

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK
 $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ (KNN) DENGAN PENAMBAHAN DOPAN Li_2CO_3
MENGUNAKAN METODA *MOLTEN SALT***

SKRIPSI

*Untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan Memperoleh Gelar Sarjana Sains
Strata Satu*



Oleh:

Syahyona Putri Sahar
NIM. 01982/2008

**PROGRAM STUDI FISIKA
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG**

2014

PERSETUJUAN SKRIPSI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI BAHAN PIEZOELEKTRIK $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ (KNN) DENGAN PENAMBAHAN DOPAN Li_2CO_3 MENGUNAKAN METODA *MOLTEN SALT*

Nama : Syahyona Putri Sahar
NIM : 01982
Program Studi : Fisika
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 06 Februari 2014

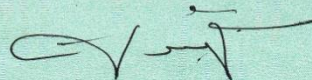
Disetujui Oleh

Pembimbing I



Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si
NIP. 19630911 198903 2 003

Pembimbing II



Drs. Syahfandi Ahda, M.T
NIP. 19600202 198702 1 001

PENGESAHAN

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Fisika Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Bahan Piezoelektrik
 $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ (KNN) dengan Penambahan Dopan
 Li_2CO_3 Menggunakan Metoda *Molten Salt*

Nama : Syahyona Putri Sahar

NIM : 01982

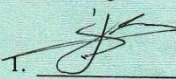
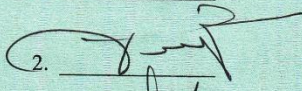
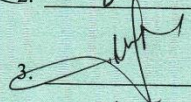
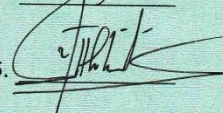
Program Studi : Fisika

Jurusan : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 06 Februari 2014

Tim Penguji

	Nama	Tanda Tangan
1. Ketua	: Dra. Hj. Yenni Darvina, M. Si	1. 
2. Sekretaris	: Drs. Syahfandi Ahda, M.T	2. 
3. Anggota	: Dra. Syakbaniah, M. Si	3. 
4. Anggota	: Dra. Hidayati, M.Si	4. 
5. Anggota	: Zulhendri Kamus, S.Pd, M.Si	5. 

SURAT PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini benar-benar karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau yang ditulis orang kecuali sebagai acuan atau kutipan tata penulisan karya ilmiah yang lazim.

Padang, 06 Februari 2014
Yang mengatakan



Syahyona Putri Sahar

ABSTRAK

Syahyona Putri Sahar : Sintesis dan Karakterisasi Bahan Piezoelektrik $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ (KNN) dengan Penambahan Dopan Li_2CO_3 Menggunakan Metoda *Molten Salt*

Piezoelektrik merupakan suatu bahan yang jika diberi tekanan akan menghasilkan medan listrik. Medan listrik pada bahan piezoelektrik akan menyebabkan terjadinya perubahan dimensi, yaitu memanjang atau memendeknya suatu bahan. Perubahan dimensi akan menyebabkan perubahan parameter kisi pada bahan tersebut. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan nilai parameter kisi dan perubahan struktur kristal oleh sebab itu dilakukan maka sintesa bahan piezoelektrik $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ (KNN) dengan dopan Li_2CO_3 menggunakan metoda molten salt. Untuk mendapatkan nilai parameter kisi dan perubahan struktur dilakukan karakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD) dan *simultaneuos thermal analysis*(STA).

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen, variabel-variabel dalam penelitian ini terdiri dari variabel bebas berupa variasi % mol dari Li_2CO_3 yaitu 0%, 3%, 4.5%, 6%, dan 10%. Variabel kontrol berupa penggerusan selama 4 jam, kalsinasi selama 1 jam pada suhu $300^{\circ}C$, sintering selama 4 jam pada suhu $925^{\circ}C$ dan 20 kali pencucian dengan air demineralisasi serta menggunakan $AgNO_3$. variabel terikat berupa parameter kisi.

Telah dilakukan sintesis KNN dan KNLN dengan metoda molten salt. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan didapatkan nilai parameter kisi untuk KNN $a=3,896643 \text{ \AA}$ $c=3,930672 \text{ \AA}$; KNLN3% $a=3,879852 \text{ \AA}$ $c=3,925529 \text{ \AA}$; KNLN 4.5% $a=3,879852 \text{ \AA}$ $c=3,905093 \text{ \AA}$; KNLN 6% $a=3,871512 \text{ \AA}$ $c=3,913582 \text{ \AA}$; KNLN 10% $a=3,879852 \text{ \AA}$ $c=3,922108 \text{ \AA}$. Jika dibandingkan dengan database ternyata menghasilkan struktur ortorombik dan tetragonal. Berdasarkan data yang diperoleh, terlihat bahwa nilai parameter kisi pada penambahan dopan Li_2CO_3 (0%-3%) cenderung mengalami penurunan. Sedangkan pada penambahan Li_2CO_3 (4.5%-10%) mengalami kenaikan. Semakin besar nilai parameter kisi yang didapat maka akan semakin besar pergeseran struktur yang terjadi. Dari nilai-nilai parameter kisi yang didapat, nyata terjadi perubahan struktur dari orthorombik ke tetragonal pada penambahan dopan Li_2CO_3 (4.5%-10%)

Kata kunci : *piezoelektrik, x-ray diffraction, parameter kisi, simultaneuos thermal analysis, KNLN*

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah SWT, yang telah memberi rahmat hidayah kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Kahan Piezoelektrik $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ (KNN) dengan Penambahan Dopan Li_2CO_3 Menggunakan Metoda *Molten Salt*” dengan baik dan lancar. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan perkuliahan dan memperoleh gelar Sarjana Sains di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

