

Pengaruh Temperatur Sintering pada Konstanta Dielektrik Barium Stronsium Titanat ($\text{Ba}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{TiO}_3$) yang dibuat dengan Metode Reaksi Fasa Padat

Alpi Zaidah,¹ Suwarni,¹ Agus Supriyanto,² Anif Jamaluddin,³ dan Yofentina Iriani^{2,*}

¹Jurusan Ilmu Fisika Program Pascasarjana, Universitas Sebelas Maret Surakarta
Jl. Ir. Sutami No.36 A Kentingan, Surakarta 57126

²Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret
Jl. Ir. Sutami No.36 A Kentingan, Surakarta 57126

³Program Studi Fisika, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan,
Universitas Sebelas Maret Surakarta//Jl. Ir. Sutami No.36 A Kentingan, Surakarta 57126

Intisari

Pembuatan sampel $\text{Ba}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{TiO}_3$ (BST) telah dilakukan dengan metode reaksi fasa padat. Sampel disintering pada suhu 900, 1000, dan 1100°C dengan *holding time* selama 2 jam. Karakterisasi pada sampel dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD). Besarnya konstanta dielektrik diperoleh melalui pengujian dengan RLC meter. Berdasarkan analisa dengan perhitungan parameter kisi BST dengan suhu sintering 900, 1000, dan 1100°C adalah $a = b = c$ berturut-turut 3,913, 3,910, dan 3,915 nm. Nilai parameter kisi $a = b = c$ menunjukkan struktur kristal berbentuk kubik. Ukuran kristal dan regangan kisi sampel dengan suhu sintering 900, 1000, dan 1100°C berturut-turut adalah 93 nm, 104 nm, 110 nm dan 1,58%, 1,51%, 1,49%. Pengukuran konstanta dielektrik (K) dilakukan pada rentang frekuensi 0,01 hingga 10 kHz. Nilai maksimum terdapat pada nilai frekuensi minimum. Nilai K sampel dengan suhu sintering 900, 1000, dan 1100°C masing-masing sebesar 1388, 3299 dan 3870 pada frekuensi minimum.

Abstract

$\text{Ba}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{TiO}_3$ samples have been fabricated by solid state reaction. The samples were sintered at temperature 900, 1000, and 1100°C for 2 hours. Characterization of sample using XRD. The analysis exhibits that the cubic lattice parameter of BST sintered at 900, 1000, and 1100°C are $a = b = c$ respectively 3.913, 3.910, 3.915 nm. The particle sizes and lattice strains of sampel sintered at 900, 1000, and 1100°C respectively 93 nm, 104 nm, 110 nm and 1.58%, 1.51%, 1.49%. Dielectric constant (K) measurements were performed at the range of frequency 0.01 to 10 kHz where the values are maximum at a minimum frequency. The K values for samples sintered at 900, 1000, and 1100°C at minimum frequency are 1388, 3299 and 3870 respectively.

KATA KUNCI: BST, solid state reaction, dielectric constant, XRD

I. PENDAHULUAN

Potensi penggunaan bahan ferroelektrik dalam bidang elektronik beberapa tahun terakhir ini telah tumbuh dengan cepat dan mulai diberikan penghargaan terhadap aplikasinya [1]. Penelitian bahan ferroelektrik ini sangat banyak diminati oleh para peneliti, karena material ferroelektrik mampu menghasilkan devais elektronik dengan kualitas yang lebih bagus, lebih efektif dan efisien [2]. Pemanfaatan bahan ferroelektrik sangat luas dalam aplikasi dielektrik, salah satunya sebagai dielektrik pada *Dynamic Random Access Memory* (DRAM) dan *Ferroelectric Random Acces Memory* (FRAM), karena memiliki konstanta dielektrik tinggi dan kapasitas penyimpanan muatan yang tinggi (*high charge storage capacity*) [3].

