



**SINTESIS MATERIAL *PIEZOELECTRIC* PbTiO₃ KERAMIK
MENGUNAKAN METODE *WET MECHANICAL ALLOYING*
DAN PROSES *SINTERING***

SKRIPSI

**Skripsi ini ditulis sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik
Program Studi Teknik Mesin S1**

Oleh

Leonardus Dimas Bima Saputra
5212412042

**JURUSAN TEKNIK MESIN
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG
2017**

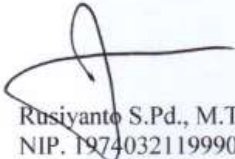
HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi dengan judul *Sintesis Material Piezoelectric PbTiO₃ Keramik Menggunakan Metode Wet Mechanical Alloying dan Proses Sintering* telah dipertahankan di depan sidang Panitia Ujian Skripsi Fakultas Teknik Unnes pada hari/tanggal : Rabu, 28 Desember 2016

oleh,


Nama : Leonardus Dimas Bima Saputra
NIM : 5212412028
Program Studi : Teknik Mesin S1

Ketua Panitia


Rusiyanto S.Pd., M.T
NIP. 197403211999031002

Panitia

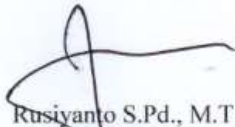
Sekretaris


Samsudin Anis S.T., M.T., P.hD
NIP. 195306081980121001

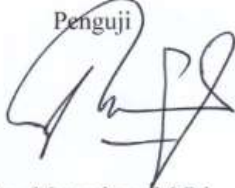
Pembimbing I


Dr. Rahmat Doni Widodo, ST, MT
NIP. 197509272006041002

Pembimbing II


Rusiyanto S.Pd., M.T
NIP. 197403211999031002

Penguji


Drs. Masugino., M.Pd.
NIP. 195207211980121001

Mengetahui,
Dekan Fakultas Teknik UNNES


UNNES
NIP. 196911301994031001

PERNYATAAN KEASLIAN

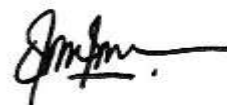
Yang bertanda tangan di bawah ini

Nama Mahasiswa : Leonardus Dimas Bima Saputra
NIM : 5212412042
Program Studi : Teknik Mesin S1
Fakultas : Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi dengan judul “**Sintesis Material Piezoelectric PbTiO₃ Keramik Menggunakan Metode Wet Mechanical Alloying dan Proses Sintering**” ini merupakan hasil karya saya sendiri dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi manapun, dan sepanjang pengetahuan saya dalam skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Semarang, 24 - 1 - 2017

Yang membuat pernyataan



Leonardus Dimas Bima Saputra

NIM. 5212412042

ABSTRAK

Saputra, L. Dimas Bima. 2016. Sintesis Material *Piezoelectric* PbTiO₃ Keramik Menggunakan Metode *Wet Mechanical Alloying* dan Proses *Sintering*. Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang. Dr. Rahmat Doni Widodo, S.T., M.T. Rusiyanto, S.Pd., M.T.

Kata kunci: *Piezoelectric* PbTiO₃, *Mechanical Alloying*, *Sintering*, Partikel, Kristalit.

Sintesis material *piezoelectric* PbTiO₃ keramik dari campuran serbuk PbCO₃ dan TiO₂ telah banyak dikembangkan saat ini, sifat dari material *piezoelectric* PbTiO₃ dapat meningkat secara signifikan apabila homogenitas meningkat serta ukuran partikel dan kristalit dapat direduksi hingga skala nanopartikel dan nanokristalit. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui reduksi ukuran partikel dan kristalit terhadap pengaruh yang ditimbulkan pada proses *mechanical alloying* serta pembentukan fasa dan ukuran kristal melalui variasi pembebanan temperatur pada tahap proses *sintering*.

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah *mechanical alloying* (MA) menggunakan alat tipe *vibratory ball mill*. proses pemaduan mekanik dilakukan selama 60 jam dengan perbandingan bola baja dan serbuk mencapai 10:1 dan kecepatan *milling* 900 rpm. Setiap parameter waktu *milling* yang ditentukan dicuplik sebagai sampel, kemudian dianalisis menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mendapatkan ukuran partikelnya. Tahap selanjutnya material disintering pada temperatur 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C dan 1100 °C dengan masing-masing waktu penahanan 1 jam untuk mendapatkan fasa tunggal PbTiO₃ keramik. Analisa pembentukan fasa dan ukuran kristalit material *piezoelectric* PbTiO₃ keramik menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD).

Pada data hasil *milling* campuran PbCO₃ dan TiO₂ selama 60 jam menunjukkan bahwa *milling* dapat mereduksi ukuran partikel sesuai fungsi parameter waktu hingga 0,7 µm, hal tersebut diakibatkan oleh tumbukan secara terus-menerus oleh bola baja pada saat proses *milling*. Proses *sintering* dapat membentuk fasa tunggal PbTiO₃ keramik pada temperatur 600 °C dan mencapai pembentukan fasa tunggal secara optimal pada temperatur 1000 °C. Ukuran kristalit PbTiO₃ mencapai 64 nm dengan temperatur 1000 °C. Ukuran kristalit PbTiO₃ meningkat sesuai dengan fungsi temperatur dan waktu penahanan proses *sintering*.

PRAKATA

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan YME atas rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi dengan judul “Sintesis Material *Piezoelectric* PbTiO_3 Keramik Menggunakan Metode *Wet Mechanical Alloying* dan Proses *Sintering*” dalam rangka menyelesaikan studi Strata Satu untuk mencapai gelar Sarjana Teknik di Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang.

Skripsi ini dapat terselesaikan berkat bimbingan, bantuan dan motivasi dari berbagai pihak. Oleh karena itu dengan penuh kerendahan hati disampaikan ucapan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini. Penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. Nur Qudus, M.T. Dekan Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang.
2. Rusiyanto, S.Pd., M.T. Ketua Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang sekaligus Pembimbing II skripsi.
3. Samsudin Anis ST., MT., Ph.D. Ketua Program Studi S1 Teknik Mesin Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang.

4. Dr. Rahmat Doni Widodo, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, saran, dan masukan kepada penulis dalam penyelesaian skripsi ini.

Keluarga yang telah memberikan doa semangat dan motivasi.

6. Teman-teman prodi S1 Teknik Mesin 2012 yang telah memberi banyak pelajaran hidup dan semangat.
7. Semua pihak yang dalam penyelesaian skripsi ini telah memberi motivasi, saran, dan masukan kepada penulis

Penulis menyadari dalam skripsi ini masih banyak kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dalam perbaikan skripsi ini. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi pembaca pada umumnya dan dunia pendidikan pada khususnya.

Semarang, 24 - 1 - 2017

Yang membuat pernyataan



Leonardus Dimas Bima Saputra

NIM. 5212412042

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iii
ABSTRAK	iv
PRAKATA	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN.....	ix
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang.....	1
B. Identifikasi Masalah	2
C. Pembatasan Masalah	3
D. Rumusan Masalah	4
E. Tujuan Penelitian	5
F. Manfaat Penelitian.....	5
BAB II. KAJIAN LITERATUR	6
A. <i>piezoelectric</i>	6
B. Material <i>Lead Titanate</i> (PbTiO ₃).....	9
C. <i>Mechanical alloying</i>	12
D. <i>Sintering</i>	17
E. Kajian Penelitian Yang Relevan.....	19
F. Kerangka Berpikir Penelitian	23
BAB III. METODE PENELITIAN	25
A. Metode Penelitian	25
B. Bahan dan Alat Penelitian	25
C. Prosedur Penelitian.....	33

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	47
A. Hasil Penelitian	47
B. Pembahasan	60
C. Keterbatasan Penelitian	65
BAB V. PENUTUP.....	66
A. Kesimpulan.....	66
B. Pembahasan	67
DAFTAR PUSTAKA	68
LAMPIRAN.....	70

DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

Simbol	Arti
C	Carbon
Pb	Lead
O	Oksigen
Ti	Titanium
°C	Celcius

Singkatan	Arti
PbCO ₃	Lead Carbonate (Cerussite)
TiO ₂	Titanium Oxide (Anatase)
PbTiO ₃	Barium Titanate
nm	Nanometer
µm	micrometer
PSA	Particle Size Analyzer
XRD	X-ray Diffractometer

DAFTAR TABEL

Tabel	Hal
2.1. Pengaruh lamanya waktu pencampuran (<i>milling</i>) terhadap ukuran partikel dan kristalit PbTiO_3 yang dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan <i>Laser scattering</i>	22
3.1. Perhitungan massa relatif atom.....	36
3.2. Perhitungan massa relatif yang dituju.....	37
3.3. Lembar hasil pengujian ukuran partikel rata-rata.....	44
3.4. Hasil Pengujian ukuran <i>crystalline-size</i> dari PbCO_3 dan TiO_2	45
3.5. Hasil Pengujian ukuran <i>crystalline-size</i> dari PbTiO_3	45
4.1. Ukuran rata-rata partikel senyawa dasar PbCO_3 dan TiO_2	47
4.2. Ukuran Partikel campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Hal
2.1. Struktur kristal material <i>piezoelectric</i> PbTiO_3 , sebelum dan sesudah terpolarisasi (Moheimani, 2005)	7
2.2. <i>Piezoelectric effect</i> perubahan energi mekanik dan energi listrik (Moheimani, 2005)	8
2.3. <i>Unit cell</i> struktur kristal PbTiO_3	9
2.4. Ketidak simetrisan struktur struktur kristal PbTiO_3 ketika menerima gaya luar (P), sehingga terjadi dipol listrik.....	10
2.5. Karakteristik deformasi pada partikel serbuk (Suryanarayana,2001)	13
2.6. Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayana, 2001).	13
2.7. Parameter-parameter pada proses <i>mechanical alloying</i> (El-Eskandarany, 2001)	15
2.8. Perubahan pada skala <i>mikroskopis</i> saat proses <i>sintering</i> (Raspitanto, 2008).....	18
2.9 Pola XRD material PbTiO_3 dengan berbagai variasi temperatur kalsinasi	20
2.10. Pola XRD material PbTiO_3 pada kalsinasi 600°C yang ditahan sampai 3 jam pemanasan.....	21
2.11. Hasil karakterisasi ukuran partikel menggunakan SEM pada material PbTiO_3 yang dikalsinasi: a. 600°C selama 1 jam, b. 600°C selama 4 jam, c. 700°C selama 1 jam dan d. 800°C selama 1 jam	21
3.1. Bubuk senyawa PbCO_3 dan TiO_2 sebagai bahan dasar pembuatan material <i>piezoelectric</i> PbTiO_3	26
3.2. Timbangan Digital (Laboratorium Teknik Kimia Universitas Negeri Semarang)	27
3.3. Mesin <i>milling</i> jenis <i>Vibratory ball milling</i> (Laboratorium Universitas Negeri Semarang)	28

3.4. Mangkuk <i>vial</i>	29
3.5. <i>Ball mill</i>	29
3.6. Gelas <i>pyrex</i> , spatula, wadah sampel sebagai peralatan pendukung penelitian	30
3.7. XRD merk Philips tipe PW/1835	31
3.8. Skema alat uji XRD	32
3.9. <i>Particle size- Analyzer</i> (PSA) merk COULTER series LS100.	33
3.10. Diagram alir penelitiin	34
4.1. Pola difraksi material dasar senyawa $PbCO_3$ dan TiO_2 murni.....	48
4.2. Kurva rata-rata paertikel campuran serbuk $PbCO_3$ dan TiO_2	50
4.3. Kurva ukuran kristalit campuran serbuk $PbCO_3$ dan TiO_2	51
4.4. Hasil karakterisasi <i>x-ray</i> pada campuran serbuk $PbCO_3$ dan TiO_2 pada waktu <i>milling</i> 1 jam.....	52
4.5. Hasil karakterisasi <i>x-ray</i> pada campuran serbuk $PbCO_3$ dan TiO_2 pada waktu <i>milling</i> 5 jam	53
4.6. Hasil karakterisasi <i>x-ray</i> pada campuran serbuk $PbCO_3$ dan TiO_2 pada waktu <i>milling</i> 10 jam.....	54
4.7. Hasil karakterisasi <i>x-ray</i> pada campuran serbuk $PbCO_3$ dan TiO_2 pada waktu <i>milling</i> 25 jam.....	55
4.8. Hasil karakterisasi <i>x-ray</i> pada campuran serbuk $PbCO_3$ dan TiO_2 pada waktu <i>milling</i> 45 jam	56
4.9. Hasil karakterisasi <i>x-ray</i> pada campuran serbuk $PbCO_3$ dan TiO_2 pada waktu <i>milling</i> 60 jam.....	57
4.10. Perbandingan pola difraksi <i>x-ray</i> terhadap variasi waktu <i>milling</i> pada campuran serbuk $PbCO_3$ dan TiO_2	58
4.11. Pola difraksi <i>x-ray</i> pada campuran $PbCO_3$ dan TiO_2 Dengan masing-masing variasi suhu temperatur	59
4.12. Kurva ukuran kristalit fasa $PbTiO_3$ yang telah melalui masing-masing variasi suhu tempe proses <i>sintering</i> dari masing-masing variasi suhu <i>temperature</i>	60

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Hal
Lampiran 1. Pengujian Senyawa Dasar.....	70
1. Ukuran partikel senyawa dasar.....	70
a. Ukuran rata-rata partikel PbCO ₃	70
b. Ukuran rata-rata partikel TiO ₂	71
c. <i>Volume Statistics(Geometric)</i> Senyawa Dasar PbCO ₃	72
d. <i>Volume Statistics(Geometric)</i> Senyawa Dasar TiO ₂	72
2. Bentuk fasa senyawa dasar	73
a. PbCO ₃	73
b. TiO ₂	74
Lampiran 2. Hasil Karakterisasi Proses <i>Mechanical Alloying</i>	75
1. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO₃ dan TiO₂.....	75
a. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO ₃ dan TiO ₂ <i>milling</i> 1 jam.....	75
b. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO ₃ dan TiO ₂ <i>milling</i> 3 jam.....	77
c. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO ₃ dan TiO ₂ <i>milling</i> 5 jam.....	79
d. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO ₃ dan TiO ₂ <i>milling</i> 10 jam	81
e. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO ₃ dan TiO ₂ <i>milling</i> 15 jam.....	83
f. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO ₃ dan TiO ₂ <i>milling</i> 20 jam.....	85
g. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO ₃ dan TiO ₂ <i>milling</i> 25 jam.....	87
h. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO ₃ dan TiO ₂ <i>milling</i> 35 jam.....	89

i. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO ₃ dan TiO ₂ <i>milling</i> 45 jam.....	91
j. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO ₃ dan TiO ₂ <i>milling</i> 60 jam.....	93
2. Ukuran kristalit campuran senyawa PbCO₃ dan TiO₂.....	95
a. <i>Milling</i> 1 jam (ICSD 98-003-6164 dan 98-017-2916).....	95
b. <i>Milling</i> 5 jam (ICSD 98-003-6554 dan 98-017-2914)	97
c. <i>Milling</i> 10 jam (ICSD 98-003-6164 dan 98-009-3098).....	99
d. <i>Milling</i> 25 jam (ICSD 98-003-6554 dan 98-020-2242)	101
e. <i>Milling</i> 45 jam (ICSD 98-016-6089 dan 98-004-4882).....	103
f. <i>Milling</i> 60 jam (ICSD 98-016-6089 dan 98-020-2242).....	105
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi Proses <i>Sintering</i>.....	107
1. Pola difraksi senyawa yang hadir dan ukuran kristalit	
PbTiO₃ 500 °C.....	107
a. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses <i>sintering</i> 500 °C..	107
b. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses <i>sintering</i> 600 °C..	109
c. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses <i>sintering</i> 700 °C..	111
d. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses <i>sintering</i> 800 °C..	113
e. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses <i>sintering</i> 900 °C..	115
f. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses <i>sintering</i> 1000 °C.	117
g. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses <i>sintering</i> 1100 °C.	119

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Dewasa ini perkembangan ilmu material sangat pesat dan diharapkan mampu untuk memberikan solusi dari permasalahan krisis energi khususnya energi listrik. Untuk menghasilkan energi listrik dapat ditempuh dengan berbagai macam cara, seperti pembuatan *solar cell* dan material *piezoelectric*. Material *piezoelectric* adalah material yang jika mendapatkan tekanan atau gaya dari luar, pada material tersebut akan merespon dalam bentuk muatan listrik atau dengan kata lain menghasilkan aliran listrik (Uchino, 2003). Hal ini dapat terjadi karena adanya dipol listrik pada material tersebut akibat ketidaksimetrisan kedudukan atom yang bermuatan positif dan atom yang bermuatan negatif (Ye, 2008). Ditinjau dari bahan pembuatan material *piezoelectric*, secara kajian literatur salah satu material yang memiliki sifat *piezoelectric* adalah *Lead Titanate* (PbTiO_3) dari campuran kedua senyawa PbCO_3 dan TiO_2 (chen et.al, 2007). PbTiO_3 keramik adalah *electroceramic* yang terkenal mempunyai sifat *piezoelectric* yang baik untuk aplikasi dalam elektronik dan mikroelektronik.

Dalam proses pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik dapat dilakukan melalui metode *mechanical alloying* (MA). *Mechanical Alloying* adalah metode untuk memadukan dua material atau lebih dalam bentuk serbuk secara mekanik sehingga menghasilkan campuran material yang homogen (tercampur secara merata). Pemaduan mekanik (MA) dapat digunakan untuk sintesis larutan

padatan, nano partikel, paduan *amorf*, intermetalik dengan berbagai komposisi kimia (Suryanarayana, 2004). Campuran material yang dihasilkan sampai skala nanometer akan sangat mempengaruhi sifat *piezoelectric* PbTiO_3 keramik tersebut. Metode ini dipilih selain karena dapat menghasilkan campuran yang homogen juga mampu mereduksi ukuran partikel sampai dengan skala nanometer, relatif murah dan ekonomis, serta dapat memproduksi campuran material secara massal.

Pada pencampuran serbuk material, proses *mechanical alloying* dapat dilakukan pada kondisi *dry mill* dan *wet mill*. Dalam penelitian ini proses pemaduan mekanik dilakukan menggunakan metode *wet mill* (basah). Untuk mengetahui pengaruh proses *mechanical alloying* di dalam pemaduan senyawa PbCO_3 dan TiO_2 pada kondisi *wet mill*, diikuti dengan perlakuan panas atau *sintering* sehingga dihasilkan material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik. Dengan begitu optimalisasi proses sintesis melalui pemaduan mekanik dan *sintering* ini akan dicapai ukuran nanopartikel dan nanokristalit material *piezoelectric* PbTiO_3 melalui variasi waktu *milling*, suhu *sintering* dan waktu penahanan *sintering* agar mendapatkan hasil yang optimal untuk menghasilkan partikel dan kristalit berskala nanometer.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan di atas, maka dapat diidentifikasi beberapa masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh proses pencampuran PbCO_3 dan TiO_2 dengan menggunakan *wet mechanical alloying* di dalam pembuatan material

piezoelectric PbTiO₃ keramik akan dapat memperkecil ukuran partikel dan kristalinitasnya.

2. Bagaiman pengaruh proses *sintering* pasca proses *wet mechanical alloying* terhadap proses pembentukan fasa PbTiO₃ keramik dan proses pertumbuhan ukuran kristalinitasnya.

C. Pembatasan masalah

Untuk mendapatkan material *piezoelectric* PbTiO₃ keramik melalui proses sintesis menggunakan metode pemaduan mekanik ini banyak faktor yang mempengaruhinya, oleh sebab itu dalam penelitian ini di perlukan pembatasan-pembatasan dalam pelaksanaan penelitian , di antaranya:

1. Sintesis material PbTiO₃ keramik yang di lakukan dengan bahan dasar berupa serbuk PbCO₃ yang di campur serbuk TiO₂.
2. Kemurnian serbuk PbCO₃ dan TiO₂ di atas 98%.
3. Menggunakan mesin *vibratory ball mill* dengan kecepatan putaran mesin 900 rpm.
4. Menambahkan larutan alkohol 96% sebanyak 40 ml dalam setiap 75 gram campuran serbuk PbCO₃ dan TiO₂ agar kondisi pemaduan mekanik menjadi basah (*wet*).
5. Perbandingan antara berat bola baja (*ball mill*) terhadap berat campuran serbuk atau *ball to powder weight ratio* (BPR) 10:1.
6. Pengujian ukuran partikel pasca pemaduan mekanik terhadap campuran serbuk menggunakan *particle-size analyzer* (PSA) Conter Q100.

7. Pengujian fasa-fasa yang hadir dan ukuran kristal PbTiO_3 keramik pasca proses *sintering* menggunakan program *highscore plus* berdasarkan hasil *x-ray diffraction* (XRD)

D. Rumusan Masalah

Proses sintesis material PbTiO_3 keramik yang di campur dari bahan dasar berupa serbuk PbCO_3 dan TiO_2 sebagai maetrial pembuatan *piezoelectric* akan melalui proses kristalisasi guna memperoleh fasa *amorf* menjadi fasa kristalit. Amorfisasi fasa material yang akan digunakan merupakan hal yang terpenting dalam sintesis material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik yang terdiri dari material nanokristalit (*nanocrystallite materials*). Amorfisasi material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik diperoleh melalui optimalisasi pemanfaatan paduan senyawa PbCO_3 dan TiO_2 dimana kedua senyawa tersebut diproses melalui tahapan pemaduan mekanik (*mechanical alloying*) untuk mendapatkan material yang homogen (tercampur secara merata), sehingga untuk mendapatkan hasil yang paling unggul dalam pembuatan material *piezoelectric* dilakukan karakterisasi dengan waktu *milling* (*milling time*) pada *mechanical alloying* yang bervariasi pada kondisi *wet mill*. Proses selanjutnya adalah *sintering* dimana fasa *amorf* material dengan ukuran rata-rata fungsi temperatur dan waktu partikel yang bertransformasi menjadi skala nanometer hasil dari pemaduan mekanik menjadi fasa kristalit PbTiO_3 keramik. Dicapainya ukuran partikel dan kristalit berskala nanometer material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik diharapkan mampu meningkatkan sifat elektrik, sehingga diperoleh bahan yang optimum sebagai material *piezoelectric*.

E. Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah yang ada di atas, maka penelitian ini bertujuan untuk mengetahui lebih dalam pengaruh:

1. Untuk mengetahui waktu terbaik proses *wet mechanical alloying* terhadap reduksi ukuran partikel dan kristalit dari campuran PbCO_3 dan TiO_2 sebagai bahan pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 .
2. Untuk mengetahui variasi temperatur terbaik proses *sintering* (pemanasan) terhadap proses pembentukan fasa dan ukuran kristalit sebagai material PbTiO_3 keramik.

F. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat sebagai berikut:

1. Berkontribusi bagi kemajuan teknologi khususnya dalam pengembangan *smart material piezoelectric* PbTiO_3 keramik.
2. Mendapatkan data dan informasi tentang data hasil eksperimen untuk pengembangan *smart material piezoelectric* PbTiO_3 keramik.
3. Untuk pencarian sumber energi khususnya sumber energi listrik dengan pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik dari campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 .

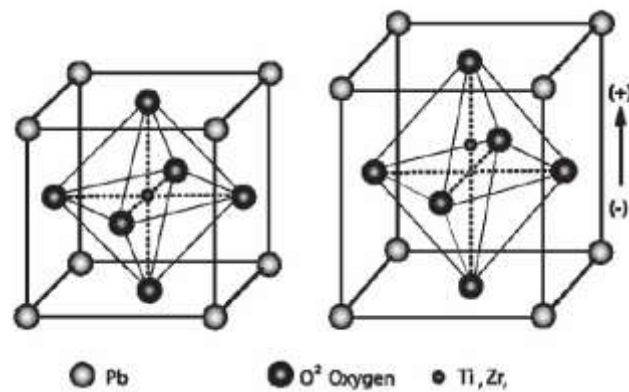
BAB II

KAJIAN LITERATUR

A. Piezoelectric

Fenomena *piezoelectric* pertama kali ditemukan di Rochele salt oleh Jacques dan Pierre Curie pada tahun 1880. Material ini banyak digunakan dalam banyak area pada teknologi dan ilmu pengetahuan. *Piezoelectric* adalah istilah yang menggambarkan kemampuan kristal tertentu untuk memberikan muatan listrik secara langsung sebanding dengan tekanan atau gaya mekanis yang diberikan (Uchino, 2010). Hal tersebut dapat terjadi dikarenakan adanya dipol listrik akibat ketidak simetrisan kedudukan atom yang bermuatan positif dan atom yang bermuatan negatif. Material *piezoelectric* juga dapat dikatakan sebagai material *perovskite*, di mana material *perovskite* sendiri merupakan semua material yang memiliki susunan kristal. Struktur *perovskite* memiliki rumus umum ABO_3 di mana A berada di sudut-sudut kubus, atom B terletak di diagonal ruang kubus dan ion oksigen O menempati tengah-tengah pada muka kubus seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Schwartz, 2009).

Di atas suhu kritis yang dikenal sebagai *curie temperature* atau suhu curie, setiap kristal *perovskite* pada keramik yang dipanaskan akan menunjukkan kubik simetri sederhana tanpa momen dipol. Namun, pada suhu di bawah suhu *curie* setiap kristal memiliki tetragonal simetri dan saling terkait yang disebut dengan momen dipol. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Moheimani dan Fleming, 2005).



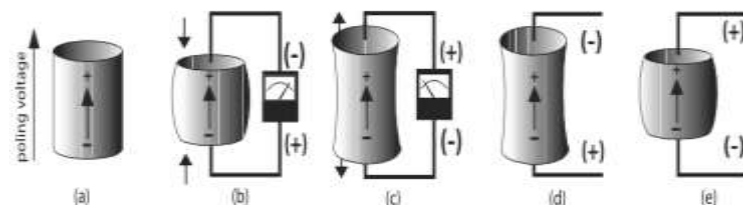
Gambar 2.1. Struktur kristal material *piezoelectric* PbTiO_3 , sebelum dan sesudah terpolarisasi (Moheimani dan Fleming, 2005).

Kelebihan yang dimiliki oleh oksida *perovskite* adalah sebagian dari ion-ion oksigen penyusun strukturnya dapat dilepaskan (mengalami reduksi) tanpa dirinya mengalami perubahan struktur yang berarti. Kekosongan ion oksigen ini selanjutnya dapat diisi kembali oleh ion oksigen lain melalui reaksi reoksidasi. Oksida *perovskite* dapat berperan sebagai oksidator atau sumber oksigen bagi suatu reaksi oksidasi yang bersifat reversible karena dapat di reoksidasi (Idayati, 2008).

Jika sebuah material mampu menimbulkan perpindahan *dielectric* akibat tegangan mekanik yang diterapkan dari luar, maka sebuah material tersebut dapat dikatakan memiliki sifat *piezoelectric*. Dalam prosesnya tegangan mekanik yang bekerja sangat berhubungan dengan *effect piezoelectric* yang terjadi begitu pula sebaliknya, di mana kristal *piezoelectric* menjadi tegang jika medan listrik eksternal diterapkan. Kedua efek tersebut sangat berhubungan bahkan terjadi secara timbal balik. Seperti sifatnya jika tegangan yang diterima pada material dikembalikan, maka polarisasi listrik yang terjadi juga akan kembali seperti semula. Atas dasar sifat itulah material ini dapat dijadikan sebagai sebuah kandidat sumber energi terbarukan, karena sifat polarisasi listrik yang dimilikinya,

dari polarisasi listrik tersebut, kemudian dapat disimpan untuk dipakai jika suatu saat dibutuhkan.

Sifat elemen *piezoelectric* yang terpolarisasi dapat dijelaskan pada serangkaian Gambar 2.2. Tegangan listrik dapat terjadi karena adanya perubahan momen dipol yang merupakan dampak dari kompresi mekanik atau regangan pada elemen. Kompresi yang terjadi di sepanjang arah polarisasi, atau tegangan tegak lurus terhadap arah polarisasi akan menghasilkan tegangan polaritas yang sama seperti tegangan poling Gambar 2.2 (b). Tegangan yang terjadi sepanjang arah polarisasi, atau kompresi tegak lurus ke arah itu menghasilkan tegangan dengan polaritas yang berlawanan dengan tegangan polarisasi Gambar 2.2 (c). Artinya, pada kondisi seperti ini unsur material *piezoelectric* mampu mengubah energi mekanik kompresi atau tegangan menjadi energi listrik. Nilai untuk tegangan tekan dan tegangan listrik yang dihasilkan dengan menerapkan tekanan tertentu, tergantung dari sifat material. Hal yang sama berlaku untuk tegangana listrik yang diberikan terhadap regangan yang terjadi. Seperti halnya jika tegangan listrik diberikan pada suatu material maka akan berdampak memanjang dan diameternya menjadi lebih kecil Gambar 2.2 (e), itu artinya dapat disimpulkan bahwa energi mekanik dapat dirubah menjadi energi listrik dimana peristiwa seperti ini disebut *piezoelectric effect* (Moheimani dan Fleming, 2005).



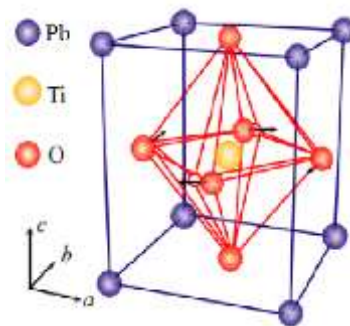
Gambar 2.2. *Piezoelectric effect* perubahan energi mekanik dan energi listrik (Moheimani dan Fleming, 2005).

Pada dasarnya material *piezoelectric* dibagi menjadi dua bagian, yang pertama adalah bahan *piezoelectric* alami dan bahan *piezoelectric* buatan atau rekayasa. Material *piezoelectric* alami diantaranya adalah kuarsa (Quartz, SiO_2), *berlinite*, *turmalin* dan garam rossel. Material *piezoelectric* buatan diantaranya adalah *Barium titanate* (BaTiO_3), *Lead zirconium titanate* (PZT), *Lead titanate* (PbTiO_3) dan lain sebagainya.

Dalam penelitian ini preparasi pembuatan material *piezoelectric* menggunakan bahan Material *Lead Titanate* PbTiO_3 keramik. PbTiO_3 keramik adalah *electroceramic* yang terkenal mempunyai sifat *piezoelectric* yang baik untuk aplikasi dalam *electronic* dan *microelectronic*. Pada temperatur kamar, PbTiO_3 keramik menunjukkan struktur *perovskite* tetragonal dan ketika di doping dengan *perovskite* lainnya, akan membentuk berbagai solusi serbaguna kristal padat

B. Material *Lead Titanate* (PbTiO_3)

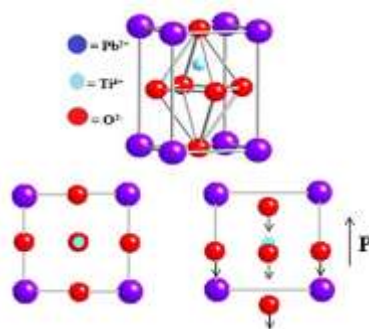
Material keramik berbahan dasar *Lead titanate* PbTiO_3 , merupakan salah satu material yang memiliki struktur *perovskite* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3, dimana material *perovskite* juga memiliki sifat *ferroelectric* dan *piezoelectric* (Mailadil, 2008 dalam Widodo. et al, 2014).



Gambar 2.3. *Unit cell* struktur kristal PbTiO_3 (Mailadil, 2008 dalam Widodo. et al, 2014).

