

TUGAS AKHIR - SF 141501

SINTESIS K<sub>0,5</sub>Na<sub>0,5</sub>VO<sub>3</sub> DENGAN METODE REAKSI PADAT, SIFAT DIELEKTRIK DAN POTENSI SEBAGAI *CO-FIRING AGENT* 

ALFIAN PUTRA SAMBANYU NRP. 1112 100 002

Dosen Pembimbing Prof. Dr. Suasmoro, DEA

Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2016



#### FINAL PROJECT - SF 141501

# SYNTHESIS Ka<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>VO<sub>3</sub> USING SOLID STATE REACTION, DIELECTRIC PROPERTIES AND POTENTIAL AS CO-FIRING AGENT

ALFIAN PUTRA SAMBANYU NRP 1112 100 002

Advisor Prof. Dr. Suasmoro, DEA

Physics Department Faculty of Mathematics and Science Sepuluh Nopember Institute of Technology Surabaya 2016

# SINTESIS K<sub>0,5</sub>Na<sub>0,5</sub>VO<sub>3</sub> DENGAN METODE REAKSI PADAT, SIFAT DIELEKTRIK DAN POTENSI SEBAGAI *CO-FIRING AGENT*

#### **TUGAS AKHIR**

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Sains pada Bidang Fisika Material Program Studi S-1 Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember

> Oleh: ALFIAN PUTRA SAMBANYU NRP 1112100002



#### Sintesis K0,5Na0,5VO3 Dengan Metode Reaksi Padat, Sifat Dielektrik dan Potensi Sebagai *Co-Firing Agent*

Nama Mahasiswa	: Alfian Putra Sambanyu
NRP	: 1112100002
Jurusan	: Fisika FMIPA ITS
Dosen Pembimbing	: Prof. Dr. Suasmoro, DEA

## Abstrak

Sintesis material K<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>VO<sub>3</sub> (KNV) telah berhasil dilakukan dengan metode reaksi padat. Penentuan suhu kalsinasi dan suhu sintering material ini didasarkan pada titik leleh vanadium oksida yaitu sekitar 690°C sehingga didapatkan suhu kalsinasi 500°C dan suhu sintering 500°C dan 525°C selama masing-masing 2 jam. Hal ini dibuktikan dengan hasil *refinement* pengujian XRD material KNV vaitu memiliki fasa tunggal dengan struktur monoklinik dan grup ruang C2/c. Densitas terukur dari KNV 525 adalah 3,03 g/cc, sedangkan untuk KNV 500 adalah 3,25 g/cc. Pelet KNV yang telah disintering kemudian dilakukan pengujian sifat listrik dengan menggunakan Impedance Analyser "Solartron". Material KNV 525 dan KNV 500 cocok untuk diaplikasikan sebagai material dielektrik pada daerah frekuensi yang tinggi. Material KNV 525 memiliki faktor kualitas yang lebih baik daripada KNV 500. Daerah transisi antara polarisasi muatan ruang dengan polarisasi dipol untuk KNV 525 berada pada frekuensi 20 kHz, sedangkan untuk KNV 500 berada pada frekuensi 1,2 MHz. Material KNV dapat digunakan sebagai co-firing agent pada bahan dielektrik keramik.

Kata Kunci : co-firing agent, dielektrik, reaksi padat, vanadium oksida

# Synthesis of K<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>VO<sub>3</sub> Using Solid State Reaction, Dielectric Properties and Potential as Co-Firing Agent

Name	: Alfian Putra Sambanyu
NRP	: 1112100002
Major	: Physics, FMIPA-ITS
Advisor	: Prof. Dr. Suasmoro, DEA

#### Abstract

Materials  $K_{0.5}Na_{0.5}VO_3$  has been successfully synthesized by solid state reaction. The calcine and sintering temperature is based on the melting point of vanadium oxide which is about 690°C, so that we get suitable calcine temperature is 500°C and sintering temperature is 500°C and 525°C with 2 hours holding time. It has been proved with the refinement of XRD result that KNV material has single phase crystal with a monoclinic structure and C2/c space group. The measuring density for KNV 525 and KNV 500 sequentially is 3.03 gr/cc and 3.25 gr/cc. To measure dielectric properties of KNV pellets disc was using Impedance Analyser "Solartron". The KNV 500 and KNV 525 is suitable for high-frequency dielectric material applications. KNV 525 has better quality factor than KNV 500. The transition area between space charge polarization and dipole polarization for KNV 525 is at 20 kHz and 1.2 MHz for KNV 500. The KNV materials can be use as co-firing agent of dielectric ceramics materials.

Keywords: co-firing agent, dielectric, solid state reaction, vanadium oxide

# **DAFTAR ISI**

HALAMAN JUDUL	i
COVER PAGE	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	х
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii

# **BAB I PENDAHULUAN**

Latar Belakang	1
Rumusan Permasalahan	2
Batasan Masalah	2
Tujuan Penelitian	2
Manfaat Penelitian	2
Sistematika Laporan	2
	Latar Belakang Rumusan Permasalahan Batasan Masalah Tujuan Penelitian Manfaat Penelitian Sistematika Laporan

# BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Struktur Material Perovskite	3
Sintering Suhu Rendah	4
Karakteristik Bahan Dielektrik	5
Karakterisasi Bahan Dielektrik Keramik	6
	Struktur Material Perovskite Sintering Suhu Rendah Karakteristik Bahan Dielektrik Karakterisasi Bahan Dielektrik Keramik

# **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

3.1	Peralatan dan Bahan	9
	3.1.1 Peralatan	9

	3.1.2 Bahan	9
3.2	Prosedur Pembuatan	9
3.3	Karakterisasi Material	10
3.4	Diagram Alir	11

# BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1	Proses Kalsinasi KNV	17
4.2	Proses Sintering KNV	16
4.3	Karakterisasi Listrik	19

# BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1	Kesimpulan	31
5.2	Saran	31
DA	FTAR PUSTAKA	33
LA	LAMPIRAN	
BIO		

# DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sifat fisis dan dielektrik material bebas timbal	6
Tabel 4.1	Hasil refinement KNV yang dikalsinasi 500°C	15
	selama 2 jam	
Tabel 4.2	Hasil refinement pelet KNV yang disinter pada	18
	suhu 525°C selama 2 jam	
Tabel 4.3	Densitas terhitung KNV	19

# DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal perovskite (A) model	
	atom (B) polyhedron	3
Gambar 2.2	Plot Cole-Cole impedansi Z'-Z''	7
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian	11
Gambar 4.1	KNV meleleh setelah dikalsinasi	
	700°C selama 2 jam	14
Combor 12	Hasil pola difraksi KNV satelah	14
Gambai 4.2	dikalainasi nada subu 500°C salama 2	
	inm	15
Combor 13	Dalat KNV malalah satalah disintar	15
Gailibal 4.5	relet KINV meleteli setelan disinter	17
<b>C</b> 1 44	pada sunu 550°C selama 2 jam	1/
Gambar 4.4	Hasil pola difraksi pelet KNV	
	setelah disinter pada suhu 525°C	
	selama 2 jam	17
Gambar 4.5	Grafik hubungan antara permitivitas	
	relatif dengan frekuensi KNV yang	
	disintering 500°C pada berbagai	
	suhu	21
Gambar 4.6	Grafik hubungan antara permitivitas	
	relatif dengan frekuensi KNV yang	
	disintering 525°C pada berbagai	
	suhu	22
Gambar 4.7	Hubungan antara log permitivitas relatif	
	dengan log frekuensi pada suhu	
	27°C	23
Gambar 4.8	Grafik hubungan antara permitivitas	
	relatif dengan suhu pada berbagai	~ (
	variasi frekuensi	24
Gambar 4.9	Grafik hubungan antara tan 8 dengan	•
<b>G</b> 1 440	trekuensi	26
Gambar 4.10	Grafik hubungan antara quality factor	~-
	dengan frekuensi	27