Lapisan tipis barium stronsium titanat (BST) telah menjadi perhatian sejumlah peneliti sejak 1990-an. 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 SrTiO_3 ditambahkan pada barium titanat, ion Sr^{2+} menggantikan ion Ba^{2+} . Akibatnya, temperatur Curie bergeser ke temperatur yang lebih rendah. temperatur Curie barium titanat menurun sebanding dengan jumlah ion Sr yang menggantikan ion Ba [4]. Penggantian Ba^{2+} oleh Sr^{2+} dapat mengubah sifat-sifat listriknya serta dapat pula digunakan untuk mengendalikan nilai konstanta dielektrik dengan mengatur komposisi larutan padatan materialnya [5].

Menurut *International Center for Diffraction Data* (ICDD), $\text{Ba}_{0,5}\text{Sr}_{0,5}\text{TiO}_3$ memiliki sistem kristal kubik dengan konstanta kisi, $a = 3,947 \text{ \AA}$. Penelitian Wee *et al.* [1] menunjukkan bahwa $\text{Ba}_{0,5}\text{Sr}_{0,5}\text{TiO}_3$ memiliki struktur kristal kubik

*E-MAIL: yopen.2005@yahoo.com

paraelektrik dengan parameter kisi $a = b = c = 3,958 \text{ \AA}$ dengan $\alpha = 90^\circ$. Nilai konstanta dielektrik yang dihasilkan sebesar 15 pada rentang frekuensi 2 hingga 3 GHz. Berbagai penelitian tentang sintesis ($\text{Ba}_x\text{Sr}_{1-x}\text{TiO}_3$) telah dilakukan dengan berbagai metode, seperti metode sol gel, metode Pachini, dan metode reaksi padatan [6].

Dus *et al.* [4] telah melakukan penelitian dengan serbuk BaSrTiO_3 yang diproses dengan metode sol gel. Penelitian ini menunjukkan bahwa temperatur mempengaruhi nilai konstanta dielektrik. Metode sol gel merupakan metode yang biasa digunakan, akan tetapi melibatkan langkah-langkah yang berulang serta memerlukan bahan organik dan organometalik yang mahal.

Metode reaksi fasa padat merupakan metode yang relatif sederhana yaitu dengan mencampurkan semua bahan dasar kemudian dikompaksi dilanjutkan dengan proses sintering yaitu proses penggabungan partikel-partikel serbuk melalui peristiwa difusi pada saat temperatur meningkat. Kekurangan dari metode ini adalah besarnya ukuran partikel yang dihasilkan. Sehingga perlu dilakukan proses penggerusan untuk memperoleh ukuran partikel yang lebih homogen [7].

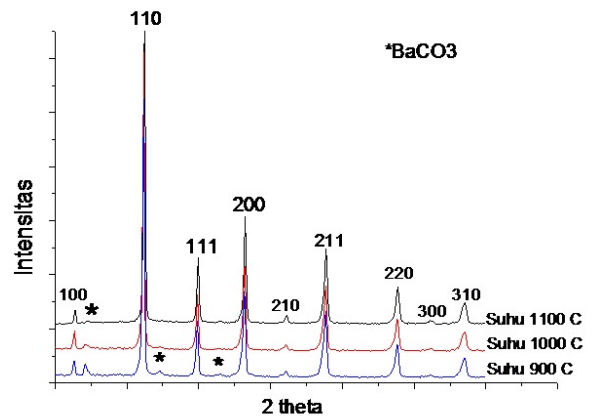
Pada makalah ini, metode yang digunakan untuk pembuatan sampel $\text{Ba}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{TiO}_3$ adalah reaksi fasa padat. Sampel BST di-sintering pada temperatur 900, 1000, dan 1100°C. Variasi temperatur sintering dapat dianalisa pengaruhnya terhadap konstanta dielektrik dan karakteristik struktur kristalnya.