Lead Titanate PbTiO_3 keramik biasanya diaplikasikan sebagai material yang dikembangkan pada industri elektrik dan keramik elektrik karena PbTiO_3 termasuk dalam material *feroelectric* (Rahmayeni, 2007 dalam Fajarin. et al, 2015). Sedangkan *feroelectric* adalah kemampuan suatu material untuk mempertahankan polarisasi meskipun medan listrik ditiadakan (Smallman, 2000 dalam Fajarin. et al, 2015).

Material PbTiO_3 keramik merupakan salah satu material *Electroceramic* yang terkenal mempunyai sifat *piezoelectric* yang baik. Material ini memiliki suhu curie $\sim 490^\circ\text{C}$, dan sifat-sifat yang unik dari material ini yaitu tingginya suhu transisi membuatnya berguna untuk frekuensi tinggi dan suhu tinggi yang dapat diterapkan dalam perangkat elektronik (Wongmaneerung. et al, 2005). Titik leleh dari material PbTiO_3 keramik sendiri mencapai 1281°C (Fajarin, 2015). Atom-atom penyusun pada material PbTiO_3 keramik sendiri terdapat satu atom Pb dengan muatan $2+$, satu atom Ti dengan muatan $4+$ dan tiga atom O yang masing-masing bermuatan $2-$. Apabila material PbTiO_3 mendapat tekanan atau gaya dari luar (P), maka struktur kristal kubik akan berubah menjadi tetragonal sehingga kedudukan atom-atomnya tidak lagi simetris. Akan timbul polarisasi listrik seperti yang terlihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Ketidak simetrisan struktur struktur kristal PbTiO_3 ketika menerima gaya luar (P), sehingga terjadi dipol listrik.

Tekstur dari PbTiO_3 yang baik memberikan dampak terutama pada sifat *piezoelectric*, dan membuatnya memiliki deformasi tetragonal yang lebih besar hal ini membuat material PbTiO_3 dapat terpolarisasi dalam tekanan tinggi (Zhiguo. et al, 2014). Sifat-sifat pada material PbTiO_3 sebagai material *piezoelectric* tidak terlepas pada kondisi mikrostruktur yang ada pada material tersebut. Kondisi mikrostruktur yang paling penting adalah kondisi atau keadaan dari ukuran partikel dan kristalinitnya disamping keadaan mikrostruktur yang lain seperti komposisi *stoichiometry*, kemurnian bahan, sejarah pengolahan, dan lain-lain.

Ukuran partikel yang berskala nanometer pada material PbTiO_3 keramik, memungkinkan luas kontak permukaan yang berinteraksi pada partikel maupun kristalit lebih luas atau lebar jika dibandingkan dengan ukuran partikel dan kristalit dalam skala micrometer. Pada kondisi tersebut sifat *piezoelectric* PbTiO_3 keramik dapat lebih optimal .

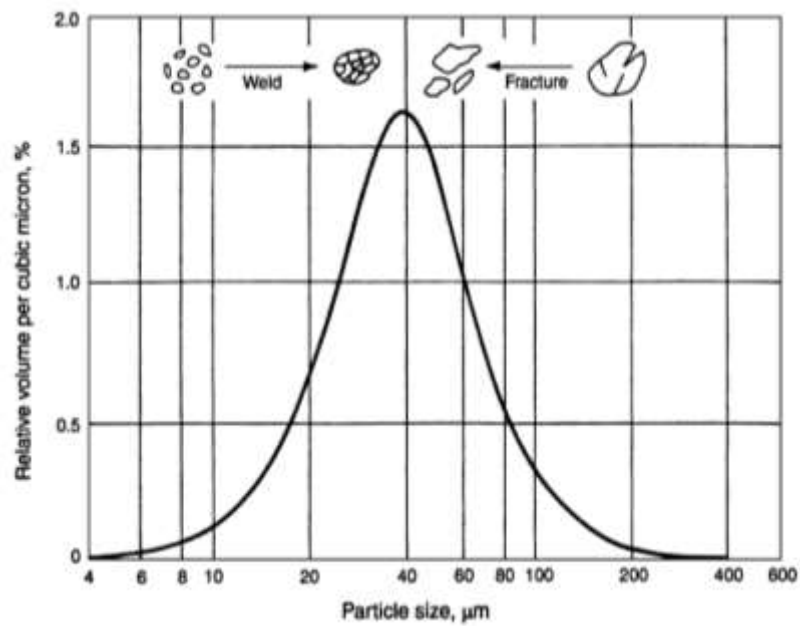
Dewasa ini, para peneliti berlomba-lomba untuk mendapatkan kondisi mikrostruktur seperti ukuran partikel dan kristalit dalam skala *nanosized* bubuk senyawa PbTiO_3 keramik dengan berbagai metode preparasi. Macam-macam metode preparasi material PbTiO_3 keramik yang umum digunakan untuk dapat menghasilkan ukuran partikel dan kristalit dalam skala nano adalah *solid-state reaction* (Stankus dan Dudonis, 2004), *sol-gel* (Zhang dan Whatmore, 1999), *hydrothermal* (Li. et al, 2014), *mechanochemical* (Xue. et al, 1999) dan *mechanical milling* atau *alloying* (Forrester. et al , 2004).

C. Mechanical Alloying

Mechanical alloying (MA) adalah suatu teknik metalurgi serbuk yang memproduksi material dengan ukuran yang homogen hasil dari pencampuran (*alloying*) dari dua unsur serbuk material yang berbeda (Suryanaraya, 2001). Dalam Prosesnya, pemaduan mekanik menggunakan *high energy ball milling* (HEBM) yang berfungsi untuk menghaluskan ukuran butir atau partikel. Penghalusan ukuran butir atau partikel dengan metode ini terjadi karena penghancuran yang terjadi berulang-ulang yang menyebabkan pengelasan dingin (*cold welding*) dari dua partikel bubuk yang diakibatkan oleh tumbukan yang terus menerus antara bola logam (*ball mill*) dan sampel di dalam alat *milling*, sehingga nantinya diharapkan menghasilkan serbuk yang memiliki fasa baru (Soni, 2001). Metode ini dipilih karena mudah digunakan, relatif ekonomis, dan dapat memproduksi material dalam jumlah besar.

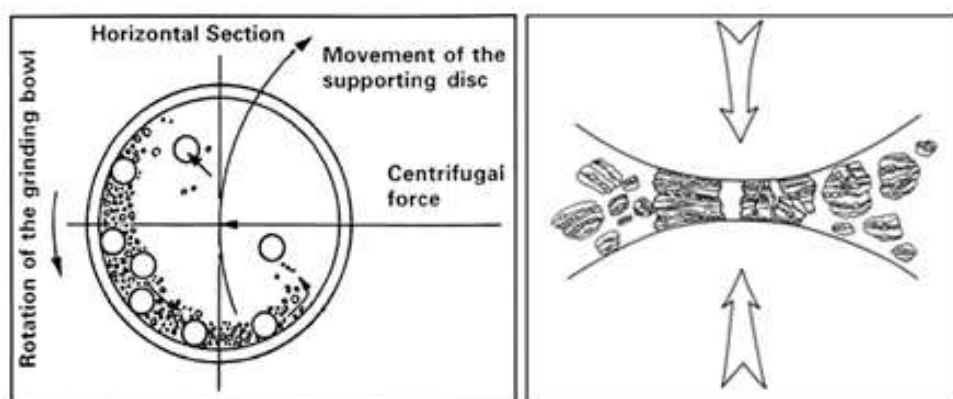
1. Mekanisme Mechanical Alloying

Dalam *mechanical alloying* atau *mechanical milling* serbuk dicampur dalam suatu *chamber* (ruangan) dan dikenai energi agar terjadi deformasi yang berulang-ulang sehingga terbentuk partikel-partikel yang lebih kecil dari sebelumnya. Tumbukan pada tiap tipe dari unsur partikel serbuk menghasilkan bentuk yang berbeda, untuk bahan yang ulet sebelum terjadi *fracture* akan menjadi *flat* atau pipih terlebih dahulu, sedangkan untuk bahan yang getas langsung terjadi *fracture* dan menjadi partikel serbuk yang lebih kecil seperti ilustrasi pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Karakteristik deformasi pada partikel serbuk (Soni, 2001).

Saat dua bola bertumbukan ada serbuk yang terjebak di antara kedua bola tersebut dan terdeformasi sehingga ukurannya menjadi lebih kecil, hal tersebut terjadi secara berulang-ulang seperti ilustrasi yang dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Mekanisme terjadinya tumbukan (Suryanarayana, 2001).

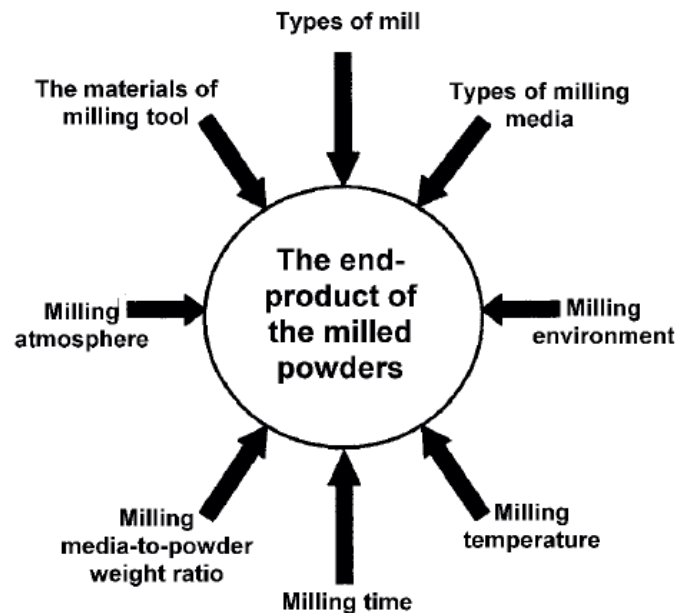
Selama proses pemaduan mekanik, partikel campuran serbuk mengalami proses pengelasan dingin (*cold welding*) dan penghancuran berulang-ulang. Ketika bola saling bertumbukan sejumlah serbuk terjebak diantara kedua bola tersebut. Beban *impact* yang diberikan oleh bola membuat serbuk terdeformasi dan ukurannya menjadi semakin mengecil (hancur). Permukaan partikel serbuk campuran yang baru terbentuk memungkinkan terjadinya proses pengelasan dingin kembali antara sesama partikel sehingga membentuk partikel baru yang ukurannya lebih besar dari ukuran semula. Partikel tersebut kembali mengalami tumbukan dan akhirnya kembali hancur, begitu seterusnya hingga mencapai ukuran nano. Ada tiga tahapan selama proses pemaduan mekanik berlangsung diantaranya :

1. Tahap pertama adalah *cold weld* dimana partikel akan saling bergabung atau membentuk kontak yang erat antar partikel akibat adanya tumbukan dengan *ball mill* dan diikuti oleh peningkatan ukuran partikel.
2. Tahap kedua *cold weld* yang telah terbentuk terus menerus manerima tumbukan, sehingga lama kelamaan membentuk *laminated powder* yang menyebabkan ukuran partikel menjadi maksimum atau dengan kata lain mencapai titik ukuran terbesar dari campuran kedua partikel.
3. Tahap ketiga disebut dengan *fracture* dimana *laminated powder* yang secara intensif mengalami tumbukan sampai mencapai fasa homogenisasi dari campuran material yang dipadu terjadi dan diikuti proses penggetasan (*fracture*). Proses penggetasan ini mengakibatkan pengecilan ukuran partikel secara signifikan dan terjadi deformasi pada mikrostruktur material yang dipadu, serta telah terbentuknya paduan baru yang berbeda

dari campuran serbuk awal. Apabila pada tahap ini tumbukan yang diberikan masih terus berlangsung dapat menyebabkan proses penghalusan partikel menjadi konstan.

2. Parameter *Mechanical Alloying*

Beberapa parameter yang harus di perhatikan dalam proses *mechanical alloying* yang dapat memepengaruhi kualitas produk akhir dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Parameter-parameter pada proses *mechanical alloying* (El-Eskandarany, 2001).

a. *Type of mill*

Type of mill adalah peralatan atau mesin apa yang digunakan dalam proses *mechanical alloying*. Peralatan yang digunakan diklasifikasikan menjadi dua yang didasarkan kepada energi yang dihasilkan untuk mensintesis suatu material, yaitu: *high-energy mills* dan *low-energy mills*.

b. *The materials of milling tool*

The materials of milling tool adalah jenis material yang akan digunakan sebagai komponen dari mesin seperti *vial* dan *mill container* yang biasanya terbuat dari *stainless steel*, *hardened steel*, *tungsten carbide* dan lain-lain.

c. *Milling atmosphere*

Milling atmosphere adalah kondisi lingkungan material yang ada di dalam *vial* atau *container* pada saat proses pemaduan mekanik berlangsung. Kondisi lingkungannya dapat berupa material yang diselimuti oleh gas *inert*, atau pun udara biasa pada tekanan tertentu.

d. *Type of milling media*

Type of milling media adalah dapat berupa *rods* atau *ball mill* sebagai alat yang digunakan untuk *grinding* atau menumbuk material menjadi bubuk yang lebih halus.

e. *Milling media-to-powder weight ratio*

Milling media-to-powder weight ratio yang dimaksud adalah *the ratio of the weight of the balls to the powder (BPR)* perbandingan berat bola terhadap campuran serbuk yang dipadu. Pada proses pemaduan mekanik, BPR yang umum digunakan adalah 1:10.

f. *Milling time*

Milling time adalah durasi atau lamanya waktu proses penghalusan atau pemaduan. Durasi pada proses pemaduan mekanik dipengaruhi oleh *type of mill*, kecepatan mesin, BPR dan *milling temperature* yang digunakan.

g. Milling environment

Milling environment adalah kondisi *wet* atau *dry milling* yang digunakan. Pada kondisi *wet milling* umumnya ditambahkan larutan tertentu yang dicampur ke dalam campuran serbuk yang akan dipadu, seperti penambahan benzena, alcohol atau yang lain, sebagai *a process control agent (PCA)*.

h. Milling temperature

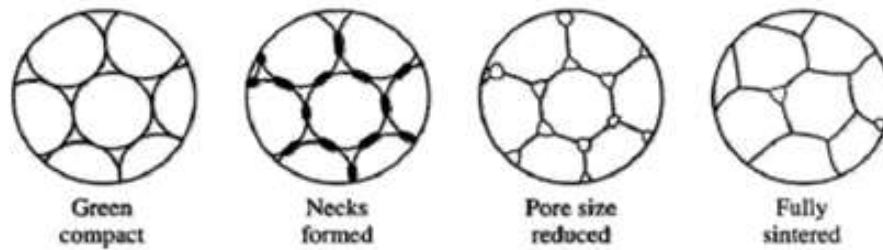
Milling temperature adalah pemberian panas sampai *level* tertentu pada saat proses pemaduan mekanik berlangsung agar didapatkan produk akhir berupa fasa *solid solution*, *intermetallic*, *nanostructure* atau *an amorphous*.

D. Sintering

Keramik merupakan material yang dibuat melalui pembakaran suhu tinggi, proses ini merupakan proses yang sangat menentukan sifat bahan. Dalam tahap perlakuan panas suhu pembakaran ditentukan oleh bahan dasar yang digunakan dan fungsi bahan yang ingin dibuat. Temperatur *sinter* umumnya berada pada 0,7-0,9 dari temperatur cair serbuk utama (Raspitanto, 2008). Dalam tahap perlakuan panas, terjadi peristiwa kimia antara lain: pengeringan, peruraian bahan organik, penguapan air kristal dan lain-lain. Bersamaan dengan terjadinya reaksi kimia, terjadi pula perubahan fisis yaitu yang disebut *sintering*.

Sintering adalah proses penggabungan partikel-partikel serbuk melalui peristiwa difusi pada saat suhu meningkat. Pada dasarnya *sintering* merupakan peristiwa penghilangan pori-pori antara partikel bahan, pada saat yang sama

terjadi penyusutan komponen dan diikuti oleh pertumbuhan *grain* serta peningkatan ikatan antar partikel yang berdekatan, sehingga menghasilkan bahan yang lebih mampat/kompak (Ramlan dan Bama, 2011). Peristiwa ini ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Perubahan pada skala *mikroskopis* saat proses *sintering* (Raspitanto, 2008).

Pada Gambar 2.8, menunjukkan beberapa tahapan material saat mengalami proses *sintering* sebelum mencapai titik maksimal, diantaranya adalah:

1. *Green Compact*

Pada tahap *Green compact*, material masih dalam kondisi awal. Jarak antar partikel masih terlalu lebar sehingga tingkat porositas pada material masih cenderung tinggi.

2. *Necks Formed*

Pada tahap *Necks Formed* mulai terbentuk ikatan atomik. Kontak antar partikel membentuk leher yang tumbuh menjadi batas butir antar partikel. Pertumbuhan akan menjadi semakin cepat dengan adanya kenaikan suhu *sintering*. Pada tahap ini penyusutan juga terjadi akibatnya permukaan porositas menjadi halus.

3. *Pore sized reduced*

Pada tahap ini terjadi pertumbuhan partikel, yaitu butir kecil larut dan bergabung dengan butir besar. Bentuk butir ini menghasilkan pemadatan yang lebih baik. Pada tahap ini juga berlangsung penghilangan porositas akibat pergeseran batas butir. Porositas mulai saling berhubungan dan membentuk silinder di sisi butir.

4. *Fully sintered*

Pada tahap *Fully sintered* material telah mengalami proses *sinter* secara sempurna. Ikatan atomik antar partikel telah menghilangkan pori-pori antara bahan, sehingga terjadi penyusutan komponen serta peningkatan ikatan antar partikel yang berdekatan sehingga menghasilkan bahan yang lebih mampat atau kompak.

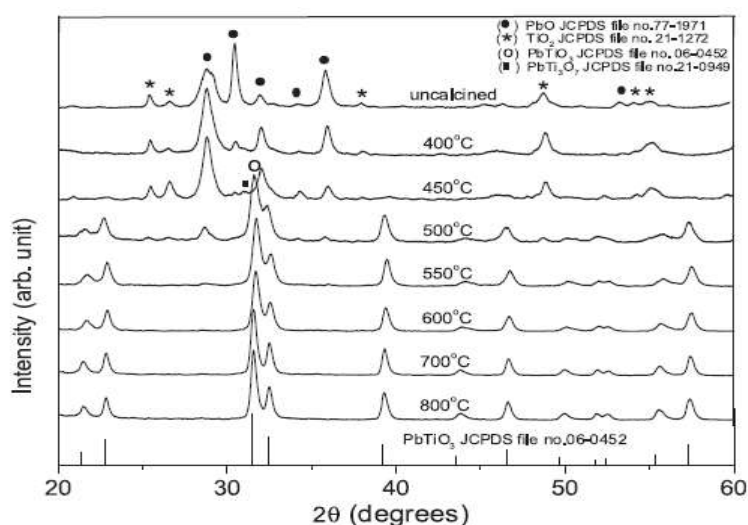
Tujuan dilakukannya proses *sinter* sesudah proses *mechanical alloying* sendiri adalah:

- a. Mengurangi porositas pada material sehingga densitas pada material menjadi naik.
- b. Terbentuknya fasa dari $\text{PbCO}_3 + \text{TiO}_2$ menjadi $\text{PbTiO}_3^{(s)} + \text{CO}_2^{(g)}$ akibat perlakuan panas yang diberikan pada saat proses *sintering*.

E. Kajian Penelitian yang Relevan

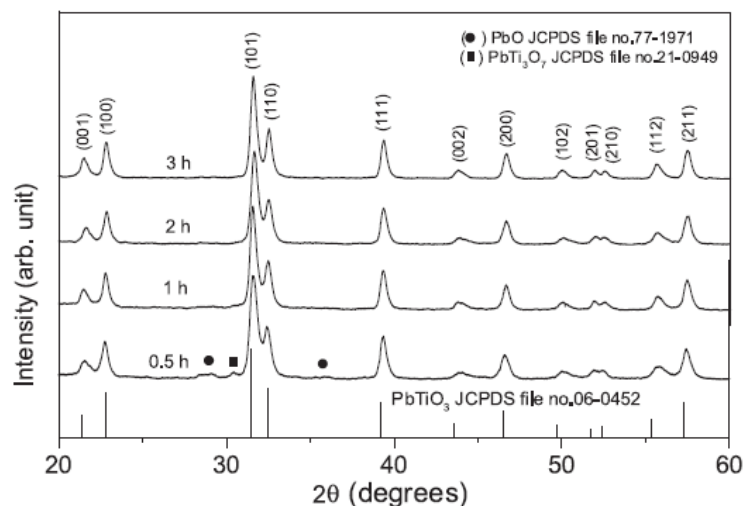
Penelitian tentang pengaruh penggunaan metode pemaduan mekanik (*mechanical alloying*) terhadap menurunkan ukuran partikel ataupun kristalit (*grain* atau *crystallite-size*) pada material PbTiO_3 diantaranya: Udomporn dan Ananta (2004) dan Wongmaneerung, et al (2006).

Udomporn dan Ananta (2004) melakukan penelitian tentang pengaruh proses kalsinasi terhadap proses pembentukan fasa dan ukuran partikel PbTiO_3 yang dipersiapkan melalui pemaduan antara serbuk PbO dan TiO_2 . Kalsinasi dilakukan pada campuran hasil pemaduan mekanik antara serbuk PbO dan TiO_2 sampai pada temperatur 800°C , kemudian dikarakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD), hasilnya seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.9 pola XRD material PbTiO_3 .



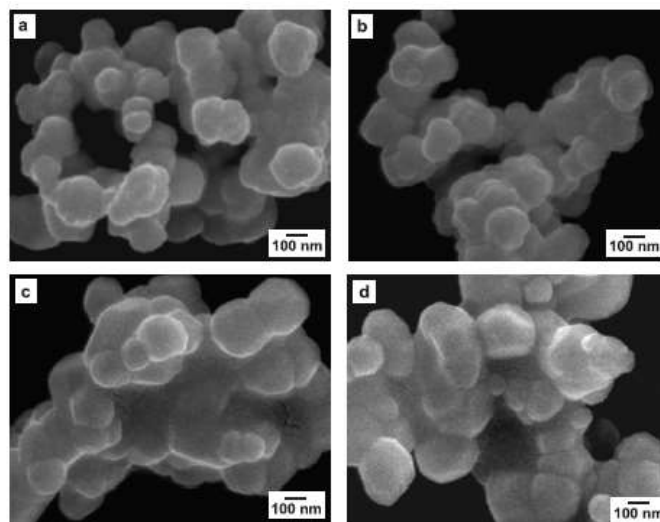
Gambar 2.9. Pola XRD material PbTiO_3 dengan berbagai variasi temperatur kalsinasi (Udomporn dan Ananta, 2004).

Dari Gambar 2.9 tampak jelas bahwa proses pembentukan fasa PbTiO_3 mulai terjadi pada temperatur di atas 450°C , dan mencapai *single phase* PbTiO_3 pada temperatur 600°C yang ditahan pemanasannya di atas 1 jam, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.10 pola difraksi XRD material PbTiO_3 .



Gambar 2.10. Pola XRD material PbTiO_3 pada kalsinasi 600°C yang ditahan sampai 3 jam pemanasan (Udomporn dan Ananta, 2004).

Pengaruh proses kalsinasi terhadap ukuran partikel PbTiO_3 diperlihatkan pada Gambar 2.11, dimana sampel yang telah dikalsinasi dilakukan pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*).



Gambar 2.11. Hasil karakterisasi ukuran partikel menggunakan SEM pada material PbTiO_3 yang dikalsinasi: a. 600°C selama 1 jam, b. 600°C selama 4 jam, c. 700°C selama 1 jam dan d. 800°C selama 1 jam (Udomporn dan Ananta, 2004).

Berdasarkan Gambar 2.11, pengaruh proses kalsinasi terhadap ukuran partikel PbTiO_3 yang diamati dengan menggunakan SEM, tidak memberikan pengaruh

yang signifikan, dimana untuk semua perlakuan kalsinasi menghasilkan ukuran partikel yang hampir sama yaitu sekitar 160 nm.

Wongmaneerung. et al (2006) melakukan penelitian tentang pengaruh lamanya waktu pencampuran (*milling time*) terhadap nilai reduksi ukuran partikel dan kristalit PbTiO_3 yang dipersiapkan dari campuran PbO dan TiO_2 secara pemaduan mekanik. Proses pemaduan mekanik menggunakan mesin *vibratory laboratory mill* sampai dengan 35 jam, hasil pemaduan ini lalu dikarakterisasi ukuran partikelnya dengan menggunakan XRD, SEM dan *laser scattering*, seperti pada Tabel 2.1 Untuk ukuran kristalit minimum yang dihasilkan dalam penelitian ini sekitar 20,8 nm dengan waktu *milling* selama 1 jam. Hasil pengukuran partikel dengan menggunakan SEM di dapatkan hasil ukuran partikel terkecil adalah 63 nm dengan waktu *milling* selama 25 jam, sedangkan hasil karakterisasi ukuran partikel minimum dengan menggunakan *laser scattering* didapatkan ukuran 170 nm pada sampel yang di *milling* selama 30 jam.

Tabel 2.1 Pengaruh lamanya waktu pencampuran (*milling*) terhadap ukuran partikel dan kristalit PbTiO_3 yang dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan *Laser scattering* (Wongmaneerung. et al, 2006)

Milling time (h)	Per. phase (%)	XRD		SEM		Laser scattering	
		A (nm)	c/a	D (nm)	P (nm)	D (nm)	P (nm)
0.5	89.20	40	1.056	145	40-250	1090	140-2560
1	100	20.8	1.062	107	71-143	660	270-1090
5	100	22.5	1.059	101	67-135	690	290-1140
10	100	21.9	1.059	95	63-128	690	290-1140
15	100	22.0	1.061	78	43-114	4640	1640-7790
20	100	21.3	1.056	68	28-109	4800	1710-8060
25	100	21.5	1.057	63	17-109	180	70-310
30	100	21.5	1.052	93	43-143	170	70-290
35	100	21.4	1.053	92	56-128	3030	560-6180

Per. phase = Perovskite phase.

A = Crystallite size.

c/a = Tetragonality factor.

D = Average particle size.

P = Particle size distribution or range.

Berdasarkan kajian pustaka di atas, proses rekayasa mikrostruktur (ukuran partikel dan kristalit) pada material *piezoelectric* PbTiO_3 dari hasil pemaduan mekanik antara senyawa PbCO_3 dan TiO_2 dan diikuti proses *sintering* dalam penelitian yang akan dilakukan ini diyakini mampu menghasilkan ukuran partikel dan kristalit berskala nanometer, sehingga diharapkan muatan listrik yang dihasilkan dapat maksimum dicapai.

F. Kerangka Berpikir Penelitian

PbTiO_3 merupakan material hasil dari pencampuran PbCO_3 dan TiO_2 , pencampuran ke dua senyawa tersebut merupakan embrio dari pembuatan material *piezoelectric* dimana material ini merupakan material yang mampu menghasilkan energi listrik yang terjadi dikarenakan adanya dipol listrik akibat ketidak simetrisan kedudukan atom yang bermuatan positif dan atom yang bermuatan negatif. Material ini diharapkan menjadi kandidat sebagai material yang dapat menghasilkan energi listrik sehingga mampu memberikan solusi dari permasalahan krisis energi khususnya energi listrik.

Dalam proses pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 Keramik ini, dilakukan melalui metode *mechanical alloying*. Metode ini adalah metode untuk memadukan dua material atau lebih dalam bentuk serbuk secara mekanik sehingga menghasilkan campuran material yang homogen dan dapat mereduksi ukuran partikel sampai dengan skala *nanometer* dan dilakukan pada kondisi *wet mill*. Kedua senyawa PbCO_3 dan TiO_2 yang telah melalui proses pemaduan mekanik akan menghasilkan senyawa baru yaitu PbTiO_3 keramik. Namun dari kesemua campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 yang telah melalui proses *mechanical alloying*, sebagian melalui proses *sintering* dalam *furnace* (dapur pemanas)

selama beberapa jam dengan *temperature* 500°C , 600°C , 700°C , 800°C, 900°C, 1000°C dan 1100°C. *Sintering* merupakan proses penggabungan partikel-partikel serbuk melalui peristiwa difusi pada saat suhu meningkat. Hal ini dilakukan untuk menghilangkan pori-pori antara partikel bahan.

Selain itu ukuran dari bola atau *Ball to Powder Weight Ratio* (BPR) sangat mempengaruhi efisiensi serta bentuk akhir serbuk setelah dilakukan proses milling. Hal ini dikarenakan ukuran yang besar dan densitas yang tinggi pada suatu bola dapat menghasilkan energi *impact* yang besar dan pada penelitian ini perbandingan berat serbuk dan bola baja adalah 1:10. Pada proses akhirnya akan dikarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dan morfologi permukaan nanopartikel dengan menggunakan XRD dan PSA. Hasil dari rekayasa material PbTiO_3 ini nantinya akan di aplikasikan sebagai penghasil energi yang tidak pernah habis untuk menanggulangi krisis energi khususnya energi listrik.

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Metode Penelitian

Metode penelitian merupakan suatu cara yang digunakan dalam penelitian untuk memperoleh data yang diinginkan, sehingga pelaksanaan dan hasilnya dapat dipertanggung jawabkan secara kajian ilmiah. Pada pelaksanaan penelitian ini menggunakan metode eksperimen yakni mencari hubungan sebab akibat antara faktor-faktor lain yang sengaja ditimbulkan oleh penelitian, dengan mengurangi atau menambahkan faktor-faktor lain yang bisa mengganggu dan mempengaruhi hasil dari penelitian.

Pada penelitian ini terdapat beberapa tahapan-tahapan kerja yang dilakukan dalam proses penelitian, sehingga nantinya proses penelitian akan lebih terarah dalam proses pelaksanaannya. Pada penelitian ini perlu dibagi dalam beberapa tahapan yaitu pelaksanaan eksperimen, diagram alir penelitian dan lembar pengamatan.

B. Bahan dan Alat Penelitian

1. Bahan Penelitian

Sesuai dengan perencanaan penelitian yang telah disusun sebelumnya, maka dalam menunjang jalannya penelitian dan untuk mendapatkan data yang diinginkan diperlukan beberapa bahan yang digunakan dalam pembuatan material *piezoelectric lead titanate* PbCO_3 keramik, adapun bahan yang digunakan antara lain:

a. Senyawa PbCO_3 dan TiO_2

Dalam preparasi material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik, bahan dasar untuk pembuatannya adalah senyawa PbCO_3 dan TiO_2 . Pada penelitian ini senyawa PbCO_3 dan TiO_2 dalam bentuk bubuk halus dengan tingkat kemurnian 99% pro analis. Kedua senyawa tersebut yang nantinya akan dipadukan dengan komposisi perhitungan *stoichiometry* yang telah ditentukan .



Gambar 3.1. Bubuk senyawa PbCO_3 dan TiO_2 sebagai bahan dasar pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 .

b. Serbuk karbon

Serbuk karbon atau arang pada penelitian ini digunakan sebagai pembersih *ball mill* dan mangkuk *vial*. Penggunaan serbuk karbon digunakan sebelum *milling* dan sesudah *milling* agar mangkuk *vial* dan *ball mill* dapat dipastikan dalam keadaan benar-benar bersih dengan memanfaatkan senyawa karbon.

c. Alkohol

Pada pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik ini, alkohol berfungsi sebagai campuran pada saat proses *milling*. Hal ini dikarenakan

sintesis material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik dilakukan dalam keadaan basah atau *wet mill*. Tingkat kemurnian alkohol dalam penelitian ini mencapai 96%.

