

Karakterisasi Kekristalan dan Konstanta Dielektrik Ba_{0,9}Sr_{0,1}TiO₃ yang Dibuat dengan Metode *Solid State Reaction*

Maharsi, R.¹, Jamaludin, A.², Iriani, Y.¹

1. Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Sebelas Maret

2. Program Studi Pendidikan Fisika, FKIP, Universitas Sebelas Maret

yopen_2005@yahoo.com

Abstrak – Ba_{0,9}Sr_{0,1}TiO₃ (BST) telah dibuat dengan metode *solid state reaction*. Sampel disintering pada suhu 800 °C dan 900 °C selama 4 jam. Uji kekristalan dilakukan dengan instrumen X-Ray Diffractometer (XRD). Nilai konstanta dielektrik diperoleh melalui pengujian dengan RLC meter. Berdasarkan analisa dengan software GSAS, parameter kisi BST dengan suhu sintering 800 °C adalah $a=b=3,981$ nm dan $c=3,999$ nm. Parameter kisi $a=b=3,986$ nm dan $c=3,988$ nm untuk sampel BST dengan suhu sintering 900 °C. Sudut $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ untuk kedua sampel sehingga struktur kristalnya adalah tetragonal. Ukuran kristal sampel dengan suhu sintering 800 °C dan 900 °C adalah 45,31 nm dan 61,62 nm. Pengukuran konstanta dielektrik (K) dilakukan pada rentang frekuensi 0,01 hingga 10 kHz dimana nilainya maksimum pada nilai frekuensi minimum. Nilai K sampel dengan suhu sintering 800 °C dan 900 °C masing-masing sebesar 1920 dan 3650 pada frekuensi minimum.

Kata kunci: BST, *solid state reaction*, XRD, konstanta dielektrik

Abstract – Ba_{0,9}Sr_{0,1}TiO₃ (BST) have been made by the *solid state reaction* method. The samples were sintered at temperature 800 °C and 900 °C for 4 hours. Crystallinity characterization was performed by X-Ray Diffractometer (XRD) instrument. The dielectric constant obtained through RLC meter testing. Analysis by GSAS software exhibits that the lattice parameter of BST sintered at 800 °C are $a=b=3,981$ nm and $c=3,999$ nm. The lattice parameter of BST sintered at 900 °C are $a=b=3,986$ nm and $c=3,988$ nm. The angle of both samples is $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$, so that the crystal structures are tetragonal. The crystal size of sample sintered at temperature 800 °C is 45,31 nm and 61,62 nm for sample sintered at temperature 900 °C. Dielectric constant (K) measurements performed at range of frequency 0,01 to 10 kHz where the values are maximum at a minimum frequency. The K values for samples sintered at 800 °C and 900 °C at minimum frequency are 1920 and 3650 respectively.

Key words: BST, *solid state reaction*, XRD, dielectric constant

I. PENDAHULUAN

Akhir-akhir ini lapisan tipis feroelektrik telah menjadi perhatian para peneliti karena memungkinkan untuk diaplikasikan pada berbagai piranti terintegrasi [1]. Lapisan tipis barium stronsium titanat (BST) telah menjadi perhatian sejumlah peneliti sejak tahun 1990-an [2]. Penelitian tentang BST berawal dari penelitian tentang barium titanat (BT) yang menunjukkan bahwa penambahan ion Sr pada BT akan menurunkan suhu Curie dan mengubah sifat feroelektrik dari BT tersebut [3].

BST dengan rumus Ba_xSr_{1-x}TiO₃ merupakan hasil campuran dari BaTiO₃ dan SrTiO₃ [4]. Sifat BST diketahui bergantung terhadap konsentrasi x . BST dengan nilai $x \leq 0,75$ memiliki sifat paraelektrik dengan struktur kristal kubik. Sedangkan jika nilai $x \geq 0,75$, BST akan memiliki sifat feroelektrik dengan struktur kristal tetragonal. Ketika SrTiO₃ ditambahkan pada barium titanat, ion Sr²⁺ menggantikan ion Ba²⁺. Akibatnya, suhu Curie bergeser ke suhu yang lebih rendah. Suhu Curie barium titanat menurun sebanding dengan jumlah ion Sr yang menggantikan ion Ba [3]. Penggantian Ba²⁺ oleh Sr²⁺ dapat mengubah sifat-sifat listriknya serta dapat

digunakan untuk mengendalikan nilai konstanta dielektrik dengan mengatur komposisi larutan padatan materialnya [2].

