KARAKTERISASI DIFRAKSI SINAR X PADA PEMBUATAN FILM TIPIS BARIUM ZIRKONIUM TITANATE $BaZr_xTi_{(1-x)}O_3$ DENGAN MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

REPOSITORY

OLEH

MILA AMELIA
NIM 1703110114

PROGRAM STUDI S-1 FISIKA
JURUSAN FISIKA
FALKUTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS RIAU
2021

Repository University of Riau https://repository.unri.ac.id
Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
© Hak cipta milik Universitas Riau

KARAKTERISASI DIFRAKSI SINAR X PADA PEMBUATAN FILM TIPIS BARIUM ZIRKONIUM TITANATE $BaZr_xTi_{(1-x)}O_3$ DENGAN MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

Mila Amelia, Rahmi Dewi*

Program S1 Fisika FMIPA-Universitas Riau

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Riau, Pekanbaru, Riau, 28293, Indonesia.

drahmi2002@yahoo.com

ABSTRACT

Barium Titanate (BaTiO3) is a ferroelectric material that has a high dielectric constant value, which can be made in the form of a thin layer. A thin layer of Barium Titanate (BaTiO3) doped with Zr to form Ba (ZrxTi1-x) O3 was successfully prepared using sol gel method with the composition of x = 0.2 and x = 0.4. A thin layer was created on the glass substrate using a spin coating for 30 seconds at a speed of 3000rpm. BZT was annealed with temperature variations of 600ºC and 650ºC and characterized using X-Ray Diffractometer (XRD) to determine lattice parameters, crystalline structure, and crystalline size using the Scherrer formula. Based on the analysis, the thin layer has a tetragonal crystalline structure with the lattice parameters value for the composition x = 0.2 is a = b = 4.02 Å and c = 4.06 Å, the composition x = 0.4 is a = b = 4, 06 Å and c = 4.10Å. The crystal size for x = 0.2;0.4 with a temperature of 600ºC and 650ºC are 33,84 nm, 45,05 nm, 50,66 nm, dan 67,54 nm respectively.

Keywords: Barium Zirconium Titanate, Sol Gel Method, Annealing, XRD Characterization.

ABSTRAK

Barium Titanate ($BaTiO_3$) merupakan material ferroelektrik yang memiliki nilai konstanta dielektrik tinggi, yang dapat dibuat dalam bentuk lapisan tipis. Lapisan tipis Barium Titanat ($BaTiO_3$) yang didoping dengan Zr sehingga membentuk $Ba(Zr_xTi_{1-x})O_3$ berhasil dibuat dengan metode sol gel dengan variasi komposisi x=0,2;0,4. Lapisan tipis telah dibuat diatas substrat kaca menggunakan spin coating selama 30 detik dengan kecepatan 3000rpm. BZT di annealing dengan variasi suhu 600ºC dan 650ºC dan dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk mengetahui parameter kisi, struktur kristal, dan ukuran kristal menggunakan formula Scherer. Berdasarkan hasil analisa lapisan tipis memiliki struktur kristal tetragonal dengan nilai parameter kisi untuk komposisi x=0,2 adalah a=b = 4,02 Å dan c =4,06 Å, komposisi x=0,4 adalah a=b =4,06 Å dan c =4,10Å. Ukuran kristal betambah besar seiring penambahan suhu namun semakin kecil seiring penambahan komposisi. Ukuran kristal berturut-turut untuk x=0,2;0,4 dengan suhu 600ºC dan 650 ºC adalah 33,84 nm, 45,05 nm, 50,66 nm dan 67,54 nm.

Kata kunci : Barium Zirkonium Titanate, Metode Sol Gel, Annealing, Karakterisasi XRD.