2. Alat Penelitian

a. Alat proses penelitian yang digunakan

1) Timbangan digital

Timbangan digital berfungsi untuk menimbang massa serbuk material dasar PbCO_3 dan TiO_2 sesuai takaran *stoichiometry* yang nantinya akan digunakan pada proses *mechanical alloying*. Tingkat spesifikasi ketelitian timbangan mencapai 1/1000.



Gambar 3.2. Timbangan digital (Laboratorium Teknik Kimia Universitas Negeri Semarang).

2) *Vibratory ball milling*

Mesin *Vibratory ball milling* merupakan perangkat mesin *milling* dengan pola gerakan bertipe getaran. Terdapat motor penggerak dimana gerakan dari mesin tersebut menyebabkan getaran yang diteruskan pada pegas-pegas sehingga menghasilkan gerakan rotasi pada *vial*. Setiap putaran mesin mengakibatkan bola-bola *milling* dalam *vial* mengalami

pergerakan dan terjadi tumbukan dengan serbuk material yang disintesis pada waktu yang telah ditentukan.



Gambar 3.3. Mesin *milling* jenis *vibratory ball milling* (Laboratorium Universitas Negeri Semarang).

Konfigurasi proses yang digunakan pada penelitian ini untuk mesin *vibratory ball milling* adalah:

a. Putaran

Kecepatan putaran motor pada mesin *milling* bertipe *vibrator* ini adalah 900 rpm.

b. Vial

Vial merupakan suatu benda penampung dimana pada penelitian ini, *vial* merupakan perangkat dari alat *vibratory ball milling* sebagai wadah penampung bubuk PbCO_3 dan TiO_2 . Ukuran *vial* juga berpengaruh terhadap proses *milling*, hal ini dikarenakan diperlukannya ruang kosong agar *impact* antara *ball mill* dengan serbuk dapat terjadi.



Gambar 3.4. Mangkuk *vial*.

c. Bola-bola *milling*

Fungsi bola *milling* dalam proses *mechanical alloying* adalah sebagai penghancur dan pemadu campuran serbuk sehingga terbentuk suatu paduan baru. Material bola *milling* adalah baja dengan diameter bola besar 24,8 mm dan bola sedang 19,85 mm dan bola kecil 9,95 mm. Dengan perbandingan massa bola dan bahan serbuk yang disebut dengan *ball to powder weight ratio* (BPR) 10:1.



Gambar 3.5. *Ball mill*.

3) *Furnace*

Pada penelitian ini, *furnace* atau dapur pemanas digunakan untuk melakukan proses *sintering* pada material hasil proses *mechanical alloying*. Dapur pemanas ini dapat diprogram untuk melakukan

pemanasan sesuai dengan batas suhu tiap *furnace* yang dipakai, dengan pilihan fungsi penahanan pemanasan untuk mempertahankan panas pada suhu tertentu dengan waktu yang diinginkan. Pada penelitian ini proses *sinter* dilakukan dengan beberapa variasi suhu yaitu 500°C , 600°C , 700°C , 800°C, 900°C, 1000°C dan 1100°C. Hal ini bertujuan agar diketahui hasil yang paling efektif guna membentuk fase kristal baru material PbTiO_3 keramik.



Gambar 3.6. *Furnace* merk Naberthem.

4) Peralatan pendukung

Pada penelitian ini menggunakan berbagai macam peralatan pendukung yang digunakan diantaranya gelas *pyrex*, spatula, wadah sampel. Gelas *pyrex* berfungsi untuk menaruh material uji yang telah ditimbang, kemudian spatula berfungsi untuk mencuplik material sedangkan wadah sampel digunakan sebagai tempat menaruh sampel material yang telah di *milling*.



Gambar 3.6. Gelas *pyrex*, spatula, wadah sampel sebagai peralatan pendukung penelitian.

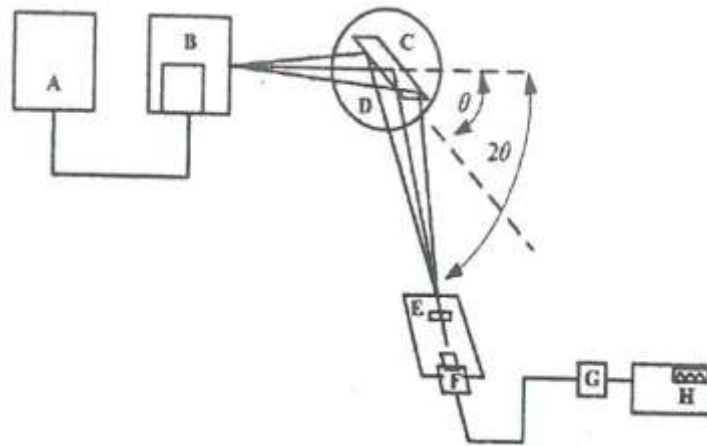
b. Alat karakterisasi yang digunakan

1) *X-Ray Diffraction (XRD)*

Pada dasarnya *X-Ray Diffraction (XRD)* digunakan melihat struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk pada material hasil sintesa mekanik. Tujuan dilakukanya pengujian analisis struktur kristal adalah untuk mengetahui perubahan fase struktur material dan mengetahui fase-fase apa saja yang terbentuk selama proses pembuatan sampel uji. Alat yang digunakan adalah *X-Ray Diffraction (XRD)* merk Philips tipe PW/1835.



Gambar 3.7. XRD merk Philips tipe PW/1835.



Gambar 3.8. Skema alat uji XRD (Effendi, 2012).

Secara umum prinsip kerja dari alat uji XRD ditunjukkan pada Gambar 3.8 berikut:

- a. Generator tegangan tinggi (A) berfungsi sebagai sumber daya sinar-X (B).
- b. Sampel berbentuk pelet (C) diletakkan diatas tatakan (D) yang dapat diatur.
- c. Berkas sinar-X didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah (E), kemudian masuk ke alat pencacah (F). Apabila sampel berputar sebesar 2θ berputar sebesar θ .
- d. Intensitas difraksi sinar-X direkam dalam bentuk kurva terhadap jarak antara bidang d .

Untuk mengetahui fasa dan struktur material yang diamati dapat dilakukan dengan cara sederhana, yaitu dengan cara membandingkan nilai d pada data standar. Data standar dapat diperoleh melalui data basis *Ignoric Crystal Structure Database* (ICSD).

2) *Particle size- Analyzer (PSA)*

Particle size- Analyzer (PSA) adalah alat yang dapat menganalisis partikel, yang bertujuan menentukan ukuran partikel sehingga diketahui reduksi ukuran partikel setiap sampel yang di uji. Distribusi ukuran partikel dapat diketahui melalui gambar yang dihasilkan. Alat yang digunakan adalah *Particle size- Analyzer (PSA)* merk COULTER series LS100.



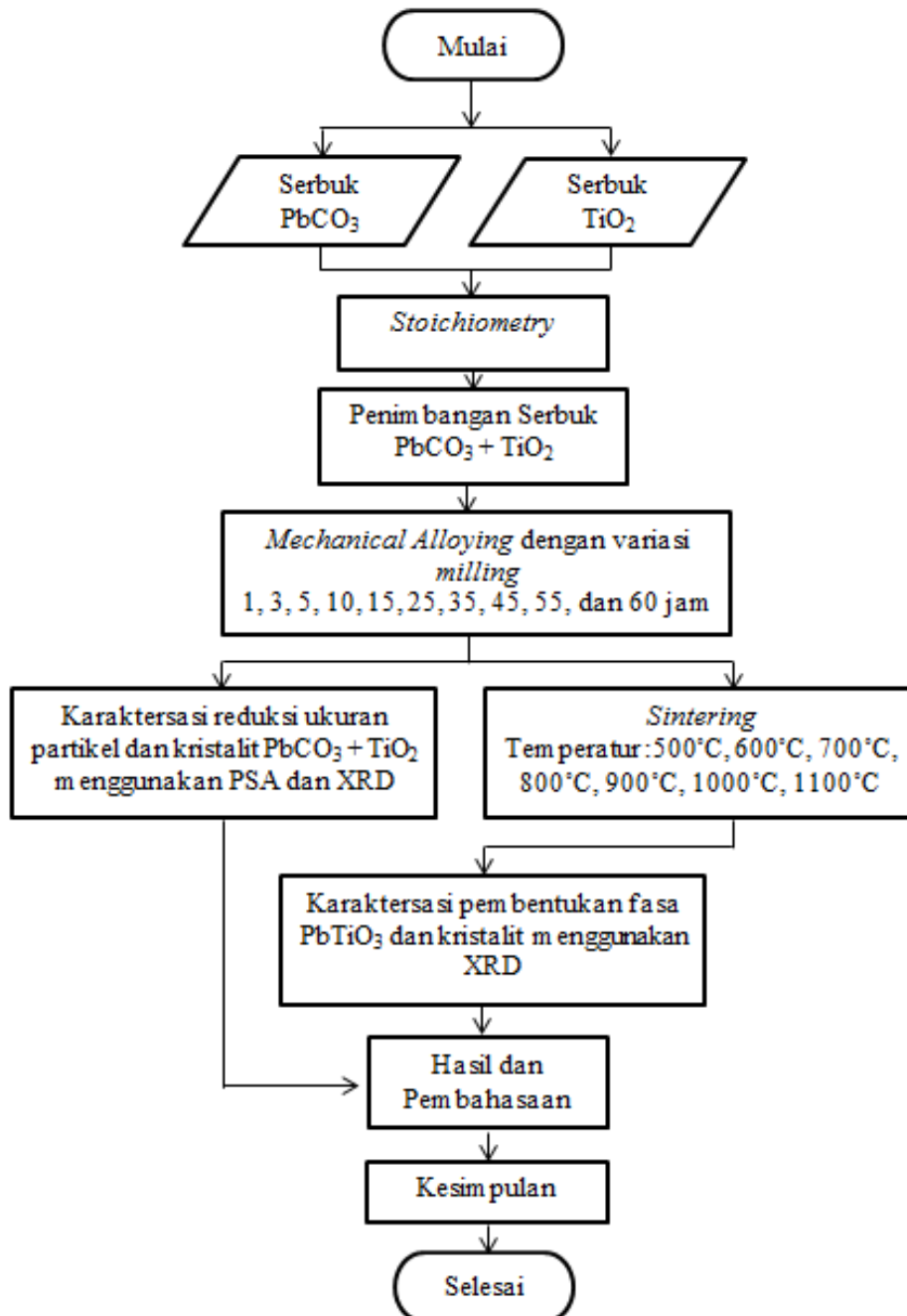
Gambar 3.9. *Particle size- analyzer (PSA)* merk Coulter series LS100.

C. Prosedur Penelitian

Prosedur yang dilakukan dalam pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik dengan menggunakan metode *mechanical alloying* dengan mesin tipe *vibratory mill* yang dilakukan di Laboratorium Universitas Negeri Semarang, dimulai dengan pembuatan diagram alir penelitian, proses penelitian, data penelitian dan analisis data tiap tahap prosedur. Penelitian ini akan dijelaskan secara terperinci pada tiap tahapnya sebagai berikut:

1. Diagram alir penelitian

Pada penelitian ini pembuatan diagram alir bertujuan untuk memudahkan dalam melaksanakan penelitian dengan memperjelas tahap-tahap penelitian. Dengan begitu proses dalam penelitian menjadi terstruktur dan dapat dijabarkan dengan mudah.



Gambar 3.10. Diagram alir penelitian.

2. Proses Penelitian

Mengacu pada diagram alir Gambar 3.10, pembuatan material *piezoelectric* dibagi menjadi beberapa tahapan yang melalui beberapa proses, diantaranya proses preparasi, *mechanical alloying*, dan *sintering*. Material *piezoelectric* sebagai kandidat material penghasil energi mikro dalam proses sintesisnya harus sampai diperoleh transformasi fasa *amorph* menjadi fasa kristalit. Fasa *amorph* yang di dalamnya terdapat embrio fasa PbTiO_3 keramik diperoleh melalui proses pemaduan mekanik (*mechanical alloying*), dari bahan dasar campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 . Tingkat nilai *amorph* dari campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 ditandai dengan tingkat reduksi dari ukuran partikelnya. Dari fasa *amorph* menuju pembentukan fasa kristalit PbTiO_3 keramik dilakukan melalui proses *sintering* (pemanasan) dimana fasa *amorph* akan bertransformasi menjadi fasa kristalit dengan ukuran rata-rata kristalit dari fungsi temperatur dan waktu. Oleh karena itu dalam pelaksanaan penelitian ini dibagi menjadi tiga tahapan untuk mencapai ukuran partikel dan kristalit berskala nano. Berikut penjabaran tiap tahapannya:

a. Tahap Pertama: Kajian literatur, penghitungan persamaan stoichiometry, dan penyediaan bahan dasar senyawa tersebut

Pada tahap pertama, kajian literatur dan perhitungan persamaan *stoichiometry* dapat dilakukan pada bulan pertama sehingga didapatkan kajian berupa teori dan kesetimbangan senyawa bahan dasar *piezoelectric* sebagai kandidat penghasil energi mikro dengan gabungan dari PbCO_3 dan TiO_2 .

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini merupakan senyawa alkali bumi, terdapat dua jenis bahan yaitu bubuk halus *lead* dalam bentuk senyawa PbCO_3 keramik (*Lead carbonate*) dan TiO_2 (*titanium oxide*) dengan tingkat kemurnian pro analis, yang kemudian akan di *milling* menjadi satu sesuai komposisi dari *stoichiometry* yang telah dihitung sebelumnya. Bubuk PbCO_3 dan TiO_2 yang digunakan dalam penelitian ini sudah memiliki *certificate* pro analis dengan tingkat kemurnian 99% sehingga tidak perlu diuji komposisi lagi, karena pada kemasan atau botol bahan sudah terdapat keterangan prosentase kandungan yang terdapat pada kedua *raw material* tersebut. Komposisi dari kedua bahan yang digunakan harus sesuai dengan senyawa akhir yang akan dicapai yaitu PbTiO_3 keramik, oleh karena itu perlu perhitungan secara *stoichiometry* agar pencampuran kedua senyawa dasar PbCO_3 dan TiO_2 dapat terbentuk sempurna menjadi PbTiO_3 keramik sesuai yang diinginkan, berikut perhitungan *stoichiometry*:

Tabel 3.1. Perhitungan massa relatif atom.

Unsur	Ar	Senyawa Dasar	Hitungan Relatif Senyawa
Pb	207,19	PbCO_3	$\text{Mr} = \text{Ar}(\text{Pb}) + \text{Ar}(\text{C}) + \text{Ar} \cdot 3(0)$ $\text{Mr} = 267.2$
Ti	47,9	TiO_2	$\text{Mr} = \text{Ar}(\text{Ti}) + \text{Ar}.2(0)$ $\text{Mr} = 47.9 + 2(16)$ $\text{Mr} = 79.9$
O	16	CO_2	$\text{Mr} = \text{Ar}(\text{Ti}) + \text{Ar}.2(0)$ $\text{Mr} = 12 + 2(16)$ $\text{Mr} = 44$
C	12,01		

Tabel 3.2. Perhitungan massa relatif yang dituju.

Senyawa Tujuan	Perhitungan Massa Relatif Senyawa
	$Mr = Ar(Pb) + Ar.(Ti) + Ar.3(O)$
	$Mr = 207.19 + 47.9 + 3(16)$
PbTiO ₃	$Mr = 303.09$

- Berat Pb

$$Pb = \frac{Ar (Pb)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times \text{massa total}$$

$$Pb = \frac{207,19}{303,09} \times 25 \text{ gram} = 17,08980 \text{ gram}$$

- Berat Ti

$$Ti = \frac{Ar (Ti)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times \text{massa total}$$

$$Ti = \frac{47,9}{303,09} \times 25 \text{ gram} = 3,95097 \text{ gram}$$

- Berat O

$$O = \frac{3.Ar (O)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times \text{massa total}$$

$$O = \frac{3.(16)}{303,09} \times 25 \text{ gram} = 3,95922 \text{ gram}$$

Crosscheck perhitungan berat senyawa :

$$\begin{aligned} - \text{ Berat } Pb + Ti + O &= 17,08980 + 3,95097 + 3,95922 \\ &= 24,99999 \text{ gram} \approx 25 \text{ gram} \end{aligned}$$

Perhitungan setiap unsur dalam persen :**- Persen Pb**

$$\% Pb = \frac{Ar (Pb)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times 100 \%$$

$$\% Pb = \frac{207,19}{303,09} \times 100\% = 68,3592 \%$$

- **Persen Ti**

$$\% Ti = \frac{Ar(Ti)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times 100 \%$$

$$\% Ti = \frac{47,9}{303,09} \times 100\% = 15,8038 \%$$

- **Persen O**

$$\% O = \frac{3 \cdot Ar(O)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times 100 \%$$

$$\% O = \frac{3 \cdot (16)}{303,09} \times 100\% = 15,8368 \%$$

Crosscheck jumlah prosentase unsur :

$$\begin{aligned} - \text{ Persentase } Pb + Ti + O &= 68,3592 + 15,8038 + 15,8368 \\ &= 99,9998 \approx 100\% \end{aligned}$$

Crosscheck berat dari jumlah prosentase unsur :

- **Berat Pb**

$$Pb = \frac{\%Pb}{100 \%} \times \text{massa total}$$

$$Pb = \frac{68,3592 \%}{100 \%} \times 25 \text{ gram} = 17,08980 \text{ gram}$$

- **Berat Ti**

$$Ti = \frac{\%Ti}{100 \%} \times \text{massa total}$$

$$Ti = \frac{15,8038 \%}{100 \%} \times 25 \text{ gram} = 3,95097 \text{ gram}$$

- **Berat O**

$$O = \frac{\%O}{100 \%} \times \text{massa total}$$

$$O = \frac{15,8368 \%}{100 \%} \times 25 \text{ gram} = 3,95922 \text{ gram}$$

Crosscheck perhitungan berat senyawa :

$$\begin{aligned}
 - \text{ Berat } Pb + Ti + O &= 17,08980 + 3,95097 + 3,95922 \\
 &= 24,99999 \text{ gram} \approx 25 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Perhitungan penggabungan dua material $PbCO_3 + TiO_2$:

Prosentase unsur dari $PbCO_3$:

- **Persen Pb**

$$\% Pb = \frac{Ar (Pb)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times 100 \%$$

$$\% Pb = \frac{207,19}{267,2} \times 100\% = 77,5411 \%$$

- **Persen Ti**

$$\% Ti = \frac{Ar (Ti)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times 100 \%$$

$$\% Ti = \frac{12,01}{267,2} \times 100\% = 4,4947 \%$$

- **Persen O**

$$\% O = \frac{3 \cdot Ar (O)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times 100 \%$$

$$\% O = \frac{3 \cdot (16)}{267,2} \times 100\% = 17,9640 \%$$

Crosscheck jumlah prosentase unsur :

$$\begin{aligned}
 - \text{ Persentase } Pb + Ti + O &= 77,5411 + 4,4947 + 17,9640 \\
 &= 99,9998 \approx 100 \%
 \end{aligned}$$

Prosentase unsur TiO_2 :

- **Persen Ti**

$$\% Ti = \frac{Ar (Ti)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times 100 \%$$

$$\% Ti = \frac{47,9}{79,9} \times 100\% = 59,94993\%$$

- **Persen O**

$$\% O = \frac{2 \cdot Ar(O)}{Mr \text{ senyawa tujuan}} \times 100 \%$$

$$\% O = \frac{2 \cdot (16)}{79,9} \times 100\% = 40,05006 \%$$

Crosscheck jumlah prosentase unsur :

$$\begin{aligned} \text{- Prosentase Ti + O} &= 59,94993 \% + 40,05006 \% \\ &= 99,99999 \% \approx 100\% \end{aligned}$$

Berat material PbCO₃ + TiO₂ :

- **Berat PbCO₃**

$$PbCO_3 = \frac{\text{Berat Pb pada PbTiO}_3}{\% \text{ Pb pada PbCO}_3} \times 100 \%$$

$$PbCO_3 = \frac{17,08980}{77,5411\%} \times 100 \% = 22,03966 \text{ gram}$$

- **Berat TiO₂**

$$TiO_2 = \frac{\text{Berat Ti pada PbTiO}_3}{\% \text{ Ti pada TiO}_2} \times \text{massa total}$$

$$TiO_2 = \frac{3,95097}{59,94993 \%} \times 100 \% = 6,59044 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat PbCO}_3 + TiO_2 &= 22,03966 + 6,59044 \\ &= 28,6301 \text{ gram} \end{aligned}$$

Berat CO₂ di dalam PbCO₃ :

$$CO_2 = \frac{Mr \text{ senyawa CO}_2}{Mr \text{ senyawa PbCO}_3} \times \text{berat PbCO}_3$$

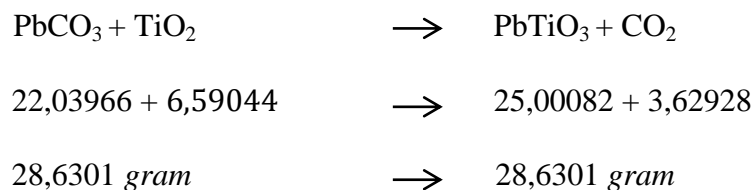
$$CO_2 = \frac{44}{267,2} \times 22,03966 = 3,62928 \text{ gram}$$

Crosscheck hasil dari reaksi yang terjadi :

Gas CO₂ di dalam PbCO₃ terlepas pada proses *sintering*.

$$\begin{aligned} (PbCO_3 + TiO_2) - CO_2 &= 28,6301 \text{ gram} - 3,62928 \text{ gram} \\ &= 25,00082 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi jumlah senyawa yang akan dicapai adalah sebesar 25.00082 *gram*



Berdasarkan perencanaan penelitian dengan perhitungan *stoichiometry* di atas, maka dapat disimpulkan bahwa bubuk yang digunakan dengan total kurang lebih ≈ 30 gram, dengan komposisi 22,039 gram bubuk PbCO_3 dan 6,590 gram bubuk TiO_2 , yang nantinya di *milling* kemudian di *sintering* sehingga dicapai bubuk PbCO_3 sebesar 25 gram karena mengalami penguapan dengan kehilangan CO_2 sebanyak kurang lebih ≈ 5 gram, karena penelitian ini menggunakan metode *wet milling* maka diperlukan alkohol dengan kemurnian 96% dengan jumlah menyesuaikan dan mengacu pada ketentuan penambahan 10 ml pada setiap pengambilan sampel dan 40 ml pada awal *milling*.

b. Tahap Kedua: Preparasi pembuatan material *piezoelectric*

Setelah mendapatkan persamaan *stoichiometry* PbCO_3 dan TiO_2 bahan dasar material *piezoelectric*, dilanjutkan dengan penimbangan sebagai tahapan awal penentuan jumlah bahan yang akan dicampur agar dicapai material *piezoelectric* sebagai kandidat penghasil energi mikro yang optimal. Selain penimbangan juga dilakukan *setting* peralatan penunjang yang akan digunakan, seperti contohnya pemanasan dan pengecekan mesin *mechanical alloying* jenis *vibratory ball milling*. Kemudian dilakukan juga pembersihan alat penunjang seperti mangkuk *milling*, *ball mill*, gelas *pyrex*, spatula dan alat penunjang lainnya.

c. Tahap Ketiga: Rekayasa mikrostruktur bahan *piezoelectric* sebagai kandidat bahan penghasil energi listrik mikro.

Tahap ketiga pada rekayasa dan pembuatan material *piezoelectric* sebagai kandidat material penghasil energi mikro yang dititikberatkan pada proses pemaduan PbCO_3 dan TiO_2 secara *mechanical alloying* dan *sintering* agar dicapai senyawa yang berfasa PbTiO_3 keramik. Pada proses *mechanical alloying* ini kedua senyawa dicampur menggunakan alat *vibratory milling* dalam sebuah *vial* yang didalamnya terdapat campuran serbuk dan bola baja (*ball mill*) dengan rasio berat bola terhadap campuran serbuk 10:1, kemudian mesin atau alat diputar dengan kecepatan 900 rpm. Campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dimasukkan kedalam *vial* dalam keadaan *wet milling* yaitu dengan mencampurkan alkohol 96% sebanyak 40 ml per 25 gram campuran serbuk. Proses pemaduan mekanik berjalan sampai dengan waktu tertentu dan pada setiap interval waktu kedua campuran yang di *milling* kemudian di cuplik untuk dikarakterisasi tingkat reduksi dari ukuran partikel menggunakan PSA (*Particle Size Analyzer*) dan juga dari ukuran kristalit menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). Namun dari kesemua Campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 yang telah melalui proses *mechanical alloying*, sebagian melalui proses *sintering* dalam *furnace* (dapur pemanas) selama beberapa jam dengan *temperature* 500°C , 600°C , 700°C , 800°C , 900°C , 1000°C , 1100°C . Setelah itu material kembali dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*), proses ini dimaksudkan untuk melihat waktu terbentuknya fasa PbTiO_3 keramik dari campuran PbCO_3 dan TiO_2 . Pada proses ini selain untuk melihat proses

pembentukan fasa PbTiO_3 keramik, juga untuk melihat proses pertumbuhan kristalit PbTiO_3 keramik yang merupakan dampak dari perlakuan variasi *temperatur* dan waktu pemanasan yang berhubungan dengan ukuran partikel dan kristalit yang dihasilkan. Hasil *milling* dan *sintering* mengacu pada hasil karakterisasi PSA dan XRD yang berhubungan dengan kelistrikan yang dihasilkan, maka dapat ditarik kesimpulan hubungan sebab akibat antara hasil dan faktor yang sengaja ditimbulkan, sehingga dapat ditarik kesimpulan hasil terbaik dari material tersebut.

a. Data Penelitian

Pada data penelitian digunakan metode pengumpulan data untuk memperoleh data yang diinginkan. Metode pengumpulan data adalah cara-cara yang dapat digunakan oleh peneliti untuk mengumpulkan data. Metode pengambilan data yang dilakukan dalam penelitian ini adalah dengan melakukan proses pengujian atau karakterisasi bahan, adapun proses pengujian yang akan dilakukan adalah pengujian PSA dan XRD. Hasil dari penelitian ini didapatkan berupa data hasil uji PSA dan XRD dari material *piezoelectric* PbTiO_3 tersebut.

Penelitian ini akan menghasilkan data-data yang dalam pencatatannya dimasukkan pada lembar penelitian. Lembar penelitian ini dikelompokkan berdasarkan jenis karakterisasi yang dilakukan. Melalui lembar pengamatan tersebut diharapkan penelitian yang dilakukan dapat berjalan dengan baik dan data yang didapat tercatat

dengan terstruktur. Berikut instrumen penelitian, lembar pengamatan dan tata cara pengamatan yang digunakan dalam penelitian ini:

1. Mempersiapkan material spesimen berupa serbuk PbCO_3 dan TiO_2 . Serbuk PbCO_3 dan TiO_2 diukur partikelnya dengan PSA Coulter LS100. Data pengujian yang dihasilkan dari alat tersebut berupa data rata-rata (*mean particle size*) dari sampel yang diuji, seperti pada Tabel 3.3. Tidak hanya pada *raw material* namun masing-masing variasi waktu *milling* serbuk diambil sekitar 0,5 gram untuk diuji ukuran partikel dengan PSA, datanya akan ditampilkan seperti pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3. Lembar hasil pengujian ukuran partikel rata-rata.

Milling time (Jam)	Data Ke	Ukuran partikel (mm) pengujian PSA campuran PbCO_3 dan TiO_2	Ukran rata-rata (μm)
	1		Data ke
(n)	2		$(1+2+3)/3$
	3		(μm)

2. Mempersiapkan material spesimen berupa serbuk PbCO_3 dan TiO_2 . Serbuk PbCO_3 dan TiO_2 . Di uji menggunakan XRD dan hasilnya berupa pola difraksi fasa yang diamati dengan program Match versi 1.11, XRD yang digunakan pada penelitian ini adalah dengan *cathode Co*, tipe Philips PW/1835, seperti pada Gambar 3.7. XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dengan menggunakan metode *point counting* atau *XRD line broadening analysis*, dengan menggunakan persamaan Scherrer (Cullity, 1978), data ukuran kristalit akan di tampilkan seperti pada Tabel 3.4.

Tabel 3.4. Hasil pengujian ukuran *crystalline-size* dari PbCO₃ dan TiO₂.

<i>Milling Time (jam)</i>	Ukuran Kristalit Pengujian XRD campuran PbCO ₃ dan TiO ₂ (nm)		Pola Difraksi
	PbCO ₃	TiO ₂	
(n)			

3. Setelah melalui proses *mechanical alloying* dengan masing-masing variasi waktu *milling*, kemudian sebagian dari material di *sintering* di dalam *furnace* pada temperatur 500°C, 600°C, 700 °C 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C. dengan waktu penahanan (*holding times*) 1 jam. Setelah di *sintering*, dilakukan pengujian XRD kembali untuk mengkarakterisasi pembentukan fasa PbTiO₃ dan ukuran kristalit. Data ukuran kristalit akan ditampilkan seperti pada Tabel 3.5.

Tabel 3.5. Hasil pengujian ukuran *crystalline-size* dari PbTiO₃.

Temperatur <i>sintering</i> (°C)	Ukuran kristalit fasa yang hadir (µm)	Pola difraksi
500 °C		
600 °C		
700 °C		
800 °C		
900 °C		
1000 °C		
1100 °C		

b. Analisis Data

Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi yang dilakukan dengan menggunakan alat uji PSA dan XRD, dapat diolah menggunakan *software* Microsoft Excel dan Origin. Dari hasil pengolahan tersebut didapatkan grafik ukuran kristal campuran PbCO₃ dan TiO₂ terhadap

milling time, grafik ukuran partikel PbCO_3 dan TiO_2 terhadap pola difraksinya, grafik ukuran partikel terhadap temperatur *sintering*, dan grafik pola difraksi berdasarkan temperatur *sintering*. Analisis data uji PSA dan XRD material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik akibat pengaruh lama waktu *milling* dan suhu pemanasan atau *sintering* dengan variasi waktu *milling* 1, 3, 5, 10, 15, 25, 35, 45, dan 60 jam merupakan deskripsi perbandingan antara data *raw material* dan pengaruh waktu *milling* diikuti dengan pengaruh *sintering*, dengan begitu akan diperoleh data-data yang dapat menggambarkan bahwa material *piezoelectric* dapat dijadikan kandidat sumber energi baru dengan mengoptimalkan ukuran partikel dan kristalit yang dihasilkan.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Penelitian

Dalam sintesis material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik, secara garis besar terbagi dalam dua proses tahapan, yaitu proses *mechanical alloying* dan proses *sintering* menggunakan bahan campuran PbCO_3 dan TiO_2 yang telah ditimbang sesuai perhitungan *stoichiometry*. Karakteristik dari bahan dilakukan dengan analisa sifat fisik yang mencakup pengamatan ukuran partikel dari pengaruh paramater yang sengaja ditimbulkan menggunakan PSA (*Particle Size Analyzer*), serta pengamatan ukuran kristalit dan pembentukan fasa tunggal menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*).

