

Karakterisasi Mikrosutruktur dan Konstanta Dielektrik Material Feroelektrik $Ba_{0,98}Sr_{0,02}TiO_3$ (BST) dengan Variasi Waktu Tahan

SUWARNI¹⁾, ALPI ZAIDAH¹⁾, AGUS SUPRIYANTO²⁾, ANIF JAMALUDDIN³⁾, YOFENTINA IRIANI^{2*)}

¹⁾Jurusan Ilmu Fisika Program Pascasarjana Universitas Sebelas Maret Surakarta Jl.Ir. Sutami 36 A Kentingan, Surakarta 57126

²⁾Jurusan Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret Surakarta

³⁾Program Studi Fisika FKIP Universitas Sebelas Maret Surakarta

E-mail: yopen_2005@yahoo.com

TEL: (0271) 646994; FAX: (0271) 646655

ABSTRAK: Sampel Barium Strontium Titanate, $Ba_{0,98}Sr_{0,02}TiO_3$ (BST) telah dibuat dengan metode *solid state reaction*. Sampel di-*sintering* pada suhu 900°C dengan variasi waktu tahan 2 jam dan 4 jam. Uji kekristalan dilakukan dengan peralatan XRD. Nilai konstanta dielektrik diperoleh melalui pengujian dengan RCL meter. Berdasarkan analisa hasil perhitungan, parameter kisi BST dengan suhu *sintering* 900°C waktu tahan 2 jam adalah $a = b = 3,9960$ nm, $c = 4,0117$ nm dan parameter kisi dengan suhu *sintering* 900°C waktu tahan 4 jam adalah $a = b = 3,9979$ nm, $c = 4,0215$ nm dengan sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ untuk kedua sampel, yang mempunyai struktur kristal tetragonal. Ukuran kristal sampel dengan suhu *sintering* 900°C waktu tahan 2 jam dan 4 jam adalah 32 nm dan 44 nm. Pengukuran konstanta dielektrik (K) dilakukan pada rentang frekuensi 1 kHz hingga 100 kHz dimana nilainya maksimum pada nilai frekuensi minimum. Nilai K sampel dengan suhu *sintering* 900°C waktu tahan 2 jam dan 4 jam masing-masing sebesar 111 dan 456 pada frekuensi minimum. Semakin lama waktu tahan proses *sintering* konstanta dielektrik yang dihasilkan juga semakin besar, sehingga kapasitansi penyimpan muatan juga lebih banyak.

Kata Kunci: Barium stronsium titanat, solid state reaction, parameter kisi, konstanta dielektrik.

PENDAHULUAN

Komponen elektronika memiliki peranan yang sangat penting dalam kemajuan teknologi. Penelitian mengenai material-material yang mampu menjadi sumber energi atau penyimpan muatan pada komponen elektronika banyak dikembangkan. Misalnya adalah kapasitor yang memiliki kemampuan menyimpan muatan. Muatan yang tersimpan dalam kapasitor dipengaruhi oleh bahan dielektrik yang digunakan (Wee *et al*, 2011).

Barium titanat memiliki struktur kristal perovskite sederhana (ABO_3) serta dalam segi kimia dan mekanik merupakan struktur yang stabil (Besland *et al*, 2010). Selain itu juga memiliki suhu curie yang mendekati suhu ruang. Barium titanat merupakan bahan yang dapat digunakan dalam bentuk sampel keramik polikristalin. Bahan ini juga memiliki konstanta dielektrik tinggi dan kemampuan memperkecil *loss dielectric* sehingga dapat digunakan sebagai

kapasitor (Gao *et al*, 2008 ; Weir and Nelson, 2008).

Barium Strontium Titanat merupakan hasil percampuran reaksi Barium Titanat ($BaTiO_3$) dan Strontium Titanat ($SrTiO_3$). Bahan tersebut merupakan salah satu material feroelektrik yang dapat diaplikasikan sebagai memori diantaranya *Dynamic Random Access Memory* (DRAM) dan *Ferroelectric Random Acces Memory* (FRAM) (Iriani *et al*, 2008).