Dalam penyusunan dan menulis skripsi ini, penulis banyak memperoleh bimbingan, pengarahan, bantuan dan dorongan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar besarnya kepada :

1. Ibu Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si sebagai Dosen Pembimbing I dan serta penasehat akademis yang telah tulus dan ikhlas memberikan arahan dan bimbingan kepada penulis.
2. Bapak Drs.Syahfandi Ahda , MT sebagai Dosen pembimbing II yang telah tulus dan ikhlas memberikan arahan dan bimbingan kepada penulis.
3. Ibu Dra. Hidayati, M.Si, Dra. Syakbaniah, M.Si, dan Zulhendri Kamus, S.Si, M.Si sebagai Dosen tim penguji.
4. Bapak Drs. Akmam, M.Si sebagai ketua Jurusan Fisika, Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
5. Ibu Dra. Yurnetti, M.Pd sebagai sekretaris Jurusan Fisika, Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

6. Ibu Dra. Hidayati, M.Si sebagai ketua Program studi Fisika, Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
7. Bapak Drs. H. Asrizal, M.Si sebagai ketua prodi pendidikan Fisika, Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
8. Bapak / Ibu Dosen Staf pengajar di Jurusan Fisika Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
9. Bapak Drs. Gunawan, M.Sc Kepala PTBIN.
10. Bapak Dr. Sudaryanto, M.Eng. Selaku kepala bidang BBIN.
11. Orang tua dan keluarga atas doa dan dorongan semangat yang diberikan.
12. Semua Senior, dan teman-teman Fisika 2008 yang telah banyak membantu.

Terimakasih kepada seluruh pihak yang telah berjasa dalam menyelesaikan skripsi ini. Semoga semua amal baik yang telah diberikan kepada penulis mendapat balasan yang berlipat ganda dari ALLAH SWT. Dalam penyusunan skripsi ini, penulis menyadari masih banyak kekurangan, oleh karena itu kritik dan saran sangat penulis harapkan. Besar harapan penulis, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis khususnya dan pembaca pada umumnya.

Padang, Januari 2013

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR.....	ii
DAFTAR ISI.....	iv
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Rumusan Masalah	3
C. Batasan Masalah.....	3
D. Pertanyaan Penelitian	4
E. Tujuan Penelitian.....	4
F. Manfaat Penelitian.....	4
BAB II KAJIAN PUSTAKA.....	5
A. Piezoelektrik..	5
B. Potassium Sodium KNLN.....	6
C. Struktur Kristal Perovskite KNN dan KNLN	8
D. Pengaruh Pemberian Dopan Terhadap Parameter Kisi	9
E. Parameter Kisi	10
F. XRD(<i>X-ray Diffraction</i>).....	12
G. Metoda Molten Salt.....	14
H. Argentrometri	15
I. <i>Simultaneous Thermal Analysis</i> (STA)	16
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	18
A. Jenis Penelitiann	18
B. Tempat dan Waktu Penelitian	18
C. Alat dan Bahan Penelitian	18

D. Variabel Penelitian	22
E. Prosedur Penelitian	23
1. Persiapan Penelitian	23
2. Pembuatan Sampel	23
a. Tahap Pembuatan KNN	24
b. Tahap Pembuatan KNLN	28
3. Diagram Alir Penelitian	32
F. Teknik Pengumpulan Data	34
G. Teknik Analisa Data	34
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	35
A. Hasil Penelitian	35
B. Analisa Data	46
C. Pembahasan.....	57
BAB V PENUTUP.....	59
A. Kesimpulan	59
B. Saran	59
DAFTAR PUSTAKA.....	60
LAMPIRAN.....	63

DAFTAR GAMBAR

	Hal
Gambar 1. <i>Direct Piezoelektrik Effect Dan Converse Piezoelectric Effect</i>	6
Gambar 2. Diagram Fasa KNN	7
Gambar 3. Sel Satuan Perovskite.	9
Gambar 4. Difraksi sinar-x oleh bidang kristal	13
Gambar 5. Timbangan <i>elektronik ohaus galaxyTM 160</i>	18
Gambar 6. Mortar dan Lumbung	19
Gambar 7. Alat <i>elektronik furnace advantee KL-600</i>	19
Gambar 8. Alat <i>Elektronik furnace (advantee karl-kolb)</i>	20
Gambar 9. Alat pencucian bahan	20
Gambar 10. XRD(<i>X-ray Diffraction</i>).....	24
Gambar 11. <i>Simultaneuos Thermal Analysis</i> (STA).....	24
Gambar 12. Diagram waktu proses sintering dan kalsinasi	25
Gambar 13. Diagram alir pembuatan sampel KNN	28
Gambar 14. Diagram alir pembuatan sampel KNLN.....	31
Gambar 15. Diagram alir prosedur penelitian.....	33
Gambar 16. Hasil XRD KNN	35
Gambar 17. Hasil XRD KNLN 3%.....	37
Gambar 18. Hasil XRD KNLN 4.5%.....	38
Gambar 19. Hasil XRD KNLN 6%.....	40
Gambar 20. Hasil XRD KNLN 10%.....	41
Gambar 21. Hasil <i>simultaneuos thermal anlysis</i> KNN	43

Gambar 22. Hasil <i>simultaneuos thermal anlysis</i> KNLN 3%	44
Gambar 23. Hasil <i>simultaneuos thermal anlysis</i> KNLN 4.5%	44
Gambar 24. Hasil <i>simultaneuos thermal anlysis</i> KNLN 6%	45
Gambar 25. Hasil <i>simultaneuos thermal anlysis</i> KNLN 41.....	46
Gambar 26. Hasil XRD KNLN	47
Gambar 27. Pola difraksi KNN dengan penambahan Li_2CO_3 sudut KNN (A) dari sudut 22° - 23.5° (B) dari Sudut 55° - 60°	53
Gambar 28. Analisis sifat termal KNLN.....	56

