

Pembuatan $Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO_3$ menggunakan Metode *Co-precipitation* dengan Variasi Suhu *Sintering*

Isma Alvia Nita, Yofentina Iriani*, dan Fahru Nurosyid

Program Studi Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Sebelas Maret, Surakarta

Jl. Ir. Sutami 36A Ketingan, Surakarta57126

*Email: yopen_2005@yahoo.com

ABSTRACT

$Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO_3$ was made by co-precipitation method with the sintering temperature of 600°C, 700°C, 800°C and 900°C for 4 hours. The sintering temperature was varied to investigate its effect on microstructure and dielectric constant of $Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO_3$. The microstructure characterization was performed by X-Ray Diffraction (XRD) instrument. The dielectric constant characterization was performed by LCR meter. The crystal size increased significantly with increasing sintering temperature. Measurements of dielectric constant were performed at range of frequency 0.01 to 100 kHz. Dielectric constant value is highest at the lowest frequency. Dielectric constant values increase significantly with increasing sintering temperature.

Keywords: $BaSrTiO_3$, dielectric constant, co-precipitation method

ABSTRAK

$Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO_3$ telah disintesis menggunakan metode *co-precipitation* dengan suhu *sintering* 600°C, 700°C, 800°C dan 900°C selama 4 jam. Suhu *sintering* divariasikan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap struktur mikro, morfologi dan sifat listrik $Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO_3$. Karakterisasi struktur mikro dilakukan menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD). Karakterisasi konstanta dielektrik menggunakan instrumen *Inductance-Capacitance-Resistance meters* (LCR) meter. Variasi suhu *sintering* berpengaruh terhadap ukuran kristal $Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO_3$. Ukuran kristal semakin besar seiring dengan bertambahnya suhu *sintering*. Pengukuran konstanta dielektrik dilakukan pada rentang frekuensi 0,01 sampai 100 kHz. Nilai konstanta dielektrik tertinggi berada pada frekuensi terendah. Nilai konstanta dielektrik semakin tinggi seiring dengan bertambahnya suhu *sintering*.

Kata kunci: $BaSrTiO_3$, konstanta dielektrik, metode *co-precipitation*

PENDAHULUAN

Feroelektrik merupakan gejala terjadinya perubahan polarisasi listrik spontan pada material tanpa material tersebut menerima medan listrik dari luar. Material feroelektrik merupakan kelompok material dielektrik yang mempunyai kemampuan untuk mengubah sifat polarisasinya di dalam medan listrik yang sesuai [1]. Salah satu material feroelektrik adalah Barium strontium titanat (BST). Penelitian BST berawal dari penelitian barium titanat (BT) yang menunjukkan bahwa penambahan jumlah ion Sr^{2+} yang menggantikan ion Ba^{2+} membuat suhu

curie menurun^[2]. Penggantian ion Ba oleh Sr dapat mengubah sifat-sifat listriknya serta dapat pula digunakan untuk mengendalikan nilai konstanta dielektrik^[3].

Sifat BST dengan rumus $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ tergantung konsentrasi jumlah mol (x). BST dengan nilai $x \leq 0,75$ memiliki sifat paraelektrik dengan struktur kristalkubik. Sedangkan jika nilai $x \geq 0,75$, BST akan memiliki sifat feroelektrik dengan struktur kristal tetragonal^[2].

Menurut Suasmoro *et al.* (2000), $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ yang dibuat pada suhu 700°C selama 2 jam menggunakan metode *coprecipitation* memiliki nilai $a=b=3,98262 \text{ \AA}$ dan $c=3,99721 \text{ \AA}$ ^[3]. Menurut Kholam *et al.* (2005), $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ yang dibuat dengan metode *coprecipitation* pada suhu 1300°C memiliki konstanta dielektrik sebesar 9500^[4].

Sampai saat ini, ada beberapa metode yang digunakan untuk mensintesis $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$. Salah satu metode tersebut yaitu metode *solid state reaction*. Metode ini memiliki kelemahan seperti suhu sintering yang sangat tinggi, masih terkontaminasi dari proses *grinding*, serta ukuran partikelnya masih besar. Metode lainnya adalah metode *co-precipitation*. Kelebihan dari metode ini adalah tidak memerlukan suhu tinggi serta pembuatan material $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ dapat dilakukan dalam suhu ruang^[5].

