

Kegiatan II

**Karakterisasi XRD Feroelektrik Material BaTiO₃ Yang Dengan Menggunakan metode
Reaksi Kimia**

Ketua Peneliti:
Dr. Rahmi Dewi, M.Si

Kegiatan III

**Karakterisasi SEM Feroelektrik Material BaTiO₃ Yang Dengan Menggunakan metode
Reaksi Kimia**

Ketua Peneliti:
Drs.Krisman, M.Si

BAB I

PENDAHULUAN

BaTiO₃ dijumpai sejak tahun 1946 yang merupakan salah satu dasar yang penting dalam kumpulan keramik ferroelektrik dan digunakan secara meluas dalam industri elektronika terutamanya menghasilkan komponen-komponen elektronika seperti kapasitor dielektrik dan transduser. Hal ini disebabkan karena ciri-ciri ferroelektriknya yang unik yaitu konstanta dielektriknya pada salah satu suhu peralihannya adalah tinggi. Suhu ini biasanya dikenal dengan sebutan suhu Curie, T_c. Kapasitor-kapasitor yang dihasilkan berukuran kecil tetapi mempunyai kemampuan menyimpan arus yang tinggi sehingga dapat mempertingkatkan mutu rangkaian elektronika.

Tujuan yang akan dicapai dalam penelitian ini adalah pembuatan pelet BaTiO₃ dengan menggunakan teknik reaksi kimia kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM

BAB II

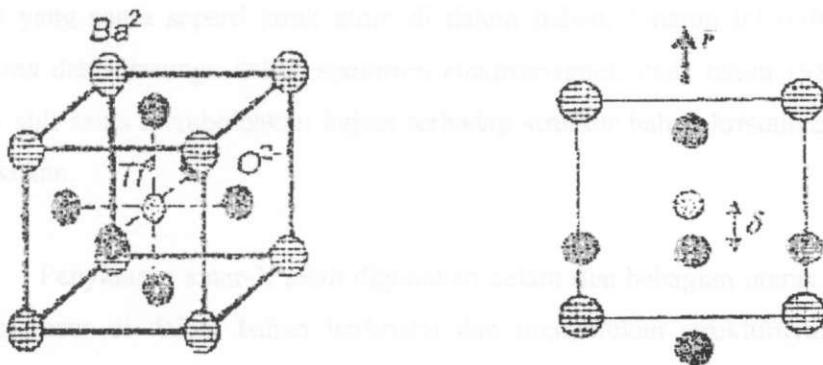
STUDI PUSTAKA

2.1 Barium Titanat (BaTiO₃)

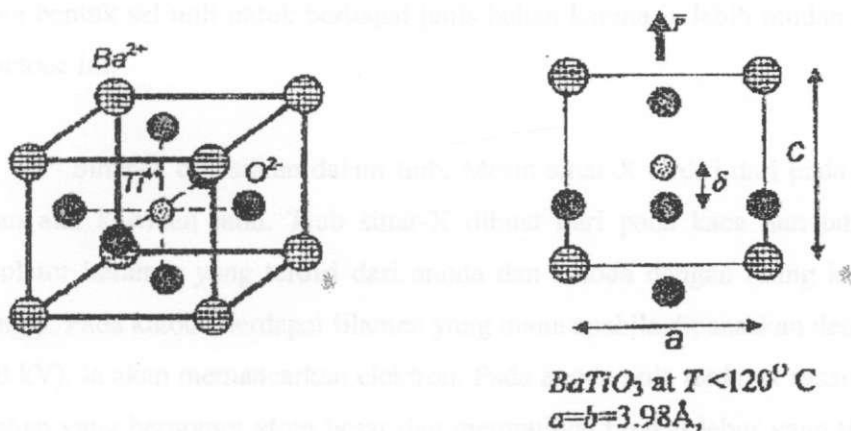
Barium titanat (BaTiO₃) adalah suatu bahan ferroelektrik perovskite yang telah diselidiki sebagai bahan keramik yang mempunyai nilai konstanta dielektrik yang lebih besar dari pada 1000 (Ezhilvalavan dan Tseng 2000). BaTiO₃ ditemui pada tahun 1946 (Kingery et al. 1991). BaTiO₃ merupakan bahan keramik yang mengandung dua jenis atom logam dan mempunyai struktur perovskite ABO₃. Bahan ini digunakan secara meluas dalam industri elektronika terutama dalam menghasilkan komponen-komponen elektronika seperti kapasitor dielektrik dan transduser.

