



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.

**PENGUNAAN METODE MOLTEN SALT UNTUK MENSINTESIS
BAHAN PIEZOELEKTRIK BEBAS TIMBAL
Bi_{0,5}Na_{0,5}TiO₃-BaTiO₃ (BNT-BT)**

SKRIPSI



**SESTRY MISFADHILA
0810412020**

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

**PENGGUNAAN METODE *MOLTEN SALT* UNTUK MENSINTESIS
BAHAN PIEZOELEKTRIK BEBAS TIMBAL
 $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ (BNT-BT)**

Oleh :

Sestry Misfadhila

Dibimbing oleh : Dr. Yetria Rilda dan Drs. Syahfandi Ahda, MT

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian untuk mensintesis bahan piezoelektrik bebas timbal $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ (BNT-BT) dengan metode *molten salt*. Dalam proses sintesis bahan piezoelektrik ini dilakukan variasi beberapa parameter kondisi sintesis, yaitu variasi suhu sintering dan penambahan garam dengan komposisi perbandingan 1 : 1 dan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar. Kondisi ini bertujuan untuk mendapatkan produk berukuran partikel besar terkait dengan aplikasinya. Material piezoelektrik yang dihasilkan dikarakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX. Analisis tersebut menunjukkan BT mulai terbentuk pada suhu 600 °C dengan ukuran partikel kristal semakin besar seiring dengan kenaikan suhu sintering. Ukuran partikel BT terbesar terbentuk pada penambahan garam sebesar 1 : 2. Sedangkan sintesis BNT dilakukan dengan suhu sintering 950 °C dimana ukuran partikel yang lebih besar terbentuk dengan penambahan garam sebesar 1 : 1. Penelitian ini telah berhasil mensintesis BNT-BT secara langsung dengan mencampur semua bahan dasar menggunakan metode *molten salt* dengan lama penggerusan 4 jam dan suhu sintering 950 °C selama 4 jam. Analisis XRD dan SEM-EDX mengindikasikan struktur piezoelektrik BNT-BT berhasil disintesis dalam satu tahap sintesis dengan ukuran partikel kristal terbesar diperoleh pada komposisi penambahan garam 1 : 1.

Kata kunci : *Lead-free Piezoelectric, Molten Salt, Sintesis, Karakterisasi, Sintering*

THE USING OF MOLTEN SALT METHOD FOR THE SYNTHESIS OF LEAD-FREE PIEZOELECTRIC MATERIALS

$\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ (BNT-BT)

by :

Sestry Misfadhila

Guided by : Dr. Yetria Rilda and Drs. Syahfandi Ahda, MT

ABSTRACT

The research about the synthesis of lead-free piezoelectric materials $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ (BNT-BT) has been done. In the synthesis process of this piezoelectric materials, it have been done the variation of synthesis condition parameters, that is variation of sintering temperatures and the addition of salt with composition ratio 1 : 1 and 1 : 2 to raw materials mass. The aim of this condition is to get a large particle size of the product that is associated with its application. Piezoelectric materials were characterized by XRD and SEM-EDX. The analysis shows that BT began to form at temperature 600 °C with the larger particle size of crystals due to the higher sintering temperature. The largest particle size of BT was formed in addition of salts 1 : 2. While the synthesis of BNT was done at sintering temperature 950 °C where the larger particles formed by the addition of salt 1 : 1. This research has been successfully synthesized BNT-BT directly by mixing all the raw materials with a grinding time for 4 hours and sintering temperature at 950 °C by using molten salt method. XRD analysis and SEM-EDX indicate the piezoelectric structures of BNT-BT has been successfully synthesized in one step synthesis with the largest particle size of crystals was obtained from the addition of salt 1 : 1.

Keywords : *Lead-free Piezoelectric, Molten Salt, Synthesis, Characterization, Sintering*

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	i
KATA PENGANTAR	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Material Dielektrik	5
2.2 Material Piezoelektrik	6
2.3 Barium Titanat (BT)	8
2.4 Bismut Natrium Titanat (BNT)	9
2.5 Bismut Natrium Titanat-Barium Titanat (BNT-BT)	11
2.6 Kristal	12
2.7 Metode Sintesis Material Piezoelektrik	14
2.8 Karakterisasi	16
2.8.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	16
2.8.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> -Energi Dispersif Sinar-X (SEM-EDX)	17

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan	19
3.2.1 Alat	19
3.2.2 Bahan	19
3.3 Tahapan Penelitian	19
3.3.1 Sintesis BaTiO ₃ (BT) dengan Metode <i>Molten Salt</i> (MS).....	19
3.3.2 Sintesis Bi _{0,5} Na _{0,5} TiO ₃ (BNT) dengan Metode <i>Molten Salt</i>	20
3.3.3 Sintesis Bi _{0,5} Na _{0,5} TiO ₃ - BaTiO ₃ (BNT-BT) dengan Metode <i>Molten Salt</i>	21

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Struktur dan Kemurnian Bahan Dasar	22
4.2 Barium Titanat (BT).....	25
4.2.1 Sintesis BT dengan Metode <i>Molten Salt</i>	25
4.2.2 Identifikasi BT Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	27
4.2.3 Analisis Morfologi BT dengan SEM-EDX.....	30
4.3 Bismut Natrium Titanat (BNT).....	32
4.3.1 Sintesis BNT dengan Metode <i>Molten Salt</i>	32
4.3.2 Identifikasi BNT Menggunakan XRD	33
4.3.3 Analisis Morfologi BNT dengan SEM-EDX.....	35
4.4 Bismut Natrium Titanat-Barium Titanat (BNT-BT)	
4.4.1 Sintesis dengan BNT-BT dengan Metode <i>Molten Salt</i>	36
4.4.2 Identifikasi BNT-BT Menggunakan XRD	38
4.4.3 Analisis Morfologi BNT-BT dengan SEM-EDX	40

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan	42
5.2 Saran	42

DAFTAR PUSTAKA	43
----------------------	----

LAMPIRAN	46
----------------	----

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Perbandingan 2 θ dari tiga puncak tertinggi Bi ₂ O ₃ hasil eksperimen dengan JCPDS.....	23
Tabel 2. Perbandingan 2 θ dari tiga puncak tertinggi Na ₂ CO ₃ hasil eksperimen dengan JCPDS.....	23
Tabel 3. Perbandingan 2 θ dari tiga puncak tertinggi BaCO ₃ hasil eksperimen dengan JCPDS.....	24
Tabel 4. Perbandingan 2 θ dari tiga puncak tertinggi TiO ₂ hasil eksperimen dengan JCPDS.....	25
Tabel 5. Perbandingan sudut difraksi 2 θ tiga puncak tertinggi dari produk BT yang diperoleh dengan standar JCPDS	28
Tabel 6. Nilai FWHM puncak tertinggi BT	29
Tabel 7. Ukuran partikel BT	31
Tabel 8. Persentase atom-atom yang terkandung dalam produk BT	32
Tabel 9. Perbandingan sudut difraksi 2 θ tiga puncak tertinggi dari produk BNT dengan penambahan garam 1 : 1 dan 1 : 2 dengan standar JCPDS	34
Tabel 10. Persentase atom-atom yang terkandung dalam produk BNT	36
Tabel 11. Perubahan warna BNT-BT sebelum dan setelah sintering.....	37
Tabel 12. Nilai FWHM puncak tertinggi BNT-BT	40
Tabel 13. Persentase atom-atom penyusun produk BNT-7%BT dan BNT-15%BT.....	41

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Sebuah satuan sel heksagonal tidak memiliki simetri pusat, tekanan pada sumbu y dan tekanan pada sumbu x	6
Gambar 2. Efek piezoelektrik langsung dan balikan	7
Gambar 3. Struktur kristal perovskite dari barium titanat (BaTiO_3)	8
Gambar 4. Struktur kristal BNT	9
Gambar 5. T_c sebagai batas antara feromagnetik dan paramagnetik	10
Gambar 6. Grafik yang menunjukkan daerah MPB BNT-BT pada 7% mol BT	11
Gambar 7. Struktur kristal yang memperlihatkan sudut dan hkl	12
Gambar 8. Sel satuan perovskite	13
Gambar 9. Skema difraksi sinar-X pada bidang kristal	17
Gambar 10. Skema alat <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	18
Gambar 11. Pola difraksi bahan dasar Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , BaCO_3 , TiO_2 , NaCl dan KCl	22
Gambar 12. Pola difraksi dari bahan dasar dan BT yang disintering pada suhu 400°C , 600°C , 800°C dan 950°C , standar JCPDS dan literatur	27
Gambar 13. Pola difraksi dari bahan dasar, BT 950°C dengan penambahan garam sebesar 1 : 1 dan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar	30
Gambar 14. Mikrograf SEM dari BT dengan perbesaran 25000x untuk suhu 600°C , 800°C , 950°C dengan penambahan garam 1 : 1 dan BT 950°C dengan penambahan garam 1 : 2	31
Gambar 15. Pola difraksi bahan dasar dan BNT 950°C dengan penambahan garam 1 : 1 dan 1 : 2, standar JCPDS dan literatur	34
Gambar 16. Mikrograf dari SEM dengan perbesaran 25000x untuk sampel BNT 950°C 1 : 1 dan BNT 950°C 1 : 2	35
Gambar 17. Pola difraksi bahan dasar, BNT-7%BT dan BNT-15%BT dengan penambahan garam masing-masingnya 1 : 1 dan 1 : 2 yang disintering pada suhu 950°C selama 4 jam	38
Gambar 18. Perubahan struktur rhombohedral menjadi tetragonal	39

Gambar 19. Mikrograf dari SEM dengan perbesaran 10000x untuk sampel
BNT-7%BT dan BNT-15%BT 40



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Stoikiometri.....	46
Lampiran 2. Skema kerja tahapan sintesis BT	47
Lampiran 3. Skema kerja tahapan sintesis BNT	48
Lampiran 4. Skema kerja tahapan sintesis BNT-BT	49
Lampiran 5. Perbandingan pola difraksi bahan dasar secara eksperimen dan JCPDS	50
Lampiran 6. Gambar proses sintesis BT.....	52
Lampiran 7. Gambar proses sintesis BNT.....	53
Lampiran 8. Gambar proses sintesis BNT-BT	54
Lampiran 9. Perhitungan FWHM tiga puncak tertinggi.....	55
Lampiran 10. Pola Analisis EDX BT	57
Lampiran 11. Pola Analisis EDX BNT	59
Lampiran 12. Pola Analisis EDX BNT-BT	60

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Piezoelektrik merupakan suatu material yang memiliki kemampuan untuk menghasilkan arus listrik jika mendapatkan perlakuan tekanan. Material ini dapat berupa keramik atau polimer.^[1] Sifat unggul yang dimiliki bahan ini memberikan cakupan aplikasi yang luas. Penelitian mengenai piezoelektrik sampai saat ini terus dilakukan dan dikembangkan terutama dalam aplikasinya.

Efek piezoelektrik pada suatu bahan ditemukan pada tahun 1880 oleh Jacques dan Piere Currie bersaudara. Mereka telah menemukan material seperti turmalin, kuarsa, garam Rochelle dan gula tebu sebagai bahan yang bersifat piezoelektrik. Kristal SiO_2 merupakan temuan pertama mereka dan dilanjutkan dengan penemuan barium titanat (BaTiO_3) sekitar tahun 1940-an. Dalam sejarah piezoelektrik, bahan tersebut pertama kali diaplikasikan pada detektor ultrasonik kapal selam pada awal tahun 1920-an.^[2]

Karakter piezoelektrik dapat menggambarkan suatu fenomena dari pembentukan tegangan listrik pada permukaan suatu material ketika dikenai tekanan atau tegangan mekanis. Piezoelektrik merupakan suatu efek yang reversibel, dimana terdapat efek piezoelektrik langsung (*direct piezoelectric effect*) yaitu produksi potensial listrik akibat adanya tekanan mekanik dan efek piezoelektrik balikan (*converse piezoelectric effect*) yaitu terjadinya perubahan dimensi material atau adanya strain mekanis akibat dari pengaplikasian tegangan listrik di permukaan material.^[3]

Saat ini industri otomotif dan manufaktur adalah pasar terbesar untuk aplikasi perangkat piezoelektrik. Permintaan yang tinggi juga berasal dari instrumen medis serta informasi dan telekomunikasi. Salah satu aplikasi dari piezoelektrik dalam kehidupan sehari-hari adalah sensor *airbag* pada mobil. Material ini mampu mendeteksi intensitas guncangan dan mengirimkan sinyal listrik yang memicu *airbag*.

Material piezoelektrik yang saat ini banyak digunakan dan diproduksi adalah PZT karena memiliki sifat piezoelektrik yang sangat baik.^[4] Hanya saja PZT

memiliki komposisi $\text{Pb}(\text{ZrTi})\text{O}_3$ dengan bahan dasar yang mengandung unsur timbal (Pb) atau logam berat. Produksi pada skala industri membutuhkan bahan Pb yang cukup banyak. Hal ini sangat tidak menguntungkan karena gas-gas buangan seperti timbal oksida (PbO) yang menguap pada proses sintering dapat mencemari lingkungan dan berbahaya bagi kesehatan. Pada negara-negara maju, khususnya Jepang telah membatasi penggunaan Pb, baik di laboratorium maupun di industri. Oleh karena itu, bahan dasar yang digunakan untuk mensintesis material piezoelektrik dewasa ini lebih diarahkan pada bahan-bahan yang tidak mengandung Pb.

Untuk mengatasi kekhawatiran ini, telah dilakukan penelitian dan pengembangan bahan piezoelektrik bebas timbal. Salah satu alternatif material pengganti yang ramah lingkungan dan telah dikembangkan adalah bismut natrium titanat (BNT). BNT memiliki suhu Curie dan konstanta dielektrik yang tinggi serta memiliki kemampuan untuk bekerja dengan baik tanpa penambahan timbal.^[5,6] BNT adalah bahan alternatif untuk bahan dielektrik masa depan dan aplikasinya pada skala industri untuk rentang suhu yang tinggi. Hal ini menguntungkan apabila digunakan dalam pengeboran minyak dan gas alam, serta aplikasi langsung pada permukaan mesin panas. Perbedaan karakter antara BNT dan PZT yang tidak jauh berbeda menjadi alasan utama dipilihnya BNT sebagai salah satu kandidat material piezoelektrik non-Pb yang diunggulkan. Adapun BNT itu sendiri sulit untuk dipolling karena memiliki medan koersif yang besar yaitu $E_c = 7,3 \text{ kV/mm}$, dengan kata lain tegangan polling cukup tinggi. Semakin rendah medan koersif suatu bahan piezoelektrik, maka proses pemolangan akan semakin mudah dilakukan. Maka untuk mengatasi permasalahan ini dilakukan modifikasi BNT dengan penambahan senyawa dopant agar diperoleh tegangan polling yang lebih rendah.^[7]

Bahan-bahan BNT dapat dimodifikasi dengan penambahan senyawa dopant seperti BT (BaTiO_3), BKT ($\text{Bi}_{0,5}\text{K}_{0,5}\text{TiO}_3$), dan NaNbO_3 . Diantara dopant-dopant tersebut, sifat piezoelektrik yang sering dilaporkan adalah campuran BNT-BT ($\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$). Keuntungan digunakannya barium sebagai dopant pada BNT yaitu adanya *Morphotropic Phase Boundary* (MPB) antara fasa rhombohedral dan tetragonal pada struktur material ini. Rasio BNT-7%BT lebih

dipilih sebagai komposisi MPB karena pada komposisi ini permitivitas bahan piezoelektrik lebih tinggi.

Sintesis bahan piezoelektrik dewasa ini dapat dilakukan dengan dua metode yaitu dengan metode konvensional atau metode kering atau lebih dikenal dengan metode *solid state reaction*. Metode lainnya yaitu metode kimia atau dikenal juga dengan metode basah yang terdiri dari metode *molten salt*, sol-gel dan hidrotermal. Metode sintesis bahan piezoelektrik yang digunakan pada penelitian ini adalah metode *molten salt*. Metode ini lebih sederhana karena bahan tambahan yang digunakan sebagai media sekaligus katalisator relatif mudah didapat yaitu NaCl dan KCl.

Berdasarkan uraian di atas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis dan karakterisasi bahan piezoelektrik BNT, BT dan BNT- BT dengan metode *molten salt*. Penambahan bahan BT pada material piezoelektrik ini diharapkan akan dapat meningkatkan sifat dielektrik dan piezoelektrik, bahan piezoelektrik menjadi lebih mudah untuk dipolling, lebih kuat serta ramah lingkungan.

1.2 Rumusan Masalah

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Apakah bahan piezoelektrik BT, BNT dan BNT-BT dapat disintesis secara langsung dengan metode *molten salt*.
2. Apakah suhu dan komposisi garam berpengaruh dalam sintesis BaTiO_3 (BT).
3. Apakah komposisi garam berpengaruh dalam sintesis $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT), dan BNT-BT.
4. Apakah konsentrasi dopant BT mempengaruhi struktur produk piezoelektrik BNT-BT yang dihasilkan dan menganalisis struktur dari bahan dasar, BNT, BT, BNT-7%BT dan BNT-15%BT yang terbentuk dengan menggunakan XRD dan SEM-EDX.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mempelajari sintesis bahan piezoelektrik bebas timbal BNT, BT, dan BNT-BT dengan menggunakan metode *molten salt*.

2. Mempelajari pengaruh suhu dan komposisi garam dalam sintesis BT.
3. Mempelajari pengaruh komposisi garam dalam sintesis BNT dan BNT-BT.
4. Mengidentifikasi struktur produk piezoelektrik bebas timbal BNT, BT dan BNT-BT yang terbentuk serta mengetahui perbedaan struktur dari BNT-BT dengan variasi penambahan dopant BT sebesar 7% dan 15% mol dengan alat karakterisasi XRD dan SEM-EDX.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan suatu informasi tentang pengembangan metode lebih sederhana dalam sintesis bahan piezoelektrik bebas timbal yang ramah lingkungan.



II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Material Dielektrik

Dielektrik berasal dari bahasa Yunani 'dia' yang berarti lewat dan elektrik yang berarti listrik. Istilah ini pertama kali digunakan oleh William Whewell. Dielektrik adalah sejenis bahan isolator listrik yang dapat dikutubkan (*polarized*) dengan cara menempatkan bahan dielektrik dalam medan listrik. Ketika bahan ini berada dalam medan listrik, muatan listrik yang terkandung di dalamnya tidak akan mengalir, sehingga tidak timbul arus seperti bahan konduktor tetapi hanya sedikit bergeser dari posisi setimbangnya sehingga mengakibatkan terciptanya pengutuban dielektrik. Oleh karena pengutuban dielektrik, muatan positif bergerak menuju kutub negatif medan listrik, sedang muatan negatif bergerak pada arah berlawanan (yaitu menuju kutub positif medan listrik). Peristiwa ini menimbulkan medan listrik internal (di dalam bahan dielektrik) yang menyebabkan jumlah keseluruhan medan listrik yang melingkupi bahan dielektrik menurun. Jika bahan dielektrik terdiri dari molekul-molekul yang memiliki ikatan lemah, molekul-molekul ini tidak hanya menjadi terkutub, namun juga sampai bisa tertata ulang sehingga sumbu simetrinya mengikuti arah medan listrik.^[8]

Walaupun istilah isolator juga mengandung arti konduksi listriknya rendah seperti dielektrik, namun istilah dielektrik biasanya digunakan untuk bahan-bahan isolator yang memiliki tingkat kemampuan pengutuban tinggi yang besarnya diwakili oleh konstanta dielektrik. Sebagian bahan dielektrik merupakan bahan feroelektrik yang bisa mengalami polarisasi secara spontan. Bahan ini menunjukkan medan listrik permanen dan ini merupakan sumber konstanta dielektrik yang tinggi. Beberapa bahan feroelektrik menunjukkan sifat-sifat piezoelektrik yaitu efek tekan listrik, diantaranya adalah kristal buatan berupa keramik seperti barium titanat (BT), *lead zirconium titanate* (PZT), bismut natrium titanat (BNT) dan bismut kalium titanat (BKT).^[9]

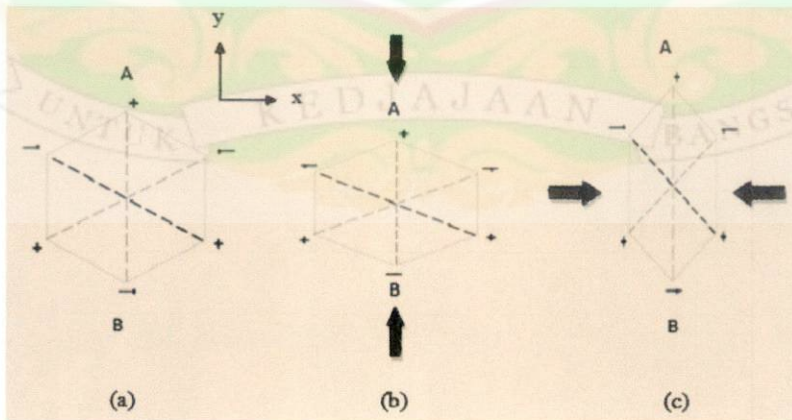
Penelitian tentang sifat-sifat bahan dielektrik berhubungan erat dengan kemampuannya menyimpan dan melepaskan energi listrik dan magnetik. Sifat-

sifat dielektrik sangat penting untuk menjelaskan berbagai fenomena dalam bidang elektronika, optik, dan fisika zat padat.^[10]

2.2 Material Piezoelektrik

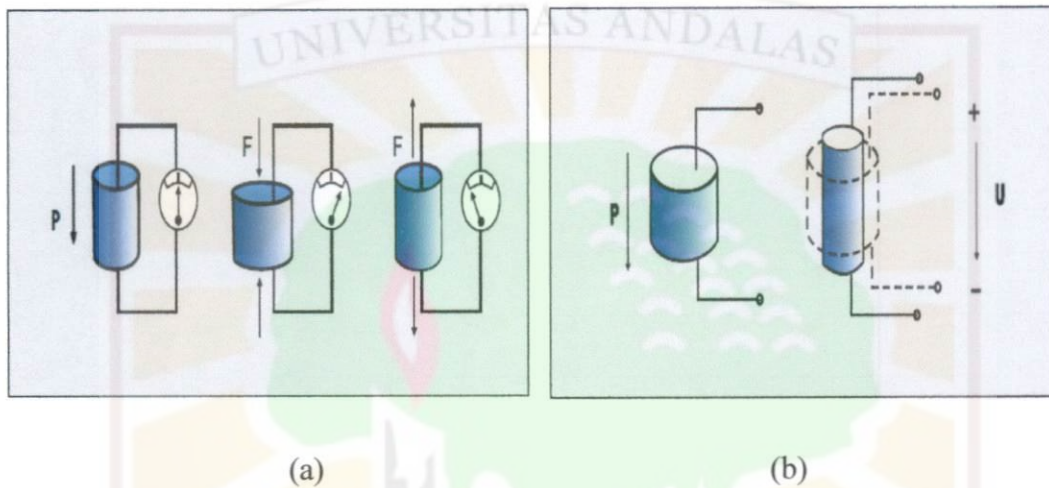
Piezoelektrik berasal dari bahasa Yunani yaitu *piezo* atau *piezein* yang berarti tekanan dan elektrik yang berarti listrik. Efek piezoelektrik ditemukan pada tahun 1880 oleh Jacques dan Piere Currie bersaudara. Mereka telah menemukan material seperti turmalin, kuarsa, garam Rochelle dan gula tebu sebagai bahan piezoelektrik baru. Kristal SiO_2 merupakan temuan pertama mereka dan dilanjutkan dengan penemuan barium titanat (BaTiO_3) sekitar tahun 1940-an. Dalam sejarah piezoelektrik, bahan ini pertama kali diaplikasikan pada detektor ultrasonik kapal selam pada awal tahun 1920-an.^[11]

Piezoelektrik menjelaskan tentang fenomena dari pembentukan tegangan listrik pada permukaan sebuah material ketika dikenai tekanan atau tegangan mekanis. Apabila bahan piezoelektrik ditekan akan terjadi polarisasi, dimana arah muatan listriknya tergantung pada arah tekan pada kristal tersebut. Ketika kristal ditekan pada arah sumbu y akan mengakibatkan pergeseran pusat massa atom A dan atom B yang saling menjauh sepanjang sumbu y . Jika tekanan diterapkan pada arah sumbu x , maka tidak akan terjadi polarisasi pada arah ini. Perpindahan pusat massa atom A dan B juga tidak terjadi, seperti yang diilustrasikan pada gambar 1.