Pada makalah ini, $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ dibuat menggunakan metode *coprecipitation* dengan variasi suhu sintering yaitu sebesar 600°C, 700°C, 800°C, dan 900°C dengan jumlah mol (x) sebesar 0,2. Variasi suhu ini untuk melihat bagaimana pengaruhnya terhadap karakteristik kekristalan dan konstanta dielektrik.

METODE EKSPERIMEN

Barium strontium titanat dibuat menggunakan metode *co-precipitation*. Bahan utama pembuatan $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ adalah $Ba(OH)_2$, $Sr(NO_3)_2$, $Ti(C_4H_9O)_4$, dan $C_2H_2O_4$ (asam oksalat). Asam oksalat dilarutkan ke dalam isopropanol (IPA). Larutan tersebut diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. $Ti(C_4H_9O)_4$ dilarutkan ke dalam IPA dan diaduk secara manual. Larutan tersebut ditambahkan ke dalam larutan asam oksalat yang masih dalam pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. $Ba(OH)_2$ dan $Sr(NO_3)_2$ ditambahkan secara bersamaan ke dalam larutan. Air destilasi ditambahkan ke dalam setetes demi setetes. Setelah penambahan air destilasi, sampel diendapkan selama semalam dalam suhu ruang. Langkah berikutnya adalah pencucian dan pengeringan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 5 jam. Sampel dicetak menjadi *bulk* menggunakan instrumen *press* hidrolik sebelum proses *sintering*. *Sintering* dilakukan pada suhu 600°C, 700°C, 800°C and 900°C.

Karakterisasi struktur mikro dari sampel dilakukan menggunakan instrumen XRD dengan $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ dan *step scan* 0,25° dan *step size* 1,25 dt. Pengujian ini

dilakukan untuk mengetahui ukuran kristal, parameter kisi, serta derajat kekristalan. Nilai ukuran kristal dapat diperoleh menggunakan Persamaan 1^[6].

$$D = K\lambda B \cos \theta_B \quad (1)$$

Dimana, D = ukuran kristal (nm), K = konstanta scherrer (paraelektrik=0,9, feroelektrik=1), λ = panjang gelombang x-ray (nm), B = FWHM (radian), θ_B = sudut difraksi Bragg ($^\circ$).

Nilai derajat kekristalan diperoleh menggunakan Persamaan 2.

$$\text{Derajat kekristalan} = \frac{I_{\text{puncak maks}} - I_{\text{puncak min}}}{I_{\text{puncak maks}}} \quad (2)$$

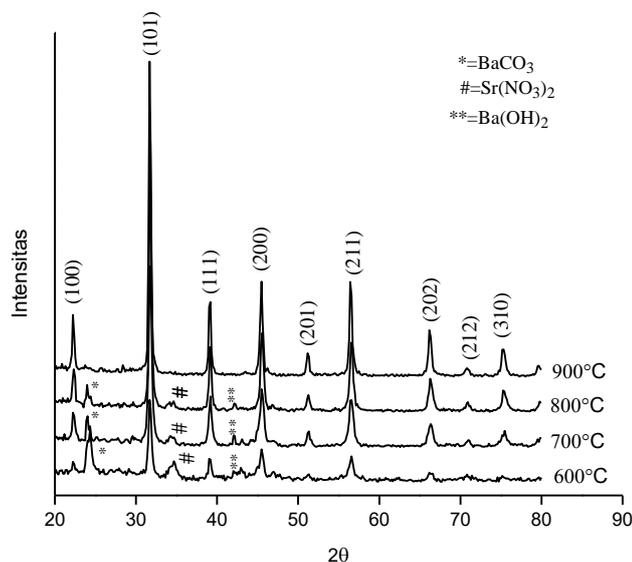
Data pengujian menggunakan instrumen XRD juga dianalisis menggunakan *software General Structure Analysis Software (GSAS)* dengan metode *Retveld*. Karakterisasi sifat listrik dari sampel dilakukan menggunakan instrumen LCR meter. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui nilai konstanta dielektrik. Nilai konstanta dielektrik dihitung menggunakan Persamaan 3^[7].

$$k = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (3)$$

Dimana C = kapasitansi kapasitor (Farad), k = konstanta dielektrik, ϵ_0 = permitivitas ruang hampa = $8,85 \times 10^{-12} F/m$, A = luas permukaan plat kapasitor (m^2), d = jarak kedua plat kapasitor (m)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengujian berupa difraktogram berupa grafik hubungan antara intensitas dengan 2θ . Dari grafik tersebut didapat hasil berupa ukuran kristal, parameter kisi, derajat kekristalan, dan struktur kristal dari Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃.