Repository University of Riau
Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
http://repository.unri.ac.id
Hak Cipta Milik Universitas Riau

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

1. PENDAHULUAN

Beberapa tahun belakangan ini perkembangan penelitian terhadap material ferroelektrik banyak menarik perhatian para ahli fisika karena material ferroelektrik sangat menjanjikan terhadap perkembangan generasi baru sehubungan dengan sifat-sifat unik yang dimilikinya. Berkembangnya ilmu pengetahuan dan teknologi dapat menciptakan suatu material mutakhir yang merupakan salah satu bukti perkembangan dalam bidang ilmu material [1]

Sifat sifat unik yang dimiliki material ferroelektrik yaitu sifat dielektrik, sifat piezoelektrik, sifat piroelektrik. Penemuan material ferroelektrik sebagai elemen aktif sudah mulai dikembangkan dalam berbagai ukuran, tergantung pada kebutuhan serta katakteristik yang dibutuhkan[2]

Film tipis atau *Thin Film* merupakan matrial yang memberikan harapan baru dalam perkembangan *device* sensor infra merah dan sel surya agar memenuhi persyaratan, diantaranya biaya rendah dan stabilitas material yang baik [3]

Beberapa material ferroelektrik yang sering digunakan adalah: *Barium Titanate* ($BaTiO_3$), *Strontium Titanate* ($SrTiO_3$), *Barium Zirconium Titanate* (BZT), *Barium Strontium Titanate* (BST), dan *Lead Zirconium Titanate* (PZT)[4]. Akhir-akhir ini *Barium Zirconium Titanate* telah dipilih sebagai alterntif untuk *Barium Strontium Titanate* (BST) dalam fabrikasi kapasitor karena Zr^{4+} secara kimiawi lebih stabil dari pada Ti^{4+} dan memiliki ukuran ion yang lebih besar untuk memperluas kisi perovskite[5]. Larutan *Barium Zirconium Titanate* (BZT) memiliki konstanta dielektrik yang tinggi yang dapat meningkatkan kapasitansi muatan lebih tinggi sehingga film tipis *Barium Zirconium Titanate* (BZT) sangat sesuai dikembangkan sebagai bahan pembuatan kapasitor. *Barium Zirconium Titanate* (BZT) diaplikasikan pada *Ferroelectric Random Access Memory* (FRAM) dan *Dynamic Random Access Memory* (DRAM) yang memiliki kapsitas penyimpanan muatan hingga 1 Gb[6].

Penumbuhan lapisan tipis *Barium Zirconium Titanate* ($BaZr_xTi_{(1-x)}O_3$) menggunakan beberapa metode yaitu *spin coating*, *Metal Organic Solution Decomposition* (MOSD), *Chemical Solution Deposition* (CSD), *Sputtering* [7]

Pembuatan larutan BZT menggunakan metode sol gel dengan perbandingan Zr dan Ti yaitu 20% : 80% untuk x= 0,2 dapat ditulis $BaZr_{0,2}Ti_{0,8}O_3$ dan 40% : 60% untuk x= 0,4 dapat ditulis $BaZr_{0,4}Ti_{0,6}O_3$. Kemudian dilakukan proses *spin coating* dan *annealing* dengan variasi suhu 600°C dan 650°C. Lapisan tipis BZT di karaktrisasi menggunakan XRD (*X-Rays Diffraction*) untuk melihat struktur kristal, bentuk identifikasi campuran, dan menganalisa kimia secara kualitatif dan kuantitatif distribusi elektron dalam kristal sehingga mengetahui efek temperatur sinar X terhadap material yang diuji.

2. METODE PENELITIAN

Bahan dasar pembuatan film tipis $BaZr_xTi_{(1-x)}O_3$ yaitu : Zirconium Karbonat (ZrO_2,) Barium Karbonat ($BaCO_3$), dan Titanium Dioksida (TiO_2). Timbang semua bahan menggunakan timbangan digital. Larutkan (ZrO_2) dengan *acetic acid* dan aqua DM, (TiO_2) dengan *etilen glikol* dan *etanol* lalu masing-masing diaduk diatas *hot plate* menggunakan *magnetic stirre*. Kemudian larutan (ZrO_2,) dan (TiO_2) dicampurkan dengan ($BaCO_3$) diaduk diatas *hot plate* menggunakan *magnetic stirre* sampai jernih, lalu tambahkan 3 tetes *acetyl acetone* aduk hingga larutan berwarna kekuningan (± 1 jam).