Gambar 4.11	Grafik hubungan antara konduktivitas	
	ac dielektrik dengan frekuensi	28

# DAFTAR LAMPIRAN

ampiran 1 Data Unsur-unsur
ampiran 2 Jari-jari ion (Å)
ampiran 3 Gambar pola XRD hasil Match! KNV Kalsinasi
500°C
ampiran 4 Gambar pola XRD hasil refinement KNV 50036
Lampiran 5 Gambar pola XRD hasil Match! Pelet KNV
Sintering 525°C
ampiran 6 Gambar pola XRD hasil refinement Pelet KNV
525

# BAB I PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Pada sepuluh tahun terakhir, perovskite kalium natrium niobat (K,Na)NbO<sub>3</sub> telah banyak menarik perhatian peneliti karena sangat berpotensi untuk digunakan pada aplikasi industri. Material KNN juga dapat digunakan sebagai bahan dielektrik gelombang mikro meliputi osilator gelombang mikro dan teknologi nirkabel. Hal ini dikarenakan KNN memiliki konstanta dielektrik, *dielectric loss* dan kestabilan suhu yang baik. Material KNN memiliki konstanta dielektrik sebesar 462 dan *dielectric loss* sebesar 0,039. Namun material KNN memiliki suhu kalsinasi dan sinter yang cukup tinggi, yaitu 850°C dan 1115°C. Untuk digunakan dalam skala industri tentunya hal ini cukup sulit untuk diimplementasikan (Chang et al., 2007).

Mengingat kebutuhan industri yang semakin meningkat, baik dari segi kualitas maupun kuantitas, maka diperlukan adanya inovasi pada berbagai teknologi, salah satunya adalah pada teknologi bahan dielektrik. Untuk memenuhi kebutuhan tersebut, maka telah banyak dilakukan pengembangan salah satunya adalah dengan membuat material dielektrik komposit yang berbasis barium titanat (BaTiO<sub>3</sub>) yang dipadukan dengan nikel (Ni). Perpaduan bahan tersebut dapat meningkatkan konstanta dielektriknya hingga sekitar 11.000 dengan *dielectric loss* yang rendah, yaitu sebesar 0,0069. Namun disisi lain, untuk mensintesis material BaTiO<sub>3</sub>-Ni dibutuhkan suhu sinter yang tinggi yaitu 1200°C selama 3 jam. Hal ini tentu saja cukup sulit apabila diaplikasikan pada industri elektronik (Saleem et al,.2014).

Pada penelitian ini akan disintesis material perovskite  $(K,Na)VO_3$  dimana niobat (Nb) pada KNN akan digantikan dengan vanadium (V). Seperti yang kita ketahui, vanadium memiliki elektron valensi 5 dan berada satu grup dengan niobium dalam tabel periodik. Vanadium oksida  $(V_2O_5)$  memiliki titik leleh sebesar 690°C, sedangkan niobium oksida  $(Nb_2O_5)$  memiliki

1

titik leleh sebesar 1512°C. Berdasarkan data tersebut diharapkan dapat mensintesis material keramik dielektrik dengan suhu kalsinasi dan sintering yang lebih rendah. Selain itu diharapkan material ini dapat menjadi *co-firing agent* sehingga dapat diaplikasikan sebagai material komposit berbasis keramik maupun sebagai material campuran yang dapat menurunkan suhu sintering dan kalsinasi bahan dielektrik.

#### 1.2 Rumusan Permasalahan

Permasalahan pada penelitian ini adalah bagaimana mensintesis material  $K_{0,5}Na_{0,5}VO_3$  temperatur rendah dan mengetahui sifat listrik yang dimiliki material tersebut.

#### 1.3 Batasan Masalah

Pada penelitian ini, permasalahan dibatasi pada studi karakterisasi listrik material KNV dengan variasi suhu sintering 500°C dan 525°C selama 2 jam.

#### 1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis material  $K_{0,5}Na_{0,5}VO_3$  temperatur rendah dan mengetahui sifat listrik yang dimiliki material tersebut.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan alternatif pilihan bagi pengembangan material dielektrik dengan suhu sinter dan kalsinasi yang rendah sehingga dapat dimanfaatkan pada berbagai aplikasi elektronik dan sebagai material *co-firing agent*.

#### 1.6 Sistematika Penulisan

Penulisan Tugas akhir ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian ini. Bab I pendahuluan yang memuat latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, serta sistematika penulisan. Bab II tinjauan pustaka berisi tentang dasar-dasar teori yang digunakan sebagai acuan dari penelitian, Bab III metodologi penelitian, Bab IV hasil penelitian dan pembahasannya, dan Bab V kesimpulan dan saran.

#### BAB II TINJAUAN PUSTAKA 2.1 Struktur Material *Perovskite*

Material perovskite memiliki rumusan umum ABO<sub>3</sub>, sebuah kation dan anion membentuk susunan fcc dengan *octahedron* yang besar pada pusat unit sel, namun tidak terdapat tetrahedral (dikarenakan muatannya). Struktur perovskite ideal adalah kubik sederhana. Salah satu mineral perovskite adalah CaTiO<sub>3</sub> dan berstruktur orthorombik pada suhu ruang, lalu menjadi kubik pada suhu diatas 900°C. Keramik lain dengan struktur perovskite adalah BaTiO<sub>3</sub>, SrTiO<sub>3</sub>, dan KNbO<sub>3</sub>, dimana seluruhnya dalam bentuk umum ABO<sub>3</sub>.

Struktur perovskite terdapat pada gambar 2.1a. Anion O<sup>2-</sup> dan kation yang lebih besar memiliki jari-jari yang hampir sama, maka struktur tidak hanya ditentukan oleh O<sup>2-</sup>. Kation dan anion yang lebih besar berkombinasi membentuk susunan "*closed packed*" dengan kation yang lebih kecil, B<sup>4+</sup>, menempati interstisi oksigen pada struktur octahedral. Struktur oktahedra kemudian saling berhubungan pada sudut kubik, seperti pada gambar 2.1b.



Gambar 2.1 Struktur kristal perovskite (A) model atom (B) polihedron

Barium titanat (BaTiO<sub>3</sub>) adalah contoh dari material ferroelektri dan memiliki struktur perovskite ideal pada suhu

diatas 120°C. Pada suhu dibawah 120°C kation kecil (Ti<sup>4+</sup>) berubah posisi simetrisnya pada tiap pusat *octahedron*. Perubahan ini menghasilkan dipole listrik; yang mempolarisasi struktur, dimana menyebabkan material menjadi non kubik dan mengubah dimensi unit sel. Polarisasi listrik yang tiba-tiba ketika tidak ada medan listrik yang diberikan disebut ferroelektrisitas. Hubungan antara medan listrik dan deformasi mekanik dari unit sel disebut dengan efek piezoelektrik, dimana kita dapat mengubah sinyal listrik menjadi mekanik dan sebaliknya (Barry Carter, 2007).

#### 2.2 Sintering Suhu Rendah

Sintesis adalah suatu integrasi dari dua atau lebih elemen yang ada untukmenghasilkan suatu hasil yang baru. Metode sintesis dengan solid-state digunakan untuk membuat komposisi yang unik dan morfologi yang diperlukan untuk menghasilkan sifat yang diinginkan dalam kristal, piezoelektrik dan bahanbahan lainnya. Pada umumnya, *solid-state reacton* adalah reaksi stoikiometri serbuk pada temperatur tinggi. Keuntunggan dari metode ini adalah sederhana dan membutuhkan biaya yang lebih murah.