II. METODE PENELITIAN

$\text{Ba}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{TiO}_3$ dibuat dengan metode reaksi fasa padat dengan mencampurkan bahan-bahan serbuk BaCO_3 , SrCO_3 , dan TiO_2 dengan proses penggerusan selama 6 jam. Penggerusan dilakukan 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 temperatur 900, 1000, dan 1100°C dengan *holding time* selama 2 jam. Sampel BST dikarakterisasi dengan instrument x-ray diffraction (XRD) Bruker D8 Advance dengan λ_{Cu} sebesar 1,5406 Å. Uji ini dilakukan untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, serta tingkat kekristalan sampel.

Data hasil pengujian XRD diplotkan di software origin sehingga muncul grafik yang menunjukkan puncak-puncak difraksi dari sampel. Puncak-puncak difraksi dibandingkan dengan database PCPDFWIN sehingga dapat diketahui puncak-puncak tersebut adalah puncak-puncak difraksi dari sampel. Dari puncak-puncak difraksi dapat diketahui nilai *Full Width Half Maximum* (FWHM), dapat diketahui struktur kristal, parameter kisi serta tingkat kekristalan dari sampel.

Besarnya konstanta dielektrik diperoleh melalui pengujian dengan RLC meter digital (LCR-800 Series Gwinstek). Data yang diperoleh berupa nilai kapasitansi dan faktor disipasi. Nilai konstanta dielektrik dapat diketahui dengan Pers.(1), dengan K adalah nilai konstanta dielektrik, C adalah kapasitansi, A merupakan luasan permukaan sampel, d merupakan tebal sampel, dan ϵ_0 merupakan nilai konstanta permittivitas



Gambar 1: Pola difraksi $\text{Ba}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{TiO}_3$ dengan variasi temperatur sintering 900, 1000, dan 1100°C.

TABEL I: Intensitas puncak bidang (110) variasi temperatur sintering 900, 1000, dan 1100°C.

Temperatur Sintering (°C)	Intensitas (Count)
900	26186
1000	28009
1100	29028

dielektrik ($8,85 \times 10^{-12} \text{ Farad.m}^{-1}$).

$$K = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \tag{1}$$

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik kekristalan dilakukan pengujian menggunakan XRD. Dari pengujian didapat hasil berupa pola difraksi yaitu grafik yang menunjukkan hubungan antara sudut difraksi (2θ) dengan intensitas (I).

Terbentuknya bidang kristal pada karakterisasi menggunakan peralatan XRD diidentifikasi dengan munculnya puncak-puncak dari pola difraksi yang telah dicocokkan dengan ICCD database. Komposisi $\text{Ba}_x\text{Sr}_{1-x}\text{TiO}_3$ untuk $x = 0,2$ telah diidentifikasi dengan database # 391395. Dari Gambar 1 dapat dilihat dari pola difraksi yang telah dicocokkan dengan database terlihat bahwa masih terdapat puncak BaCO_3 , ditandai dengan tanda (*) yang menunjukkan bahwa serbuk-serbuk precursor belum beraksi secara sempurna (belum homogen). Semakin bertambahnya temperatur sintering mengakibatkan puncak BaCO_3 yang muncul semakin sedikit bahkan hilang.

Intensitas tertinggi berada pada bidang kristal (110). Secara kuantitatif, besarnya intensitas puncak tertinggi pada masing-masing pola difraksi ditunjukkan oleh Tabel I. Semakin tinggi temperatur sintering maka intensitas puncak difraksi yang dihasilkan semakin tinggi pula. Hal tersebut terlihat pada perubahan intensitas dari puncak $\text{Ba}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{TiO}_3$ dari

TABEL II: Parameter kisi Ba_{0,2}Sr_{0,8}TiO₃ pada variasi temperatur sintering 900, 1000, dan 1100°C.

Temperatur Sintering (°C)	Parameter kisi (nm) (a = b = c)
900	3,913
1000	3,910
1100	3,915

temperatur sintering 900, 1000, dan 1100°C. Ini disebabkan karena ketika pada temperatur tinggi, atom-atom dari serbuk penyusun dapat berdifusi antara satu dengan lainnya sehingga reaksi yang terjadi sangat sempurna, dan atom-atom akan tersusun secara teratur.