Barium Stronsium Titanat (BST) dapat dibuat dengan banyak cara diantaranya *Metalorganic Chemical Vapor Deposition* (MOCVD) (Scheneller *et al*, 2011), *Pulsed Laser Deposition* (PLD) (Cavalcante *et al*, 2007 ; Jiwei *et al*, 2004), *Magnetron Sputtering* (Ohno *et al*, 2014) *sputtering* (Moo-chin *et al*, 2003), *Chemical Solution Deposition* atau metode sol gel (Halder *et al*, 2005 ; Kumar *et al*, 2008 ; Zai *et al*, 2006) dan metode *solid state reaction* (Ries *et al*, 2003). Penggunaan metode-metode tersebut mempunyai

tujuan untuk mendapatkan hasil yang baik dan aplikatif.

Pada makalah ini, $Ba_{0,98}Sr_{0,02}TiO_3$ yang di-*sintering* pada suhu $900^\circ C$ dengan waktu tahan 2 jam dan 4 jam dibuat menggunakan metode *solid state reaction*. Penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh waktu tahan pada proses *sintering* terhadap struktur mikro material dan terhadap sifat listrik yakni besarnya nilai konstanta dielektrik dari $Ba_{0,98}Sr_{0,02}TiO_3$.

METODE PENELITIAN

Pembuatan $Ba_{0,98}Sr_{0,02}TiO_3$ dengan metode *solid state reaction* adalah dengan mencampurkan seluruh bahan yang telah ditimbang berdasarkan stokiometrinya yaitu $BaCO_3$, $SrCO_3$ dan TiO_2 . Pencampuran dilakukan dengan menggerus bahan agar terbentuk campuran yang homogen. Serbuk $Ba_{0,98}Sr_{0,02}TiO_3$ kemudian dicetak dalam bentuk *bulk* (padatan) menggunakan alat *hydraulic press* dan di-*sintering* pada suhu $900^\circ C$ dengan waktu tahan selama 2 jam dan 4 jam.

$Ba_{0,98}Sr_{0,02}TiO_3$ dikarakterisasi menggunakan peralatan XRD Bruker D8 Advance dengan λ_{Cu} sebesar $1,54056 \text{ \AA}$ untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran kristal dari sampel. Data yang diperoleh dari XRD adalah berupa intensitas dan sudut difraksi (2θ), kemudian dicocokkan dengan *database International Center for Diffraction Data (ICDD)* no #741960 milik $BaTiO_3$.

Konstanta dielektrik diperoleh dari Persamaan (1) (Mansingh *et al*, 1999) dan berdasarkan data yang terbaca pada alat RCL meter digital (RCL-800 Series Gwinstek) berupa kapasitansi (C) dan faktor dissipasi (D). Dimana d merupakan tebal sampel (m), A luas permukaan sampel (m^2) dan ϵ_0 adalah permitivitas dielektrik ($8,85 \times 10^{-12} \text{ Farad.m}^{-1}$).

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

HASIL DAN PEMBAHASAN

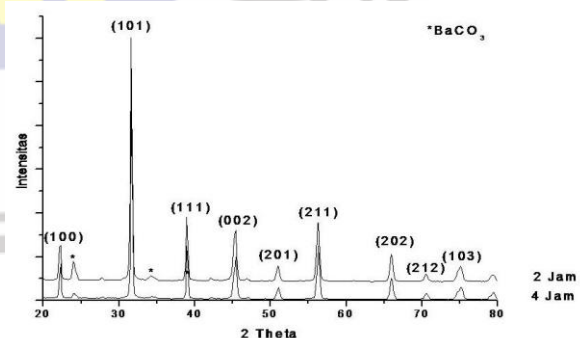
Hasil pengujian dengan instrumen XRD didapatkan berupa pola difraksi yang digunakan untuk mengetahui struktur kristal, parameter kisi dan ukuran kristal

dari BST. Gambar 1 menunjukkan pola difraksi sampel $Ba_{0,98}Sr_{0,02}TiO_3$ yang di-*sintering* pada suhu $900^\circ C$ dengan variasi waktu tahan 2 jam dan 4 jam. Puncak-puncak difraksi setiap sampel sesuai dengan puncak-puncak milik $BaTiO_3$ berdasarkan data PDF #741960.

Dari Gambar 1 pola difraksi pada suhu *sintering* $900^\circ C$ dengan waktu tahan 2 jam dan 4 jam yang telah dicocokkan dengan *database* terlihat bahwa masih terdapat serbuk $BaCO_3$. Hal ini dikarenakan dalam proses pencampuran masih ada bahan yang belum tercampur secara homogen.