Sintering adalah proses pemanasan di bawah suhu leleh dan dalam bentuk padat (Solid State) untuk membentuk fase tertentu dan mengompakkan komposisi fase yang diinginkan. Sintering menyediakan energi panas untuk proses penyatuan antar partikel. Proses sintering akan berpengaruh cukup besar pada pembentukan fase kristal bahan. Fraksi fase yang terbentuk umumnya bergantung pada lama atau tidaknya proses sinter. Semakin besar suhu sintering dimungkinkan semakin cepat proses pembentukan kristal tersebut. Besar kecilnya suhu juga berpengaruh pada bentuk serta ukuran celah dan juga berpengaruh pada struktur pertumbuhan kristal. Pada proses sintering, terjadi proses pembentukan fase baru melalui proses pemanasan dimana pada saat terjadi reaksi komponen pembentuk masih dalam bentuk padat dari campuran serbuk. Hal ini bertujuan agar

butiran-butiran (grain) dalam partikel-partikel yang berdekatan dapat bereaksi dan berikatan (Wang, et al., 2012).

#### 2.3 Karakteristik Bahan Dielektrik

Teknologi pembuatan material dielektrik biasanya menggunakan teknik pencampuran serbuk biasa. Nilai tertinggi dari beberapa koefisien (konstanta dielektrik, tan  $\delta$ , dan sebagainya) didapat ketika komposisinya telah sesuai dengan stoikiometri, pengotor yang minimal, dan densitasnya semaksimal mungkin. Kontaminasi dengan bahan lain dapat diminimalkan dengan menggunakan media *milling* berbasis zirconia.

Material (Zr,Ti)PbO<sub>3</sub> mengandung unsur pokok PbO. Walaupun PbO menguap pada suhu diatas 800°C, keberadaannya harus tetap dijaga selama proses sintering pada 1300°C. Kingon, et al menggunakan metode pengontrolan atmosfer selama proses pemanasan. Selain itu penambahan PbZrO<sub>3</sub> yang menutupi seluruh bagian sampel digunakan untuk menjaga komposisi PbO tetap terjaga selama proses sintering berlangsung. PZT yang telah disintering memiliki densitas teoritis lebih dari 95% dan ukuran kristal 5-30 µm. Beberapa material dielektrik berbasis timbal lainnya telah banyak dimanfaatkan, baik yang single crystall maupun *polycrystall* karena memiliki sifat dielektrik yang baik. Diantaranya adalah (Mn,Nb)PbO<sub>3</sub>, (Mn,Nb)PbO<sub>3</sub>-PbTiO<sub>3</sub>, dan (Zn,Nb)PbO<sub>3</sub> (Moulson, 2003). Selain material berbasis timbal, telah dikembangkan material piezoelektrik bebas timbal yang ramah lingkungan. Beberapa diantaranya adalah (Bi,Na)TiO<sub>3</sub>, (K,Na)NbO<sub>3</sub>-(Bi,Sr)TiO<sub>3</sub>,  $(K,Na)NbO_3$ , dan (K,Na)NbO<sub>3</sub>-Beberapa peneliti telah (Bi,Ca,Zr)TiO<sub>3</sub>. mengembangkan komposit material keramik dielektrik. Salah satunya adalah Yan Yan et al yang meneliti tentang BatiO<sub>3</sub> yang didoping dengan komposit ZnO-Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Sedangkan Saleem et al mengembangkan material komposit keramik BaTiO<sub>3</sub>-Ni yang terbukti dapat meningkatkan konstanta dielektriknya hingga 11000 dengan tan  $\delta$ yang rendah. Tabel 2.1 menyajikan sifat dielektrik dan fisis dari beberapa material keramik dielektrik.

Komposisi	Tan δ	ε <sub>r</sub> pada 1 kHz	Suhu Sinte r (°C)	Sumber
$((K_{0.5} \text{ Na}_{0.5})_{1-} x \text{Li}_x) \text{NbO}_3 (x = 0,07)$	0,038	736	1070	Wongsaen mai et al
BaTiO <sub>3</sub>	0,02	3275	1380	Wang et al
K <sub>0.5</sub> Na <sub>0.5</sub> NbO <sub>3</sub>	0,039	462	1115	Chang et al
0.995(K <sub>0.5</sub> Na <sub>0.5</sub> ) NbO <sub>3</sub> 0.005CaTiO <sub>3</sub>	0,027	423	1115	Chang et al
BaTiO <sub>3</sub> -Ni	0,0069	11000	1200	Saleem et al

**Tabel 2.1** Sifat fisis dan dielektrik material bebas timbal

#### 2.4 Karakterisasi Bahan Dielektrik Keramik

Bahan dielektrik adalah bahan isolator yang dapat terpolarisasi ketika dikenai pada medan listrik. Bahan dieletrik sangat penting dalam kelistrikan karena beberapa sifat bahan dielektrik yaitu dapat menyimpan muatan listrik, melewatkan arus bolak-balik dan menahan arus searah.

Sifat listrik material dielektrik KNV sebagai fungsi frekuensi dapat diperoleh dengan menggunakan LCR meter. Parameter berupa nilai kapasitansi yang diperoleh dari hasil pengukuran listrik dapat digunakan untuk menentukan nilai permitivitas relatif atau konstanta dielektrik (k) material pada berbagai frekuensi dengan menggunakan persamaan berikut:

$$k = \frac{Cd}{\varepsilon_o A} \tag{2.1}$$

dimana *C* adalah nilai kapasitansi, *d* adalah tebal material dielektrik yang memisahkan dua plat sejajar atau elektroda,  $\varepsilon_o$  adalah permitivitas ruang hampa dan *A* adalah luas penampang

material dielektrik. Selain frekuensi, konstanta dielektrik juga dipengaruhi oleh suhu yang menuruti hukum Curie-Weiss:

$$k = \frac{A}{T - \theta_c} \tag{2.2}$$

dimana A adalah tetapan yang bergantung pada jenis material dan  $\theta_c$  adalah temperatur yang mendekati temperatur curie  $T_c$ . Berdasarkan persamaan 2.2, konstanta dielektrik mengalami peningkatan seiring bertambahnya temperatur dan mencapai maksimum ketika T mendekati  $\theta_c$ . Hal ini terkait dengan polarisasi maksimum yang terjadi di sekitar temperatur kritis tersebut akibat adanya perubahan fasa.

Disamping dielektrisitas, dapat pula dilakukan analisis impedansi kompleks pada material KNV. Dalam hal ini, bahan dielektrik dimodelkan sebagai rangkaian listrik ekivalen dari rangkaian seri-paralel resistor dan kapasitor dari plat sejajar seperti diilustrasikan pada Gambar 2.2 Plat sejajar yang berisi bahan dielektrik kemudian dihubungkan dengan LCR meter untuk memperoleh respon impedansi kompleks terhadap sumber arus bolak-balik.