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Sistem Kristal dan Parameter Kisi	11
Tabel 2. Massa Bahan Dasar Berdasarkan Variasi % Mol Li_2CO_3	24
Tabel 3. Data pengukuran intensitas dengan 2 theta dan hkl pada KNN.....	36
Tabel 4. Data pengukuran intensitas dengan 2 theta dan hkl pada KNLN 3%	37
Tabel 5. Data pengukuran intensitas dengan 2 theta dan hkl pada KNLN4.5% ...	39
Tabel 6. Data pengukuran intensitas dengan 2 theta dan hkl pada KNLN 6%	40
Tabel 7. Data pengukuran intensitas dengan 2 theta dan hkl pada KNLN10%	42
Tabel 8. Data pengukuran jarak antar bidang kristal (d) dengan 2 theta pada KNN.....	48
Tabel 9. Data pengukuran jarak antar bidang kristal (d) dengan 2 theta pada KNLN 3%	49
Tabel 10. Data pengukuran jarak antar bidang kristal (d) dengan 2 theta pada KNLN 4.5%	50
Tabel 11. Data pengukuran jarak antar bidang kristal (d) dengan 2 theta pada KNN 6%.....	50
Tabel 12. Data pengukuran jarak antar bidang kristal (d) dengan 2 theta pada KNN 10%.....	51
Tabel 13. Harga Parameter Kisi Tetragonal.....	55

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Hasil Tabel karakterisasi menggunakan XRD(<i>x-ray diffraction</i>)...	63
Lampiran 2. Hasil Tabel <i>simultaneuos thermal analysis</i>	95
Lampiran 3. Menghitung parameter kisi	97
Lampiran 3. Dokumentasi Penelitian	106

BAB 1

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Piezoelektrik merupakan suatu material yang memiliki kemampuan jika mendapatkan perlakuan tekanan akan menghasilkan arus listrik dan sebaliknya jika diberi tegangan listrik akan menghasilkan tekanan. Material ini dapat berupa keramik atau polimer (Michel William, 2011). Diantara bahan-bahan material tersebut keramik merupakan bahan yang menghasilkan piezoelektrik yang baik.

Menurut Yulfianhar (2010), kata piezoelektrik berasal bahasa Latin, piezein yang berarti diperas atau ditekan dan piezo yang bermakna ditekan. Bahan piezoelektrik ditemukan pertama kali pada tahun 1880-an oleh Jacques dan Pierre Curie bersaudara. Mereka berhasil menemukan material seperti turmalin, kuarsa, dan garam rossel merupakan bahan yang bersifat piezoelektrik. Piezoelektrik yang pertama kali mereka temukan yaitu Kristal SiO_2 dan penelitian selanjutnya menemukan barium titanat (BaTiO_3) sekitar tahun 1940-an. Pada awal tahun 1920-an, bahan piezoelektrik pertama kali diaplikasikan yaitu pada detektor ultrasonik kapal selam.

Banyak material-material yang diaplikasikan pada dunia industri, baik elektronika maupun material penunjang lainnya. Salah satu bahan yang sedang banyak diteliti dan diaplikasikan, baik pada bidang kesehatan, energi maupun sebagai bahan alat uji adalah bahan piezoelektrik, dan juga diaplikasikan sebagai pembangkit tenaga listrik karena bahan piezoelektrik mempunyai sifat

yang mampu memproduksi sumber energi salah satu contohnya yaitu penerapan bahan piezoelektrik pada ubin club house di London (Rafif, 2013).

Dewasa ini bahan piezoelektrik yang banyak digunakan adalah bahan PZT karena PZT memiliki beberapa parameter sifat diantaranya yaitu sifat piezoelektrik, stabilitas termal, dan sifat dielektrik yang sangat baik, selain itu PZT juga mempunyai nilai konstanta piezoelektrik $d_{33} = 460 \text{ PC/N}$, factor kopling $K_p = 0,56$, $P_r = 39,2 \text{ } \mu\text{C/cm}^2$, medan koersif $E_c = 14,9 \text{ kV/cm}$ dan suhu curie yang tinggi yaitu 450°C (Donnelly, dkk, 2008).

Material piezoelektrik yang umum digunakan adalah bahan yang berasal dari *Lead Zirconium Titanate* (PZT), PbZrTiO_3 mengandung timbal (Pb) yang bersifat racun sehingga dampak Pb untuk sebuah industri cukup mengganggu kesehatan dan lingkungan dikarenakan limbah hasil sintesa maupun pada saat sintesa cukup banyak, maka para peneliti piezoelektrik memiliki tantangan yang cukup serius untuk menggantikan bahan berbasis Pb ini dengan kemampuan yang sama.

Akhir-akhir ini bahan piezoelektrik ramah lingkungan menjadi menarik untuk diteliti bahan berbasis Kalium natrium niobium ($\text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$) yang disebut dengan KNN. KNN dianggap menjadi kandidat yang menjanjikan untuk dijadikan bahan piezoelektrik keramik bebas timbal, sebab material ini yang memiliki sifat piezoelektrik yang baik dan suhu curie tinggi, Bahan berbasis KNN memiliki struktur perovskit dan koefisien D_{33} piezoelektrik dari 80 sampai 110 pC/N , suhu Curie yang tinggi kurang lebih 420°C dan polarisasi remanen (P_r) 33 mC/cm^2 .

