

Karakterisasi Pengaruh Suhu *Sintering* Pada Barium Stronsium Titanat ($Ba_{0,1}Sr_{0,9}TiO_3$) Menggunakan *X-Ray Diffraction* Dan RCL Meter

Alpi Zaidah

Program Studi Pendidikan Ilmu Pengetahuan Alam (IPA) Institut Pendidikan Nusantara Global
Jalan Raya Praya Mantang Km. 07 Aik Mual, Lombok Tengah-NTB 85311

Email: alpizaidah@nusantaraglobal.ac.id

Abstrak: Pembuatan sampel $Ba_{0,1}Sr_{0,9}TiO_3$ telah dilakukan dengan metode *solid state reaction*. Sampel di-*sintering* pada suhu $900^\circ C$ dan $1000^\circ C$. Uji kekristalan dilakukan dengan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD). RCL Meter untuk mengetahui besarnya konstanta dielektrik. Berdasarkan analisa dengan perhitungan, parameter kisi BST dengan suhu *sintering* $900^\circ C$ adalah $a=b=c=3,908$ nm. Parameter kisi $a=b=c=3,909$ nm untuk sampel BST dengan suhu *sintering* $1000^\circ C$. Nilai parameter kisi $a=b=c$ menunjukkan struktur kristal berbentuk kubik. Karakterisasi kekristalan yaitu semakin tinggi suhu *sintering* maka ukuran kristal akan semakin besar. Ukuran kristal dan regangan kisi sampel dengan suhu *sintering* $900^\circ C$, dan $1000^\circ C$ masing-masing sebesar 65 nm, 67 nm dan 0,91%, 0,84%. Untuk konstanta dielektrik (K) dilakukan pengukuran pada rentang frekuensi 0,01 hingga 100 kHz. Nilai K sampel dengan suhu *sintering* $900^\circ C$, $1000^\circ C$ masing-masing sebesar 4479, 8720 pada frekuensi 0,01 kHz.

Kata kunci: *BST, solid state reaction, XRD, parameter kisi, konstanta dielektrik*

PENDAHULUAN

Perkembangan material feroelektrik merupakan material yang sangat menarik untuk dipelajari karena memiliki aplikasi dalam berbagai bidang diantaranya adalah bidang elektronika^[1]. Lapisan tipis barium stronsium titanat (BST) telah menjadi perhatian sejumlah peneliti sejak tahun 1990-an karena memiliki konstanta dielektrik tinggi pada suhu kamar dan kapasitas penyimpanan muatan yang tinggi (*high charge storage capacity*) sehingga sangat berpotensi dalam aplikasi dielektrik diantaranya sebagai dielektrik pada *Dynamic Random Access Memory (DRAM)* dan *Ferroelectric Random Acces Memory (FRAM)*^[2].

BST dengan rumus $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ merupakan hasil pencampuran dari barium titanat ($BaTiO_3$) dan stronsium titanat ($SrTiO_3$)^[3]. Material ini memiliki sifat-sifat yang sangat menarik diantaranya yaitu memiliki konstanta dielektrik yang tinggi, memiliki kemampuan *tunability* medan listrik yang tinggi, memiliki *loss* dielektrik yang rendah, memiliki densitas kebocoran arus yang rendah dan stabilitas termal yang baik^[4].

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. Penambahan Stronsium ke dalam barium titanat dapat menyebabkan penurunan suhu curie dan perubahan struktur^[5]. Penurunan suhu curie terhadap suhu ruang akan menyebabkan semakin besar nilai konstanta dielektrik dari Barium Stronsium Titanat^[6].

Menurut *International Center for Diffraction Data (ICDD)*. $Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO_3$ memiliki sistem kristal kubik dengan konstanta kisi, $a = 3,947 \text{ \AA}$. Penelitian Wee *et al* menunjukkan bahwa $Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO_3$ memiliki struktur kristal kubik 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^[7].

