



## PROSIDING

### SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA III

"Teori dan Aplikasi Sains dalam Isu Globalisasi Lingkungan, Profesionalisasi Pembelajaran dan Kewirausahaan"

Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS

Surakarta, 7 Mei 2011



MAKALAH PENDAMPING

KIMIA FISIKA  
(Kode : C-02)

ISBN : 978-979-1533-85-0

## KARAKTERISASI SIFAT FERROELEKTRIK AURIVILLIUS $\text{ABi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$ ( $A = \text{Pb}, \text{Ba}$ ) DAN $\text{BaBi}_2\text{B}_2\text{O}_9$ ( $B = \text{Nb}, \text{Ta}$ )

Eko Supriyanto<sup>1</sup>, Affifah Rosyidah<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup> MTsN Bantarkawung, Brebes. Jawa Tengah 52274

<sup>2</sup> Jurusan Kimia, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Kampus ITS Keputih, Surabaya 60111

\*Keperluan korespondensi, email : [eko\\_spy@mhs.chem.its.ac.id](mailto:eko_spy@mhs.chem.its.ac.id)

### Abstrak

Metode sintesis Aurivillius ini menggunakan metode reaksi kimia padat. Karakterisasi dilakukan dengan XRD yang dilanjutkan dengan analisis RIETVELD untuk mengetahui strukturnya, SEM EDX, dan LCR system. Aurivillius  $\text{PbBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  (PBNO) dan  $\text{BaBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$  (BBNO) memiliki karakteristik sama dengan Aurivillius  $\text{BaBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$  (BBTO) memiliki struktur tetragonal, grup ruang  $I4/mmm$ . Struktur kristal tetragonal dengan grup ruang  $I4/mmm$  pada suhu tinggi mengalami distorsi. bentuk  $A_2Am$  *non-centrosymmetric* yang menunjukkan ferroelektrik

**Kata Kunci** : aurivillius, sifat ferroelektrik

### PENDAHULUAN

Bahan mineral atau bijih logam ditemukan di alam dalam bentuk oksida logam. Penemuan terbaru, oksida logam digunakan sebagai bahan superkonduktor, katalis dalam industri petrokimia, keramik di bidang kesehatan dan rekayasa. Sifat listrik, magnetik, optik bahan serta sifat mekanik dapat diaplikasikan sebagai bahan penyimpan memori seperti FRAM, DRAM, konduktor, material magnetik, katalis, *optical display*, dan kapasitor [4-5,7]. Sensor yang dapat mengkonversi variasi medan magnetik menjadi sinyal-sinyal listrik dan sebaliknya [9,13].

Sintesis oksida Aurivillius dapat dilakukan dengan beberapa metode sintesis yaitu metode hidrotermal dan metode reaksi keadaan padat [1-3]. Material oksida ini telah banyak disintesis, karena memiliki banyak sifat yang menarik untuk dikaji dan dikembangkan lebih lanjut antara lain mempunyai

sifat magnetik, listrik dan sifat optik misalnya sifat feroelektrik [3-6] feroelektromagnetik [10-13], .

Perbedaan sifat fisik dan sifat kimia serta perbedaan struktur pada setiap oksida Aurivillius dapat berpengaruh terhadap kualitas material oksida Aurivillius tersebut dalam penggunaan untuk aplikasi selanjutnya [8-9]. Pada penelitian ini bertujuan menentukan apakah gangguan kation dalam oksida berpengaruh terhadap sifat ferroelektrik Aurivillius, diharapkan dapat menemukan karakteristik jenis Aurivillius lapis dua yang baru, sehingga dapat digunakan untuk aplikasi selanjutnya.

### PROSEDUR PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{BaCO}_3$ ,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{PbO}$ , dan  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  yang memiliki kemurnian 99,99%. Sintesis oksida aurivillius lapis 2 dilakukan dengan menggunakan metode reaksi kimia padat pada tekanan atmosfer.