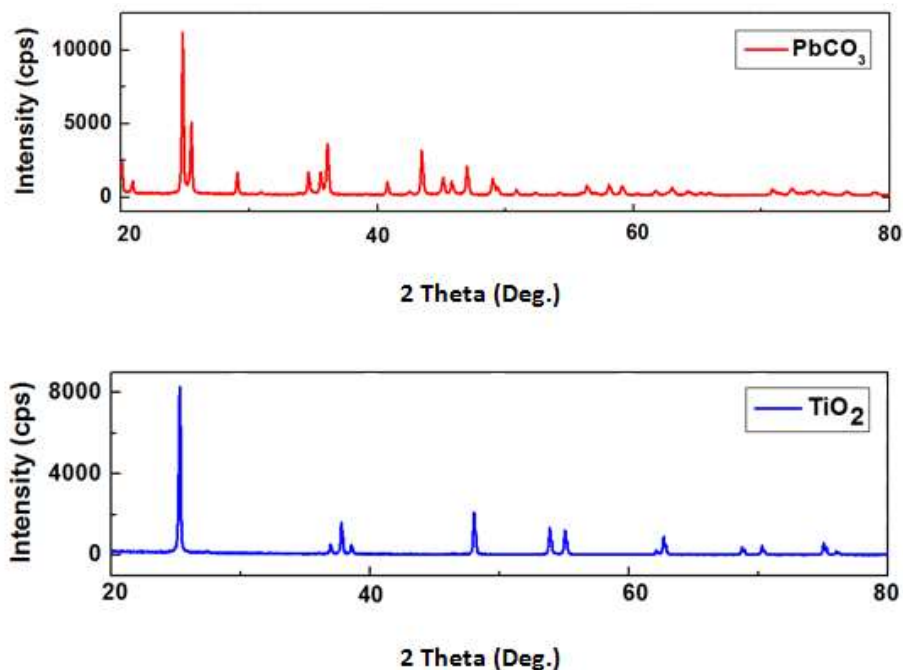
1. Hasil pengujian bahan dasar

Pada preparasi pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik, bahan dasar yang digunakan adalah senyawa PbCO_3 dan TiO_2 . Dari masing-masing senyawa yang digunakan, perlu dilakukan karakterisasi pengujian menggunakan PSA untuk mengetahui ukuran partikel material dasar dari PbCO_3 dan TiO_2 . Tabel 4.1 menunjukkan hasil uji ukuran partikel PbCO_3 dan TiO_2 yang digunakan dalam preparasi material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik.

Tabel 4.1. Ukuran rata-rata partikel senyawa dasar PbCO_3 dan TiO_2 .

Material	Ukuran Rata-rata Partikel (μm)
PbCO_3	1,334
TiO_2	0,795

Karakterisasi yang dilakukan selanjutnya adalah karakterisasi XRD senyawa dasar PbCO_3 dan TiO_2 untuk mengetahui tingkat kemurnian dan kandungan yang terdapat dari kedua senyawa dasar sebelum di proses. Grafik *peak* hasil XRD senyawa dasar PbCO_3 dan TiO_2 sebelum diproses ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Pola difraksi material dasar senyawa PbCO_3 dan TiO_2 murni.

2. Karakterisasi pasca proses *mechanical alloying*

Mechanical alloying merupakan suatu tahapan proses dalam preparasi pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik dari campuran PbCO_3 dan TiO_2 . Karakterisasi yang dilakukan pasca proses *mechanical alloying* (pemaduan mekanik), terhadap campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 adalah karakterisasi ukuran partikel dengan menggunakan PSA dan karakterisasi ukuran kristalit dengan menggunakan XRD.

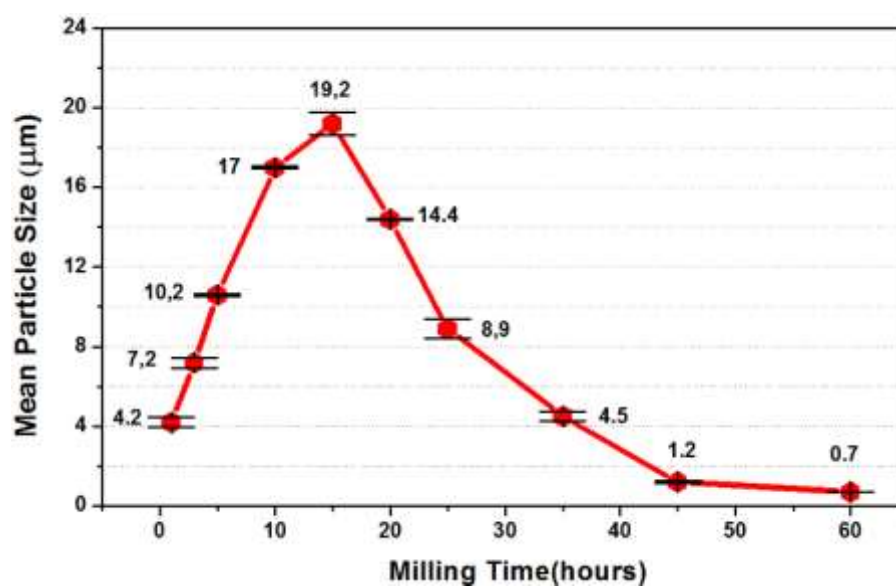
a. Hasil karakterisasi ukuran partikel campuran serbuk PbCO₃ dan TiO₂

Ukuran partikel campuran serbuk PbCO₃ dan TiO₂ didapatkan dengan dilakukannya pengujian menggunakan PSA. Campuran serbuk PbCO₃ dan TiO₂ yang di karakterisasi di uji ukuran partikelnya lalu didapatkan rata-rata ukuran partikel senyawa tersebut. Hasil karakterisasi proses pepaduan mekanik sampai dengan 60 jam terlihat seperti yang ditampilkan pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.2.

Tabel 4.2. Ukuran partikel campuran serbuk PbCO₃ dan TiO₂.

<i>Milling Time</i> (Jam)	Data Ke	Ukuran Partikel (µm)	Ukuran Rata-rata (µm)	Standart Deviasi
1	1	3,673	4,2	0,264
	2	4,698		
	3	4,251		
3	1	6,690	7,2	0,260
	2	7,438		
	3	7,665		
5	1	10,81	10,6	0,062
	2	10,72		
	3	10,34		
10	1	17,91	17	0,555
	2	16,83		
	3	16,48		
15	1	19,66	19,2	0,562
	2	19,77		
	3	18,42		
20	1	14,31	14,4	0,039
	2	14,32		
	3	14,66		

	1	9,778		
25	2	8,772	8,9	0,496
	3	8,421		
	1	4,875		
35	2	4,710	4,5	0,242
	3	3,951		
	1	1,471		
45	2	1,006	1,2	0,061
	3	1,388		
	1	0,955		
60	2	0,702	0,7	0,018
	3	0,741		



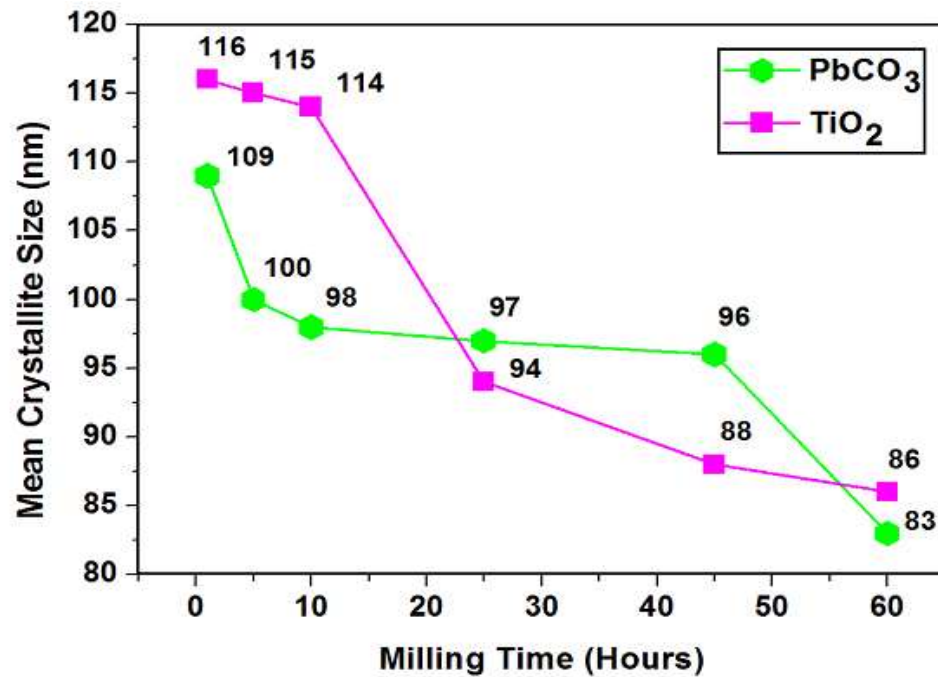
Gambar 4.2. Kurva rata-rata partikel campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 .

b. Hasil karakterisasi pasca proses *mechanical alloying* campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2

1. Karakterisasi ukuran kristalit campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2

Karakterisasi ukuran kristalit pasca proses *mechanical alloying* dilakukan dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*) pada

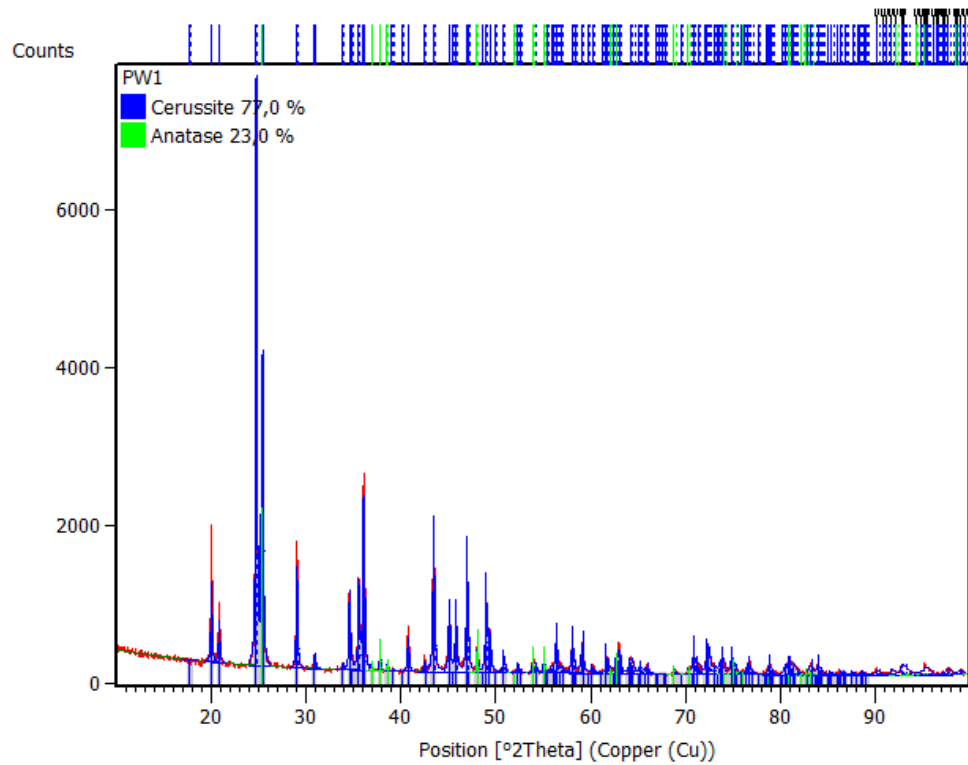
campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 sampai dengan variasi waktu *milling* 60 jam. Hasil karakterisasi seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Kurva ukuran kristalit campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 .

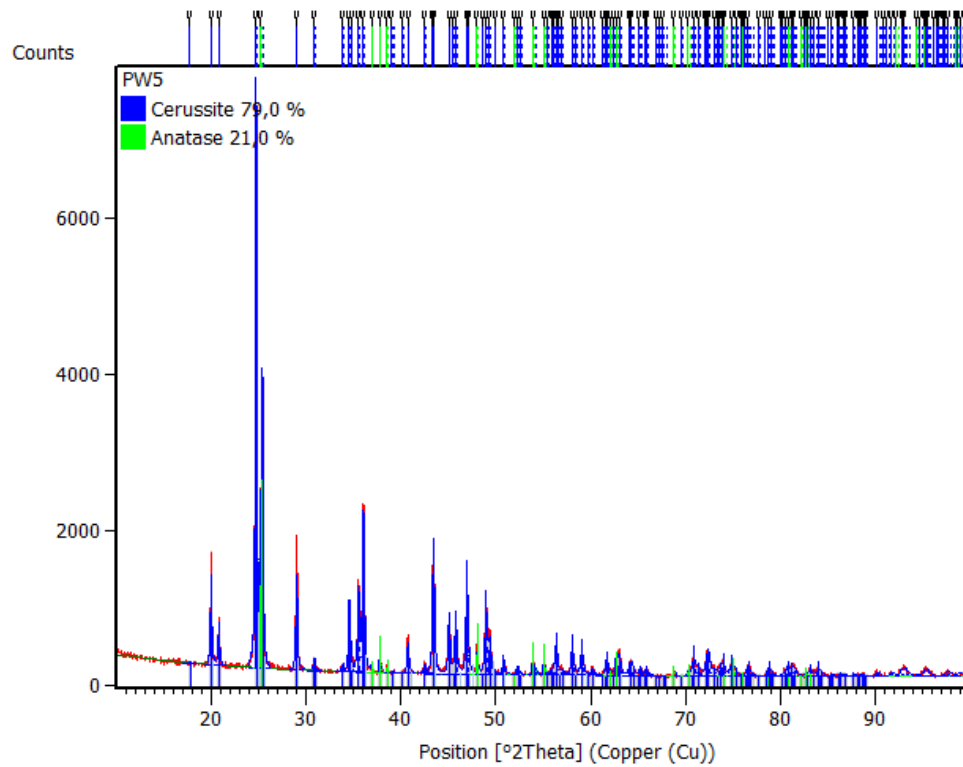
2. Karakterisasi kandungan senyawa campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2

Karakterisasi kandungan senyawa pasca proses *mechanical alloying* dilakukan dengan menggunakan XRD pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 . Pengamatan senyawa yang hadir dilakukan sampai dengan variasi waktu *milling* 60 jam. Berikut hasil dari karakterisasi campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 pasca proses *mechanical alloying*.



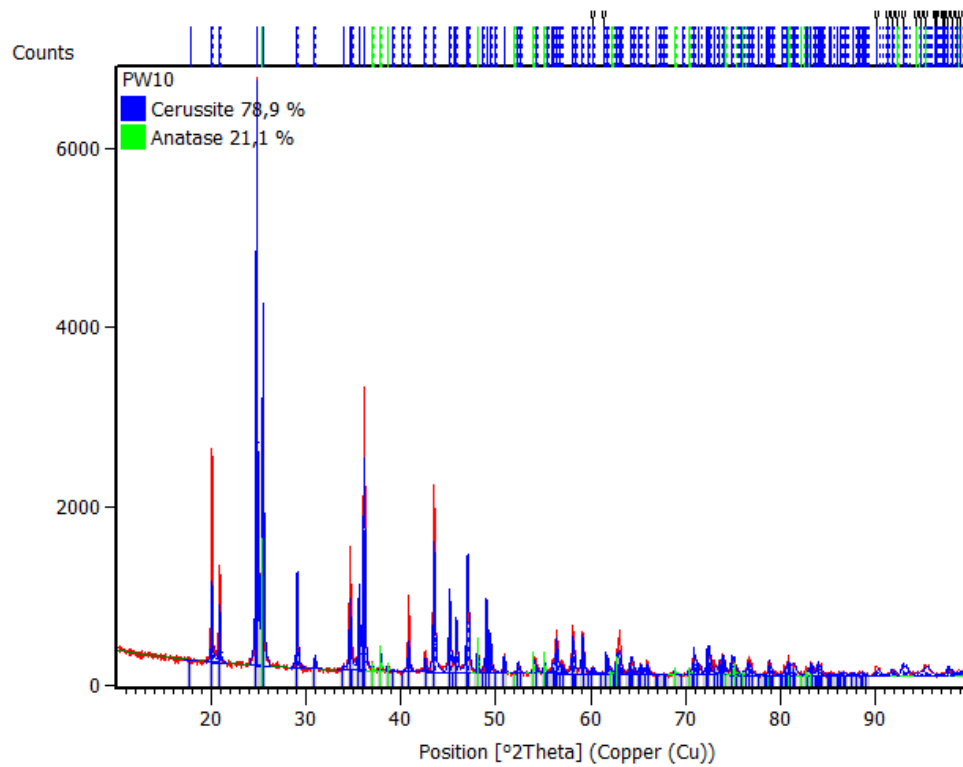
Micro Strain [%]	0,117
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	1089,0
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	6,57
F000	448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	1068,84
R Bragg	5,9
Weight Percentage [%]	77,00166
Recalculated Weight Per...	0
As Received Weight Perc...	0
Micro Strain [%]	0,014
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	1155,8
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	3,9
F000	152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00
Formula Mass	319,6
R Bragg	2,74
Weight Percentage [%]	22,99834
Recalculated Weight Per...	0
As Received Weight Perc...	0

Gambar 4.4. Hasil karakterisasi *x-ray* pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 pada waktu *milling* 1 jam.



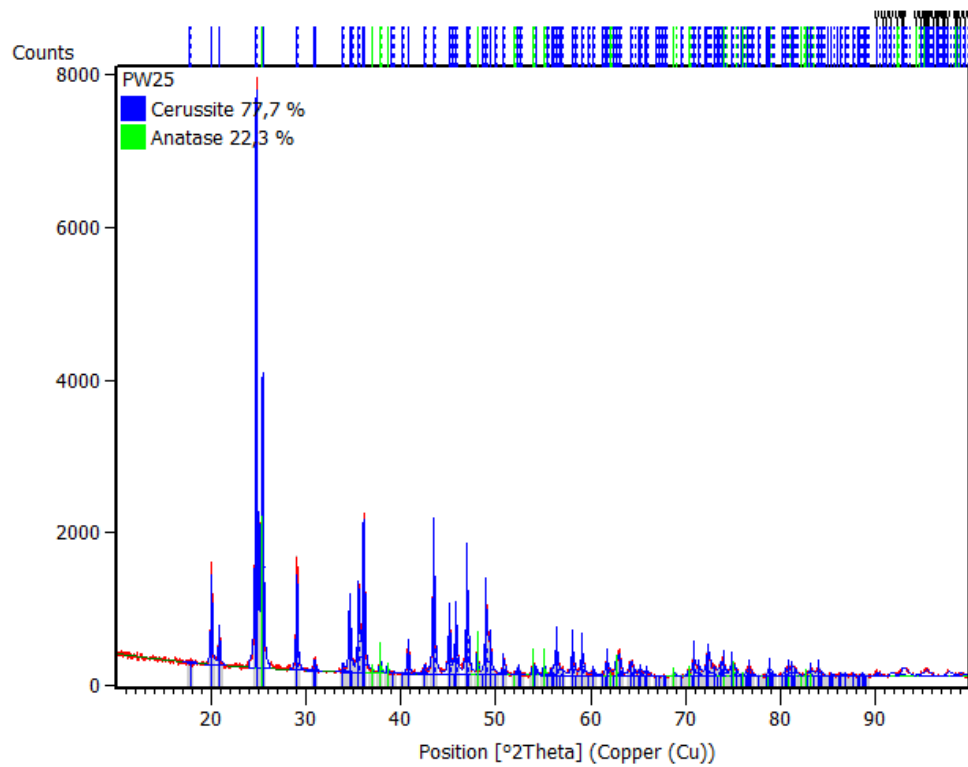
Micro Strain [%]	0,148
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	997,8
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	6,57
F000	448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	1068,84
R Bragg	4,39
Weight Percentage [%]	79,0313
Recalculated Weight Per...	0
As Received Weight Perc...	0
Micro Strain [%]	0,025
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	1153,5
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	3,9
F000	152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00
Formula Mass	319,6
R Bragg	2,22
Weight Percentage [%]	20,9687
Recalculated Weight Per...	0
As Received Weight Perc...	0

Gambar 4.5. Hasil karakterisasi *x-ray* pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 pada waktu *milling* 5 jam.



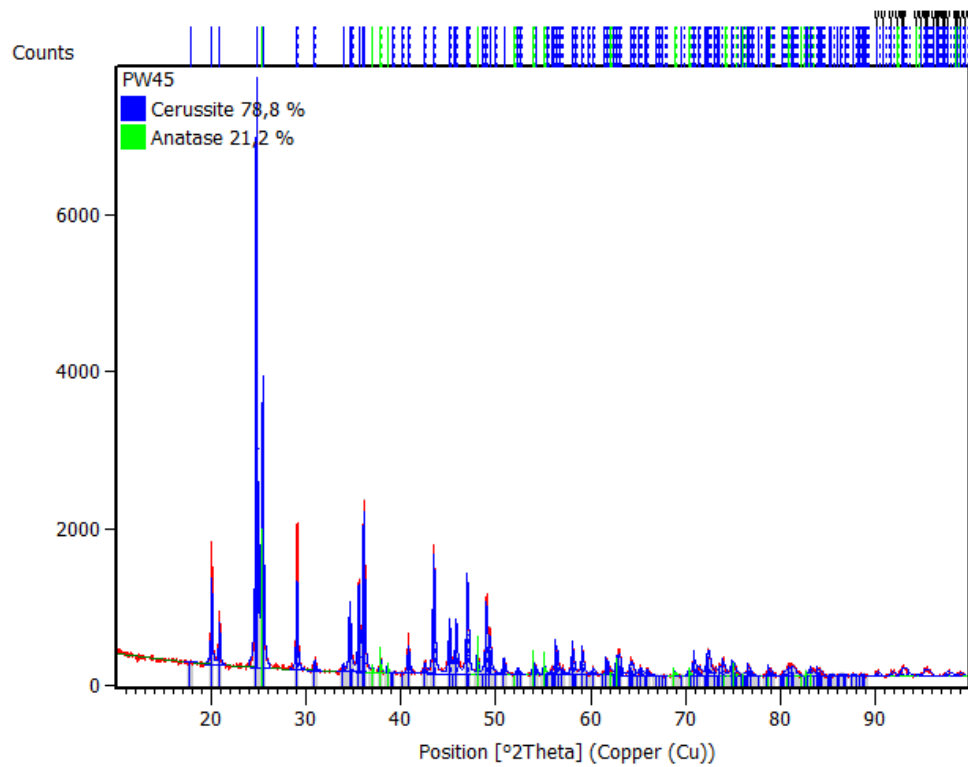
Micro Strain [%]	0,100
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	984,6
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	6,57
F000	448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	1068,84
R Bragg	13,28
Weight Percentage [%]	78,8981
Recalculated Weight Perc...	0
As Received Weight Perc...	0
Micro Strain [%]	0,047
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	1137,3
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	3,9
F000	152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00
Formula Mass	319,6
R Bragg	3,99
Weight Percentage [%]	21,1019
Recalculated Weight Perc...	0
As Received Weight Perc...	0

Gambar 4.6. Hasil karakterisasi *x-ray* pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 pada waktu *milling* 10 jam.



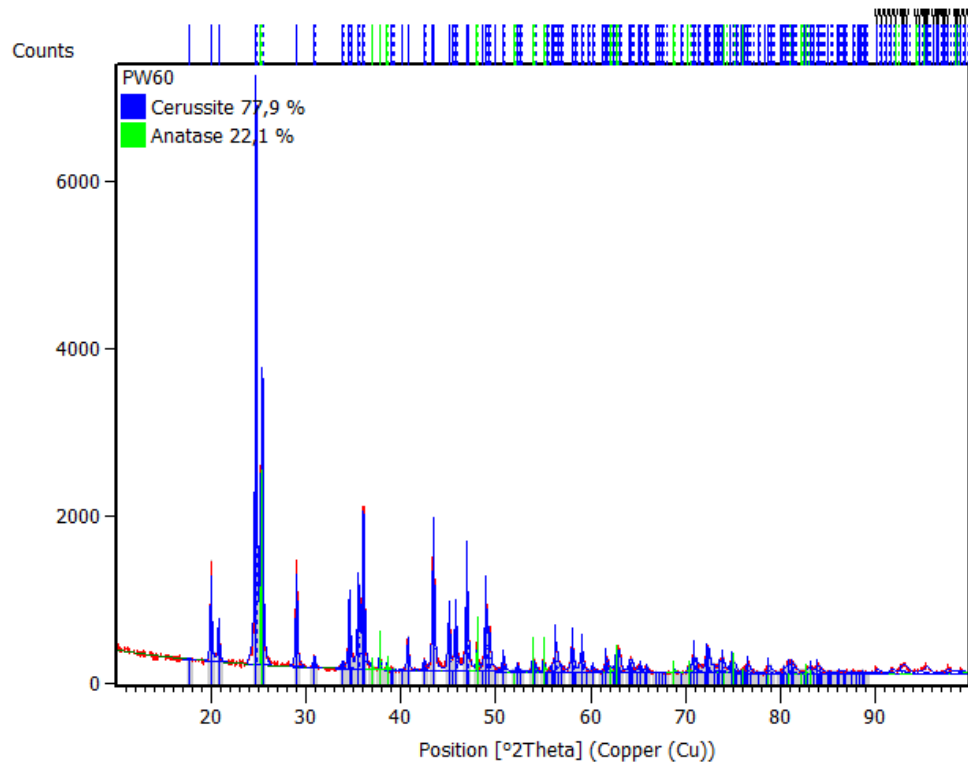
Micro Strain [%]	0,170
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	970,8
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	6,57
F000	448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	1068,84
R Bragg	2,67
Weight Percentage [%]	77,66982
Recalculated Weight Perc...	0
As Received Weight Perc...	0
Micro Strain [%]	0,035
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	944,5
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	3,9
F000	152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00
Formula Mass	319,6
R Bragg	1,95
Weight Percentage [%]	22,33018
Recalculated Weight Perc...	0
As Received Weight Perc...	0

Gambar 4.7. Hasil karakterisasi *x-ray* pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 pada waktu *milling* 25 jam.



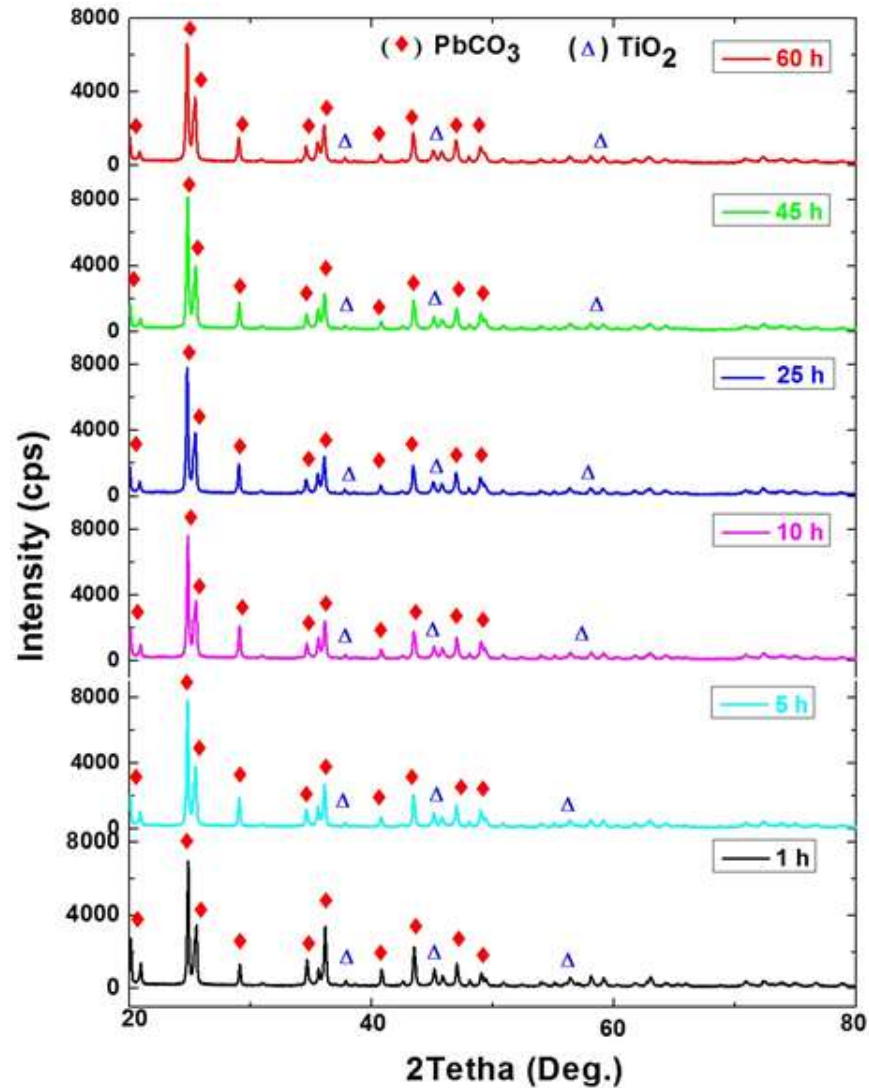
Micro Strain [%]	0,144
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	965,5
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	6,56
F000	448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	1068,84
R Bragg	5,72
Weight Percentage [%]	78,82493
Recalculated Weight Per...	0
As Received Weight Perc...	0
Micro Strain [%]	0,000
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	884,4
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	3,9
F000	152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00
Formula Mass	319,6
R Bragg	2,41
Weight Percentage [%]	21,17507
Recalculated Weight Per...	0
As Received Weight Perc...	0

Gambar 4.8. Hasil karakterisasi *x-ray* pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 pada waktu *milling* 45 jam.



Micro Strain [%]	0,177
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	831,2
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	6,57
F000	448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	1068,84
R Bragg	3
Weight Percentage [%]	77,86867
Recalculated Weight Perc...	0
As Received Weight Perc...	0
Micro Strain [%]	0,034
Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	865,9
Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	3,9
F000	152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00
Formula Mass	319,6
R Bragg	2,28
Weight Percentage [%]	22,13133
Recalculated Weight Perc...	0
As Received Weight Perc...	0

Gambar 4.9. Hasil karakterisasi *x-ray* pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 pada waktu *milling* 60 jam.