Berdasarkan perhitungan, nilai parameter kisi dapat dilihat pada Tabel II, yang menunjukkan bahwa variasi temperatur sintering tidak mempengaruhi parameter kisi suatu kristal. Nilai parameter kisi a = b = c menunjukkan struktur kristal berbentuk kubik. Ba_{0,2}Sr_{0,8}TiO₃ memiliki struktur kristal kubik.

$$\text{Crystallinity} = \frac{I_{\text{puncak max}} - I_{\text{puncak min}}}{I_{\text{puncak max}}} \quad (2)$$

Tingkat kekristalan suatu material dapat ditentukan dengan mengikuti Pers.(2). Sampel BST dengan temperatur sintering 900°C memiliki tingkat kekristalan sebesar 97,05%. Sedangkan sampel BST dengan temperatur sintering 1000°C memiliki tingkat kekristalan sebesar 97,54% dan sampel BST dengan temperatur sintering 1100°C memiliki tingkat kekristalan 97,32%. Dari hal tersebut, dapat disimpulkan bahwa semakin besar temperatur sintering, kecenderungan sampel BST yang dihasilkan memiliki tingkat kekristalan yang semakin tinggi pula. Hal ini dikarenakan pada temperatur tinggi atom-atom lebih mudah berdifusi dengan atom lainnya sehingga ikatan antar atom akan semakin kuat dan teratur.

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

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

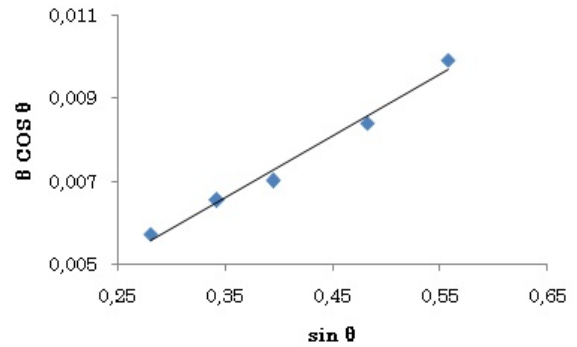
Persamaan Scherrer pada Pers.(3) menunjukkan hubungan antara *full width half maximum* (FWHM) dengan ukuran kristal (D). Nilai FWHM dari sampel Ba_{0,2}Sr_{0,8}TiO₃ dihitung menggunakan software Origin. Nilai FWHM (β) digunakan untuk menghitung ukuran kristal (D) dan regangan kisi (η) dari setiap sampel dengan variasi temperatur yang berbeda. Nilai β merupakan nilai FWHM, θ merupakan sudut difraksi, k merupakan konstanta Scherrer, dan λ merupakan panjang gelombang sinar-X.

Sudut difraksi digunakan untuk menghitung besar ukuran kristal dari grafik hubungan antara $\sin \theta$ dengan $\beta \cos \theta$ sehingga didapat grafik linier seperti pada Gambar 2. Persamaan linier yang didapat digunakan untuk menghitung nilai ukuran kristal (D) yang dinyatakan dalam nm dan regangan kisi (η) yang dinyatakan dalam (%).

Grafik pada Gambar 2 menghasilkan persamaan linier $y = 0,0149x + 0,0014$. Nilai regangan kisi berdasarkan persamaan

TABEL III: Ukuran butir kristal (D) dan regangan kisi (η) dari sampel Ba_{0,2}Sr_{0,8}TiO₃ dengan variasi temperatur sintering 900, 1000, dan 1100°C.