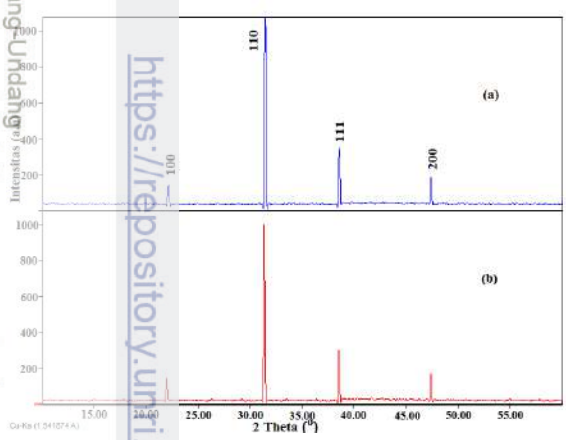
Larutan BZT yang telah tercampur secara homogen, diteteskan diatas substrat kaca sebanyak 3 tetes lalu di *spin coating* dengan kecepatan 3600rpm. Setelah di *spin*

coating sampel di annealing dengan suhu 600ºC dan 650ºC. Sampel dikarakterisasi menggunakan XRD (X-Rays Diffraction).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah berhasil dibuat lapisan tipis $BaZr_xTi_{1-x}O_3$ dengan komposisi x=0,2;0,4 dengan variasi suhu annealing 600ºC dan 650ºC yang dikarakterisasi menggunakan XRD yang bertujuan untuk mengetahui struktur kristal, ukuran kristal, serta parameter kisi.

a. Variasi Annealing



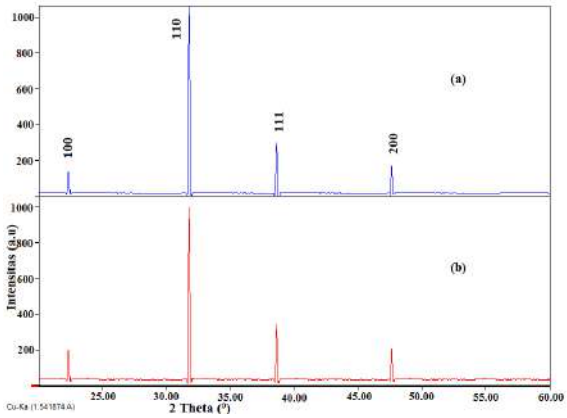
Gambar 3.1 Grafik Karakterisasi XRD antara intensitas dan sudut 2θ $BaZr_{0,2}Ti_{0,8}O_3$ (a). Suhu 600^0C (b). Suhu 650^0C

Gambar 3.1 merupakan hasil data XRD yang diolah menggunakan softwere Match! Pada program ini juga menampilkan data yang dapat dilihat pada tabel 3.1

Tabel 3.1 Hubungan antara intensitas dan sudut difraksi $BaZr_{0,2}Ti_{0,8}O_3$

No	2θ	Bidang hkl	Intensitas	
			600^0C	650^0C
1	22,14	1 0 0	100	139
2	31,50	1 1 0	690	760
3	38,70	1 1 1	237	269
4	47,42	2 0 0	130	159

Berdasarkan data tesebut didapatkan nilai 2θ yang sama pada suhu 600^0C dan 650^0C yaitu 22,14 pada bidang (100), 31,50 pada bidang (110), 38,70 pada bidang (111) dan 47,42 pada bidang (200). Pada sudut difraksi 31,50 kedua suhu mendapatkan intensitas yang paling tinggi. Intensitas yang tinggi menunjukan bahwa kristal tersebut memiliki keteraturan kristal yang baik atau semakin banyak atom-atom yang tersusun rapi.



Gambar 3.2 Grafik Karakterisasi XRD antara intensitas dan sudut 2θ $BaZr_{0,4}Ti_{0,6}O_3$ (a). Suhu 600^0C (b) Suhu 650^0C

Tabel 3.2 Hubungan antara intensitas dan sudut difraksi $BaZr_{0,4}Ti_{0,6}O_3$

No	2θ	Bidang hkl	Intensitas	
			600^0C	650^0C
1	22,34	1 0 0	115	160
2	31,80	1 1 0	695	762
3	38,95	1 1 1	243	277
4	47,66	2 0 0	142	165

Munculnya puncak-puncak pola difraksi dikarenakan atom-atom suatu bahan tertentu terdifraksi pada suhu tertentu. Setiap puncak yang mucul pada hasil uji XRD mewakili satu bidang. Munculnya puncak puncak tersebut menandakan bahwa lapisan tipis BZT memiliki struktur kristal. Suhu annealing yang digunakan berpengaruh terhadap ukuran butir kristal serta kekerasan morfologi yang terbentuk.