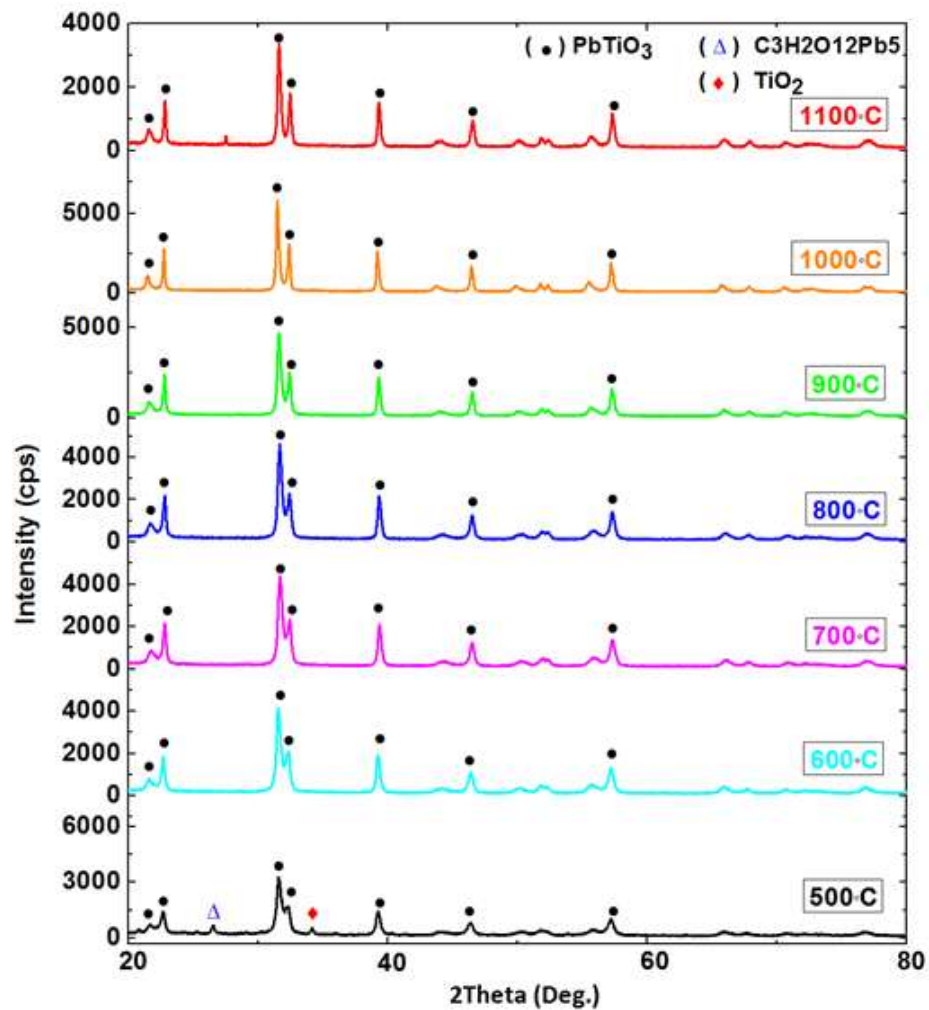
Gambar 4.10. Perbandingan pola difraksi x -ray terhadap variasi waktu *milling* pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 .

3. Karakterisasi pasca proses *sintering*

Proses *sintering* merupakan tahap kedua dalam preparasi pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik dari campuran PbCO_3 dan TiO_2 , karakterisasi yang dilakukan pasca proses *sintering* (perlakuan panas) terhadap campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 adalah karakterisasi kandungan senyawa menggunakan XRD dan karakterisasi ukuran kristalit yang telah melalui proses *sintering*.

a. Hasil karakterisasi kandungan senyawa pasca proses *sintering* campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2

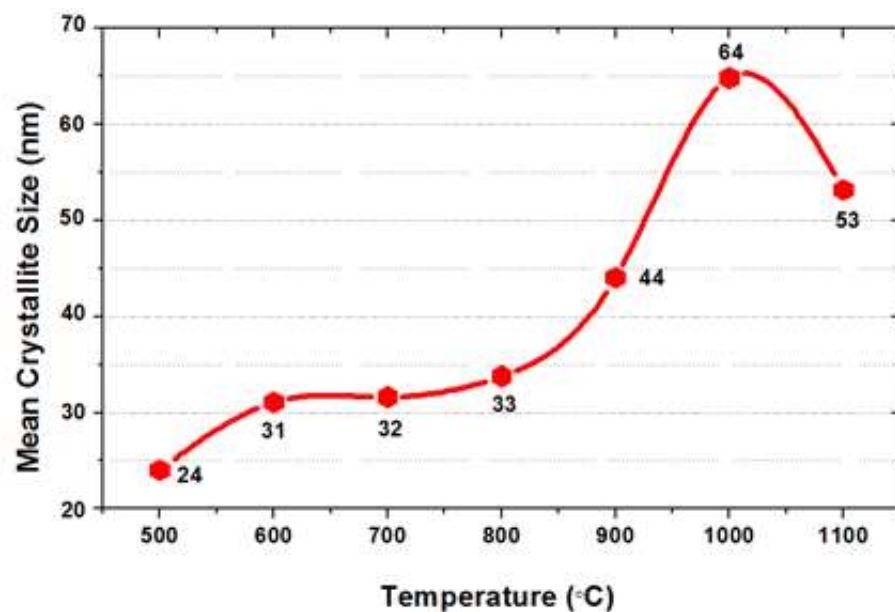
Kandungan senyawa yang terbentuk pasca proses *sintering* terhadap campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 didapatkan pasca perlakuan panas dengan temperatur tertentu lalu dikarakterisasi menggunakan XRD. Campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 yang dikarakterisasi diuji kandungan senyawanya dari hasil perlakuan panas dengan variasi temperatur *sinter* mulai dari 500°C sampai 1100°C dengan masing-masing diberi waktu penahanan 1 jam, hasilnya seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11. Pola difraksi *x-ray* pada campuran PbCO_3 dan TiO_2 dengan masing-masing variasi suhu temperatur.

b. Hasil karakterisasi ukuran kristal campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2

Ukuran kristal campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 di dapatkan dengan pengujian XRD. Campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dikarakterisasi ukuran kristalinitnya berdasarkan pola difraksi pasca proses *sintering* sampai dengan temperatur 1100°C , hasilnya seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12. Kurva ukuran kristalit fasa PbTiO_3 yang telah melalui proses *sintering* dari masing-masing variasi suhu temperatur.

B. Pembahasan

Hasil analisis material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 yang telah dikarakterisasi, secara garis besar dibagi menjadi tiga tahap yaitu material dasar, proses *mechanical alloying* dan proses *sintering*. Berikut pembahasan dari masing-masing proses pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik:

1. Analisis material dasar

Karakterisasi material dasar campuran PbCO_3 dan TiO_2 bertujuan untuk mengetahui nilai kandungan unsur-unsur atau senyawa yang digunakan untuk preparasi material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik. Berdasarkan data yang ditampilkan pada Tabel 4.1, pengujian material dasar menunjukkan prosentase nilai rata-rata ukuran partikel dari hasil analisis PSA serbuk PbCO_3 dan TiO_2 *pro-analisis*. Masing-masing ukuran rata-rata partikel tersebut sebesar 1,334 μm untuk PbCO_3 dan 0,795 μm untuk TiO_2 . Sedangkan untuk hasil kandungan senyawa pada material didapat dengan melakukan karakterisasi menggunakan XRD. Gambar 4.1 menunjukkan hasil pola difraksi dari material PbCO_3 dan TiO_2 yang mana mempunyai kesesuaian dengan data basis *Ignoric Crystal Structure Database* (ICSD) nomor 98-016-6089 dan 98-020-2242. Pola difraksi yang serupa menunjukkan bahwa material dasar tersebut benar dalam bentuk PbCO_3 dan TiO_2 , dengan begitu preparasi pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik dapat dilakukan menggunakan material ini sebagai bahan dasarnya.

2. Analisis proses *mechanical alloying*

Berdasarkan hasil karakterisasi proses *mechanical alloying*, diperoleh hasil dari pencampuran kedua senyawa PbCO_3 dan TiO_2 . Hasil yang ditampilkan Gambar 4.2 pada tahap awal menunjukkan adanya peningkatan ukuran antara pencampuran kedua senyawa PbCO_3 dan TiO_2 , dimana pada pencampuran 1-15 jam pencampuran kedua senyawa PbCO_3 dan TiO_2 mengalami kenaikan ukuran hingga 4,2 – 19,2 μm . Merujuk pada teorinya, waktu pemaduan 1-15 jam kedua senyawa PbCO_3 dan TiO_2 yang dipadu tersebut mengalami tahap

yang disebut dengan *cold weld* yaitu bergabungnya kedua partikel bahan dasar hingga membentuk ikatan erat antar partikel akibat tumbukan yang diakibatkan oleh *ball mill* dan material paduan PbCO_3 dan TiO_2 . Seiring dengan terjadinya proses tumbukan antar *ball mill* secara terus menerus, sehingga dalam proses *mechanical alloying* tersebut memasuki tahap kedua dimana hal ini menyebabkan kedua bahan dasar membentuk *laminated powder* sampai ukuran partikel campuran kedua senyawa PbCO_3 dan TiO_2 mencapai ukuran maksimumnya 19,2 μm . Pada pencampuran 15 jam material hasil campuran sudah mencapai homogenisasi menjadi satu paduan, dan apabila proses pemaduannya masih terus dilakukan maka campuran kedua bahan dasar PbCO_3 dan TiO_2 tersebut akan mengalami penggetasan. Pemaduan 15 - 60 jam, kedua campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 mengalami tahap yang disebut dengan *fracture* hal ini terjadi akibat material mengalami penggetasan terus menerus sehingga campuran kedua senyawa PbCO_3 dan TiO_2 mengalami pengecilan ukuran secara signifikan dari 19,2 – 1,2 μm yang diperoleh pada 45 jam pemaduan. Selain pengecilan ukuran PbCO_3 dan TiO_2 terjadi juga deformasi mikrostruktur material yang dipadu, serta benar-benar terbentuk paduan baru yang berbeda dengan serbuk awal. Apabila tahap ketiga ini diberikan tumbukan terus menerus dapat menyebabkan proses penghalusan partikel menjadi hampir konstan. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2. Pemaduan 45 – 60 jam material PbCO_3 dan TiO_2 yang dipadu sudah mulai konstan dan tidak mengalami pengecilan atau dengan kata lain memasuki masa jenuh material dengan ukuran akhir 0,7 μm .

Pasca proses *mechanical alloying*, dilakukan pula karakterisasi pengukuran kristalit campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 menggunakan XRD. Hal ini dilakukan untuk mengetahui pengecilan ukuran kristal setelah dilakukan pemaduan mekanik selama 60 jam. Berdasarkan Gambar 4.3 menunjukkan bahwa campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 mengalami penurunan rata-rata ukuran kristalit seiring bertambahnya waktu pemaduan mekanik terhadap campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 . Pada senyawa PbCO_3 ukuran rata-rata kristalitnya mengalami penurunan dari 109 nm hingga 83 nm selama proses pemaduan 60 jam. Sedangkan pada senyawa TiO_2 ukuran rata-rata 116 nm hingga 86 nm selama proses pemaduan 60 jam. Terjadinya fenomena penurunan ukuran kristalit tersebut disebabkan akibat tumbukan yang terjadi secara terus menerus antar *ball mill* selama proses *mechanical alloying* kurun waktu 60 jam. Hal ini menyebabkan parameter kisi dari kristal material tersebut juga ikut mengecil seiring waktu pemaduan yang dibebankan.

3. Analisis proses *sintering*

Karakterisasi pasca proses *sintering* pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dilakukan dengan pembebanan pada masing-masing sampel menggunakan temperatur yang berbeda, diantaranya adalah 500°C , 600°C , 700°C , 800°C , 900°C , 1000°C , dan 1100°C . Berdasarkan pada teorinya untuk material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik belum terbentuk fasa tunggal (*single phase*) pada temperatur pemanasan dibawah 500°C . Gambar 4.11 menunjukkan pola difraksi campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 pasca dilakukannya proses *sintering*. Dari gambar tersebut terlihat bahwa material yang *disintering* pada temperatur 500°C secara umum sudah terbentuk fasa

baru PbTiO_3 namun masih terdapat fasa lain yaitu TiO_2 dan $\text{C}_3\text{H}_2\text{O}_{12}\text{Pb}_5$ atau dapat dikatakan belum sempurna atau belum berbentuk fasa tunggal (*single phase*). Pada proses *sintering* temperatur 600°C Pembentukan fasa PbTiO_3 sudah mengalami *single phase* namun pembentukan paling optimum pada material tersebut terbentuk pada temperatur 1000°C . Hal ini dapat dibuktikan dengan munculnya fasa baru pada temperatur 1100°C yang bukan merupakan bagian dari material dasar atau dengan kata lain muncul fasa baru yang terbentuk dari fasa murni PbTiO_3 . Hal ini mengindikasikan bahwa temperatur *sintering* sangat berpengaruh terhadap pembentukan fasa material.

Karakterisasi ukuran kristalit juga dilakukan pada material hasil *sintering* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.12 dengan acuan olahan pola difraksi yang terdapat pada Gambar 4.11. Berdasarkan kurva ukuran kristalit PbTiO_3 yang terdapat pada Gambar 4.12 ukuran Kristal PbTiO_3 semakin membesar seiring dengan bertambahnya temperatur yang di bebaskan, dimana pada temperatur *sinter* 500°C ukuran kristalit PbTiO_3 sebesar 24 nm, 600°C sebesar 31nm, 700°C sebesar 32nm, 800°C sebesar 33nm, 900°C sebesar 44nm, 1000°C sebesar 64nm, dan 1100°C sebesar 53nm. Kurva pada Gambar 4.6 menunjukkan gambaran linear antara temperatur terhadap pertumbuhan ukuran kristalit PbTiO_3 . Berdasarkan data tersebut maka dapat diindikasikan bahwa variasi temperatur *sintering* berpengaruh terhadap besar ukuran kristalit PbTiO_3 yang dihasilkan.

Fasa yang terbentuk sempurna pada temperatur 600°C - 1000°C memiliki Struktur kristal dan fasa tunggal PbTiO_3 *tetragonal perovskite* , struktur ini sangat cocok sebagai bahan dasar material karena mampu menghasilkan

dipole listrik material *piezoelectric* PbTiO_3 yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi yang dibutuhkan. Semakin meningkatnya temperatur yang dibebankan, maka akan semakin meningkat pula *dipole* listrik serta ukuran kristalitnya.

C. Keterbatasan Penelitian

Pada penelitian ini terdapat beberapa keterbatasan penelitian, antara lain adalah:

1. Tidak adanya alat uji kelistrikan material *piezoelectric* yang siap digunakan, menyebabkan belum dapatnya dilakukan pengujian listrik pada material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik yang di gunakan.
2. Dari segi analisis, masih kurangnya karakterisasi yang dilakukan pada preparasi material *piezoelectric* PbTiO_3 . Salah satu contoh adalah ukuran partikel yang belum dapat dilihat secara visual menggunakan SEM.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dari sintesa material *piezoelectric* PbTiO_3 keramik menggunakan metode *wet mechanical alloying* dan proses *sintering*, maka dapat ditarik kesimpulan:

1. Parameter waktu dalam proses *wet mechanical alloying* sangat berpengaruh dalam mereduksi ukuran partikel. Waktu pemaduan yang semakin lama akan memberikan pengaruh kepada struktur dan struktur mikro dalam bentuk penurunan puncak XRD, pemunculan fasa baru, dan perubahan morfologi partikel dan butiran. Waktu terbaik pada proses pemaduan ini didapat pada waktu pemaduan 60 jam dengan penurunan ukuran rata-rata partikel PbCO_3 dan TiO_2 mencapai $0,7 \mu\text{m}$ serta penurunan ukuran kristalit pada PbCO_3 mencapai 83 nm dan penurunan ukuran kristalit pada TiO_2 mencapai 86 nm. Pengecilan ukuran partikel serta jarak antar kisi di dalam partikel mengecil akibat proses tumbukan antar *ball mill* yang terus menerus selama 60 jam.
2. Perlakuan panas atau proses *sintering* yang diberikan terhadap proses pembentukan fasa dan ukuran kristalit PbTiO_3 akan mempercepat terbentuknya fasa baru dan pertumbuhannya kristalnya. Pada penelitian ini terbentuknya variasi temperatur terbaik mulai terbentuk fasa tunggal (*single phase*) PbTiO_3 pada temperatur 600°C dengan ukuran kristalit 31

nm sampai puncak tertinggi pada temperatur 1000°C dengan ukuran kristalit PbTiO_3 64 nm.

B. Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, ada beberapa saran yang dapat diberikan, yaitu:

1. Pada penelitian ini hasil yang didapatkan masih belum mencapai 1 partikel berisi 1 kristalit, oleh karena itu masih banyak parameter-parameter yang dapat divariasikan untuk mendapatkannya. Dalam hal ini yang dimaksud adalah variasi parameter-parameter proses *mechanical alloying* dan proses *sintering*.
2. Untuk penelitian lebih lanjut, penelitian dapat dilakukan dengan disubstitusikan dengan material senyawa lain untuk meningkatkan sifat yang lebih baik, seperti *Barium*, *stronium* dan lain-lain.

DAFTAR PUSTAKA

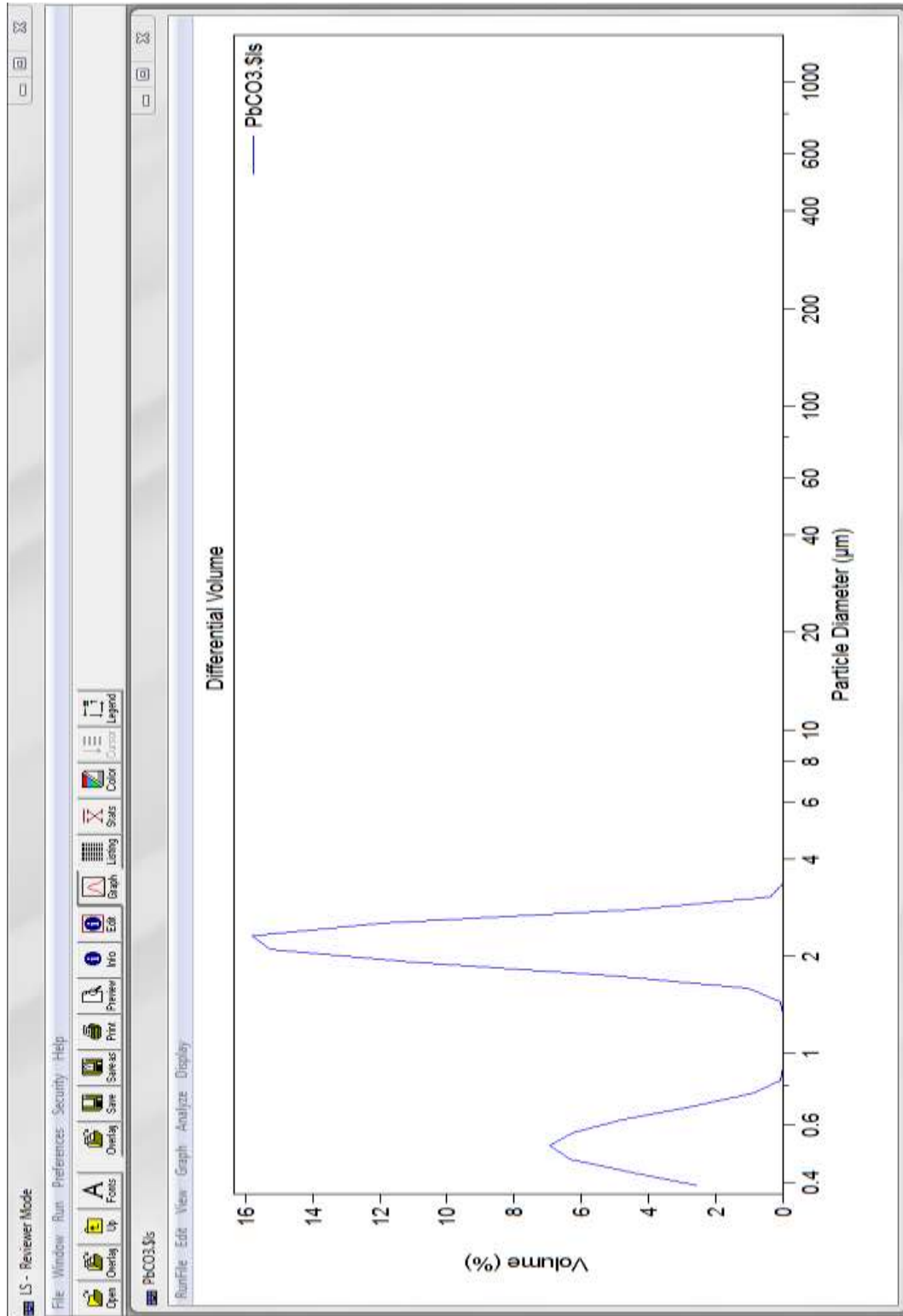
- Doni, W.R., Al Janan, D.H., Repi, V.V.R. 2014. Pembuatan *Piezoelectric alarms* kendaraan bermotor dari rekayasa material berstruktur kristal *perovskite* tersubstitusi. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Effendi, Y.R. 2012. Pengaruh Kecepatan *Shaking* Terhadap Pembentukan Fasa Intermetalik dan Kekerasan γ -TiAl Hasil *Mechanical Alloying*. Surabaya: Institut Teknologi 10 November.
- El-Eskandarany, M.S. 2001. *Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials*. Noyes Publications. Amerika.
- Fajarin, R., Widyastuti., Purwaningsih, H., Baqiya, M., Warit, R. 2015. Pengaruh temperatur *sintering* terhadap sifat Ferroelektrik dan dielektrik PbTiO₃ doping ZnO dengan Metode *mechanical alloying*. Vol.14 No.1. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Forrester, J.S., Zobec, J.S., Phelan, D., Kisi, E.H. 2004. *Synthesis of PbTiO₃ ceramics using mechanical alloying and solid state sintering*. *Journals of solid state chemistry*. Australia: Elsevier.
- Idayati, E. 2008. Perbandingan hasil sintesis oksida perovskit La_{1-x}Sr_xCoO_{3- δ} dari tiga variasi metode. Surabaya: Institut Teknologi 10 November.
- Li, Y., Sun, H., Wang, N., Fang, W., Li, Z. 2014. *Effects of pH and temperature on photocatalytic activity of PbTiO₃ synthesized by hydrothermal method*. Department of Chemistry. Zhengzhou: Zhengzhou Normal University.
- Moheimani S.O.R., dan Fleming A.J. 2006. *Piezoelectric transducers for vibration control and damping*. Australia: Springer
- Ramlan dan Bama, A.A. 2011. Pengaruh Suhu dan Waktu Sintering terhadap Sifat Bahan Porselen untuk Bahan Elektrolit Padat (Komponen Elektronik). Sumatra Selatan: Universitas Sriwijaya, Sumatera
- Raspitanto, D. 2008. Pengaruh variasi penambahan komposisi MgO terhadap kekerasan *Vickers*, kekuatan Bending, dan struktur mikro pada komposit keramik *fly ash* MgO. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Schwartz, M. 2009. *Encyclopedia of smart materials*, Vol. 1 and vol. 2. New York: A Wiley-Interscience Publication.

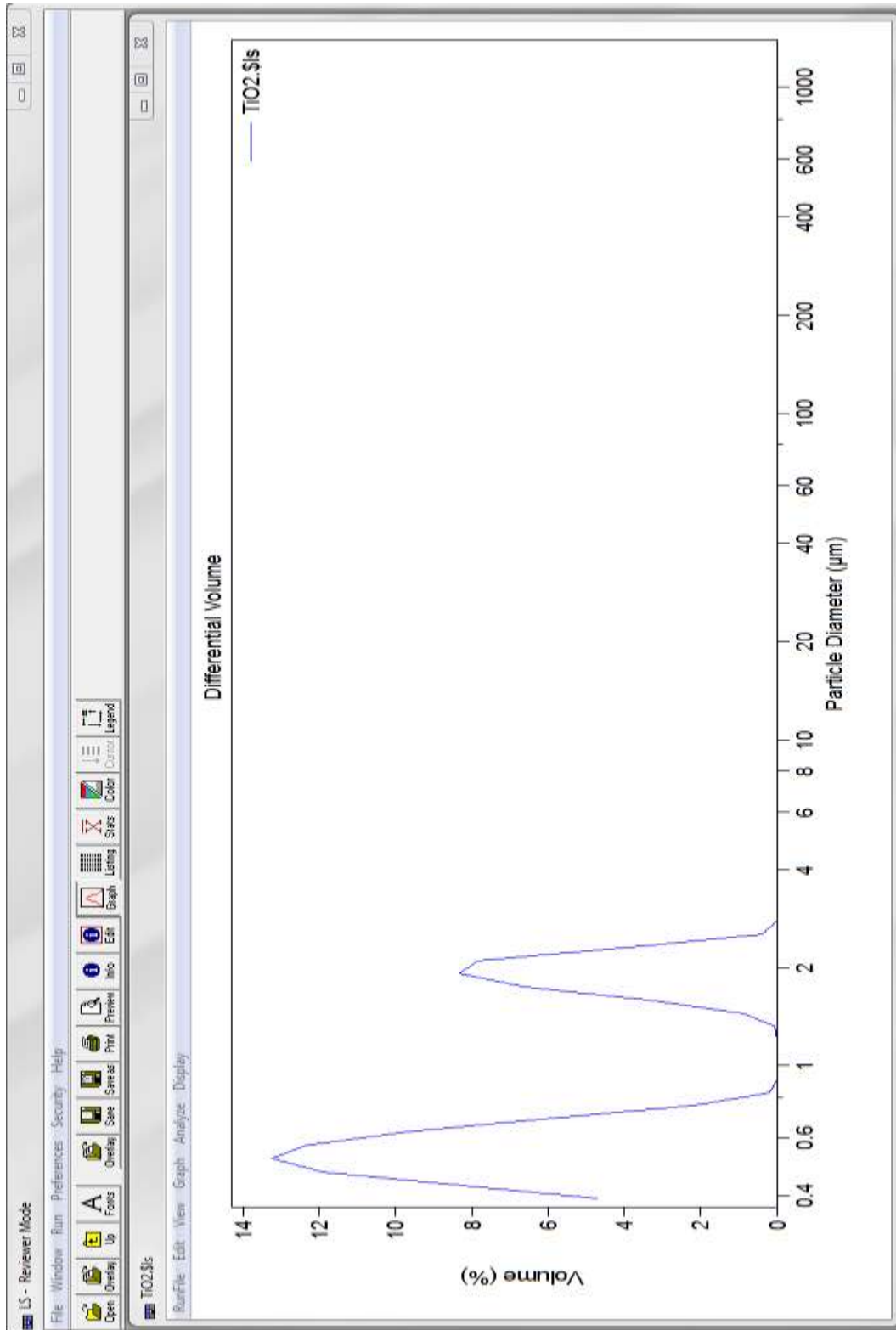
- Somiya, S. 2003. *Handbook of advance ceramics. Chapter 4: Piezoelectric ceramics*. Elsevier.
- Soni P.R. 2001. *Mechanical alloying: Fundamentals and applications*. Cambridge International Science Publishing. Inggris.
- Stankus, V dan Dudonis, J. 2004. *Materials science and engineering. Lead titanate thin film synthesis by solid-state reactions*. Elsevier,
- Suryanarayana, C. 2001. *Progress in material sains. Mechanical Alloying and Milling*. Colorado School of Mines, Elsevier.
- Suryanarayana, C. 2004. *Mechanical Alloying and Milling*. New York, Marcell Dekker, ISBN:0-8247-4103-X
- Chen, T.Y., Chu, S.H., Chang, R.C., Cheng, C.K., Cheng, S.H., Nien, H.H. 2007. *The characteristics of low-temperature sintered PbTiO₃ based ceramics and its applications*. Elsevier.
- Uchino, K. 2003. *Handbook of advance ceramics. Chapter 4: Sintering of ceramics*. Elsevier.
- Udomporn, A dan Ananta, S. 2004. *Effect of calcination condition on phase formation and particle size of lead titanate powders synthesized by the solid-state reaction. Materials Letters*. Chiang Mai: Chiang Mai University.
- Wongmaneerung, R., Yimnirun, R., Ananta, S. 2005. *Effect of vibro-milling time on phase formation and particle size of lead titanate nanopowders*. Elsevier.
- Xue, J., Wan, D., Wang, J. 1999. *Mechanochemical synthesis of nanosized lead titanate powders from mixed oxides*. Elsevier.
- Ye, Z.G. 2008. *Handbook of dielectric, piezoelectric and ferroelectric materials. "Synthesis, properties and applications"*. Cambridge: England.
- Zhang, Q., Whatmore, R. 1999. *Journal of Sol-Gel Science and Technology. A Comparison of the Nanostructure of Lead Zirconate, Lead Titanate and Lead Zirconate Titanate Sols*. Kluwer Academic Publisher. Netherlands..
- Zhiguo, X., Yanfei, H., Jiajie, K., Haidou, W., Binshi, X., Guozheng, M., Lina, Z. 2014. *Structural integrity and ferroelectric-piezoelectric properties of PbTiO₃ coating prepared via supersonic plasma spraying*. Elsevier.