Gambar 1. Sebuah satuan sel heksagonal (a) tidak memiliki simetri pusat, (b) tekanan pada sumbu y dan (c) tekanan pada sumbu x

Piezoelektrik merupakan suatu efek yang reversibel, dimana terdapat efek piezoelektrik langsung (*direct piezoelectric effect*) yaitu produksi potensial listrik akibat adanya tekanan mekanik dan efek piezoelektrik balikan (*converse piezoelectric effect*) yaitu terjadinya perubahan dimensi material atau adanya *strain* mekanis akibat dari pengaplikasian tegangan listrik di permukaan material. Ilustrasi mengenai efek piezoelektrik langsung dan balikan ditunjukkan pada gambar 2.



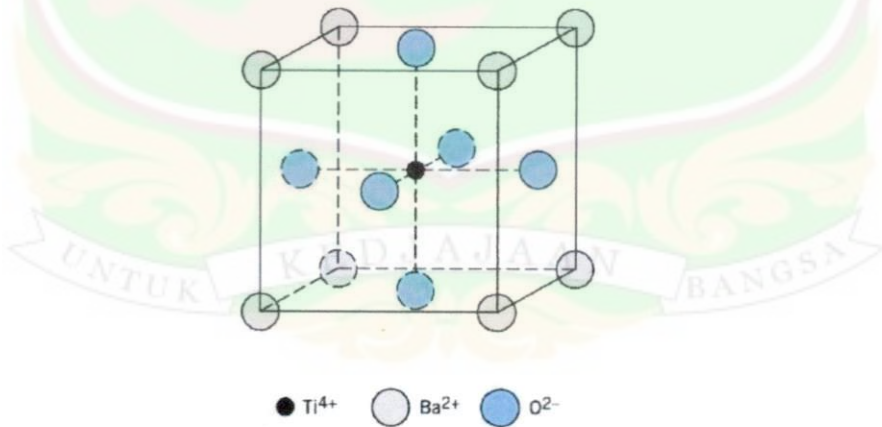
Gambar 2. Efek (a) piezoelektrik langsung dan (b) piezoelektrik balikan
(Sumber : *Piezoechnology P1*)

Di dalam sebuah material piezoelektrik, muatan listrik positif dan muatan listrik negatif terpisah namun terdistribusi simetris sehingga kristal keseluruhan secara elektrik bersifat netral. Ketika diterapkan 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 sehingga dihasilkan dipol yang terinduksi dengan molekul atau struktur kristal materi. Penyesuaian molekul ini mengakibatkan material berubah dimensi.^[12]

2.3 Barium Titanat (BT)

Sejak penemuan keramik feroelektrik barium titanat (BaTiO_3) yang mempunyai permitivitas tinggi pada tahun 1943, keramik berbahan dasar BaTiO_3 diteliti lebih luas dalam industri elektronik. Bahan ini mendapatkan perhatian karena banyak manfaatnya, diantaranya adalah sebagai bahan kapasitor, pembatas arus listrik, dan pemanas dengan suhu konstan karena memiliki sifat konstanta dielektrik dan feroelektrik yang tinggi.^[13] Ditinjau dari segi penggunaannya, bahan ini sangat praktis karena sifat kimia dan mekaniknya sangat stabil, mempunyai sifat feroelektrik pada suhu ruang sampai di atas suhu ruang karena mempunyai suhu Curie (T_c) pada 132°C .^[14]

Barium titanat mempunyai struktur kristal *perovskite* yang sederhana yang mengacu pada struktur kristal kalsium titanat (CaTiO_3). Dalam struktur kalsium titanat, terdapat beberapa kation besar yang dapat membentuk struktur *close pack* bersamaan dengan oksigen. Ion-ion kalsium dan oksigen secara bersama membentuk bangunan *cubic close packing* dengan ion Ti^{4+} yang kecil menempati posisi interstitial oktahedron. Dalam satu kristal *perovskite* barium titanat, terdapat satu atom barium, satu atom titanium dan tiga atom oksigen.^[15] Gambar 3 menunjukkan struktur kristal *perovskite* dari barium titanat.



Gambar 3. Struktur kristal *perovskite* dari barium titanat (BaTiO_3)

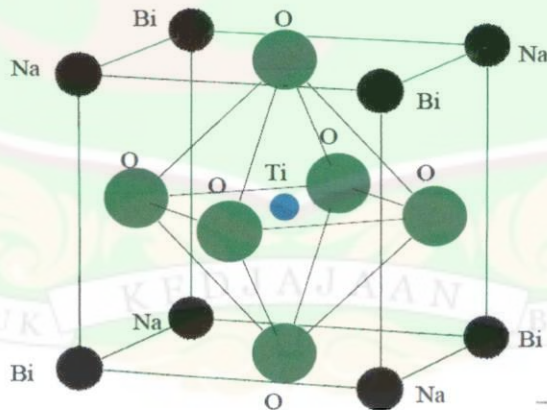
Sifat dielektrik dari kristal tunggal barium titanat pertama kali diteliti oleh Merz. Pada struktur kristal kubik hanya ada satu konstanta dielektrik, sedangkan pada struktur kristal tetragonal terdapat dua yaitu K_a dan K_c . K_a adalah konstanta

dielektrik pada keadaan vektor polarisasi sejajar dan K_c konstanta dielektrik pada keadaan vektor polarisasi tegak lurus. Hal ini menunjukkan bahwa arah orientasi polarisasi dapat menentukan harga dari konstanta dielektrik itu sendiri.^[16]

2.4 Bismut Natrium Titanat (BNT)

Bismut natrium titanat $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNT) merupakan material yang bersifat feroelektrik yang ditemukan oleh Smolenskii, *et al.*, pada tahun 1961. Material ini merupakan bahan alternatif untuk bahan dielektrik masa depan dan aplikasi piezoelektrik. Pengembangan penelitian mengenai BNT terus dikembangkan karena material ini memiliki beberapa keunggulan diantaranya memiliki konstanta dielektrik yang tinggi seiring dengan kenaikan suhu, serta mampu bekerja dengan baik meski tanpa mengandung unsur logam berat (timbal). Menurut J.A Zvirgzds, *et al.*, penambahan timbal dapat meningkatkan suhu Curie hingga mencapai 150°C .

BNT memiliki struktur *perovskite* ABO_3 dengan parameter kisi $a = 3,98 \text{ \AA}$, $\alpha = 89,67^\circ$.^[17] Pada posisi di sudut sel satuan (A) diisi oleh atom Na dan Bi, atom O di permukaan sel satuan (O) dan Ti berada di tengah oktahedral oksigen yang terbentuk (B). Struktur kristal BNT dapat dilihat pada gambar 4.

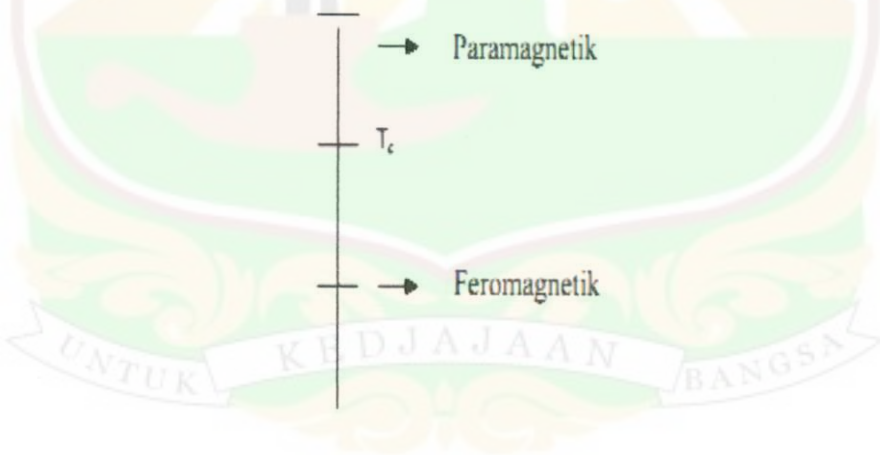


Gambar 4. Struktur kristal BNT
(Sumber : Conor James Walsh, 2004)

BNT memiliki suhu Curie sebesar 320°C dengan konstanta piezoelektrik d_{33} sebesar 92 pC/N . Jika dibandingkan dengan bahan piezoelektrik yang mengandung timbal seperti PZT, nilai ini jauh lebih rendah. PZT memiliki

konstanta piezoelektrik sebesar $d_{33} = 120 \text{ pC/N}$ dengan suhu Curie 450°C .^[18] Adapun BNT itu sendiri sulit untuk dipolling karena memiliki medan koersif yang besar yaitu $E_c = 73 \text{ kV/cm}$, dengan kata lain BNT membutuhkan tegangan yang cukup tinggi untuk mengaktifkan sifat piezoelektriknya. Maka sangat diperlukan pengembangan bahan BNT dengan cara penambahan dopant agar diperoleh tegangan polling yang lebih rendah. Bahan-bahan BNT terus dimodifikasi dengan penambahan dopant seperti BT (BaTiO_3), BKT ($\text{Bi}_{0.5}\text{K}_{0.5}\text{TiO}_3$), dan NaNbO_3 . Beberapa peneliti melaporkan bahwa diantara dopant-dopant tersebut, sifat piezoelektrik yang memiliki performa baik adalah BNT-BT. Hal ini dikarenakan barium titanat (BT) memiliki suhu Curie 132°C dan konstanta dielektrikum yang cukup tinggi, yaitu sebesar 191 pC/N .^[19]

Suhu Curie adalah suhu yang memisahkan antara feromagnetik dengan paramagnetik. Sebuah bahan yang paramagnetik bisa berlaku sebagai feromagnetik apabila suhunya diturunkan sampai dengan suhu tertentu (suhu Curie). Sebuah bahan yang paramagnetik bisa berlaku sebagai anti feromagnetik apabila suhunya dinaikan sampai dengan suhu tertentu (suhu Weiss). Gambar 5 memperlihatkan T_c sebagai batas antara feromagnetik dan paramagnetik.



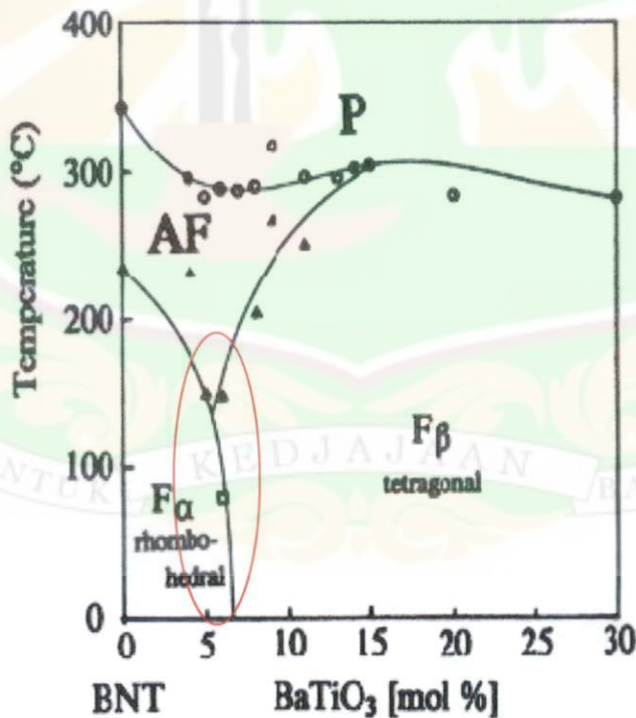
Gambar 5. T_c sebagai batas antara feromagnetik dan paramagnetik

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.^[20]

2.5 Bismut Natrium Titanat-Barium Titanat (BNT-BT)

BNT-BT telah menjadi penelitian yang sangat menarik sejak ditemukannya MPB pada tahun 1991. MPB merupakan suatu daerah batas yang memisahkan dua fasa feroelektrik yang memiliki kristalografi berbeda. Pada daerah ini terjadi perubahan fasa, yaitu dari fasa rhombohedral ke fasa tetragonal atau sebaliknya. MPB dapat diperoleh dari batas komposisi antara dua fasa berbeda yang dapat dicapai dengan mengontrol rasio setiap komponen *perovskite*.^[21]

Penelitian semakin intensif dilakukan karena MPB dilaporkan sebagai daerah batas antara rhombohedral BNT dan tetragonal BT sebagaimana yang terjadi pada PZT. Hal ini disertai dengan peningkatan permitivitas dielektrik dan faktor *electromechanical coupling* k_{33} yang signifikan, sebagaimana sifat bahan piezoelektrik. Rasio BNT-7%BT lebih dipilih sebagai komposisi MPB karena pada komposisi ini permitivitas bahan piezoelektrik lebih tinggi.^[5] Kurva yang menunjukkan daerah MPB dari BNT-BT ditunjukkan pada gambar 6.

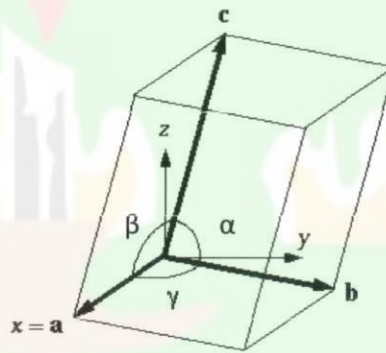


Gambar 6. Kurva yang menunjukkan daerah MPB BNT-BT pada 7% mol BT
(Sumber : T. Takenaka, et al. 1991)

2.6 Kristal

Kristal didefinisikan sebagai suatu material yang terdiri dari atom-atom yang tersusun secara berulang dalam pola tiga dimensi dengan rangkaian yang panjang.^[22] Kristal merupakan benda padat dengan bentuk polyhedron (bangun banyak sisi) yang teratur yang memiliki kristal-kristal dengan sudut yang sama antar bidang sisi-sisinya. 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.

Kisi merupakan jarak yang berulang atau sering juga disebut dengan konstanta kisi yang diberi simbol (a). Suatu konstanta kisi kristal yang terbentuk dalam bentuk 3 dimensi diberi simbol dengan a , b dan c . Sudut antara ketiga konstanta kisi tersebut diberi simbol dengan α , β dan γ . Gambar 7 menunjukkan struktur kristal yang memperlihatkan sudut dan hkl .



Gambar 7. Struktur kristal yang memperlihatkan sudut dan hkl
(Sumber : Warwick, 2009)

Bidang dalam sebuah kristal dapat ditentukan dengan menentukan titik-titik potong dari setiap sumbu kristal tiga dimensi dan 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 (hkl) yang disebut dengan indeks Miller.

Jarak bidang kristal (d) merupakan fungsi dari indeks bidang (hkl) dan diperlukan dalam menganalisa sebuah kristal. Jarak bidang kristal merupakan panjang garis yang diambil secara tegak lurus antara 2 bidang kristal yang sama dalam sebuah kristal. Penentuan jarak antara bidang kristal bergantung pada

sistem kristal karena setiap sistem kristal memiliki rumus jarak bidang kristal yang berbeda. BNT memiliki sistem kristal tetragonal atau rhombohedral sehingga jarak bidang kristal diberikan oleh persamaan (2.1) dan (2.2) berikut:

Untuk tetragonal :

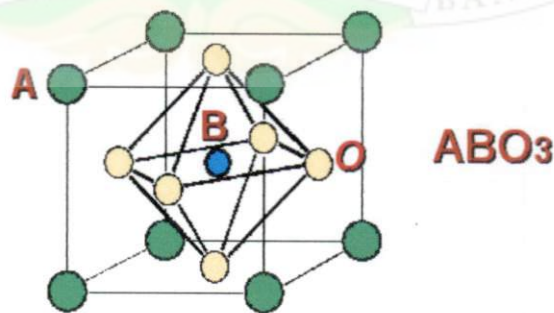
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2.1)$$

Untuk rhombohedral :

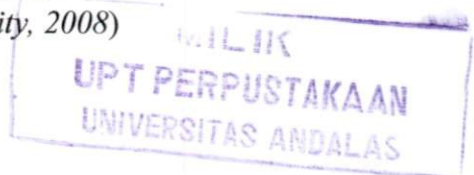
$$d^2_{hkl} = \frac{a^2(1 - 3\cos^2\alpha + 2\cos^3\alpha)}{(h^2 + k^2 + l^2)\sin^2\alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2\alpha - \cos\alpha)} \quad (2.2)$$

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

Struktur *perovskite* merupakan salah satu jenis struktur dari material piezoelektrik. Kristal ini merupakan gabungan dari struktur *Face Center Cubic* (FCC) dan *Body Center Cubic* (BCC) dengan rumus umum ABO_3 . Karakteristik struktur *perovskite* ABO_3 dapat dipengaruhi dengan mengontrol keberadaan kation A dan kation B, sehingga berdampak pada sifat-sifat spesifiknya. Sifat piezoelektrik suatu bahan lebih dipengaruhi oleh peranan posisi B dari pada posisi A.^[23] Dengan kata lain, posisi A dapat berkontribusi dalam penentuan sifat piezoelektrik, akan tetapi peranan posisi B jauh lebih kuat. Salah satu contoh kristal yang memiliki struktur kristal ini adalah BNT.^[24] Struktur kristal *perovskite* ditunjukkan pada gambar 8.



Gambar 8. Sel satuan *perovskite*
 (Sumber : The Ohio State University, 2008)



Sel satuan *perovskite* terdiri dari delapan ion besar A^{a+} , satu ion kecil B^{b+} , dan enam ion O^{-2} . Ion A^{a+} berada pada sudut sel satuan, ion O^{-2} berada pada permukaan sel satuan dan ion B^{b+} menduduki lokasi interstitial oktahedral. Jika suhu material dinaikkan melebihi suhu Curie, struktur *perovskite* menjadi kubik. Sedangkan ketika material diaplikasikan pada suhu kamar dan di atasnya hingga mencapai suhu Curie, terjadi perubahan fasa dari kubik ke tetragonal atau rhombohedral, dan lain-lain.^[25]

2.7 Metode Sintesis Material Piezoelektrik

Penelitian mengenai bahan piezoelektrik bebas timbal menjadi penelitian yang terus dikembangkan mengingat tingginya kesadaran akan lingkungan dan isu *global warming* akhir-akhir ini. Penelitian mengenai sintesis bismut natrium titanat-barium titanat (BNT-BT) dengan metode *molten salt* belum pernah dilakukan oleh peneliti sehingga penelitian ini tergolong temuan baru. Sintesis bahan ini banyak dilakukan dengan metode *solid state reaction*, seperti yang dilakukan oleh peneliti yang berasal dari Rourkela yaitu Kapil Saxena pada tahun 2010.

Sintesis bahan piezoelektrik, dewasa ini dilakukan oleh para peneliti dengan dua metode yaitu dengan metode konvensional atau metode kering atau lebih dikenal *solid state reaction*. Metode lainnya yaitu metode kimia atau dikenal juga dengan metode basah yang terdiri dari metode *molten salt*, sol-gel dan hidrotermal.

