5\text{Na}_0.5\text{TiO}_3$ (BKT) DAN $\text{Bi}^{1-x}\text{Na}_x\text{K}_y\text{Sb}_{1-y}\text{TiO}_3$
(BNKT) DENGAN METODE MOLTEN SALT**

SKRIPSI



**Lin Lidia Putama Mursal
07135003**

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

SKRIPSI

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK BEBAS
TIMBAL (Pb) $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) DAN $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT)
DENGAN METODE *MOLTEN SALT***

Yang disusun oleh

IIN LIDIA PUTAMA MURSAL
07 135 003

Telah dipertahankan di depan Dewan Penguji
pada tanggal 11 Juli 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

Afdal, M.Si.
NIP. 197601062000031001

Anggota

Dr.Elvaswer
NIP. 197005121998021001

Padang, 18 Juli 2011

Ketua Jurusan Fisika

FMIPA Universitas Andalas, Padang



Arif Budiman, M.Si.
NIP. 19731114 1999031004

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK
BEBAS TIMBAL (Pb) $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) DAN
 $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) DENGAN METODE *MOLTEN
SALT***

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi material piezoelektrik bebas timbal $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) dan $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) dengan metode *molten salt*. Sintesis BKT diawali dengan sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$. Kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ diproduksi dalam lelehan garam (NaCl-KCl) dengan mencampurkan dua bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 . Selanjutnya $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang telah terbentuk ditambahkan dengan K_2CO_3 berlebih untuk menghasilkan BKT. Sintesis BNKT pada tahap pertama diawali dengan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam lelehan garam dengan bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 . $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk kemudian di tambahkan Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2 . Untuk selanjutnya pada tahap kedua disintesis menjadi BNKT dengan dua proses. Proses pertama dalam lelehan garam (*molten salt* total, BNKT MS MS) dan proses kedua adalah pemberian tekanan (BNKT MS SS). BKT dan BNKT yang telah disintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristal sedangkan bentuk morfologi dianalisis dengan SEM. Variasi proses pada BKT adalah variasi massa K_2CO_3 dan variasi pada BNKT adalah variasi proses sintesis. Berdasarkan karakterisasi XRD yang menunjukkan terbentuknya struktur *perovskite* yang merupakan struktur dari bahan piezoelektrik dan kehomogenan morfologi mikrostruktur yang dikarakterisasi dengan SEM maka didapatkan bahwa BKT optimal terbentuk pada perbandingan massa 1 gram $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan 2 gram K_2CO_3 (BKT 1:2). Sedangkan untuk BNKT optimal terbentuk pada proses sintesis dengan menggunakan metode *molten salt* secara total dikarenakan struktur *perovskite* yang terbentuk pada BNKT MS MS tersebut mengindikasikan terbentuknya fasa BNKT secara utuh. Ukuran butir kristal BKT 1:1,5 yang terbentuk sama dengan 18,8 nm, BKT 1:2 sama dengan 47 nm, kristal BNKT MS MS sama dengan 47 nm dan BNKT MS SS sama dengan 94 nm.

Kata kunci : $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) ; $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) ;
molten salt

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF LEAD (Pb)-FREE
PIEZOELECTRIC MATERIALS $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) AND
 $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) WITH MOLTEN SALT METHOD**

ABSTRACT

Synthesis and characterization of lead-free piezoelectric materials $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) and $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) have been done by molten salt method. BKT crystals were prepared with $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ crystals as starting material. $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ crystals were produced in molten salt (NaCl-KCl) with Bi_2O_3 and TiO_2 were used as starting materials. And then $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ was mixed with excessive Na_2CO_3 to obtained BKT. $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) synthesis get started by $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ synthesis in molten salt with Bi_2O_3 and TiO_2 were used as starting materials for the first stage. Additional amounts of Na_2CO_3 , K_2CO_3 , and TiO_2 to the stoichiometry were included in the mixing batch to react with the $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. The second stage of BNKT synthesis in two process. First process, continued molten salt (completely molten salt, BNKT MS MS). Second process, The BNKT powder were pressed (BNKT MS SS). The phase identification and crystals structure were examined characterization by X-ray diffraction (XRD) and grain morphology of BNKT ceramics were examined by scanning electron microscope (SEM). Various mass of K_2CO_3 in BKT synthesis and various process in BNKT synthesis. At $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ and K_2CO_3 were mixed in the mass ratio of 1:2 (BKT 1:2) fully formed BKT was obtained it caused by perovskite structure of piezoelectric were examined characterization by X-ray diffraction (XRD) and morphology of microstructure that homogene by scanning electron microscope (SEM). Whereas for optimal BNKT was obtained by completely molten salt process it caused by the peak showed the perovskite structure and full formation of BNKT phase. The calculated crystallite size of BKT 1:1,5 is 18,8 nanometers and BKT 1:2 is 47 nanometers. The calculated particle size of BNKT MS MS is 47 nanometers and BNKT MS SS is 94 nanometers.

Keywords : $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) ; $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) ;
molten salt

3. Bapak Arif Budiman, M.Si sebagai ketua Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang telah banyak memberikan bantuan selama ini.
4. Bapak Afdal, M.Si sebagai ketua penguji.
5. Bapak Dr. Elvaswer sebagai anggota tim penguji.
6. Bapak dan Ibu Dosen yang telah memberikan ilmu dan pengalaman berharga bagi penulis selama ini. Semoga Allah memberikan nikmat dan rahmat yang berlimpah bagi Bapak dan Ibu semua.
7. Bapak Ibu Karyawan dan Karyawati Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.
8. Teman-teman Relativitas'07, terimakasih atas hubungan pertemanan yang indah selama ini, atas pengalaman dan cerita yang tak akan pernah terlupakan semoga Allah merahmati kita semua.

Terakhir, penulis mohon maaf jika terdapat kesalahan dan kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Terimakasih penulis ucapkan atas kritikan dan saran yang membangun demi kesempurnaan skripsi ini dan pembelajaran bagi penulis ke depannya. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi kita semua.

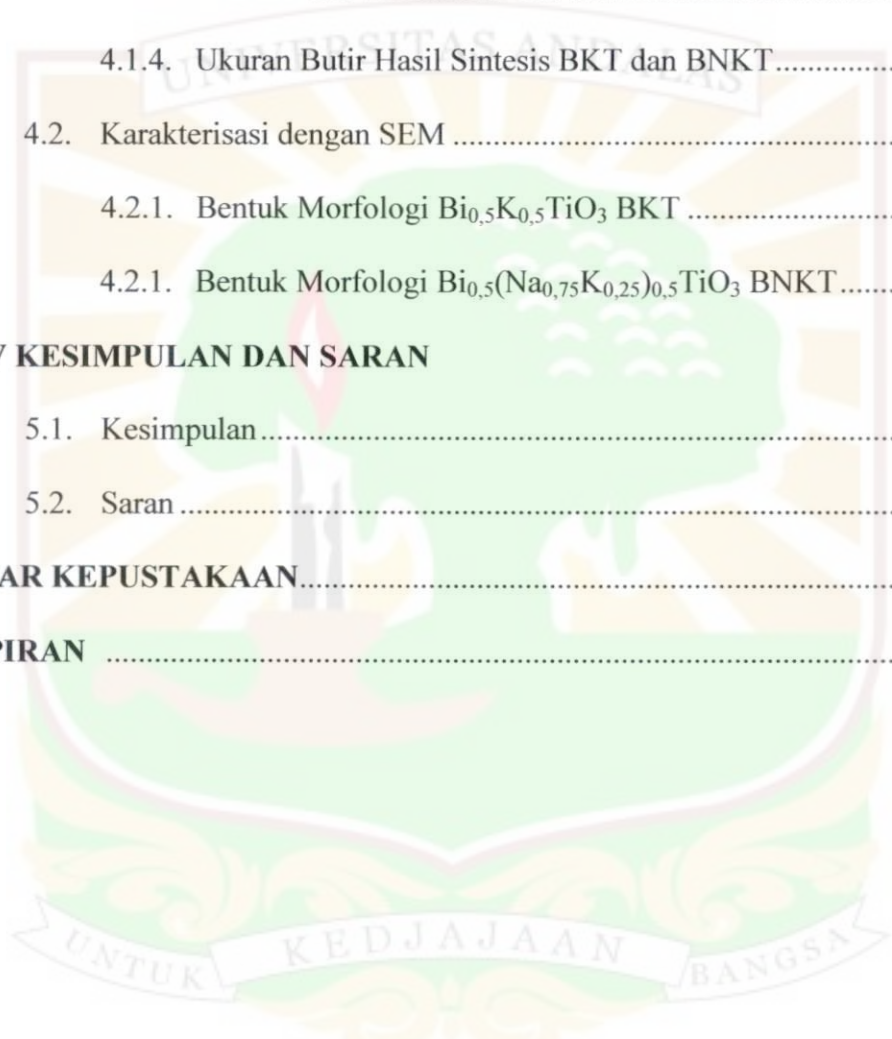
Padang, Juli 2011

Penulis

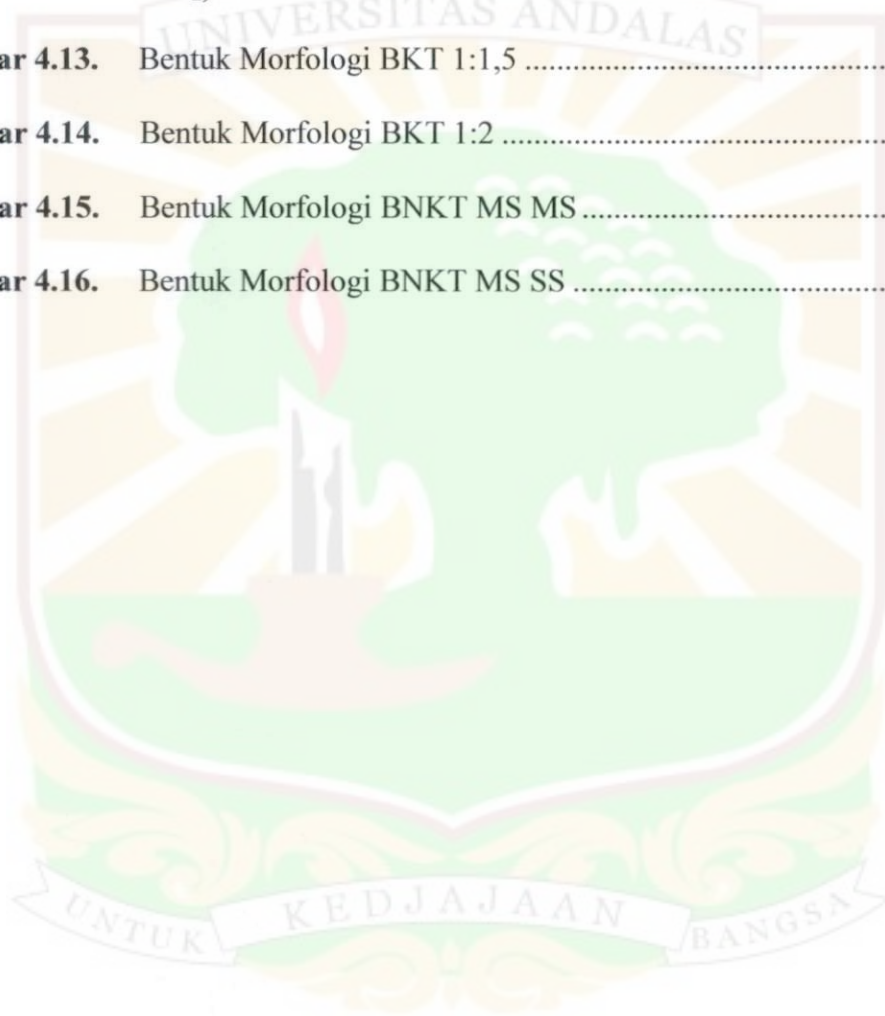
DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Tujuan Penelitian.....	3
1.3. Manfaat Penelitian.....	4
1.4. Batasan Masalah.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Tinjauan Pustaka.....	5
2.2. Landasan Teori.....	7
2.2.1. Material Dielektrik.....	7
2.2.2. Struktur Kristal.....	8
2.2.3. Struktur Kristal <i>Perovskite</i>	10
2.2.4. Suhu Curie.....	10
2.2.5. Material Piezoelektrik.....	11

4.1.3.2. Analisis Pola Difraksi Sintesis BNKT MS MS.....	43
4.1.3.3. Analisis Pola Difraksi Sintesis BNKT MS SS.....	47
4.1.3.4. Perbandingan produk sintesis BNKT MS MS dan BNKT MS SS.....	48
4.1.4. Ukuran Butir Hasil Sintesis BKT dan BNKT.....	50
4.2. Karakterisasi dengan SEM	50
4.2.1. Bentuk Morfologi $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ BKT	50
4.2.1. Bentuk Morfologi $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ BNKT.....	52
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1. Kesimpulan.....	53
5.2. Saran	54
DAFTAR KEPUSTAKAAN.....	55
LAMPIRAN	57

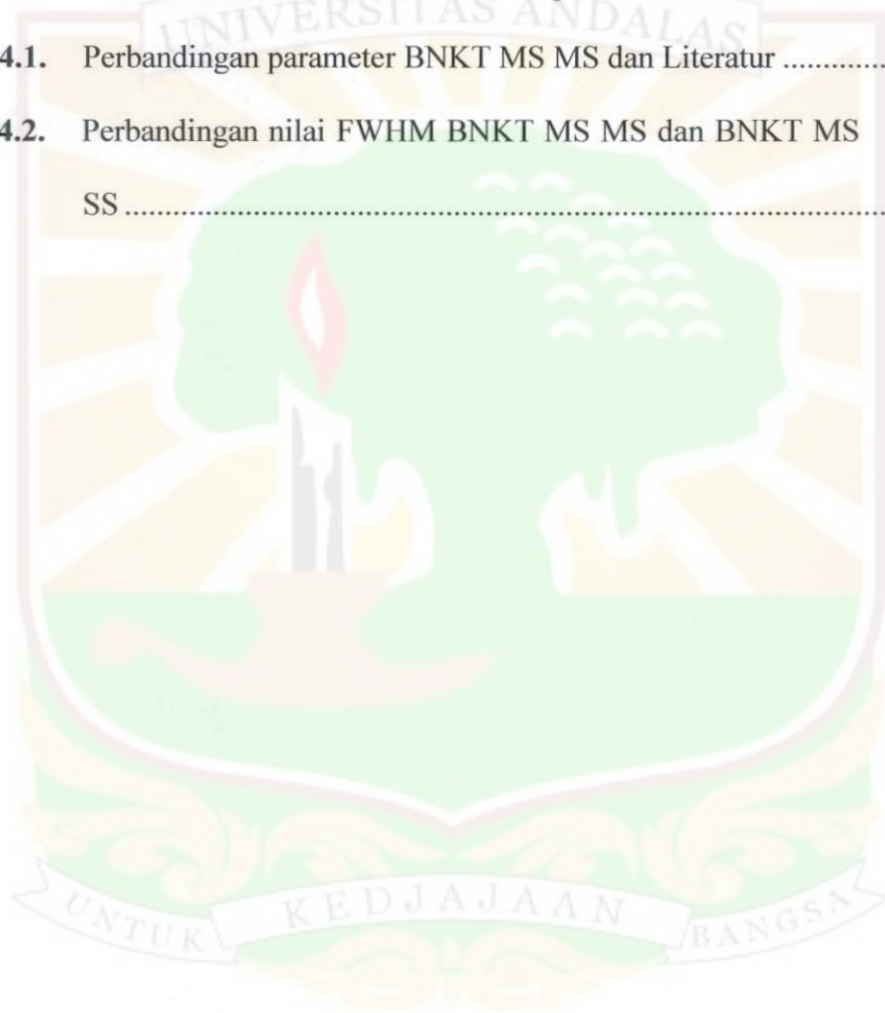


Gambar 4.10.	Pola difraksi BNKT MS MS dan Gabungan Bahan Dasar Pembentuknya ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ BIT, Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2)	44
Gambar 4.11.	Pola Difraksi BNKT Eksperimen dan Literatur.....	45
Gambar 4.12.	Pola difraksi BNKT MS SS dan Bahan Dasar Pembentuknya ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ BIT, Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2)	47
Gambar 4.13.	Bentuk Morfologi BKT 1:1,5	51
Gambar 4.14.	Bentuk Morfologi BKT 1:2	51
Gambar 4.15.	Bentuk Morfologi BNKT MS MS	52
Gambar 4.16.	Bentuk Morfologi BNKT MS SS	52



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Struktur Kristal secara Umum.....	9
Tabel 3.1. Variasi Massa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dan K_2CO_3 pada Proses Sintesis BKT.....	23
Tabel 4.1. Perbandingan parameter BNKT MS MS dan Literatur	46
Tabel 4.2. Perbandingan nilai FWHM BNKT MS MS dan BNKT MS SS	49



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar Bi_2O_3 eksperimen dengan tabel Hanawalt.....	57
Lampiran 2 Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar Na_2CO_3 eksperimen dengan tabel Hanawalt.....	60
Lampiran 3 Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar K_2CO_3 eksperimen dengan tabel Hanawalt.....	63
Lampiran 4 Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar TiO_2 eksperimen dengan tabel Hanawalt.....	65
Lampiran 5 Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ eksperimen dengan tabel Hanawalt.....	67
Lampiran 6 Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ eksperimen dengan tabel Hanawalt.....	69
Lampiran 7 Perhitungan ukuran butir.....	71
Lampiran 8 Foto Alat dan Bahan.....	74

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Bahan piezoelektrik merupakan bahan keramik yang telah lama dikenal tetapi baru dikembangkan beberapa waktu belakangan ini. Menurut Sharma (2006) bahan ini menarik untuk dikembangkan karena sifatnya yang reversibel yaitu apabila pada bahan diberikan tekanan maka akan menghasilkan tegangan listrik sebaliknya apabila tegangan listrik diaplikasikan pada bahan maka akan terjadi perubahan dimensi bahan.