Menurut *International Center for Diffraction Data* (ICDD), Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO₃ memiliki sistem kristal kubik dengan konstanta kisi, $a = 3,947$ Å. Penelitian Wee *et al* menunjukkan bahwa Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO₃ memiliki struktur kristal kubik paraelektrik dengan parameter kisi $a = b = c = 3,958$ Å dengan $\alpha = 90^\circ$. Nilai konstanta dielektrik yang dihasilkan sebesar 15 pada rentang frekuensi 2 hingga 3 GHz [5].

Pada tahun 2011, Sodano *et al.* melakukan penelitian tentang film BTO dan BST. Nilai konstanta dielektrik yang dihasilkan bervariasi dari 1000 hingga lebih dari 10000 seiring dengan perubahan komposisi [6].

BST dapat dipreparasi dengan berbagai metode, yaitu metode *sol gel* [3], *precursor coprecipitation*, proses hidrotermal, dan *solid state reaction*. Diantara berbagai metode tersebut, metode *solid state reaction* merupakan metode yang paling mudah dan sederhana. Kekurangan dari metode ini adalah besarnya ukuran partikel yang dihasilkan. Sehingga perlu dilakukan proses

penggerusan untuk memperoleh ukuran partikel yang lebih kecil dan homogen [7].

Pada makalah ini, Ba_{0,9}Sr_{0,1}TiO₃ dibuat dengan metode *solid state reaction*. Sampel BST disintering pada suhu yang berbeda. Dari perbedaan suhu sintering tersebut dianalisa pengaruhnya terhadap karakteristik struktur kristal dan konstanta dielektrik.

III. METODE PENELITIAN

Ba_{0,9}Sr_{0,1}TiO₃ dibuat dengan metode *solid state reaction* dari serbuk BaCO₃, SrCO₃, dan TiO₂ produk Sigma Aldrich. Pencampuran ketiga serbuk dilakukan dengan menggerus campuran agar terbentuk campuran yang homogen dengan ukuran partikel yang lebih kecil. Serbuk BST kemudian dicetak dengan alat pres hidrolik hingga terbentuk pelet (*bulk*) BST. Proses sintering dilakukan pada suhu 800 °C dan 900 °C selama 4 jam.

Sampel BST dikarakterisasi dengan instrumen *x-ray diffractometer* (XRD) Bruker D8 Advance dengan λ_{Cu} sebesar 1,5406 Å. Uji ini dilakukan untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, serta tingkat kekristalan sampel. Pengolahan data dilakukan menggunakan *software* GSAS dengan metode Rietveld.

Konstanta dielektrik diuji dengan RLC meter digital (LCR-800 Series Gwinstek). Data yang diperoleh berupa nilai kapasitansi dan faktor disipasi. Nilai konstanta dielektrik dapat diketahui dengan Persamaan (1), dimana *K* adalah nilai konstanta dielektrik, *C* adalah kapasitansi, *A* merupakan luas permukaan sampel, *d* merupakan tebal sampel, dan ε₀ merupakan nilai konstanta permitivitas dielektrik (8,85x10⁻¹² Farad.m⁻¹).

$$K = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (1)$$

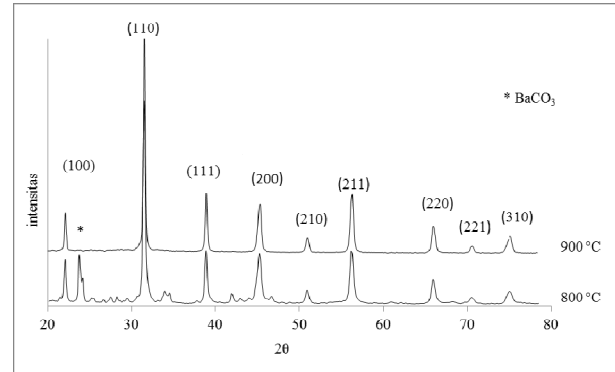
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengujian dengan instrumen XRD berupa pola difraksi yang dapat digunakan untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran kristal. Gambar 2 menunjukkan pola-pola difraksi sampel Ba_{0,9}Sr_{0,1}TiO₃ yang disintering pada suhu 800°C dan 900°C selama 4 jam. Puncak-puncak difraksi setiap sampel sesuai dengan puncak-puncak BST berdasarkan data PDF # 440093. Pada sampel BST yang disintering dengan suhu 800°C muncul puncak pada sudut 23,65°. Berdasarkan identifikasi bahan awal, puncak tersebut ternyata milik barium karbonat. Hal tersebut menunjukkan bahwa BST telah terbentuk sempurna dengan suhu sintering 900°C namun belum optimal pada suhu sintering 800°C.