Molten salt merupakan suatu metode sederhana untuk mensintesis produk keramik. *Molten salt* memiliki peranan penting pada keseluruhan proses sintesis sebagai media reaksi sekaligus katalisator, dimana reaktan terlarut dan mengendap didalamnya. Kelarutan bahan dasar pada lelehan garam memberikan peranan yang penting dalam sintesis yang dapat mempengaruhi morfologi produk. Energi permukaan dan antarmuka antara bahan dasar dan garam menentukan sifat dari bahan yang disintesis dengan metode ini, sehingga cenderung untuk menurunkan energi dengan membentuk suatu morfologi yang spesifik. Bentuk dan ukuran partikel awal, jenis dan jumlah garam, komposisi prekursor, suhu

reaksi, dan *dissolution rate* dari bahan-bahan dasar pada lelehan garam mempengaruhi sifat dan morfologi produk.^[26]

Ada beberapa kriteria garam yang dapat digunakan pada metode *molten salt*, antara lain titik leleh garam relatif rendah dan cocok digunakan untuk sintesis produk yang diinginkan, garam harus larut dalam air sehingga mempermudah dalam penghilangan sisa garam dari produk setelah disintesis dan garam tidak bereaksi dengan bahan dasar atau produk.^[27,28] Beberapa garam yang dapat digunakan pada metode *molten salt* diantaranya NaCl, campuran NaCl–KCl, K₂SO₄, serta campuran Na₂SO₄–K₂SO₄.

Metode *molten salt* sangat tepat digunakan untuk sintesis senyawa kompleks oksida dengan morfologi partikel anisotropik. TiO₂ sebagai sumber dari titanium memiliki perkembangan anisotropik yang tinggi dalam lelehan garam. Kristal tunggal TiO₂ pada struktur rutil memiliki konduktivitas listrik yang rendah dan konstanta dielektrik yang tinggi. Oleh karena itu TiO₂ dapat digunakan sebagai bahan kapasitor dan sensor gas.^[29]

Pada metode *molten salt*, bahan dasar dicampur dengan garam dan kemudian diberikan perlakuan panas pada suhu yang lebih tinggi dari titik leleh garam. Titik leleh garam dapat diturunkan dengan menggunakan campuran garam *eutectic* seperti NaCl–KCl sebagai pengganti NaCl murni. NaCl dan KCl memiliki titik leleh masing-masing 801 °C dan 770 °C.^[30] Campuran garam NaCl–KCl dapat menurunkan titik leleh garam dari 801 °C menjadi 657 °C.^[14] Reaksi antara prekursor terjadi pada lelehan garam dan produk yang didapat berupa padatan dipisahkan dengan cara pencucian menggunakan air deionisasi panas. Bahan dasar dapat berupa oksida, karbonat, oksalat dan nitrat.

Metode *molten salt* memiliki banyak keunggulan jika dibandingkan dengan metode konvensional, diantaranya yaitu bentuk dan ukuran kristal yang dihasilkan dapat dikendalikan, tingkat kehomogenan campuran bahan lebih tinggi, suhu sintesis lebih rendah dan tingkat keberhasilannya lebih tinggi.

2.8 Karakterisasi

2.8.1 X-Ray Diffraction (XRD)

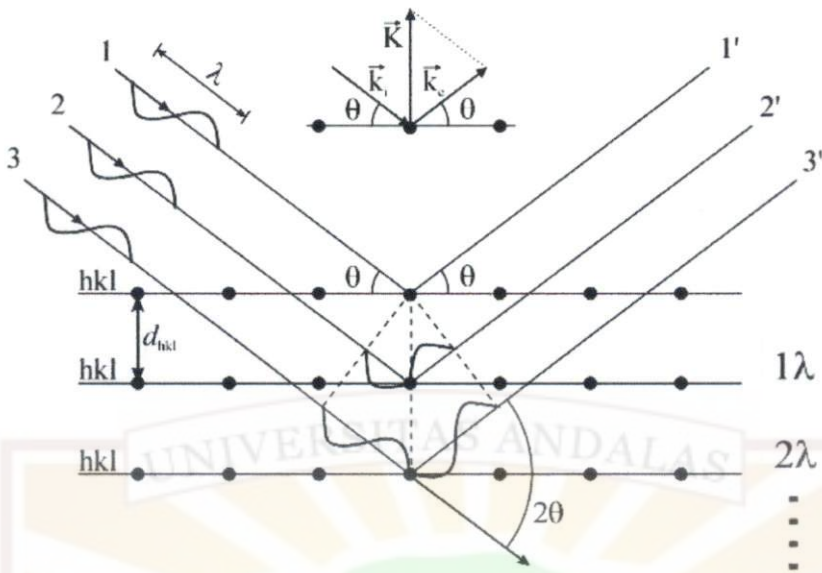
XRD merupakan alat karakterisasi yang memanfaatkan prinsip sinar-X untuk mengidentifikasi struktur kristal. Teknik difraksi sinar-X digunakan untuk menentukan ukuran kristal, regangan kisi, komposisi kimia dan keadaan lain yang memiliki orde yang sama. Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif.^[31] Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg :

$$n \cdot \lambda = 2d \sin \theta ; n = 1, 2, \dots$$

Dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan 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.^[32]

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 *Joint Cominittee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS).^[33] Keuntungan utama penggunaan sinar-X dalam karakterisasi material adalah kemampuan penetrasinya, sebab sinar-X memiliki energi sangat tinggi akibat panjang gelombangnya yang pendek.

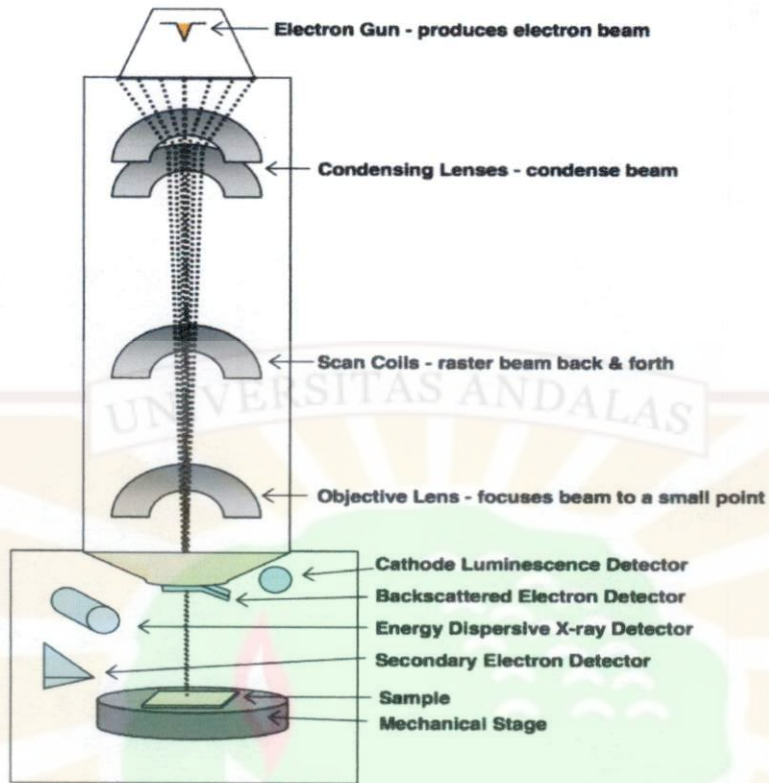


Gambar 9. Skema difraksi sinar-X pada bidang kristal
 (Sumber : K U Leuven Nederlands, 2010)

2.8.2 Scanning Electron Microscopy-Energi Dispersif Sinar-X (SEM-EDX)

SEM adalah suatu metode yang digunakan untuk mengamati bentuk maupun struktur mikro dari suatu permukaan objek yang tidak bisa dilihat oleh mata atau mikroskop optik.^[34] Kemang pembesannya yang besar dan gambarnya dalam tiga dimensi membuat hasil karakterisasi sampel dengan menggunakan SEM ini menjadi lebih mudah untuk diamati dan dianalisis. SEM digunakan untuk mengamati batas butir, distribusi, batas fase, bukti adanya deformasi mekanik dan komposisi kimia yang memiliki perbesaran 200.000 kali untuk mengamati ketebalan dari 200 Å sampai 0,5 µm.

Berkas elektron dihasilkan dari pemanasan filamen dan dipercepat dengan tegangan tinggi. Selanjutnya berkas elektron difokuskan dan diarahkan secara elektromagnetis menuju sampel. Konduktifitas sampel mempengaruhi informasi yang akan didapatkan. Jika sampel adalah bahan nonkonduktif atau mempunyai konduktifitas yang rendah maka harus dikonduktifitaskan dengan memberi lapisan (*coating*) dengan logam seperti emas, tembaga atau karbon.^[35] Gambar 10 memperlihatkan sebuah SEM secara skematis.



Gambar 10. Skema *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Energi dispersif spektroskopi sinar-X (EDS atau EDX) adalah sebuah teknik yang digunakan untuk menganalisis elemen atau karakterisasi bahan kimia pada sampel. Kemampuan karakterisasi didasarkan pada prinsip dasar bahwa setiap elemen memiliki struktur atom tersendiri yang merupakan ciri khas dari atom suatu unsur.^[36]

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari hingga April 2012 di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), Badan Tenaga Nuklir Nasional (BATAN), kawasan Puspitak Serpong, Tangerang, Provinsi Banten.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca digital (OHAUS GALAXY™160), mortar, spatula, *crucible*, *magnetic stirer* (IKAMAG-AH), *electric furnace* (THERMOLYNE 48000 FURNACE), *hydraulic Press* (CARVER), dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium. Instrumen yang digunakan adalah Difraktometer sinar-X (PHILIPS tipe APD 3520), dan SEM (JOEL JSM-6510LA).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah bismut oksida (Bi_2O_3) (ABCR, Puratrem AB106142, 99.999%), barium karbonat (BaCO_3) (merck KgaA, 99%), titanium oksida (TiO_2) (strem chemical Inc no. 93. 2207, 99,99%), natrium karbonat (Na_2CO_3) (Merck KgaA 1.06392.1000, 99.999%), natrium klorida (NaCl) (ABCR, 99.999%), kalium klorida (KCl) (ABCR, 99.999%), larutan perak nitrat (AgNO_3) 0,1 M dan aquades.

3.3 Tahapan Penelitian

3.3.1 Sintesis BaTiO_3 (BT) dengan Metode *Molten Salt* (MS)

Senyawa BT disintesis dari bahan dasar BaCO_3 dan TiO_2 . Bahan dasar ditimbang dan dicampur secara stoikiometri dengan perbandingan mol 1 : 1 (lampiran 1) dan digerus selama 4 jam. Selanjutnya garam NaCl dan KCl ditimbang dengan perbandingan mol 1 : 1 dan juga digerus selama 4 jam. Campuran bahan dasar BaCO_3 dan TiO_2 yang telah digerus selanjutnya dicampurkan dengan campuran

garam NaCl-KCl. Variasi massa garam yang digunakan yaitu 1 : 1 dan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar. Kemudian campuran ini dipanaskan pada beberapa variasi suhu yaitu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 950 °C selama 4 jam. Untuk menghilangkan media NaCl-KCl, maka campuran bahan yang telah disintering selanjutnya dicuci dengan menggunakan aquades yang panas dan kemudian diuji dengan larutan AgNO₃ untuk memastikan bahwa sudah tidak ada lagi garam dalam campuran produk BT. Hal ini ditandai dengan tidak berubahnya warna *powder* menjadi putih setelah ditetesi AgNO₃.^[37] Agar proses pencucian lebih maksimal dan diperoleh bahan dengan tingkat kemurnian tinggi, maka setelah disintering atau sebelum pencucian, sampel terlebih dahulu digerus hingga halus. BT yang telah dicuci kemudian dikeringkan dengan pemanasan pada suhu 110 °C selama 1 jam dan selanjutnya dikompaksi sehingga berbentuk pelet. Tahapan penelitian yang dilakukan ditunjukkan secara skematis pada lampiran 2. Ukuran dan bentuk kristal BNT hasil sintesis diamati dengan alat karakterisasi XRD dan SEM-EDX.

3.3.2 Sintesis Bi_{0,5}Na_{0,5}TiO₃ (BNT) dengan Metode *Molten Salt*

Sintesis kristal BNT dilakukan secara langsung dengan menggunakan bahan dasar Bi₂O₃, Na₂CO₃, dan TiO₂ dalam lelehan garam yaitu campuran NaCl-KCl. Ketiga bahan Bi₂O₃, Na₂CO₃, dan TiO₂ ditimbang dan dicampur secara stoikiometri dengan perbandingan mol secara berurutan 1 : 1 : 4 (lampiran 1). Selanjutnya bahan dasar digerus selama 4 jam agar bahan-bahan menjadi homogen. NaCl dan KCl ditimbang dengan perbandingan mol 1 : 1. Seperti halnya Bi₂O₃, Na₂CO₃, dan TiO₂, campuran garam NaCl dan KCl juga dihomogenkan dengan cara penggerusan. Campuran bahan dasar Bi₂O₃, Na₂CO₃, dan TiO₂ yang telah digerus dicampurkan dengan campuran garam NaCl-KCl. Seperti halnya sintesis BT, pada sintesis BNT juga digunakan variasi massa garam sebesar 1 : 1 dan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar. Berdasarkan hasil pengamatan dengan XRD, suhu terbaik untuk sintesis BT adalah 950°C. Parameter ini selanjutnya digunakan sebagai pedoman untuk sintesis BNT. Campuran bahan dasar dan garam selanjutnya dipanaskan pada suhu 950 °C selama 4 jam. Untuk menghilangkan media garam NaCl-KCl, maka campuran bahan yang telah disintering kemudian dicuci dengan

aquades yang panas dan diuji dengan larutan AgNO_3 untuk memastikan bahwa sudah tidak ada lagi garam dalam produk BNT. Agar proses pencucian lebih maksimal dan bahan yang diperoleh murni, setelah disintering atau sebelum pencucian, sampel terlebih dahulu digerus hingga halus. BNT yang telah dicuci kemudian dikeringkan dengan pemanasan pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam dan selanjutnya dikompaksi sehingga berbentuk pelet. Tahapan penelitian yang dilakukan ditunjukkan secara skematis pada lampiran 3. Ukuran dan bentuk kristal BNT hasil sintesis diamati dengan alat karakterisasi XRD dan SEM-EDX.

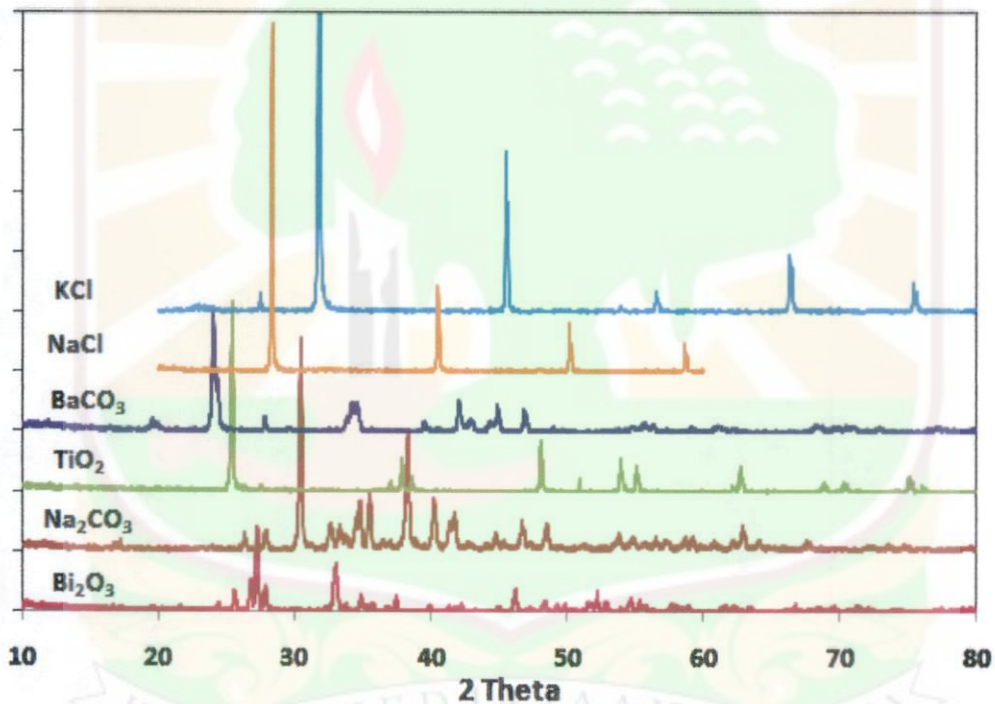
3.3.3 Sintesis $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_3$ - BaTiO_3 (BNT-BT) dengan Metode *Molten Salt*

Sintesis BNT-BT dilakukan dengan proses yang sama seperti sintesis BNT, namun sintesis BNT-BT dilakukan secara langsung dalam satu tahap. Bahan-bahan dasar yang digunakan untuk mensintesis BT (BaCO_3 dan TiO_2) dan BNT (Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , dan TiO_2) dicampur secara langsung. Pada penelitian ini penambahan dopant BT dilakukan dengan 2 variasi yaitu 7% dan 15% terhadap mol BNT (lampiran 1). Selanjutnya dilakukan sintesis dengan 2 variasi penambahan garam yaitu 1 : 1 dan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar. Semua bahan dasar dihitung secara stoikiometri, dicampur dan digerus dengan menggunakan mortar selama 4 jam sehingga diperoleh 4 variasi sampel, yaitu BNT- 7% BT dengan penambahan garam 1 : 1 dan 1 : 2, BNT- 15% BT dengan penambahan garam 1 : 1 dan 1 : 2. Sampel dalam bentuk pelet yang telah disintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX. Tahapan penelitian yang dilakukan ditunjukkan secara skematis pada lampiran 4.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Kemurnian Bahan Dasar

Untuk mengetahui tingkat kemurnian bahan dasar dilakukan analisis kemurnian dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan tujuan untuk melihat transformasi dari bahan dasar ke produk sintesis (BT, BNT dan BNT-BT). Pola difraksi bahan dasar yang diperoleh dari data XRD seperti yang terlihat pada gambar 11 selanjutnya dikoreksi dengan data yang ada pada standar JCPDS sehingga jenis bahan dasar dan tingkat kemurniannya dapat diketahui.



Gambar 11. Pola difraksi bahan dasar Bi₂O₃, Na₂CO₃, BaCO₃, TiO₂, NaCl dan KCl

Bismut Oksida (Bi₂O₃)

Nomor tabel JCPDS yang cocok dengan pola difraksi dari Bi₂O₃ adalah 27-0053. Perbandingan pola difraksi dari tiga puncak tertinggi selanjutnya disesuaikan dengan standar seperti yang ditunjukkan pada tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan 2θ dari tiga puncak tertinggi Bi_2O_3 hasil eksperimen dengan JCPDS

2θ eksperimen	2θ JCPDS
27,28	27,39
33,02	33,23
26,78	26,91

Dari tabel JCPDS dapat diketahui bahwa struktur kristal Bi_2O_3 adalah monoklinik dengan parameter kisi $a = 5,848 \text{ \AA}$, $b = 8,166 \text{ \AA}$, $c = 7,510 \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta = 113,00^\circ$. Puncak 2θ yang diperoleh dari eksperimen identik dengan 2θ pada standar. Pada pola difraksi Bi_2O_3 (lampiran 5), terlihat bahwa pola difraksi bahan Bi_2O_3 tidak memiliki puncak-puncak asing. Hal ini menunjukkan bahwa bahan dasar Bi_2O_3 memiliki kemurnian tinggi sebagaimana yang ditunjukkan pada label bahan dasar dengan merek dagang ABCR, Puratrem AB106142 dengan kemurnian 99,999%.

Natrium Karbonat (Na_2CO_3)

Tiga puncak tertinggi dari struktur XRD Na_2CO_3 yang diperoleh dari eksperimen cocok dengan JCPDS dengan nomor 37-0451, seperti yang ditunjukkan pada tabel 2.

Tabel 2. Perbandingan 2θ dari tiga puncak tertinggi Na_2CO_3 hasil eksperimen dengan JCPDS

2θ eksperimen	2θ JCPDS
30,46	30,15
38,30	38,00
35,50	35,24

Dari standar diperoleh informasi bahwa Na_2CO_3 memiliki struktur monoklinik dengan parameter kisi $a = 8,906$, $b = 5,238$, $c = 6,045$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ dan $\beta = 101,35$. Puncak-puncak asing atau puncak-puncak di luar tabel JCPDS tidak terlihat, seperti yang terlampir dalam lampiran 5. Hal ini mengidentifikasi bahwa Na_2CO_3

memiliki tingkat kemurnian tinggi seperti yang ditunjukkan pada label bahan dasar dengan merek dagang MERCK KgaA 64271, No 1.06392.1000 yang memiliki kemurnian 99,9%.

Barium Karbonat ($BaCO_3$)

Tiga puncak tertinggi yang diperoleh dari hasil spektrum XRD dari bahan dasar $BaCO_3$ cocok dengan standar JCPDS dengan nomor 44-1487. Tabel 3 menunjukkan perbandingan tiga puncak tertinggi $BaCO_3$ hasil eksperimen dengan JCPDS.

Tabel 3. Perbandingan 2θ dari tiga puncak tertinggi $BaCO_3$ hasil eksperimen dengan JCPDS

2θ eksperimen	2θ JCPDS
24,00	23,89
42,04	41,99
34,20	34,58

Berdasarkan standar, $BaCO_3$ memiliki struktur kristal orthorombik dengan parameter kisi $a = 5,312 \text{ \AA}$, $b = 8,903 \text{ \AA}$, $c = 6,433 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Perbandingan puncak sampel dengan standar JCPDS tidak ditemukan puncak asing seperti yang terlampir pada lampiran 5. Ini menandakan bahwa $BaCO_3$ tidak memiliki kontaminan atau memiliki tingkat kemurnian yang tinggi, seperti yang tercantum pada label bahan dasar dengan merek dagang MERCK KgaA 64271, No 1.01714.0250 dengan kemurnian 99%.