Dengan kemampuan dan sifatnya yang reversibel tersebut pengembangan bahan piezoelektrik memiliki cakupan aplikasi yang luas dan terus dikembangkan. Pengaplikasian dari material piezoelektrik ini antara lain sebagai aktuator dan transduser seperti pembangkit gelombang ultrasonik. Dalam perannya pada bidang kesehatan salah satunya dapat dilihat pada alat-alat ultrasonografi (USG).

Material piezoelektrik yang saat ini banyak digunakan dan diproduksi adalah $\text{Pb}(\text{ZrTi})\text{O}_3$ (PZT) karena memiliki sifat piezoelektrik yang sangat baik dan mudah diproduksi (Lee dkk, 2007). Hanya saja PZT mengandung unsur Timbal (Pb) yang berbahaya terhadap kesehatan. Efek negatif dari Pb ini bisa didapatkan dari dua hal. Pertama pada saat pengaplikasian bahan PZT itu sendiri, yang kedua pada saat sintesis, dimana sisa bahan Pb dari proses sintesis dalam skala industri jumlahnya akan sangat besar dan akan sangat membahayakan kesehatan dan lingkungan.

Dilatarbelakangi dari hal tersebut maka para peneliti mulai mengembangkan bahan piezoelektrik bebas timbal. Salah satu alternatif terbaik adalah Bismuth Natrium Titanat ($\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$, BNT) karena BNT merupakan bahan keramik yang memiliki sifat piezoelektrik yang cukup kuat meskipun masih dibawah PZT dengan polarisasi Remanen $P_r = 38 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, temperatur Curie $T_c = 320 \text{ }^\circ\text{C}$, konstanta piezoelektrik $d_{33} = 73 \text{ Pc}/\text{N}$ dan dapat bekerja tanpa penambahan Pb (Hussain dkk, 2009).

Bagaimanapun juga, BNT masih memiliki kelemahan dimana BNT merupakan bahan yang memiliki permasalahan dalam proses pemolangan dikarenakan medan koersifnya yang tinggi (Hussain dkk, 2009). Oleh sebab itu agar dapat meningkatkan *performance* dari BNT yang bebas timbal, maka BNT terus dikembangkan dengan penambahan bahan-bahan lain seperti penambahan $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) dan Kalium (K). Bahan BNT yang dilakukan penambahan BKT dinamakan BNT-BKT (Yoshi dkk, 2006) sedangkan bahan BNT yang dilakukan penambahan kalium dinamakan BNKT (Hussain dkk, 2009).

Sintesis bahan piezoelektrik dapat dilakukan dengan dua metode yaitu dengan metode konvensional *solid state reaction* atau disebut juga dengan metode kering dan metode basah. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis dan karakterisasi bahan piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) dan $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) dengan metode *molten salt*. Metode *molten salt* merupakan salah satu jenis dari metode basah.

Solid state reaction merupakan metode yang umum digunakan, metode ini relatif sederhana yaitu hanya dengan mencampurkan semua bahan dasar kemudian

dikompaksi (ditekan) dilanjutkan dengan proses sintering pada temperatur tertentu sehingga terbentuk bahan yang diinginkan. Namun metode ini mempunyai beberapa kekurangan diantaranya dibutuhkan suhu sintering yang lebih tinggi dan bahan yang didapat kurang homogen dibandingkan dengan metode basah.

Dengan menggunakan metode basah semua kekurangan dari metode kering tersebut dapat diatasi namun dibutuhkan bahan tambahan untuk mempercepat reaksi dan prosedur pengerjaannya menjadi lebih panjang. Metode basah terbagi menjadi tiga jenis yaitu metode *solgel*, hidrotermal dan *molten salt*. Pada penelitian ini digunakan metode *molten salt* karena bahan tambahan yang digunakan relatif mudah didapat yaitu NaCl dan KCl. Sedangkan sintesis bahan dengan metode *solgel* dan hidrotermal relatif sulit dilakukan karena bahan-bahan kimia yang digunakan pada metode ini sulit didapat dan membutuhkan biaya yang tinggi.

1.2. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. mendapatkan bahan piezoelektrik bebas timbal $\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3$ (BKT) dan $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.75}\text{K}_{0.25})_{0.5}\text{TiO}_3$ (BNKT) dengan menggunakan metode *molten salt*.
2. mendapatkan analisis struktur piezoelektrik bebas timbal $\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3$ (BKT) dan $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.75}\text{K}_{0.25})_{0.5}\text{TiO}_3$ (BNKT).

1.3. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah memberikan tambahan informasi dalam pengembangan bahan piezoelektrik bebas timbal baik dalam bidang penelitian maupun dalam bidang industri.

1.4. Batasan Masalah

1. Menggunakan metode *molten salt* (NaCl + KCl dengan perbandingan massa 1:1) dengan suhu sintering 950°C.
2. Sintesis $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) dengan variasi massa K_2CO_3 .
3. Sintesis $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) dengan variasi proses sintesis dimana sebagai pembanding sintesis BNKT dilakukan sintesis menggunakan kompaksi dengan suhu sintering 1000°C.
4. Identifikasi dan analisis struktur pada bahan dasar, BNT dan BNKT dengan menggunakan XRD dan SEM.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Tinjauan Pustaka

Penelitian ini mengacu kepada beberapa penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, pertama adalah penelitian tentang sintesis dan karakterisasi $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) dengan menggunakan metode *molten salt* oleh Hussein dkk pada tahun 2009. Pada penelitian tersebut dibandingkan hasil sintesis BNKT yang disintesis dengan metode konvensional (*solid state reaction*) dan metode *molten salt*.

Pada penelitian Hussein dkk, bahan awal Bi_2O_3 dan TiO_2 dengan perbandingan molar masing-masing 2:3 disintesis dengan menggunakan metode *molten salt* dengan perbandingan massa NaCl dan KCl yang digunakan adalah 1:1. Kemudian bahan tersebut dicampur dan dipanaskan pada suhu $1050\text{ }^\circ\text{C}$ sehingga terbentuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang terbentuk direaksikan dengan Na_2CO_3 dan K_2CO_3 untuk menghasilkan BNKT. Proses pengkarakterisasiannya dilakukan dengan XRD dan SEM. Hasil dari penelitian Hussain dkk menyatakan bahwa kristal piezoelektrik berhasil disintesis dan memperlihatkan struktur *perovskite* baik dengan menggunakan metode *solid state* maupun *molten salt*.

Kemudian pada tahun 2010 dilakukan penelitian tentang sintesis dan karakterisasi bahan piezoelektrik ($\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$) BNT dengan metode *molten salt* oleh Dona Triwahyuni. Tahapan awalnya adalah mensintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 . Variasi yang dilakukan adalah variasi suhu sintering,

massa campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 dan massa campuran NaCl dan KCl . Untuk pengkarakterisasiannya digunakan XRD dan SEM.

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Triwahyuni (2010) diketahui bahwa untuk pembuatan $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ suhu sintering terbaiknya adalah 950°C dan massa campuran NaCl dan KCl terbaiknya adalah sama dengan massa campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 dengan perbandingan molar 1:4. Untuk pembuatan BNT, senyawa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk direaksikan dengan Na_2CO_3 . BNT dengan hasil terbaik yang didapat pada penelitian Dona Triwahyuni ini terbentuk pada suhu 650°C . Selanjutnya, pada penelitian ini juga mengacu pada literatur dari hasil penelitian Setasowon pada tahun 2004 dan 2005. Setasowon melakukan sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan metode *molten salt* dengan suhu sintering terbaiknya terletak pada 1100°C dan 1000°C .

Pada penelitian kali ini, akan dilakukan sintesis dan karakterisasi material piezoelektrik BKT dan BNKT dengan menggunakan metode *molten salt*. Tahapan awal pembuatan dopan BKT adalah dengan mensintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$. Dengan suhu sintering 950°C dan massa campuran NaCl dan KCl sama dengan massa campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 . $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk akan direaksikan dengan K_2CO_3 untuk menghasilkan dopan BKT dengan suhu sintering 650°C .

Sedangkan untuk sintesis BNKT pada penelitian ini diawali dengan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dengan suhu sintering 950°C dan massa campuran NaCl dan KCl sama dengan massa campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 . BIT yang terbentuk akan direaksikan dengan bahan dasar sehingga terbentuk BNKT.

2.2. Landasan Teori

2.2.1. Material Dielektrik

Material ditinjau dari sifat kelistriknnya dapat dikelompokkan sebagai material isolator/dielektrik, semikonduktor, dan konduktor. material dielektrik mempunyai sifat sulit menghantarkan listrik.

Material 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).

Pemisahan antara muatan listrik positif dan muatan listrik negatif pada bahan tersebut diakibatkan karena adanya polarisasi. Polarisasi adalah pergerakan ion dan molekul-molekul polar di dalam bahan dielektrik yang diakibatkan oleh adanya medan listrik yang menyebabkan dua sisi yang berlawanan pada material dielektrik memiliki muatan yang berlawanan (Smallman, 2000).

Bahan dielektrik yang memiliki polarisasi spontan dinamakan bahan feroelektrik. Beberapa material feroelektrik menunjukkan adanya sifat piezoelektrik, yaitu material keramik. Dimana material keramik adalah material anorganik yang merupakan material polikristalin yang memperoleh kekuatan mekanisnya melalui proses sintering.

$Pb(ZrTi)O_3$ (PZT), $Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO_3$ (BNT), $Bi_{0.5}K_{0.5}TiO_3$ (BKT) dan lain-lain merupakan contoh dari material keramik dielektrik yang memiliki sifat piezoelektrik. Pada material dielektrik yang memiliki sifat piezoelektrik dipol

listrik yang terpolarisasi pada material disebabkan adanya tekanan mekanik yang diberikan pada material tersebut.

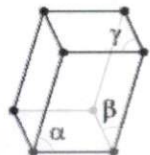
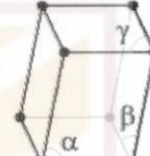

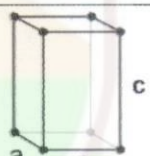
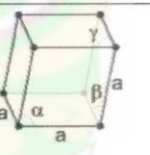
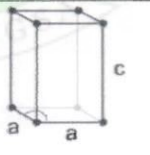
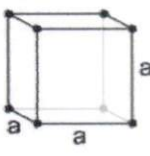
2.2.2. Struktur Kristal

Kristal dapat didefinisikan sebagai suatu material yang terdiri dari atom-atom yang tersusun secara berulang dalam pola tiga dimensi dengan rangkaian yang panjang (Cullity, 1978). Dalam telaah mengenai geometri kristal setiap atom dalam kristal sempurna dianggap sebagai suatu titik, tepat pada kedudukan setimbang setiap atom dalam ruang. Pola geometrik yang diperoleh dinamakan kisi kristal.

Kisi kristal merupakan jarak antar atom pada kristal atau sering juga disebut dengan konstanta kisi. Suatu konstanta kisi kristal yang terbentuk dalam bentuk 3 dimensi diberi simbol dengan a , b dan c . Sudut antara ketiga konstanta kisi tersebut diberi simbol dengan α , β dan γ . Misalnya, untuk kristal yang berbentuk kubik, konstanta kisinya sama dalam ketiga arah koordinat ($a = b = c$) dan sudut antara ketiga sisinya sama besar yaitu 90° ($\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$), sedangkan untuk kristal yang bukan kubik konstanta kisinya berbeda dalam ketiga arah koordinat. Volume sel satuan ditetapkan oleh 3 kisi (a , b dan c) dan 3 sudut (α , β dan γ).

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

Tabel 2.1. Struktur Kristal secara Umum

Sistem Kristalografi	Panjang sumbu Dan sudut	Kisi Bravais	Simbol Kisi	Skema tiga-dimensi Simple
Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	- Simple	P	
Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$ atau $a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	- Simple - Base-centered	P C	
Ortorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	- Simple - Base-centered - Face-centered - Body-centered	P C F I	
Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	- Simple - Body-centered	P I	
Trigonal Rombohedral	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ < 120^\circ$	- Simple	P	
Hexagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	- Simple	P	
Kubus	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	- Simple - Face-centered - Body-centered	P F I	

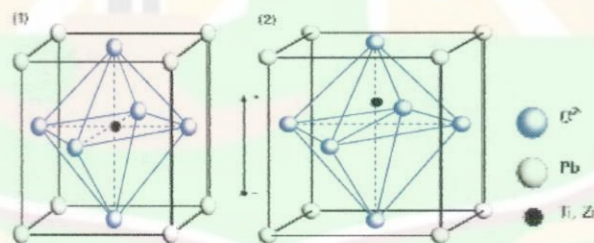
(Sumber : Kittel, 2004)

2.2.3. Struktur Kristal *Perovskite*

Material keramik dielektrik memiliki struktur kristal *perovskite*. Struktur kristal *perovskite* adalah struktur kristal dengan rumus umum ABO_3 yang mempunyai 3 (tiga) tipe kation dan 1 (satu) tipe anion (Damjanovic, 2001).

Struktur kristal *perovskite* digambarkan sebagai gabungan struktur FCC (*Face Centered Cubic*) dan BCC (*Body Centered Cubic*). Terdiri dari delapan ion besar A^{a+} , satu ion kecil B^{b+} , dan enam ion O^{2-} dimana ion A^{a+} berada pada sudut sel satuan, ion O^{2-} berada pada permukaan sel satuan dan ion B^{b+} menduduki lokasi di pusat diagonal ruang dari struktur kristal tersebut.

Salah satu contoh struktur *perovskite* dari material keramik dielektrik yang merupakan bahan piezoelektrik yang banyak dipakai saat ini adalah $Pb(ZrTi)O_3$ (PZT). Struktur kristalnya dapat dilihat pada Gambar 2.1 berikut.



Gambar 2.1 Struktur *Perovskite* dari kristal PZT
(Sumber : Sharma, 2006)

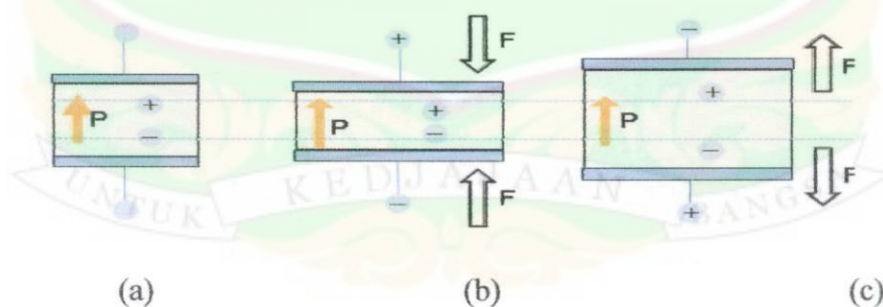
2.2.4. Suhu Curie

Suhu Curie (T_c) merupakan karakteristik penting dari material feroelektrik. Ketika terjadi penurunan suhu hingga berada di bawah suhu Curie (T_c). Terjadi transisi fasa kristal dari fasa paraelektrik ke fasa feroelektrik (Sharma, 2006).

Pada saat suhu berada di atas suhu Curie, maka struktur kristal bahan tersebut adalah kubik dan kristal tidak memperlihatkan feroelektrisitas. Sedangkan ketika suhu berada dibawah suhu Curie strukturnya menjadi tetragonal atau rhombohedral dan kristal memperlihatkan feroelektrisitasnya.

2.2.5. Material Piezoelektrik

Piezoelektrik berasal dari bahasa Yunani yaitu piezo yang artinya tekanan dan elektrik yang berarti listrik. Bahan piezoelektrik adalah suatu bahan yang apabila diberi *stress* (tekanan) mekanik akan menghasilkan medan listrik sebaliknya apabila medan listrik diterapkan pada bahan piezoelektrik akan terjadi deformasi mekanik (perubahan dimensi bahan). Sifat yang reversibel ini membuat material piezoelektrik dapat berfungsi sebagai transduser dan aktuator (Sharma, 2006) serta menarik untuk dikembangkan. Efek piezoelektrik yang reversibel tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.2.



P = pulling direction
 F = stress direction

Gambar 2.2. Efek piezoelektrik
 (a) Tanpa diberikan tekanan.
 (b) Tekanan pada bahan menghasilkan medan listrik.
 (c) Medan listrik menyebabkan perubahan dimensi bahan
 (Sumber: Physics Instrument, 2010)

Material piezoelektrik ditemukan pertama kali pada tahun 1880-an oleh Jacques dan Pierre Curie. Curie bersaudara memperlihatkan adanya muatan listrik ketika diberikan suatu tekanan pada beberapa material tertentu. Tetapi mereka tidak memprediksi adanya sifat kebalikan dari efek piezoelektrik tersebut. Efek yang sebaliknya secara matematis didapat dari buku "*Fundamental Thermodynamic Principles*" oleh Gabriel Lippmann pada tahun 1881. Curie bersaudara segera membenarkan adanya efek kebalikan itu, dan melanjutkan penelitian untuk memperoleh bukti kuantitatif bagaimana suatu material dapat bergetar karena diberi muatan listrik.

Sifat reversibel yang dimiliki oleh piezoelektrik dapat dijelaskan sebagai berikut. Di dalam sebuah kristal piezoelektrik, muatan listrik positif dan muatan listrik negatif terpisah namun terdistribusi simetris sehingga kristal keseluruhan secara elektrik bersifat netral. Ketika diterapkan *stress* (tekanan), maka distribusi muatan yang simetris akan terganggu sehingga muatan menjadi tidak simetris lagi, dan muatan yang tidak simetris inilah yang menimbulkan medan listrik.

Sebaliknya, ketika medan listrik diterapkan pada material piezoelektrik akan terjadi deformasi mekanik yang menyebabkan material berubah dimensi (struktur kristalnya dari kubik menjadi tetragonal atau rhombohedral). Peristiwa ini dikarenakan pada saat medan listrik melewati material, molekul yang terpolarisasi akan menyesuaikan dengan medan listrik, dihasilkan dipole yang terinduksi dengan molekul atau struktur kristal materi. Penyesuaian molekul ini mengakibatkan material berubah dimensi.

