

Pembuatan Material Feroelektrik Barium Titanat (BaTiO₃) Menggunakan Metode *Solid State Reaction*

Meisya Istiqomah¹, Anif Jamaluddin², dan Yofentina Iriani¹

¹Jurusan Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret, ²Program Studi Fisika FKIP Universitas Sebelas Maret

Jl. Ir. Sutami No 36A Surakarta

Email : yopen_2005@yahoo.com

Abstrak – Pembuatan material feroelektrik Barium titanat (BaTiO₃) berhasil dilakukan menggunakan metode *solid state reaction* (reaksi padatan). Barium karbonat (BaCO₃) dan Titanium oksida (TiO₂) dihomogenisasikan kemudian dipadatkan hingga berbentuk bulk. Sampel disintering pada temperatur 900^oC dengan variasi waktu 5 dan 6 jam. Karakterisasi dilakukan dengan peralatan X-Ray Diffraction (XRD) Bruker D8 Advance bersumber radiasi Cu dengan panjang gelombang 1,54187 Å. Sampel dianalisa dengan International Commission Data Diffraction (ICDD) data base dan dilakukan penghalusan menggunakan metode Rietveld. Hasil analisa BaTiO₃ pada waktu sintering 5 jam diperoleh nilai a dan b = 4,005895 serta nilai c = 4,030629. Nilai tetragonalitas 1,0061744, kristalinitas 94,50%, Full Width Half Maximum (FWHM) 0,2994 dan ukuran kristal 6,7243 nm. Waktu sintering 6 jam diperoleh nilai a dan b=4,000434 serta c= 4,021041, tetragonalitas 1,0051512, kristalinitas 79,91%, FWHM 0,26021 dan ukuran kristal 6,1207 nm.

Kata kunci: Feroelektrik, Barium titanat, *solid state reaction*, metode Rietveld, FWHM

Abstract – Making of Barium titanate (BaTiO₃) ferroelectric material carried out using *solid state reaction method* successfully. Barium carbonate (BaCO₃) and Titanium oxide (TiO₂) were homogenouzed and compacted until be bulk. The sample was sintered at temperature 900^oC by 5 and 6 hours. The characterization of sample was carried out using X-Ray Diffraction (XRD) Bruker D8 Advance in wave length 1,54187 Å. The sample was analyzed by International Commission Data Diffraction (ICDD) data base and was carried out refinement by Rietveld method. The result of BaTiO₃ analysis at 5 hours at the time of sintering was gotten result a and b value 4,005895 and c 4,030629. Tetragonality value 1,0062, cristallinity 94,50%, Full Width Half Maximum (FWHM) 0,2994 and crystalite size 6,7243 nm. At 6 hours at the time of sintering was gotten result a and b value 4,000434 and c 4,021041. Tetragonality value 1,0051512, cristallinity 79,91%, FWHM 0,26021 and crystalite size 6,1207 nm.

Key words: Ferroelectric, Barium titanate, *solid state reaction*, Rietveld methods, FWHM

I. PENDAHULUAN

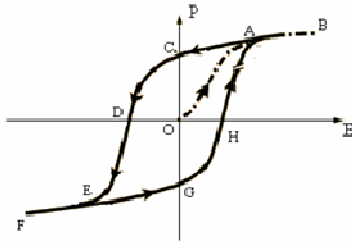
Penelitian material feroelektrik sangat banyak dilakukan. Feroelektrik termasuk bahan dielektrik yang memiliki polarisasi spontan kuat. Kelebihan bahan feroelektrik adalah kemampuan mengubah polarisasi internal menggunakan medan listrik yang sesuai dan polarisasi spontan. Bahan feroelektrik memiliki beberapa sifat unik, diantaranya sifat histerisis dan konstanta dielektrik yang tinggi, sifat pizeoelektrik, sifat piroelektrik, sifat optik linier untuk lapisan tipis [1].

Barium titanat (BaTiO₃) dengan struktur kristal perovskite tetragonal telah dikenal bersifat material feroelektrik. Material ini telah banyak digunakan dalam aplikasi di bidang elektronik karena barium titanat lebih ramah lingkungan, memiliki temperatur Curie yang lebih rendah daripada material dielektrik lain, dan memiliki konstanta dielektrik yang tinggi [2]. Barium titanat mudah diaplikasikan dengan alasan bahwa barium titanat mempunyai sifat kimia dan sifat mekanik yang lebih stabil. BaTiO₃ merupakan salah satu tipe ABO₃ (A = mono atau divalen dan B = ion tri-heksavalen) material keramik yang dibutuhkan untuk aplikasi feroelektrik [3].