Titanium Oksida (TiO_2)

Tiga puncak tertinggi dari TiO_2 yang diperoleh dari eksperimen cocok dengan standar JCPDS dengan nomor 21-1272. Perbandingan puncak 2θ dari tiga puncak tertinggi dari spektrum XRD TiO_2 yang diperoleh dan menurut standar JCPDS dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Perbandingan 2 θ dari tiga puncak tertinggi TiO₂ hasil eksperimen dengan JCPDS

2 θ eksperimen	2 θ JCPDS
25,38	25,28
48,08	48,05
37,84	37,80

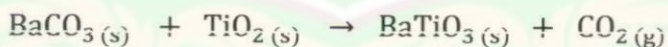
Berdasarkan data dari tabel JCPDS, TiO₂ memiliki struktur kristal tetragonal dengan parameter kisi $a = b = 3,785 \text{ \AA}$, $c = 9,513 \text{ \AA}$, dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Perbandingan puncak-puncak dari TiO₂ secara eksperimen dengan standar (lampiran 5) identik, sehingga dapat disimpulkan bahwa bahan dasar memiliki tingkat kemurnian tinggi seperti yang tercantum pada label bahan dasar dengan merek dagang Strem Chemical Inc no. 93.2207 dengan kemurnian 99,99%.

Dari identifikasi kemurnian keempat bahan dasar yang digunakan, dapat disimpulkan bahwa bahan-bahan dasar tersebut memiliki tingkat kemurnian yang tinggi sehingga dapat untuk digunakan pada sintesis BNT-BT.

4.2 Barium Titanat (BT)

4.2.1 Sintesis BT dengan Metode *Molten Salt*

BT disintesis dari bahan dasar BaCO₃ dan TiO₂ dengan perbandingan mol 1 : 1. Perbandingan bahan dasar dihitung secara stoikiometri seperti pada persamaan reaksi berikut :



Pada sintesis BT dilakukan 4 variasi suhu sintering, yaitu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 950 °C. Sintering dimulai dari suhu yang tertinggi selama 4 jam. Hal ini didasarkan pada penelitian yang telah dilakukan oleh Teresa Zaremba dalam mensintesis BNT. Dari penelitian ini diharapkan dapat mensintesis BNT-BT dalam satu tahap, sehingga perlu ditemukan parameter dan kondisi reaksi yang tepat. Sintesis pertama dilakukan pada sampel BT yang disintering pada suhu 950 °C dengan penambahan garam dengan perbandingan 1 : 1 dan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar. Bahan dasar dengan penambahan garam 1 : 1 mengalami

perubahan warna setelah disintering menjadi putih kekuningan, sedangkan untuk 1 : 2 sampel menjadi berwarna putih kecoklatan. Hal ini mengindikasikan bahwa telah terjadi proses reaksi kimia dalam lelehan garam. Selain itu, butiran bahan dasar dengan penambahan garam 1 : 2 jauh lebih keras. Hal ini dikarenakan media reaksi (lelehan garam) untuk sampel 1 : 2 jauh lebih banyak. Berdasarkan analisis spektrum XRD, sintesis dengan variasi rasio garam tidak memberikan pengaruh yang besar. Untuk itu, sintesis sampel berikutnya hanya dilakukan dengan penambahan garam dengan perbandingan 1 : 1.

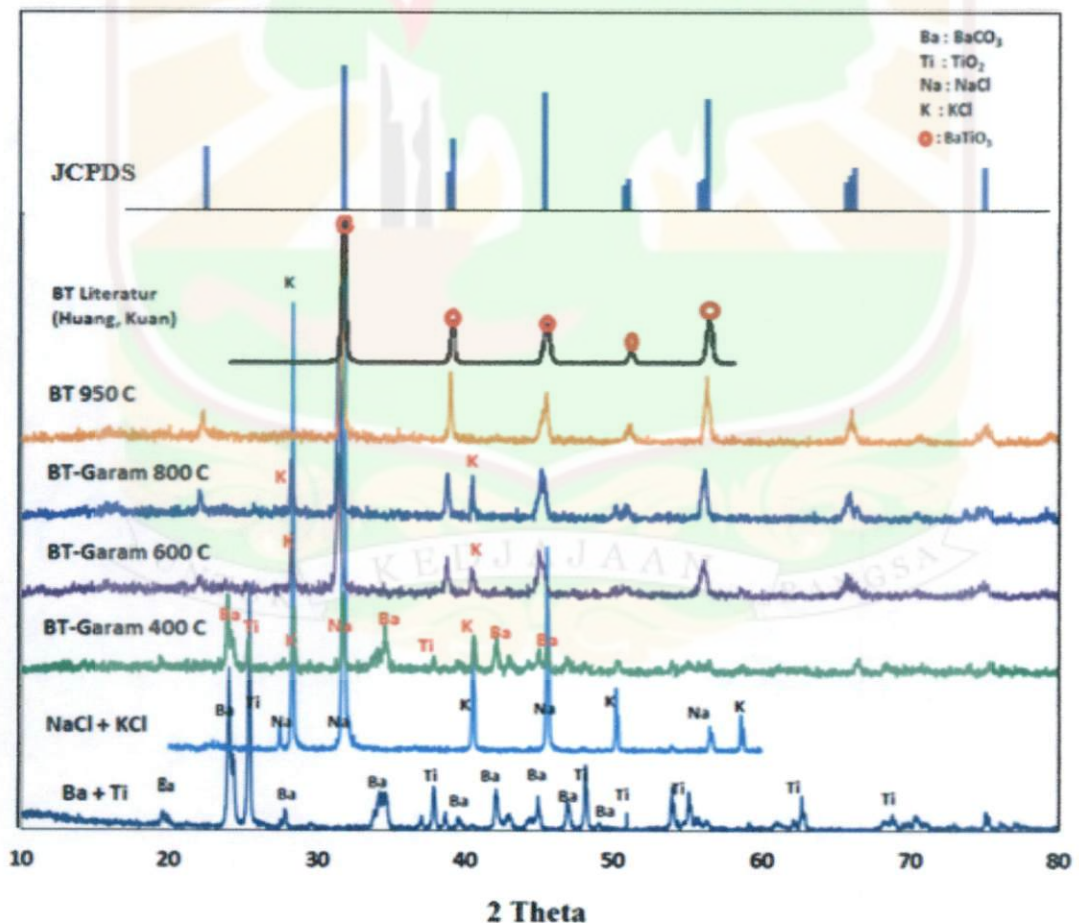
Perubahan warna dan ukuran butiran sampel yang disintering pada suhu 800 °C dan 600 °C hampir sama. Sampel awal yang berwarna putih mengalami perubahan warna menjadi sedikit kekuningan dengan butiran yang sedikit keras. Pengecualian terjadi pada sampel yang disintering pada suhu 400 °C, dimana tidak terjadi perubahan yang signifikan pada sampel sebelum dan setelah sintering. Pada kondisi ini tidak terjadi perubahan warna dan butiran sampel juga tidak jauh berbeda. Hal ini disebabkan karena suhu sintering yang terlalu rendah sehingga garam tidak meleleh dan tidak terjadi reaksi.

Sampel yang telah disintering selanjutnya digerus dan dicuci dengan air demineralisasi untuk menghilangkan garam, sehingga diperoleh produk murni. Untuk menunjukkan sampel telah bebas garam, sampel ditetesi dengan AgNO_3 . Sampel yang bebas garam tidak akan mengalami perubahan warna, sedangkan sampel yang masih mengandung garam akan berubah warna menjadi putih ketika ditetesi AgNO_3 , (A. Hussain, 2010).

Untuk sampel BT yang disintering pada suhu 800 °C, 600 °C dan 400 °C tidak dilakukan pencucian sampel dengan air demineralisasi. Setelah disintering, sampel-sampel tersebut langsung digerus dan dikompaksi untuk selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD dan SEM. Hal ini bertujuan untuk melihat puncak NaCl dan KCl yang muncul pada hasil XRD sampel-sampel tersebut. Puncak-puncak asing yang mungkin timbul pada hasil XRD BT 950 °C akibat dari kesalahan prosedur penelitian dapat diidentifikasi dengan membandingkan pola difraksi sampel BT lainnya.

4.2.2 Identifikasi BT menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Pola difraksi sinar-X dari bahan dasar, BT yang disintering pada suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 950 °C dengan penambahan garam masing-masingnya 1 : 1 terhadap massa bahan dasar ditunjukkan pada gambar 12. Pola difraksi BT-garam 400 °C menunjukkan bahwa bahan dasar belum tersintesis secara sempurna dan produk BT belum terbentuk. Hal ini ditandai dengan masih terdapatnya puncak-puncak yang mengindikasikan puncak dari bahan dasar. Puncak bahan dasar BaCO₃ masih muncul pada sudut difraksi 2θ 24,07°, 27,77°, 42,10° dan 44,97°, sedangkan puncak TiO₂ muncul pada 25,36° dan 34,54°. Selain itu, puncak NaCl dan KCl juga muncul pada sudut difraksi 2θ pada 28,42°, 31,72°, 40,56° dan 45,51°. Dari data XRD dapat disimpulkan bahwa BT belum terbentuk pada suhu 400 °C dikarenakan garam yang digunakan sebagai media reaksi belum meleleh, sehingga reaksi kimia tidak terjadi.



Gambar 12. Pola difraksi dari bahan dasar dan BT yang disintering pada suhu 400 °C, 600 °C, 800 °C dan 950 °C, standar JCPDS dan literatur

Produk BT mulai terbentuk pada suhu 600 °C. Hal ini dapat diketahui dengan cara membandingkan pola difraksi produk BT yang terbentuk dengan standar JCPDS nomor 08-0372. Perbandingan sudut difraksi 2θ tiga puncak tertinggi dapat dilihat pada tabel 5. Dari pola difraksi juga dapat dilihat bahwa produk dengan struktur *perovskite* telah terbentuk meskipun terdapat puncak-puncak asing pada sudut difraksi 2θ 28,23° dan 40,37°. Keberadaan puncak-puncak asing mengindikasikan puncak dari KCl yang digunakan dalam sintesis. Hal ini disebabkan karena pada tahap sintesis BT 600 °C tidak dilakukan penghilangan garam dengan cara pencucian. Namun tahap tersebut tidak memberikan pengaruh terhadap produk yang disintesis.

Tabel 5. Perbandingan sudut difraksi 2θ tiga puncak tertinggi dari produk BT yang diperoleh dengan standar JCPDS

Suhu (°C)	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3
600	31,350	44,923	38,773
800	31,485	45,140	38,773
950	31,621	45,465	38,963
JCPDS (08-0372)	31,267	44,923	38,510

Pola difraksi dari BT-Garam 800 °C dan BT 950 °C juga menunjukkan pola difraksi dari bahan piezoelektrik. Hanya saja, pada pola difraksi BT-Garam 800 °C masih terdapat puncak asing. Seperti halnya BT-Garam 400 °C dan 600 °C, proses pencucian juga tidak dilakukan untuk sampel ini. Akibatnya pada sudut difraksi 2θ 28,20° dan 40,45° muncul puncak KCl. Untuk BT 950 °C dilakukan pencucian sampel untuk menghilangkan garam, sehingga pada pola difraksi dapat dilihat bahwa tidak adanya puncak asing yang muncul. Hal ini mengindikasikan bahwa sintesis produk BT diperoleh dalam bentuk murni.

Dari pola difraksi BT, diperoleh nilai FWHM (*Full Width Half Maximum*) yang semakin mengecil dengan meningkatnya suhu sintering yang dilakukan terhadap sampel (lampiran 9). Semakin kecil nilai FWHM, maka semakin besar ukuran partikel yang diperoleh, (Scott, *et al.*, 2007). Tabel 6 menunjukkan nilai FWHM dari puncak tertinggi masing-masing produk BT yang dihasilkan.

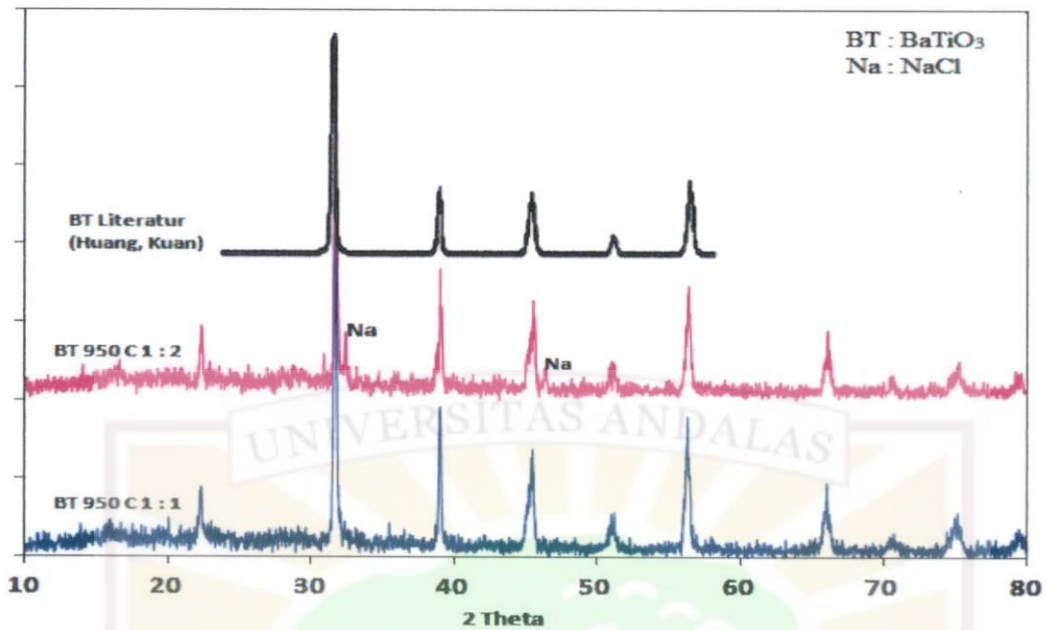
Tabel 6. Nilai FWHM puncak tertinggi

Suhu sintering ($^{\circ}\text{C}$)	600	800	950
FWHM puncak tertinggi (derajat)	0,262	0,243	0,233

Nilai FWHM yang terkecil terdapat pada sampel BT 950 $^{\circ}\text{C}$. Hal ini menandakan bahwa ukuran partikel secara kualitatif paling besar terbentuk pada suhu sintering 950 $^{\circ}\text{C}$. Sebagai pembandingan, sintesis BT juga dilakukan sintesis BT dengan penambahan garam dua kali massa bahan dasar. Dari penambahan ini diharapkan akan diperolehnya produk BT dengan ukuran partikel yang lebih besar. Hal ini didasarkan pada hipotesa, semakin luas media reaksi yaitu lelehan garam, maka reaksi yang terjadi lebih maksimal.

Perbandingan pola difraksi BT 950 $^{\circ}\text{C}$ dengan penambahan garam 1 : 1 dan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar ditunjukkan pada gambar 13. Pola difraksi dari kedua sampel relatif sama. Namun BT dengan penambahan garam 1 : 2 memiliki ukuran partikel yang lebih besar, yaitu berkisar antara 0,1667-1,1000 μm , sedangkan BT dengan penambahan garam 1 : 1 memiliki ukuran partikel berkisar antara 0,1667-0,5000 μm . Hal ini dibuktikan dari nilai FWHM BT 1 : 2 yang lebih kecil yaitu sebesar 0,208 sedangkan BT 1 : 1 adalah 0,233. Besarnya ukuran dari produk BT yang terbentuk disebabkan oleh media reaksi yang berupa lelehan garam jauh lebih banyak sehingga proses sintesis terjadi pada media yang lebih luas.

Pada pola difraksi BT dengan penambahan garam 1 : 2 masih terdapat puncak asing yang merupakan puncak dari NaCl pada sudut difraksi 32,32 $^{\circ}$ dan 46,27 $^{\circ}$. Hal ini disebabkan proses pencucian yang belum maksimal sehingga masih terdapat sisa garam pada produk BT yang dihasilkan.

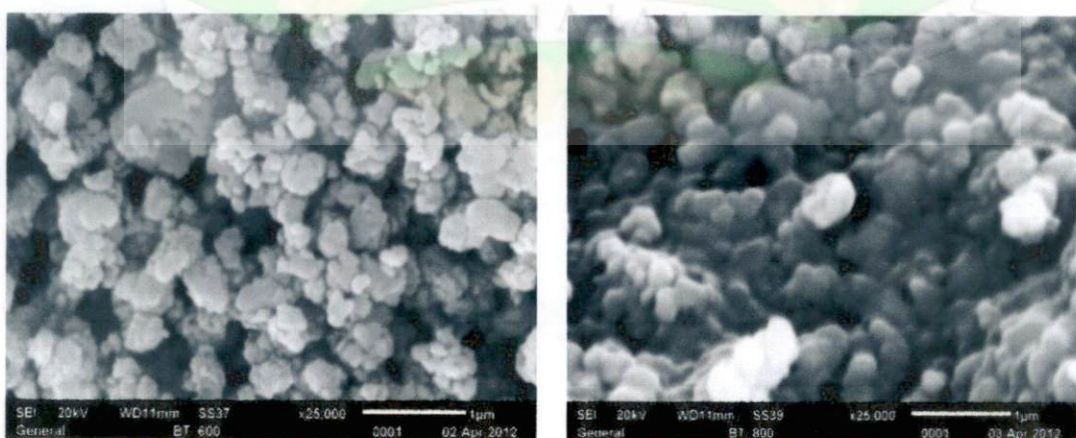


Gambar 13. Pola difraksi dari bahan dasar, BT 950 °C dengan penambahan garam sebesar 1 : 1 dan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar

Berdasarkan data yang diperoleh, produk BT dengan ukuran partikel yang lebih besar terbentuk pada suhu yang lebih tinggi yaitu 950 °C. Dengan demikian, parameter ini dijadikan acuan dalam sintesis BNT. Parameter tersebut diharapkan cocok untuk kedua sampel, sehingga dimungkinkan untuk mensintesis BNT-BT dalam satu tahap dengan metode *molten salt*.

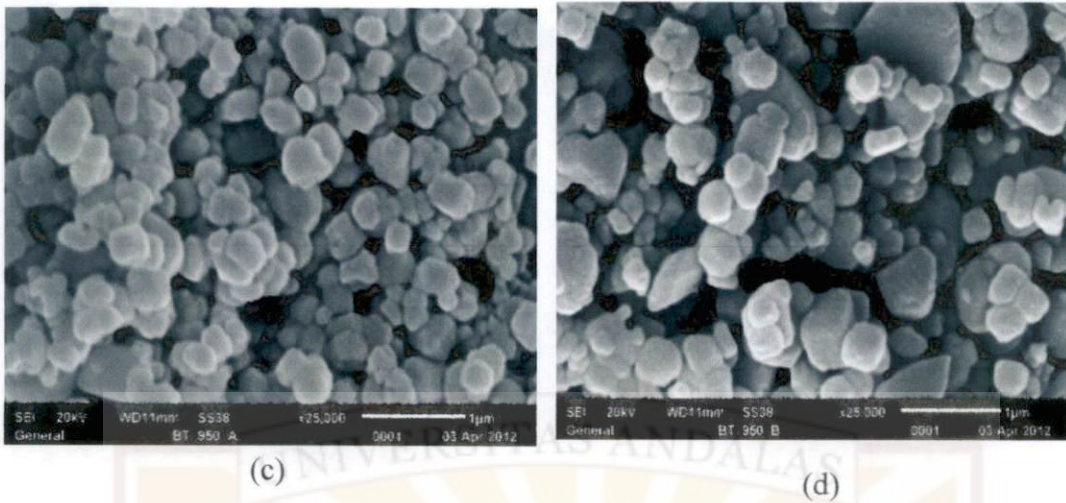
4.2.3 Analisis Morfologi BT dengan SEM-EDX

Hasil SEM terhadap kristal BT dengan perbesaran hingga 25000 kali dapat dilihat pada gambar 14.



(a)

(b)



Gambar 14. Mikrograf SEM dari BT dengan perbesaran 25000x untuk suhu :
 (a) 600 °C, (b) 800 °C, (c) 950 °C dengan perbandingan garam 1 : 1 dan
 (d) BT 950 °C dengan perbandingan garam 1 : 2

Dari pola SEM BT pada suhu sintering yang bervariasi, dapat dilihat bahwa produk BT yang terbentuk memiliki morfologi granular dengan ukuran butiran yang tidak seragam. Ukuran partikel yang terbentuk dapat dilihat pada tabel 7.

Tabel 7. Ukuran partikel BT

Sampel	Ukuran Partikel (μm)
BT 600	0,3000 - 0,5667
BT 950 1 : 1	0,1667 - 0,5000
BT 950 1 : 2	0,1667 - 1,1000

Ukuran partikel dari produk BT hasil sintesis bertambah besar dengan meningkatnya suhu sintering. Variasi rasio penambahan garam juga memberikan pengaruh terhadap ukuran partikel produk yang terbentuk. BT 950 °C yang disintesis dengan penambahan garam dengan perbandingan 1 : 2 memiliki ukuran partikel yang lebih besar. Hal ini juga dibuktikan dari data hasil difraksi sinar-X. Ukuran butiran pada produk BT yang disintering pada suhu 800 °C tidak dapat ditentukan karena terjadi aglomerasi sehingga partikel yang terbentuk menggumpal dan sulit mengamati butirannya. Kandungan berbagai unsur kimia dari sampel BT dapat dilihat dengan menggunakan analisis EDX. Sampel-sampel tersebut hanya mengandung bahan dasar yang membentuknya dan tidak

terkontaminasi oleh unsur lain (lampiran 10). Persentase atom-atom yang terkandung dalam produk ditunjukkan pada tabel 8.