Material piezoelektrik merupakan keramik yang terpolarisasi. Keramik yang terpolarisasi yaitu beberapa bagian molekul bermuatan positif dan sebagian yang lain bermuatan negatif dengan elektroda-elektroda yang menempel pada dua sisi yang berlawanan.

Sifat reversibel dari material piezoelektrik dapat dimanfaatkan untuk berbagai macam aplikasi, antara lain sensor, aktuator, transduser dan peralatan elektronik lainnya.

Pada transduser, bahan piezoelektrik mengubah sinyal listrik menjadi getaran mekanik dan mengubah kembali getaran mekanik menjadi energi listrik. material piezoelektrik diposisikan sebagai elemen aktif transduser. Elemen aktif adalah inti dari transduser yang mengubah energi listrik menjadi energi suara dan sebaliknya.

Material piezoelektrik yang banyak diproduksi dan diaplikasikan pada saat ini adalah PZT, karena material ini memiliki sifat-sifat piezoelektrik yang sangat baik (Lee dkk, 2007). Semakin baik sifat piezoelektriknya maka akan semakin baik pula pengaplikasiannya.

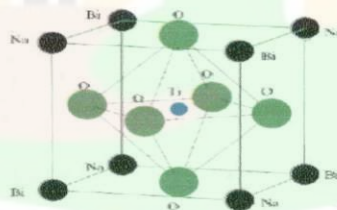
Hanya saja, PZT mengandung timbal (Pb) lebih dari 60% (Hussain dkk, 2009). Timbal merupakan bahan yang mengandung racun dan sangat berbahaya karena dapat menyebabkan kerusakan pada ginjal, otak dan sistem tubuh lainnya.

Oleh sebab itu, maka dikembangkanlah material piezoelektrik PZT yang bebas timbal dan ramah lingkungan, alternatif terbaik jatuh kepada Bismuth Natrium Titanat (BNT).

2.2.6. BNT (Bismuth Natrium Titanat)

BNT merupakan bahan dielektrik yang saat ini sedang dipelajari karena memiliki konstanta piezoelektrik yang cukup tinggi serta kemampuannya yang cukup baik tanpa penambahan bahan timbal. Selain itu BNT juga memiliki rentang temperatur Curie yang tinggi. Kisaran temperatur yang tinggi ini dapat dimanfaatkan dalam industri minyak dan gas alam (sebagai alat pengeboran), otomotif, militer dan lain-lain.

Struktur kristal dari Bismut Natrium Titanat adalah perovskite dengan rumus umum ABO_3 . Rumus standar perovskite ABO_3 untuk BNT adalah $(Bi_{0,5}Na_{0,5})TiO_3$. Dimana atom Na dan Bi menempati posisi di sudut sel satuan, atom O di permukaan sela satuan dan Ti berada di tengah oktahedral oksigen yang terbentuk. Struktur kristal BNT dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur kristal BNT
(sumber : Seifert, 2010)

BNT merupakan alternatif pengganti PZT yang cukup menjanjikan. BNT memiliki sifat feroelektrik yang tinggi dengan *remanent polarization* $Pr = 38 \mu C/cm^2$ dan suhu curie yang tinggi sebesar $320^\circ C$ (Hussain dkk, 2009) Selain itu, BNT juga memiliki struktur kristal yang sama dengan PZT dan dalam pembuatannya bebas timbal.

Kelemahan dari BNT adalah meskipun BNT memiliki polarisasi remanen yang tinggi tetapi medan koersifnya juga tinggi $E_c = 73$ kV/cm. Medan koersif yang tinggi merupakan permasalahan dari proses pemolangan, Bahan piezoelektrik yang baik apabila memiliki polarisasi remanen yang tinggi dan medan koersifnya rendah. Selain itu konstanta dielektrik dan konstanta piezoelektrik BNT juga masih berada di bawah PZT. BNT memiliki konstanta piezoelektrik sebesar $d_{33} = 92$ pc/N sedangkan untuk PZT $d_{33} = 120$ pc/N.

2.2.7. BNT-BKT dan BNKT

Kualitas BNT sebagai alternatif pengganti bahan piezoelektrik PZT yang bebas timbal ternyata masih berada dibawah PZT. Hal ini membuat para peneliti terus berusaha mencari solusi penanggulangannya. Maka untuk meningkatkan sifat piezoelektriknya, BNT di doping dengan bahan-bahan lain. Doping adalah memberikan impuritas atau pengotor untuk memperbaiki kualitas dari suatu bahan.

Oleh sebab itu, untuk mendapatkan bahan piezoelektrik terbaik yang bebas timbal komposisi BNT dimodifikasi dengan penambahan dopan seperti Zr, K, La, Nb, $BaTiO_3$ (BT), $Bi_{0,5}K_{0,5}T_{0,5}$ (BKT) dan lain-lain. Bahan BNT yang dilakukan penambahan BKT dinamakan BNT-BKT (Yoshi dkk, 2006) sedangkan bahan BNT yang dilakukan penambahan kalium dinamakan BNKT (Hussain dkk, 2009).

Salah satu pengaruh kalium untuk modifikasi keramik piezoelektrik dari BNT-BKT ($Bi_{0,5}Na_{0,5}T_{0,5} - Bi_{0,5}K_{0,5}T_{0,5}$) sebagaimana dikembangkan oleh Yoshi dkk (2006) memiliki sifat elektromekanik tinggi hampir menyamai bahan PZT

dengan strain tinggi 0,23 %. Sehingga pengaruh kalium ini tentunya akan memiliki arti penting untuk modifikasi bahan piezoelektrik BNT yang bebas timbal.

2.2.8. Metode *Molten Salt*

Terdapat dua metode yang digunakan untuk mensintesis suatu bahan, yaitu metode kering dan metode basah. Metode kering ini disebut juga dengan *solid state reaction* dan merupakan metode yang banyak dipakai.

Proses sintesis bahan dengan menggunakan metode kering relatif lebih sederhana dibandingkan dengan metode basah. Namun metode ini mempunyai beberapa kekurangan diantaranya dibutuhkan suhu sintering yang lebih tinggi dan bahan yang didapat kurang homogen.

Dengan menggunakan metode basah, kekurangan dari metode kering tersebut dapat diatasi. Hanya saja dibutuhkan bahan lain untuk proses penghomogenannya selain itu dibutuhkan prosedur pengerjaan yang lebih panjang.

Metode basah tersebut dibagi menjadi tiga jenis, yaitu metode *solgel*, hidrotermal dan *molten salt*. Menurut Sahoo (2008) Metode *molten salt* merupakan suatu metode yang digunakan untuk mensintesis suatu bahan dimana proses sintesis terjadi dalam lelehan garam.

Molten salt dapat dibuat dengan mencampurkan Natrium klorida (NaCl) dan Kalium klorida (KCl). Rentang temperatur kerja yang digunakan pada metoda *molten salt* ini berada antara titik leleh dan titik uapnya yaitu antara 801 °C

sampai dengan 1413 °C (Material Safety data sheet, 2009) sehingga proses sintesis dapat terjadi dalam lelehan garam. Lelehan garam ini mempunyai kemampuan seperti air yaitu dapat berfungsi sebagai pelarut dan katalis.

Pada metode *molten salt* ini, untuk menghilangkan kandungan garamnya setelah bahan disintesis adalah dengan mencuci campuran bahan tersebut dengan air panas agar kandungan garamnya (NaCl dan KCl) larut bersama air sehingga yang tersisa hanyalah bahan yang dibutuhkan.

2.2.9. XRD (*X-ray Diffraction*)

Spektroskopi difraksi sinar-X (*X-Ray Diffraction/XRD*) merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Menurut Smallman (2000) Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.

Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif.

Pembahasan difraksi kristal dengan difraksi kisi-kisi tiga dimensional cukup rumit, tetapi Bragg menyederhanakannya dengan menunjukkan bahwa difraksi ekuivalen dengan pemantulan simetris oleh berbagai bidang kristal, asalkan persyaratan tertentu dipenuhi. Berkas sinar-X dengan panjang gelombang λ yang jatuh dengan sudut θ pada set bidang kristal dengan jarak d . Berkas yang dipantulkan dengan sudut θ bersifat riil apabila berkas dari bidang berikutnya

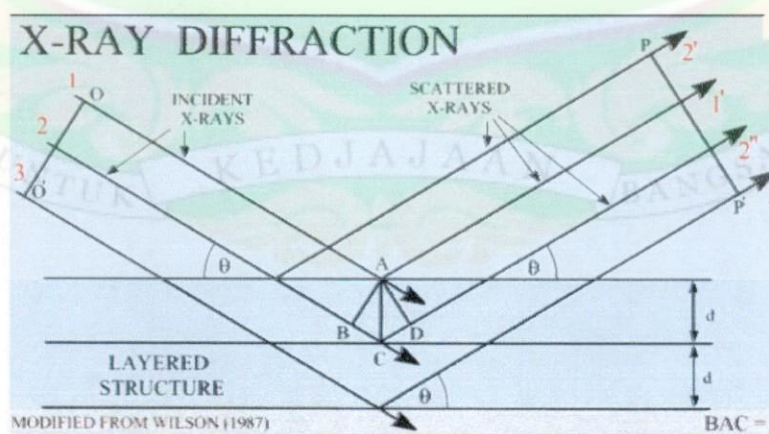
saling menguatkan. Agar persyaratan yang dimaksud Bragg tersebut terpenuhi, maka jarak tambahan yang harus ditempuh oleh berkas yang dipantulkan oleh tiap bidang berikutnya (atau selisih jarak) harus sama dengan bilangan bulat dikalikan panjang gelombang $n\lambda$ (Smallman dkk, 2000).

Persyaratan pemantulan dan saling memperkuat dapat dilihat pada persamaan 2.1 berikut yang dikenal dengan persamaan Bragg :

$$n\lambda = 2.d.\sin \theta ; n = 1,2,\dots \quad (2.1)$$

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

Hukum Bragg merupakan rumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi. Berkas sinar-X yang datang pada permukaan kristal akan dipantulkan, dan pantulan terjadi hanya jika sudut datangnya mempunyai sudut tertentu. Difraksi sinar-X oleh bidang kristal dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Difraksi sinar-X oleh bidang kristal
 (Sumber : Feliciano dkk, 2009)

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi.

Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi.

Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut JCPDS.

Alat yang digunakan pada difraksi sinar-X dinamakan dengan difraktometer sinar-X. Sampel diletakkan pada sampel holder difraktometer sinar-X. Proses difraksi sinar-X dimulai dengan menyalakan difraktometer sehingga diperoleh hasil difraksi berupa difraktogram yang menyatakan hubungan antara sudut difraksi 2θ dengan intensitas sinar-X yang dipantulkan. Untuk difraktometer sinar-X, sinar-X terpancar dari tabung sinar-X.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang. Proses sintesis bahan berlangsung selama lebih kurang 3 bulan, mulai dilaksanakan pada bulan Februari sampai dengan bulan April 2011.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah :

1. Neraca digital OHAUS GALAXY™160 yang memiliki ketelitian yang tinggi ($\pm 0,0001$ gram) digunakan untuk menimbang massa bahan yang diperlukan.
2. Mortar yang digunakan sebagai tempat penggerusan bahan-bahan yang sebelumnya telah ditimbang.
3. Spatula berfungsi sebagai sendok dan pengaduk.
4. *Crucible* sebagai wadah bahan uji.
5. *Electric Furnace* dengan merek THERMOLYNE 48000 FURNACE untuk proses kalsinasi dan sintering.
6. *Magnetic stirrer* merek IKAMAG-AH sebagai pemanas air pada saat proses pencucian.
7. Peralatan gelas sebagai wadah saat proses pencucian.

8. Hydraulic presd CARVER, fungsinya sebagai alat penekan pelet (kompaksi)
9. Difraktometer sinar-X merek PHILIPS tipe APD 3520 digunakan sebagai alat karakterisasi untuk melihat pola difraksi.
10. SEM merek JEOL JSM-6510LA digunakan sebagai alat karakterisasi untuk melihat bentuk morfologi bahan.

3.2.2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah :

1. Bismuth Oksida (Bi_2O_3) merek ABCR, Puratrem AB106142, Jerman dengan kemurnian 99.999 %.
2. Titanium Oksida (TiO_2) merek Stream Chemical inc no. 93. 2207, Jerman dengan kemurnian 99,99%.
3. Natrium Karbonat (Na_2CO_3) merek ABCR, Jerman, dengan kemurnian 99.999%.
4. Kalium Karbonat (K_2CO_3) merek MERCK, Jerman, dengan kemurnian 99.998%.
5. Natrium Klorida (NaCl) merek ABCR, Jerman, dengan kemurnian 99.999%.
6. Kalium Klorida (KCl) merek ABCR, Jerman, dengan kemurnian 99.999%.
7. Larutan AgNO_3 .
8. Aquades.

3.3. Tahapan Penelitian

3.3.1. Sintesis Bahan

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis bahan dopan piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (selanjutnya dinamakan BKT) dan bahan piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (selanjutnya dinamakan BNKT) dengan metode *molten salt*. Dalam pelaksanaannya, proses sintesis ini dibagi menjadi 2 proses, yaitu proses sintesis BKT dan sintesis BNKT.

3.3.1.1. Sintesis $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT)

Berdasarkan literatur yaitu Setasuwon (2005) dan triwahyuni (2010), untuk proses sintesis bahan piezoelektrik dengan menggunakan metode molten salt dilakukan proses sintesis dalam dua tahap. Kristal BKT disintesis dalam dua tahap, diawali dengan sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dalam lelehan garam yaitu campuran NaCl-KCl . Selanjutnya $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk (selanjutnya dinamakan dengan BTO) ditambahkan dengan K_2CO_3 berlebih sehingga terbentuk BKT.

BTO disintesis dalam lelehan garam (*molten salt*) dengan mencampurkan 2 bahan dasar yaitu Bi_2O_3 dan TiO_2 dengan perbandingan mol 1:4. Kedua bahan Bi_2O_3 dan TiO_2 ditimbang dan dicampur secara stokiometri. Selanjutnya digerus selama 4 jam agar kedua bahan menjadi homogen. NaCl dan KCl ditimbang dengan perbandingan massa 1 : 1. Seperti halnya Bi_2O_3 dan TiO_2 , NaCl dan KCl juga dihomogenkan dengan cara menggerusnya. Campuran bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 yang telah digerus dicampurkan dengan campuran garam NaCl dan KCl yang beratnya sama dengan campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 .

Kemudian campuran ini dipanaskan(disintering) pada suhu 950 °C selama 4 jam. Untuk menghilangkan kandungan NaCl dan KCl nya, maka campuran yang telah disinter tersebut dicuci dengan menggunakan air panas dan di tes dengan larutan AgNO₃ untuk memastikan bahwa sudah tidak ada lagi garam dalam campuran dan yang tersisa hanyalah Bi₂Ti₄O₁₁ BTO.

Selanjutnya BTO yang telah dicuci dikeringkan. BTO yang telah diproduksi dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM. Kristal BTO yang terbentuk dicampurkan dengan K₂CO₃ berlebih (> 50%) sesuai dengan tahapan proses sintesis yang ada pada literatur (Setasuwon, 2005 dan Triwahyuni, 2010). Perbandingan massa BTO dan K₂CO₃ yang divariasikan pada penelitian ini adalah 1:1,5 dan 1:2. (dalam gram). Campuran tersebut kemudian digerus selama 4 jam.

Tabel 3.1. Variasi massa Bi₂Ti₄O₁₁ dan K₂CO₃ pada proses sintesis BKT

Massa Bi ₂ Ti ₄ O ₁₁ BTO (gram)	Massa K ₂ CO ₃ (gram)
1	1,5
1	2

Setelah campuran kristal BTO dan K₂CO₃ homogen, campuran tersebut disinter dengan suhu 650 °C selama 5 jam. Kelebihan bahan K₂CO₃ selanjutnya dapat dihilangkan dengan mencucinya dengan air panas sehingga bahan K₂CO₃ yang tidak bereaksi akan terbuang dan yang tersisa adalah bahan Bi_{0,5}K_{0,5}TiO₃ (BKT). BKT yang telah diproduksi dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM.

3.3.1.2. Sintesis $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT)

Proses sintesis BNKT diawali dengan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (selanjutnya dinamakan BIT). Sama halnya dengan sintesis BTO, BIT juga disintesis dalam lelehan garam NaCl dan KCl (*molten salt*) dengan perbandingan molar masing-masing adalah 1:1.

BIT dibentuk dengan menggunakan bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 dengan perbandingan molar 2:3. Kedua bahan ini ditimbang dan dicampur secara stokiometri untuk selanjutnya digerus menggunakan mortar selama 4 jam. NaCl dan KCl juga digerus menggunakan mortar dimana massa campuran NaCl dan KCl sama dengan massa campuran Bi_2O_3 dan TiO_2 . Campuran bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 yang telah digerus dicampurkan dengan campuran garam NaCl dan KCl.

Bahan-bahan yang telah dicampurkan tersebut kemudian disinter pada suhu $950\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam. Setelah disinter, dilakukan proses pencucian bahan dengan air panas yang bertujuan untuk menghilangkan kadar garamnya (NaCl dan KCl). kemudian dites dengan larutan AgNO_3 untuk memastikan bahwa sudah tidak ada lagi garam dalam campuran dan yang tersisa hanyalah $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT).

BIT yang terbentuk kemudian dikeringkan untuk menghilangkan kadar airnya. Kristal BIT yang sudah diproduksi kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan SEM. selanjutnya BIT yang telah disintesis dicampurkan dengan Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2 . Semua bahan ditimbang dan dicampurkan secara stokiometri lalu digerus selama 4 jam.