Parameter kisi BST dengan variasi suhu sintering diperoleh dari proses *refinement* dengan metode Rietveld ditunjukkan pada Tabel 1. Parameter kisi *a* = *b* ≠ *c* dan sudut α = β = γ = 90° menunjukkan bahwa struktur kristal sampel BST tersebut adalah tetragonal. Tingkat ketetragonalan ditunjukkan dengan perbandingan nilai parameter kisi *c* dan *a*. Perbandingan nilai tingkat ketetragonalan kedua sampel BST ditunjukkan pula pada Tabel 1.

Tabel 1. Parameter kisi BST hasil proses *refinement* dengan metode Rietveld.

Parameter kisi (nm)	Suhu sintering (°C)	
	800	900
<i>a</i> = <i>b</i>	3,981	3,986
<i>c</i>	3,999	3,988
<i>c/a</i>	1,0045	1,0004



Gambar 1. Pola difraksi BST dengan suhu sintering 800°C dan 900°C.

Tingkat kekristalan suatu material dapat ditentukan dengan mengikuti Persamaan 2. Sampel BST dengan suhu sintering 800°C memiliki tingkat kekristalan sebesar 91,98%. Sedangkan sampel BST dengan suhu sintering 900°C memiliki tingkat kekristalan sebesar 96,17%. Dari hal tersebut, dapat disimpulkan bahwa semakin besar suhu sintering, maka sampel BST yang dihasilkan akan memiliki tingkat kekristalan yang semakin tinggi pula.

$$K_{ristalinitas} = \frac{I_{puncak maks} - I_{puncak min}}{I_{puncak maks}} \quad (2)$$

Persamaan Scherrer pada persamaan (3) menunjukkan hubungan antara *full half maximum width* (FWHM) dengan ukuran kristal (*D*). Faktor-faktor lain yang mempengaruhi besarnya nilai FWHM adalah adanya faktor instrumen dan juga faktor regangan kisi, sehingga persamaan Scherrer dimodifikasi menjadi Persamaan (4). Nilai β merupakan nilai FWHM, θ merupakan sudut difraksi, *k* merupakan konstanta Scherrer, dan λ merupakan panjang gelombang sinar-X.

$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} \quad (3)$$

$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + \epsilon \sin \theta \quad (4)$$

Grafik pada Gambar 2 menghasilkan persamaan linier *y* = 0,0108 + 0,0025. Nilai regangan kisi berdasarkan persamaan tersebut sebesar 1,08% dan ukuran kristalnya sebesar 61,62 nm. Perbandingan ukuran kristal dan regangan kisi kedua sampel ditunjukkan pada Tabel 2.

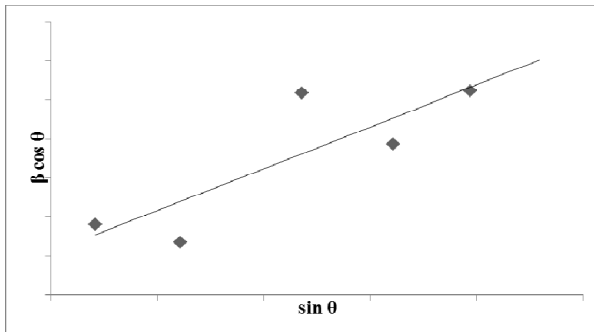
Semakin besar regangan kisi akan menghasilkan ukuran kristal yang semakin kecil. Regangan kisi BST dengan suhu sintering 800°C lebih besar dibandingkan BST dengan suhu sintering 900°C. Ukuran kristal sampel dengan suhu sintering 800°C lebih kecil jika dibandingkan dengan ukuran kristal sampel dengan suhu sintering 900°C. Hal tersebut menunjukkan bahwa perubahan suhu sintering mempengaruhi pertumbuhan kristal. Pertumbuhan kristal semakin tinggi seiring bertambahnya suhu sintering.

Berdasarkan data pengukuran kapasitansi yang diperoleh, nilai konstanta dielektrik semakin kecil dengan seiring bertambahnya nilai frekuensi yang diberikan, pada nilai tegangan yang tetap. Tegangan yang digunakan sebesar 1 V dengan nilai frekuensi divariasi dari nilai 0,01 kHz hingga 10 kHz. Nilai konstanta dielektrik bergantung pada nilai frekuensi yang diberikan, seperti diperlihatkan pada Gambar 3.