Dalam pengembangan bahan KNN telah banyak dilakukan penambahan bahan-bahan dopan dengan kuantitas yang cukup baik. Pada penelitian ini dilakukan variasi penambahan dopan Li_2CO_3 yaitu 0%, 3%, 4.5%, 6% dan 10%, yang bertujuan untuk meningkatkan sifat piezoelektrik pada KNN. Bahan KNN dengan dopping Li_2CO_3 disebut dengan KNLN.

Pada penelitian dilakukan variasi dopping Li_2CO_3 untuk melihat nilai parameter kisi dari struktur kristal yang dihasilkan. Metode yang digunakan pada penelitian ini yaitu metoda *molten salt*, Pemilihan metode ini dikarenakan metode ini mempunyai suhu rendah dan bisa menghasilkan sifat piezoelektrik yang baik (Yulianti, 2012), sehingga penelitian ini diberi judul "Sintesis dan Karakterisasi Bahan Piezoelektrik $\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ (KNN) Dengan Penambahan Dopan Li_2CO_3 Menggunakan Metoda *Molten Salt*".

B. Perumusan masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka dirumuskan suatu permasalahan Bagaimana pengaruh variasi penambahan dopan Li_2CO_3 terhadap parameter kisi dan perubahan struktur dari $\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ (KNN) dengan metoda *molten salt*

C. Batasan Masalah

Untuk menghindari adanya pembahasan diluar materi dalam mengerjakan penelitian ini, penelitian yang akan dilakukan difokuskan Pada sintesa menggunakan metoda *molten salt*, dibatasi dengan bervariasi penambahan Li_2CO_3 sebesar 3%, 4.5%, 6%, dan 10% mol (Maeda, dkk.2012).

Pemilihan sintering 925°C dengan campuran lelehan garam ($\text{NaCl} + \text{KCl}$) dengan perbandingan mol 1:1.

D. Pertanyaan Penelitian

Untuk menjawab permasalahan dalam penelitian ini, penulis membuat pertanyaan mengenai apa yang akan diteliti. Adapun pertanyaannya adalah Bagaimanakah pengaruh variasi penambahan dopant Li_2CO_3 terhadap parameter kisi dan perubahan struktur dari $\text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (KNN) dengan metoda *molten salt*?

E. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk meneliti pengaruh variasi penambahan dopant Li_2CO_3 terhadap parameter kisi dan perubahan struktur dari $\text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (KNN) dengan metoda *molten salt*

F. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi penambahan dopant Li_2CO_3 terhadap parameter kisi dan perubahan struktur dengan metoda *molten salt* pada bahan $\text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$ (KNN).
2. Dapat menghasilkan piezoelektrik yang kuat dan memiliki dampak yang aman serta ramah bagi lingkungan dalam penggunaannya dan menggantikan posisi dari PZT.

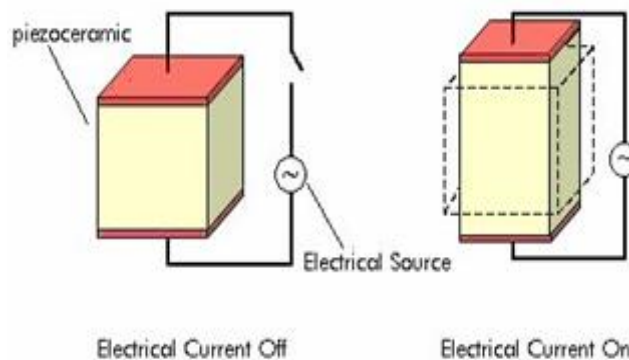
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Piezoelektrik

Menurut Smallman (2000), kata piezoelektrik berasal bahasa Latin, *piezein* yang berarti diperas atau ditekan dan *piezo* yang bermakna ditekan. Bahan piezoelektrik ditemukan pertama kali pada tahun 1880-an oleh Jacques dan Pierre Curie. Sifatnya yang reversibel ini membuat material piezoelektrik dapat berfungsi sebagai sensor dan aktuator, serta menarik untuk dikembangkan. (Sharma, 2006)

Prinsip kerja piezoelektrik adalah kemampuan dari suatu benda untuk menghasilkan potensial listrik sebagai respon terhadap tekanan mekanik yang diberikan. Efek piezoelektrik adalah suatu efek yang reversible, dimana terdapat efek piezoelektrik langsung (*direct piezoelektrik effect*) dan efek piezoelektrik balikan (*converse piezoelektrik effect*). Efek piezoelektrik langsung adalah produksi potensial listrik akibat adanya tekanan mekanik. Sedangkan efek balikan piezoelektrik adalah ketika suatu benda mendapatkan tegangan listrik maka akan menghasilkan tekanan yang terlihat dalam bentuk perubahan dimensi (Huang, Chien-Chih, 2008). Seperti yang ditunjukkan Gambar 1.