Repository Universitas Riau
https://repository.unri.ac.id
Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
© Hak cipta milik Universitas Riau
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.

b. Parameter Kisi Kristal

Nilai parameter kisi diperoleh dengan menggunakan perhitungan formula *Scherer*.

Tabel 3.3 Hasil perhitungan data karakterisasi XRD

Lapisan Tipis	Parameter Kisi (Å)	
	a = b	C
$BaZr_{0,2}Ti_{0,8}O_3$	4,02 Å	4,06 Å
$BaZr_{0,4}Ti_{0,6}O_3$	3,982 Å	4,04 Å

Tabel 3.3 merupakan hasil dari perhitungan parameter kisi yang di kalkulasi. Dari perhitungan tersebut diketahui bahwa nilai parameter kisi a=b≠c sehingga struktur kristal dari lapisan tipis yaitu Tetragonal. Pada lapisan tipis $BaZr_{0,2}Ti_{0,8}O_3$ nilai a=b yaitu 4,02 Å dan c=4,06 Å dimana nilai c lebih besar dari nilai a=b. Sedangkan pada lapisan tipis $BaZr_{0,4}Ti_{0,6}O_3$ a=b memiliki nilai 3,982 Å sedangkan c adalah 4,04 Å.

Nilai parameter kisi c akan semakin besar terhadap nilai parameter kisi a dan b disebabkan karena Zr memiliki jari-jari yang lebih besar dibanding ion Ti yang menyebab kan nilai parameter semakin besar. Sementara itu nilai parameter kisi semakin kecil seiring dengan bertambahnya komposisi yang digunakan

c. Nilai jarak antar bidang (d_{hkl})

Hasil dari perhitungan data menggunakan program softwere Match! ditunjukan pada tabel 3.4 dan 3.5

Tabel 3.4 Nilai jarak antar bidang (d_{hkl}) $BaZr_{0,2}Ti_{0,8}O_3$

No	2θ (^{0})	Bidang hkl	d_{hkl}	Intensitas	
				600^0C	650^0C
1	22,14	1 0 0	4,01	100	160
2	31,50	1 1 0	2,84	690	762
3	38,70	1 1 1	2,32	237	277
4	47,42	2 0 0	2,09	130	165

Tabel 3.5 Nilai jarak antar bidang (d_{hkl}) $BaZr_{0,4}Ti_{0,6}O_3$

No	2θ (^{0})	Bidang hkl	d_{hkl} (Å)	Intensitas	
				600^0C	650^0C
1	22,34	1 0 0	3,984	115	139
2	31,80	1 1 0	2,81	695	760
3	38,98	1 1 1	2,31	243	269
4	47,66	2 0 0	1,99	142	159

Penambahan suhu annealing pada lapisan tipis tidak mempengaruhi nilai antar bidang yang dihasilkan, dikarenakan 2θ yang dihasilkan memiliki nilai yang sama. Nilai jarak antar bidang berbanding terbalik dengan penambahan komposisi. Semakin besar komposisi maka nilai jarak antar bidang akan semakin kecil.

d. Ukuran Kisi Kristal

Tabel 3.6 Ukuran kristal suhu *annealing* $BaZr_{0,2}Ti_{0,8}O_3$

No	2θ (^{0})	Bidang hkl	Ukuran Kristal	
			600^0C	650^0C
1	22,34	1 0 0	33,84 nm	45,05 nm
2	31,80	1 1 0	37,60 nm	51,69 nm
3	38,98	1 1 1	35,21 nm	46,88 nm
4	47,66	2 0 0	36,29 nm	48,32 nm