Pada tahapan selanjutnya, sintesis BNKT akan dilakukan dalam 2 variasi proses sintesis. Oleh sebab itu bahan yang telah digerus dibagi menjadi 2 bagian dengan perbandingan massa yang sama. Untuk selanjutnya masing-masing bahan yang telah dibagi tersebut dinamakan dengan bahan-1 dan bahan-2.

Proses sintesis BNKT dengan menggunakan bahan-1 dilakukan dengan cara dikompaksi dengan tekanan 4000 psi (27,397 MPa). Kemudian disintering pada suhu 1000 °C. Sehingga setelah proses sintering terbentuk kristal BNKT.

Sedangkan untuk proses sintesis BNKT dengan penggunaan bahan-2 dilakukan dengan cara mencampurkan bahan tersebut dengan campuran NaCl dan KCl yang telah dihomogenkan. Massa campuran NaCl dan KCl sama dengan massa bahan-2. Kemudian disinter pada suhu 950 °C selama 4 jam. Selanjutnya dihilangkan kadar garamnya dengan proses pencucian dengan air panas. Selanjutnya dites dengan larutan AgNO_3 untuk memastikan bahwa sudah tidak ada lagi garam dalam campuran dan yang tersisa hanyalah BNKT. Kemudian dikeringkan untuk menghilangkan kadar airnya.

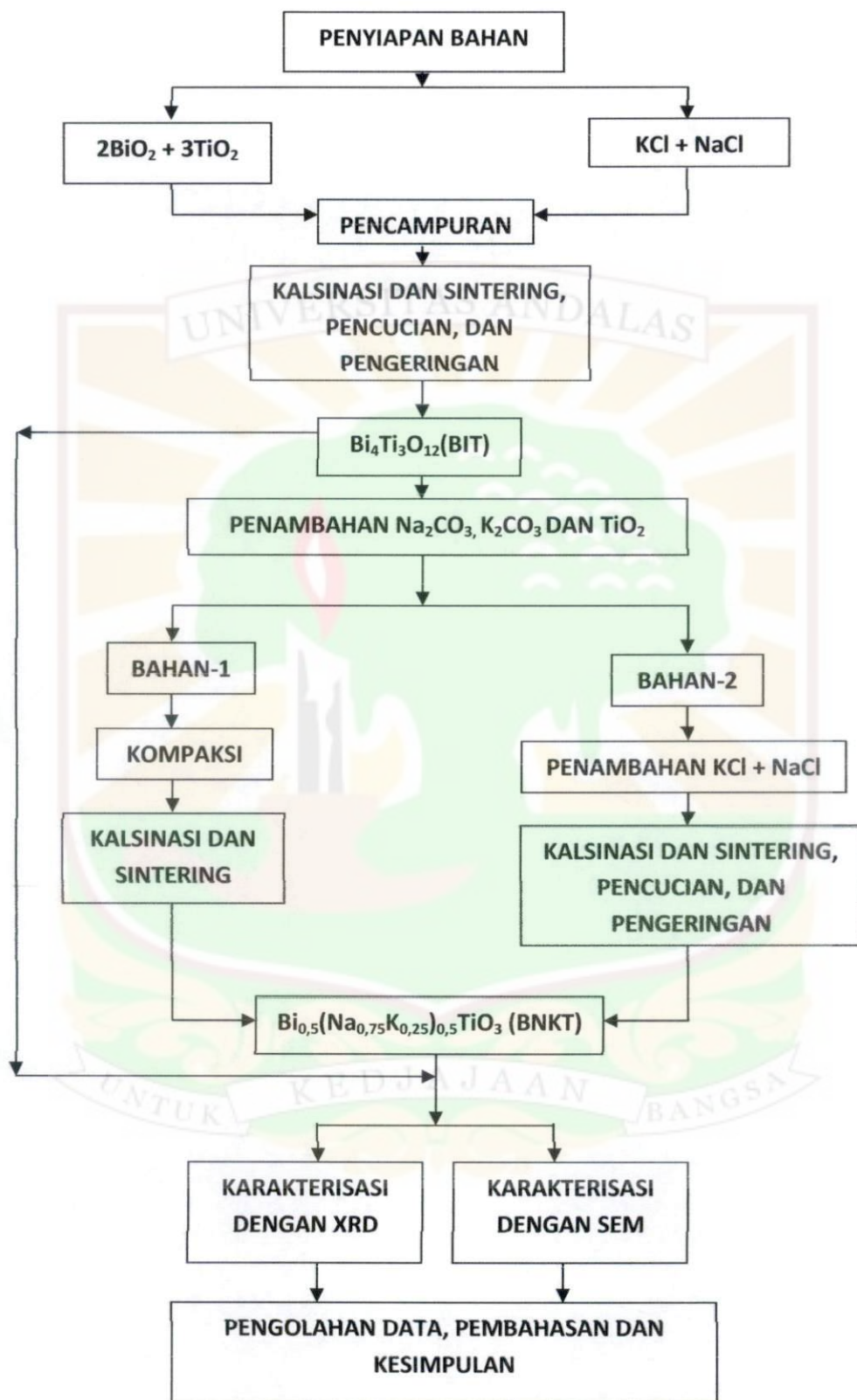
3.3.2. Karakterisasi

Sampel yang telah dibuat dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM. XRD digunakan untuk melihat pola difraksi dari hasil sintesis. Pola difraksi yang didapatkan dari XRD tersebut digunakan untuk menentukan struktur kristal dan ukuran butir kristal dari bahan hasil sintesis. Sedangkan bentuk morfologi permukaan bahan hasil sintesis dilihat dengan SEM.

Tahapan proses sintesis yang dilakukan dalam penelitian ini ditunjukkan secara skematis pada Gambar 3.1 dan Gambar 3.2.



Gambar 3.1. Tahapan Sintesis BKT

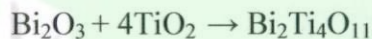


Gambar 3.2. Tahapan Sintesis BNKT

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat dijelaskan hasil penelitian mengenai sintesis dan analisis struktur bahan piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT) dan $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT). Proses sintesis pada penelitian ini dilakukan dengan metode *molten salt*. Terdiri dari dua bagian, bagian pertama adalah proses pembuatan (BKT) yang diawali dengan sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dengan mencampurkan dua bahan dasar yaitu Bi_2O_3 dan TiO_2 dalam lelehan garam (*molten salt*) dengan persamaan reaksi berikut :



Karena belum ada parameter pasti dalam pembuatan BKT maka kristal $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk direaksikan dengan K_2CO_3 berlebih. Dari hasil reaksi akan terbentuk BKT dan kelebihan K_2CO_3 dilarutkan dengan air panas. Persamaan reaksi yang digunakan dalam pembuatan BKT yaitu:

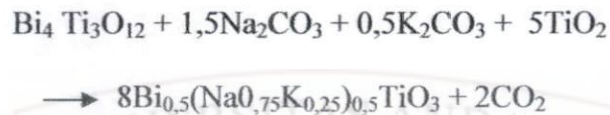


Sintesis BKT dilakukan dengan memvariasikan perbandingan massa K_2CO_3 dengan $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk dengan suhu dan waktu sintering yang sama (suhu 950°C dan waktu 4 jam).

Bagian kedua dari penelitian ini adalah proses sintesis BNKT yang diawali dengan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dalam lelehan garam dengan persamaan reaksi berikut :



$\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang terbentuk direaksikan dengan bahan dasar Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2 untuk mendapatkan bahan piezoelektrik BNKT dengan persamaan reaksi yang digunakan yaitu :



Sintesis BNKT dilakukan dengan 2 cara, cara pertama adalah sintesis BNKT dengan metode *molten salt* (penambahan NaCl dan KCl) secara total pada tahap pertama dan tahap kedua. Cara kedua adalah sintesis BNKT dengan pemberian tekanan (kompaksi) pada tahapan kedua. Setelah BNKT terbentuk, selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

4.1. Karakterisasi dengan XRD

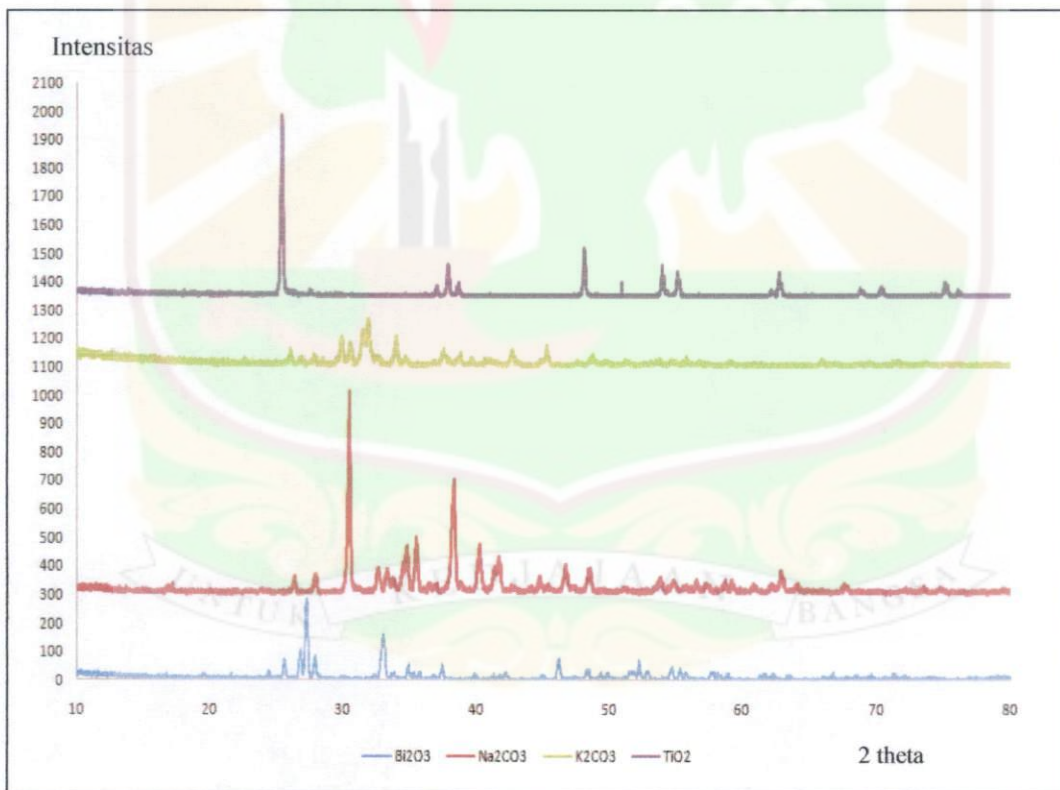
4.1.1. Identifikasi Bahan Dasar

Bahan dasar yang digunakan dalam sintesis BKT dan BNKT adalah Bi_2O_3 , TiO_2 , Na_2CO_3 dan K_2CO_3 yang berbentuk serbuk dengan kemurnian cukup tinggi (99,99%). Maka dari itu identifikasi bahan dasar sangat diperlukan dalam rangka melihat perubahan fasa dari bahan dasar ke produk hasil sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ (BTO), $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT), $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dan $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT).

Dalam proses identifikasi ini telah dilakukan pengkarakterisasian dengan menggunakan difraksi sinar-X (*X-ray Diffraction* atau XRD). Disamping itu juga

pola difraksi ini juga dapat merepresentasikan kadar kontaminan secara kualitatif, begitu juga sistem kristalnya.

Pada proses identifikasi ini telah dilakukan analisis struktur kristal dengan menggunakan metode Hanawalt. Pada metode ini, kita menganggap bahan dasar merupakan bahan satu fasa, sehingga diperlukan pada tahap awal pencocokan 3 puncak intensitas tertinggi. Kemudian dilanjutkan dengan membandingkan dengan 3 puncak tertinggi pada tabel JCPDS bagi masing-masing bahan dasar yang ada. Gambar 4.1 dibawah ini menunjukkan pola difraksi sinar-X dari masing-masing bahan dasar.



Gambar 4.1. Pola difraksi bahan dasar Bi₂O₃, Na₂CO₃, TiO₂ dan K₂CO₃

Pada bahan dasar Bismut Oksida (Bi₂O₃), tiga puncak tertinggi dari hasil XRD berturut-turut adalah pada nilai d sama dengan 3,268 2,710 Å dan 1,961 Å. Kemudian dicocokkan dengan tabel Hanawalt. Nomor tabel Hanawalt yang

cocok dengan pola difraksi yang didapat dari hasil eksperimen adalah 41-1449 (Lampiran 1) sedangkan tiga puncak tertinggi pada tabel Hanawalt terletak pada d sama dengan 3,255 Å, 2,709 Å dan 1,9591 Å. Parameter kisi dari tabel Hanawalt tersebut adalah $a = 8,907$ Å, $b = 5,239$ Å, $c = 6,043$ Å dan $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 101,0^\circ$ dengan struktur kristal monoklinik.

Pada bahan dasar Na_2CO_3 , tiga puncak tertinggi dari hasil eksperimen terdapat pada d sama dengan 2,526 Å, 2,348 Å dan 2,932 Å. Ketiga puncak tertinggi tersebut juga dicocokkan dengan tabel Hanawalt dan didapatkan nomor tabel Hanawalt yang sesuai adalah 19-1130 (lampiran 2). Tiga puncak tertinggi pada tabel Hanawalt terletak berturut-turut pada d sama dengan 2,545 Å, 2,365 Å dan 2,962 Å dengan struktur kristal monoklinik dan parameter kisinya $a = 8,907$ Å, $b = 5,239$ Å, $c = 6,043$ Å dan $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 101,0^\circ$

Identifikasi bahan dasar K_2CO_3 dengan karakterisasi XRD juga dilakukan dengan cara yang sama dengan ketiga bahan dasar sebelumnya (Bi_2O_3 , Na_2CO_3 dan TiO_2). Tiga puncak tertinggi dari pola difraksi yang didapat dari hasil eksperimen adalah pada nilai d sama dengan 2,804 Å, 2,637 Å dan 2,985 Å. Ketiga puncak tersebut dicocokkan dengan hasil eksperimen dan didapatkan nomor tabel Hanawalt yang cocok adalah 16-0820 (lampiran 3). Ketiga puncak tertinggi dari tabel Hanawalt tersebut berturut-turut terletak pada d sama dengan 2,828 Å, 2,787 Å dan 2,972 Å dengan struktur kristal monoklinik dengan parameter kisinya $a = 5,638$, $b = 9,841$, $c = 6,876$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 98^\circ$.

Selanjutnya untuk bahan dasar TiO_2 , tiga puncak tertinggi yang didapat pada eksperimen terletak pada nilai d sama dengan 3,505 Å, 1,891 Å, dan 1,699 Å.

Ketiga puncak tertinggi tersebut juga dicocokkan dengan tabel Hanawalt. Nomor tabel Hanawalt yang cocok dengan pola difraksi yang didapat pada hasil eksperimen adalah 21-1272 (lampiran 4). Tiga puncak tertinggi dari tabel Hanawalt tersebut terletak pada d sama dengan $3,520 \text{ \AA}$, $1,892 \text{ \AA}$ dan $1,699 \text{ \AA}$. Dari tabel Hanawalt tersebut dapat diketahui bahwa nilai parameter kisinya adalah $a = b = 3,785$, $c = 9,513$ $\alpha = \gamma = \beta = 90^\circ$, dengan struktur kristalnya tetragonal.

Pada lampiran 3 untuk perbandingan pola difraksi bahan dasar K_2CO_3 , dapat dilihat adanya beberapa puncak asing yang ditandai dengan tanda. Keempat bahan dasar (Bi_2O_3 , TiO_2 , Na_2CO_3 dan K_2CO_3) memiliki kemurnian cukup tinggi yaitu 99,99%. Oleh sebab itu puncak-puncak asing yang terdeteksi dianalisis diakibatkan oleh kontaminan yang bersumber dari wadah pada saat penempatan bahan yang mungkin masih mengandung bahan lain, pengaruh kontaminasi yang didapat selama transportasi membawa bahan dasar ke tempat difraktometer sinar-X, dan tempat penempatan bahan pada difraktometer yang berkemungkinan belum bersih dari bahan lain.

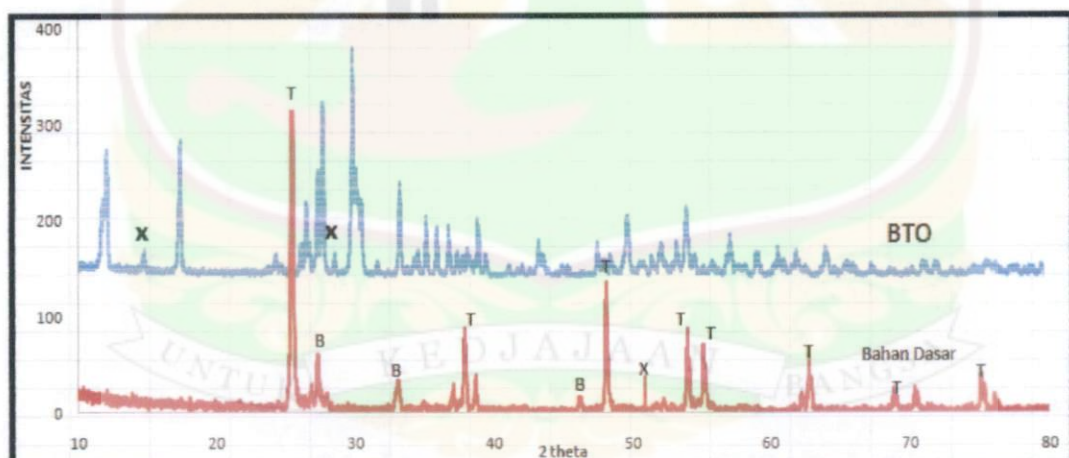
4.1.2. Sintesis $\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BKT)

Dalam prosse sintesis BKT dengan metode *molten salt*, telah dilakukan 2 tahap proses sintesis, yakni proses sintesis BTO dan BKT. Sintesis dengan metode *molten salt* dilakukan dengan pencampuran NaCl-KCl dengan perbandingan molar 1:1 ke dalam bahan sintesis dimana fungsi dari NaCl-KCl adalah sebagai media proses terjadinya reaksi antar bahan, membantu menghomogenkan bahan sekaligus katalis yang mempercepat terjadinya reaksi antar bahan.