Pola difraksi pada waktu tahan 2 jam terlihat bahwa puncak $BaCO_3$ yang dihasilkan lebih tinggi dibandingkan pada waktu tahan 4 jam. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu tahan, sampel BST yang terbentuk semakin homogen.

Waktu tahan pada proses *sintering* tidak berpengaruh terhadap besarnya sudut difraksi melainkan terhadap reaksi yang terjadi dalam pembentukan $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ serta mempengaruhi intensitas pada puncak-puncak dari pola difraksi yang terbentuk. Tabel 1 menunjukkan besarnya intensitas untuk 3 puncak tertinggi dengan variasi waktu tahan proses *sintering* dari sampel $Ba_{0,98}Sr_{0,02}TiO_3$.



Gambar 1. Pola difraksi $Ba_{0,98}Sr_{0,02}TiO_3$ dengan variasi waktu tahan proses *sintering*.

Tabel 1. Intensitas 3 puncak tertinggi dengan variasi waktu tahan pada proses *sintering*

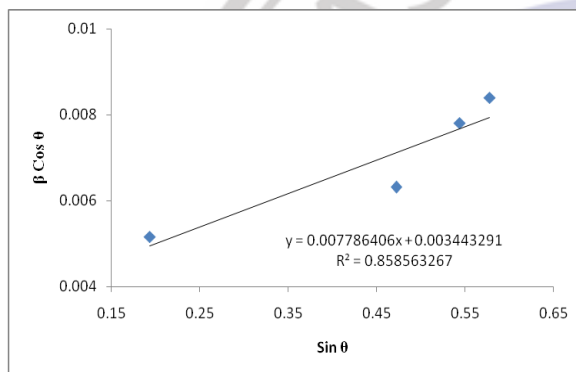
Bidang Kristal	Intensitas	
	2 jam	4 jam
101	22350	28067
111	6259	7546
211	6202	6874

Tabel 2. Tingkat kekristalan untuk variasi waktu tahan pada proses sintering.

Waktu Tahan	Tingkat kekristalan (%)
2 jam	96,22
4 jam	96,38

Tabel 3. Parameter kisi (Å) dengan variasi waktu tahan pada proses sintering.

Parameter Kisi (Å)	Waktu Tahan	
	2 jam	4 jam
$a=b$	3,9960	3,9979
c	4,0117	4,0215
c/a	1,0039	1,0059



Gambar 2. Grafik linier $\sin \theta$ vs $\beta \cos \theta$ dengan waktu tahan proses sintering 4 jam

Tabel 4. Ukuran kristal (D) dengan variasi waktu tahan pada proses sintering.

Waktu Tahan	Ukuran Kristal (nm)
2 jam	32
4 jam	45

Tingkat keteraturan struktur atom material $\text{Ba}_{0,98}\text{Sr}_{0,02}\text{TiO}_3$ dapat dilihat dari tingkat kekristalan, seperti pada Tabel 2. Semakin lama waktu tahan pada proses sintering tingkat kekristalan BST semakin meningkat yang menunjukkan tingkat kekristalan dari setiap sampel.

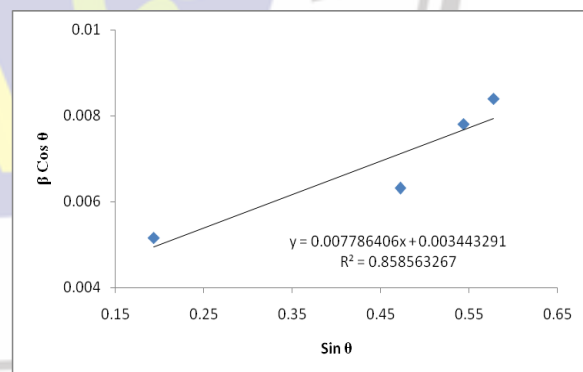
Parameter kisi BST dengan variasi waktu tahan pada proses sintering diperoleh dari proses hasil perhitungan. Parameter kisi $a = b$ dan sudut $\alpha = 90^\circ$

menunjukkan bahwa struktur kristal sampel BST tersebut adalah tetragonal. Semakin lama waktu tahan proses sintering, parameter kisi yang dihasilkan semakin besar, ditunjukkan pada Tabel 3.

Tingkat ketetragonalan ditunjukkan dengan perbandingan nilai parameter kisi c dan a . *Tetragonality* pada $\text{Ba}_{0,98}\text{Sr}_{0,02}\text{TiO}_3$ dari proses hasil perhitungan dengan variasi waktu tahan proses sintering 2 jam dan 4 jam diperoleh nilai lebih besar dari 1, karena parameter kisi $c > a$ (Tabel 3).