II. LANDASAN TEORI

Feroelektrik adalah gejala terjadinya perubahan polarisasi listrik secara spontan pada material tanpa adanya gangguan medan listrik dari luar. Material feroelektrik merupakan kelompok material dielektrik yang mempunyai kemampuan untuk mengubah sifat polarisasinya di dalam medan listrik yang sesuai [4].

Pada tahun 1944 Von Hippel menemukan kapasitor berbahan dasar barium titanat (BaTiO₃) yang mempunyai konstanta dielektrik tinggi [5]. Penemuan keramik feroelektrik sebagai elemen aktif dikembangkan dalam berbagai ukuran dan tergantung dari karakteristiknya untuk aplikasi perangkat mikro elektronik [6]. Ketika tegangan listrik dihilangkan, bahan yang bersifat feroelektrik mempunyai kemampuan untuk menahan polarisasi elektrik [7].

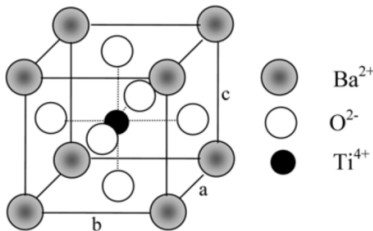


Gambar 1. Kurva histerisis [8]

Gambar 1 menunjukkan kurva hubungan antara polarisasi listrik (P) dengan kuat medan listrik eksternal (E). Apabila kuat medan listrik pada daerah E positif dan P positif ditingkatkan, maka polarisasi listrik akan ikut meningkat secara cepat yang ditunjukkan oleh garis OA. Polarisasi akan naik secara perlahan hinggapada akhirnya tetap atau tidak berubah lagi ditunjukkan oleh garis AB, keadaan seperti ini disebut dengan keadaan saturasi. Apabila kuat medan listrik diturunkan hingga O maka polarisasi listriknya mengikuti garis BC, bukan kembali lagi ke titik O. Pada saat medan listrik mengalami reduksi menjadi nol, maka material akan memiliki polarisasi remanan (P_r) yang ditunjukkan oleh garis OC. Nilai polarisasi material tersebut dapat dihapus dengan cara menggunakan sejumlah medan listrik pada arah yang berlawanan (negatif). Harga medan listrik yang digunakan untuk mereduksi nilai polarisasi hingga bernilai nol disebut dengan medan koersif (E_c). Apabila pemberian kuat medan listrik dilanjutkan hingga E negatif, maka material akan kembali mengalami keadaan saturasi, namun bernilai negatif yang ditunjukkan oleh garis EF. Apabila medan listrik kembali dinaikkan lagi sehingga kurva mengalami satu putaran, maka diperoleh kurva hubungan antara polarisasi (P) dengan medan koersif (E_c) yang ditunjukkan oleh loop histerisis [4].

Pergeseran muatan yang terjadi di dalam dielektrikum disebut polarisasi. Polarisasi terjadi ketika suatu material dielektrik dipengaruhi oleh medan listrik luar. Pergeseran muatan tersebut akan mengakibatkan timbulnya dipol-dipol listrik [8]. Dipol listrik adalah susunan muatan yang terpisah dengan jarak yang sangat pendek [9].

Struktur perovskite merupakan salah satu struktur yang menunjukkan adanya polarisasi spontan pada temperatur tertentu [10]. Bahan yang berstruktur perovskite mempunyai sifat tertentu mengenai struktur kristal, fase transisi sebagai fungsi temperatur, dan ukuran ion dalam sel satuan [11]. Struktur perovskite memiliki rumus ABO_3 seperti pada gambar 2.2 dengan A adalah logam monovalen, divalen, atau trivalen, dan B berupa unsur trivalen, pentavalen, ataupun tetravalen, serta O merupakan unsur oksigen [12].



Gambar 2. Struktur perovskite material feroelektrik [13]

Barium titanat (BaTiO₃) merupakan keramik piezoelektrik pertama yang dikembangkan dengan penggunaan yang sangat luas dan aplikasi material ini sebagai material kapasitor sangat dikenal. Barium titanat yang merupakan bahan feroelektrik banyak dimanfaatkan untuk pembuatan komponen elektronik sebagai macam aplikasi elektrokeramik karena mempunyai konstanta dielektrik yang tinggi [14]. BaTiO₃ sampai saat ini disintesa menggunakan metode *solid state reaction*. Metode *solid state reaction* ini mempunyai beberapa kelemahan, diantaranya suhu sintering yang sangat tinggi, yaitu 1400°C hingga 1450°C, masih terdapat pengotor yang berasal dari proses *ball milling*, serta ukuran partikelnya masih belum bisa mencapai nano [2]. Apabila material dielektrik BaTiO₃ diberi medan listrik, maka ion-ion oksigen akan bergeser ke arah elektroda positif, sementara itu ion-ion titanium akan bergeser ke arah elektroda negatif [14].