Eksperimen ini mengacu pada eksperimen yang telah dilakukan oleh Setasuwon dkk pada tahun 2005 dan 2004. Perbedaannya adalah pada literatur tersebut produk sintesis BTO yang didapatkan direaksikan dengan Na_2CO_3 untuk proses sintesis BNT. Sementara pada eksperimen, produk sintesis BTO direaksikan dengan K_2CO_3 untuk proses sintesis BKT.

4.1.2.1. Analisis Pola Difraksi Sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ (BTO)

Sebelum dilakukan sintesis BKT, terlebih dahulu dilakukan sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ (BTO) dengan bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 dengan perbandingan molar masing-masing 1:4 dimana perbandingan massa garam dan campuran bahan adalah 1:1. Hasil sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ pada temperatur 950°C selama 4 jam dapat dilihat pada Gambar 4.2 berikut.

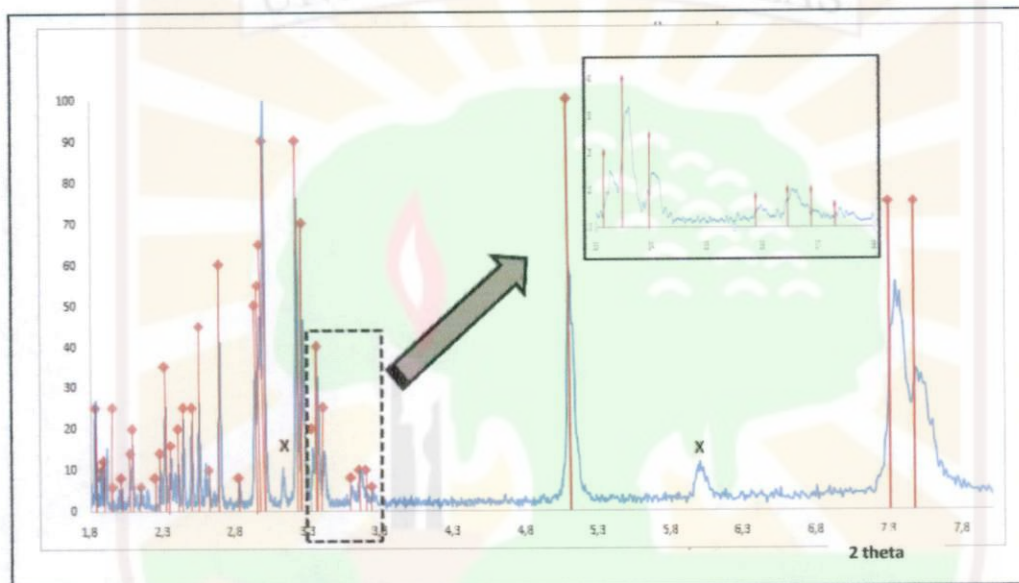


Gambar 4.2. Pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang disintesis dengan metode *molten salt* dan pola difraksi bahan dasar

Gambar 4.2 menunjukkan bahwa dengan menggunakan temperatur sintering 950°C selama 4 jam telah didapatkan fasa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ (BTO) secara eksperimen. Terlihat jelas adanya perbedaan fasa dari bahan dasar sebelum dilakukan proses sintering dengan produk BTO hasil sintering. Hasil ini kemudian

diidentifikasi dengan menggunakan tabel Hanawalt dan literatur sebagai pembanding.

Dalam membandingkan hasil eksperimen dengan tabel hanawalt, terlebih dahulu nilai 2θ hasil eksperiment dikonversi ke nilai d. Perbandingannya dapat dilihat pada Gambar 4.4 berikut.



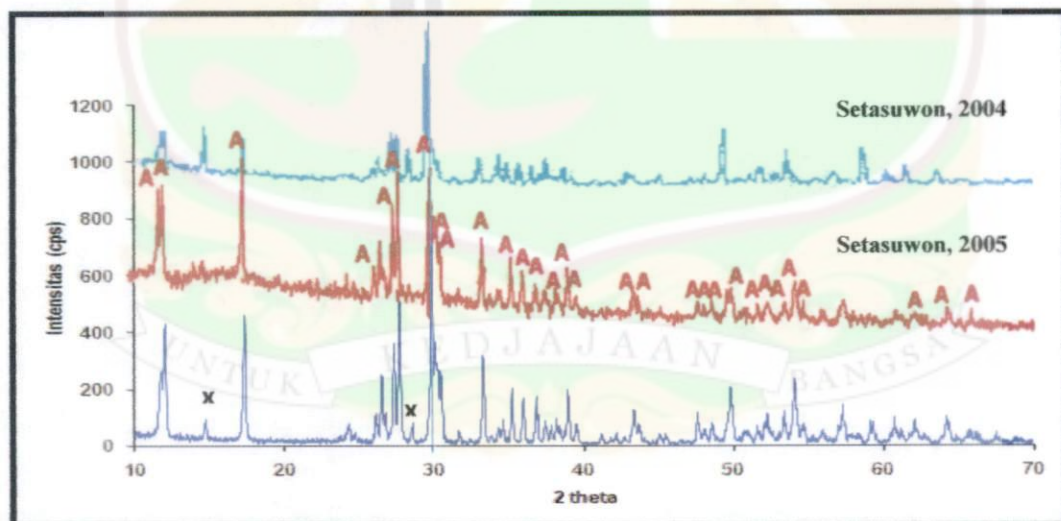
Gambar 4.3. Perbandingan pola difraksi hasil eksperimen $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ dan Hanawalt

Berdasarkan pola difraksi hasil eksperimen, tiga puncak tertinggi dari pola $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk adalah pada d sama dengan 2,987 Å, 3,215 Å dan 5,089 Å. Ketiga puncak tertinggi tersebut cocok dengan tabel Hanawalt dengan nomor 15-0325 dengan struktur kristal triklinik (lampiran 5). Dengan tiga puncak tertinggi pada tabel Hanawalt tersebut terletak pada d sama dengan 5,08 Å, 3,206 Å dan 2,978 Å.

Berdasarkan Gambar 4.4 dan Lampiran 5 dapat diketahui bahwa dari hasil sintesis telah didapatkan $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang cukup baik, hal ini terlihat dari ketiga puncak tertinggi pola difraksi hasil eksperimen sesuai dengan ketiga puncak dari

tabel Hanawalt. Kecocokan hasil eksperimen dengan tabel Hanawalt tidak hanya terlihat pada puncak-puncak tertinggi, tetapi ketika puncak-puncak rendah (dapat dilihat pada skala gambar yang diperbesar) terlihat pula kecocokannya dengan tabel Hanawalt, selain itu hanya sedikit puncak asing yang terdeteksi pada pola difraksi hasil sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ tersebut. dapat dilihat pada Gambar 4.3 dan Gambar 4.4 (yang bertanda X). Puncak asing yang teridentifikasi terletak pada d sama dengan $5,992 \text{ \AA}$ ($2\theta = 14,78^\circ$) dan d sama dengan $3,118 \text{ \AA}$ ($2\theta = 28,62^\circ$).

Selanjutnya untuk perbandingan dengan literatur, pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang terbentuk sesuai dengan penelitian sebelumnya (Setasuwon, 2005 dan 2004). Berdasarkan perbandingan pola difraksi hasil eksperimen dengan kedua literatur, dapat dianalisis bahwa dari hasil eksperimen telah terbentuk fasa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ yang baik, puncak-puncak yang terbentuk telah sesuai dengan literatur.



Gambar 4.4. Pola difraksi $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ eksperimen dan literatur (setasuwon, 2005 dan Setasuwon, 2004)

Perbedaannya adalah pada penelitian Setasuwon tahun 2005 dan tahun 2004, $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ terbentuk pada temperatur 1000°C dan 1100°C sedangkan pada penelitian ini terbentuk pada temperatur 950°C . Lebih rendahnya temperatur

yang digunakan dibandingkan dengan literatur, merupakan poin lebih dari eksperimen ini. Hal ini dikarenakan adanya pengurangan temperatur mulai dari 50 °C s.d 150 °C yang berarti memberikan penghematan energi dalam sintesis bahan tersebut.

Metode *molten salt* selain berfungsi sebagai proses sintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ juga berfungsi sebagai katalis yang mempercepat reaksi antara Bi_2O_3 dan TiO_2 . Reaksi antara Bi_2O_3 dan TiO_2 terjadi setelah campuran NaCl-KCl meleleh. Proses lelehan garam inilah yang membantu mempercepat terjadinya reaksi. Hal ini mengakibatkan suhu yang dibutuhkan pada saat sintering tidak terlalu tinggi.

Selanjutnya setelah dianalisis dengan menggunakan tabel Hanawalt dan perbandingan dengan literatur, terdapat fakta menarik yang ditemukan yaitu dengan tabel Hanawalt teridentifikasi adanya 2 buah puncak asing pada grafik hasil sintesis BTO eksperimen dengan suhu sintering 950 °C. Puncak asing tersebut tidak terdapat pada sintesis BTO dengan suhu sintering 1000 °C yang dilakukan oleh Setasuwon, 2005. Akan tetapi ternyata kedua puncak asing tersebut juga dimiliki oleh sintesis BTO yang juga dilakukan oleh Setasuwon pada tahun 2004 dengan suhu sintering 1100°C. Sehingga timbul pertanyaan apakah puncak asing tersebut adalah benar puncak asing atau memang merupakan puncak yang dimiliki oleh BTO yang belum teridentifikasi (tidak terdapat pada tabel hanawalt dalam data JCPDS).

Pada Gambar 4.6 dapat diketahui bahwa dengan metode *molten salt* kristal BKT dapat terbentuk pada temperatur yang lebih rendah yaitu 650°C dibandingkan dengan menggunakan metode *solid state* yaitu 800°C . Hal ini dikarenakan pada metode *molten salt* bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 telah dihomogenkan dan direaksikan terlebih dahulu oleh NaC-KCl menjadi BTO sebelum direaksikan dengan K_2CO_3 . Sedangkan pada metode *solid state* ketiga bahan dasar (Bi_2O_3 , TiO_2 dan K_2CO_3) dihomogenkan sekaligus.

Berdasarkan hasil XRD yang telah dilakukan, juga terlihat bahwa kristal BKT telah terbentuk pada kedua variasi. Terlihat jelas adanya perbedaan yang signifikan, dimana pola difraksi optimal terdapat pada BKT 1:2 (massa K_2CO_3 dua kali massa $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$) sedangkan pada BKT 1:1,5 pola difraksi yang terbentuk masih banyak terdapat puncak asing.

Perbedaan hasil sintesis antara BKT 1:2 dengan BKT 1:1,5 diakibatkan karena pada bahan dasar BKT 1:1,5 pada saat digerus sampel bersifat higroskopis (dengan keberadaan air di dalam sampel). Sementara di dalam bahan BKT 1:2 tidak terlalu tinggi sifat higroskopisnya (tidak terlalu basah).

Keadaan higroskopis pada sampel sangat mempengaruhi hasil pola difraksi XRD dari bahan BKT tersebut. Keberadaan air dalam sampel akan menjadi kontaminan yang akan terdeteksi ketika dilakukan proses difraksi. Oleh sebab itulah pada sampel BKT 1:1,5 pola difraksi yang didapatkan tidak terlalu baik dibandingkan dengan BKT 1:2.

Berdasarkan proses sintesis BKT yang telah dilakukan tersebut diketahui bahwa sifat higroskopis pada sampel BKT 1:1,5 lebih tinggi dari pada sampel

BKT 1:2. Artinya untuk perbandingan massa BTO dan K_2CO_3 dalam sintesis BKT, perbandingan 1:2 lebih baik dari pada 1:1,5. Kehigroskopisan bahan BKT 1:1,5 dapat terlihat pada saat penggerusan. Ketika bahan $Bi_2Ti_4O_{11}$ dan K_2CO_3 yang merupakan bahan pembentuk BKT digabungkan lalu digerus, setelah 1 jam didapati bahan tersebut mencair dan mengandung air terlihat pada Gambar 4.7 berikut.



Gambar 4.6. BKT 1:1,5 setelah 1 jam penggerusan

4.1.3. Sintesis $Bi_{0,5}(Na_{0,75}K_{0,25})_{0,5}TiO_3$ (BNKT)

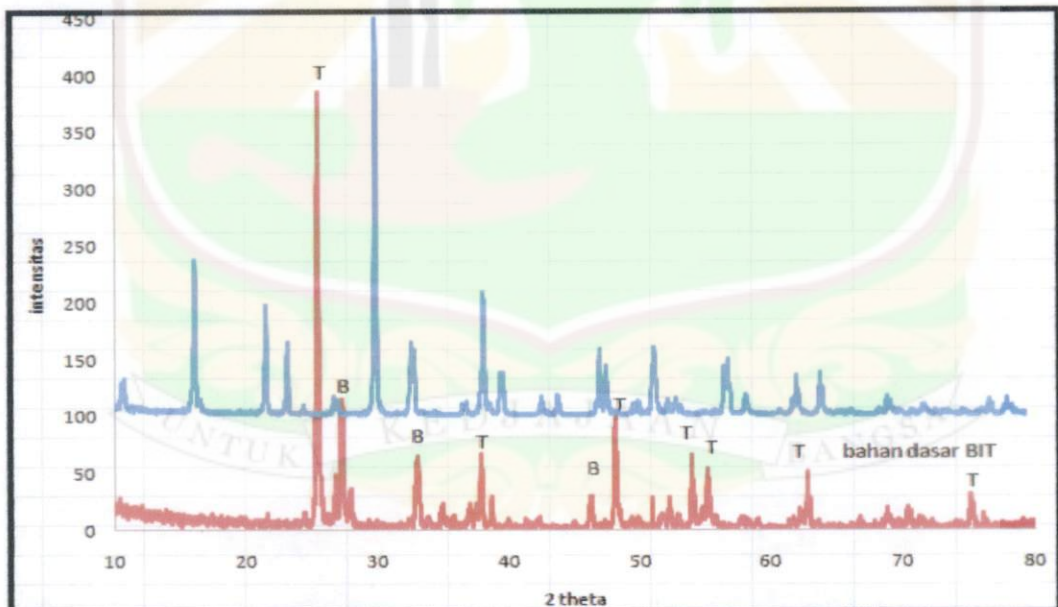
Setelah terbentuk dan didapatkan hasil eksperimen dari kristal BKT, penelitian dilanjutkan pada pembuatan bahan pizoelektrik $Bi_{0,5}(Na_{0,75}K_{0,25})_{0,5}TiO_3$ (BNKT). Proses sintesis BNKT diawali dengan sintesis $Bi_4Ti_3O_{12}$ (BIT). sama halnya dengan sintesis BTO, BIT juga disintesis dengan metode *molten salt* dalam lelehan garam NaCl dan KCl dengan perbandingan molar masing-masing adalah 1:1. Setelah didapatkan produk hasil sintesis BIT, kemudian digabungkan dengan bahan dasar (TiO_2 , Na_2CO_3 dan K_2CO_3). Bahan yang telah digabungkan tersebut dibagi dua untuk selanjutnya dilakukan proses sintesis $Bi_{0,5}(Na_{0,75}K_{0,25})_{0,5}$ (BNKT).

Sintesis BNKT dari hasil BIT yang terbentuk dilakukan dengan 2 cara. Cara pertama yaitu dengan pencampuran NaCl-KCl ke dalam bahan (*molten salt*).

Sedangkan cara kedua yaitu pemberian tekanan pada bahan (bahan dikompaksi) sebagaimana yang telah dilakukan oleh (Hussein dkk, 2009). untuk selanjutnya, BNKT yang terbentuk dengan cara pertama dinamakan dengan BNKT MS MS dan BNKT yang terbentuk dengan cara kedua dinamakan BNKT MS SS.

4.1.3.1. Analisis Pola Difraksi Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT)

Pada pembuatan BNKT ini, untuk tahapan awalnya terlebih dahulu dilakukan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dengan bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 dengan perbandingan molar masing-masing adalah 2:3. Gambar 4.7 dibawah ini menunjukkan pola difraksi hasil sintesis BIT dan pola difraksi bahan dasar yang digunakan.

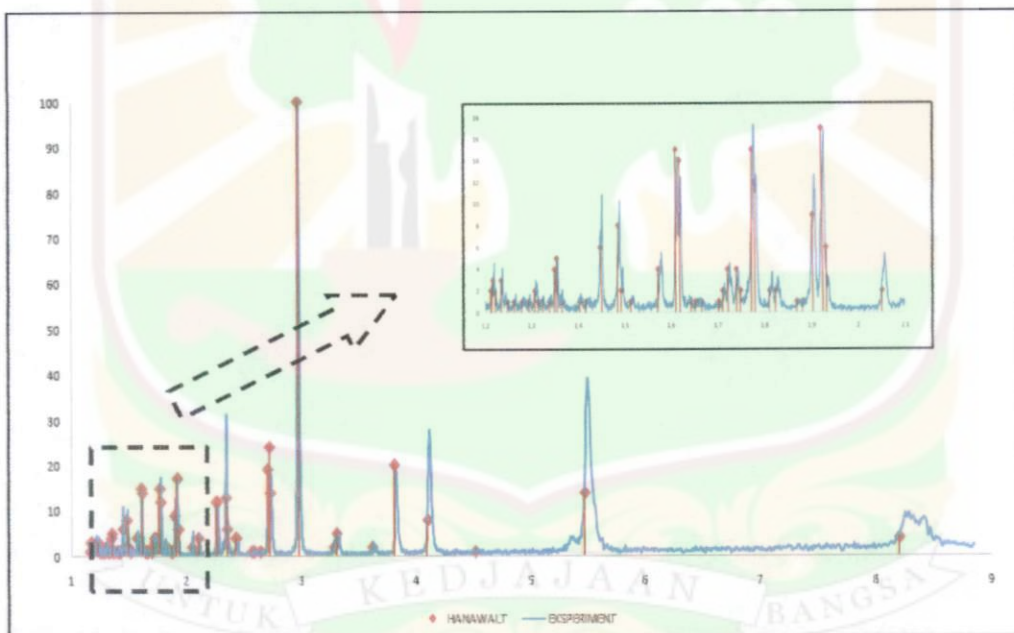


Gambar 4.7. Pola difraksi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) yang disintesis dengan menggunakan metode *molten salt* dan gabungan bahan dasar

Berdasarkan pola difraksi BIT dari Gambar 4.7 di atas, dapat terlihat adanya transformasi fasa dari bahan dasar ke fasa $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT). Fasa struktur

BIT terbentuk pada temperatur sintering 950°C tanpa puncak asing. Hal ini dapat diketahui dengan mengidentifikasinya melalui tabel Hanawalt.