Tabel 8. Persentase atom-atom yang terkandung dalam produk BT

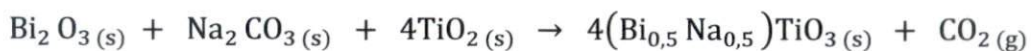
Atom (%)	BT 400 °C	BT 600 °C	BT 950 °C 1 : 1	BT 950 °C 1 : 2
Ba	1,28	20,75	37,17	29,14
Ti	0,75	10,73	15,78	19,30
O	16,46	32,95	31,42	42,07
Na	-	8,52	2,39	0,04
Cl	7,88	13,40	0,50	0,93
K	10,03	5,16	1,49	0,15

Dari tabel 8 dapat kita lihat bahwa dengan meningkatnya suhu sintering, persentase atom Ba, Ti dan O yang merupakan atom-atom penyusun produk BT mengalami peningkatan. Persentase atom Ba dan O tertinggi pada produk BT yang disintesis pada suhu 950 °C dengan perbandingan garam 1 : 1, sedangkan atom Ti tertinggi pada produk BT 950 °C dengan perbandingan garam 1 : 2. Data ini menunjukkan bahwa produk BT dengan persentase atom terbesar terbentuk pada suhu sintering 950 °C. Atom Na, Cl dan K yang muncul bersumber dari garam NaCl dan KCl yang digunakan. Pada sampel BT 400 °C dan 600 °C tidak dilakukan proses penghilangan garam. Akibatnya atom-atom penyusun garam tersebut juga muncul. Untuk atom C bersumber dari karbon yang terdapat pada alat furnace pada saat proses sintering. Pada sampel BT 950 °C masih terdapat atom Na, K dan Cl dengan persentase kecil yang mengindikasikan bahwa proses pencucian belum maksimal.

4.3 Bismut Natrium Titanat (BNT)

4.3.1 Sintesis BNT dengan Metode *Molten Salt*

BNT disintesis dari tiga bahan dasar, yaitu Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , dan TiO_2 dengan perbandingan mol 1 : 1 : 4. Reaksi pembentukan BNT ditunjukkan pada reaksi berikut:



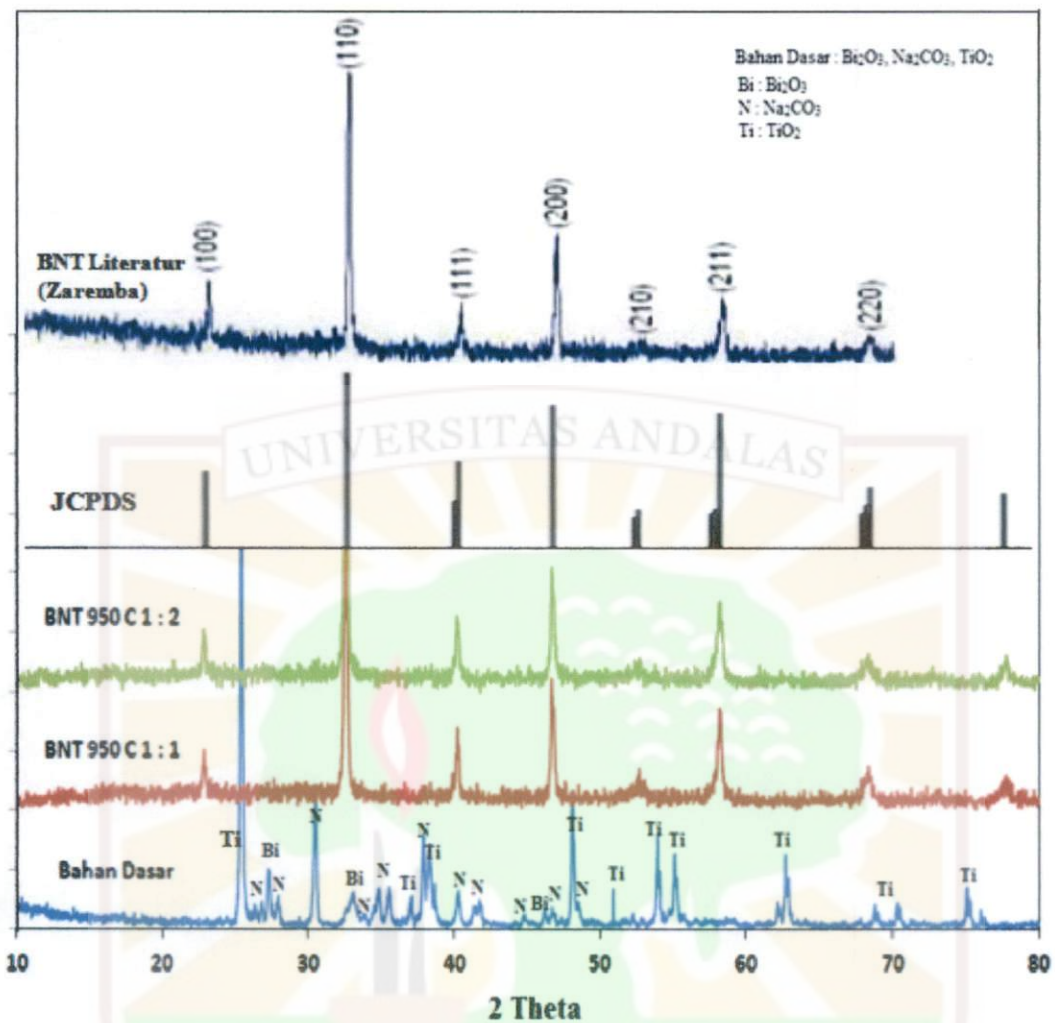
Pada sintesis BNT, prekursor yang telah melalui tahapan sintering tidak menunjukkan perubahan warna. Pada saat sampel dikeluarkan dari *furnace*, pada cawan terdapat butiran hitam. Butiran tersebut kemungkinan berasal dari karbon yang terdapat pada alat yang berasal dari pemanasan sampel sebelumnya. Untuk itu, butiran tersebut dipisahkan dari sampel agar pada hasil XRD tidak muncul puncak asing.

Sampel BNT dengan penambahan garam 1 : 2 memiliki tekstur yang lebih keras dan menggumpal. Untuk memastikan sampel bebas garam, pengujian dengan larutan AgNO_3 juga dilakukan pada sampel ini.

4.3.2 Identifikasi BNT Menggunakan XRD

Pola difraksi dari produk yang terbentuk dibandingkan dengan standar JCPDS nomor 46-0001. Perbandingan pola difraksi mengindikasikan bahwa produk yang terbentuk adalah BNT. Pola difraksi dari BNT yang disintesis pada suhu $950\text{ }^\circ\text{C}$ dengan penambahan garam 1 : 1 dan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar ditunjukkan pada gambar 15. Dari pola difraksi dapat dilihat bahwa BNT terbentuk sempurna tanpa adanya puncak asing. Puncak-puncak dari bahan dasar juga tidak muncul. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi pembentukan BNT terjadi secara sempurna dan didapatkan BNT murni. Pola difraksi pada sampel BNT memiliki struktur rhombohedral (Toshihiko, 1998; Ahda, dkk, 2010). Hal ini dapat dilihat pada puncak 111 yang muncul pada sudut difraksi sekitar 40° .

Perbedaan rasio garam yang ditambahkan pada bahan dasar memberikan pengaruh terhadap ukuran partikel dari produk. Pada sintesis BT, produk dengan penambahan garam 1 : 2 memiliki ukuran partikel yang lebih besar. Berbeda halnya pada sintesis BNT, produk dengan ukuran partikel yang lebih besar terbentuk dengan penambahan garam 1 : 1. Nilai FWHM dari produk BNT 1 : 1 dan 1 : 2 secara berurutan yaitu 0,288 dan 0,350.



Gambar 15. Perbandingan pola difraksi bahan dasar, BNT 950 °C dengan penambahan garam 1 : 1 dan 1 : 2, standar JCPDS dan literatur

Perbandingan sudut difraksi 2θ dari tiga puncak tertinggi produk dengan standar dapat dilihat pada tabel 9.

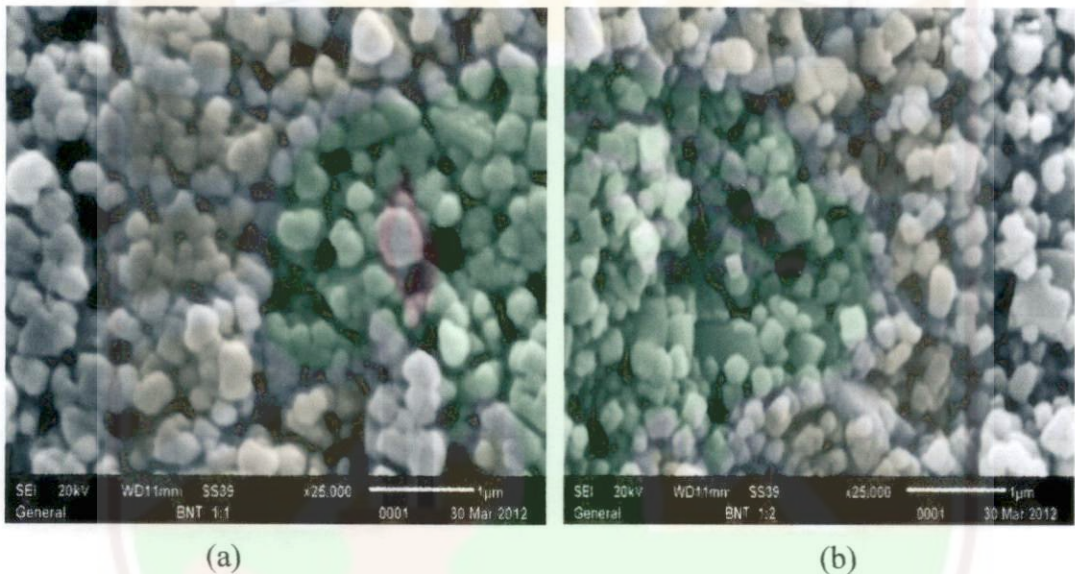
Tabel 9. Perbandingan sudut difraksi 2θ tiga puncak tertinggi dari produk BNT dengan penambahan garam 1 : 1 dan 1 : 2 dengan standar JCPDS

BNT 1 : 1	BNT 1 : 2	JCPDS (40-0001)
32,569	32,569	32,452
46,684	46,684	46,698
40,209	40,182	40,230

Keberhasilan sintesis BT dan BNT pada suhu 950 °C menjadikan suatu parameter yang menguntungkan, sehingga dimungkinkan untuk dilakukan sintesis BNT-BT dalam satu tahapan reaksi dengan parameter yang sama, yaitu penggerusan bahan-bahan dasar selama 4 jam dan suhu sintering 950 °C.

4.3.3 Analisis Morfologi BNT dengan SEM-EDX

Pola SEM terhadap kristal BNT dengan perbesaran hingga 25000 kali dapat dilihat pada gambar 16.



Gambar 16. Mikrograf dari SEM dengan perbesaran 25000x untuk sampel (a) BNT 950 °C 1 : 1 dan (b) BNT 950 °C 1 : 2

Morfologi dari produk BNT yang terbentuk adalah granular dengan ukuran butiran yang tidak seragam. Sampel BNT 1 : 1 memiliki ukuran partikel berkisar antara 0,2333-0,5000 µm, sedangkan untuk sampel BNT 1 : 2 ukurannya berkisar antara 0,1667-0,3667 µm. Hal ini menunjukkan bahwa BNT dengan penambahan garam 1 : 1 memiliki ukuran partikel yang lebih besar, sebagaimana hasil yang didapatkan dari difraksi sinar-X dengan penentuan nilai FWHM.

Dari data EDX dapat dilihat bahwa sampel-sampel tersebut hanya mengandung bahan dasar yang membentuknya dan tidak terkontaminasi oleh unsur lain (lampiran 11). Tabel 10 menunjukkan persentase atom-atom yang terkandung pada produk BNT yang terbentuk.

Tabel 10. Persentase atom-atom yang terkandung dalam produk BNT

Atom	Atom (%)	
	BNT 950 °C 1 : 1	BNT 950 °C 1 : 2
Bi	23,78	17,74
Na	7,13	8,03
O	25,52	34,66
Ti	43,57	39,56

Dari data EDX dapat dilihat bahwa persentase atom-atom penyusun produk BNT tersebar acak pada kedua sampel. Atom O dan Na lebih banyak terdapat pada BNT dengan perbandingan garam 1 : 2, sedangkan atom Ti dan Bi lebih banyak terdapat pada sampel dengan perbandingan garam 1 : 1. Dari data juga dapat dilihat bahwa produk yang terbentuk tidak terkontaminasi oleh unsur lain.

4.4 Bismut Natrium Titanat-Barium Titanat (BNT-BT)

4.4.1 Sintesis BNT-BT dengan Metode *Molten Salt*

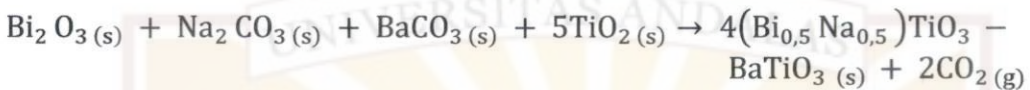
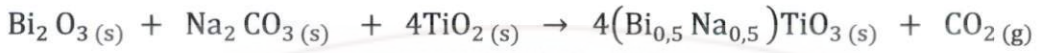
BNT-BT disintesis dari empat bahan dasar dan dilakukan penambahan garam dengan rasio 1 : 1 dan 1 : 2 yang dicampur sekaligus. Bahan dasar yang digunakan adalah Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , BaCO_3 , TiO_2 . Dari penelitian ini diharapkan sintesis BNT-BT dapat dilakukan dalam satu tahap dengan parameter yang sama.

Sintesis BNT-BT dilakukan dengan empat variasi yaitu BNT dengan penambahan dopant 7 % BT dan 15 % BT yang masing-masingnya dilakukan penambahan garam 1 : 1 dan 1 : 2. Dua variasi rasio penambahan dopant ini dilakukan untuk mengamati perbedaan struktur produk piezoelektrik yang terbentuk. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh T. Takenaka, rasio BNT-7%BT yang memiliki struktur rhombohedral lebih dipilih sebagai komposisi MPB karena pada komposisi ini permitivitas bahan piezoelektrik lebih tinggi. Pada rasio BNT-15%BT, produk piezoelektrik memiliki struktur tetragonal.^[5]

Penambahan garam dilakukan dengan dua variasi rasio didasarkan pada sintesis BNKT yang telah dilakukan oleh Riwayat Ikhlas pada tahun 2011. Dari penelitian tersebut, BNKT dapat disintesis secara langsung dengan mereaksikan semua bahan dasar dan penambahan garam 50% NaCl : 50% KCl dengan

perbandingan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar. Hasil temuan ini selanjutnya dijadikan dasar dalam sintesis BNT-BT yang diharapkan juga dapat dilakukan dalam satu tahap.

Reaksi pembentukan BT, BNT dan BNT-BT secara berurutan ditunjukkan pada persamaan reaksi berikut:



Penambahan 7% BT dihitung berdasarkan perbandingan mol terhadap mol BNT. Hal yang sama dilakukan untuk penambahan dopant BT sebanyak 15%. Kedua variasi penambahan dopant selanjutnya ditambahkan garam, masing-masingnya dengan perbandingan 1 : 1 dan 1 : 2 terhadap massa bahan dasar. Semua bahan dasar digerus sekaligus selama 4 jam dengan menggunakan mortar.

Prekursor yang telah digerus berwarna kuning pucat dan kering, pengecualian terjadi pada sampel BNT-15% BT 1 : 1. Warna yang terbentuk adalah kuning pekat dengan kehalusan rendah. Hal ini disebabkan sampel lembab dan saat digerus sampel lengket. Kemungkinan ini disebabkan oleh adanya kontaminan pada saat penggerusan. Semua sampel yang telah digerus, selanjutnya disintering pada suhu 950 °C selama 4 jam. Perubahan warna yang terjadi sebelum dan setelah sintering ditunjukkan pada tabel 11.

Tabel 11. Perubahan warna BNT-BT sebelum dan setelah sintering

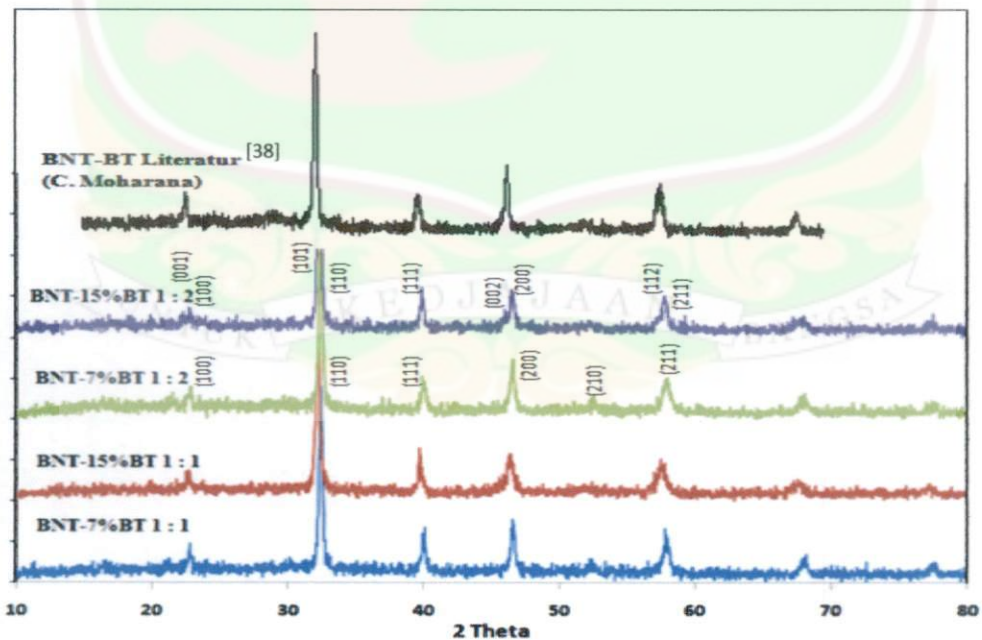
Sampel	Warna sebelum sintering	Warna setelah sintering
BNT-7% BT (1 : 1)	Kuning pucat	Kuning ++
BNT-7% BT (1 : 2)	Kuning pucat	Kuning +
BNT-15% BT (1 : 1)	Kuning (lebih pekat)	Kuning keputihan
BNT-15% BT (1 : 2)	Kuning pucat	Kuning

Keterangan : Kuning ++ menunjukkan warna kuning pekat. Kepekatan berkurang dengan berkurangnya tanda +

Warna kuning pada sampel disebabkan oleh Bi_2O_3 yang merupakan warna bahan dasar untuk sintesis BNT. Perbedaan tingkat kekuningan pada sampel dipengaruhi oleh jumlah BT dan garam yang ditambahkan. Semakin banyak BT dan garam yang ditambahkan, tingkat kekuningan sampel semakin menurun. Sampel dengan penambahan garam dengan rasio 1 : 2 memiliki tekstur yang lebih keras. Hal ini disebabkan karena media reaksi yang berupa lelehan garam lebih banyak, sehingga pada saat pendinginan sampel menjadi lebih keras jika dibandingkan dengan penambahan garam dengan rasio 1 : 1.

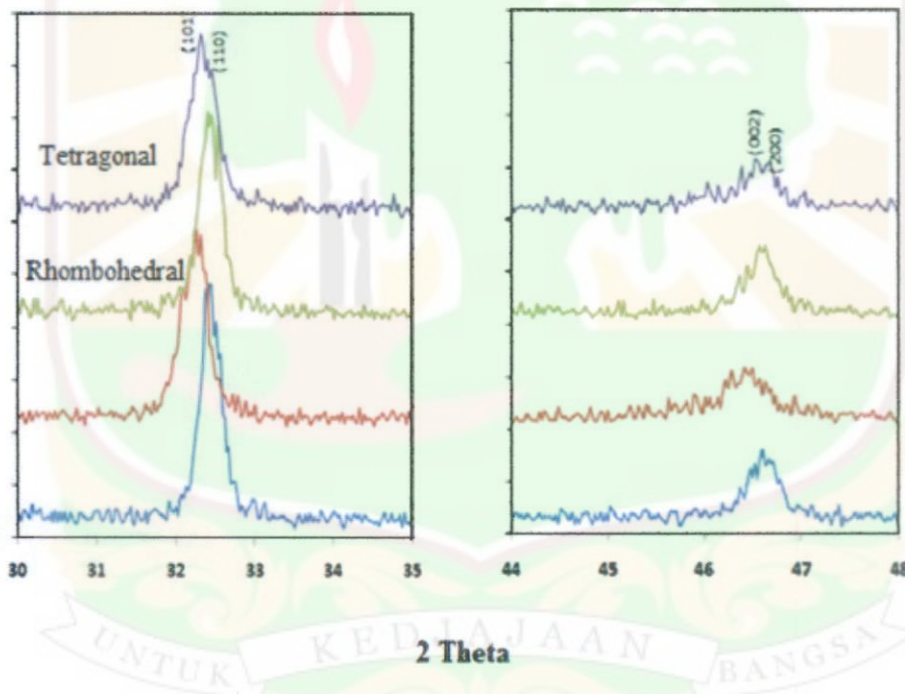
4.4.2 Identifikasi BNT-BT Menggunakan XRD

Sampel BNT-BT yang telah disintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan XRD. Pola difraksi dari bahan dasar dan produk sintesis ditunjukkan pada gambar 17. Dari pola difraksi dapat dilihat bahwa bahan piezoelektrik BNT-BT telah terbentuk. Puncak-puncak dari produk yang terbentuk mengindikasikan material piezoelektrik dengan struktur *perovskite*. Menurut T. Takenaka, *et al*, daerah MPB dari BNT-BT yang memiliki permitivitas bahan piezoelektrik lebih tinggi terbentuk dengan penambahan dopant BT sebesar 7%.