BaTiO₃ dianggap bersifat polimorfisme berdasarkan fasanya yang dapat berubah dengan perubahan suhu. BaTiO₃ mempunyai struktur tetragonal pada suhu kamar, yaitu di antara 5°C hingga 120°C dan mempunyai struktur kubus pada suhu melebihi 120°C seperti dalam Gambar 2.1. Strukturnya mempunyai simetri kubus dengan ion-ion Ba²⁺ terletak pada sudut-sudut sel unit sementara ion Ti⁴⁺ pula terletak pada pusat kubus. Ion-ion O²⁻ terletak pada pusat permukaan kubus dengan koordinasi yang terdiri daripada dua ion Ti⁴⁺ dan empat ion Ba²⁺. Di bawah suhu 120°C, BaTiO₃ menunjukkan struktur tetragonal dan terdapat sedikit

anjakan kedudukan ion-ion Ti^{4+} dan O^{2-} merujuk pada ion Ba^{2+} di sudut kubus seperti dalam Gambar 2.2 (Kingery et al. 1991). Struktur tetragonal dengan ion-ion Ti^{4+} dan O^{2-} teranjak pada arah yang bertentangan, maka pusat ratio ion-ion positif dan negatif tidak lagi bertindih. Sel unit mempunyai simetri tetragonal dan arah anjakan dianggap ke atas atau ke bawah, ke kiri atau ke kanan berdasarkan arah yang dipertimbangkan. Anjakan ini menghasilkan sifat penting BaTiO_3 sebagai bahan dielektrik dan piezoelektrik (Mustaffa 1991).



Gambar 2.1. Struktur kubus BaTiO_3 pada suhu melebihi 120°C (Kingery et al. 1991)



Gambar 2.2. Struktur tetragonal BaTiO_3 pada suhu kurang daripada 120°C (Kingery et al. 1991)

Ciri-ciri BaTiO_3 dalam kegunaannya sebagai bahan dielektrik didapati di sekitar suhu peralihan feroelektrik-paraelektrik. Nilai konstanta dielektrik yang tinggi BaTiO_3 tidak dapat digunakan secara meluas kerana nilainya tinggi hanya dalam range suhu yang sangat kecil di sekitar T_c . Suatu bahan dielektrik yang digunakan dalam pembuatan kapasitor-kapasitor

keramik yang utama ialah untuk mendapatkan konstanta dielektrik yang tinggi pada suhu kamar dan konstanta dielektrik yang stabil dalam range suhu selebar mungkin.