Gambar 2.2 Plot Cole-Cole impedansi Z'-Z'' Berdasarkan Gambar 2.2 tersebut akan diperoleh plot Cole-Cole impedansi ZZ'-ZZ'' berupa kurva setengah lingkaran

(*semicircle*) dimana tiap semisirkel merupakan respon dari sebuah rangkaian paralel R-C (Suasmoro, 2012) dimana semisirkel pertama berkaitan dengan kontribusi butir (*bulk*) pada frekuensi tinggi dan semisirkel kedua berkaitan dengan kontribusi batas butir (*grain boundary*) pada frekuensi rendah. Respon listrik tersebut memenuhi persamaan berikut:

$$Z^* = R(1 - j\omega RC) / (1 + \omega^2 R^2 C^2)$$
(2.3)

Selain itu dapat ditentukan faktor kualitas dan konduktivitas ac dielektrik dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

 $\begin{aligned} Qxf &= \frac{frekuensi}{\tan \delta} \end{aligned} (2.4) \\ \sigma_{a,c} &= \omega \; \epsilon_0 \; \epsilon_{r'} \; tan \; \delta \end{aligned} (2.5) \\ dimana \; tan \; \delta \; merupakan \; faktor \; disipasi, \; \omega \; = \; 2\pi f \; , \; \epsilon_0 \; adalah \\ permitivitas \; relatif \; di \; ruang \; hampa \; (\epsilon_0 = \; 8.85 \; x \; 10^{-12} \; C^2 \; / \; J.m) \; dan \\ \epsilon_r' \; merupaka \; permitivitas \; relatif \; dari \; bahan. \end{aligned}$ 

# BAB III METODOLOGI PENELITIAN

# 3.1 Alat Dan Bahan

#### 3.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah Timbangan digital *O'haus* PA214, *Laboratory planetary mill* "Pulverisette 5" (Fritsch GmbH), Evaporator rotatif "VV Micro" (Heidolph), Furnace "Thermolyne" tipe F1400 (Barnstead), *Crucible*, Cetakan pellet diameter 13 mm, bola zirconia dan *Impedance Analyzer* "Solartron".

#### 3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Serbuk K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (*merck*), Alkohol 99%, kawat nikelin dan *Silver Conductive Paste*.

#### **3.2 Prosedur Pembuatan**

Material (K,Na)VO<sub>3</sub> disintesis dengan menggunakan metode reaksi padat. Serbuk K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, dan V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ditimbang sesuai dengan perbandingan stoikiometri yang telah dihitung. Kemudian serbuk-serbuk tersebut dicampurkan dan dimasukkan ke dalam jar serta ditambah dengan alkohol sebagai medium milling. Campuran serbuk ini di milling dengan menggunakan planetary milling dengan kecepatan 150 rpm selama 1 jam. Untuk menghilangkan kandungan alkohol, maka dilakukan pemanasan dengan menggunakan evaporator. Material (K,Na)VO<sub>3</sub> yang telah kering selanjutnya dihaluskan dengan mortar hingga berbentuk serbuk. Serbuk (K,Na)VO<sub>3</sub> dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam. Kemudian serbuk (K,Na)VO<sub>3</sub> yang telah dikalsinasi dibentuk pellet disc dan disintering pada suhu 500°C dan 525°C dengan waktu penahanan selama 2 jam.

# 3.3 Karakterisasi Material

Karakterisasi dan analisis yang digunakan pada penelitian ini meliputi:

1. Analisis Fasa dan Parameter Kisi

Pengujian dengan menggunakan *X Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui fasa apa saja yang terdapat pada material. Hasil dari pengujian XRD berupa grafik antara intensitas dan sudut difraksi. Untuk dapat mengetahui fasa material, dilakukan analisa hasil XRD dengan menggunakan software Match!. Dari data XRD juga dapat diperoleh parameter kisi bahan yang dianalisa melalui penghalusan pola terhitung dan terukur menggunakan program *Rietica* yang berbasis metode Rietveld.

2. Pengukuran Densitas

Pengukuran densitas dilakukan setelah sample dibentuk pelet dan disinter. Pengukuran densitas dilakukan dengan cara mengukur massa dan dimensi dari pelet sehingga dapat dihitung densitasnya dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

 $\rho = m/V$ 

(3.1)

dimana  $\rho$  adalah massa jenis sampel, m adalah massa sampel, dan V adalah volume sampel.

3. Karakterisasi Listrik

Karakterisasi Listrik dilakukan dengan menggunakan *Impedance Analyzer* "Solartron". Sebelum diuji terlebih dahulu sampel dilapisi dengan pasta perak dan dipanaskan 450 °C selama 30 menit kemudian dipasang kawat nikelin dengan cara dilapisi pasta perak dan dipanaskan kembali pada suhu dan waktu tertentu. Kawat nikelin berfungsi sebagai penghantar yang menghubungkan sampel dengan *Impedance Analyzer* "Solartron". Pengujian sifat listrik ini dilakukan pada suhu ruang, kemudian suhu 60°C hingga suhu 400°C dengan kenaikan 20°C.

# Berikut merupakan diagram alir dari penelitian ini Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> $V_2O_5$ K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Menghilangkan Alkohol dengan Rotatif Evaporator Pencampuran dengan Planetary Ballmill (150 rpm;1 jam) Kalsinasi (500°C;2 jam) Serbuk K<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>VO<sub>3</sub> Pengujian XRD Dibuat pelet dan disinter (500°C dan 525 °C;2 jam) Pengujian Densitas Pengujian Sifat Listrik

Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

# 3.4 Diagram Alir

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

#### BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Proses Kalsinasi KNV

Proses sintesis material  $K_{0,5}Na_{0,5}VO_3$  (KNV) dilakukan dengan menggunakan metode reaksi padat dengan mencampurkan serbuk  $K_2CO_3$ ,  $V_2O_5$  dan  $Na_2CO_3$  sesuai dengan kesetimbangan mol. Pencampuran serbuk-serbuk tersebut menggunakan *Planetary Milling* selama 1 jam. Untuk menghilangkan alkohol, maka material KNV dipanaskan dengan menggunakan *Evaporator* hingga KNV menjadi kering. Serbuk KNV yang telah dihaluskan dengan menggunakan mortar dikalsinasi untuk menghilangkan fasa-fasa yang tidak diinginkan, dalam hal ini adalah fasa CO<sub>2</sub> yang dihasilkan melalui reaksi kimia pada saat proses pencampuran material serbuk  $K_2CO_3$ ,  $V_2O_5$  dan  $Na_2CO_3$ . Berikut ini merupakan reaksi kimia pembentukan material KNV.

$$0.5 \text{ K}_2 \text{CO}_3 + 0.5 \text{ N}a_2 \text{CO}_3 + \text{V}_2 \text{O}_5 \longrightarrow 2 \text{ K}_{0.5} \text{N}a_{0.5} \text{VO}_3 + \text{CO}_2$$

Proses kalsinasi dilakukan dengan cara memanaskan suatu material dengan tujuan untuk membentuk fasa yang diinginkan. Menurut Bah et al material  $K_{0,5}Na_{0,5}NbO_3$  (KNN) dikalsinasi pada suhu 830°C selama 5 jam. Titik leleh untuk  $K_2CO_3$ ,  $Na_2CO_3$  dan  $V_2O_5$  berturut-turut adalah 891°C, 851°C dan 690°C. Dikarenakan titik leleh Vanadium Oksida adalah 690°C, maka diawali dengan memanaskan sampel pada suhu 700°C. Namun setelah dipanaskan selama 2 jam, sampel KNV meleleh dan menyatu dengan *crucible* (Gambar 4.1).

Pemanasan dilakukan pada suhu 600°C, 550°C, dan 500°C untuk mendapatkan suhu kalsinasi yang tepat dengan waktu penahanan selama 2 jam. Berdasarkan eksperimen yang telah dilakukan didapati bahwa pada pemanasan dengan suhu 500°C, material KNV tidak meleleh, sedangkan untuk suhu 600°C dan 550°C KNV meleleh dan menyatu dengan *cruisible*. Untuk membuktikan apakah telah terbentuk fasa kristalin K<sub>0,5</sub>Na<sub>0,5</sub>VO<sub>3</sub> maka serbuk KNV yang telah dikalsinasi kemudian dilakukan pengujian XRD.