Sintesis senyawa Aurivillius dilakukan dari bahan-bahan oksida dengan kemurnian tinggi. Aurivillius PBNO, BBNO dan BBTO masing-masing dibuat dengan mencampurkan pereaksi-pereaksi, dihomogenkan dengan penggerusan dan penambahan aseton, dibiarkan kering, untuk selanjutnya dibuat tablet. Tablet dimasukkan dalam krus alumina dan dipanaskan pada temperatur 540 °C selama 24 jam dan selanjutnya temperatur pemanasan dinaikkan 100 °C lebih tinggi dari pemanasan sebelumnya. Antara dua pemanasan dilakukan penggerusan ulang untuk membentuk permukaan baru dan pemanasan lanjutan dilakukan pada temperatur 1100 °C masing-masing 24 jam. Instrumen yang digunakan untuk mengkarakterisasi Aurivillius yang terbentuk yaitu X-Ray Defraction (XRD) untuk penentuan struktur awal. Data kemudian dianalisis dengan Rietveld [5]. X-Ray Fluorecense (XRF) digunakan untuk mengetahui komposisi penyusun Aurivillius dan SEM dipakai sebagai informasi pendukung untuk menunjukkan morfologi permukaan dan distribusi partikel dari sampel hasil analisis. *Energy Dispersive X-Ray Spectrometer* (EDX) digunakan untuk menentukan secara kualitatif komposisi unsur yang ada dalam spesimen. Teknik ini juga mampu menentukan secara kuantitatif unsur-unsur tersebut. Pada penelitian ini, EDX dipakai untuk menentukan komposisi unsur yang menyusun sampel hasil sintesis. Selain itu, teknik ini juga dimanfaatkan untuk menganalisis kemurnian dari sampel. LCR system digunakan untuk mengetahui nilai impedansi dari ferroelektrik Aurivillius serta konduktansinya.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Analisis XRD dan XRF

Analisis pola difraksi sinar-X serbuk untuk BBNO konsisten dengan simetri ortorombik dan struktur senyawa tersebut kembali refined dalam grup ruang A21am,  $a = 5,567\text{\AA}$ ,  $b = 5,567\text{\AA}$ ,  $c = 25,634\text{\AA}$ . seperti yang ditemukan sebelumnya

(14), pola difraksi BBTO tetragonal sel dan struktur BBTO adalah kembali refined dalam grup ruang I4/mmm,  $a = 3,9355(1)\text{\AA}$ ,  $c = 25,5686\text{\AA}$ , Rp 1,94%, Rwp 2,66% GOF 14,48%. Parameter sel hasil analisis Rietveld dari data difraksi untuk PBNO dengan space group A21am,  $a = 5,4879\text{\AA}$ ,  $b = 5,4989\text{\AA}$ ,  $c = 25,5390\text{\AA}$ , Rp 6,17%, Rwp 7,26%, GOF 2,4%, menunjukkan orthorhombik. Hasil analisis Rietveld memberikan nilai hasil perhitungan, observasi dan perbedaan dari karakterisasi menggunakan XRD, ditunjukkan pada gb.1. Yang memberikan kesesuaian antara pola defraksi hasil eksperimen dengan pola difraksi model struktur. Komposisi sampel dapat dilihat dari hasil karakterisasi menggunakan XRF. BBNO terdiri dari Ba 37,3%, Bi 12,6%, Nb 50,1%,. BBTO dengan Ba 19,4%, Bi 16,5%, Ta 64,1% dan PBNO yaitu Pb 24,5%, Bi 53%, Nb 22,5 %.

### 2. Analisis SEM-EDX

Gambar SEM dari semua sampel menunjukkan densitas struktur yang relatif baik. Bentuk butir pada struktur dari BBNO bentuk bulat panjang dengan sisi yang tidak rata. BBTO berbentuk panjang dengan bagian ujung meruncing. Sedangkan PBNO berbentuk bulat pejal. Analisis hasil EDX menunjukkan kemurnian rata-rata dari sampel BBNO 98,77%, BBTO 98,40% dan PBNO 99,10 %. Komposisi dari masing-masing sampel ditampilkan dalam gb.3

### 3. Analisis LCR System

Karakterisasi LCR System menggunakan variasi suhu dari 50 °C – 500 °C. Data yang diperoleh merupakan nilai impedansi (Z). Pengolahan data melalui software Z View, diperoleh grafik hubungan Z real(Z') dan Z image(Z'') untuk masing-masing sampel ditunjukkan pada gb.4. Perbandingan nilai impedansi BBNO dengan variasi suhu menunjukkan nilai impedansi semakin berkurang secara signifikan seiring dengan

peningkatan suhu. Demikian juga dengan BBTO dan PBNO. Perbedaan nilai Z yang cukup mencolok mulai kenaikan suhu dari 400 °C sampai 500 °C. Fitting BBNO menggunakan model rangkaian R-C, BBTO menggunakan model R-C pada suhu 500 dan 450 sedangkan dibawahnya Rs-Ws. PBNO menggunakan model Rs-Ws, Ditunjukkan pada tabel 1. Perbedaan pada lapisan perovskit A=Pb, Ba pada PBNO dan BBNO menuju perubahan impedansi R-C pada BBNO dan warburg element(short) Rs-Ws pada PBNO. Sedangkan pada B=Nb, Ta untuk BBNO dengan BBTO terjadi peralihan fitting nilai impedansi pada suhu di bawah 450 °C menjadi Rs-Ws..