LAMPIRAN

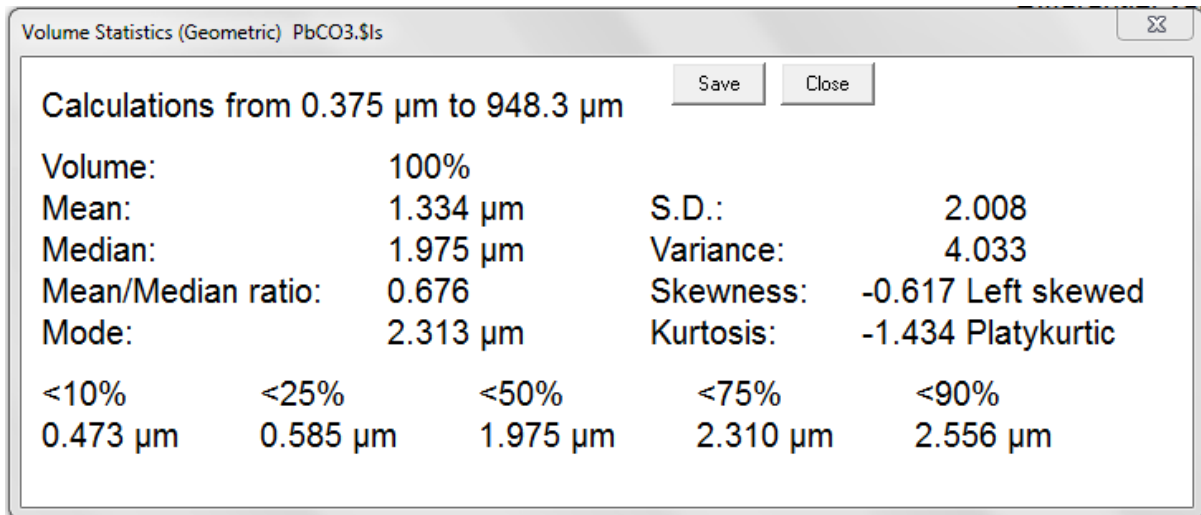
Lampiran 1. Pengujian Senyawa Dasar

1. Ukuran Partikel Senyawa Dasar

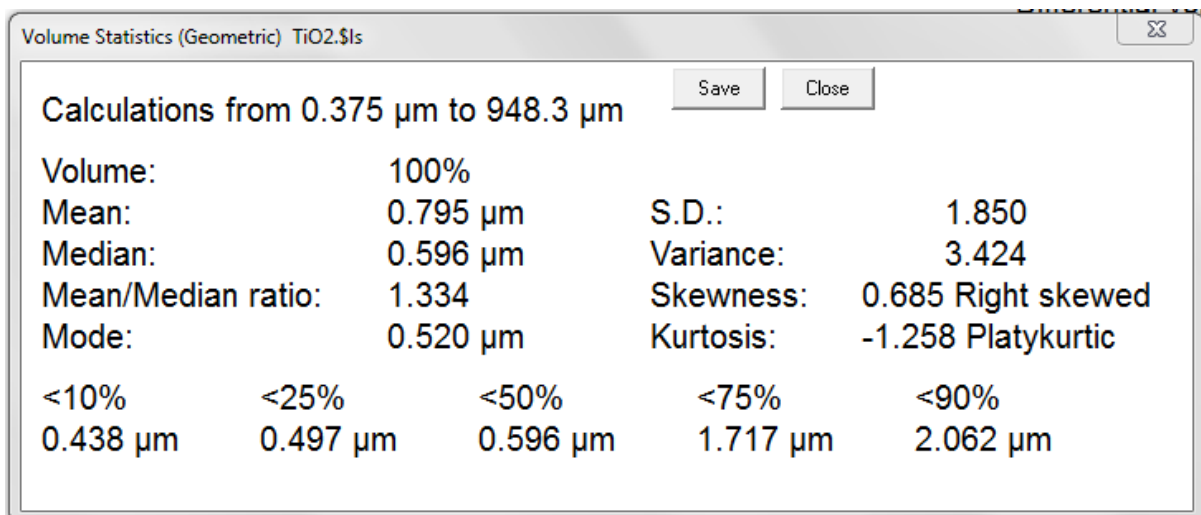
a. Ukuran Rata-rata Partikel PbCO_3 

b. Ukuran Rata-rata Partikel TiO_2 

c. *Volume Statistics(Geometric)* Senyawa Dasar PbCO_3

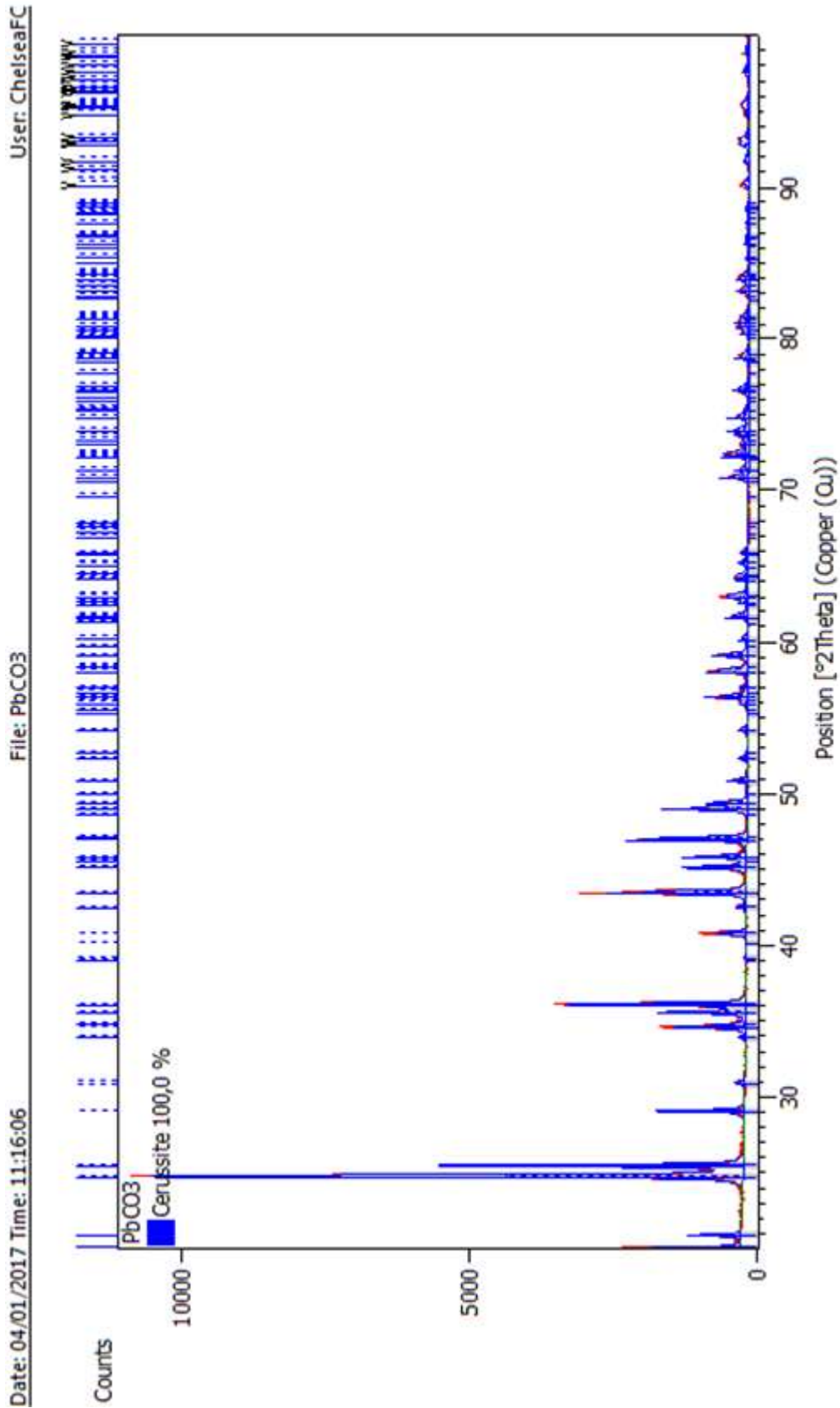


d. *Volume Statistics(Geometric)* Senyawa Dasar TiO_2

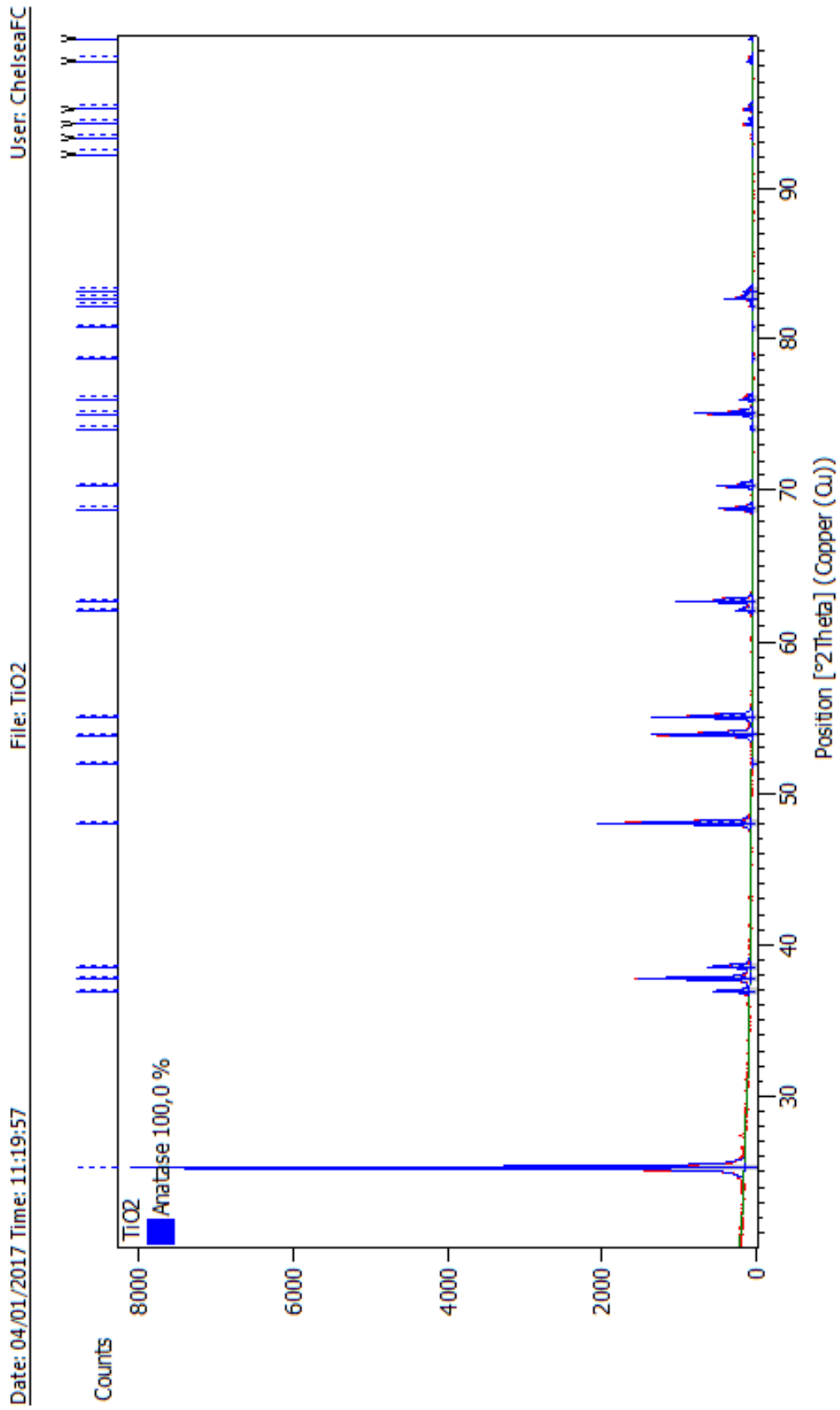


2. Bentuk Fasa Senyawa Dasar

a. PbCO_3 (ICSD 98-016-6089)



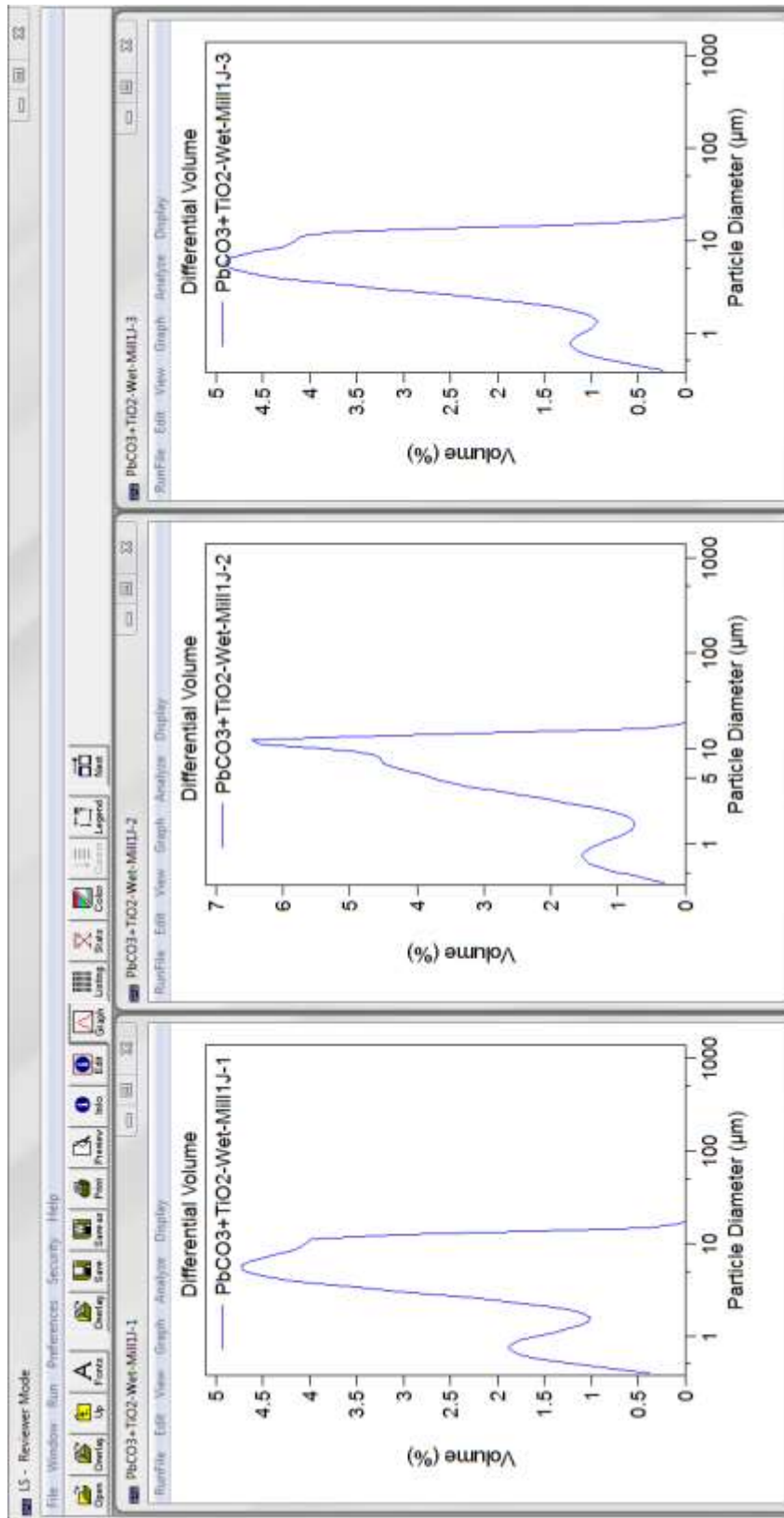
b. TiO_2 (ICSD 98-020-2242)

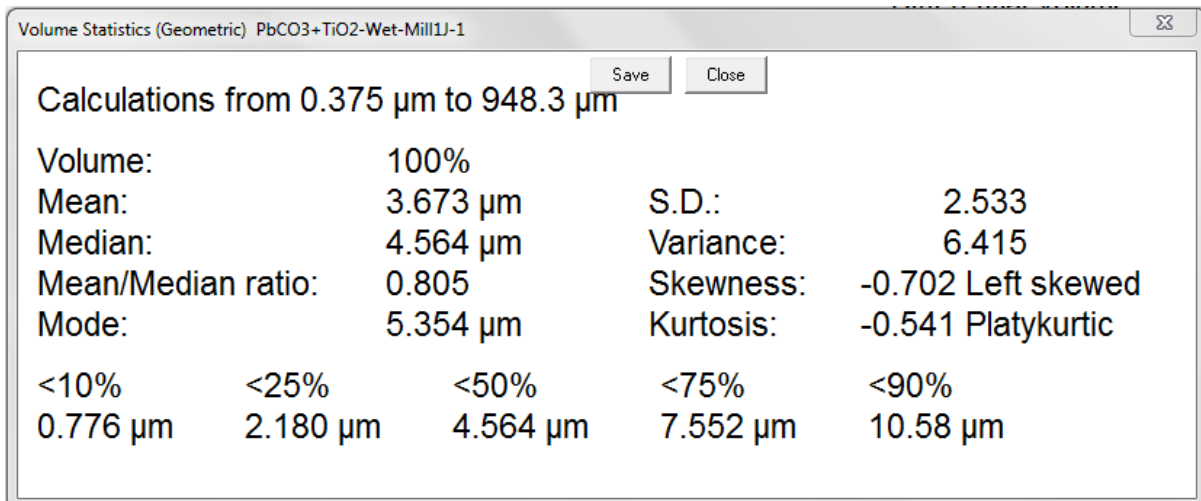
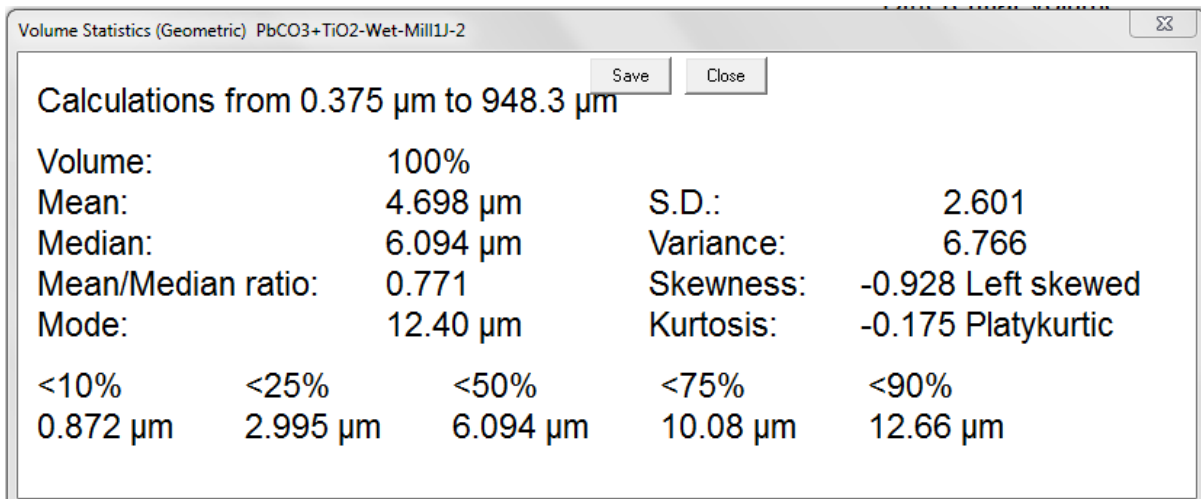
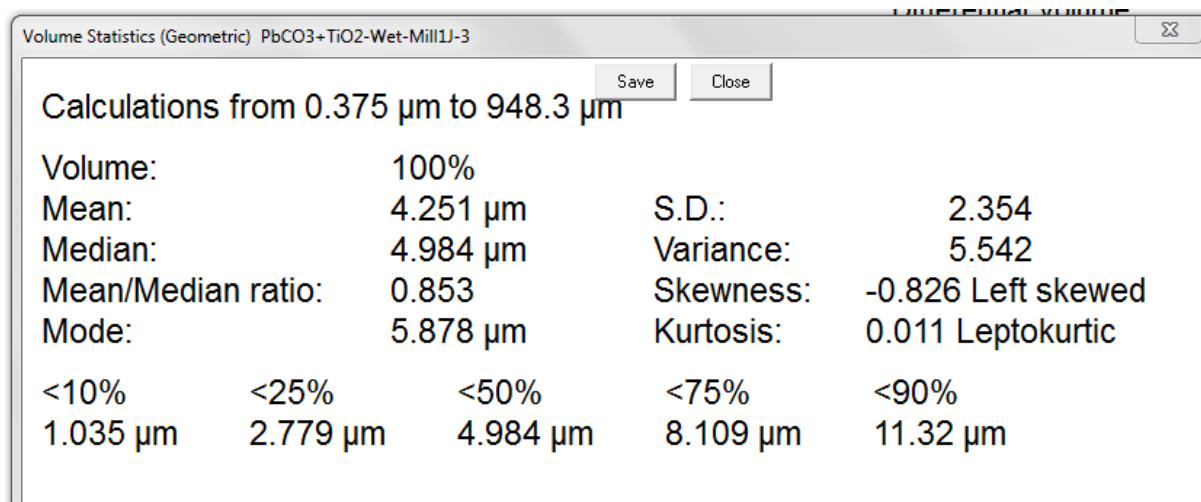


Lampiran 2. Hasil Karakterisasi Proses *Mechanical Alloying*

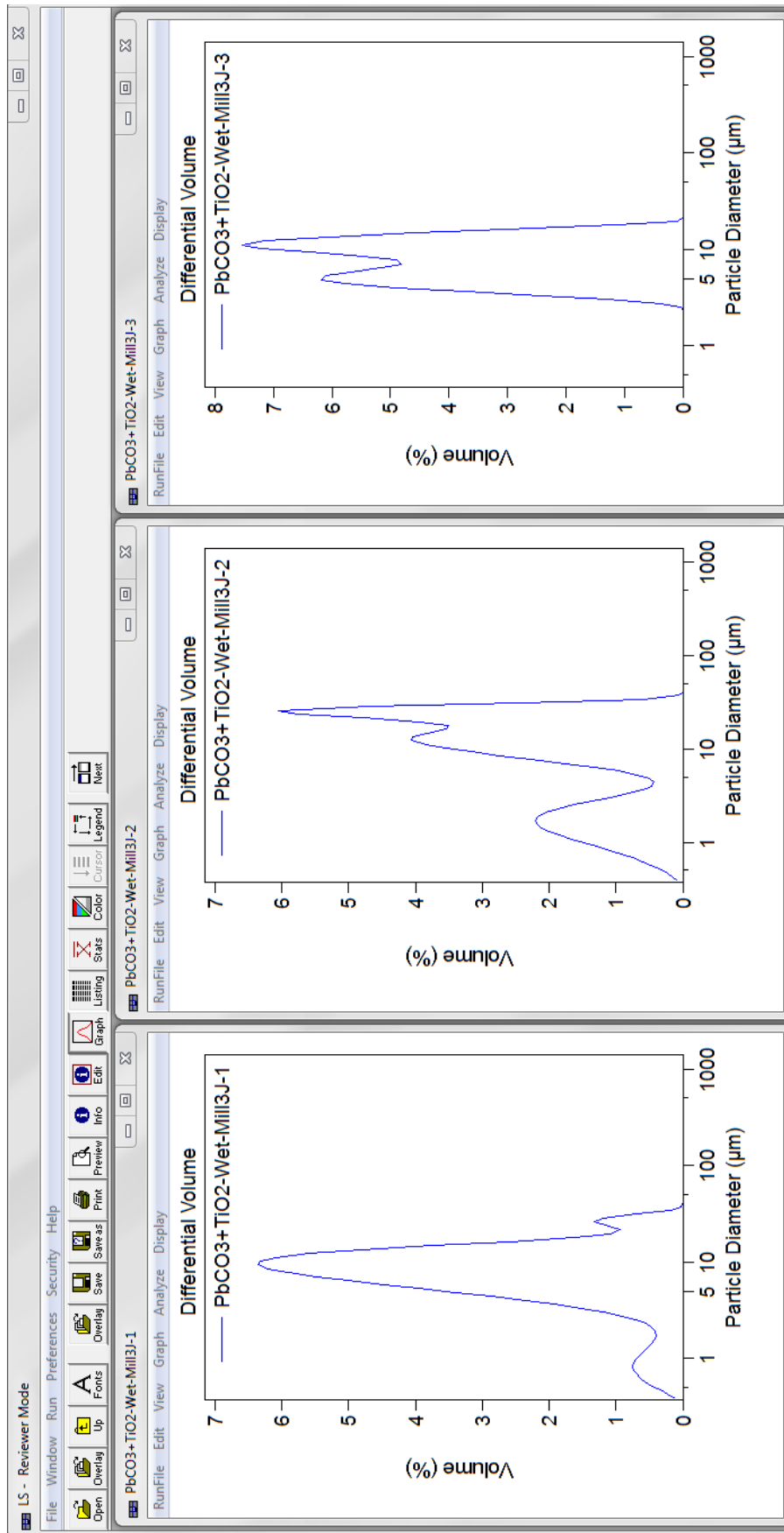
1. Ukuran Partikel Campuran Senyawa PbCO_3 dan TiO_2

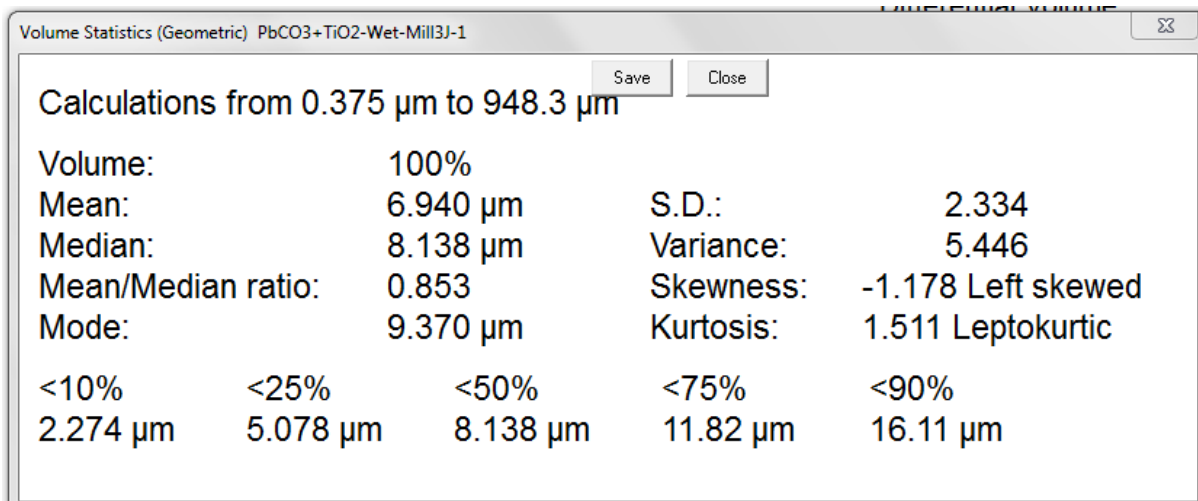
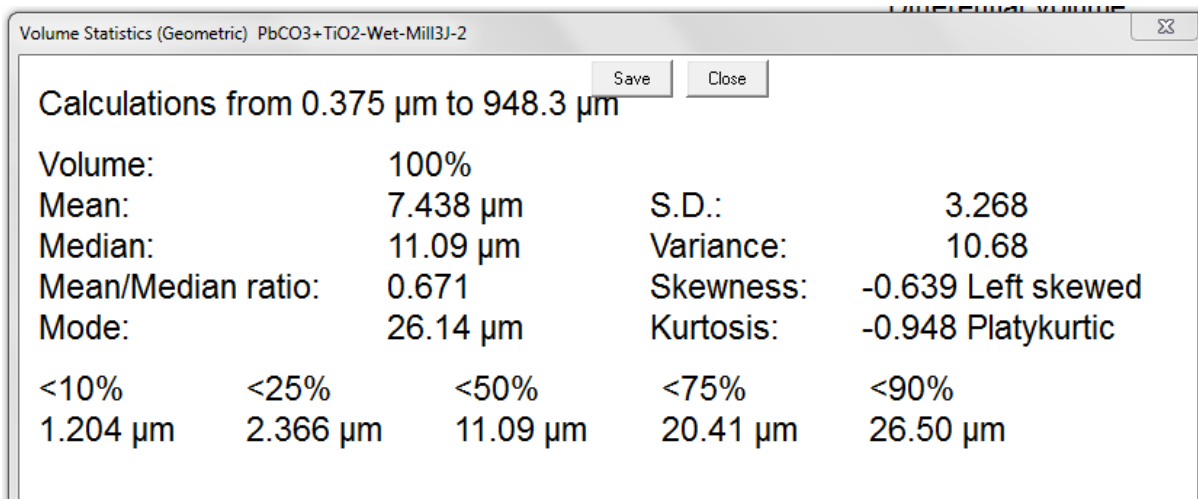
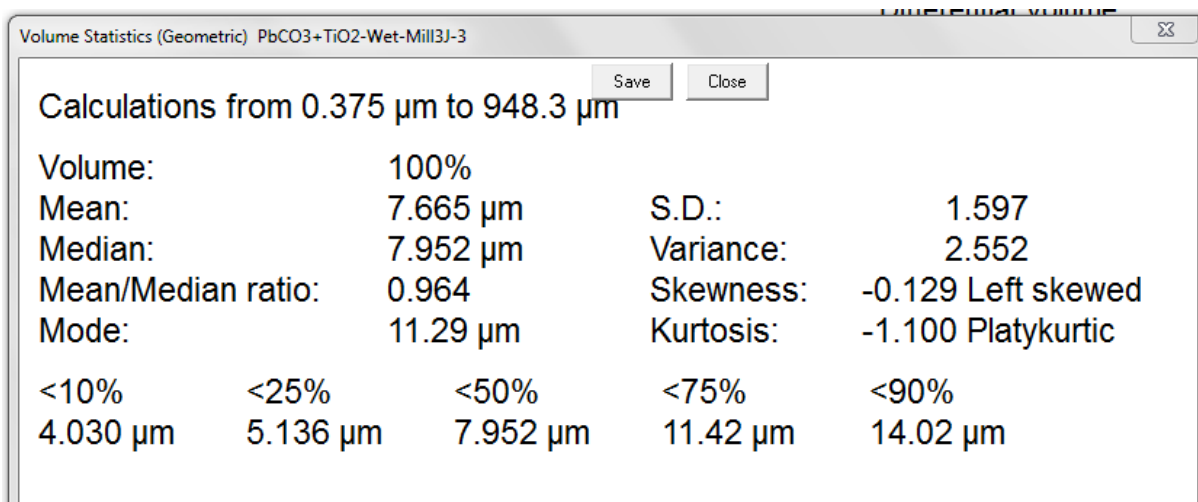
a. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 *milling* 1 jam



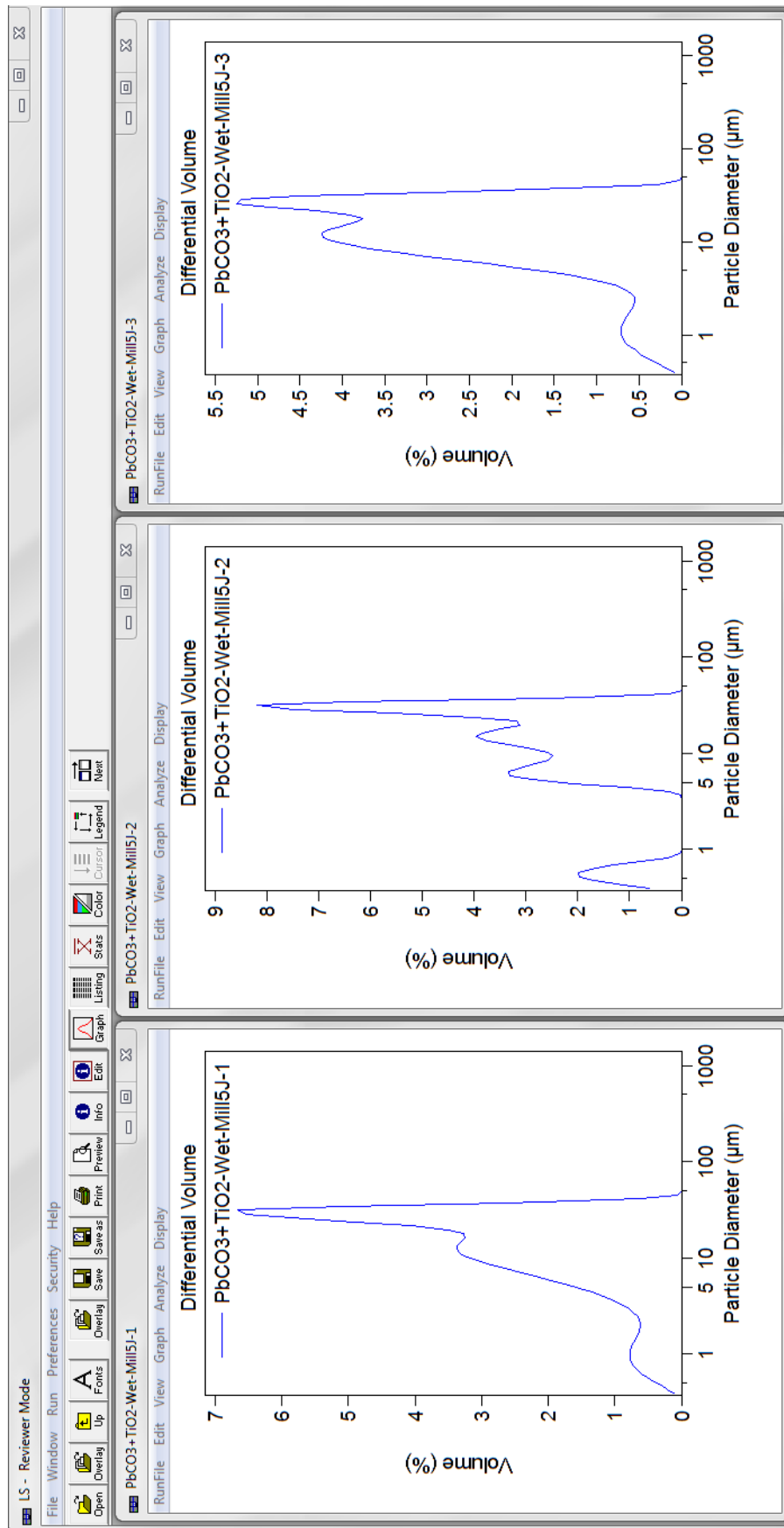
1). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 1 jam Ke-1*2). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 1 jam Ke-2*3). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 1 jam Ke-3*

b. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 *milling* 3 jam

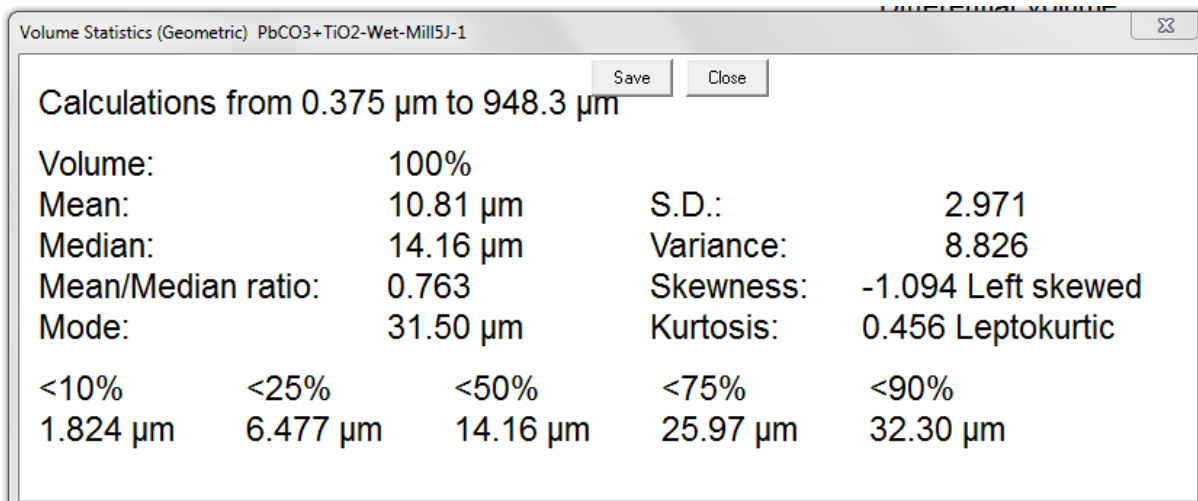


1). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 3 jam Ke-1*2). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 3 jam Ke-2*3). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 3 jam Ke-3*