Gambar 4.1 KNV meleleh setelah dikalsinasi 700°C selama 2 jam

Pada Gambar 4.2 menunjukkan pola hasil uji XRD untuk KNV yang dikalsinasi pada suhu 500°C. Dapat dilihat bahwa hasil pengujian XRD yang dianalisis menggunakan software Match! menunjukkan fasa tunggal K<sub>0.5</sub>Na<sub>0.5</sub>VO<sub>3</sub> dan tidak terdapat fasa Kemudian dilakukan analisis sekunder Rietveld untuk mencocokkan antara pola difraksi terukur dengan pola difraksi model dengan menggunakan software Rietica. Pola difraksi model didapatkan dari data ICSD. Untuk KNV adalah Calculated from ICSD using POWD-12++ 25, 285 (1997) dengan struktur kristal monoklinik dan grup ruang C2/c. Hasil yang didapatkan dari metode penghalusan (refinement) adalah parameter kisi dan sudut  $\alpha$ ,  $\beta$  dan  $\gamma$ .



Gambar 4.2. Hasil pola difraksi KNV setelah dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam

Sehingga setelah dilakukan penghalusan didapatkan data seperti pada Tabel 4.1. Dengan demikian untuk proses sintesis selanjutnya digunakan suhu kalsinasi 500°C dengan waktu penahanan selama 2 jam.

am			
R <sub>P</sub> (%)	$R_{wp}$ (%)	R-Bragg	GoF(%)
14,54	12,66	0,19	0,082
Parameter kisi			
a (Å)	b (Å)	c (Å)	Volume Sel (Å)
10,533	9,977	5,804	591,371
α (°)	β(°)		γ (°)
90	104,17		90

**Tabel 4.1** Hasil *refinement* KNV yang dikalsinasi 500°C selama 2 jam

#### 4.2 Proses Sintering KNV

Serbuk KNV yang telah dikalsinasi kemudian dibuat pelet dengan diameter 13 mm. Selanjutnya pelet KNV disinter dengan tujuan untuk memadatkan struktur mikro dan mengurangi porositas. Proses sinter pelet KNV dilakukan dengan meletakkan pelet diatas batu tahan panas dan kemudian diletakkan didalam furnace. Proses penahanan pada suhu sinter tertentu dilakukan dalam waktu dua kali satu jam. Pada masing- masing satu jam, pelet dipanaskan dimana satu sisi bersinggungan langsung dengan batu tahan panas, sedangkan yang lainnya bersinggungan langsung dengan udara. Sementara satu jam lainnya dilakukan pembalikan sisi pelet KNV. Hal ini dilakukan agar proses pemanasan pelet KNV merata sehingga pori-pori yang terdapat pada sampel dapat berkurang secara maksimal.

Penentuan suhu sinter didasarkan pada titik leleh KNV yaitu pada suhu sekitar 550°C. Proses sinter adalah proses untuk mengubah material serbuk menjadi padatan dengan cara memanaskannya dibawah titik leleh. Biasanya proses sinter dilakukan pada suhu 2/3 dari titik lelehnya. Gagasan utama dari proses sinter adalah untuk menggabungkan partikel-partikel menjadi satu tanpa melelehkannya (Carter. 2007). Kemudian dilakukan pemanaskan pelet KNV pada suhu 550°C, 525°C dan 500°C untuk mendapatkan suhu sinter yang tepat. Berdasarkan eksperimen yang telah dilakukan, pelet KNV pada suhu 550°C meleleh dan masuk ke dalam pori-pori batu tahan panas (Gambar 4.3). Sedangkan untuk suhu 525°C dan 500°C pelet KNV tidak meleleh. Selanjutnya pelet KNV yang telah disinter pada suhu 525°C diuji XRD untuk mengetahui fasa apa saja yang telah terbentuk.



Gambar 4.3 Pelet KNV meleleh setelah disinter pada suhu 550°C selama 2 jam

Hasil pola difraksi pelet KNV 525 (Gambar 4.4) diidentifikasi fasa apa saja yang terbentuk dengan menggunakan *software Match!*. Hasilnya menunjukkan fasa tunggal  $K_{0.5}Na_{0.5}VO_3$  dan tidak terdapat fasa sekunder yang terbentuk. Kemudian dilakukan proses *refinement* dengan menggunakan *software Rietica*.



Gambar 4.4. Hasil pola difraksi pelet KNV setelah disinter pada suhu 525°C selama 2 jam

R <sub>P</sub> (%)	R <sub>wp</sub> (%)	R-Bragg	GoF(%)	
12,40	10,61	0,26	0,068	
	Parameter kisi			
a (Å)	b (Å)	c (Å)	Volume Sel (Å)	
10,544	9,977	5,817	593,113	
α (°)	β(°)		γ (°)	
90	104,25		90	

**Tabel 4.2** Hasil *refinement* pelet KNV yang disinter pada suhu 525°C selama 2 jam

Struktur kristal yang telah terbentuk pada pelet KNV adalah kristal monoklinik dengan grup ruang C2/c. Untuk mendapatkan hasil tersebut digunakan data ICSD dari *Calculated from ICSD using POWD-12++ 25, 285 (1997)*.

Setelah dilakukan analisis fasa pada pelet KNV, kemudian dilakukan pengukuran densitas dengan cara mengukur volume dan massa pelet KNV dan kemudian dengan menggunakan persamaan 3.1 didapatkan densitas terhitung dari KNV. Metode ini digunakan karena ketika pelet KNV diukur densitasnya menggunakan metode Archimedes, pelet KNV berangsur-angsur larut ke dalam air. Sehingga ketika dilakukan pengulangan dalam pengambilan data massa basah dan massa di dalam air, nilainya selalu berubah-ubah. Akibatnya pelet KNV bertambah porus setelah dimasukkan ke dalam air.

Proses sinter terbagi menjadi tiga tahapan, yaitu fase awal, fase pertengahan dan fase akhir. Pada fase awal kontak antar partikel meningkat seiring dengan pertumbuhan "*neck*". Sedangkan pada fase pertengahan ditandai dengan difusi partikel dan vakansi. Fase akhir dari proses sinter adalah adanya pori-pori yang terjepit dan ditandai dengan katiadaan pori-pori yang saling berhubungan. Ketika atom berdifusi melalui pori-pori dan vakansi, dimana atom dipindahkan dari pori-pori menuju batas butir, dislokasi, atau permukaan luar dari kristal, maka pori-pori dalam material akan menghilang.

Tabel 4.3 Densitas terhitung KNV

Material	Densitas (gr/cc)
KNV 500	3,25
KNV 525	3,03

Salah satu faktor yang mempengaruhi sinter adalah suhu. Difusi merupakan hal yang paling utama dalam proses sinter. Proses necking terjadi karena adanya difusi dari atom-atom melalui batas butir dan bergabung dengan atom dari partikel lain di dekatnya. Difusi erat kaitannya dengan suhu karena atom dapat berdifusi ketika mendapatkan energi panas dari luar. Selain itu difusivitas (D) bergantung pada suhu. Energi aktivasi dari difusi bulk lebih besar daripada energi aktivasi dari difusi permukaan dan difusi batas butir. Akibatnya ketika suhu dinaikkan maka difusi bulk akan semakin besar (Barsoum. 2003). Sehingga densitas akan semakin meningkat seiring dengan meningkatnya suhu. Pada Tabel 4.3 dapat dilihat bahwa KNV dengan suhu sinter 500°C memiliki densitas yang lebih besar daripada KNV dengan suhu sinter 525°C. Hal ini dapat disebabkan karena adanya sebagian kecil KNV pada permukaan pelet yang meleleh dan masuk ke dalam pori-pori batu tahan panas. Mengingat pendeknya rentang antara suhu kalsinasi dan titik leleh dari KNV, yaitu sekitar 550°C. Akibatnya densitas dari KNV 525 lebih kecil dibandingkan dengan KNV 500.