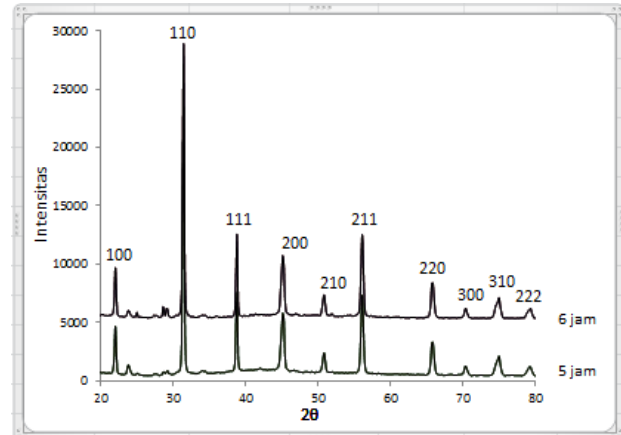
III. METODE PENELITIAN/EKSPERIMEN

Pembuatan material feroelektrik diawali dengan penghitungan mol bahan sehingga diperoleh massa masing-masing bahan, kemudian dilakukan pencampuran dan homogenisasi dengan mortar alumina. Pembuatan *bulk* dilakukan sebelum sampel disintering pada *furnace* dengan temperatur 900°C dan rentang waktu 5 serta 6 jam. Karakterisasi dilakukan menggunakan peralatan *X-Ray Diffraction (XRD) Bruker D8 Advance* bersumber radiasi Cu dengan panjang gelombang 1,54187 Å. Kristal BaTiO₃ di-*scan* pada sudut 10° hingga 80° sehingga diperoleh data berupa intensitas dan sudut hamburan (2θ), hingga memenuhi hukum Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Dengan $n=1,2,3,\dots$ (bilangan bulat), λ merupakan panjang gelombang (m), d adalah jarak kisi pada kristal, dan θ merupakan besarnya sudut difraksi.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN



Gambar 3. Grafik hubungan antara 2θ dengan intensitas

Hasil pengujian dengan peralatan XRD untuk variasi waktu *sintering* ditunjukkan oleh Gambar 3. Semakin lama waktu *sintering* maka intensitasnya akan semakin tinggi.

Sampel dianalisa dengan *International Commission Data Diffraction (ICDD) data base*. Puncak-puncak yang muncul teridentifikasi milik barium titanat.

Semakin besar intensitas maka FWHM akan semakin kecil. Ukuran kristal dapat dilihat melalui besarnya FWHM.

Tabel 1. Perhitungan Nilai FWHM dan Ukuran Kristal

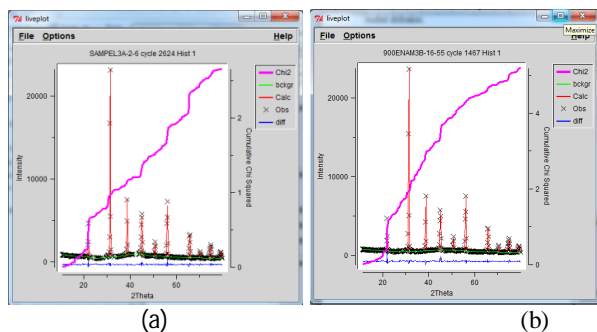
Lama waktu sintering (jam)	FWHM	Ukuran kristal (nm)
5	0,2994	6,72426
6	0,26021	6,12066

Data diolah menggunakan metode *Rietveld* dengan bantuan *software* GSAS. *Input* dari metode ini dengan memasukkan $a=b=3,995 \text{ \AA}$, $c=4,035 \text{ \AA}$, sudut $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$, dan *space group* p4 mm.

Tabel 2. Perhitungan Nilai Tetragonalitas dan Kristalinitas

Lama waktu sintering (jam)	a (Å)	c (Å)	c/a (Å)	Kristalinitas (%)
5	4,005895	4,030629	1,0061744	94,49866137
6	4,000434	4,021041	1,0051512	79,91337304

Kekristalan suatu material dipengaruhi oleh nilai c/a , di mana apabila nilai c/a lebih dari 1 maka kristal tersebut mempunyai bentuk tetragonal. Tabel 1 memperlihatkan adanya perbedaan nilai tetragonalitas, FWHM, ukuran kristal, dan kristalinitas pada lama waktu *sintering* yang berbeda. Nilai parameter kisi antara data masukan dengan data olahan program mengalami perubahan, sehingga nilai c/a juga berbeda. Hal ini disebabkan oleh adanya pergeseran sudut difraksi.