Temperatur sintering (C)	Ukuran kristal (nm)	Regangan kisi (%)
900	93	1,58%
1000	104	1,51%
1100	110	1,49%



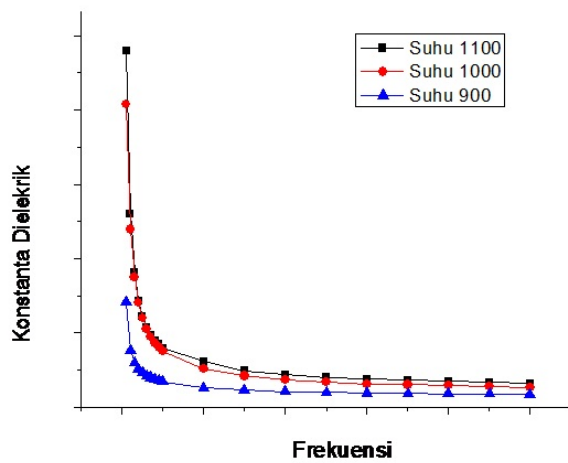
Gambar 2: Grafik hubungan $\beta \cos \theta$ dengan $\sin \theta$ Ba_{0,2}Sr_{0,8}TiO₃ pada temperatur sintering 1100°C.

tersebut sebesar 1,49% dan ukuran kristalnya sebesar 110 nm. Perbandingan ukuran kristal dan regangan kisi ketiga sampel ditunjukkan pada Tabel 3.

Seiring bertambahnya temperatur, nilai FWHM semakin kecil dan ukuran kristal semakin besar. Hal ini sesuai dengan persamaan Scherrer, bahwa FWHM dan ukuran kristal berbanding terbalik. Semakin besar regangan kisi akan menghasilkan ukuran kristal yang semakin kecil. Regangan kisi BST dengan temperatur sintering 900°C lebih besar dibandingkan BST dengan temperatur sintering 1000 dan 1100°C. Ukuran kristal sampel dengan temperatur sintering 900°C lebih kecil jika dibandingkan dengan ukuran kristal sampel dengan temperatur sintering 1000 dan 1100°C. Hal tersebut menunjukkan bahwa perubahan temperatur sintering mempengaruhi pertumbuhan kristal. Pertumbuhan kristal semakin tinggi seiring bertambahnya temperatur sintering kemungkinan disebabkan adanya atom-atom yang berdifusi.

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 temperatur sintering 1100°C lebih besar dibandingkan sampel dengan temperatur sintering 900 dan 1000°C. Nilai konstanta dielektrik kedua sampel memiliki nilai maksimal pada frekuensi terendah yang diberikan, yaitu 0,01 kHz. Besar masing-masing nilai konstanta dielektrik



Gambar 3: Grafik respon konstanta dielektrik terhadap perubahan frekuensi $\text{Ba}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{TiO}_3$.

pada frekuensi tersebut adalah 1388, 3299 dan 3870 untuk sampel dengan temperatur sintering 900, 1000, dan 1100°C.

IV. SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian ini, dapat diketahui bahwa perbedaan temperatur sintering berpengaruh terhadap karakteristik BST yang dihasilkan. Semakin tinggi temperatur sintering, menyebabkan ukuran kristal dan tingkat kristalinitas dari $\text{Ba}_{0,2}\text{Sr}_{0,8}\text{TiO}_3$ semakin besar dan konstanta dielektrik yang semakin tinggi.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terimakasih atas kerjasama dan dukungan dana melalui Hibah Pascasarjana DIPA PNBPN UNS dengan nomor kontrak, No:501/UN27.11/PN/2014.

-
- [1] F.H. Wee, *et al.*, Progress in Electromagnetik Research, **121**, 181-213 (2011).
 [2] A. Ioachim, *et al.*, Romanian Journal of Information Science and Technology, **10**(4), 347-354 (2007).
 [3] J.-Y. Seo, Sung-Woo Park, **Journal of Korean**, (2004).
 [4] B.W. Dus, *et al.*, **Material Science-Poland**, **25**(3), (2007).
 [5] M.M. Vijatovic, J.D. Bobic, and B.D. Stojanovic, *History and*

- Challenges of Barium Titanate: Part II. Science of Sintering*, **40**, 235-244 (2008).
 [6] A. Ries, *et al.*, Materials Characterization, **50**, 217-221 (2003).
 [7] C. Kao, and W. Yang, Applied Organometallic Chemistry, **13**, 383-397 (1999).