#### 4.3 Karakterisasi Listrik

Dielektrik merupakan bahan dengan resistivitas listrik yang tinggi. Salah satu aplikasi dari bahan dielektrik adalah bahan piezoelektrik. Pada penelitian ini, karakterisasi sifat listrik dari bahan piezoelektrik adalah dengan menyatukan dua buah elektroda yang dipisahkan oleh bahan dielektrik yang selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan *Impedance Analyser "Solartron"*. Frekuensi yang digunakan dalam pengujian ini adalah 0,1 Hz hingga 32 MHz. Pengujian dilakukan pada berbagai variasi suhu, mulai suhu 27°C, 60°C hingga 400°C dengan rentang kenaikan suhu sebesar 20°C.

Secara umum hubungan antara permitivitas relatif  $(\varepsilon_r)$ dengan frekuensi ditunjukkan pada Gambar 4.5 dan 4.6, dimana pada kedua grafik tersebut menunjukkan permitivitas relatif KNV pada berbagai suhu. Permitivitas relatif menunjukkan adanya dua mekanisme polarisasi, yaitu polarisasi muatan ruang dan polarisasi dipol. Pada KNV yang disinter 500°C, penurunan permitivitas relatif pada suhu 27°C berlangsung pada rentang frekuensi 0,1 Hz hingga 800 kHz dan nilainya mulai konstan pada frekuensi 1,2 MHz. Sedangkan pada suhu 100°C nilai permitivitas relatif menurun mulai dari frekuensi 0,1 Hz hingga frekuensi 50 Hz dan mulai konstan pada frekuensi 80 Hz. Pada suhu 200°C menurun mulai dari frekuensi 0,1 Hz hingga 2019 Hz dan mulai konstan pada frekuensi 5071 Hz. Untuk suhu 300°C dan 400°C rentang frekuensi penurunan permitivitas relatif lebih lebar dibandingkan pada suhu 100°C dan 200°C. Untuk suhu 300°C permitivitas relatif menurun mulai dari frekuensi 0,1 Hz hingga 32 kHz dan mulai konstan pada frekuensi 80 kHz. Sedangkan pada suhu 400°C permitivitas relatif menurun mulai dari frekuensi 0,1 hingga frekuensi 127 kHz dan mulai konstan pada frekuensi 507 kHz. Rentang penurunan frekuensi tersebut merupakan peranan dari polarisasi muatan ruang sedangkan nilai permitivitas relatif konstan merupakan peranan dari polarisasi dipol. Peranan polarisasi muatan ruang terhadap permitivitas relatif meningkat seiring dengan adanya kenaikan suhu. Hal ini dapat dilihat dari Gambar 4.4, dimana rentang frekuensi penurunan permitivitas relatif semakin lebar seiring dengan kanaikan suhu.



Gambar 4.5 Grafik hubungan antara permitivitas relatif dengan frekuensi KNV yang disinter 500°C pada berbagai suhu

Pada KNV yang disinter 525°C, penurunan permitivitas relatif pada suhu 27°C berlangsung pada rentang frekuensi 0,1 Hz hingga 32 kHz dan nilainya mulai konstan pada frekuensi 50 kHz. Sedangkan pada suhu 100°C nilai permitivitas relatif menurun mulai dari frekuensi 0,1 Hz hingga frekuensi 320 Hz dan mulai konstan pada frekuensi 803 Hz. Pada suhu 200°C menurun mulai dari frekuensi 0,1 Hz hingga 507 Hz dan mulai konstan pada frekuensi 1273 Hz. Untuk suhu 300°C permitivitas relatif menurun mulai dari frekuensi 0,1 Hz hingga 8038 Hz dan mulai konstan pada frekuensi 12 kHz. Sedangkan pada suhu 400°C permitivitas relatif menurun mulai dari frekuensi 12 kHz. Sedangkan pada suhu 400°C permitivitas relatif menurun mulai konstan pada frekuensi 507 kHz. Retang frekuensi penurunan permitivitas relatif pada suhu 400°C lebih lebar jika dibandingkan dengan KNV 500. Hal ini menandakan adanya peningkatan peran dari muatan ruang pada frekuensi rendah.



Gambar 4.6 Grafik hubungan antara permitivitas relatif dengan frekuensi KNV yang disinter 525°C pada berbagai suhu

Apabila dilihat secara lebih detail lagi pada suhu 27°, maka dapat kita lihat dengan lebih jelas transisi dari polarisasi muatan ruang menuju polarisasi dipol seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.7. Grafik tersebut menunjukkan hubungan antara log permitivitas relatif ( $\varepsilon_r$ ) dengan log frekuensi. Pada KNV 500 terjadi transisi antara dua mekanisme polarisasi tepat pada daerah titik belok grafik, yaitu pada orde 10 MHz. Lebih tepatnya pada frekuensi 1,2 MHz. Sedangkan untuk KNV 525 transisi dua mekanisme polarisasi terjadi pada orde 10 kHz. Dimana terjadi transisi tepat pada frekuensi 32 kHz. Salah satu faktor yang mempengaruhi besar kecilnya nilai permitivitas relatif adalah densitas.



Gambar 4.7 Hubungan antara log permitivitas relatif dengan log frekuensi pada suhu 27°C

Menurut Penn et al porositas dapat mempengaruhi besarnva nilai permitivitas relatif bahan dielektrik. Semakin banyak porositas yang terdapat pada suatu bahan dielektrik, maka semakin kecil nilai permitivitas relatifnya. Pada Tabel 4.3 diketahui bahwa KNV 525 memiliki densitas yang lebih kecil dibandingkan dengan KNV 500. Sedangkan permitivitas relatif KNV 500 pada frekuensi 127 kHz adalah 129,64. Sedangkan pada frekuensi yang sama permitivitas relatif KNV 525 adalah 29,13. Mengingat bahwa porositas berbanding terbalik dengan densitas, KNV 525 dengan densitas yang lebih kecil memiliki permitivitas relatif yang lebih kecil dibandingkan dengan KNV 500. Porus dalam suatu bahan dapat dianalogikan sebagai ruang kosong yang berisi udara. Sehingga dapat dikatakan bahwa porus dalam bahan dielektrik memiliki permitivitas relatif 1 (Penn et al., 1997). Hal inilah yang menyebabkan permitivitas relatif pada KNV 525 lebih kecil daripada permitivitas relatif KNV 500.



Gambar 4.8 Grafik hubungan antara permitivitas relatif dengan suhu pada berbagai variasi frekuensi

Hubungan antara permitivitas relatif dengan perubahan suhu dapat digunakan untuk menentukan daerah transformasi fasa pada bahan dielektrik. Hal ini dapat terjadi karena ketika fasa bahan dielektrik bertransformasi maka akan terjadi polarisasi maksimum sehingga permitivitas relatif menjadi maksimum. Seperti yang dilaporkan oleh Wang et al pada KNN memiliki struktur orthorombik pada suhu ruang, kemudian bertransformasi fasa menuju tetragonal pada suhu sekitar 200°C sampai 400°C. serta fasa kubik pada suhu diatas 400°C. Seperti yang terlihat pada Gambar 4.8 terdapat dua puncak permitivitas relatif, yaitu pada suhu 120°C dan 360°C untuk frekuensi yang lebih rendah (127 kHz, 500 kHz dan 1,2 MHz). Namun pada frekuensi yang lebih tinggi (frekuensi 5 MHz, 12 MHz dan 20 MHz) terdapat tiga puncak permitivitas relatif, yaitu pada suhu 120°C, 180°C dan 360°C.