Berdasarkan hasil plot antara $\sin \theta$ dan $\beta \cos \theta$ yang diperoleh dari persamaan Scherrer (Djamas, 2010), ditunjukkan pada Persamaan 2 didapatkan persamaan garis linier $y = mx + c$. Nilai gradien (m) mewakili nilai regangan kisi dan nilai c mewakili nilai $\frac{k\lambda}{D}$. Dengan mengetahui nilai c maka nilai ukuran kristal dapat diketahui. Grafik linier $\text{Ba}_{0,98}\text{Sr}_{0,02}\text{TiO}_3$ yang di-sintering pada suhu 900°C dengan waktu tahan proses sintering 4 jam, ditunjukkan pada Gambar 2 dan besarnya ukuran kristal ditunjukkan pada Tabel 4.

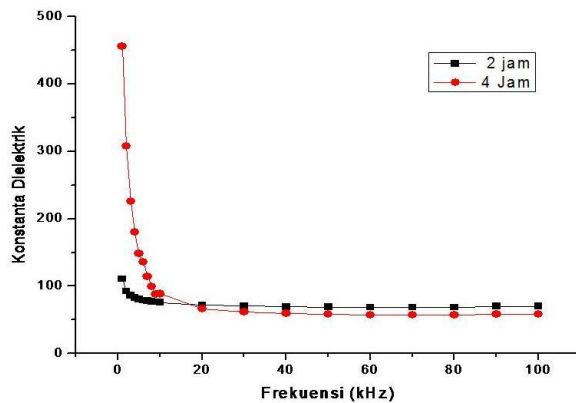
$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + \eta \sin \theta \quad (2)$$



Gambar 2. Grafik linier $\sin \theta$ vs $\beta \cos \theta$ dengan waktu tahan proses sintering 4 jam

Tabel 4. Ukuran kristal (D) dengan variasi waktu tahan pada proses sintering.

Waktu Tahan	Ukuran Kristal (nm)
2 jam	32
4 jam	45



Gambar 3. Konstanta dielektrik vs frekuensi dengan variasi waktu tahan proses *sintering*.

Tabel 4 menunjukkan bahwa ukuran kristal pada suhu *sintering* 900°C dengan waktu tahan 4 jam lebih besar dibandingkan dengan ukuran kristal pada suhu *sintering* 900°C dengan waktu tahan 2 jam. Semakin lama waktu tahan proses *sintering* menyebabkan ukuran kristal semakin besar. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu proses *sintering* atom-atom berdifusi dengan sempurna terhadap atom-atom lain sehingga ukuran kristal akan semakin besar (dinyatakan dalam nm).

Hasil pengukuran dengan RCL meter pada rentang frekuensi 1 kHz sampai dengan 100 kHz menunjukkan bahwa nilai konstanta dielektrik menurun seiring dengan bertambahnya frekuensi yang diberikan. Hal ini karena frekuensi berbanding terbalik dengan nilai konstanta dielektrik. Nilai konstanta dielektrik tertinggi pada $Ba_{0.98}Sr_{0.02}TiO_3$ adalah 456 yaitu pada suhu 900°C dengan waktu tahan 4 jam dan pada waktu tahan 2 jam nilai konstanta dielektrik sebesar 111. Perbandingan nilai konstanta dielektrik $Ba_{0.98}Sr_{0.02}TiO_3$ yang di-*sintering* dengan variasi waktu tahan, ditunjukkan pada Gambar 3.

Berdasarkan Gambar 3, semakin lama waktu tahan pada saat proses *sintering* konstanta dielektrik yang dihasilkan semakin besar, sehingga kapasitansi penyimpan muatan juga lebih besar.

KESIMPULAN

$Ba_{0.98}Sr_{0.02}TiO_3$ telah berhasil dibuat menggunakan metode *solid state reaction*, dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu tahan pada proses *sintering* terhadap sampel $Ba_{0.98}Sr_{0.02}TiO_3$ adalah mengakibatkan besarnya intensitas, nilai parameter kisi, tingkat kekristalan dan ukuran kristal yang semakin besar. Pengaruh waktu tahan yang semakin lama juga mempengaruhi besarnya nilai konstanta dielektrik, dimana konstanta dielektrik yang dihasilkan adalah semakin besar. Hal ini mengakibatkan kapasitansi penyimpan muatan juga semakin banyak.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih atas kerjasama dan dukungan dana melalui Hibah Pascasarjana DIPA PNPB UNS dengan nomor kontrak, No: 624/UN27.11/PL/2015.