Berbagai penelitian tentang sintesis ($Ba_xSr_{1-x}TiO_3$) telah dilakukan dengan berbagai metode, seperti metode *sol gel*, metode Pachini, dan metode reaksi padatan^[8]. Pembuatan sampel Barium Strontium Titanat (BST) dalam bentuk

bulk dapat menggunakan metode reaksi padatan [9].

Dus *et al* telah melakukan penelitian dengan serbuk BaSrTiO₃ yang diproses dengan metode *sol gel*. Penelitian ini menunjukkan bahwa suhu 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^[10].

Metode *solid state reaction* 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 suhu meningkat. Kekurangan dari metode ini adalah besarnya ukuran partikel yang dihasilkan. Sehingga perlu dilakukan proses penggerusan untuk memperoleh ukuran partikel yang lebih homogen^[11].

Pada makalah ini, metode yang digunakan untuk pembuatan sampel Ba_xSr_{1-x}TiO₃ (x=0,4;0,3 dan 0,2) adalah *solid state reaction*. Sampel BST di-*sintering* pada suhu 1100 °C. Variasi komposisi mol Ba (x) dapat dianalisa pengaruhnya terhadap konstanta dielektrik dan karakteristik struktur kristalnya.

METODE PENELITIAN

Ba_xSr_{1-x}TiO₃ dibuat dengan metode *solid state reaction* dengan mencampurkan bahan-bahan serbuk BaCO₃, SrCO₃, dan TiO₂ 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 suhu 1100 °C dengan holding time selama 2 jam. Sampel BST dikarakterisasi dengan instrument *x-ray diffraction* (XRD) Bruker D8 Advance dengan λCu sebesar 1,5406 Å. Uji ini dilakukan untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi, serta tingkat kekristalan sampel. Pengolahan data dilakukan menggunakan *software* GSAS dengan metode Rietveld.

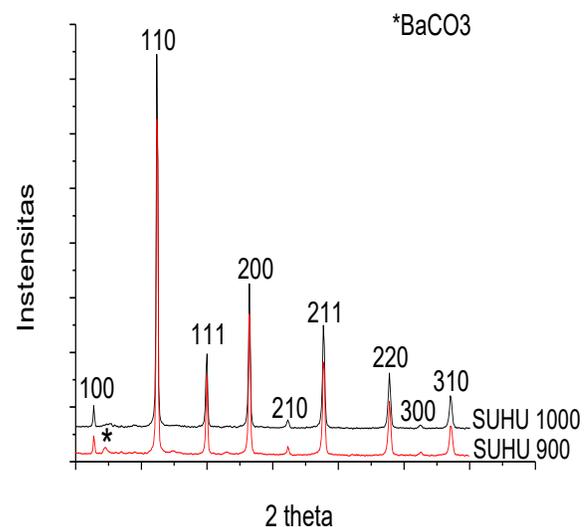
Besarnya konstanta dielektrik diperoleh melalui pengujian dengan RLC meter digital

(LCR-800 Series Gwinstek). Data yang diperoleh berupa nilai kapasitansi dan faktor disipasi. Nilai konstanta dielektrik dapat diketahui dengan Persamaan (1), dimana *K* adalah nilai konstanta dielektrik, *C* adalah kapasitansi, *A* merupakan luasan permukaan sampel, *d* merupakan tebal sampel, dan ε₀ merupakan nilai konstanta permitivitas dielektrik (8,85x10⁻¹² Farad.m⁻¹).

$$K = \frac{Cd}{\epsilon_0 A} \quad (1)$$

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*).