Gambar 1. *Direct Piezoelectric Effect Dan Converse Piezoelectric Effect*
(Sumber: www.piezomaterials.com)

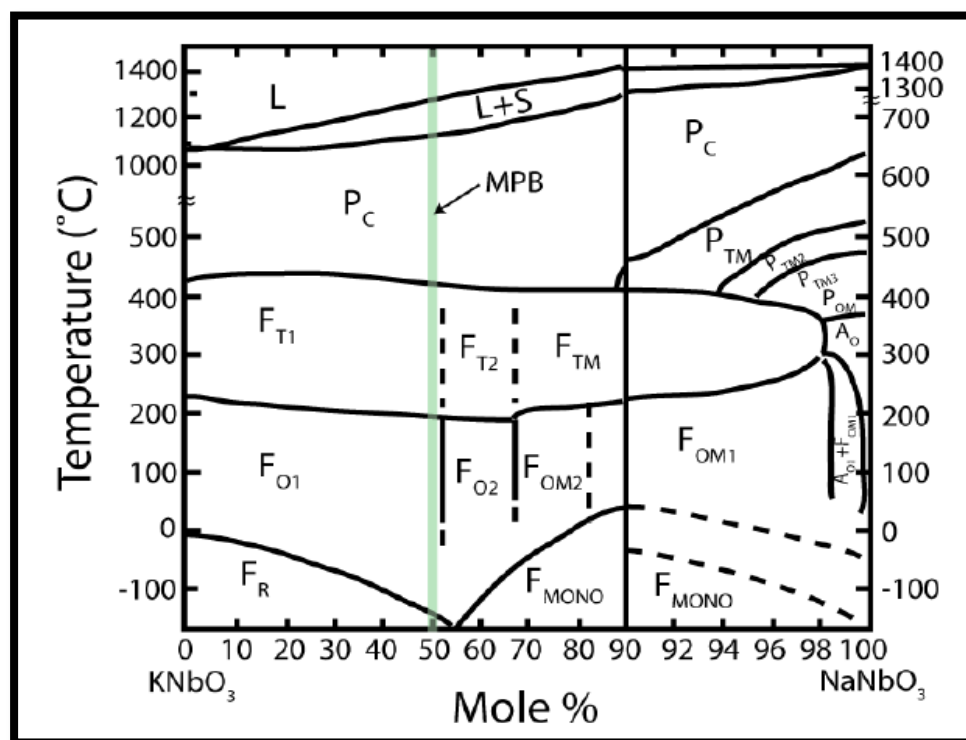
Pada suatu material piezoelektrik, terdapat muatan listrik positif dan muatan listrik negative namun terdistribusi simetris sehingga kristal keseluruhan secara elektrik bersifat netral. Ketika suatu bahan, yang jika diberikan tekanan, maka distribusi muatan yang simetris akan terganggu sehingga muatan menjadi tidak simetris lagi, muatan yang tidak simetris inilah yang menimbulkan medan listrik dan setelah medan listrik mempengaruhi bahan tersebut maka akan menimbulkan deformasi mekanik yang menyebabkan perubahan dimensi (struktur kristalnya dari kubik berubah menjadi tetragonal), dikarenakan pada saat medan listrik melewati material, molekul yang terpolarisasi akan menyesuaikan dengan medan listrik sehingga dihasilkan dipole yang terinduksi dengan molekul atau struktur kristal materi, sehingga mengakibatkan perubahan dimensi pada material (Sharma, 2006).

B. Potassium Sodium Niobate (KNN) dan Lithium (Li_2CO_3)

Potassium sodium niobate $\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ (KNN), ditemukan pertama kali pada tahun 1950, merupakan larutan padat yang terdiri dari KNbO_3 feroelektrik dan antiferroelektrik NaNbO_3 dan memiliki struktur perovskit dan konstan dielektrik moderat dalam kisaran dari 300 sampai 600, koefisien d_{33}

piezoelektrik dari 80 sampai 110pC/N, suhu Currie yang tinggi lebih kurang 420 $^{\circ}\text{C}$ dan polarisasi remanen(P_r) 33mC/cm². Namun, karena volatilitas yang tinggi dari unsur-unsur alkali pada suhu tinggi, sangat sulit untuk mendapatkan keramik KNN padat dengan menggunakan proses sintering biasa. Selain itu, sedikit perubahan dalam stokiometri mengarah pada pembentukan fase tambahan(Michael Wiliam,2011).

Lithium ini bisa dijadikan dopant dalam sintesis bahan piezoelektrik $\text{K}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{NbO}_3$. Hal ini dikarenakan lithium memiliki titik lebur relatif lebih rendah (720 $^{\circ}\text{C}$) dibandingkan dengan sodium (851 $^{\circ}\text{C}$) dan niobate (1520 $^{\circ}\text{C}$) (MSDS,2012). Diagram fasa dari KNN dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Diagram Fasa KNN (Amanda Gronotte, 2009)

Pada Gambar 2 dapat dilihat pada $x=0.5$ merupakan daerah Morphotropic Phase Boundary (MPB). MPB merupakan suatu daerah dimana

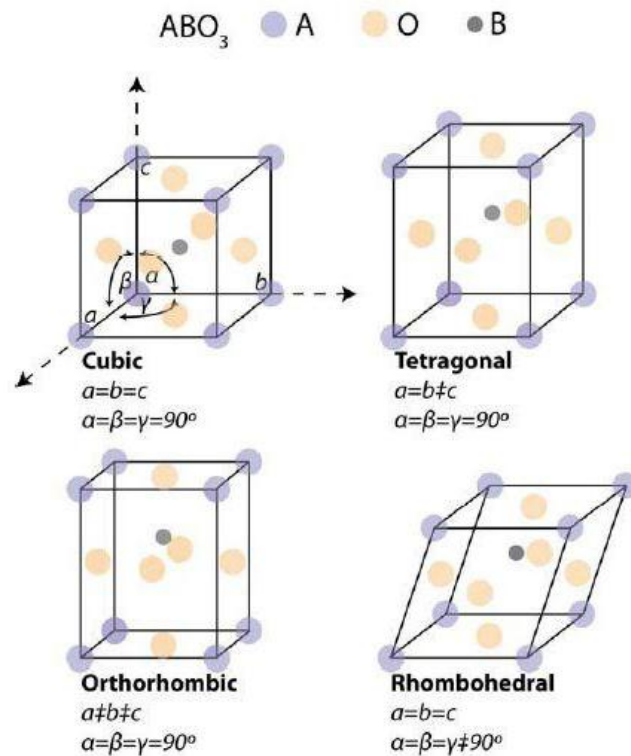
dapat terjadi perubahan fasa, yaitu dari fasa ortorhombik ke fasa tetragonal atau sebaliknya. MPB dapat diperoleh dari batas komposisi antara dua fasa yang berbeda yang mempunyai struktur perovskite (Baset,dkk,2011). Pada material piezoelektrik, MPB sangat penting, dikarenakan pada daerah inilah sifat piezoelektrik bahwa hasilnya bernilai maksimum. Kristal merupakan bentuk dari bahan piezoelektrik yang akan dibuat.