Gambar 1. Pola difraksi Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ variasi suhu *sintering* 600°C, 700°C, 800°C, dan 900°C
 Gambar1 menunjukkan pola difraksi Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ pada suhu *sintering* 600°C, 700°C, 800°C dan 900°C. Pada Gambar tersebut terdapat puncak lain yaitu puncak BaCO₃ bertanda (*), puncak Sr(NO₃)₂ bertanda (#), dan puncak Ba(OH)₂ bertanda (**). Adanya puncak lain dalam sampel Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ menunjukkan bahwa campuran Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ belum bereaksi secara sempurna. Puncak-puncak yang diidentifikasi bukan milik Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ sudah tidak ada pada suhu *sintering* 900°C. Hal tersebut menandakan bahwa Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ sudah terbentuk sempurna pada suhu *sintering* 900°C.bahwa suhu *sintering* tidak mempengaruhi sudut difraksi, namun berpengaruh terhadap intensitas puncaknya. Semakin tinggi intensitas pada sampel, maka semakin banyak intensitas yang ditangkap oleh detektor sehingga semakin tinggi ikatan antar atom dan keteraturan atom pada sampel.

Tabel 1. Ukuran butir dan derajat kekristalan Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ variasi suhu *sintering*

Suhu Sintering (°C)	D (nm)	Derajat Kekristalan (%)
600	22,49	89,23
700	22,70	95,70
800	27,85	96,14
900	28,43	97,29

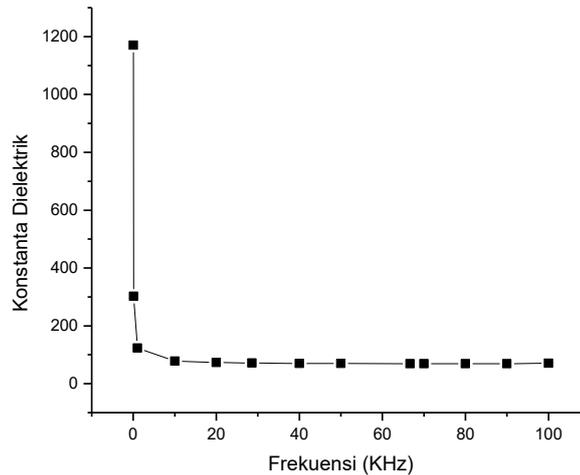
Tingkat keteraturan struktur atom pada suatu material dinyatakan dengan derajat kekristalan. Derajat kekristalan ditunjukkan pada Tabel 1. Derajat kekristalan Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ semakin tinggi seiring dengan kenaikan suhu *sintering*. Hal ini disebabkan semakin tinggi suhu *sintering*, semakin tinggi intensitas setiap sampel sehingga ikatan antar atom-atom semakin kuat dan teratur. Tabel 1 juga

menunjukkan nilai ukuran kristal Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃. Ukuran kristal juga semakin meningkat seiring meningkatnya suhu *sintering*. Ukuran kristal didapatkan dengan mengukur lebar setengan puncak tertinggi atau *Full Width Half Maximum* (FWHM). Nilai FWHM dapat diketahui menggunakan *Software OriginPro 8*. Semakin tinggi suhu *sintering*, semakin semakin besar energi yang diterima oleh atom-atom untuk berdifusi dan beraglomerasi. Semakin banyak atom yang berdifusi dan beraglomerasi, maka semakin besar ukuran kristal Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃.

Tabel 2 merupakan tabel parameter kisi Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ variasi suhu *sintering*. Nilai parameter kisi di semua suhu tidak terlalu berbeda jauh. Hal tersebut menunjukkan bahwa suhu *sintering* tidak mempengaruhi parameter kisi. Nilai tetragonalitas (*c/a*) untuk kristal dengan struktur tetragonal bernilai lebih dari satu karena *c* > *a*.

Tabel 2. Parameter kisi dan tetragonalitas Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ variasi suhu *sintering*

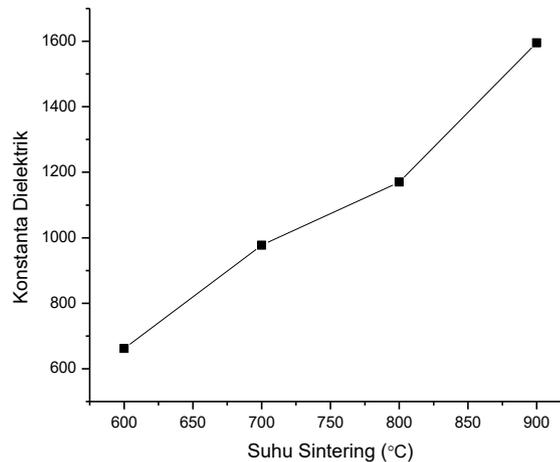
Suhu Sintering(°C)	Parameter Kisi (Å)		<i>c/a</i>
	<i>a = b</i>	<i>c</i>	
600	3,979	3,985	1,001
700	3,983	3,993	1,002
800	3,988	3,992	1,001
900	3,978	3,992	1,003