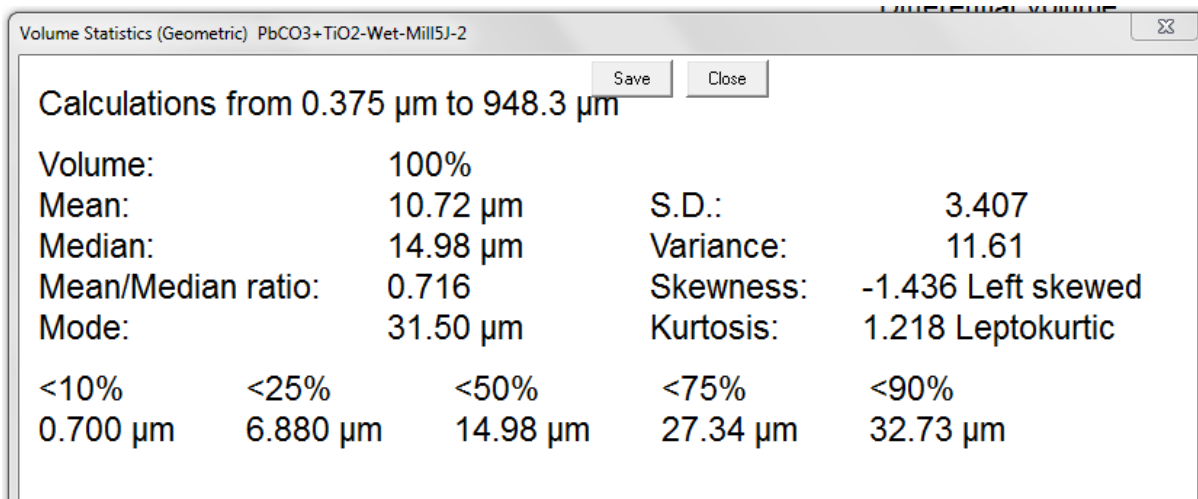
c. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 *milling* 5 jam



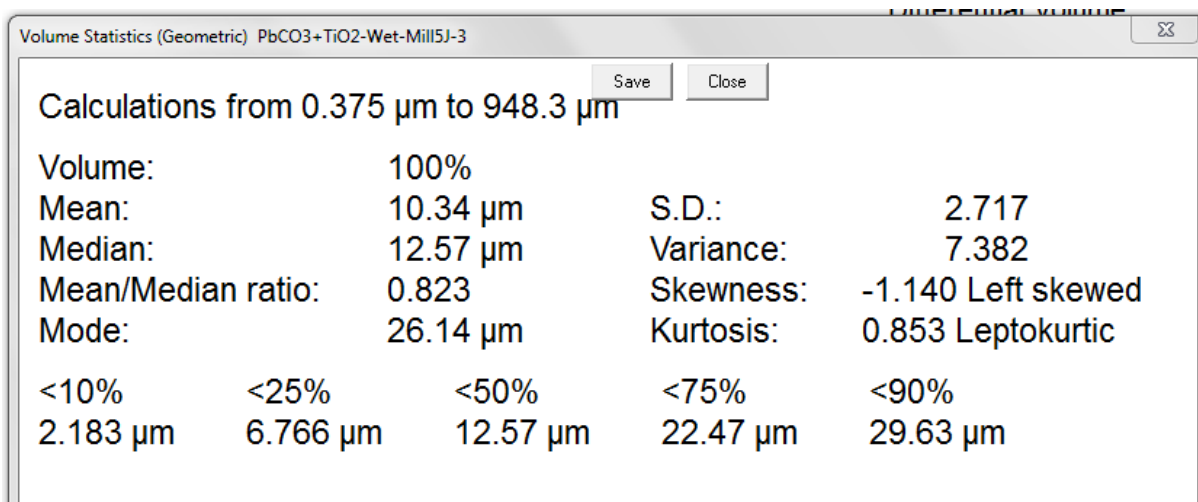
1). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 5 jam Ke-1*



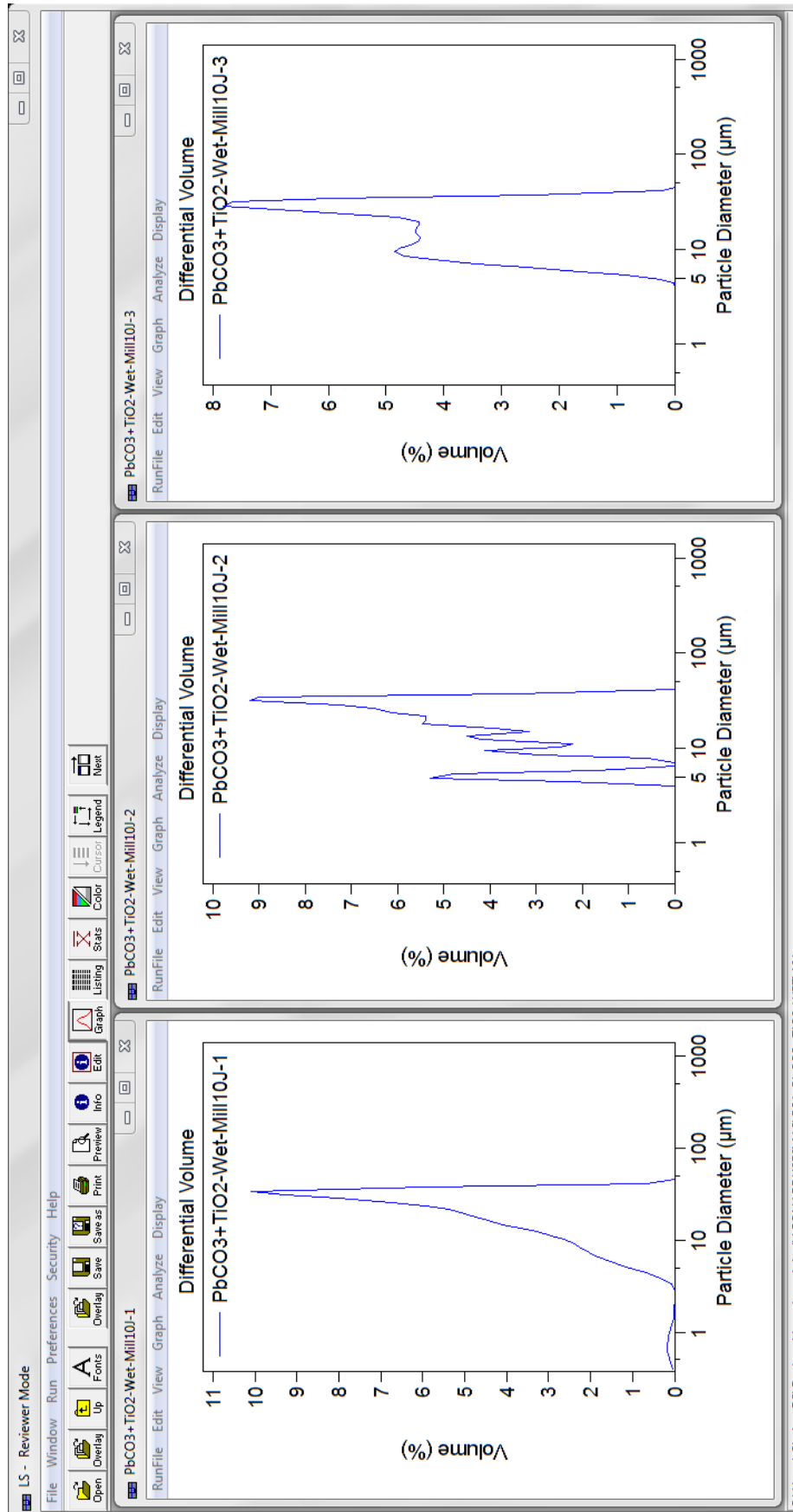
2). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 5 jam Ke-2*



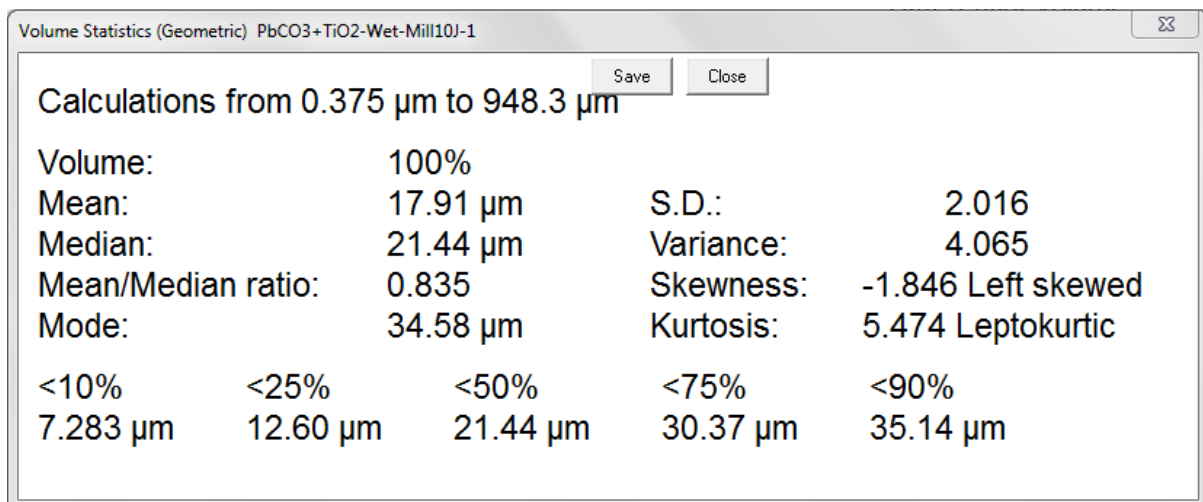
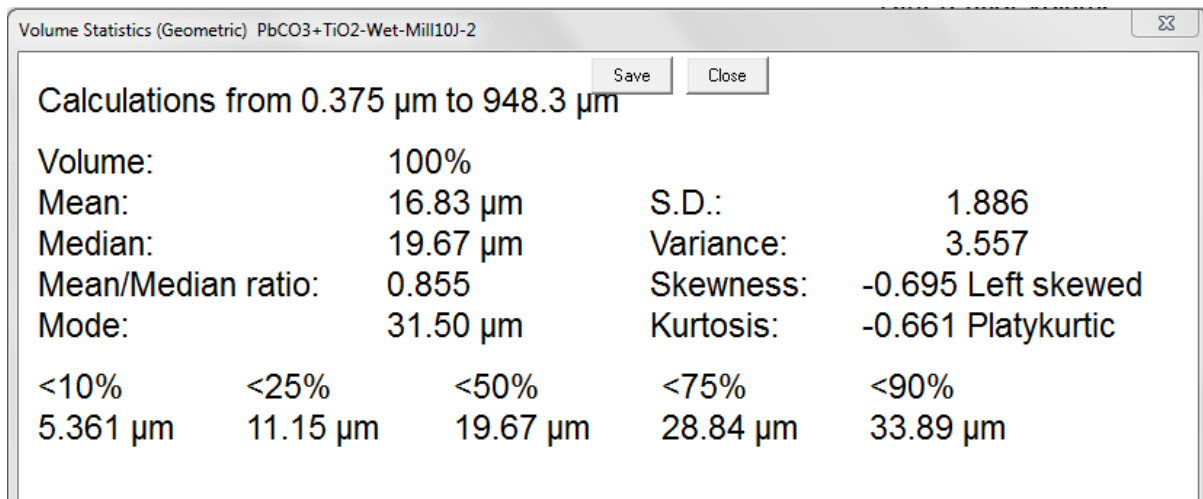
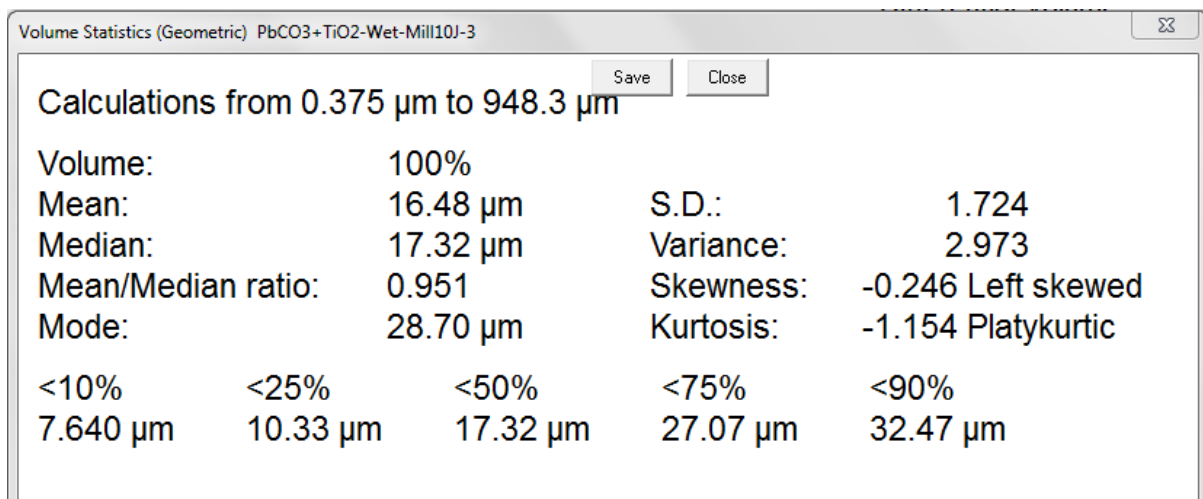
3). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 5 jam Ke-3*



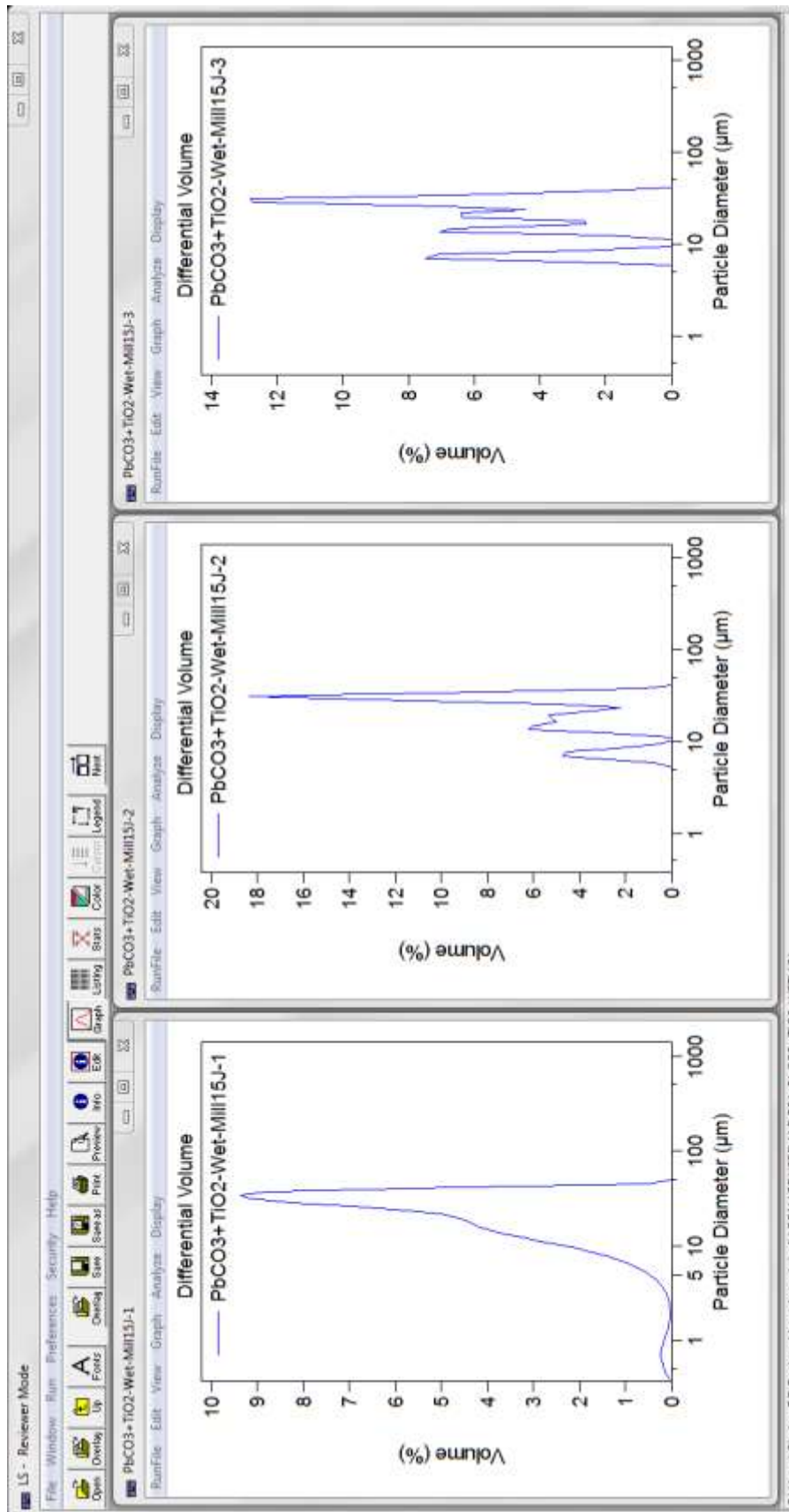
d. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 *milling* 10 jam

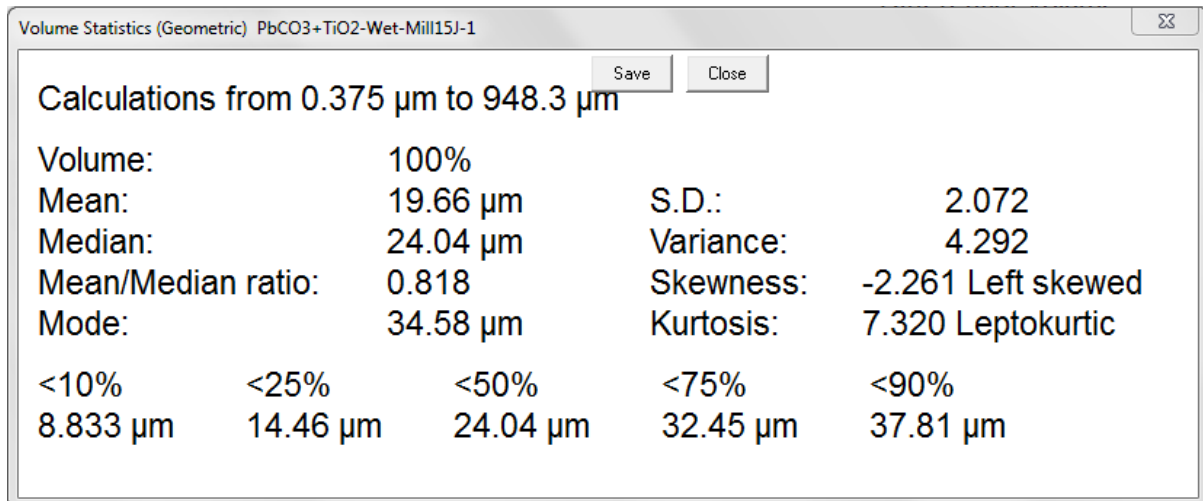
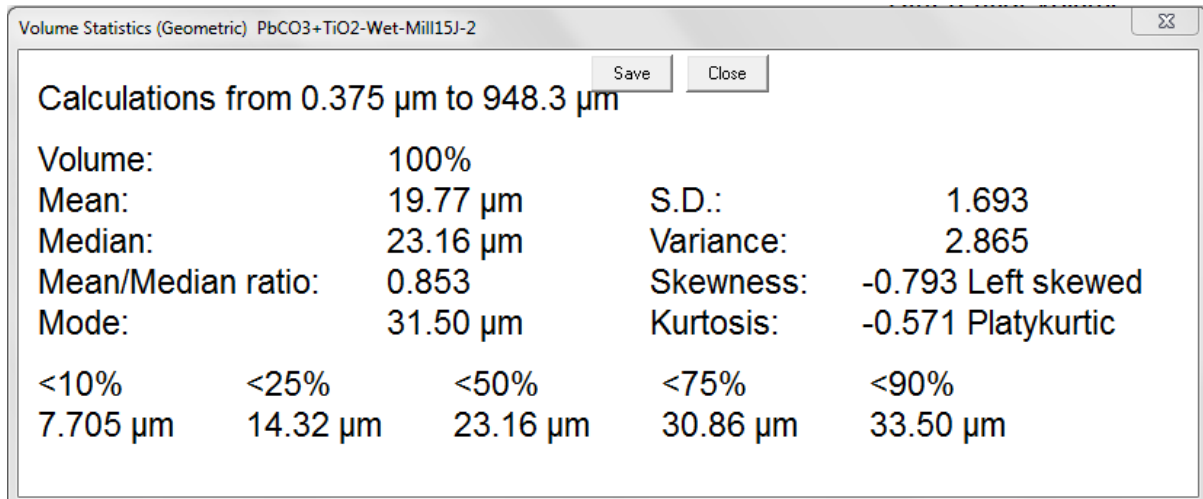
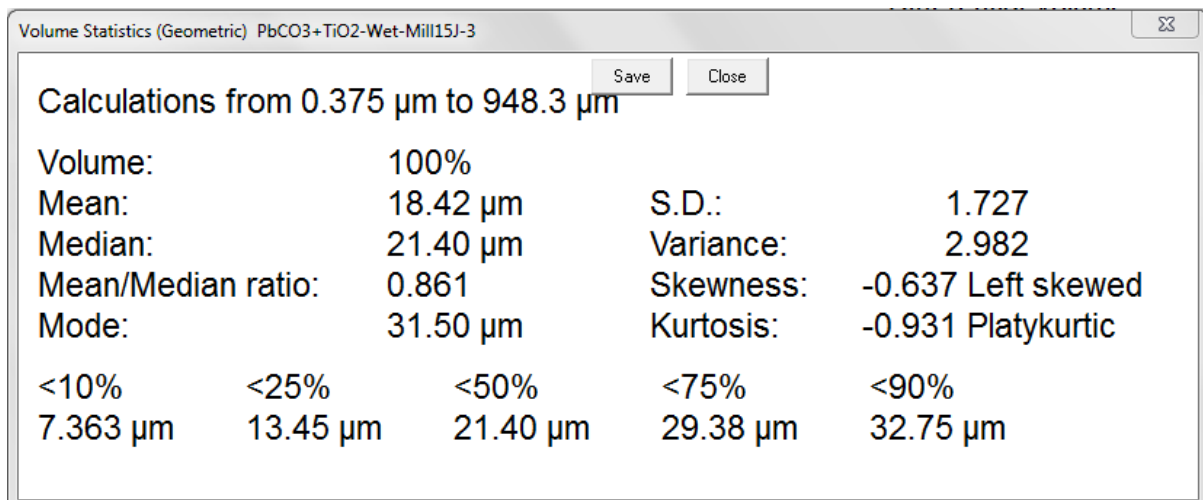


C:\Users\ChelseaFC\Desktop\lamoiran skripsi\LEONARDUSDIMAS\PSA-PbCO3+TiO2-WET\10J

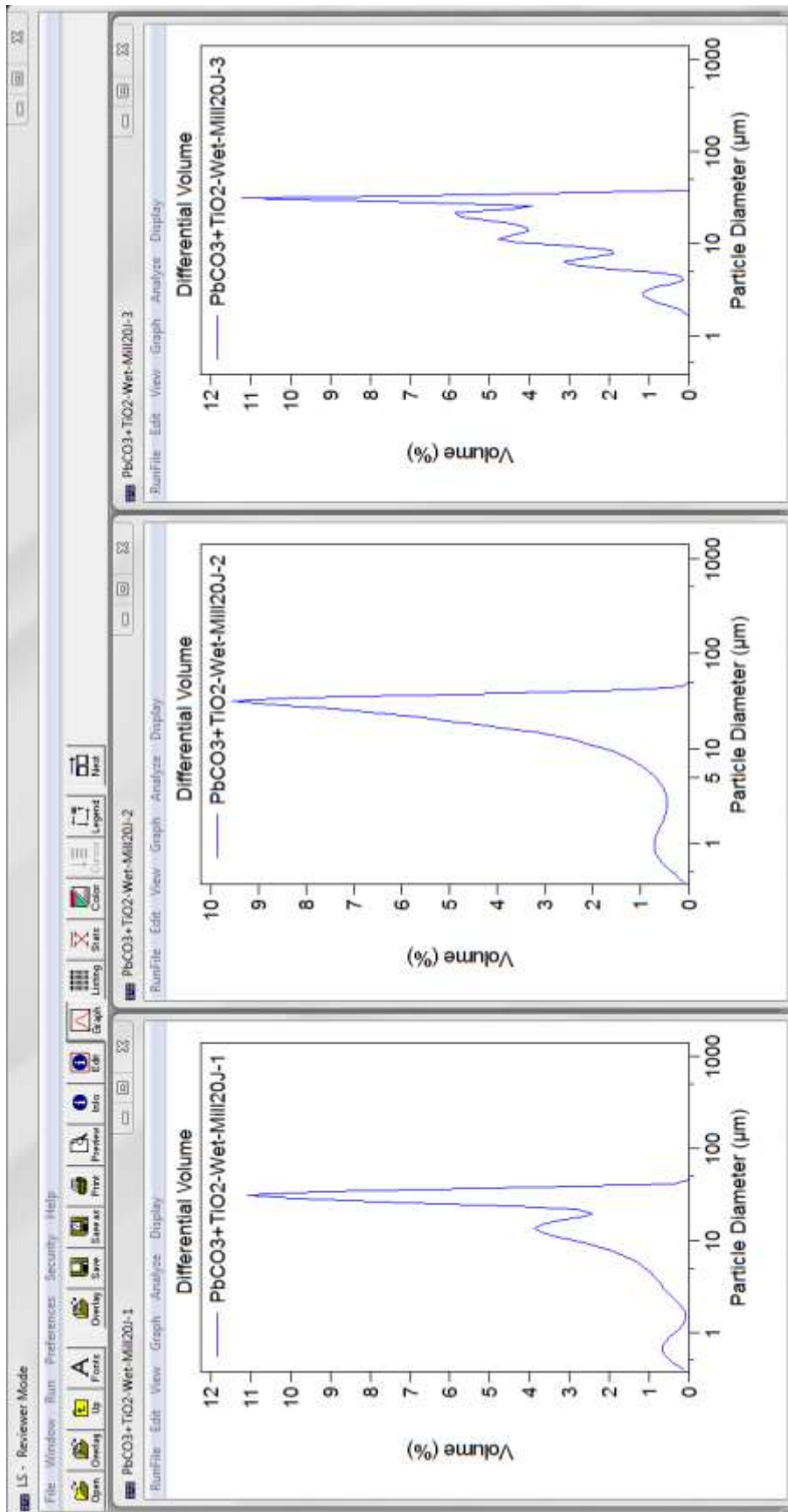
1). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 10 jam Ke-1*2). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 10 jam Ke-2*3). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 10 jam Ke-3*