C. Struktur Kristal Perovskite KNN dan KNLN

Menurut Darmawan (2011), kristal merupakan susunan atom–atom yang teratur dalam ruangan tiga dimensi. Keteraturannya tercermin dalam permukaan kristal yang berupa bidang-bidang datar dan rata mengikuti bidang tertentu. Bidang-bidang datar ini disebut dengan bidang kristal, besar sudut antara bidang kristal yang saling berpotongan selalu tetap sama pada setiap kristal, letak dan arah bidang kristal ditentukan oleh perpotongan sumbu-sumbu kristal, dimana sumbu kristal berupa garis bayangan lurus yang menembus kristal melalui pusat kristal, Bahan piezoelektrik dan feroelektrik memiliki struktur kristal perovskite. Salah satu contoh bahan piezoelektrik yang memiliki struktur perovskite adalah KNLN (Paula,dkk,2009).

Material keramik dielektrik memiliki struktur kristal perovskite. Struktur kristal perovskite adalah struktur kristal dengan rumus umum ABO_3 yang mempunyai 3 (tiga) tipe kation dan 1 (satu) tipe anion. Struktur kristal perovskite digambarkan sebagai gabungan struktur FCC (Face Centered Cubic) dan BCC (Body Centered Cubic). Terdiri dari delapan ion besar A^{a+} , satu ion kecil B^{b+} , dan enam ion O^{2-} . Ion A^{a+} berada pada sudut sel satuan, ion

O^{2-} berada pada permukaan sel satuan dan ion B^{b+} menduduki lokasi *interstitial octahedral*. Struktur Kristal dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Sel Satuan Perovskite
 (Mausumi Pattanaik, 2011)

Di dalam sebuah kristal dapat ditentukan parameter kisi dari struktur kristal masing-masing.

D. Pengaruh Pemberian Dopan Terhadap Parameter Kisi

Dopan merupakan zat yang ditambahkan ke kisi kristal dengan tujuan mengubah sifat konduktif nya. Dopan ini bekerja dengan mengubah jumlah elektron bebas dalam kisi kristal , sehingga membuatnya lebih konduktif. Pemberian dopan pada suatu bahan dasar dipengaruhi oleh paramter kisi. Dopan Li_2CO_3 pada KNN ini sangat dipengaruhi oleh parameter kisi karena

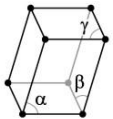
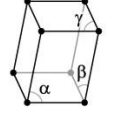
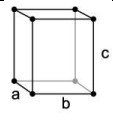
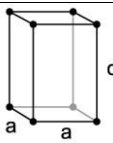
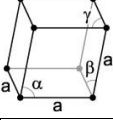
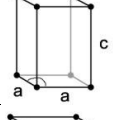
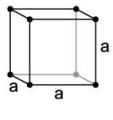
dopan ini bisa mengganti salah satu dari KNN atau terjadinya pertukaran satu sama lainnya (Mitchell, 1962)

E. Parameter kisi

Parameter kisi merupakan sumbu kristal yang mempunyai satuan panjang. Kisi merupakan jarak yang berulang atau sering disebut dengan konstanta kisi yang diberi symbol (a), dimana konstanta kisi kristal berbentuk tiga (3) dimensi yang diberi symbol a, b dan c dan sudut konstanta kisi dengan symbol α , β dan γ , misalnya, untuk kristal yang berbentuk orthorombik, konstanta kisinya berbeda dalam ketiga arah koordinat ($a \neq b \neq c$) dan sudut antara ketiga sisinya sama besar yaitu 90° ($\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$), sedangkan untuk kristal tetragonal konstanta kisinya berbeda ($a=b \neq c$). dan 3 sudut (α, β dan $\gamma = 90^\circ$) sama dengan orthorombik (Suryanarayana, 1998)

Dengan memberikan harga-harga tertentu pada panjang sumbu dan besar sudut, maka terdapat berbagai macam unit sel dan macam jenis dari kisi-kisi tertentu karena titik-titik berada pada sudut sel. Ada tujuh sistem kristal dan semua kristal dapat dikelompokkan kedalam sistem ini, sistem-sistem ini dapat dilihat pada Tabel 1 berikut:

Tabel 1. Sistem Kristal dan Parameter Kisi

Sistem Kristalografi	Panjang sumbu Dan sudut	Kisi Bravais	Simbol Kisi	Skema tiga dimensi Simple
Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma$ $\neq 90^\circ$	- Simple	P	
Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\neq \gamma$	- Simple - Base-centered	P C	
Ortorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma$ $= 90^\circ$	- Simple - Base-centered - Face-centered - Body-centered	P C F I	
Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma$ $= 90^\circ$	- Simple - Body-centered	P I	
Trigonal Rombohedral	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ $< 120^\circ$	- Simple	P	
Hexagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma$ $= 120^\circ$	- Simple	P	
Kubus	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma$ $= 90^\circ$	- Simple - Face-centered - Body-centered	P F I	

(Omar, 1975)

Pada sebuah kristal dapat ditentukan dengan menentukan titik-titik potong dari sebuah Kristal tiga dimensi kemudian membalikan nilai titik-titik potong tersebut dengan menjadikan penyebut suatu pecahan yang memiliki

pembilang 1, nilai dari ketiga bilangan tersebut dibuat dalam bentuk $\langle hkl \rangle$ yang disebut dengan indeks miller.