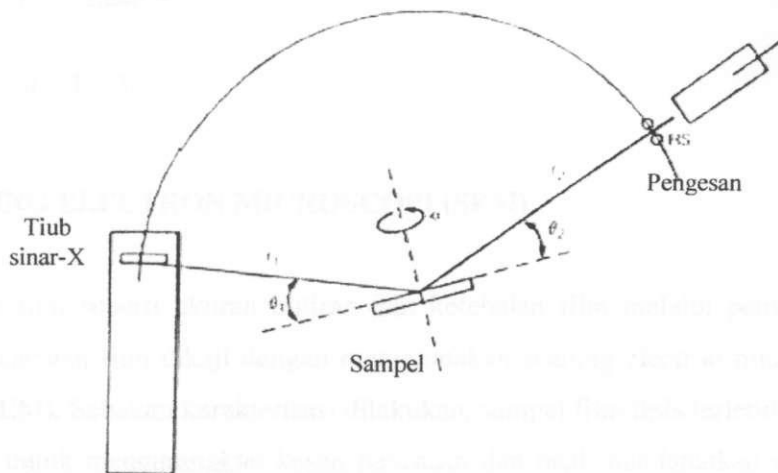
2.2 KARAKTERISASI PELET

2.2.1 PENYINARAN SINAR-X (XRD)

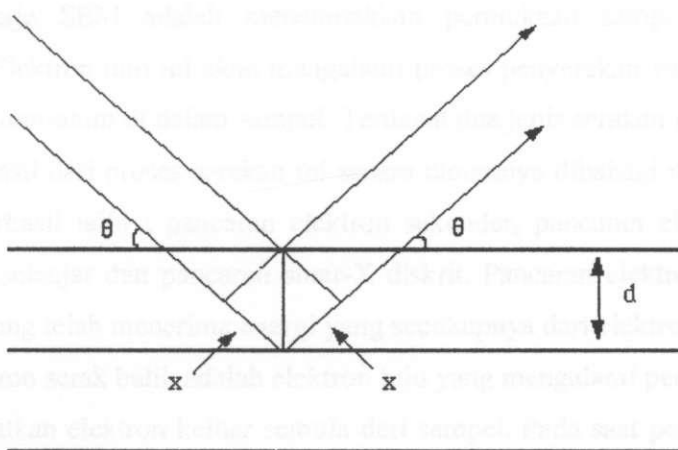
Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang lebih kurang 10^{-10} m yang sama seperti jarak atom di dalam bahan. Sinaran ini terbentuk di antara sinar gamma dan ultraungu dalam spektrum elektromagnet. Pada tahun 1985, penemuan sinar-X oleh ahli sains membolehkan kajian terhadap struktur bahan kristaline pada peringkat atom dilakukan.

Penyinaran sinar-X telah digunakan dalam dua bahagian utama yaitu untuk mengkaji unsur-unsur di dalam bahan berkrystal dan menentukan strukturnya. Setiap bahan padat berkrystal menghasilkan spektrum sinar-X yang unik apabila dikenakan sinar-X dan dijadikan sebagai rujukan (fingerprint) untuk mengetahui bahan. Bahan yang telah diketahui akan digunakan untuk menentukan grafik hablur sinar-X. Selain itu, kita boleh menentukan ukuran dan bentuk sel unit untuk berbagai jenis bahan karena ia lebih mudah dengan menggunakan metode ini.

Sinar-X dihasilkan dalam tiub. Mesin sinar-X terdiri dari pada transformer, rektifier, dan alat kawalan jauh. Tiub sinar-X dibuat dari pada kaca dan tabung logam berbahan isolator keramik yang terdiri dari anoda dan katoda dengan ruang kosong yang bervakum tinggi. Pada katoda, terdapat filamen yang mana apabila dipanaskan dengan energi listrik (15-60 kV), ia akan memancarkan elektron. Pada anoda pula terdapat sasaran yang dibuat dari bahan yang bernomor atom besar dan mempunyai tingkat lebur yang tinggi seperti tungsten. Luas sasaran anoda yang dilalui oleh elektron ini menghasilkan sinar-X. Struktur alat penyinaran seperti dilihat pada Gambar 2.3. Seterusnya, kita boleh menentukan jarak di antara dua daerah dengan menggunakan hukum Bragg yang dapat dilihat seperti pada Gambar 2.4.



Gambar 2.3: Struktur geometri dasar bagi alat penyinaran, difraktometer Bragg Brentano.



Gambar 2.4: Pantulan sinar-X dari dua daerah atom-atom di dalam bahan padat.

Dari Gambar 2.4, perbedaan lintasan dua gelombang dapat ditentukan yaitu

$$2x = 2d \sin \theta \quad (2.1)$$

dengan d = jarak di antara dua satah, θ = sudut belauan, $x = d \sin \theta$

untuk intereferens membina di antara gelombang ini, perbedaan lintasan adalah dalam sebutan panjang gelombang, λ iaitu

$$n\lambda = 2x \quad (2.2)$$

Berdasarkan kepada persamaan Bragg maka

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (2.3)$$

dengan $n = 1, 2, 3, \dots$

2.2.2 SCANING ELECTRON MICROSCOPI (SEM)

Mikrostruktur film seperti ukuran butiran dan ketebalan film melalui pengukuran keratan rentas dan kecacatan film dikaji dengan menggunakan scanning electron microscopy (model LEO 1450VSEM). Sebelum karakterisasi dilakukan, sampel film tipis terlebih dahulu disadur dengan emas untuk mengurangkan kesan pencasan dan bagi mendapatkan suatu imej yang lebih baik. Magnitud pembesaran yang digunakan ialah 1×10^4 hingga $4 \times 10^4 \times$ dan voltan imbasan alur elektron adalah 20 hingga 30 kV.

Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan sampel dengan elektron berenergi tinggi. Elektron tuju ini akan mengalami proses penyerakan yang disebabkan oleh interaksi dengan atom-atom di dalam sampel. Terdapat dua jenis serakan iaitu serakan kenyal dan tak kenyal. Hasil dari proses serakan ini secara umumnya dibahagi menjadi empat jenis pancaran yang terhasil iaitu : pancaran elektron sekunder, pancaran elektron serak balik, pancaran sinar-X selangar dan pancaran sinar-X diskrit. Pancaran elektron sekunder adalah elektron sampel yang telah menerima energi yang secukupnya dari elektron tuju untuk terurai dari sampel. Elektron serak balik adalah elektron tuju yang mengalami perlanggaran di dalam sampel mengakibatkan elektron keluar semula dari sampel. Pada saat pengukuran, lokasi di permukaan sampel tidak boleh terlalu lama dikenai berkas. Elektron yang berenergi tinggi pada berkas dapat mencabut atom-atom di permukaan sampel sehingga permukaan tersebut akan rusak dengan cepat.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Pembuatan pelet dengan metode Reaksi Padatan

Metode penelitian yang dilakukan menggunakan eksperimen murni yang dilakukan di laboratorium material Jurusan Fisika FMIPA Universitas Riau. Sedangkan karakterisasi mikrostruktur dilakukan di laboratorium Fisika FST UKM Malaysia. Pembuatan pelet dari bahan feroelektrik $\text{BaCO}_3 + \text{TiO}_2$ sehingga menjadi BaTiO_3 dilakukan dengan metode reaksi padatan. Metode ini pilih karena metode ini mempunyai keunggulan dibandingkan dengan metode yang lainnya. Hal ini disebabkan karena metode ini lebih murah dan mudah dibandingkan dengan metode lainnya. Setelah masing-masing bahan dibuat pelet kemudian dianneling pada suhu 700°C selama 1 jam. Hal ini dilakukan untuk mendapatkan bentuk kristalline dari bahan tersebut. Selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM untuk melihat mikrostruktur dari bahan tersebut.

Bagan alir dari proses penyediaan pelet seperti Gambar 3.1



Gambar 3.1 Langkah-langkah penyediaan sampel dan karakterisasi

3.2 Karakterisasi pelet BaTiO₃

Karakterisasi pellet BaTiO₃ yang diannealing pada suhu 700°C untuk menentukan struktur fasa dan ukuran butiran pelet.

Bahagian yang seterusnya akan membincangkan instrumentasi yang digunakan untuk tujuan pencirian.

3.2.1 Diffraktometer sinar-X (XRD)

Kandungan dan struktur fasa pelet dikarakterisasi dengan teknik pancaran sinar-X dengan menggunakan diffraktometer D8 Advance dengan sumber sinaran CuK α ($\lambda = 1.540619 \text{ \AA}$). Pengukuran dilakukan pada sudut 2θ dalam range 20° hingga 60° dengan laju imbasan 0.020° per minit. Pencirian ini dilakukan untuk mengenal pasti fasa pelet yang terbentuk apakah kristaline atau amorfus. Difraktogram yang diperolehi adalah plot keamatan sinar X (unit sembarangan) yang terpancar terhadap sudut pembelauan (2θ) dengan θ merupakan sudut Bragg.

Suatu kristaline kubus akan memberikan puncak-puncak penyinaran yang nilai $\sin^2\theta$ nya mematuhi persamaan yang merupakan gabungan persamaan Bragg dan persamaan ruang satah yaitu (Cullity 1967):

$$\frac{\sin^2 \theta}{(h^2 + k^2 + l^2)} = \frac{\lambda^2}{4a^2} \dots\dots\dots(3.1)$$

Pada persamaan (3.1), h , k dan l ialah indeks-indeks Miller, λ = panjang gelombang sinar-X yang digunakan dan a = konstanta kisi sel.

3.2.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Mikrostruktur pelet seperti ukuran butiran dikarakterisasi dengan menggunakan mikroskop scanning elektron (model LEO 1450VSEM). Sebelum karakterisasi dilakukan, sampel pelet terlebih dahulu disadur dengan emas untuk mengurangkan kesan pencasan dan bagi mendapatkan suatu imej yang lebih baik. Magnitud pembesaran yang digunakan ialah 1×10^4 hingga $4 \times 10^4 \times$ dan voltan imbasan alur elektron adalah 20 hingga 30 kV.

Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan sampel dengan elektron bertenaga tinggi. Elektron tuju ini akan mengalami proses penyerakan yang disebabkan oleh interaksi dengan atom-atom di dalam sampel. Terdapat dua jenis serakan iaitu serakan kenyal dan tak kenyal. Hasil dari proses serakan ini secara umumnya dibahagi menjadi empat jenis pancaran yang terhasil iaitu : pancaran elektron sekunder, pancaran elektron serak balik, pancaran sinar-X selangar dan pancaran sinar-X diskrit. Pancaran elektron sekunder adalah elektron sampel yang telah menerima tenaga yang secukupnya dari elektron tuju untuk terurai dari sampel. Elektron serak balik adalah elektron tuju yang mengalami perlanggaran di dalam sampel mengakibatkan ianya keluar semula dari sampel. Pada saat pengukuran, lokasi di permukaan sampel tidak boleh terlalu lama dikenai berkas. Elektron yang bertenaga tinggi pada berkas dapat mencabut atom-atom di permukaan sampel sehingga permukaan tersebut akan rusak dengan cepat

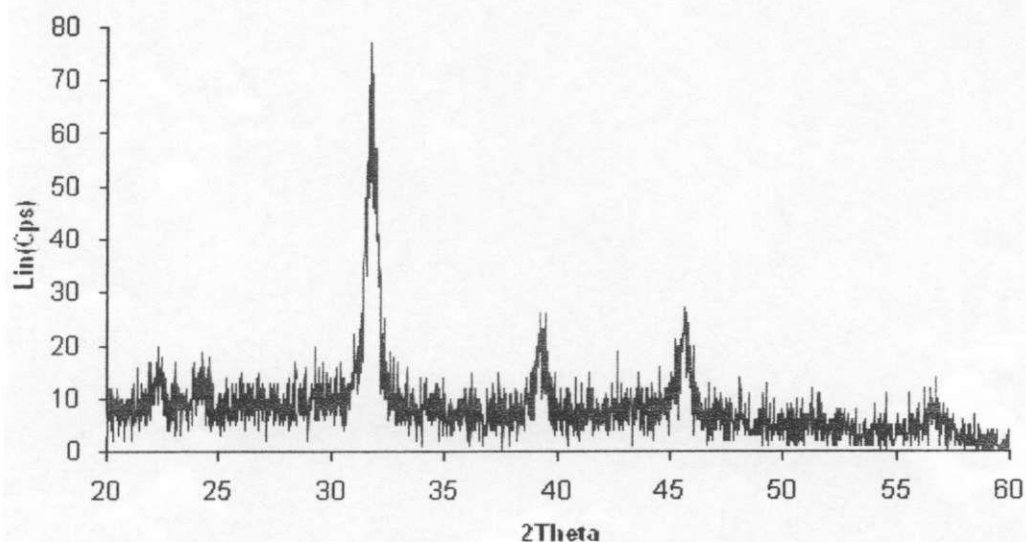
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Pelet BaTiO_3 Pada Suhu Anneling 700°C

4.1.1 Karakterisasi XRD

Gambar 4.1 menunjukkan spektrum XRD pelet yang dianneling pada suhu 700°C . Didapati bahwa pelet yang dianneling pada suhu 700°C mempunyai struktur kristaline. Puncak fasa BaTiO_3 terlihat sangat meningkat pada suhu 700°C . Ini menjelaskan bahawa kristaline BaTiO_3 meningkat pada suhu 700°C .