## KESIMPULAN

Refinement hasil XRD menggunakan analisis Rietveld menunjukan Feroelektrik BBNO dan PBNO orthorombik, seerta BBTO tetragonal. Kemurnian sampel di atas 98,40%. Fitting analisis Z View menunjukan perubahan tahanan yang signifikan seiring dengan perubahan suhu. Semakin tinggi suhu maka semakin rendah nilai impedansinya.

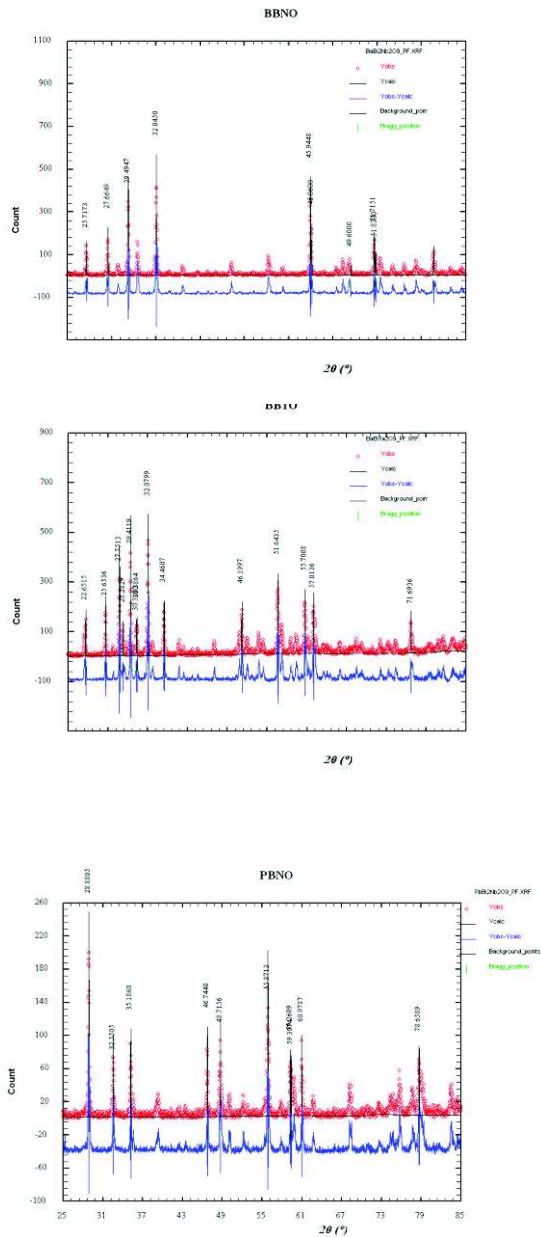
## TERIMA KASIH

Penulis berterima kasih kepada Kementerian Agama Republik Indonesia atas kesempatan Beasiswa Pendidikan bagi Pendidik dilingkungan Satuan Kerja Kementerian Agama RI, dan semua pihak yang telah membantu kelancaran penelitian ini.