Jarak antar bidang(d) merupakan fungsi dari indeks bidang (hkl). Jarak antar bidang Kristal merupakan panjang suatu garis yang diambil secara tegak lurus antara 2 bidang yang sama dalam sebuah Kristal, menentukan jarak antara bidang Kristal tergantung pada system Kristal (cullity, 1956). Setiap system Kristal memiliki rumus jarak bidang yang berbeda, dimana KNN memiliki system Kristal dari ortorhombik ke tetragonal(Maeda,dkk,2012), sehingga jarak bidang Kristal diberikan persamaan berikut:

Untuk ortorhombik :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (1)$$

Untuk tetragonal :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2)$$

Keterangan: d_{hkl} = jarak bidang kristal

a dan c = parameter kisi

h , k dan l = indeks Miller bidang Kristal.
(Cullity, 1956)

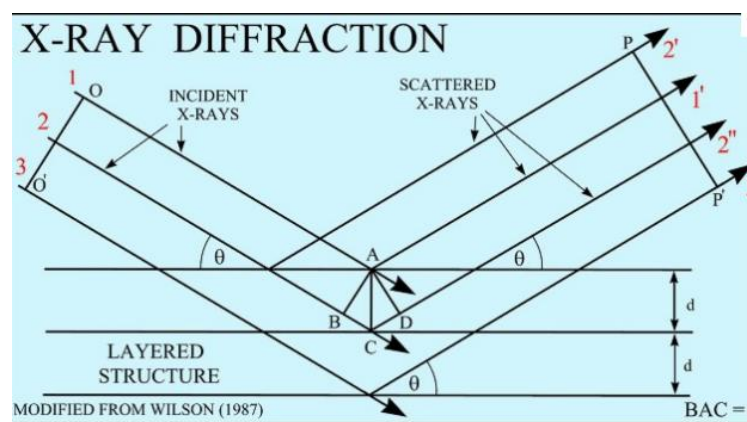
Untuk mengidentifikasi struktur kristal digunakan x-ray diffraction(XRD).

F. XRD (*X – Ray Diffraction*)

XRD merupakan alat karakterisasi yang memanfaatkan prinsip sinar – x yang digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal (Cullity, 1956). Pada waktu suatu material dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang

ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi (Beiser, 2010).

Hukum Bragg merupakan rumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi. Berkas sinar-X monokromatik yang datang pada permukaan kristal akan dipantulkan, dan pantulan terjadi hanya jika sudut datangnya mempunyai sudut tertentu dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Difraksi Sinar-X oleh Bidang Kristal
(Sumber : pubs.usgs.gov)

Pada Gambar 4 merupakan pola difraksi sinar X yang digunakan untuk mengetahui struktur kristal, perubahan fasa dan ukuran kristalin. Metode XRD berdasarkan sifat difraksi sinar X, yaitu hamburan cahaya dengan panjang gelombang λ saat melewati kisi kristal dengan sudut datang θ dan jarak antar kristal sebesar d . Data yang diperoleh dari metoda karakterisasi XRD adalah sudut hamburan (sudut Bragg) dan intensitas. Hal yang perlu diperhatikan

pada metoda XRD yaitu posisi difraksi maksimum, intensitas puncak dan distribusi intensitas sebagai fungsi dari sudut difraksi (Callister, 2003).

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin\theta \quad (3)$$

dengan : d_{hkl} = jarak bidang kristal

θ = sudut difraksi

n = orde difraksi ($n = 1, 2, 3, \dots$)

λ = panjang gelombang sinar-X ($\lambda \approx 1,5404 \text{ \AA}$)

Persamaan ini disebut sebagai Hukum Bragg. Pantulan Bragg hanya terjadi untuk gelombang dengan $\lambda \leq 2d$, dan itulah sebabnya cahaya tampak tidak dapat digunakan dalam hal ini.

Sudut θ yang ditentukan berdasarkan Persamaan (3), untuk jarak antar bidang d dan λ tertentu merupakan sudut unik terjadinya pantulan. Pada sudut yang lain, berkas sinar pantul akan saling berinterferensi destruktif satu sama lain, sehingga pantulan efektifnya nol. Data yang diperoleh dari pengukuran difraksi adalah sudut difraksi 2θ dan intensitasnya $I(2\theta)$ pada sudut pantul yang sesuai. Pantulan $n = 1, 2, 3, \dots$ berturut-turut disebut pantulan orde pertama, orde kedua, orde ketiga, ... dan seterusnya. Semakin tinggi orde pantulan semakin rendah intensitas pantulnya. Istilah difraksi lebih banyak dipakai dalam hal ini dari pada pantulan, sehingga sebutan lazimnya difraksi sinar-X.

G. Metoda Molten Salt

Metoda *molten salt* merupakan suatu metoda yang digunakan untuk mensintesis suatu bahan dimana proses sintesis terjadi dalam lelehan garam. *Molten salt* dapat dibuat dengan mencampurkan Natrium klorida (NaCl) dan

Kalium klorida (KCl), kemudian dipanaskan dengan temperatur yang lebih tinggi dari titik lelehnya yaitu lebih tinggi dari 801°C , sehingga garam tersebut meleleh (mencair). Lelehan garam ini mempunyai kemampuan seperti air yaitu dapat berfungsi sebagai pelarut dan katalis (Yulianti, 2012).