Gambar 17. Pola difraksi bahan dasar, BNT-7%BT dan BNT-15%BT dengan penambahan garam masing-masingnya 1 : 1 dan 1 : 2 yang disintering pada suhu 950 °C selama 4 jam

Sintesis BNT-15%BT dilakukan untuk membandingkan pola difraksi dari produk dengan struktur rhombohedral dan tetragonal. Struktur BNT-7%BT yang terbentuk berupa rhombohedral ditandai dengan munculnya puncak 110 pada sudut difraksi sekitar 33° dan puncak 200 pada sudut difraksi sekitar 47° . Sedangkan untuk BNT-15%BT terjadi *splitting* (pemisahan) puncak 110 menjadi 101 dan 110 serta puncak 200 menjadi puncak 002 dan 200 (gambar 18). Terjadinya *splitting* puncak 110 dan 200 mengindikasikan perubahan struktur rhombohedral menjadi tetragonal setelah penambahan dopant BT sebesar 15%. Namun, *splitting* yang terjadi tidak terlalu jelas, hal ini mungkin disebabkan oleh beberapa hal, yaitu proses penggerusan yang tidak maksimal, sintesis membutuhkan waktu yang lebih lama, dan resolusi alat XRD terlalu besar



Gambar 18. Perubahan struktur rhombohedral menjadi tetragonal

Variasi penambahan garam yang dilakukan terhadap sampel memberikan pengaruh terhadap besarnya ukuran partikel dari produk. Sampel BNT-7%BT dan BNT-15%BT dengan penambahan garam 1 : 1 memiliki ukuran partikel yang lebih besar. Hal ini dibuktikan dari nilai FWHM puncak tertinggi yang diperoleh seperti pada tabel 12. Hal yang sama juga terjadi pada sintesis BNT, sampel dengan penambahan garam 1 : 1 memiliki ukuran yang lebih besar daripada

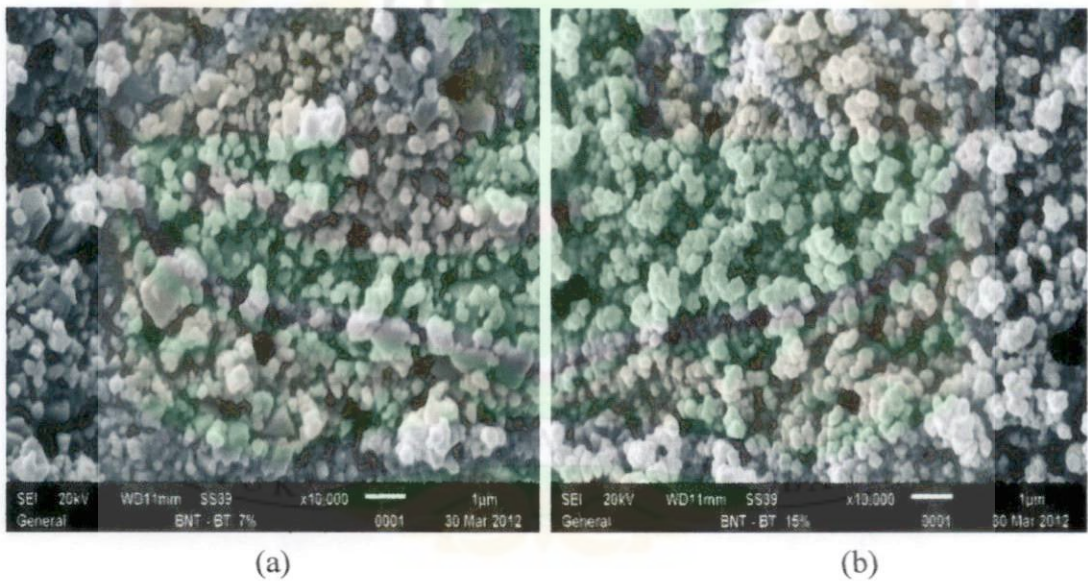
dengan penambahan garam 1 : 2. Namun hal yang sebaliknya terjadi pada BT, sampel dengan penambahan garam 1 : 2 memiliki ukuran partikel yang lebih besar.

Tabel 12. Nilai FWHM puncak tertinggi BNT-BT

Suhu sintering (°C)	BNT-7%BT	BNT-7%BT	BNT-15%BT	BNT-15%BT
	1 : 1	1 : 2	1 : 1	1 : 2
FWHM puncak tertinggi (derajat)	0,262	0,324	0,351	0,379

4.4.3 Analisis Morfologi BNT-BT dengan SEM-EDX

Hasil SEM terhadap kristal BNT-BT dengan perbesaran hingga 10000 kali dapat dilihat pada gambar 19.



Gambar 19. Mikrograph dari SEM dengan perbesaran 10000x untuk sampel (a) BNT-7%BT dan (b) BNT-15%BT

Dari gambar 19 dapat diamati morfologi dari BNT-BT berbentuk granular dengan ukuran butiran yang tidak seragam. BNT-7%BT memiliki ukuran butiran berkisar antara 0,25-0,75 μm , sedangkan BNT-15%BT memiliki ukuran butiran berkisar antara 0,1667-0,4167 μm . Hal ini menunjukkan bahwa BNT dengan penambahan

dopant 7% memiliki ukuran partikel yang lebih besar. Tabel 13 memperlihatkan persentase atom-atom penyusun produk BNT-BT yang terbentuk.

Tabel 13. Persentase atom-atom penyusun produk BNT-7%BT dan BNT-15%BT

Atom	Atom (%)	
	BNT-7%BT	BNT-15%BT
O	14,52	36,34
Na	2,83	8,46
Ti	18,93	26,65
Ba	7,38	8,62
Bi	6,72	19,92

Dari data EDX dapat dilihat bahwa sampel-sampel tersebut hanya mengandung bahan dasar yang membentuknya. Dari data dapat dilihat bahwa produk yang terbentuk tidak terkontaminasi oleh unsur lain (lampiran 12).

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa bahan piezoelektrik BT dan BNT dapat disintesis dengan metode *molten salt*. Sintesis BNT-BT dapat dilakukan secara langsung dalam satu tahap pencampuran bahan dasar dengan penggerusan selama 4 jam dan suhu sintering 950 °C selama 4 jam. Berdasarkan analisis dari pola difraksi XRD diperoleh ukuran partikel dipengaruhi oleh suhu sintering, dimana ukuran BT, BNT, dan BNT-BT yang besar terbentuk pada suhu 950 °C. Rasio penambahan garam memberikan pengaruh terhadap ukuran partikel dan distribusi produk yang terbentuk, dimana ukuran partikel BT yang lebih besar terbentuk pada perbandingan garam 1 : 2 sedangkan untuk sampel BNT terbentuk pada perbandingan garam 1 : 1. Struktur dari BNT-7%BT dan BNT-15%BT yang terbentuk tidak terlalu jelas perbedaannya dari hasil analisis dengan metode *molten salt*. Konsentrasi dopant yang berbeda tidak banyak mempengaruhi struktur BNT-BT. Analisis SEM dapat memberikan informasi bahwa partikel terdistribusi merata dengan bentuk granular, dimana ukuran partikel dipengaruhi oleh suhu dan komposisi garam serta konsentrasi dopant. Sedangkan analisis EDX dapat memberikan gambaran komposisi atom-atom pada bahan sehingga dapat memperkuat analisis SEM dalam mengamati pengaruh beberapa parameter proses sintesis.

5.2 Saran

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diajukan beberapa saran demi kesempurnaan penelitian selanjutnya, diantaranya :

1. Penggerusan bahan-bahan dasar agar lebih maksimal.
2. Diperlukan analisa struktur, pengukuran kurva hysteresis dan konstanta piezoelektrik dengan menggunakan software RIETAN dan metode RIETVELD.

DAFTAR PUSTAKA

1. Arnau, A. 2008. *Piezoelektrik Transducers and Applications Second Edition*. Springer: Spain
2. Karki, James. 2002. Signal Conditioning Piezoelectric Sensors. *Application report-SLOA033A*. Texas Instruments
3. Prananto, Dwi. 2009. *Karakterisasi Smart Material Polyvinylidene Fluoride (PVDF) sebagai Transducer Piezoelektrik*. ITS Online Library
4. American Piezo. 2012. *PZT*. APC International, Ltd
5. D. Lin, D. Xiao, J. Zhu, Ping Yu, H. Yan, L. Li. 2004. Synthesis and Piezoelectric Properties of Lead-Free Piezoelectric $[\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{1-x-y}\text{K}_x\text{Li}_y)_{0.5}]\text{TiO}_3$ Ceramics. *Materials Letters* 58, pp 615–618
6. Smolenskii, G.A., Isupov, V.A., Agranovskaya, A.I., & Krainik, N.N. 1961. New Ferroelectrics of Complex Composition. IV. *Sov. Phys.-Solid State*, pp. 2651-2654
7. A. Safari, Rajesh K. Panda, and V. F. Janas. 2010. *Ferroelectric Ceramics : Processing, Properties & Applications*. Rutgers University: USA
8. S.Sudirham, N. Utari. 2010. *Mengenal Sifat-Sifat Material*. Darpublic: Bandung
9. R Kacaribu. 2011. *Bahan Dielektrik*. Universitas Sumatera Utara: Medan
10. N.Qisthi, S.A. Ningtiyas, A. Septiana. 2010. *Kajian Variasi Lama Aniling terhadap Dielektrisitas Senyawa Nanokristal BiMnO_3 dengan Metode Kopresipitasi*. Universitas Negeri Malang: Malang
11. Piezokeramika. 2008. *Piezoelectricity*. European Piezo Ceramics, Ltd.: Librice
12. E. Aksel and J.L. Jones. 2010. Advances in Lead-Free Piezoelectric Materials for Sensors and Actuators. *Sensors*, 10, pp, 1935-1954. ISSN 1424-8220
13. A. A Barlian, W-T Park, J.R. Mallon, Jr, Ali J. Rastegar, & B.L. Pruitt. 2009. Semiconductor Piezoresistance for Microsystems. *Proc IEEE Inst Electron Eng*, Vol. 97, pp. 513–552
14. Huang, Kuan-Chih, *et al.* 2009. Morphology-Controlled Synthesis of Barium Titanate Nanostructures. *Taiwan Inorg Chem*, Vol. 48, pp. 9180–9184

15. Hastuti, Erna. 2011. Analisis Sifat Listrik dan Jenis Cacat Kristal pada Bahan Dielektrik $Ba_{0,95}Sr_{0,05}TiO_3$ dengan doping Y_2O_3 . *Jurnal Neutrino Vol. 3, No. 2*
16. H. Lin, Wang. 2002. *Structure And Dielectric Properties of Perovskite Barium Titanate ($BaTiO_3$)*. San Jose State University
17. T. Toshihiko. 2002. Crystalline-oriented Piezoelectric Bulk Ceramics with a Perovskite Type Structure. *Journal of the Korean Physical Society, Vol. 32, pp. S1217-S1220*
18. F. Wang, J.B. Wang, X.L. Zhong, B. Li, & Y.C. Zhou. 2009. Synthesis and Characterization of $Bi_{3,15}Na_{0,85}Ti_3O_{12}$ Nanotube Arrays. *Journal of Crystal Growth, Vol. 311, Issue 20, pp. 4495–4498*
19. D. Damjanovic, N. Klein, J. Li, V. Porokhonskyy. 2010. What Can Be Expected From Lead-Free Piezoelectric Materials?. *Functional Materials Letters. Vol. 3, No. 1, pp. 5–13*
20. Indrajit, Dudi. 2007. *Mudah dan Aktif Belajar Fisika*. PT. Setia Purna Inves: Bandung
21. Tani, Toshihiko. 2002. Crystalline-oriented Piezoelectric Bulk Ceramics with a Perovskite-type Structure. *Journal of the Korean Physical Society, Vol. 32, pp. S1217-S1220*
22. Cullity, B.D. 1978. *Elements of X-ray Diffraction, 2nd edition*. Addison and Wesley Publishing Company Inc. USA. pp. 33-106
23. P.M. Woodward. 2002. Octahedral Tilting in Perovskites I. *Geometrical Considerations. Acta Cryst, Vol. B53, pp. 32-43*
24. J. Suchanicz, K. Roleder, A. Kania, & J. Handerek. 2002. *Ferroelectrics 77, pp. 107*
25. G. O. Jones and P. A. Thomas. 2002. Investigation of The Structure and Phase Transitions in The Novel A-Site Substituted Distorted Perovskite Compound $Na_{0,5}Bi_{0,5}TiO_3$. *Acta Cryst, Vol. B58, pp. 168-178*
26. Yoon, K.H., Cho, Y.S., & Kang, D.H. 2003. Review Molten Salt Synthesis of Lead-based Relaxors. *Journal of Materials Science, Vol. 33, pp. 2977-2984, ISSN 0022-2461*
27. Bortolani, F. & Dorey, R.A. 2010. Molten Salt Synthesis of PZT Powder for Direct Write Inks. *Journal of the European Ceramic Society, Vol. 30, pp. 2073-2079, ISSN 0955-2219*

28. Hao, H., Liu, H-X., Liu, Y., Cao, M-h & Ouyang, S-X. 2007. Lead-Free $\text{SrBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ and $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ Material Fabrication Using the Microwave-Assisted Molten Salt Synthesis Method. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 90, No.5, pp. 1659-1662, ISSN 0002-7820
29. Mustain, Ing. 2011. Karakteristik Morfologi dan Optik Film Tipis $\text{TiO}_2\text{:Co}$ yang Ditumbuhkan dengan Metode Moevd di atas Substrat Silikon. *PKMI-3-5-1*. Universitas Pendidikan Indonesia: Bandung
30. Material Safety Data Sheet. 2005. *Potassium Chloride & Sodium Chloride*. Sciencelab: Texas
31. KU Leuven. 2011. *X-ray diffraction—Bruker D8 Discover*. IKS: Nederlands
32. Ratnasari, D. 2009. *X-Ray Diffraction (XRD)*. Universitas Sebelas Maret : Surakarta
33. N. Vittayakorn, G. Ruji Yanagul. T. Tunkasiri, X.Tan, D.P. Cann. 2004. *mater. Sci & Eng*, B. 108, pp. 258-265
34. S.L. Flegler, J.W. Heckman Jr., & K.L. Klomparens. 2002. *Scanning and Transmission Electron Microscopy: An Introduction*. W.H. Freeman and Company : New York
35. A. Gogo, Suhardyo. 2007. Studi Pelapisan Bahan Konduktif Spesimen SEM Teriradiasi. *Hasil-hasil Penelitian EBN*. ISSN 0854 – 5561
36. Joseph Goldstein. 2003. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. *Springer*. ISBN-978-0-306-47292-3
37. Hussain SM, Hess KL, Gearhart JM, Geiss KT, and Schlager JJ. 2005. In vitro Toxicity of Nanoparticles in BRL 3A Rat Liver Cells. *Toxicol in Vitro*, Vol. 19, pp. 975–983

LAMPIRAN

Lampiran 1

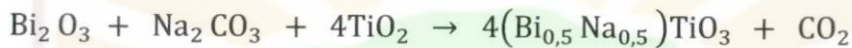
Perhitungan stoikiometri dari komposisi bahan dasar

a) Sintesis BT



$$\text{mol BaCO}_3 = \text{mol TiO}_2 = 0,0287 \text{ mol}$$

b) Sintesis BNT

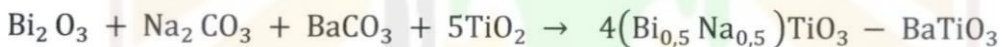


$$\text{mol Bi}_2\text{O}_3 : \text{mol Na}_2\text{CO}_3 : \text{mol TiO}_2 = 1 : 1 : 4$$