Gambar 4.1 Spektrum XRD pelet yang dianneling pada suhu 700°C

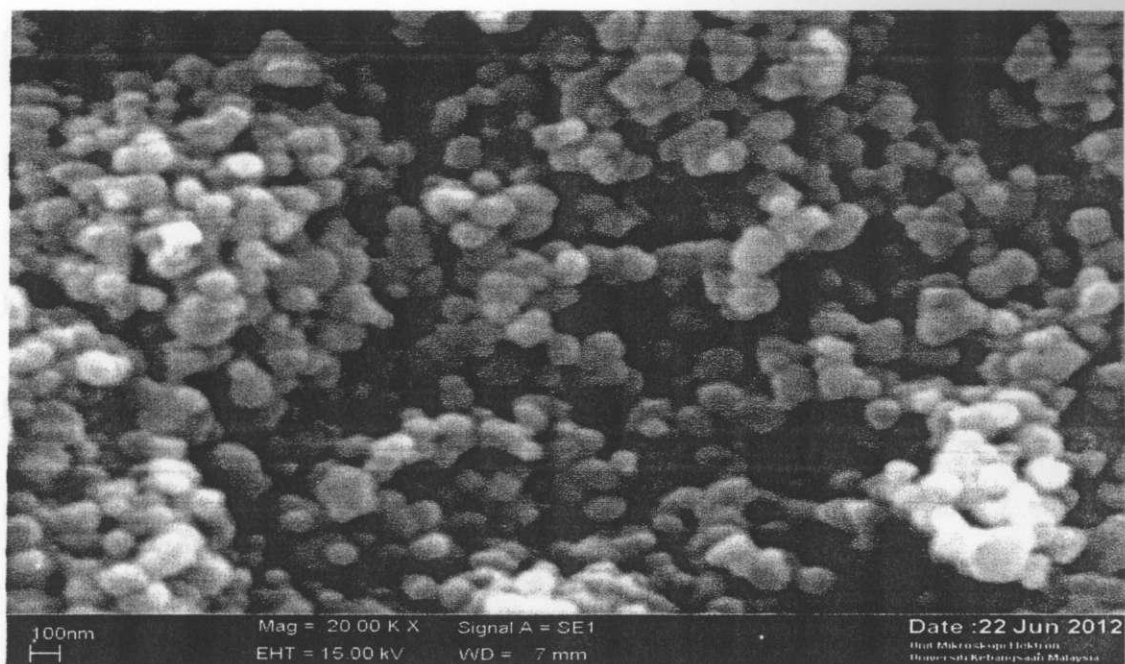
4.1.2 Karakterisasi SEM

Dari imej SEM, dapat diketahui mikrostruktur pelet seperti ukuran butiran. Gambar 4.2 menunjukkan pelet yang dianeling pada suhu 700°C menunjukkan struktur pelet dengan ukuran butiran antara 140 nm hingga 200 nm. Ukuran butiran yang semakin besar ini akibat dari kandungan Sr yang dianeling pada suhu yang tinggi 700°C. Menurut Kingery et al. (1991) dengan meningkatnya suhu aneling dapat meningkatkan kelincahan atom. Kelincahan atom adalah kemampuan atom bergerak dari satu keadaan kepada keadaan tertentu dalam bahan kristaline atau bukan kristaline. Serta mendorong berlakunya kelincahan permukaan atom yang menyebabkan butiran-butiran kecil bergabung membentuk butiran-butiran yang lebih besar.

DAFTAR PUSTAKA

Adikang, S.H. dan Chan, H.J.W, 2002. Ferroelectric and dielectric properties of $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.5}\text{Ti}_{0.5})\text{O}_3$ thin films. *JThin Solid Films* 424: 70-74.

Arifin, M.H. (1990). *Salah Satu Aspek 1. Dewan Bahasa dan Pustaka, Kuala Lumpur, Malaysia*.



Gambar 4.2 Mikrograf SEM untuk sampel pelet yang diannealing pada suhu 700°C

BAB V

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil pembahasan dapat disimpulkan bahwa sampel pelet BaTiO_3 telah berhasil dibuat dengan metode reaksi padatan yang diannealing pada suhu 700°C. Hasil karakterisasi XRD dan SEM memperlihatkan bahwa sampel pelet berstruktur kristalin dengan ukuran butiran antara 140 nm hingga 200 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Adikary, S.U. dan Chan, H.L.W. 2003. Ferroelectric and dielectric properties of sol-gel derived $\text{Ba}_x\text{Sr}_{1-x}\text{TiO}_3$ thin films. *J. Thin solid Films* 424: 70-74.
- Abdulah, M.H. 1991. Sains Bahan Jilid 1, Dewan Bahasa dan Pustaka, Kuala Lumpur, Malaysia.

Alexandru, H.V., Berbecaru, C., Ioachim, A., Toacsen, M.I., Banciu, M.G., Nedelcu, L. dan Ghetu, D. 2004. Oxides ferroelectric (Ba,Sr)TiO₃ for microwave devices. *Materials Science and Engineering B* 109:152-159

Ezhilvalavan, S dan Tseng, T.Y. 2000. Progress in the developments of (Ba,Sr)TiO₃ (BST) thin films for gigabit era DRAMs *J. Mater. Chem. and Phys* 65: 227-248.

Kingery, W.D., Bowen, H.K dan Uhlman, D.R. 1991. *Introduction to ceramics*, Ed.Ke-2. New York: John Wiley & Son,Inc.

Muller, K.A dan Berlinger, W. 1968. Characteristic structural phase transition in perovskite-type compounds. John Wiley and Son.

Newnham, R. E. 1983. Structure-property relations in ceramic capacitor. *J. Material Education* 5(4-6): 944-984.