Pada metoda molten salt ini menjadi menarik digunakan dikarenakan tidak diperlukan seluruh bahan dasar dalam keadaan cair, sebagaimana pada reaksi kimia umumnya yang bereaksi dalam keadaan mencair atau meleleh. Aplikasi metoda ini untuk berbagai keperluan sudah dapat diaplikasikan pada bahan-bahan oksida-oksida logam maupun dalam pembuatan bahan bersuhu tinggi.

Khususnya pada aplikasi untuk mensintesa bahan piezoelektrik ini, tidak seluruhnya direaksikan pada lelehan garam itu mencair, terutama bahan TiO_2 maupun Nb_2O_5 . Maka dari itu terjadilah partikel-partikel bahan dasar saling berdifusi baik antar cair dengan cair, cair dengan padat maupun padat dengan padat. Pengdifusian inilah munculnya reaksi kimia antar bahan dasar dibawah lingkungan lelehan garam (Lide, 1999). Kandungan perbandingan garam dengan bahan dasar, suhu sintering atau suhu kerjanya serta lama waktu yang diperlukan menjadi peran penting dalam menentukan terjadi reaksi kimia yang diharapkan. Untuk mengetahui NaCl dan KCl digunakan AgNO_3 .

H. Argentrometri

Argentometri merupakan analisis volumetri berdasarkan atas reaksi pengendapan dengan menggunakan larutan standar argentum. Atau dapat juga diartikan sebagai cara pengendapan atau pengendapan kadar ion halida atau

kadar Ag^+ itu sendiri dari reaksi terbentuknya endapan dan zat uji dengan titran AgNO_3 . Pada titrasi argentometri, zat pemeriksaan yang telah dibubuhi indikator dicampur dengan larutan standar garam perak nitrat (AgNO_3). Dengan mengukur volume larutan standar yang digunakan sehingga seluruh ion Ag^+ dapat tepat diendapkan, kadar garam dalam larutan pemeriksaan dapat ditentukan (Day RA, 1992)

Proses argentometri termasuk dalam titrasi yang menghasilkan endapan dan pembentukan ion kompleks. Proses argentometri menggunakan AgNO_3 sebagai larutan standar. Proses ini biasanya digunakan untuk menentukan garam-garam dari halogen dan sianida. Karena kedua jenis garam ini dapat membentuk endapan atau senyawa kompleks dengan ion Ag^+ .

Indikator absorpsi adalah zat yang dapat diserap oleh permukaan endapan dan menyebabkan timbulnya warna. Pengendapan ini dapat diatur agar terjadi pada titik ekuivalen antara lain dengan memilih macam indikator yang dipakai dan pH. Sebelum titik ekuivalen tercapai, ion Cl^- berada dalam lapisan primer dan setelah tercapai ekuivalen maka kelebihan sedikit AgNO_3 (Khopkhar, SM. 1990)

I. Simultaneous Thermal Analysis (STA)

Analisa termal merupakan suatu analisa dengan memberikan input kalor untuk mengetahui karakteristik sampel. Suatu analisis termal memiliki keuntungan yaitu jumlah material yang dibutuhkan hanya sedikit. Hal ini memastikan keseragaman distribusi suhu dan resolusi yang tinggi. Ketika struktur kristal atau ikatan kimia dari suatu material berubah, perubahan

tersebut akan berimbas kepada perubahan penyerapan atau pelepasan panas yang mengakibatkan perubahan suhu material yang terjadi tidak linier/tidak sebanding dengan referensi inert.

Dengan menganalisa data rekam perubahan tersebut, dapat diketahui suhu dimana suatu struktur kristal atau ikatan kimia berubah, perhitungan kinetik energi, enthalpi energy.(sukaryo,dkk:2012). STA dapat digunakan untuk analisa struktur gelas, transisi fasa polimorfik, penentuan diagram fasa, jalur dekomposisi, kinetika energi, perhitungan entalpi dan kapasitas panas.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Setelah melakukan sintesis KNN dan KNLN dengan metoda molten salt didapatkan nilai parameter kisi untuk KNN $a=3,896643 \text{ \AA}$ $c=3,930672 \text{ \AA}$; KNLN3% $a=3,879852 \text{ \AA}$ $c=3,925529 \text{ \AA}$; KNLN 4.5% $a=3,879852 \text{ \AA}$ $c=3,905093 \text{ \AA}$; KNLN 6% $a=3,871512 \text{ \AA}$ $c=3,913582 \text{ \AA}$; KNLN 10% $a=3,879852 \text{ \AA}$ $c=3,922108 \text{ \AA}$. Jika dibandingkan dengan database ternyata menghasilkan struktur ortorombik dan tetragonal.

Berdasarkan data yang diperoleh, terlihat bahwa nilai parameter kisi pada penambahan dopan Li_2CO_3 (0%-3%) cenderung mengalami penurunan. Sedangkan pada penambahan Li_2CO_3 (4.5%-10%) mengalami kenaikan. Semakin besar nilai parameter kisi yang didapat maka akan semakin besar pergeseran struktur yang terjadi. Dari nilai-nilai parameter kisi yang didapat, nyata terjadi perubahan struktur dari orthorombik ke tetragonal pada penambahan dopan Li_2CO_3 (4.5%-10%)

B. Saran

Untuk mengetahui konstanta dielektrik dari bahan piezoelektrik yang diteliti maka disarankan melanjutkan dengan pemolangan. Untuk mendapat proses sintesa dengan metoda molten salt yang efektif disarankan menggunakan perbandingan bahan katalisator dengan bahan dasar 1:2.