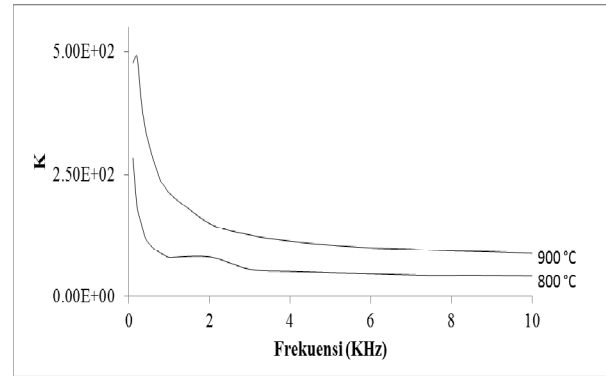
Dari Gambar 3, dapat dilihat bahwa nilai konstanta dielektrik sampel dengan suhu sintering 900°C lebih besar dibandingkan sampel dengan suhu sintering 800°C. Nilai konstanta dielektrik kedua sampel memiliki nilai maksimal pada frekuensi terendah yang diberikan, yaitu 0,01 kHz. Besar masing-masing nilai konstanta dielektrik pada frekuensi tersebut adalah 1.920 dan 3.650 untuk sampel dengan suhu sintering 800°C dan 900°C.

Tabel 2. Ukuran kristal dan regangan kisi BST.

Suhu sintering (°C)	Ukuran kristal (nm)	Regangan kisi (%)
800	45,31	1,17
900	61,62	1,08



Gambar 2. Grafik plot $\beta \cos \theta$ vs $\sin \theta$ Ba_{0,9}Sr_{0,1}TiO₃ dengan suhu sintering 900°C.



Gambar 3. Grafik respon konstanta dielektrik terhadap perubahan frekuensi Ba_{0,9}Sr_{0,1}TiO₃.

V. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian ini, dapat diketahui bahwa suhu sintering berpengaruh terhadap karakteristik BST yang dihasilkan. Semakin tinggi suhu sintering, akan menghasilkan ukuran kristal yang semakin besar dan konstanta dielektrik yang semakin tinggi. Ukuran kristal BST dengan suhu sintering 800°C sebesar 45,31 nm dengan nilai konstanta dielektrik 1920 pada frekuensi 0,01 kHz. Sedangkan ukuran kristal BST dengan suhu sintering 900°C sebesar 61,62 nm dengan nilai konstanta dielektrik 3650.

PUSTAKA

- [1] A. Mansingh, H. B. Sharma, and H. N. K. Sarma, Ferroelectric and Dielectric Properties of Sol-Gel Processed Barium Titanate Ceramics and Thin Films. *Journal of Materials Science*, Vol. 34, pp. 1385-1390, 1999.
- [2] M. M. Vijatovic, J. D. Bobic, and B. D. Stojanovic, History and Challenges of Barium Titanate: Part II. *Science of Sintering*, Vol. 40, pp. 235-244, 2008.
- [3] B. W. Dus, A. L. Czekaj, T. Orkisz, M. Adamczyk, K. Osinska, L. Kozielski, and D. Czekaj, The Sol-Gel Synthesis of Barium Strontium Titanate Ceramics. *Material Science-Poland*, Vol. 25, No.3, 2007.
- [4] C. Sunandar, Penumbuhan Film Ba_xSr_{1-x}TiO₃ dan BaFeSrTiO₃ dan Observasi Sifat Ferroelektriknya. *S.Si. Skripsi*. Departemen Fisika FMIPA IPB, Bogor, 2006.
- [5] F. H. Wee, F. Malek, S. Sreekantan, A. U. Al-Amani, F. Ghani, and K. Y. You, Investigation of the Characteristics of Barium Strontium Titanate (BST) Dielectric Resonator Ceramic Loaded on Array Antennas. *Progress In Electromagnetic Research*, Vol. 121, pp.181-213, 2011.
- [6] H. A. Sodano, J. Romero, Z. Zhi, and Y. Lin, Multifunctional Structural Capacitors Consisting of Barium Titanate and Barium Strontium Titanate Coated Carbon Fibers. *18th International Conference on Composite Materials*, Agustus, Jeju Korea, 2011.
- [7] C. Kao, and W. Yang, Preparation of Barium Strontium Titanate Powder from Citrate Precursor. *Applied Organometallic Chemistry*, Vol. 13, pp. 383-397, 1999.