Hasil identifikasi pola difraksi kristal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ yang terbentuk pada temperatur sintering 950°C diketahui sesuai dengan tabel Hanawalt dengan nomor 35-0795 (lampiran 6). Tiga puncak tertinggi dari pola difraksi eksperimen adalah pada nilai d sama dengan 2,979433 Å, 2,350347 Å dan 4,120202 Å. Sedangkan tiga puncak tertinggi pada tabel Hanawalt tersebut adalah pada 2,9706 Å, 2,7247 Å dan 3,8135 Å.



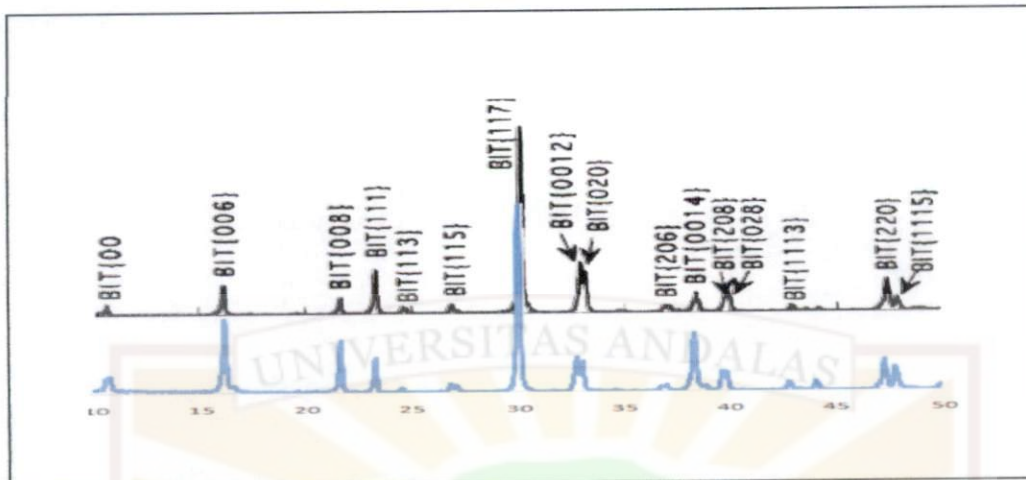
Gambar 4.8. Perbandingan pola difraksi hasil eksperimen $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ dan Hanawalt

Berdasarkan identifikasi dengan tabel Hanawalt sesuai dengan Gambar 4.8 dapat dilihat bahwa bahan dasar pembentuk BIT telah bereaksi dengan baik membentuk kristal $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Tidak teridentifikasi adanya puncak asing dari pola difraksi tersebut, semua puncak hasil eksperimen baik puncak-puncak tertinggi

maupun puncak-puncak kecil telah sesuai dengan puncak-puncak pada tabel Hanawalt. Sehingga dapat disimpulkan fasa struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ terbentuk cukup baik pada eksperimen ini. Posisi nilai d pada puncak tabel Hanawalt yang lebih menjorok kebagian kiri puncak pola difraksi hasil eksperimen bukan berarti tidak sesuai dengan eksperimen, melainkan dikarenakan pada saat dilakukan karakterisasi XRD, posisi difraktometer tidak diset tepat pada titik nol.

Pola difraksi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) yang terbentuk pada temperatur 950°C sesuai dengan literatur (Tani dkk, 1998). Bahkan hasil eksperimen yang telah dilakukan memiliki kelebihan dibandingkan dengan literatur tersebut dan juga dua literatur yang lain (Ahn dkk, 2009 dan Hussain dkk, 2009). Hasil penelitian dari ketiga literatur tersebut menyatakan bahwa BIT terbentuk pada suhu sintering 1050°C sedangkan pada eksperimen ini BIT terbentuk pada suhu sintering 950°C .

Metode *molten salt* selain berfungsi sebagai proses sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ juga berfungsi sebagai katalis yang mempercepat reaksi antara Bi_2O_3 dan TiO_2 . Reaksi antara Bi_2O_3 dan TiO_2 terjadi setelah campuran NaCl-KCl meleleh. Proses lelehan garam inilah yang membantu mempercepat terjadinya reaksi. Hal ini mengakibatkan suhu yang dibutuhkan pada saat sintering tidak terlalu tinggi dibandingkan dengan suhu sintering dengan menggunakan metode *solid state*.

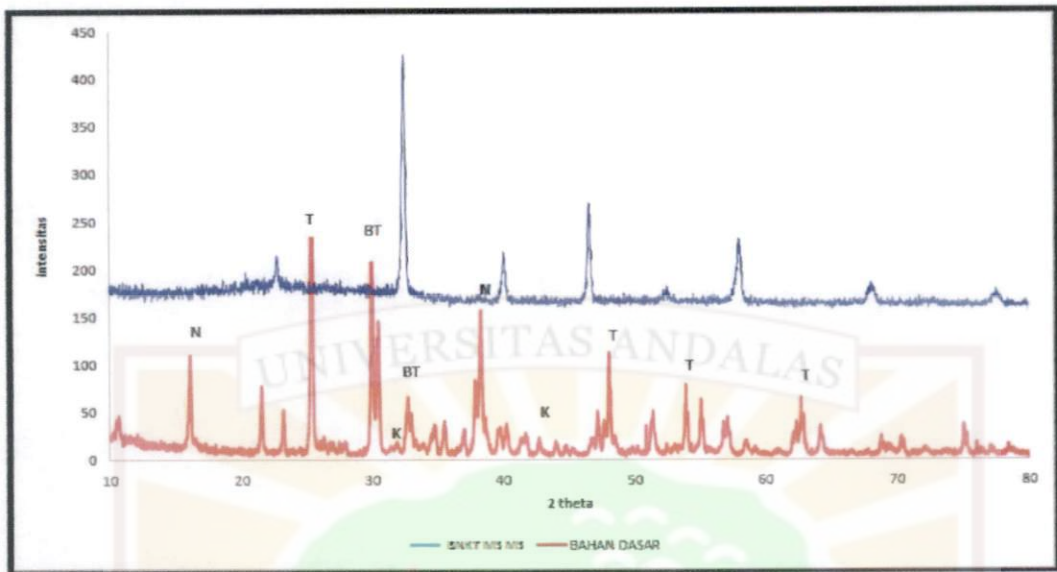


Gambar 4.9. Pola difraksi $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) secara eksperimen dan literatur
 (a) BIT Eksperimen dengan metode *molten salt*
 (b) BIT Literatur (Tani, 1998) dengan metode *solid state*

4.1.3.2. Analisis Pola Difraksi Sintesis BNKT MS MS

Sintesis BNKT MS MS dilakukan dengan cara mereaksikan produk hasil sintesis BIT dengan bahan dasar Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2 . Bahan-bahan tersebut dihomogenkan dengan cara menggerusnya selama 4 jam dan kemudian dicampurkan dengan garam NaCl-KCl dengan massa campuran garam sama dengan massa campuran bahan dasar pembentuk BNKT. Kemudian disintering pada suhu $950\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam. Kandungan NaCl-KCl dihilangkan dengan cara mencucinya dengan air panas.

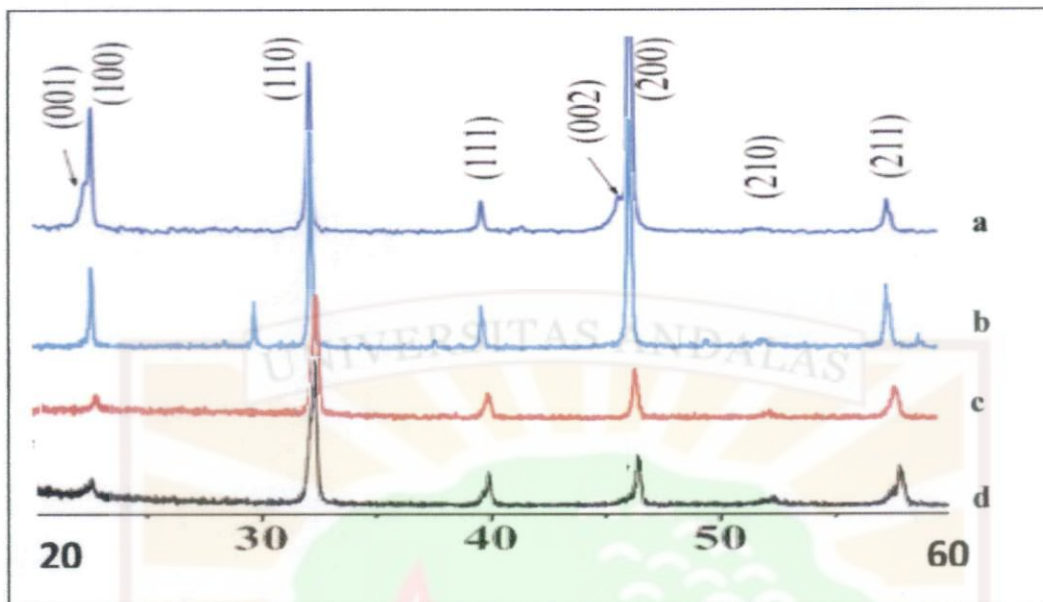
Pola difraksi BNKT MS MS yang terbentuk dan pola difraksi gabungan bahan dasar pembentuknya terlihat pada Gambar 4.10 berikut



Gambar 4.10. Pola difraksi BNKT MS MS dan Gabungan Bahan Dasar Pembentuknya ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ BIT, Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2)

Pada Gambar 4.10 di atas, diketahui bahwa dengan metode *molten salt* dengan suhu sintering $950\text{ }^\circ\text{C}$ telah terjadi transformasi fasa dari $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dan bahan dasar (Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2) menjadi fasa kristal BNKT dengan struktur *perovskite*.

Semua puncak dari pola difraksi BNKT MS MS telah sesuai dengan literatur. Hal ini dapat dilihat pada perbandingan pola difraksi BNKT secara eksperimen dengan literatur yang terdapat pada Gambar 4.11 berikut.



Gambar 4.11. Pola difraksi BNKT Eksperimen dan literatur
 (a) BNKT literatur dengan metode *molten salt* (Hussain, 2009)
 (b) BNKT MS SS Eksperimen
 (c) BNKT MS MS Eksperimen
 (d) BNKT literatur dengan metode *solid state* (Hussain, 2009)

Ditinjau dari Gambar 4.11, untuk perbandingan pola difraksi BNKT MS MS dengan literatur, tidak ada satupun puncak asing yang terdeteksi. Semua puncak dari hasil sintesis BNKT MS MS relatif sama dengan literatur. Sehingga dapat disimpulkan proses sintesis BNKT dengan menggunakan NaCl-KCl (*molten salt*) dengan suhu sintering 950°C telah berhasil membentuk kristal BNKT dengan kualitas yang baik.

BNKT MS MS yang terbentuk pada eksperimen ini memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yaitu dari segi suhu, waktu kalsinasi dan sintering. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada Tabel 4.1 berikut.

Tabel 4.1. Perbandingan parameter BNKT MS MS dan Literatur (Hussain, 2009)

Parameter	Eksperimen	Literatur	
		<i>Molten salt</i>	<i>Solid state</i>
Suhu kalsinasi (°C)	300	400	800
Waktu kalsinasi (jam)	1	56	2
Suhu sintering (°C)	950	1150	1150
Waktu sintering (jam)	5	2	2

Berdasarkan Tabel 4.1 di atas dapat diindikasikan bahwa hasil eksperimen sintesis BNKT MS MS lebih baik dibandingkan dengan literatur. Penggunaan suhu kalsinasi dan sintering yang lebih rendah dari pada literatur merupakan penghematan energi yang sangat bermanfaat untuk fabrikasi kristal piezoelektrik dalam skala besar. Dari segi waktu terlihat hasil eksperimen telah memberikan efisiensi waktu yang baik.

Terbentuknya kristal BNKT MS MS pada suhu yang lebih rendah yaitu 950 °C dibandingkan suhu sintering 1000 °C menandakan bahwa garam NaCl-KCl berpengaruh pada proses penghomogenan bahan dasar sekaligus sebagai media mempercepat terjadinya reaksi antar bahan.

Pada proses sintesis BNKT MS MS, tidak hanya BIT yang disintesis dengan menggunakan larutan garam NaCl-KCl, melainkan pada saat sintesis BNKT semua bahan dasar pembentuknya juga dihomogenkan dengan menggunakan larutan NaCl-KCl sehingga menyebabkan pada suhu 950 °C kristal BNKT telah terbentuk.

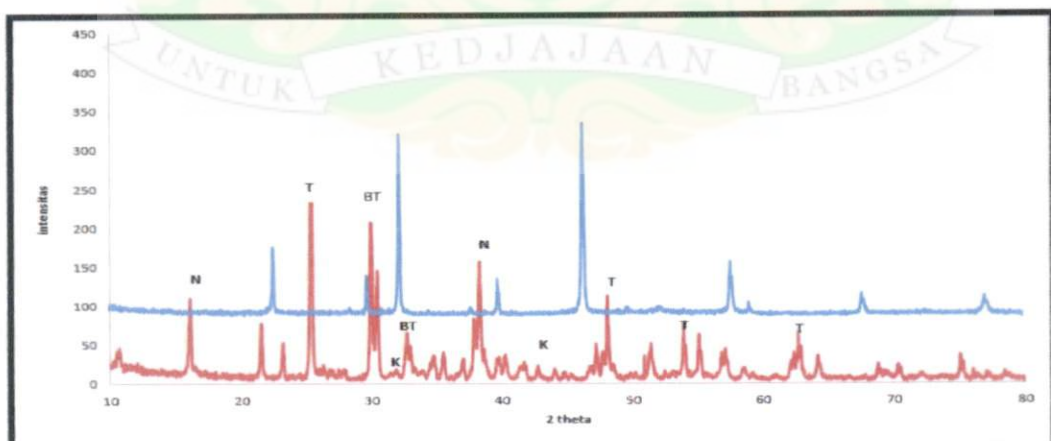
Pada literatur proses sintesis BNKT dengan metode *molten salt*, penggunaan sintesis dalam larutan garam hanya dilakukan pada saat sintesis BIT

sedangkan proses sintesis BNKT nya tidak lagi menggunakan NaCl-KCl. melainkan diterapkan tekanan 30 Mpa pada bahan tersebut. Karena tidak adanya larutan NaCl-KCl pada saat penghomogenannya maka pada literatur dibutuhkan suhu yang lebih tinggi dalam pembentukan kristal BNKT (1150 °C).

4.1.3.3. Analisis Pola Difraksi Sintesis BNKT MS SS

Proses sintesis BNKT MS SS dilakukan dengan cara yang sama dengan literatur (Hussain, 2009). Setelah BIT dihomogenkan dengan bahan bahan dasar Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2 selanjutnya diterapkan tekanan pada bahan sebesar. 27,39 Mpa dan sintering pada suhu 1000°C selama 5 jam. Tekanan dan suhu yang diberikan ini lebih kecil dibandingkan dengan literatur (Hussain, 2009) yaitu 30 Mpa dan 1150°C.

Perbandingan pola difraksi sintesis BNKT MS SS dengan gabungan bahan dasar pembentuknya memperlihatkan adanya transformasi fasa dari bahan pembentuk BNKT sebelum dilakukan proses sintering ke pola difraksi setelah sintering. Hal tersebut terlihat pada Gambar 4.12.