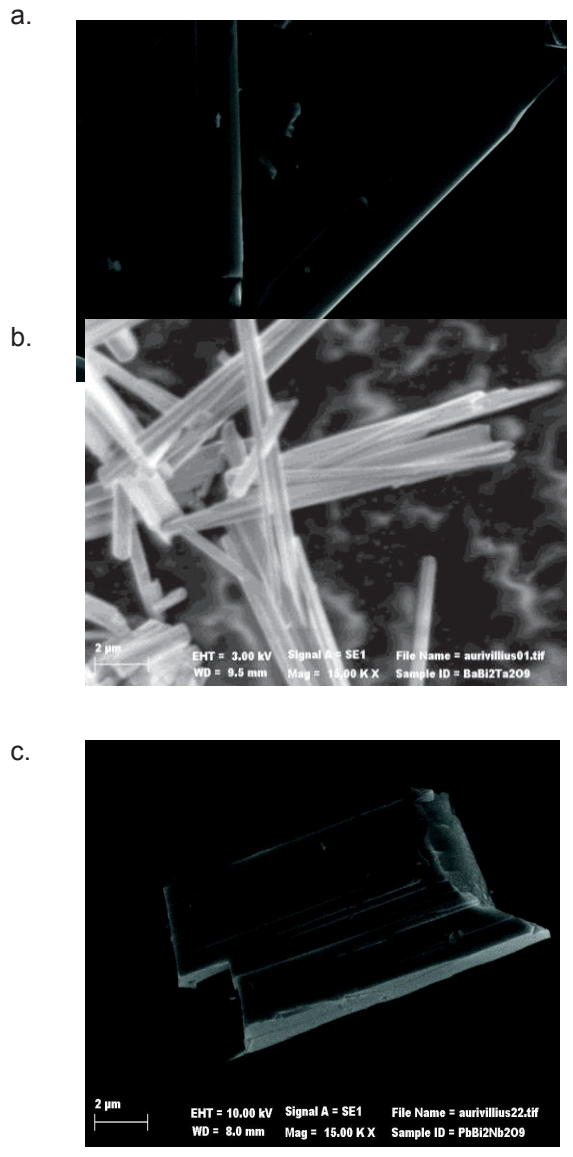
## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Adamczyk, M., Kozielski, L., & Pawelczyk, M. ; *Effect of hot pressing on processing and properties of BBN ceramics. Ceramics International*,(2008)
- [2]. Beg, S., Al-alas, A., & Al-areqi, N. A. S.; *Layered Aurivillius compound : Synthesis , characterization and electrical properties. Journal of Alloys and Compounds*, (2010).
- [3]. Gaikwad, S. P., Potdar, H. S., Samuel, V., & Ravi, V. ; *Co-precipitation method for the preparation of fine ferroelectric BaBi 2 Nb 2 O 9*. (2005)
- [4]. Hunter, B. A., & Kennedy, B. J. ; *Cation disorder in the ferroelectric Aurivillius phase PbBi 2 Nb 2 O 9 : an anomalous dispersion X-ray diffraction study*, (2006)
- [5]. Ismunandar, Brendan JK, Qingdi Zhou; *Cation disorder and phase transitions in the four layer ferroelectric Aurivillius phase Abi4Ti4O15(A=Ca, Sr, Ba, Pb)*, 2008, Solid state chemistry, 181
- [6]. Karthik, C., & Varma, K. B. R. ; Influence of vanadium doping on the processing temperature and dielectric properties of barium bismuth niobate ceramics. (2006)
- [7]. Macquart, H., & Kennedy, B. J. ; Cation Disorder in the Ferroelectric Oxides ABI 2 Ta 2 O 9 , A , Ca , Sr , Ba. (2006)
- [8]. Mehring, M. ; From molecules to bismuth oxide-based materials: Potential homo- and heterometallic precursors and model compounds. (2007)
- [9]. Mercurio, D., Trolliard, G., Hansen, T., & Mercurio, J. P. ; Crystal structure of the ferroelectric mixed Aurivillius phase. (2000)
- [10]. Missyul, A. B., Zvereva, I. A., Palstra, T. T. M., & Kurbakov, A. I. ; Double-layered Aurivillius-type ferroelectrics with magnetic moments. (2010).
- [11] Pirovano, C., & Islam, M. S. ; Modelling the crystal structures of Aurivillius phases.(2001).
- [12] Karthik, C., & K. B. R. V.; Dielectric and AC conductivity behavior of BaBi 2 Nb 2 O 9 ceramics. (2006)
- [13]. Sr, B., Fe, N., McCabe, E. E., & C. G. ; Journal of Solid State Chemistry Structural and magnetic characterisation of Aurivillius material. (2008).