Gambar 1. Pola difraksi Ba_{0,1}Sr_{0,9}TiO₃ dengan variasi suhu *sintering* 900°C dan 1000°C

Terbentuknya bidang kristal pada karakterisasi menggunakan peralatan XRD diidentifikasi dengan munculnya puncak-puncak dari pola difraksi yang telah dicocokkan dengan ICDD database. Komposisi Ba_xSr_{1-x}TiO₃ untuk x=0,4;0,3 dan 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 BaCO₃, ditandai dengan tanda (*) hal ini dikarenakan dalam proses pencampuran masih ada bahan yang belum tercampur secara

homogen dan memiliki intensitas rendah sehingga menyebabkan pola difraksi untuk BST masih terdapat bahan penyusun BaCO₃.

Pada Gambar 1. menunjukkan variasi komposisi mol Ba dan Sr menyebabkan pergeseran sudut difraksi (2θ). Semakin besar komposisi mol Sr maka sudut difraksi akan semakin besar atau dengan kata lain sudut difraksi bergeser ke kanan. Hal ini terkait dengan jari-jari atom Sr yang lebih kecil dari jari-jari atom Ba yaitu 1,12 Å dan 1,34 Å. Perbedaan jari-jari atom menyebabkan parameter kisi berbeda sehingga posisi atom juga akan berbeda sehingga ketika sampel dikenai sinar-X maka puncak kristanya juga akan berbeda.

Parameter kisi Ba_xSr_{1-x}TiO₃ dengan variasi komposisi mol Ba dan Sr diperoleh dari proses *refinement* dengan metode Rietveld ditunjukkan pada tabel 1.

Tabel 1. Parameter kisi Ba_{0,1}Sr_{0,9}TiO₃ dengan variasi suhu *sintering* 900°C dan 1000°C

Suhu Sintering (°C)	Parameter kisi (nm) (a=b=c)
900	3,908
1000	3,909

Parameter kisi $a = b = c$ menunjukkan sampel BST mempunyai struktur kristal kubik. Ba_xSr_{1-x}TiO₃ dengan $x=0,4;0,3$ dan $0,2$ memiliki struktur kristal kubik. Nilai parameter kisi dipengaruhi banyaknya komposisi Ba dan Sr. Semakin banyak komposisi Ba menyebabkan nilai parameter kisi a , b , dan c semakin besar pula.

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

Tingkat kekristalan suatu material dapat ditentukan dengan mengikuti Persamaan 2. Sampel BST dengan $x=0,4$ memiliki tingkat kekristalan sebesar 95,93%. Sedangkan sampel BST dengan $x=0,3$ memiliki tingkat kekristalan sebesar 97,01% dan sampel BST dengan $x=0,2$ memiliki tingkat kekristalan 97,32%. Meningkatkan nilai intensitas

mengidentifikasi bahwa nilai kristanilitas meningkat. Tingkat kekristalan menyatakan tingkat keteraturan struktur atom pada suatu material.

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

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

Persamaan Scherrer pada Persamaan (3) menunjukkan hubungan antara *full width half maximum* (FWHM) dengan ukuran kristal (D). Nilai FWHM dari sampel Ba_xSr_{1-x}TiO₃ dihitung menggunakan software Origin. Nilai FWHM (β) digunakan untuk menghitung ukuran kristal (D) dan regangan kisi (η) dari setiap sampel dengan variasi suhu 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 (%).

Tabel 2. Ukuran butir kristal (D) dan regangan kisi (η) dari sampel Ba_xSr_{1-x}TiO₃ dengan suhu *sintering* 1100°C.

Suhu Sintering (°C)	Ukuran kristal (nm)	Regangan kisi (%)
900	65	0,91 %
1000	67	0,84 %