Seperti yang telah dilaporkan Shan dan Huang bahwa material KNV memiliki struktur pyroxene. Pyroxene KNV terdiri atas rantai tetrahedral VO<sub>4</sub>, oktahedra NaO<sub>6</sub> dan dodekahedra KO<sub>8</sub>. Struktur ini dibagi menjadi dua struktur, yaitu pyroxene monoklinik dan pyroxene orthorombik. Berdasarkan hasil refinement (Tabel 4.1 dan 4.2) didapatkan bahwa KNV memiliki struktur monoklinik pada suhu 27°C. Pada suhu yang lebih tinggi, KNV mengalami transformasi fasa yaitu pada suhu sekitar 120°C. Transformasi fasa ini diduga merupakan transformasi dari fasa pyroxene monoklinik menuju fasa pyroxene orthorombik. Sedangkan untuk puncak pada suhu sekitar 360°C diduga adalah transformasi fasa dari fasa pyroxene orthorombik menuju fasa kubik. Untuk puncak pada frekuensi yang lebih tinggi, yaitu pada suhu 180°C belum diketahui transformasi fasa apa yang terjadi. Diperlukan penelitian yang mendalam untuk mengungkap transformasi fasa apa saja vang terjadi pada frekuensi tinggi tersebut.

Faktor disipasi (tan  $\delta$ ) digunakan untuk menentukan kualitas dari suatu bahan dielektrik. Hal ini dapat didefinisikan sebagai keberadaan panas dan energi yang terbuang dalam suatu rangkaian elektronik. Selain itu juga dapat ditinjau sebagai seberapa besar terjadinya resonansi pada suatu rangkaian elektronik (Moulson, 2003). Pada Gambar 4.9 terdapat hubungan antara faktor disipasi (tan  $\delta$ ) dengan frekuensi. Jika dilihat secara kualitatif, maka KNV 525 memiliki faktor disipasi yang lebih rendah daripada KNV 500. Artinya jika diaplikasikan pada range frekuensi antara 0,1 Hz hingga 32 MHz, maka KNV 525 memiliki performa yang lebih baik daripada KNV 500. Namun pada range frekuensi antara 0,5 Hz hingga 200 Hz memiliki faktor disipasi diatas 10. Sehingga pada range frekuensi tersebut KNV 525 memiliki performa yang kurang baik dengan puncaknya berada pada frekuensi 32 Hz. Sedangkan pada frekuensi yang lebih tinggi (diatas 8 kHz) faktor disipasinya kurang dari 1.



Untuk KNV 500, memiliki faktor disipasi diatas 10 pada frekuensi 0,1 Hz hingga 20 kHz, dimana puncaknya terdapat pada frekuensi 320 Hz. Sedangkan pada frekuensi yang lebih tinggi (diatas 507 kHz) faktor disipasinya dibawah 1.

Sebaliknya pada faktor kualitas (Q) yang mana merupakan kebalikan dari faktor disipasi, kita dapat melihat pada Gambar 4.10 bahwa KNV 525 memiliki faktor kualitas yang lebih baik daripada KNV 500. Hal ini dapat dilihat dari lebih tingginya faktor kualitas KNV 525 pada frekuensi 100 Hz hingga 32 MHz. Selain itu untuk aplikasi bahan dielektrik, KNV lebih cocok jika diaplikasikan pada frekuensi tinggi.



Gambar 4.10 Grafik hubungan antara *quality factor* dengan frekuensi ( Data ---- dan ---- adalah data dengan error yang besar)

Hal ini dikarenakan faktor kualitas dari kedua variasi bahan KNV (disinter pada suhu 500°C dan 525°C) meningkat seiring dengan bertambahnya frekuensi. Namun untuk frekuensi rendah, yaitu antara frekuensi 0,1 Hz hingga 100 Hz, kedua baha memiliki faktor kualitas yang relatif hampir sama. Data yang ditandai dengan warna hijau (KNV 525) dan merah (KNV 500) merupakan data yang masih diragukan sehingga harus dilakukan pengujian sifat listrik kembali untuk mendapatkan data yang lebih akurat.

Konduktivitas ac dielektrik merupakan suatu nilai yang didapatkan dari perkalian antara konstanta permitivitas ruang hampa ( $\varepsilon_0$ ), frekuensi (f), permitivitas relatif ( $\varepsilon_r$ ) dan faktor disipasi (tan  $\delta$ ). Pada Gambar 4.11 merupakan hubungan antara konduktivitas ac dielektrik dengan frekuensi.



Gambar 4.11 Grafik hubungan antara konduktivitas ac dielektrik dengan frekuensi ( Data --- dan --- adalah data dengan error yang besar)

Titik minimum dari nilai log  $\sigma_{a,c}$  menunjukkan daerah transisi antara dua daerah polarisasi. Dalam hal ini adalah transisi antara polarisasi muatan ruang dengan polarisasi dipol. Untuk KNV 525, seperti yang terlihat pada Gambar 4.11, memiliki titik minimum pada frekuensi 20 kHz. Titik inilah yang merupakan daerah transisi antara polarisasi muatan ruang dengan polarisasi dipol. Sementara untuk KNV 500 titik minimumnya terdapat pada frekuensi 1,2 MHz. Sehingga pada KNV 500 bertransisi dari polarisasi muatan ruang menuju polarisasi dipol pada daerah sekitar frekuensi 1,2 MHz.

Beberapa penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa bahan dielektrik cenderung memiliki suhu sinter dan kalsinasi yang tinggi. Misalnya BaTiO<sub>3</sub> memiliki suhu sinter 1380°C dengan permitivitas relatif sebesar 3275 (Wang et al.,2014). Sedangkan menurut penelitian Ermawati et al material MgZnTiO<sub>3</sub> memiliki suhu sinter 1400°C dengan permitivitas relatif 18,9 pada frekuensi 20 kHz. Untuk mewujudkan bahan dielektrik dengan suhu sinter maupun kalsinasi yang rendah serta sifat dielektrik yang baik, maka perlu dilakukan pengembangan lebih lanjut. Salah satunya dengan memadukan bahan satu dengan lainnya. KNV memiliki suhu sinter 525°C dan suhu kalsinasi 500°C. KNV 525 memiliki permitivitas relatif sebesar 22,14 pada frekuensi 5 MHz. Sehingga material KNV 525 dapat digunakan sebagai *co-firing agent* bahan dielektrik yang nantinya dapat menurunkan suhu sinter maupun kalsinasi bahan dielektrik dan memiliki sifat dielektrik yang baik.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

# Lampiran 1. data Unsur-unsur

Unsur	Nomor	Nomor	Valensi
	Atom	Massa	Ion
K	19	39,102	+1
Na	11	22,9898	+1
V	23	50,94	+5
0	8	15,9994	-2

# Lampiran 2. Jari-jari ion (Å)

Ion	Jari-jari ion (Å)
K <sup>+</sup>	0,138
Na <sup>+</sup>	0,102
O <sup>2-</sup>	1,400
V <sup>5+</sup>	0,054

Lampiran 3. Gambar pola XRD hasil *Match!* K<sub>0,5</sub> Na<sub>0,5</sub> VO<sub>3</sub> Kalsinasi 500°C