Gambar 2. Grafik konstanta dielektrik terhadap perubahan frekuensi

Pengukuran konstanta dielektrik dilakukan dari frekuensi 0,01 sampai 100 kHz. Gambar 2 menunjukkan hasil pengukuran nilai konstanta dielektrik menurun seiring dengan bertambahnya frekuensi. Nilai konstanta dielektrik paling tinggi terdapat pada frekuensi terendah yaitu pada frekuensi 0,01 kHz. Nilai konstanta

dielektrik pada frekuensi 0,01 kHz pada suhu *sintering* 600°C, 700°C, 800°C, dan 900°C berturut-turut adalah 662, 977, 1170, dan 1594.



Gambar 3. Grafik hubungan konstanta dielektrik terhadap suhu *sintering*

Gambar 3 menunjukkan bahwa nilai konstanta dielektrik naik seiring dengan kenaikan suhu *sintering*. Hal tersebut terjadi karena semakin tinggi suhu *sintering* maka energi yang diterima oleh atom-atom untuk berdifusi dan beraglomerasi juga semakin besar, sehingga dapat memperbesar ukuran butir yang dihasilkan. Semakin besar ukuran butir menyebabkan domain-domain kristal semakin banyak, sehingga menyebabkan muatan semakin besar. Semakin besar muatan, maka semakin besar kapasitansi. Konstanta dielektrik menjadi lebih besar seiring lebih besarnya kapasitansi.

KESIMPULAN

Pengaruh variasi suhu *sintering* terhadap struktur mikro dan sifat listrik diamati pada penelitian ini. Hasil karakterisasi struktur mikro menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu *sintering*, maka nilai ukuran kristal semakin tinggi. $Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO_3$ yang di-*sintering* pada suhu 600°C, 700°C, 800°C dan 900°C terbentuk dengan ukuran kristal 22,49 nm, 22,70 nm, 27,85 nm, dan 28,43 nm. Nilai konstanta dielektrik memiliki nilai maksimal pada frekuensi terendah yaitu 0,01 kHz. Besar masing-masing nilai konstanta dielektrik pada frekuensi tersebut untuk suhu *sintering* 600°C, 700°C, 800°C dan 900°C berturut-turut adalah 662, 977, 1170, dan 1594.

DAFTAR PUSTAKA

- 1 Sunandar, C. (2006). Penumbuhan Film $BaxSr_{1-x}TiO_3$ dan Observasi Sifat Ferroelektriknya. *Skripsi*, Program Studi Fisika FMIPA IPB.
- 2 Dus, B. W., Czekaj, A. L., Orkisz, T., Adamczyk, M., Osinska, K., Kozielski, L & Czekaj, D. (2007). The Sol-Gel Synthesis of Barium Strontium Titanate Ceramics. *Material Science-Poland*, 25 (3).
- 3 Suasmoro, S., Pratapa, S., Hartanto, D., Setyoko, D. & Dani, U. M. (2000). The Characterization of Mixed Titanate $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ Phase Formation from Oxalate Coprecipitated Precursor. *Journal of European Ceramic Society*, 20, 309-314.
- 4 Kholam, Y. B., Deshpande, S. B., Potdar, H. S., Bhoraskar, S. V., Sainkar, S. R. & Date, S. K. (2005). Simple Oxalate Precursor Route for The Preparation of Barium-Strontium Titanate: $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ Powders. *Material Letters*, 57, 63-74.
- 5 Enhessari, M., Parvis, A., Ozaee, K. & Abyanah, H. H. (2011). Synthesis and Characterization of Barium Strontium Titanate (BST) Micro/nanostructure Prepared by Improved Methods. *International Journal of Nano Dimension*, 85-103.
- 6 Noh, T., Kim, S. & Lee, C. (1995). Chemical Preparation of Barium-Strontium Titanate. *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 16, 1180-1184
- 7 Griffiths, D. J. (1999). *Introduction of Electrodynamics*. New Jersey: Prentice-Hall.