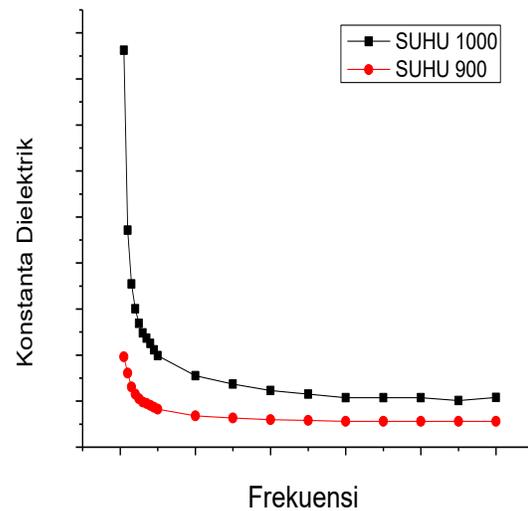
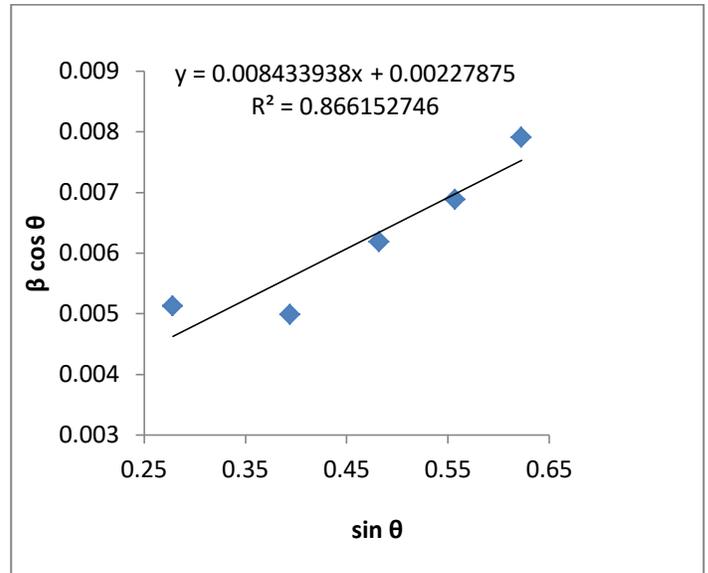
Gambar 2. Grafik hubungan $\beta \cos \theta$ dengan $\sin \theta$ Ba_{0,1}Sr_{0,9}TiO₃ pada suhu *sintering* 1000°C.

Grafik pada Gambar 2 menghasilkan persamaan linier $y=0,0125x + 0,0022$. Nilai regangan kisi berdasarkan persamaan tersebut sebesar 1,25 % dan ukuran kristalnya sebesar 69 nm. Perbandingan ukuran kristal dan regangan kisi ketiga sampel ditunjukkan pada Tabel 2.

Pengaruh variasi Sr terhadap ukuran kristal yaitu semakin besar penambahan Sr maka ukuran kristal akan semakin besar. Ukuran kristal

semakin besar seiring dengan bertambahnya mol Sr, secara mikroskopis hal ini karena jari-jari atom Sr yang lebih kecil dibandingkan jari-jari atom Ba. Jari-jari atom Sr dan Ba masing-masing adalah 1,12 Å dan 1,34 Å. Semakin banyak Sr yang menggantikan Ba menyebabkan ukuran kristal akan semakin besar.

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 divariasikan dari nilai 1 kHz hingga 100 kHz. Nilai konstanta dielektrik bergantung pada nilai frekuensi yang diberikan, seperti diperlihatkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Grafik respon konstanta dielektrik terhadap perubahan frekuensi Ba_{0,1}Sr_{0,9}TiO₃.

Dari Gambar 3, dapat dilihat bahwa nilai konstanta dielektrik sampel Ba_xSr_{1-x}TiO₃ untuk x=0,2 lebih besar dibandingkan sampel dengan x=0,3 dan 0,4. Penambahan variasi mol Sr yang semakin besar mempengaruhi besarnya nilai kapasitansi sehingga konstanta dielektrik juga semakin besar karena struktur kristal juga semakin meningkat.