Tabel 3.7 Ukuran kristal suhu *annealing* $BaZr_{0,4}Ti_{0,6}O_3$

No	2θ (^{0})	Bidang hkl	Ukuran Kristal	
			600^0C	650^0C
1	22,14	1 0 0	50,66 nm	67,54 nm
2	31,50	1 1 0	59,03 nm	91,83 nm
3	38,70	1 1 1	52,69 nm	70,25 nm
4	47,42	2 0 0	54,29 nm	72,39 nm

Ukuran kristal semakin besar dengan bertambahnya suhu annealing dan bertambahnya komposisi Zr yang digunakan. Ukuran partikel dapat ditentukan berdasarkan hasil data XRD dengan mengetahui nilai lebar setengah puncak (FWHM) kemudian dihitung menggunakan formula scherer. Berdasarkan hasil perhitungan dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi suhu annealing yang digunakan maka semakin besar ukuran butir kristal yang dihasilkan. Begitu pula dengan penambahan komposisi. Hal tersebut

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan sumber:
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan Universitas Riau.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Universitas Riau.
Repository Universitas Riau
http://repository.unri.ac.id
Hak cipta milik Universitas Riau

disebabkan oleh nilai lebar setengah puncak (FWHM) semakin kecil seiring dengan penambahan suhu annealing dan penambahan komposisi.

4. KESIMPULAN

Adapun kesimpulan pada penelitian ini adalah :

1. Struktur kristal lapisan tipis $BaZr_xTi_{1-x}O_3$ yaitu tetragonal (a=b≠c) dengan nilai parameter kisi untuk komposisi x=0,2 adalah a=b = 4,02 Å dan c =4,06 Å, komposisi x=0,4 adalah a=b =4,06 Å dan c =4,10Å.
2. Ukuran kristal betambah besar seiring penambahan suhu dan penambahan komposisi. Ukuran kristal berturut-turut untuk x=0,2;0,4 dengan suhu 600ºC dan 650 ºC adalah 33,84 nm, 45,05nm, 50,66 nm dan 67,54 nm.

5. REFERENSI

[1] Irzaman., A Maddu., H Syafutra., A Ismangil. 2010. *Uji Konduktivitas Listrik dan Dielektrik Film Tipis Lithium Tantalate (LiTaO3) yang Didadah Niobium Pentaoksida (Nb2O5) Menggunakan Metode Chemical Solution Depotision*. Prosiding Seminar Nasional Fisika. 175-183

[2] Nisa, Filzah Khairina.,Anif Jamaluddin dan Yofetina Iriani.2016. *Pengaruh Dopping Zirkonium (Zr) pada Konstanta Dielektrik dan Struktur Kristal* $BaZr_xTi_{1-x}O_3$. Jurnal Fisika dan Aplikasinya. Volume 12 nomor 1

[3] Muhammad, Rully Fakhry. 2016. *Studi Pengaruh Suhu Substrat terhadap Sifat Listrik dan Sifat Optik Bahan Semikonduktor Lapisan Tipis Tin Sulfide (SnS) Hasil Preparasi dengan Teknik Vakum Evaporasi*. Skripsi. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.

[4] Syafutra.H. 2008. *Penguatan fotokonduktivitas Berbasis BerBahan Ferroelektrik Ba0,6Sr0,4TiO3yang Didadah Tantalum Pentoksida (BSTT) diatas Substrat Si (100) Type-p dan Substrat TCO Type-705*. Skripsi. Bogor: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.

[5] Merry Yuliana. 2012. *Pembuatan Lapisan Tipis Barium Zirkonium Titanat (BZT) Menggunakan Metode Sol-Gel Dengan Variasi Holding Time Pada Proses Annealing*. Skripsi S-1 Jurusan Fisika USM. Surakarta.

[6] Nisa, Filzah Khairina.,Anif Jamaluddin dan Yofetina Iriani.2016. *Pengaruh Dopping Zirkonium (Zr) pada Konstanta Dielektrik dan Struktur Kristal* $BaZr_xTi_{1-x}O_3$. Jurnal Fisika dan Aplikasinya. Volume 12 nomor 1.

[7] Mahmudah, H.D., Iriani, Y., dan Ramelan, A.H.2016. *Pengaruh Doping Zr pada Barium Titanat (BT) Terhadap Struktur Mikro Lapisan Tipis. Prosiding Pertemuan Ilmiah.* ISSN : 0853-0823.

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