Gambar 4. Hasil Penghalusan Menggunakan Program GSAS

Hasil penghalusan menggunakan program GSAS ditunjukkan oleh Gambar 5. Kurva berwarna hitam merupakan kurva yang terbentuk dari data hasil XRD, kurva berwarna hijau menunjukkan *background* dari histogram, dan warna merah menunjukkan olahan data dari program, sedangkan warna biru menunjukkan adanya perbedaan

antara data hasil XRD dengan data olahan dari program. Hasil yang paling signifikan dari penghalusan program ini ditunjukkan oleh nilai *chi square* yang kecil. Dari data penghalusan menggunakan metode *Rietveld* menunjukkan bahwa data yang diduga awal adalah milik BaTiO₃.

V. KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin besar nilai intensitas suatu puncak maka semakin kecil ukuran FWHM. Semakin lama waktu sintering maka semakin besar nilai tetragonalitas suatu kristal. Di mana besarnya nilai tetragonalitas sebanding dengan besarnya ukuran kristal, namun berbanding terbalik dengan nilai FWHM.

PUSTAKA

- [1] Winarsih. Analisis Sifat Histerisis dan Struktur Kristal Bahan Feroelektrik Ba_{1-x}Sr_xTiO₃. *Skripsi*, Program Studi Fisika Jurusan Fisika FMIPA UNM, 2009.
- [2] B. Sunendar, M. Agustina, A. Wibowo, dan E. Oktavia, Sintesis Partikel Nano Barium Titanat Menggunakan Metode Perkursor dengan Pulp Merang sebagai Templat. *Berita Selulosa*, Vol. 45, 2010, pp. 64-69.
- [3] S. Yasmin, S. Choudhury, M.A. Hakim, A.H. Bhuiyan, and M.J. Rahman. Structural and Dielectric Properties of Pure and Cerium Doped Barium Titanate. *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 12, 2011, pp. 387-391.
- [4] C. Sunandar, Penumbuhan Film Ba_xSr_{1-x}TiO₃ dan Observasi Sifat Feroelektriknya. *Skripsi*, Program Studi Fisika FMIPA IPB, 2006.
- [5] E. Rizky, Karakterisasi dan Pembuatan Lapisan Tipis BaZr_(x)Ti_(1-x)O₃ Didoping Indium pada Substrat Pt Menggunakan Metode CSD (*Chemical Solution Deposition*). *Tesis*, Program Studi Fisika Peminatan Fisika Material FMIPA UI, 2012.
- [6] Frey, M.H. and Payne, D.A., Grain-size Effect on Structure and Phase Transformations for Barium Titanate. *Physical Review B*, Vol. 54, 1996, pp. 3158-3168.
- [7] Mikrianto, E., Yanti, I., Wahyuni, D., Rahmawati, Husna, F., Noveasari, dan Nuryanti, K., Sintesis Dan Karakterisasi Senyawa Berstruktur Aurivillius Lima Lapis Tipe CuBi₅Ti₅O₁₈ dan AgBi₅Ti₅O₁₈ dan Penentuan Sifat Feroelektriknya. *Sains dan Terapan Kimia*, Vol. 1, 2007, pp. 59-68.
- [8] Anggraini, P.W.K. dan Hikam, M., Pengujian Sifat Feroelektrik Film Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO₃ Doping Nb₂O₅ (BNST). *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 2006, pp. 211-216.
- [9] T. Raharjo, *Fisika Dasar Bagian Listrik*. UNS Press, 2008.
- [10] E. Aksel, Structure and Properties of Sodium Bismuth Titanate Ferroelectric Ceramics. *Dissertation*, Graduate School of the University of Florida, 2012.
- [11] R.K. Kota, Dielectric Properties and Method of Characterizing Ceramic Powders and Multiphase Composites. *Thesis*, Graduate School of Clemson University, 2006.
- [12] E. Sulisty, Sifat Feroelektrik Film Tipis Ba_{1-y/2}(Ti_{1-y}Ta_y)O₃ (BT). *Skripsi*, Departemen Fisika FMIPA IPB, 2006.
- [13] Yoon, D.H., Tetragonality of Barium Titanate Powder for a Ceramic Capacitor Application. *Journal of Ceramic Processing Research*, Vol. 7, 2006, pp. 343-354.
- [14] Syahril, Studi Spektroskopi Impedansi Barium Titanat pada Temperatur Tinggi. *Tesis*, Departemen Fisika FMIPA UI, 2012.