Nilai konstanta dielektrik kedua sampel memiliki nilai maksimal pada frekuensi terendah yang diberikan, yaitu 1 kHz. Besar masing-masing nilai konstanta dielektrik pada frekuensi

tersebut adalah 265, 277 dan 307 untuk sampel dengan $x=0,4;0,3$ dan $x=0,2$.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian ini, dapat diketahui bahwa perbedaan variasi komposisi mol Ba dan Sr berpengaruh terhadap karakteristik BST yang dihasilkan. Besarnya nilai ukuran kristal dipengaruhi banyaknya penambahan mol Sr, semakin besar penambahan mol Sr ukuran kristal semakin besar dan konstanta dielektrik yang semakin tinggi. BST dengan $x=0,4$ sebesar 65 nm dengan nilai konstanta dielektrik 265 pada frekuensi 1 kHz. Sedangkan ukuran kristal BST dengan $x=0,3$ sebesar 66 nm dengan nilai konstanta dielektrik 277 dan ukuran kristal BST dengan $x=0,2$ sebesar 69 nm dengan konstanta dielektrik 307.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulisan ini banyak mendapatkan bantuan bagi penulis. Oleh sebab itu diucapkan terima kasih, terutama kepada Bapak Dr. A. Thalib, MA selaku Rektor Institut Pendidikan Nusantara Global.

DAFTAR RUJUKAN

- Ioachim, A., Toacsan, M.I., Nedelcu, L., Banciu, M.G., Dutu, C.A., Buda, M., Popescu, M., Scarisoreanu, N., Dinescu, M. 2007. Dielectric Properties of (Ba,Sr)TiO₃ Thin Film for Applications in Electronics. *Romanian Journal of Information Science and Technology*, Vol. 10, No. 4, pp.347-354.
- Seo, Jin-Yong, Sung-Woo Park., 2004. Chemical Mechanical Planarization Characteristic of Ferroelectric Film for FRAM Application. *Journal of Korean Physics Society*, Vol 45, No. 3, pp.769-772.
- Sunandar, C. 2006. Penumbuhan Film Ba_xSr_{1-x}TiO₃ dan BaFeSrTiO₃ dan Observasi Sifat Ferroelektriknya. Skripsi. Departemen Fisika FMIPA IPB Bogor.
- Iriani Y, Hikam M, Soegijono B, dan Mudzakir I. 2007. Pengaruh Heating Rate pada Jumlah Lapisan terhadap Sifat Listrik (Kurva Histeris) pada Lapisan Tipis Barium Strontium Titanat. *Indonesian Material Journal Edisi khusus Desember 2008*, halaman 205 – 208.
- Vijatovic, M. M., Bobic, J. D., and Stojanovic, B. D. 2008. History and Challenges of Barium Titanate: Part II. *Science of Sintering*, Vol. 40, pp. 235-244.
- Dus, B. W., Czekaj, A. L., Orkisz, T., Adamczyk, M., Osinska, K., Kozielski, L., and Czekaj, D. 2007. The Sol-Gel Synthesis of Barium Strontium Titanate Ceramics. *Material Science-Poland*, Vol. 25, pp.3203-3206.
- Wee, F. H., Malek, F., Sreekantan, S., Al-Amani, A. U., Ghani, F., and You, K. Y. 2011. Investigation of the Characteristics of Barium Strontium Titanate (BST) Dielectric Resonator Ceramic Loaded on Array Antennas. *Progress In Electromagnetic Research*, Vol. 121, pp.181-213.
- Ries, A., Simoes, A. Z., Cilense, M., Zaghete, M. A., & Varela, J. A. 2003, *Materials Characterization*, Vol 50, pp. 217-221.
- Ramlan, dan Akhmad A.B. 2011. Pengaruh Suhu dan Waktu Sintering terhadap sifat Bahan Porselen untuk Bahan Elektrolit Padat (Komponen Elektronik). *Jurnal Penelitian Sains*, Vol 14 No 3(B) 14305.
- Kao, C. and Yang, W. 1999. Preparation of Barium Strontium Titanate Powder from Citrate Precursor. *Applied Organometallic Chemistry*, Vol. 13, pp. 383-397