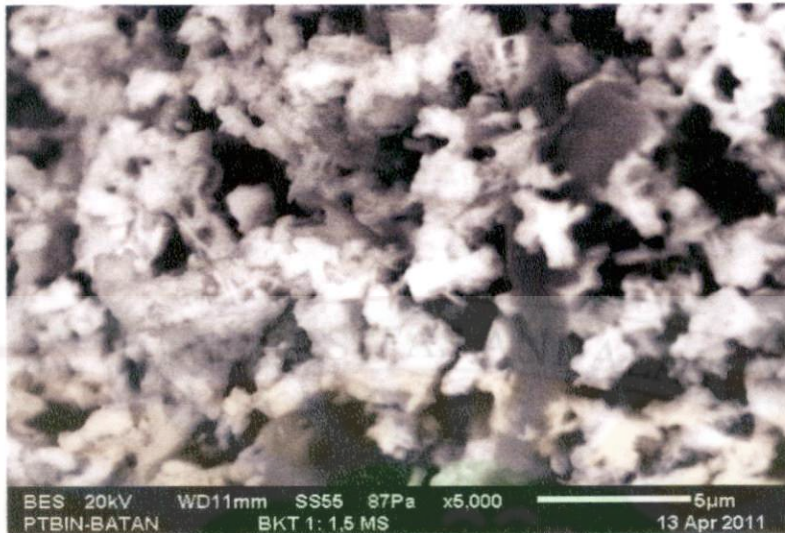
Gambar 4.12. Pola difraksi BNKT MS SS dan Bahan Dasar Pembentuknya ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ BIT, Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2)

Tabel 4.2. Perbandingan nilai FWHM BNKT MS MS dan BNKT MS SS

Puncak	FWHM	
	BNKT MS MS	BNKT MS SS
Pertama	0,324	0,216
Kedua	0,287	0,181
Ketiga	0,336	0,252
Keempat	0,282	0,245
Kelima	0,464	0,324
Keenam	0,683	0,377
Ketujuh	0,604	0,550

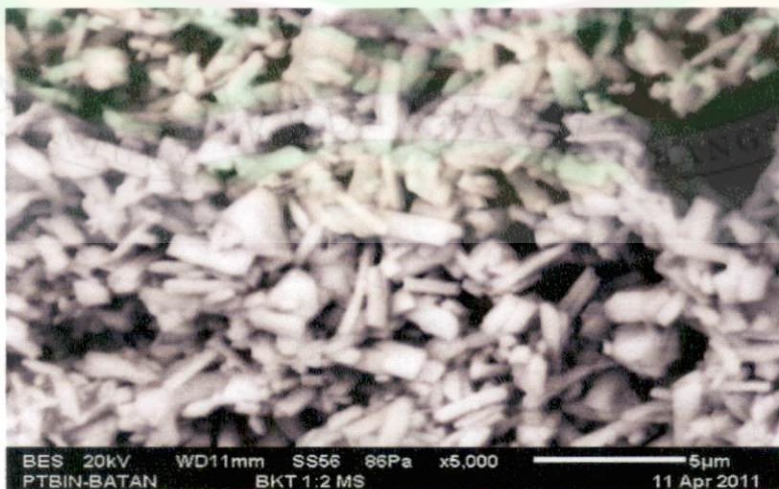
Sebagaimana diketahui bahwa semakin besar nilai FWHM dalam artian nilai lebar setengah puncak difraksi semakin lebar mengindikasikan bahwa ukuran partikel yang terbentuk lebih kecil (Speakman, 2007). Dari tabel 4.2 diatas terlihat bahwa nilai FWHM BNKT MS MS lebih besar dibandingkan BNKT MS SS. Artinya produk sintesis BNKT dengan secara keseluruhan menggunakan NaCl-KCl mulai dari sintesis BIT hingga proses sintesis BNKT memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan BNKT yang hanya menggunakan NaCl-KCl pada saat sintesis BIT saja.

Ditinjau dari sintesis BNKT yang telah dilakukan dengan dua proses di atas yaitu BNKT MS MS (menggunakan NaCl-KCl) dan BNKT MS SS (adanya pemberian tekanan) dapat diketahui bahwa pada proses sintesis BNKT MS MS lebih baik dibandingkan dengan BNKT MS SS. Karena pada proses sintesis BNKT yang menggunakan NaCl-KCl ini terjadi pada suhu sitering yang lebih rendah, tanpa perlu adanya pemberian tekanan (kompaksi) pada bahan dan pola difraksi yang terbentuk bebas dari puncak asing.



Gambar 4.13. Bentuk Morfologi BKT 1:1,5

Untuk kristal BKT 1:2, bentuk morfologinya ditunjukkan oleh Gambar 4. Hasil SEM menunjukkan bahwa BKT 1:2 bentuk morfologinya lebih jelas dibandingkan BKT 1:1,5. Perbandingan dari kedua morfologi mikrostruktur BKT ini mengindikasikan bahwa BKT 1:2 lebih homogen dari pada BKT 1: 1,5. Pada BKT 1:2 telah mulai ada bentuk dari butir. Namun ukuran butirnya tidak seragam yaitu antara 1,84 s.d 3,04 μm.



Gambar 4.14. Bentuk morfologi BKT 1:2

5. Ditinjau dari FWHM, ukuran partikel pada BNKT MS MS lebih kecil dibandingkan ukuran partikel BNKT MS SS.
6. Ukuran butir rata-rata untuk kristal BKT 1:1,5 sama dengan 18,8 nm, BKT 1:2 sama dengan 47 nm, kristal BNKT MS MS sama dengan 47 nm dan BNKT MS SS sama dengan 94 nm.
7. Hasil karakterisasi dengan SEM menunjukkan pada BKT 1:1,5 bentuknya menggumpal, BKT 1:2 memiliki bentuk morfologinya berupa jarum dengan ukuran berkisar 1,84 s.d 3,04 μm , pada BNKT MS berbentuk gabungan pipih dan jarum dan pada BNKT MS SS berbentuk pipih.

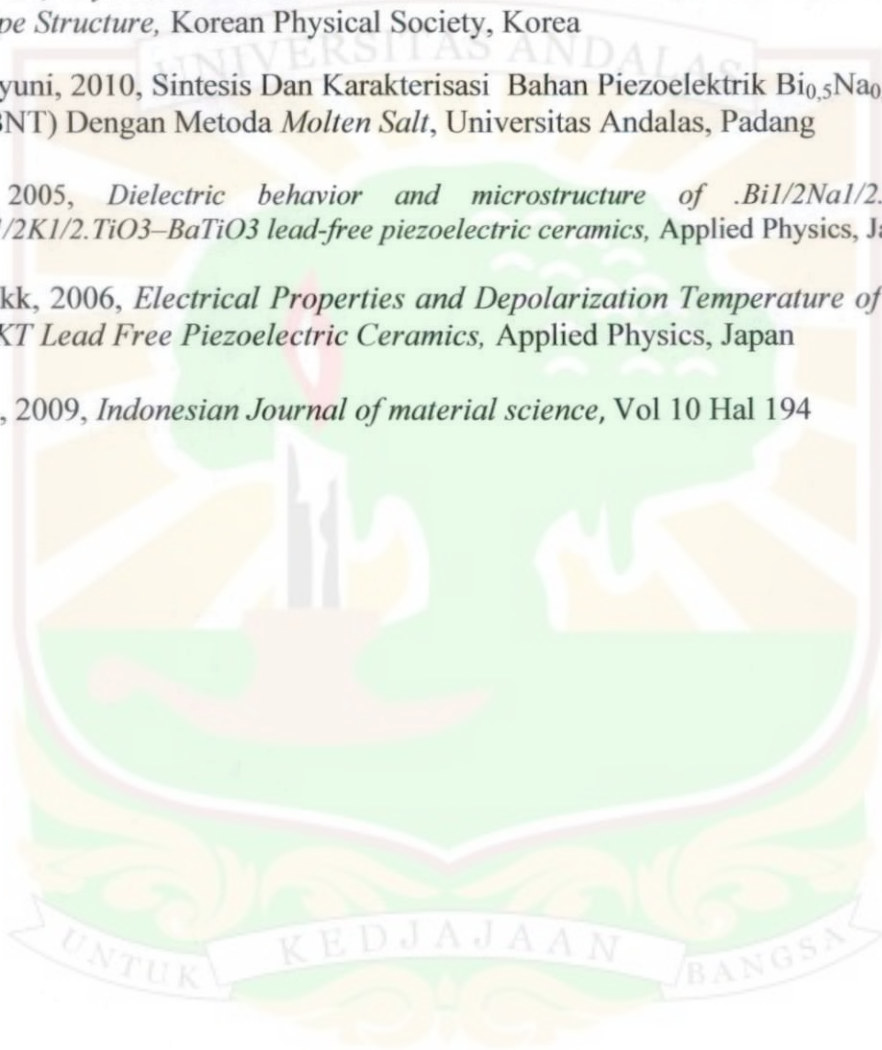
5.2. Saran

1. Penelitian lebih lanjut pada pola difraksi BTO.
2. Disarankan untuk penelitian selanjutnya dalam sintesis bahan dengan metode *molten salt* dilakukan secara langsung dalam 1 tahap.
3. Disarankankan studi lanjutan temperatur Curie, kurva *hysteresis* dan konstanta piezoelektrik serta analisis struktur dengan menggunakan metode Rietveld

DAFTAR KEPUSTAKAAN

- Ahn dkk, 2008, *The effect of Bi₄Ti₃O₁₂ particles addition in lead-free Bi_{0.5}(Na_{0.75}K_{0.25})_{0.5}TiO₃ ceramics*, Springer Science, Korea
- Callister, W.D., 1994, *Material Science and Engineering and Introduction*, John Wiley and Sons, Inc., New York
- Cullity, 1978, *Elements of X-Ray Diffraction*, 2nd Edition, Addison-Wesley Publishing Company, Inc, Sydney
- Damjanovic, 2001, *piezoelctric properties of perovskite ferroelectrics; unsolved problems and future research*, Annales de chimic science des materiaux
- Felliciana dkk, 2009, *X-Ray Diffractometer*, Universitas Sebelas Maret, Semarang
- Hussain dkk, 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)*, Applied Physics, Japan
- Kittel, 2004, *Introduction to Solid State Physics*, John Willey & Sons Inc, New York
- Lee dkk, 2007, *Chemical Composition and Tolerance Factor at the Morphotropic Phase Boundary in (Bi_{0.5}Na_{0.5})TiO₃-Based Piezoelectric Ceramics*, Science Direct, Taiwan
- Physics Instrument, 2010, *Fundamental of Piezoelectric and Piezoactuator*, GmbH & Co.KG.ISO 9001-2008, New York
- Sahoo, 2008, *Synthesis and characterization of BaTiO₃ Prepared by Molten Salt Synthesis Method*, Department of Ceramic Engineering National Institute of Technology, Rourkela
- Seifert, 2010, *Lead Free Piezoelectric Keramik*, Universität Darmstadt
- Setasuwon, 2004, *Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO₃ Molten Salt Synthesis from Molten-Salt-Synthesized Bi₂Ti₄O₁₁ Seeds*, National Metal and Materials Technology Center, Thailand
- Setasuwon, 2005, *Nanocrystallization of Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO₃ piezoelectric material*, National Metal and Materials Technology Center, Thailand
- Sharma, 2006, *Studies on structural dielectric and Piezoelectric properties of doped Pct ceramics*, Deemed University, Punjab

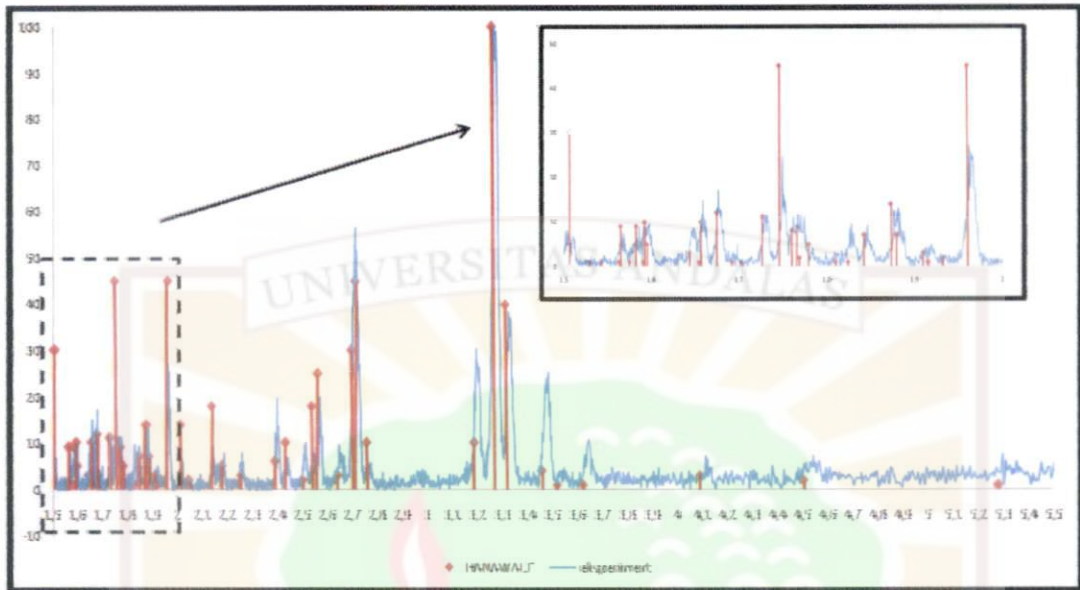
- Smallman dkk, 2000, *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*, Erlangga, Jakarta
- Speakman, 2007, *Estimating Crystallite Size Using XRD*, Hong Kong Polytechnic University, Hong Kong
- Tani, 1998, *Crystalline-oriented Piezoelectric Bulk Ceramics with a Perovskite-type Structure*, Korean Physical Society, Korea
- Triwahyuni, 2010, Sintesis Dan Karakterisasi Bahan Piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT) Dengan Metoda *Molten Salt*, Universitas Andalas, Padang
- Wang, 2005, *Dielectric behavior and microstructure of $\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2}\text{TiO}_3$ - $\text{Bi}_{1/2}\text{K}_{1/2}\text{TiO}_3$ - BaTiO_3 lead-free piezoelectric ceramics*, Applied Physics, Japan
- Yoshi dkk, 2006, *Electrical Properties and Depolarization Temperature of BNT-BKT Lead Free Piezoelectric Ceramics*, Applied Physics, Japan
- Yunasfi, 2009, *Indonesian Journal of material science*, Vol 10 Hal 194





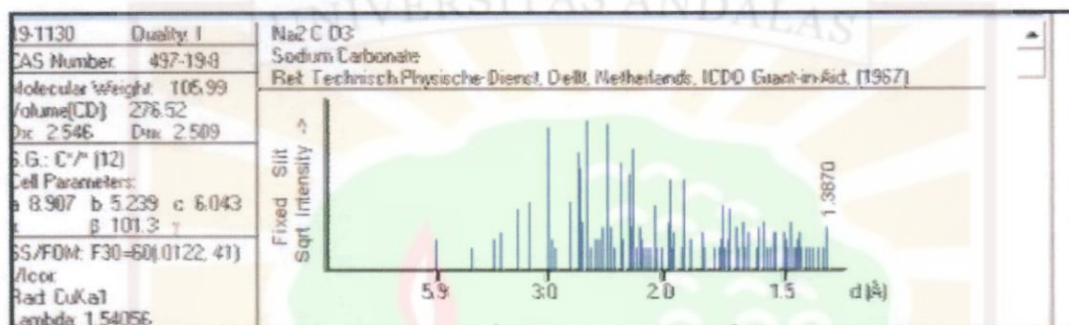
LAMPIRAN

Hanawalt dan Eksperimen :

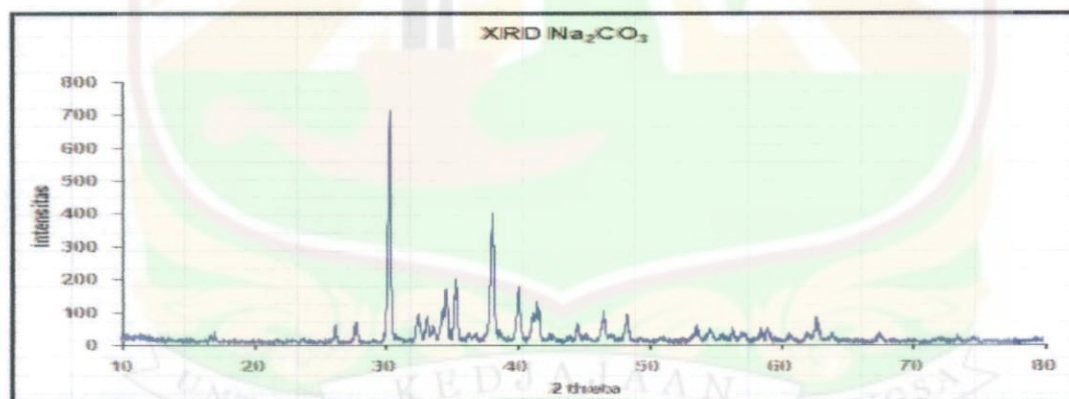


1,571769	4,067321	1,577	8
1,559206	7,293128	1,564	10
1,521974	4,347826	1,529	6
1,492784	5,610098	1,495	4
1,479101	6,171108	1,481	10

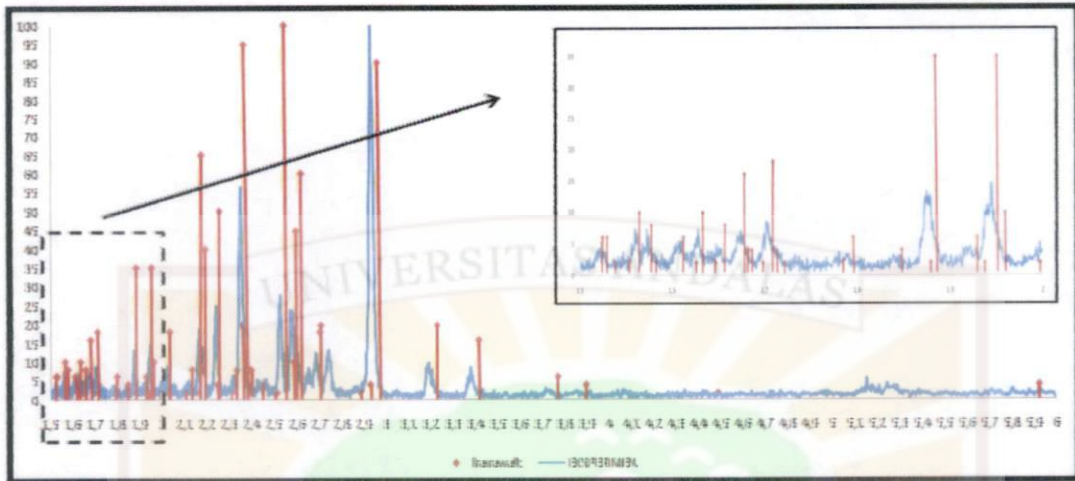
Hanawalt :



Eksperimen :



Hanawalt dan Eksperimen :



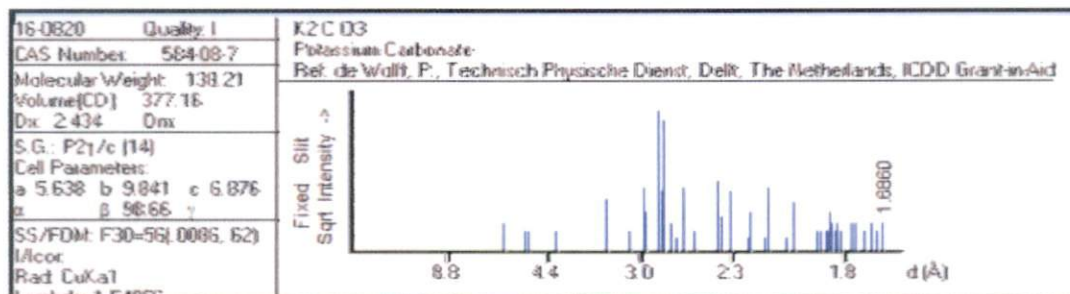
Lampiran 3

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar

K_2CO_3 eksperimen dengan tabel Hanawalt.