DAFTAR RUJUKAN

- Besland, M.P., Benzeggouta, D., Borderon, C., Hugon, M.C., Salimy, S., Charpentier, A., 2010. Investigation of BST thin film deposited by RF magnetron sputtering in pure Argon. *Thin Solid Films*, 4619-4622.
- Cavalcante LS, Anicete-M, Pontes FM, Souza IA, Santos LPS, et al., 2007. Effect of annealing time on morphological characteristics of $Ba(Zr,Ti)O_3$ thin films. *J Alloys Compd*, 437: 269-273.
- D. Djamas, J., 2010. EKSAKTA. 1,9 -18.
- Gao C, Zhai J, Yao X., 2008. Effect of Seed layers on dielectric properties of $Ba(Zr_{0.3}Ti_{0.7})O_3$ thin film. *J Electroceram*, 21 : 653-656.
- Halder S, Gerber P, Schneller T, Waser R., 2005. Electromechanical properties of $Ba(Ti_{1-x}Zr_x)O_3$ thin films. *J Electroceram*, 21 : 653-656.
- 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.
- Jiwei Z, Xi Y, Liangying Z, Bo S., 2004. Dielectric nonlinear characteristics of $\text{Ba}(\text{Zr}_{0,36}\text{Ti}_{0,65})\text{O}_3$ thin films grown by a sol-gel process. *Appl Phys Lett*, 84: 3136-3138.
- Kumar M, Garg A, Bhatnagar MC., 2008. Structural, dielectric and ferroelectric study of $\text{Ba}_{0,9}\text{Sr}_{0,1}\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_3$ ceramics prepared by the sol gel method. *Physic B Condens Matter*, 403 : 1819-1823.
- Mansingh, H. B. Sharma, and H. N. K., 1999. Sarma, Ferroelectric and Dielectric Properties of Sol-Gel Processed Barium Titanate Ceramics and Thin Films. *Journal of Materials Science*, Vol. 34, pp. 1385-1390.
- Moo-Chin W, Chen CY, His CS, Wu NC., 2003. Influence of deposition parameters on the dielectric properties of rf magnetron sputtered $\text{Ba}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ thin films. *J Eur Ceram Soc*, 23 : 2307-2314.
- Ohno, T, Y. Kamai, Y. Oda, N. Sukamoto, T. Matsuda., 2014. “Strai Engineering Effects on Electrical Properties of Lead Free Piezoelectric Thin Films on Si Wafers”. *Acta Chim. Slov.*, vol. 61, pp. 453-456..
- Ries, A., Simoes, A. Z., Cilense, M., Zaghete, M., & Varela, J.A., 2003, *Materials Characterization*, Vol 50, pp. 217-221.
- Schneller,T, S. Halder, R. Waser, C. Pithan, J. Dornseiffer, Y. Shiratori, L. Houben, N. Vyshnavi and B. Majumder., 2011. “Nano Composite Thin Films for Miniaturized Multi Layer Ceramic Capacitors Prepared from Barium Titanate Nano Particle Based Hybrid Solution”. *J. Mater. Chem.*, vol. 21, 7953.
- Wee, F.H., Malek, F., Sreekantan, S., Al-Amin, A.U., Ghani, F., and You, K.Y., 2011. Investigation of the characteristic of Barium Strontium Titanate (BST) Dielectric resonator ceramic Loaded on Array Antennas. *Progress in Electromagnetik Research*, Vol. 121, 181 – 213.
- Weir, R. D and Nelson, C. W., 2008. Utilization of Poly (Ethylene Terephthalate) Plastic and Composition-Modified Barium Titanate Powders in a Material that Allows Polarization abd the Use of Integrated-Circuit Technologies for the Production of Lightweight Ultrahigh Electrical Energy Storage Units (EESU). *United States Patent*, 16 Desember 2008, no. US7466536B1.
- Zhai J, Hu D, Yao X, Xu Z, Chen H., 2006. Preparation and tunability properties of $\text{Ba}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ thin films grown by a sol gel process. *J Eur Ceram Soc*, 26 : 1917-1920.