Lampiran 4. Gambar pola XRD hasil refinement KNV 500



Lampiran 5. Gambar pola XRD hasil *Match!* Pelet K<sub>0,5</sub> Na<sub>0,5</sub> VO<sub>3</sub> Sintering 525°C



Lampiran 6. Gambar pola XRD hasil *refinement* Pelet KNV 525



"Halaman ini sengaja dikosongkan"

# BAB V

# KESIMPULAN DAN SARAN

# 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut :

- Material K<sub>0,5</sub>Na<sub>0,5</sub>VO<sub>3</sub> (KNV) telah berhasil disintesis dengan menggunakan reaksi padat dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam serta disintering pada suhu 500°C dan 525°C selama 2 jam.
- 2. Material KNV 525 memiliki faktor kualitas yang lebih baik dibandingkan KNV 500.
- 3. Material KNV 525 dan KNV 500 cocok untuk diaplikasikan pada frekuensi yang tinggi.
- Daerah transisi antara polarisasi muatan ruang dengan polarisasi dipol untuk KNV 525 berada pada frekuensi 20 kHz, sedangkan untuk KNV 500 berada pada frekuensi 1,2 MHz.
- 5. Material KNV dapat digunakan sebagai *co-firing agent* titik leleh, suhu sinter dan kalsinasi yang rendah.

# 5.2 Saran

Pada saat proses sintesis material  $K_{0,5}Na_{0,5}VO_3$ (KNV) sebaiknya dilakukan pengujian DSC/TGA untuk mengetahui suhu kalsinasi dan sinteringnya secara lebih akurat. Selain itu perlu adanya *excess* dari bahan lain, misalnya Silica (SiO<sub>2</sub>) untuk meningkatkan densitas serta meningkatkan kekerasan bahan. Sehingga nantinya dapat diaplikasikan sebagai bahan dielektrik dengan sifat listrik yang lebih baik. "Halaman ini sengaja dikosongkan"

#### **DAFTAR PUSTAKA**

- Bah, M., Giovannelli, F., Schoenstein, F., Brosseau, C., Deschamps, J.-R., Dorvaux, F., Haumesser, L., Le Clezio, E., Monot-Laffez, I., 2015. Ultrasonic transducers based on undoped lead-free (K 0.5 Na 0.5) NbO 3 ceramics. Ultrasonics 63, 23–30.
- Carter C.B, Norton M.G. 2007. Ceramic Materials Science and Engineering. USA: Springer
- Chang, Y., Yang, Z., Chao, X., Zhang, R., Li, X., 2007. Dielectric and piezoelectric properties of alkaline-earth titanate doped (K0.5Na0.5)NbO3 ceramics. Materials Letters 61, 785–789. doi:10.1016/j.matlet.2006.05.065
- Ermawati, F.U., Pratapa, S., Suasmoro, S., Hübert, T., Banach, U., n.d. Preparation and structural study of Mg1- x Zn x TiO3 ceramics and their dielectric properties from 1 Hz to 7.7 GHz. Journal of Materials Science: Materials in Electronics 1–9.
- Li, Y., Guo, Y., Zheng, Q., Lam, K.H., Zhou, W., Wan, Y., Lin, D., 2015. Enhancement in multiferroic and piezoelectric properties of BiFeO 3–BaTiO 3–Bi 0.5 Na 0.5 TiO 3 lead-free ceramics with MnO 2 addition by optimizing sintering temperature and dwell time. Materials Research Bulletin 68, 92–99.
- Li, W., Xu, Z., Chu, R., Fu, P., Zang, G., 2011. High piezoelectric d 33 coefficient of lead-free (Ba 0.93 Ca 0.07)(Ti 0.95 Zr 0.05) O3 ceramics sintered at optimal temperature. Materials Science and Engineering: B 176, 65–67.
- Moulson, A.J, Herbert J.M. 2003. Electroceramics Second Edition. West Sussex, England: John Willey & Sons.
- Penn, S.J., Alford, N.M., Templeton, A., Wang, X., Xu, M., Reece, M., Schrapel, K., 1997. Effect of porosity and grain size on the microwave dielectric properties of sintered alumina. Journal of the American Ceramic Society 80, 1885–1888.

- Saleem, M., Kim, I.S., Song, J.S., Jeong, S.J., Kim, M.S., Yoon, S., 2014. Synthesis, sintering and dielectric properties of a BaTiO 3–Ni composite. Ceramics International 40, 7329–7335.
- Shan, Y., Huang, S.D., 1999. A potassium sodium double salt of metavanadate, KNa(VO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. Acta Crystallographica Section C Crystal Structure Communications 55, 1048–1050. doi:10.1107/S0108270198017995
- Suasmoro. 2012. Feroelektrik Barium Stronsium Titanat (Ba<sub>1-x</sub>Sr<sub>x</sub>TiO<sub>3</sub>). Surabaya: ITS Press
- Tan, X., Fan, H., Ke, S., Zhou, L., Mai, Y.-W., Huang, H., 2012. Structural dependence of piezoelectric, dielectric and ferroelectric properties of K 0.5 Na 0.5 (Nb 1- 2x/5 Cu x) O 3 lead-free ceramics with high Q m. Materials Research Bulletin 47, 4472–4477.
- Wang, K., Li, J.-F., 2012. (K, Na)NbO3-based lead-free piezoceramics: Phase transition, sintering and property enhancement. J Adv Ceram 1, 24–37. doi:10.1007/s40145-012-0003-3
- Wang, M.-J., Yang, H., Zhang, Q.-L., Lin, Z.-S., Zhang, Z.-S., Yu, D., Hu, L., 2014. Microstructure and dielectric properties of BaTiO 3 ceramic doped with yttrium, magnesium, gallium and silicon for AC capacitor application. Materials Research Bulletin 60, 485–491.
- Wang, Y.L., Lu, Y.Q., Wu, M.J., et al., 2012. Low-temperature sintering and electrical properties of (K,Na)NbO<sub>3</sub> based lead-free ceramics with high Curie temperature. Ceramics International, 38, Supplement 1,–S299.
- Wongsaenmai, S., Ananta, S., Yimnirun, R., 2012. Effect of Li addition on phase formation behavior and electrical properties of (K 0.5 Na 0.5) NbO 3 lead free ceramics. Ceramics International 38, 147–152.
- Zaag, v.d, P.J. 1999. New views on the dissipation in soft magnetic ferrites, J. Mag. Mag. Mater., 196–197, 315–19.

# **BIODATA PENULIS**



Alfian Putra Sambanyu lahir di Malang, Jawa Timur pada 17 September 1995. Penulis merupakan anak ke 2 dari 2 bersaudara. Penulis menyelesaikan pendidikan formalnya di TK Daarul Fikri pada 2001. Kemudian dilanjutkan ke SD Negeri Tlogomas 2 (2001-2007). Selannjutnya SMP Negeri 6 Malang (2007-2010) dan SMA Negeri 5 Malang (2010-2012). Pada tahun 2012 penulis

melanjutkan pendidikannya di S1 Jurusan Fisika FMIPA ITS.

Selama menjadi mahasiswa di Jurusan Fisika ITS penulis aktif dalam organisasi HIMASIKA (2014-2015) dan FOSIF ITS (2013-2015). Penulis juga aktif menjadi asisten laboratorium Fisika Modern dan Gelombang Jurusan Fisika ITS mulai tahun 2014-2016. Selain itu penulis juga terlibat dalam kegiatan Pekan Seni Mahasiswa ITS sebagai panitia. Pada tahun 2013 penulis mendapatkan hibah PKM DIKTI bidang Gagasan Tertulis dan pada 2014 mendapatkan hibah PKM dibidang Penelitian.

Alfian Putra Sambanyu alfian.sambanyu@gmail.com