EKSPERIMEN		HANAWALT	
D	intensitas	d	Intensitas
5,586007	22,48521	5,59	4
4,91559	16,56805	4,92	2
4,22893	14,20118	4,22	2
3,420724	39,64497	3,4	14
2,985368	62,72189	2,972	20
2,958323	15,97633	2,954	8
2,80444	100	2,828	100
2,790808	53,25444	2,796	18
2,778993	27,21893	2,787	85
2,734379	21,89349	2,727	4
2,637377	65,08876	2,627	20
2,522355	10,05917	2,542	2
2,393809	39,05325	2,385	25
2,370702	18,3432	2,36	6
2,317813	28,99408	2,313	18
2,215033	15,38462	2,209	1
2,202607	17,75148	2,195	8
2,11679	34,91124	2,109	20
2,001989	45,56213	1,993	12
1,908171	11,2426	1,902	2
1,835177	12,42604	1,844	4
1,827597	11,2426	1,826	4
1,733801	8,87574	1,737	2

Hanawalt :



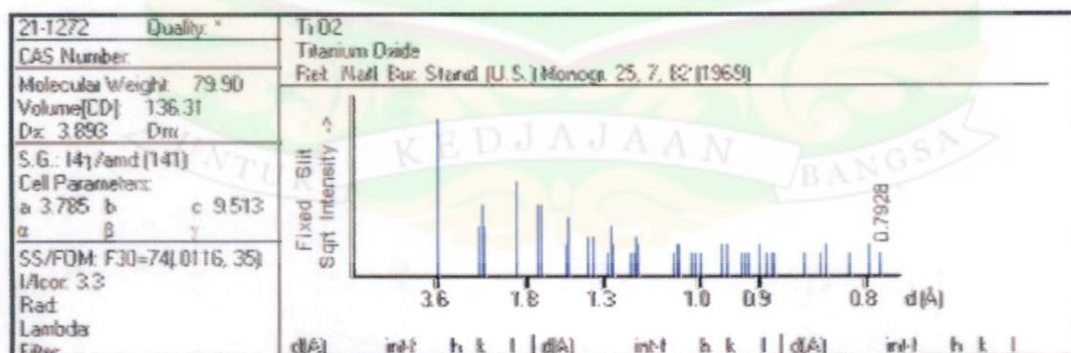
Lampiran 4

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar

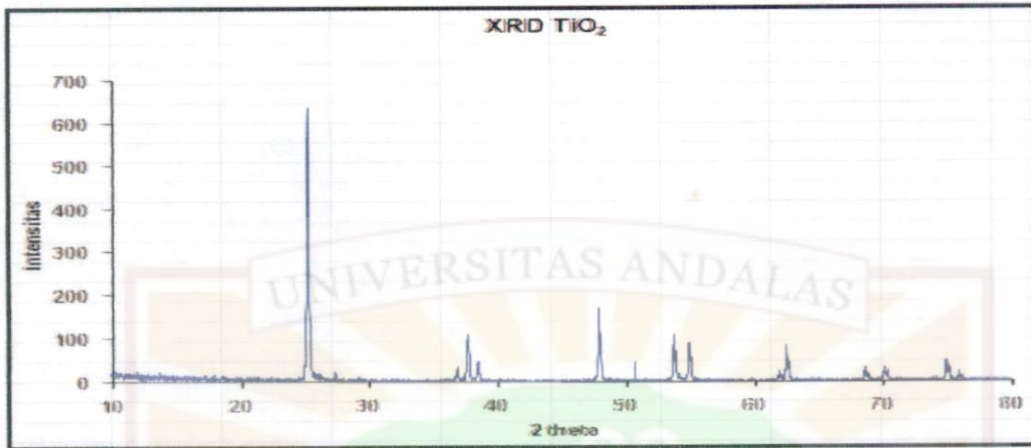
TiO₂ eksperimen dengan tabel Hanawalt.

EKSPERIMEN		HANAWALT	
D	intensitas	d	Intensitas
3,505447	100	3,52	100
2,426214	5,511811	2,431	10
2,373112	16,69291	2,378	20
2,32819	7,559055	2,332	10
1,890991	26,61417	1,892	35
1,699219	17,00787	1,6999	20
1,6656	13,85827	1,6665	20
1,481219	13,07087	1,493	4
1,47699	5,984252	1,4808	14
1,364005	4,724409	1,3641	6
1,334889	4,094488	1,3378	6
1,264425	7,559055	1,2649	10
1,251393	3,622047	1,2509	4

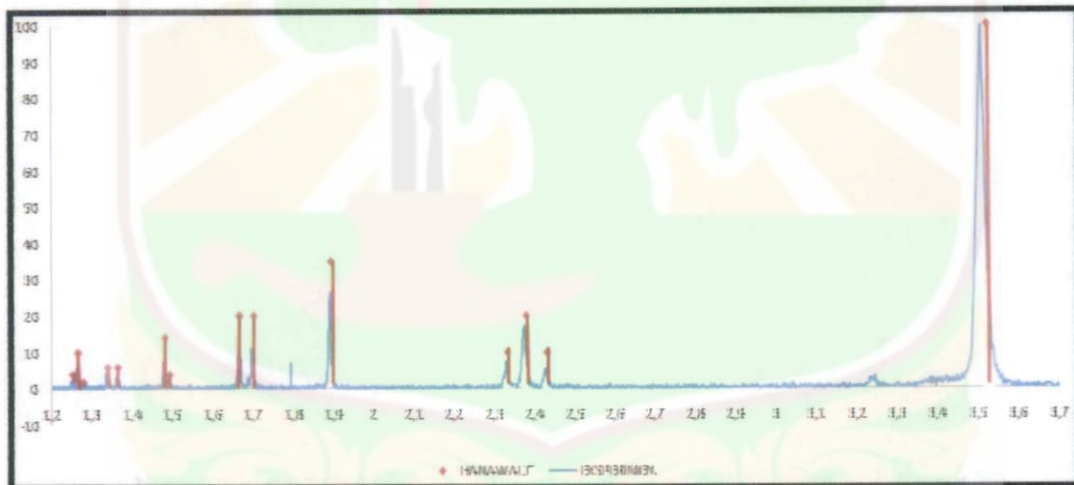
Hanawalt :



Eksperimen :



Hanawalt dan Ekperimen :



Lampiran 5

Pencocokan jarak antar bidang dan intensitas relatif pola difraksi bahan dasar

$\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{11}$ eksperimen dengan tabel Hanawalt.

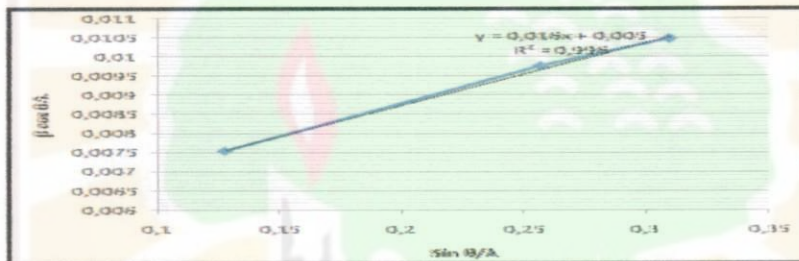
EKSPERIMEN		HANAWALT	
D	intensitas	d	Intensitas
7,47204	33,89392	7,46	75
7,336223	55,36869	7,29	75
5,089122	59,24968	5,08	100
3,737364	4,786546	3,729	6
3,688499	4,527814	3,687	10
3,6527	9,96119	3,645	10
3,597449	5,950841	3,587	8
3,400196	14,23027	3,396	25
3,35492	31,43596	3,348	40
3,325418	15,13583	3,314	20
3,256276	46,1837	3,248	70
3,214829	75,80854	3,206	90
2,98732	100	2,978	90
2,962156	47,21863	2,957	65
2,950689	36,99871	2,94	55
2,92803	33,89392	2,919	50
2,821676	6,727038	2,812	8
2,688095	41,00906	2,68	60
2,604662	7,6326	2,605	10
2,544511	26,13195	2,539	45
2,492546	21,86287	2,487	25
2,436372	22,25097	2,429	25
2,398735	11,38422	2,393	20
2,35279	12,41915	2,347	16
2,30981	25,35576	2,302	35
2,276166	9,831824	2,273	14
2,138773	5,821475	2,137	6
2,083342	15,91203	2,08	20
2,077878	7,6326	2,065	14
2,008716	5,433376	2,004	8
1,949887	2,846054	1,946	6
1,908171	15,13583	1,942	25
1,890991	6,856404	1,888	12
1,872698	10,21992	1,87	8

Lampiran 7

Perhitungan ukuran butir

1. BKT 1:1,5

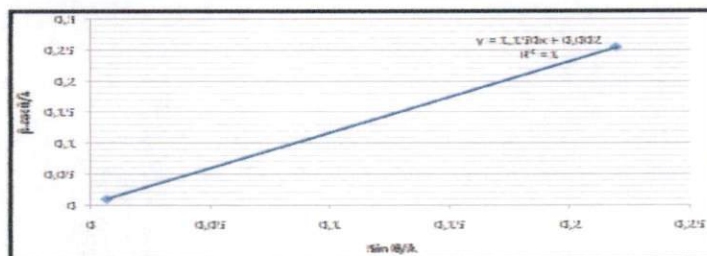
2θ	θ	$\sin\theta$	$\cos\theta$	λ	$\beta(^{\circ})$	$\beta(\text{rad})$	$\sin\theta/\lambda$	$\cos\theta/\lambda$	$\beta \cdot \cos\theta/\lambda$
22,615	11,3075	0,1961	0,980584	1,5406	0,679	0,011849	0,127288	0,636495	0,007542
32,353	16,1765	0,278632	0,960398	1,5406	1,575	0,027484	0,18086	0,623392	0,017133
38,965	19,4825	0,33356	0,942729	1,5406	0,56	0,009772	0,216513	0,611923	0,00598
46,618	23,309	0,395738	0,918363	1,5406	0,94	0,016403	0,256873	0,596108	0,009778
56,951	28,4755	0,47684	0,87899	1,5406	1,052	0,018357	0,309515	0,570551	0,010474

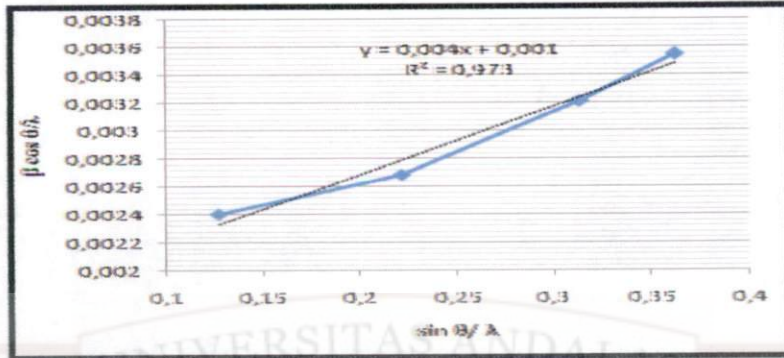


b	$D = 0,94/b (\text{\AA})$	D (nm)
0,005	188	18,8

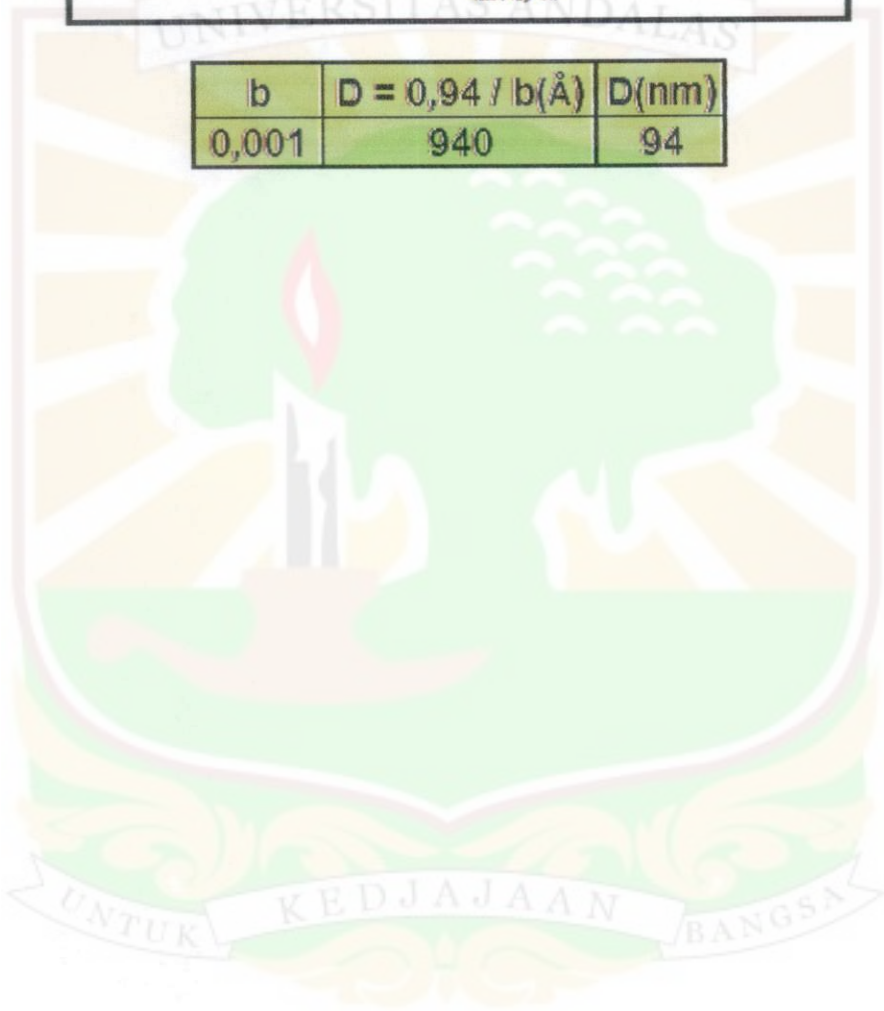
2. BKT 1:2

2θ	θ	$\sin\theta$	$\cos\theta$	λ	$\beta(^{\circ})$	$\beta(\text{rad})$	$\sin\theta/\lambda$	$\cos\theta/\lambda$	$\beta \cdot \cos\theta/\lambda$
22,657	11,3285	0,19646	0,98051	1,5406	0,878	0,01532	0,12752	0,63645	0,009751
32,101	16,0505	0,27652	0,96101	1,5406	0,801	0,01398	0,17949	0,62379	0,008719
39,509	19,7545	0,33803	0,94113	1,5406	0,591	0,01031	0,21942	0,61089	0,0063
46,26	23,13	0,39287	0,9196	1,5406	0,934	0,0163	0,25501	0,59691	0,009729
57,246	28,623	0,4791	0,87776	1,5406	0,921	0,01607	0,31098	0,56975	0,009157





b	$D = 0,94 / b(\text{\AA})$	D(nm)
0,001	940	94



Lampiran 8

Foto Alat dan Bahan

1. Alat



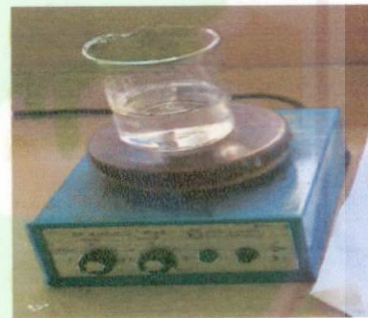
Neraca digital OHAUS
GALAXY™160



Mortar



Electric Furnace dengan
merek THERMOLYNE
48000 FURNACE



Magnetic Stirrer merek
IKAMAG-AH



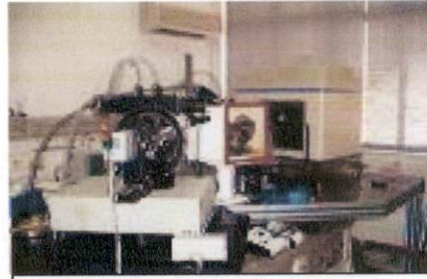
Peralatan Gelas



Hydraulic Press CARVER,



SEM (*Scanning Electron Microscope*) merk JEOL JSM-6510LA

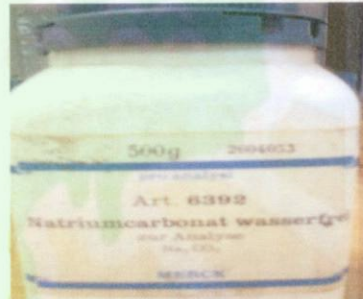


Difraktometer sinar-X merk PHILIPS tipe APD 3520

2. Bahan



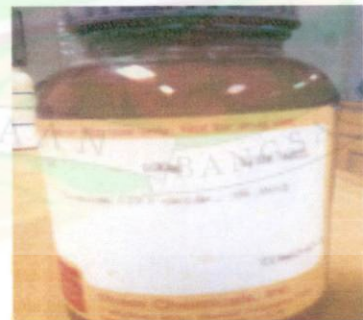
Bismuth Oksida (Bi_2O_3) merk ABCR
Kemurnian 99,999 %



Natrium Karbonat (Na_2CO_3) merk ABCR
Kemurnian 99,999 %



Kalium Karbonat (K_2CO_3) merk ABCR
Kemurnian 99,999 %



Titanium Oksida (TiO_2) merk Stream Chemica
Kemurnian 99,99 %