LAMPIRAN



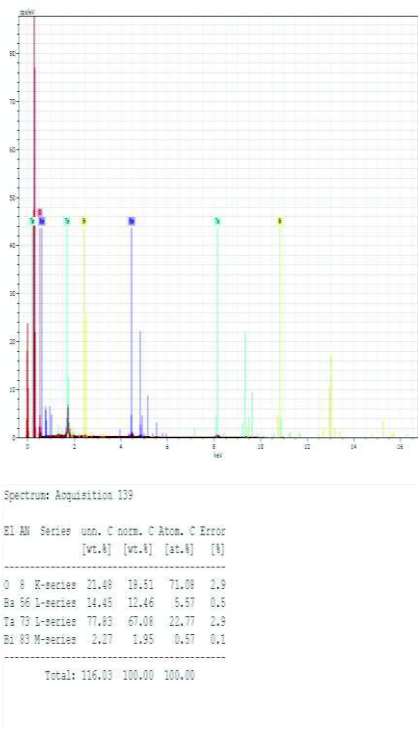
**Gambar 1** Hasil analisis Rietveld dari BBNO, BBTO dan PBNO



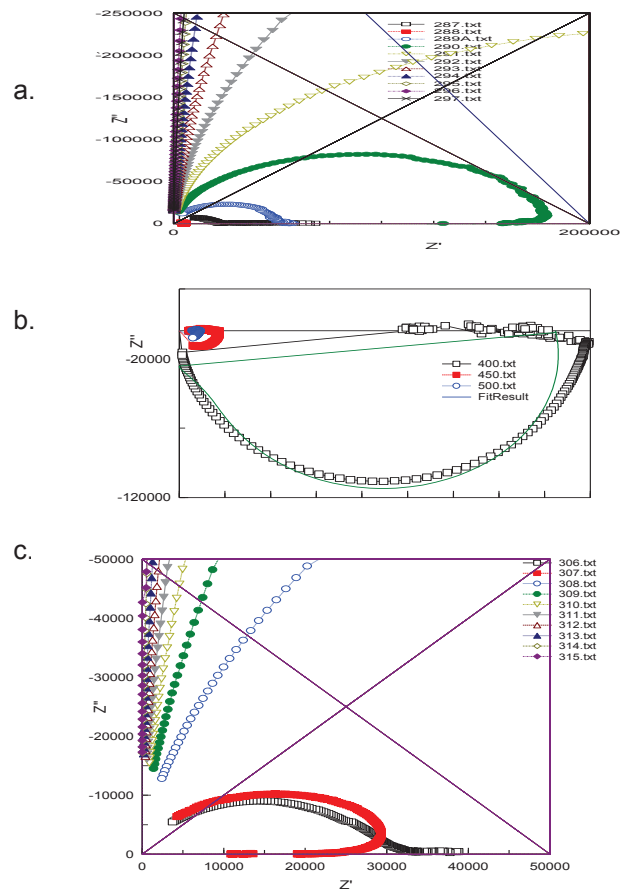
**Gambar 2** Hasil analisis SEM (a) BBNO (b) BBTO dan (c) PBNO

a.

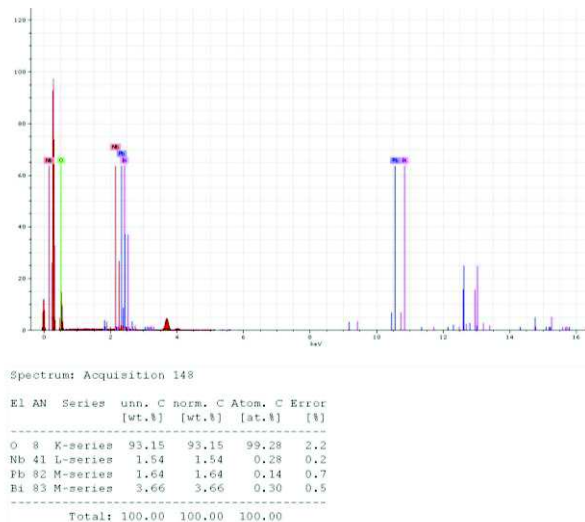
b.



**Gambar3** Grafik Komposisi Sampel a). BBNO, b) BBTO dan c. PBNO



c.



**Gambar 4** Garifik nilai Z' dan Z'' hasil fitting Z View dari karakterisasi menggunakan LCR system.

**Tabel 1** Nilai impedansi hasil karakterisasi LCR

	<b>500 °C</b>	<b>450 °C</b>	<b>400 °C</b>
<b>BBNO</b>			
R	25759	4346	44214
C	1.69E+010	146830	4867
<b>BBTO</b>			
R	9969	17872	
C	159550	79161	
Rs			22176
Ws-R			228130
Ws-T			2.57E+006
Ws-P			0,55691
<b>PBNO</b>			
Rs	6212	7701	23308
Ws-R	38308	42042	393930
Ws-T	2.68E+006	2.55E+006	1.74E+005
Ws-P	0,3345	0,32536	0,47621