$$\text{mol Bi}_2\text{O}_3 = \text{mol Na}_2\text{CO}_3 = 0,0047 \text{ mol}$$

$$\text{mol TiO}_2 = 0,0189 \text{ mol}$$

c) Sintesis BNT dengan penambahan dopant 7% BT



$$\text{mol BNT} = 0,01416 \text{ mol}$$

$$\text{mol 7\%BT} : \frac{x}{0,01416+x} = 0,07$$

$$x = 0,009912 + 0,07x$$

$$x = 0,001066 \text{ mol}$$

$$\text{mol 7\%BT} = 0,001066 \text{ mol}$$

d) Sintesis BNT dengan penambahan dopant 15% BT

$$\text{mol BNT} = 0,01180 \text{ mol}$$

$$\text{mol 15\%BT} : \frac{x}{0,01180+x} = 0,15$$

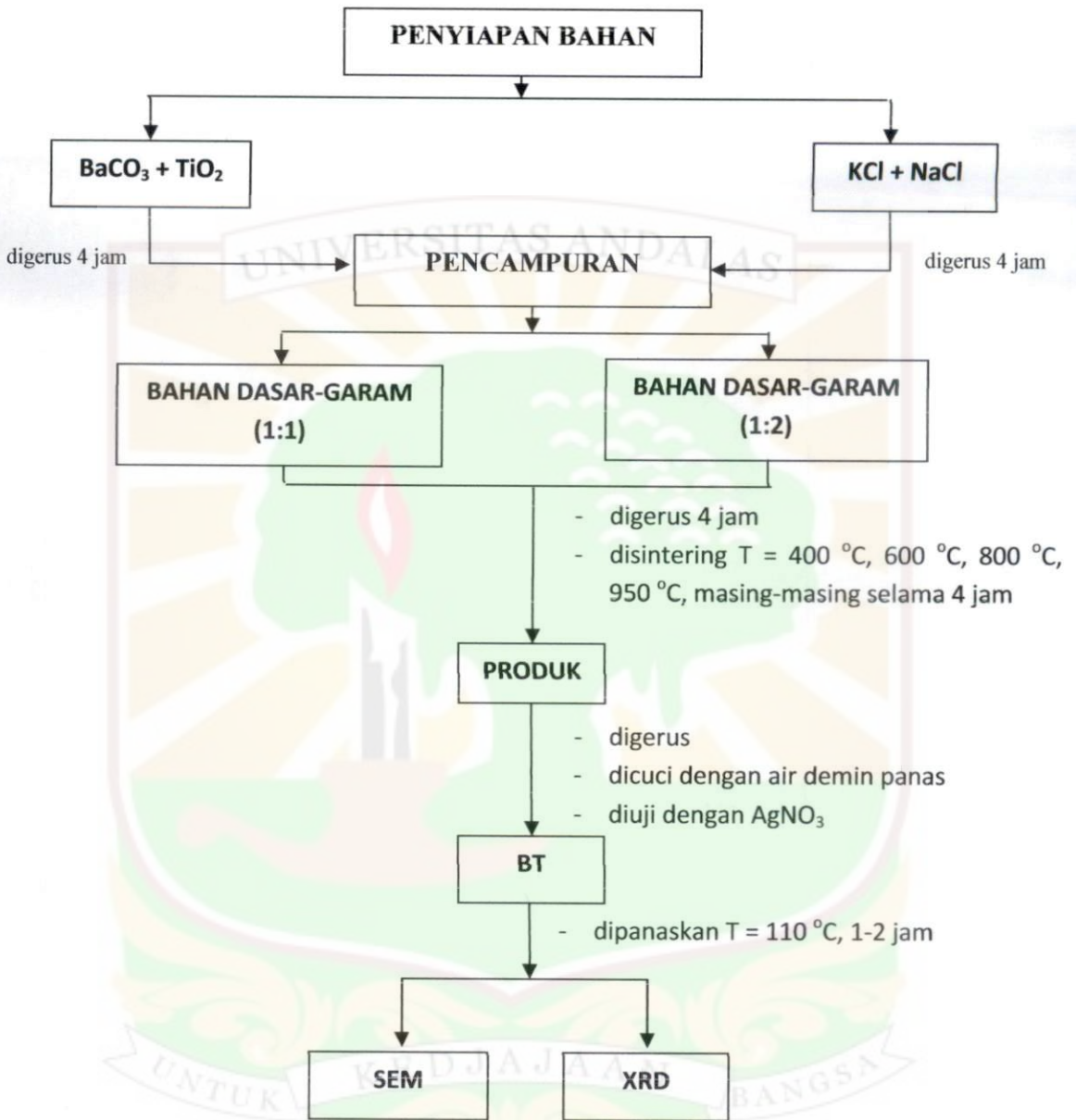
$$x = 0,00177 + 0,15x$$

$$x = 0,00208 \text{ mol}$$

$$\text{mol 15\%BT} = 0,00208 \text{ mol}$$

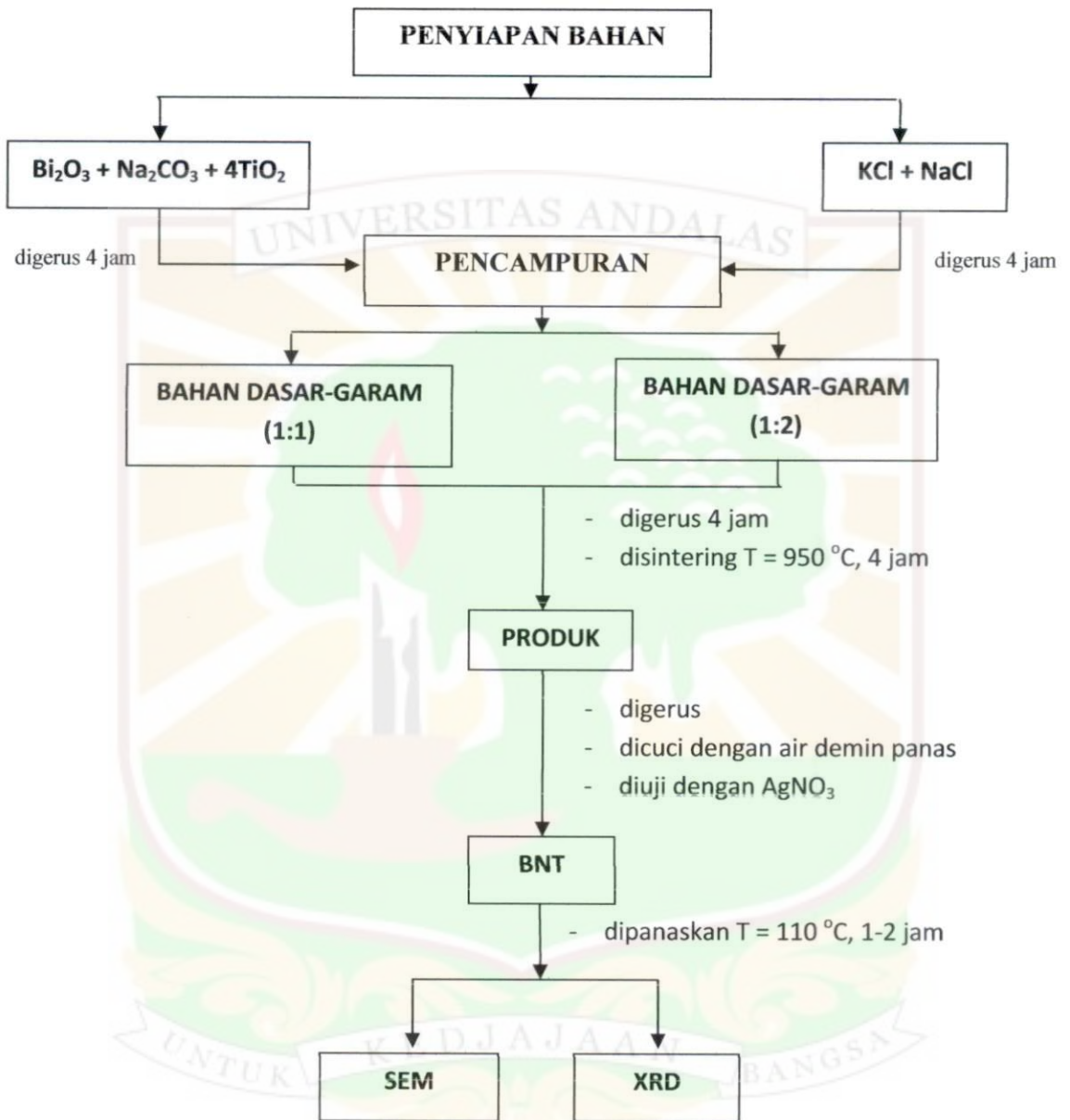
Lampiran 2

Skema kerja tahapan sintesis BT



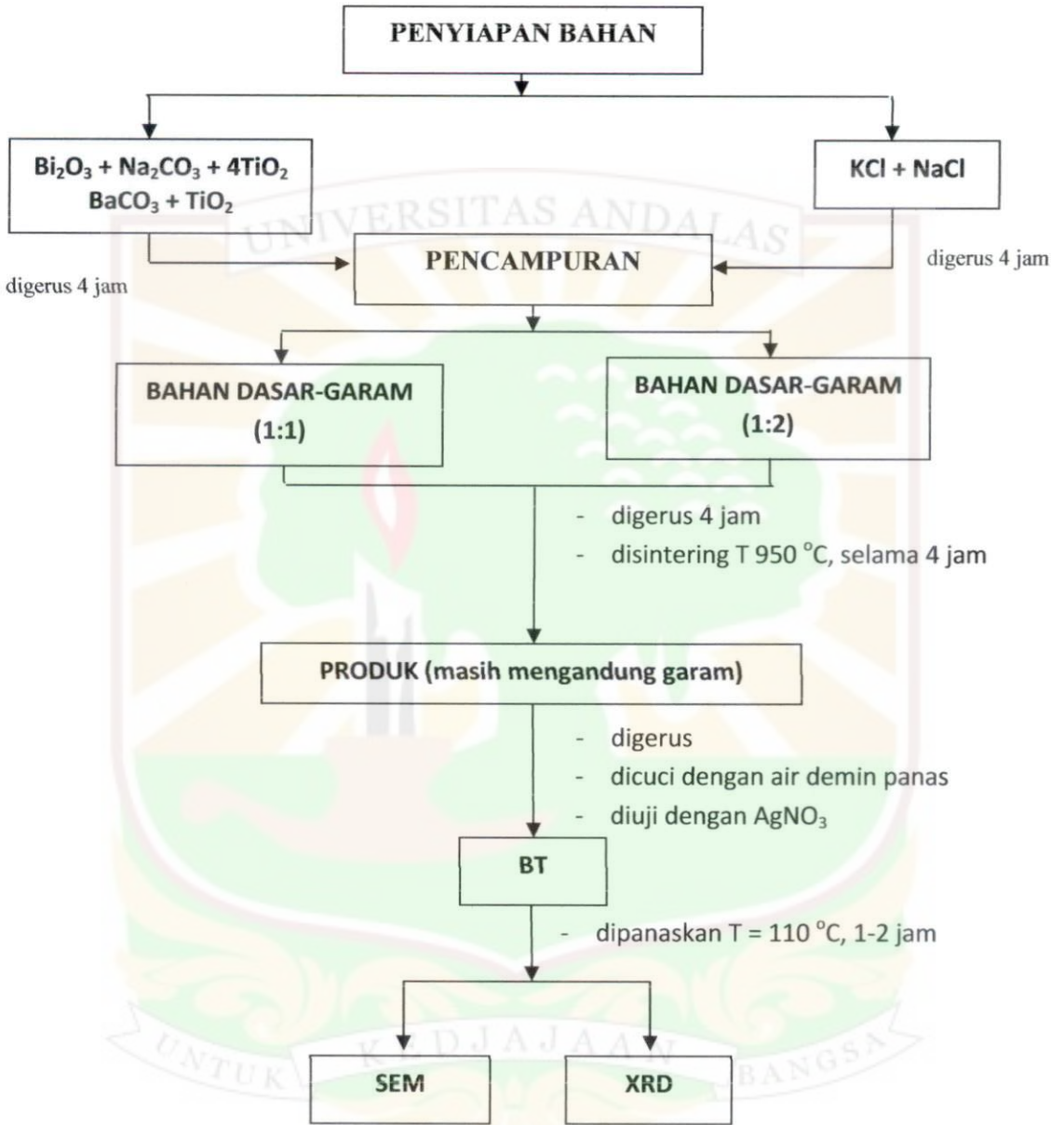
Lampiran 3

Skema kerja tahapan sintesis BNT



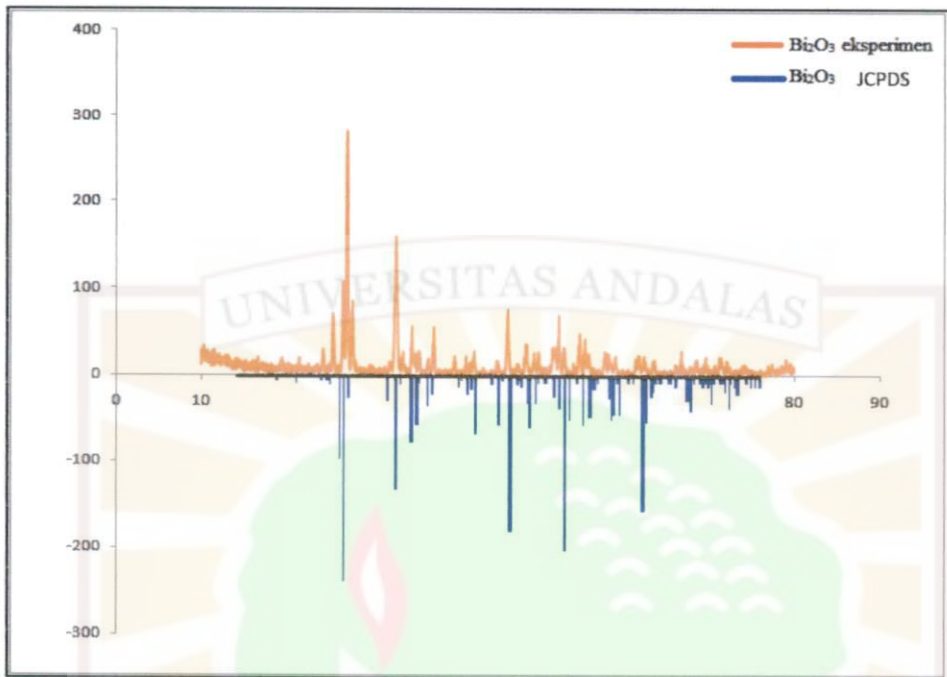
Lampiran 4

Skema kerja tahapan sintesis BNT-BT

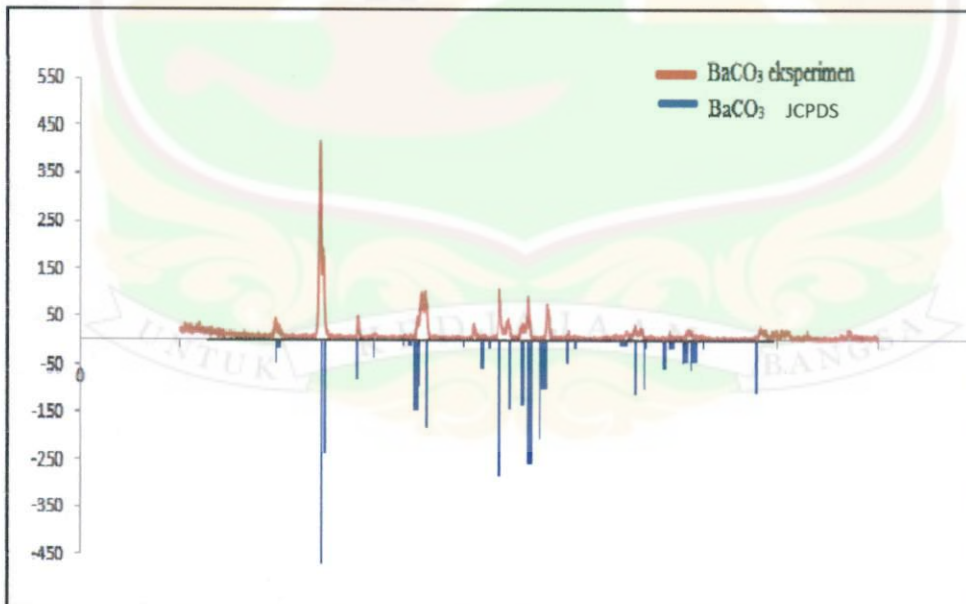


Lampiran 5

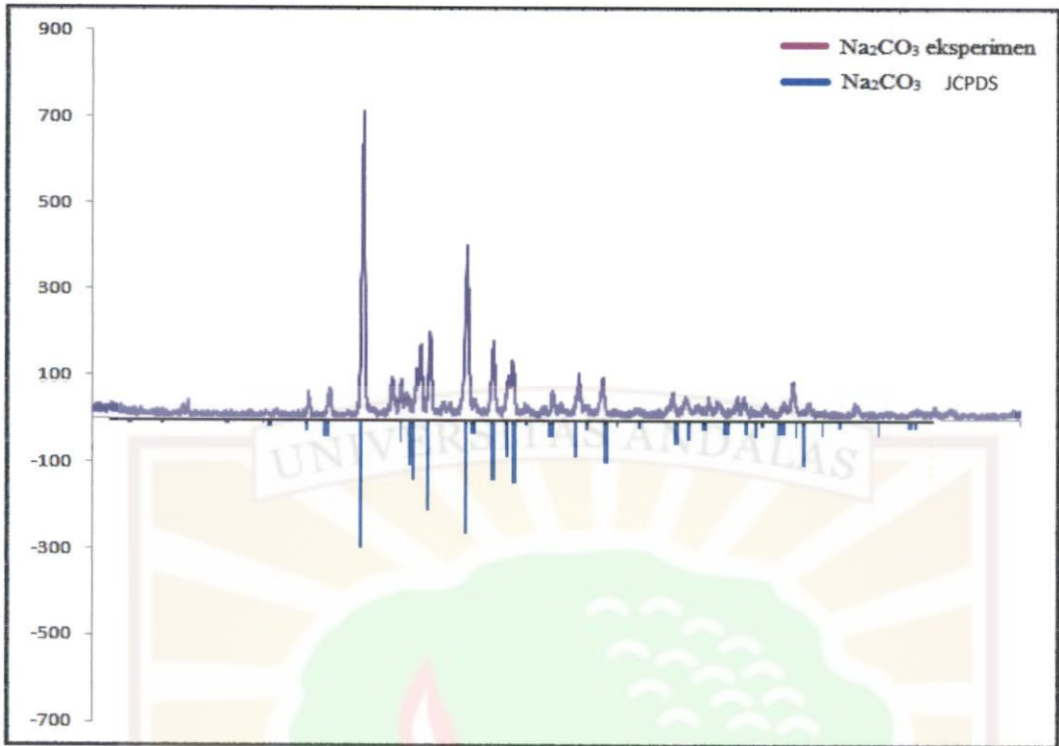
Perbandingan pola difraksi bahan dasar secara eksperimen dan JCPDS



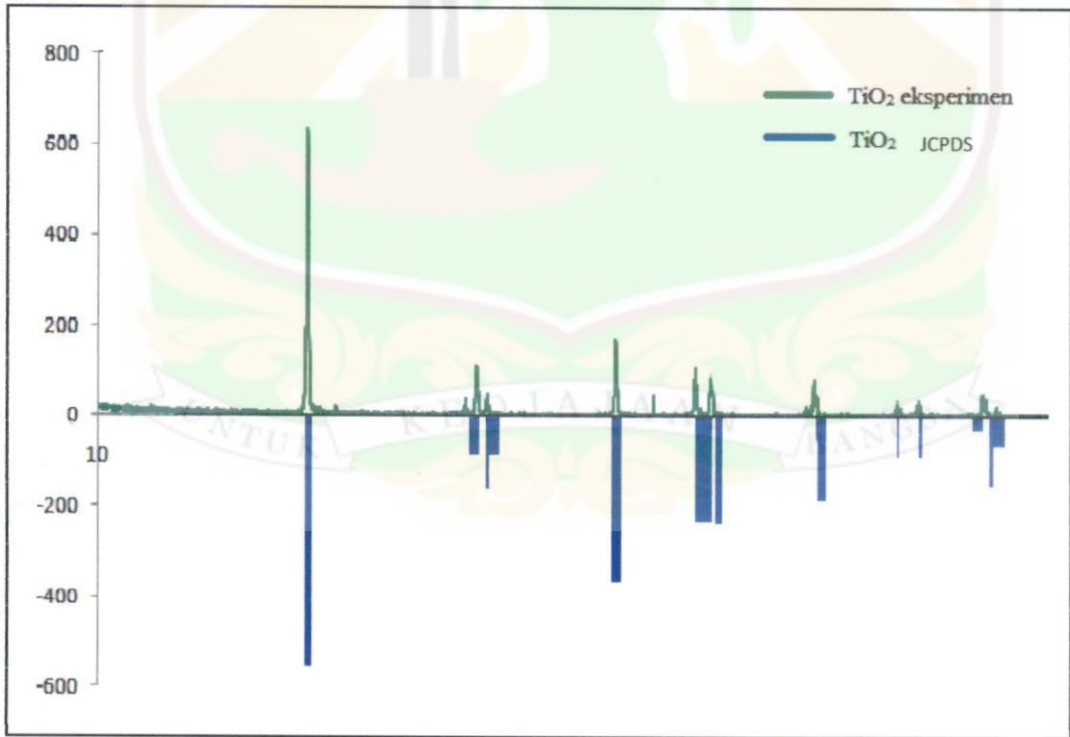
Perbandingan pola difraksi Bi_2O_3 secara eksperimen dan JCPDS



Perbandingan pola difraksi BaCO_3 secara eksperimen dan JCPDS



Perbandingan pola difraksi Na_2CO_3 secara eksperimen dan JCPDS



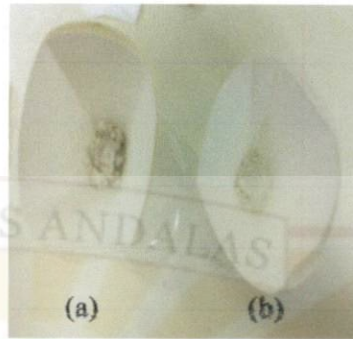
Perbandingan pola difraksi TiO_2 secara eksperimen dan JCPDS

Lampiran 6

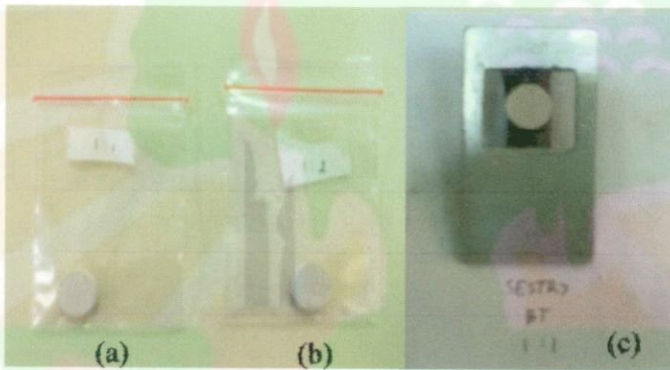
Gambar proses sintesis BT



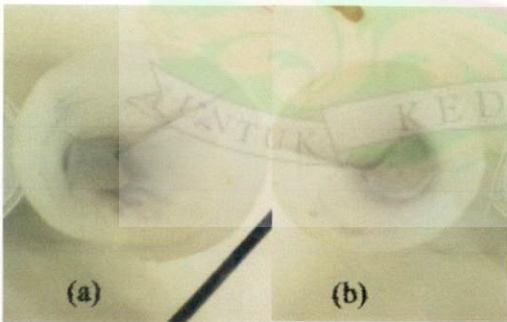
Sampel BaCO_3 , TiO_2 , NaCl dan KCl 1 : 1 setelah digerus selama 4 jam



BT 1 : 2 (a) dan 1 : 1 (b) hasil sintering pada suhu 950°C



Pelet BT 950°C dengan penambahan garam (a) 1 : 1, (b) 1 : 2, (c) BT 950°C 1 : 1 untuk dikarakterisasi dengan XRD



Warna ungu yang timbul setelah BT 950°C (a) 1 : 1 dan (b) 1 : 2 ditetesi AgNO_3 pada saat pencucian



Endapan yang terbentuk setelah BT 950°C (a) 1 : 1 dan (b) 1 : 2 dicuci dan ditetesi AgNO_3

Lampiran 7

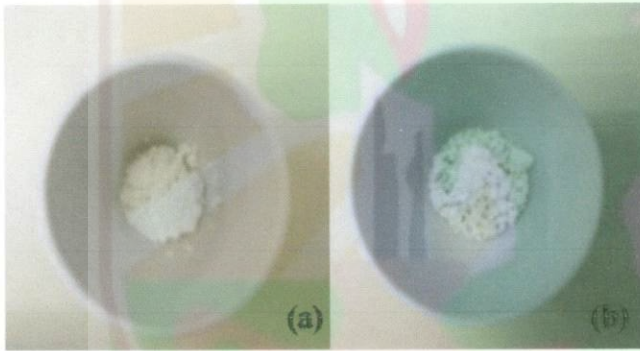
Gambar proses sintesis BNT



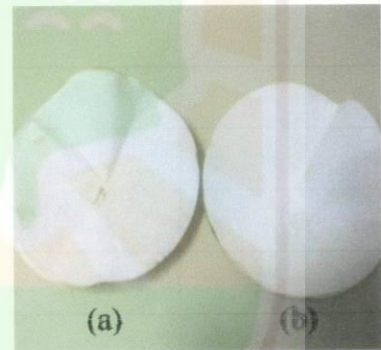
BNT- NaCl - KCl



Karbon yang berasal dari alat pada saat pemanasan



BNT-Garam setelah disintering pada suhu 950 °C selama 4 jam dengan perbandingan :
(a) 1 : 1 dan (b) 1 : 2



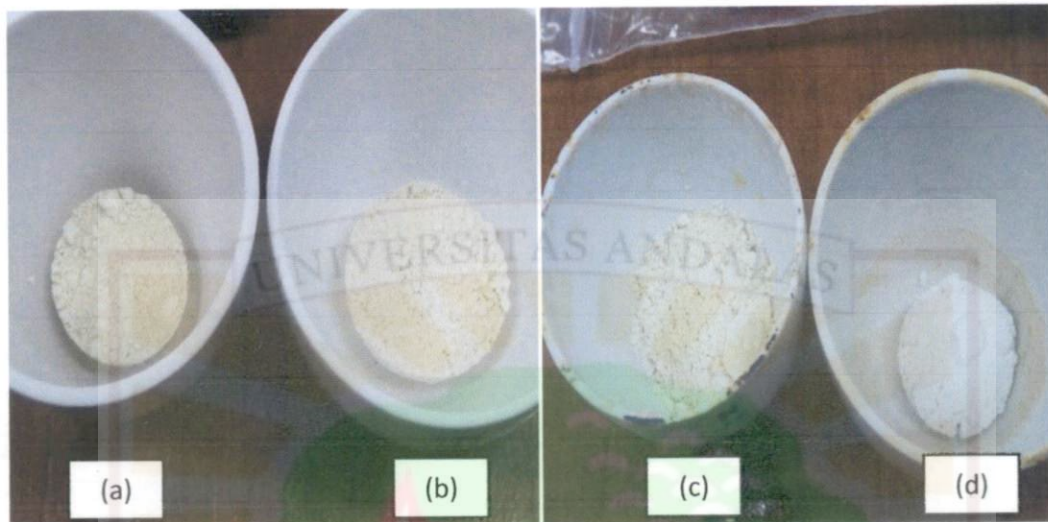
BNT 1 : 1 (a) dan 1 : 2 (b) setelah dipanaskan pada suhu 110 °C selama 2 jam



BNT-Garam 1 : 2 (a) sebelum digerus dan (b) setelah digerus

Lampiran 8

Gambar proses sintesis BNT-BT



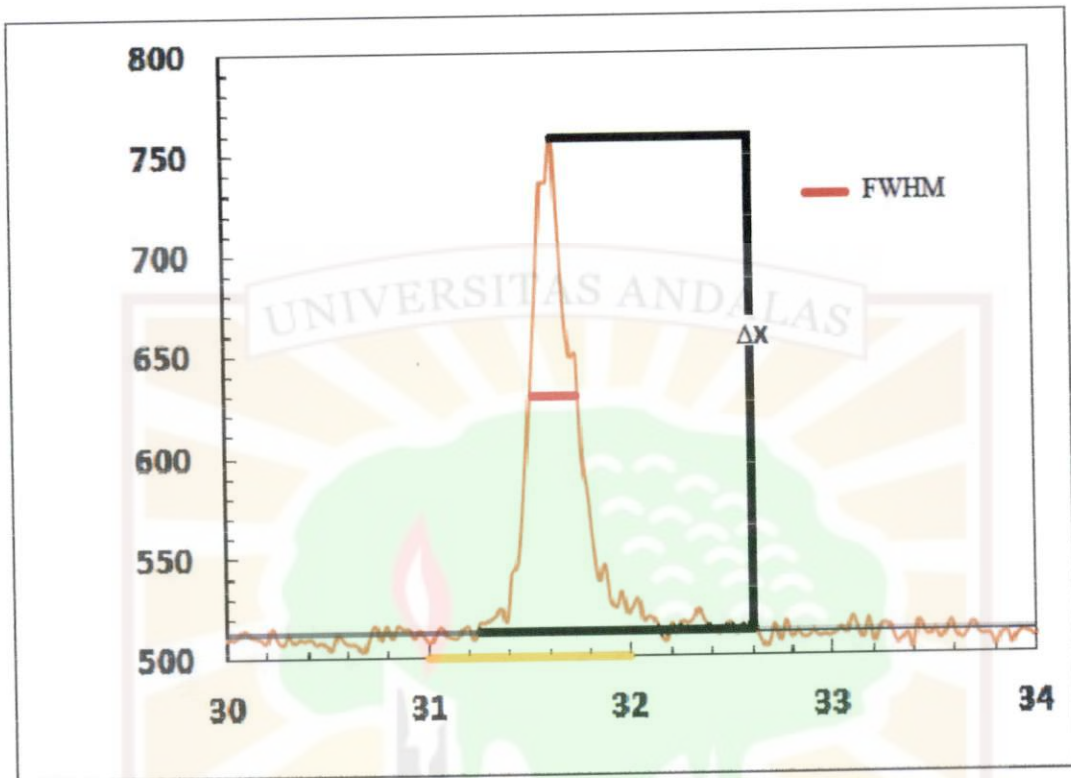
BNT-BT setelah disintering pada suhu $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan variasi penambahan dopan dan garam : (a) BNT-7%BT 1 : 1, (b) BNT-7%BT 1 : 2, (c) BNT-15%BT 1 : 1, dan (d) BNT-15%BT 1 : 2



Proses pencucian BNT-BT

Lampiran 9

Perhitungan FWHM puncak tertinggi



$$FWHM = \frac{\Delta X}{\text{jarak } 1^\circ} \times 1^\circ$$

Jarak 1° dihitung dari jarak antara 2 theta terdekat

1. BT

a) BT 400

$$FWHM = \frac{18}{103} \times 1^\circ = 0,175^\circ$$

b) BT 600

$$FWHM = \frac{27}{103} \times 1^\circ = 0,262^\circ$$

c) BT 800

$$FWHM = \frac{25}{103} \times 1^\circ = 0,243^\circ$$

d) BT 950 1 : 1

$$FWHM = \frac{85}{364} \times 1^\circ = 0,2335^\circ$$

(e) BT 950 1 : 2

$$FWHM = \frac{76}{364} \times 1^\circ = 0,2087^\circ$$

2. BNT

(a) BNT 950 1 : 1

$$FWHM = \frac{23}{80} \times 1^\circ = 0,2875^\circ$$

(b) BNT 950 1 : 2

$$FWHM = \frac{28}{80} \times 1^\circ = 0,3500^\circ$$

3. BNT-BT

(a) BNT-7%BT 1 : 1

$$FWHM = \frac{38}{145} \times 1^\circ = 0,2620^\circ$$

(b) BNT-7%BT 1 : 2

$$FWHM = \frac{47}{145} \times 1^\circ = 0,3241^\circ$$

(c) BNT-15%BT 1 : 1

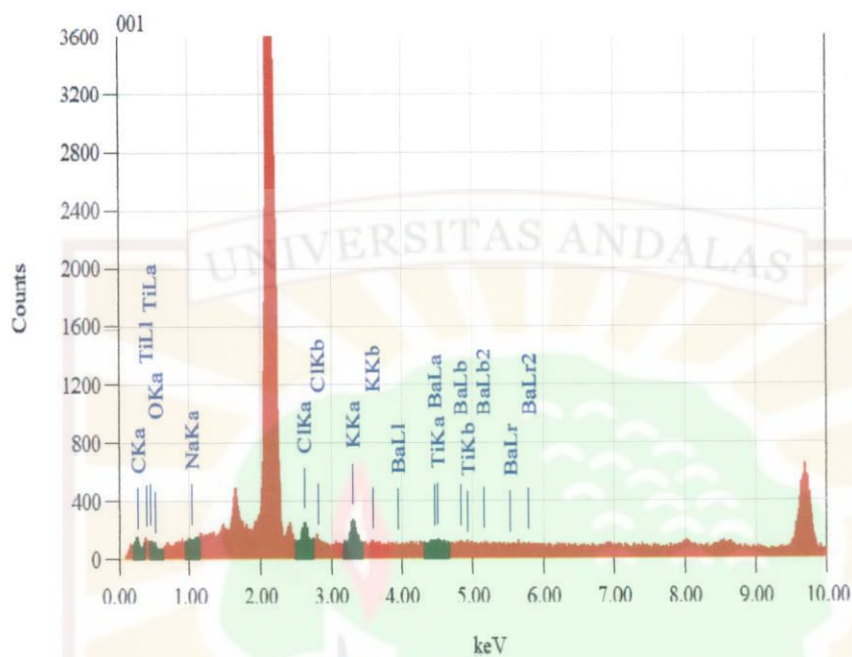
$$FWHM = \frac{51}{145} \times 1^\circ = 0,3517^\circ$$

(d) BNT-15%BT 1 : 2

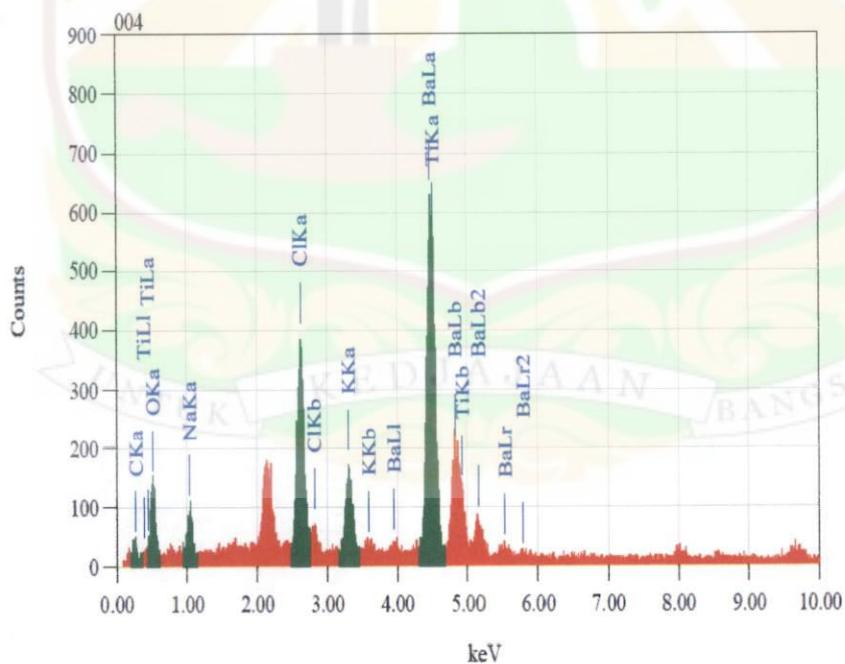
$$FWHM = \frac{55}{145} \times 1^\circ = 0,3793^\circ$$

Lampiran 10

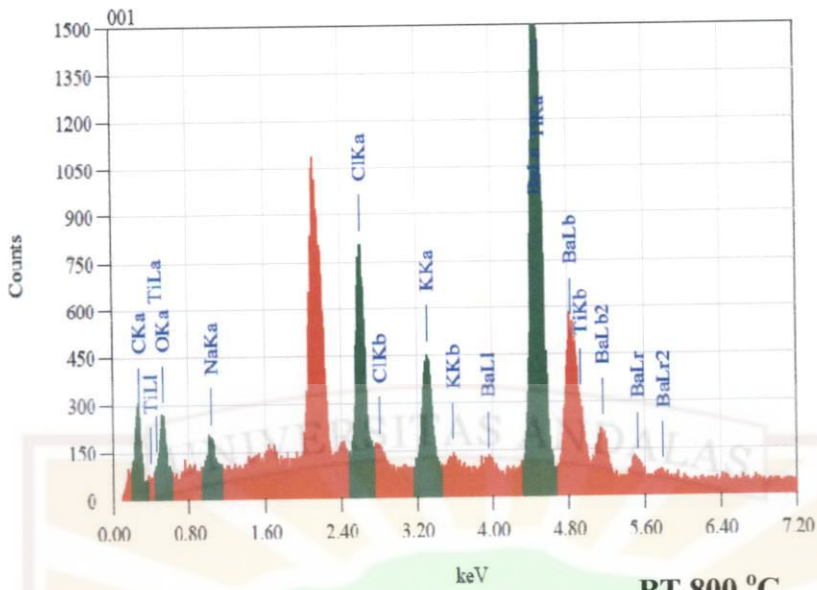
Pola analisis EDX BT



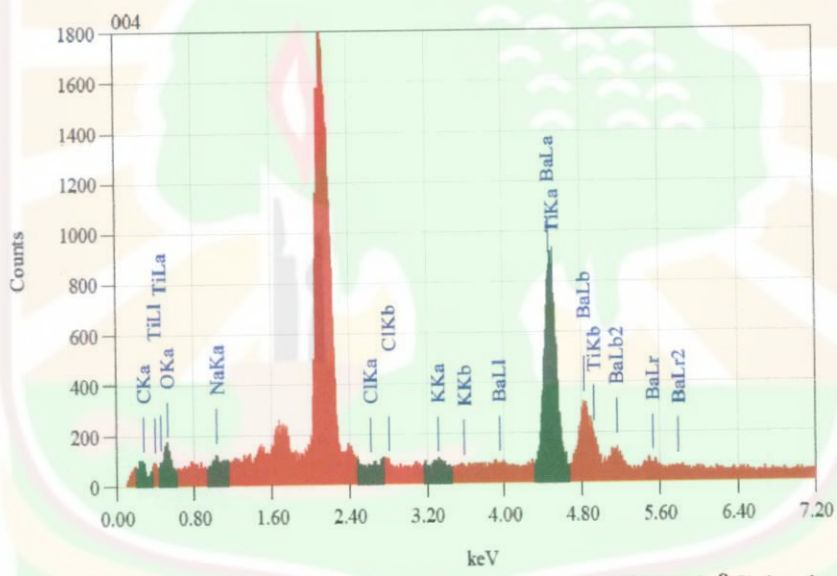
BT 400 °C



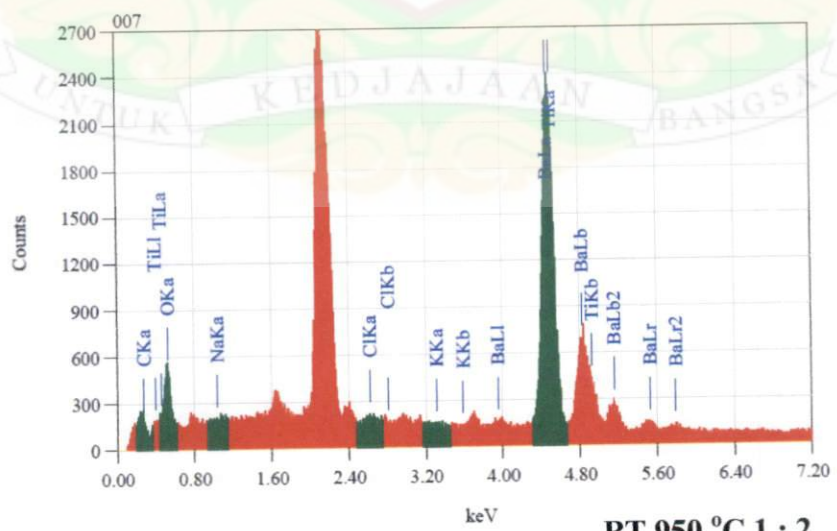
BT 600 °C



BT 800 °C



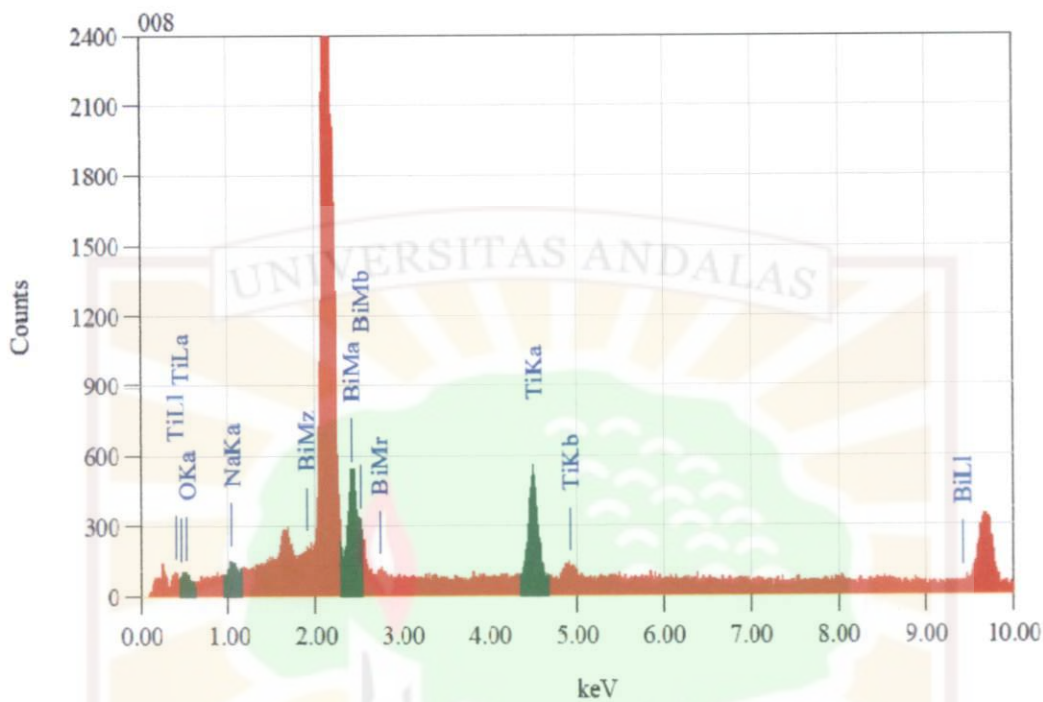
BT 950 °C 1 : 1



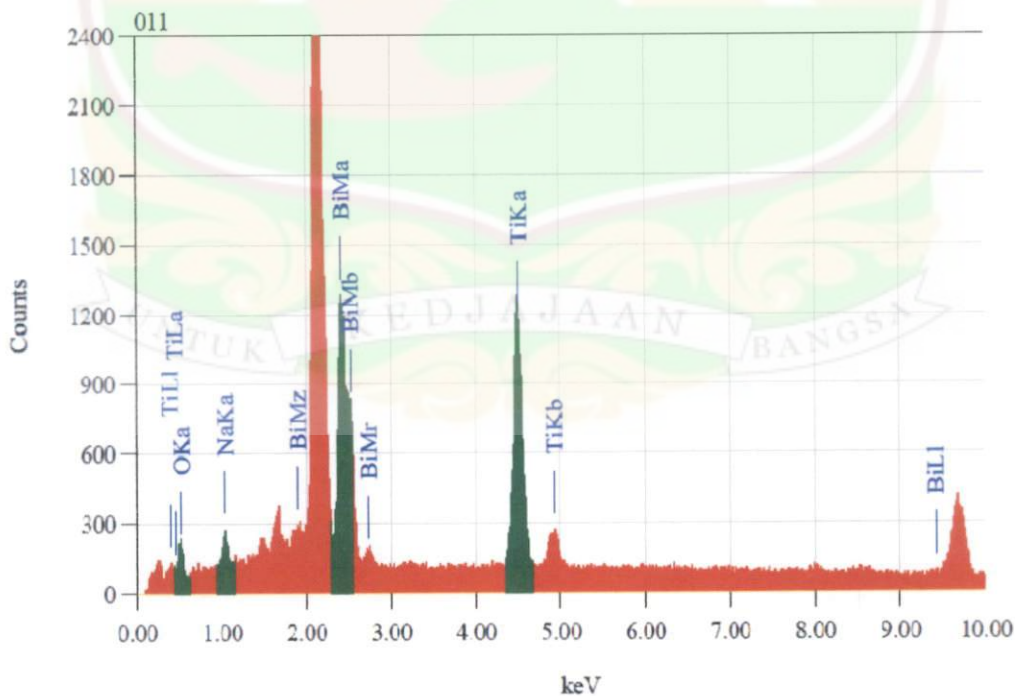
BT 950 °C 1 : 2

Lampiran 11

Pola analisis EDX BNT



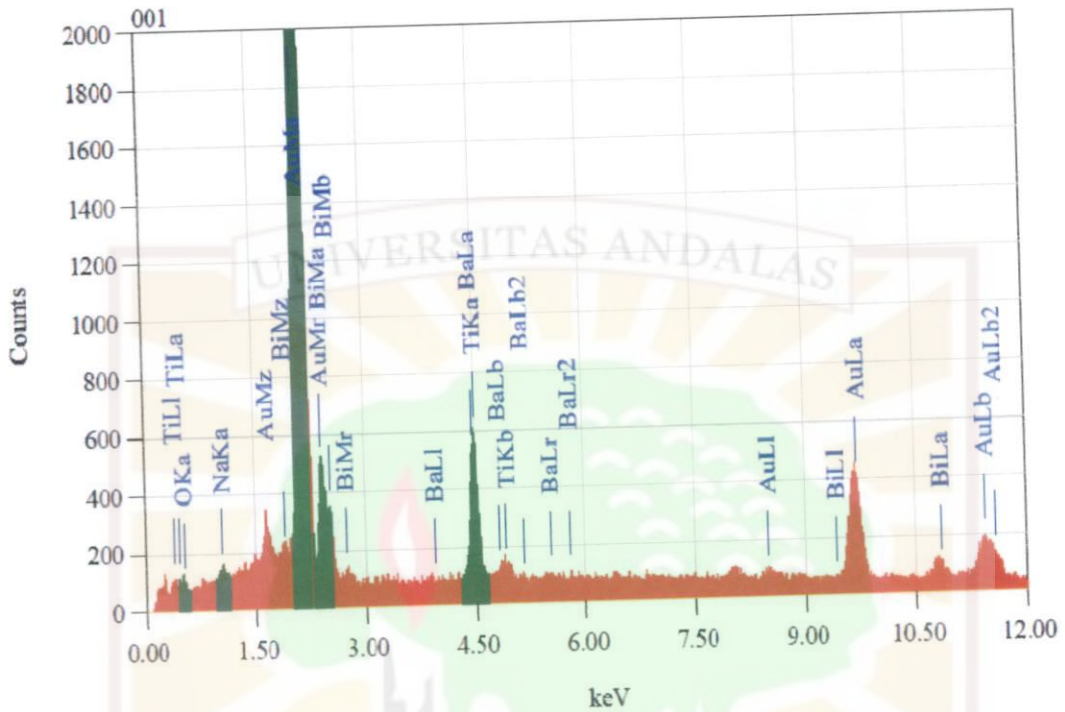
BNT 950 °C 1 : 1



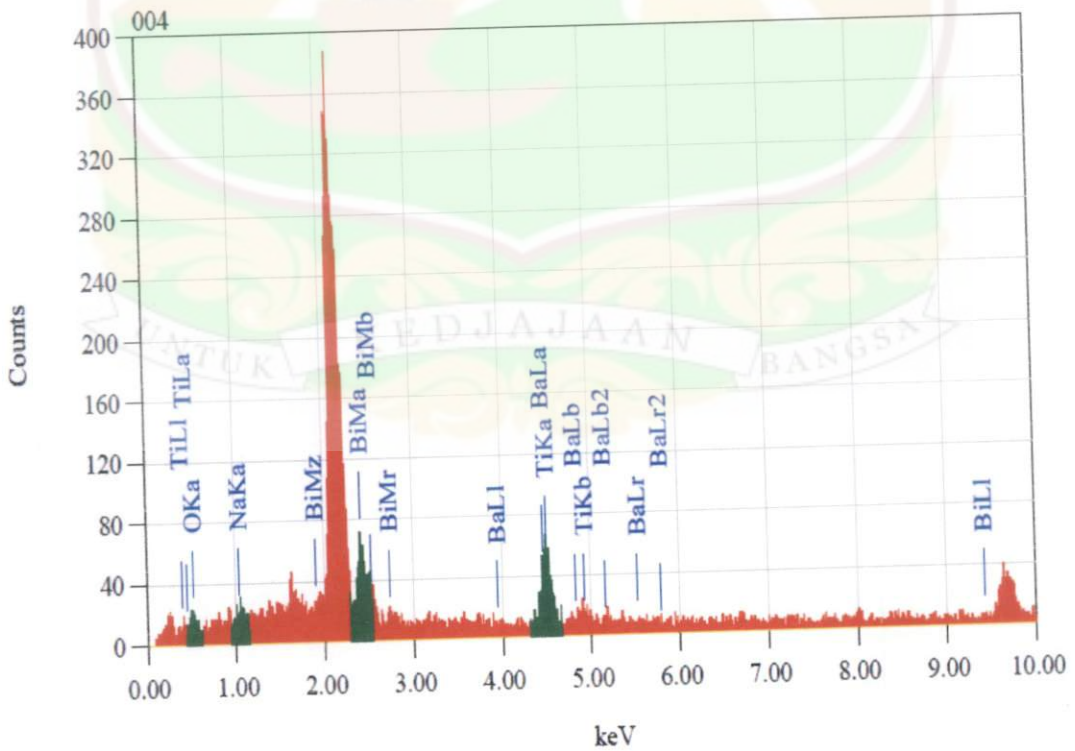
BNT 950 °C 1 : 2

Lampiran 12

Pola analisis EDX BNT-BT



BNT-7%BT 1 : 1



BNT-15%BT 1 : 1