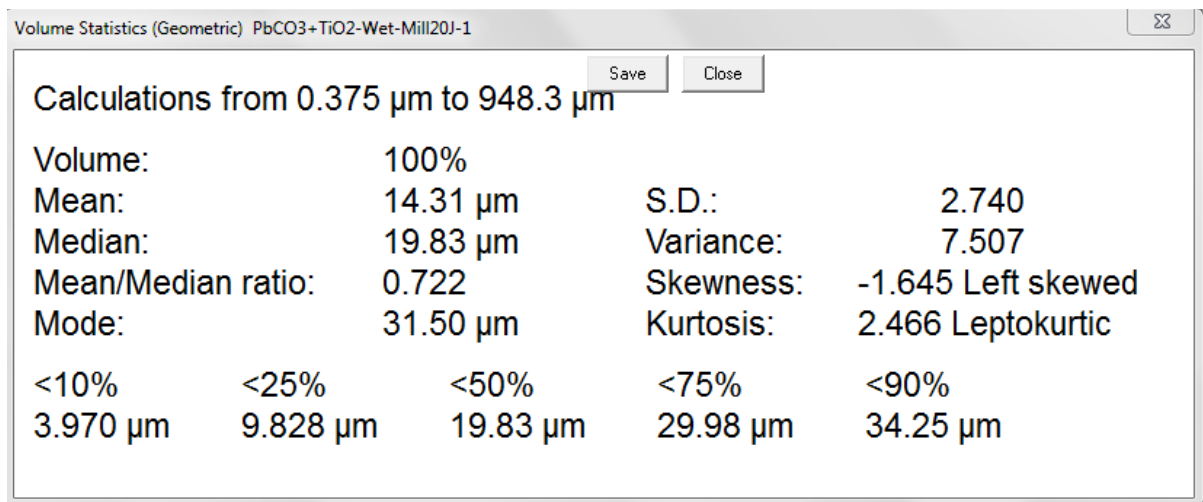
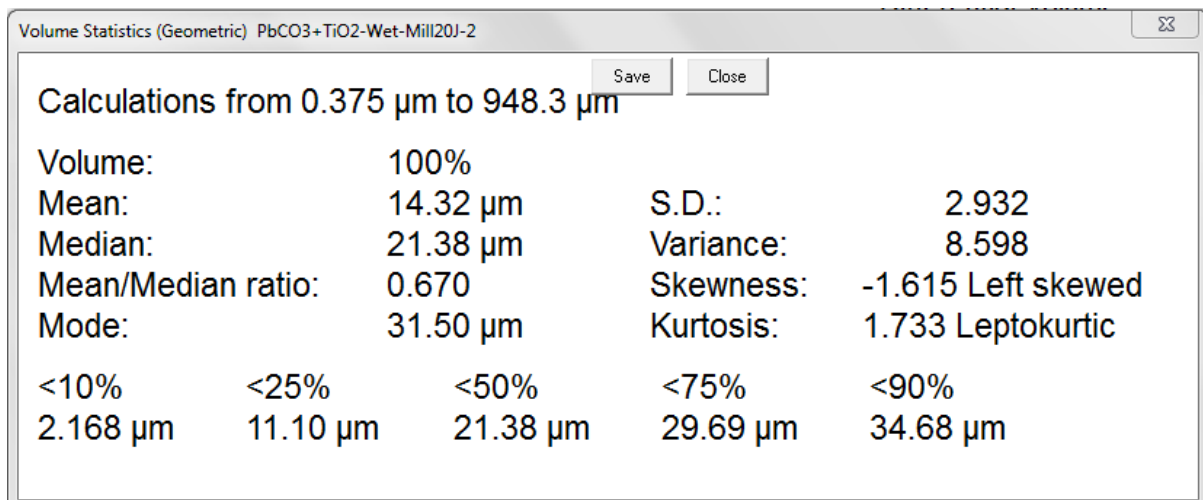
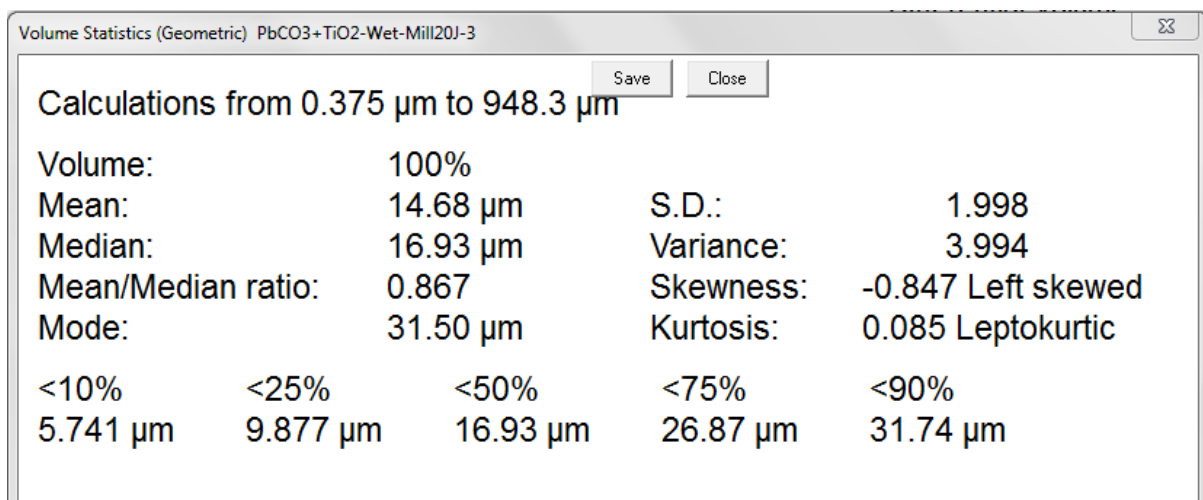
e. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 *milling* 15 jam



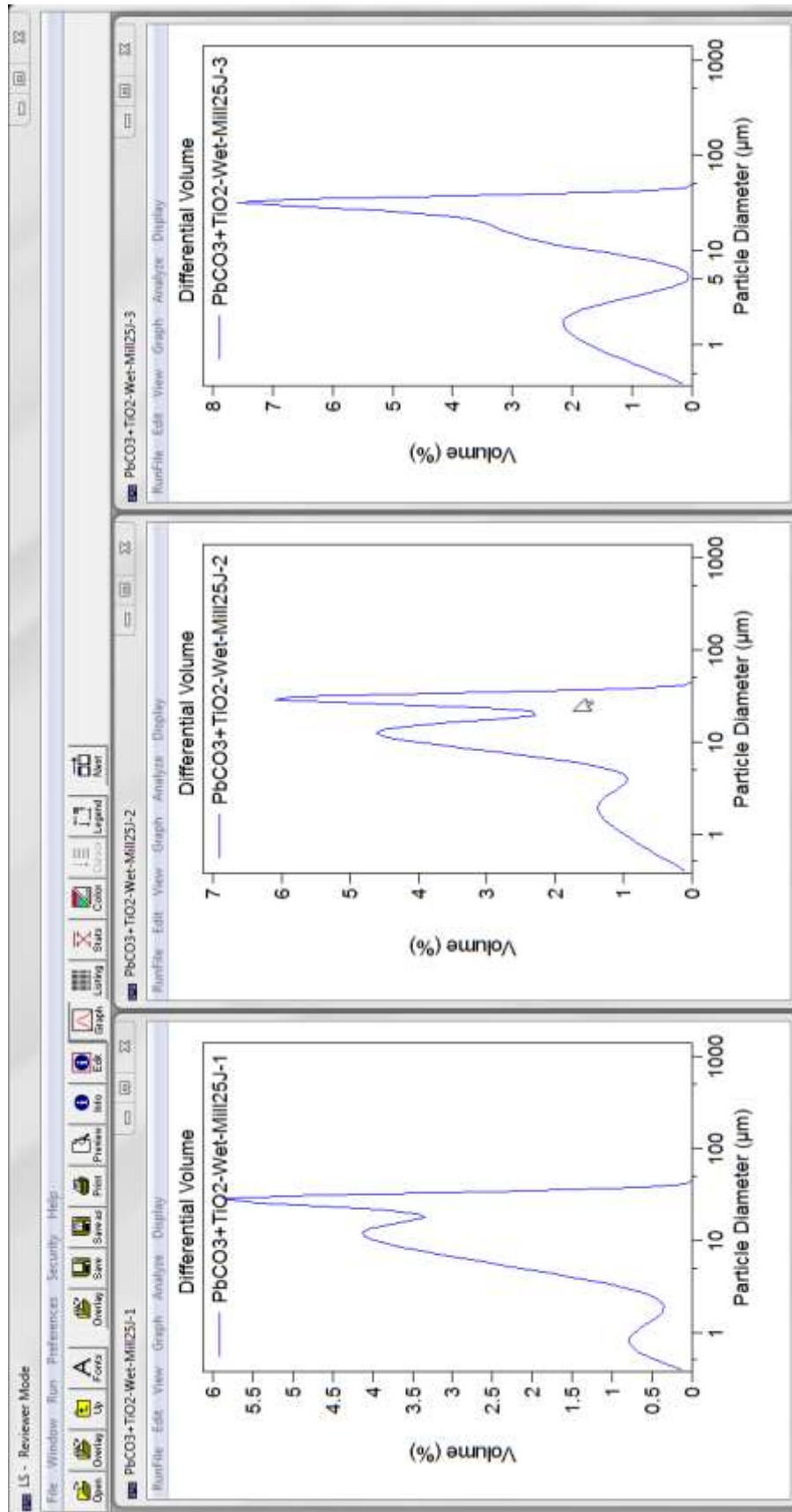
1). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 15 jam Ke-1*2). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 15 jam Ke-2*3). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 15 jam Ke-3*

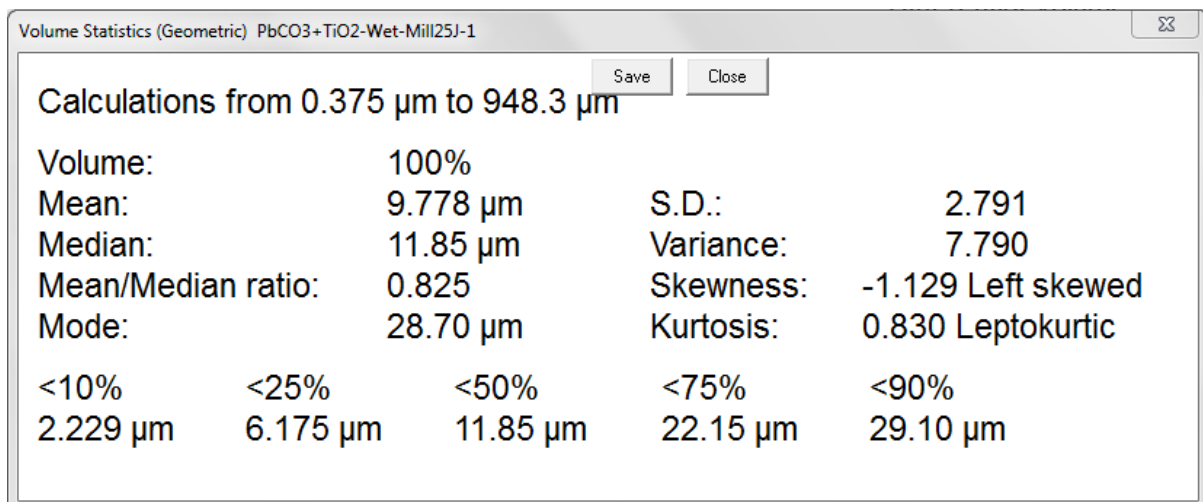
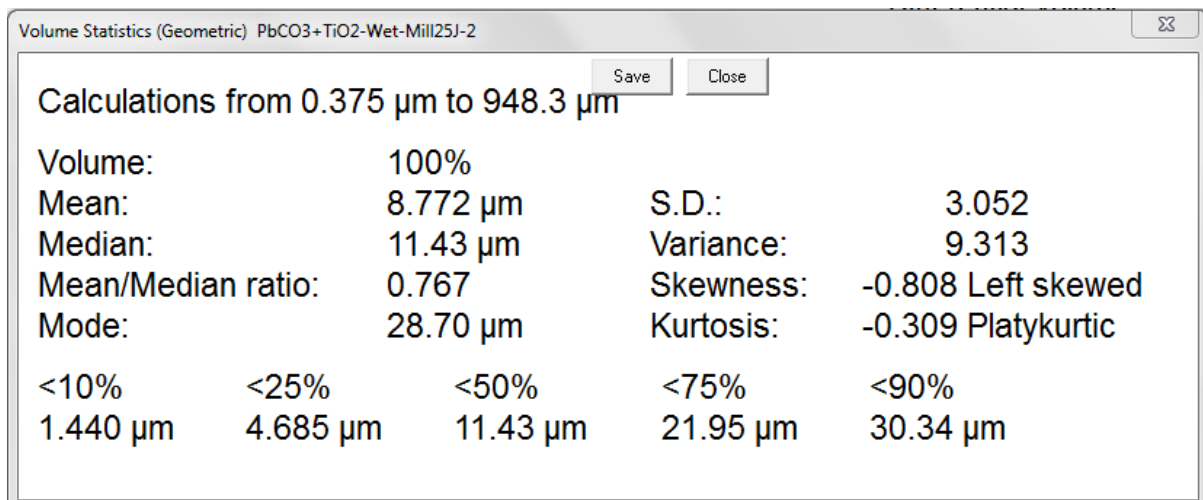
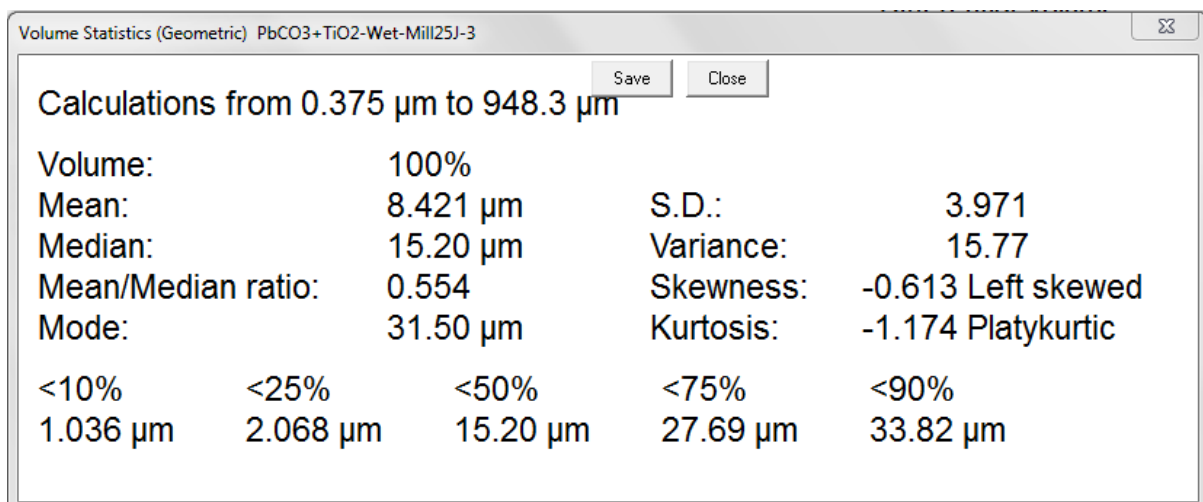
f. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 *milling* 20 jam



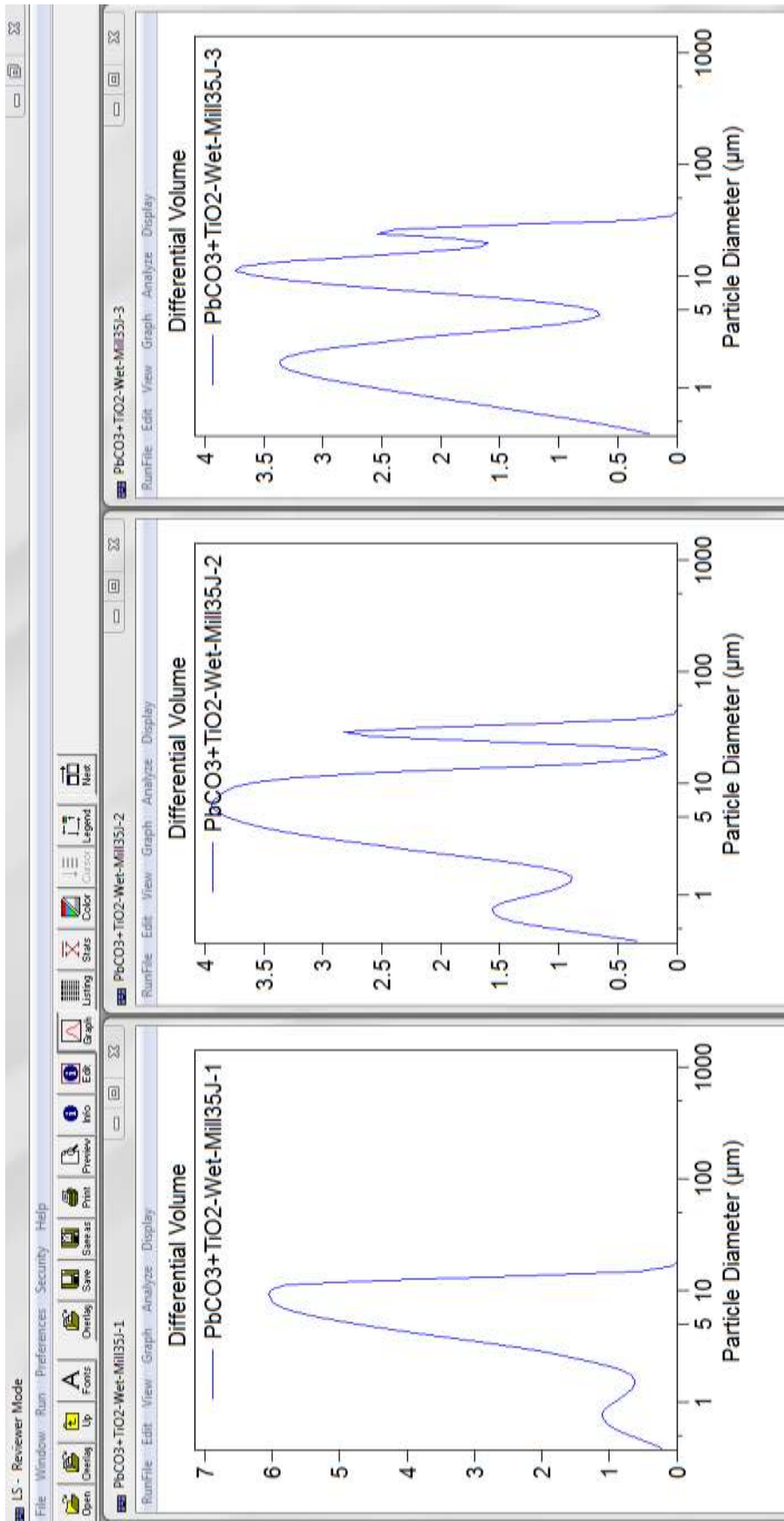
1). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 20 jam Ke-1*2). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 20 jam Ke-2*3). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 20 jam Ke-3*

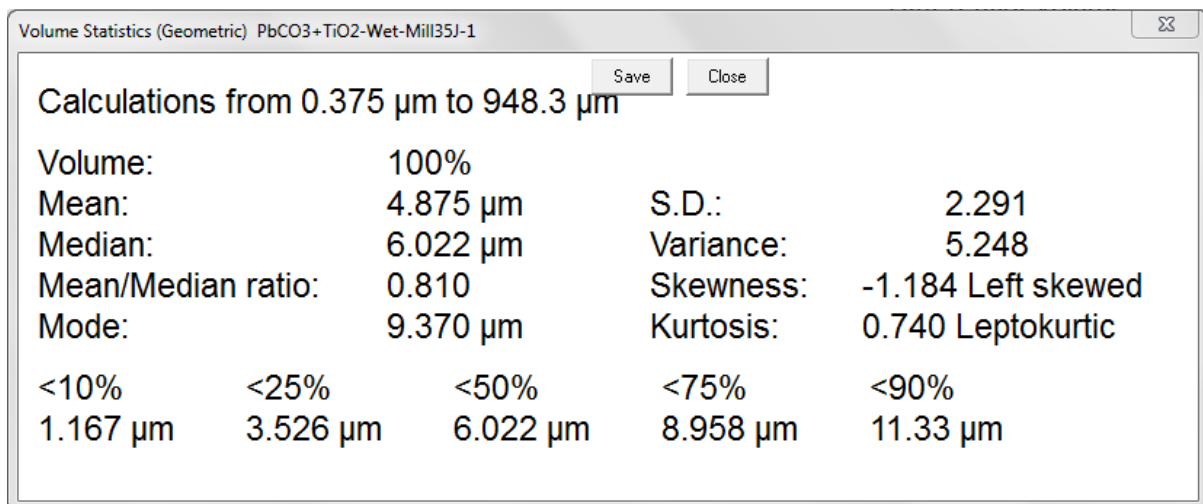
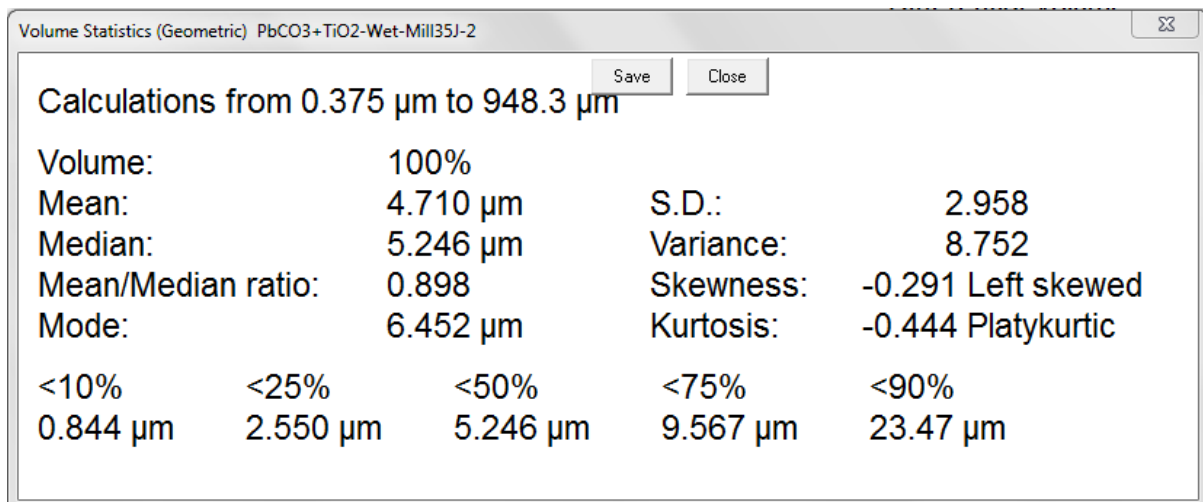
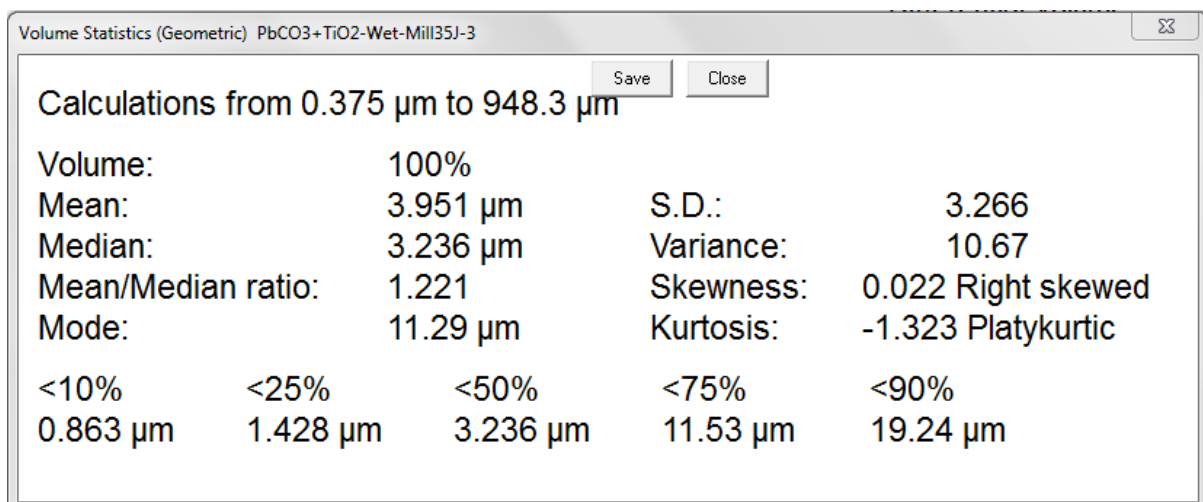
g. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 *milling* 25 jam



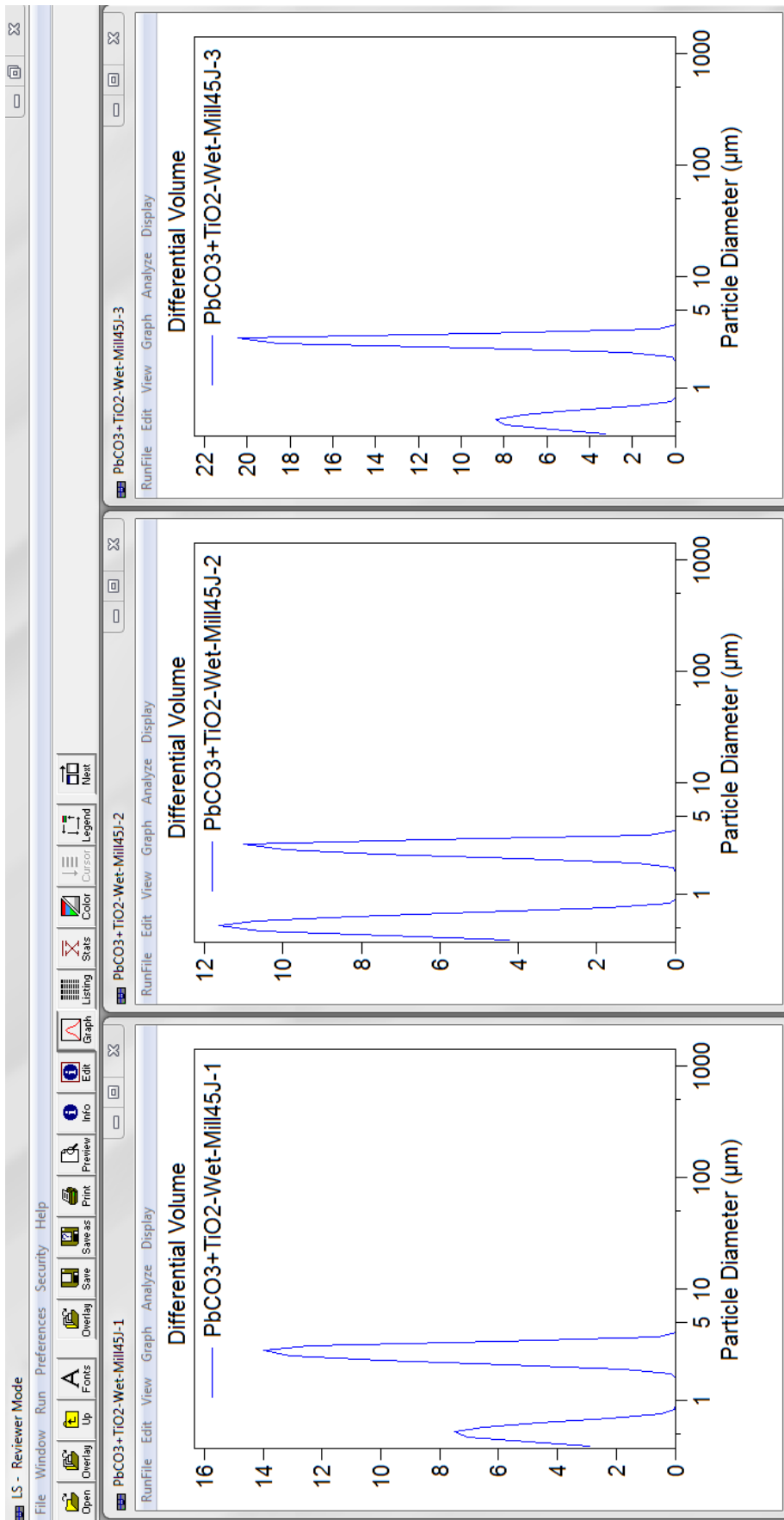
1). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 25 jam Ke-1*2). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 25 jam Ke-2*3). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 25 jam Ke-3*

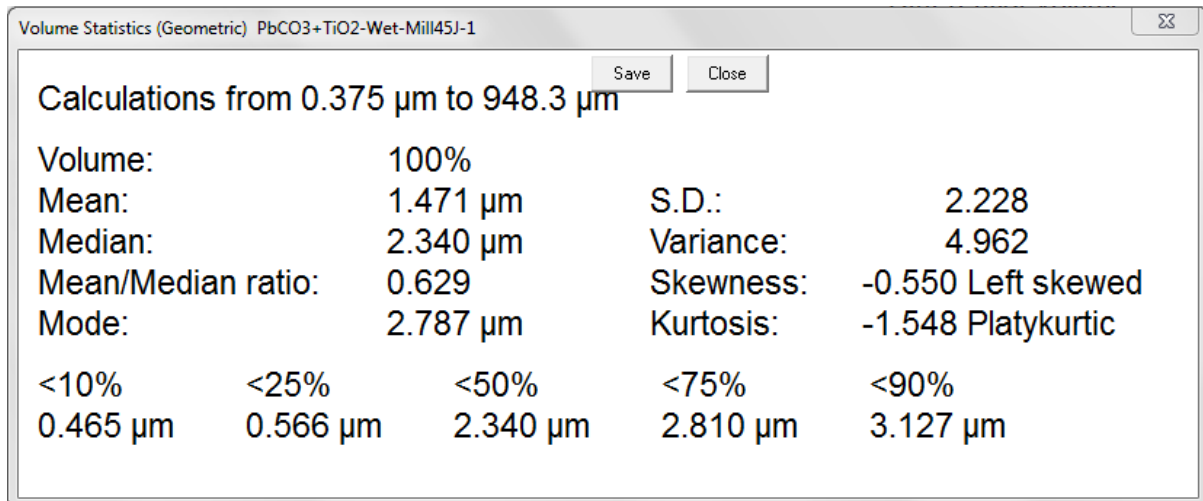
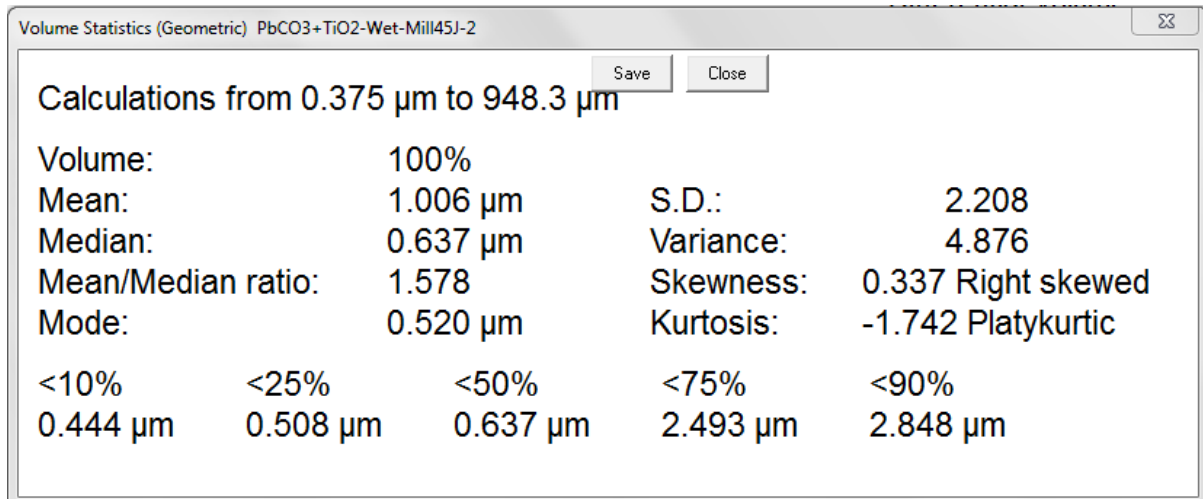
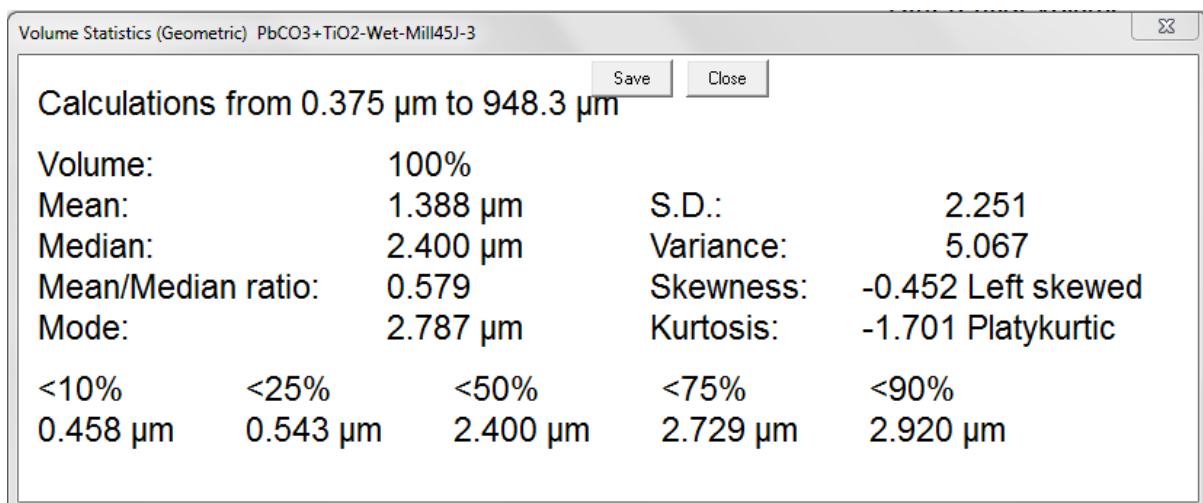
h. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 *milling* 35 jam



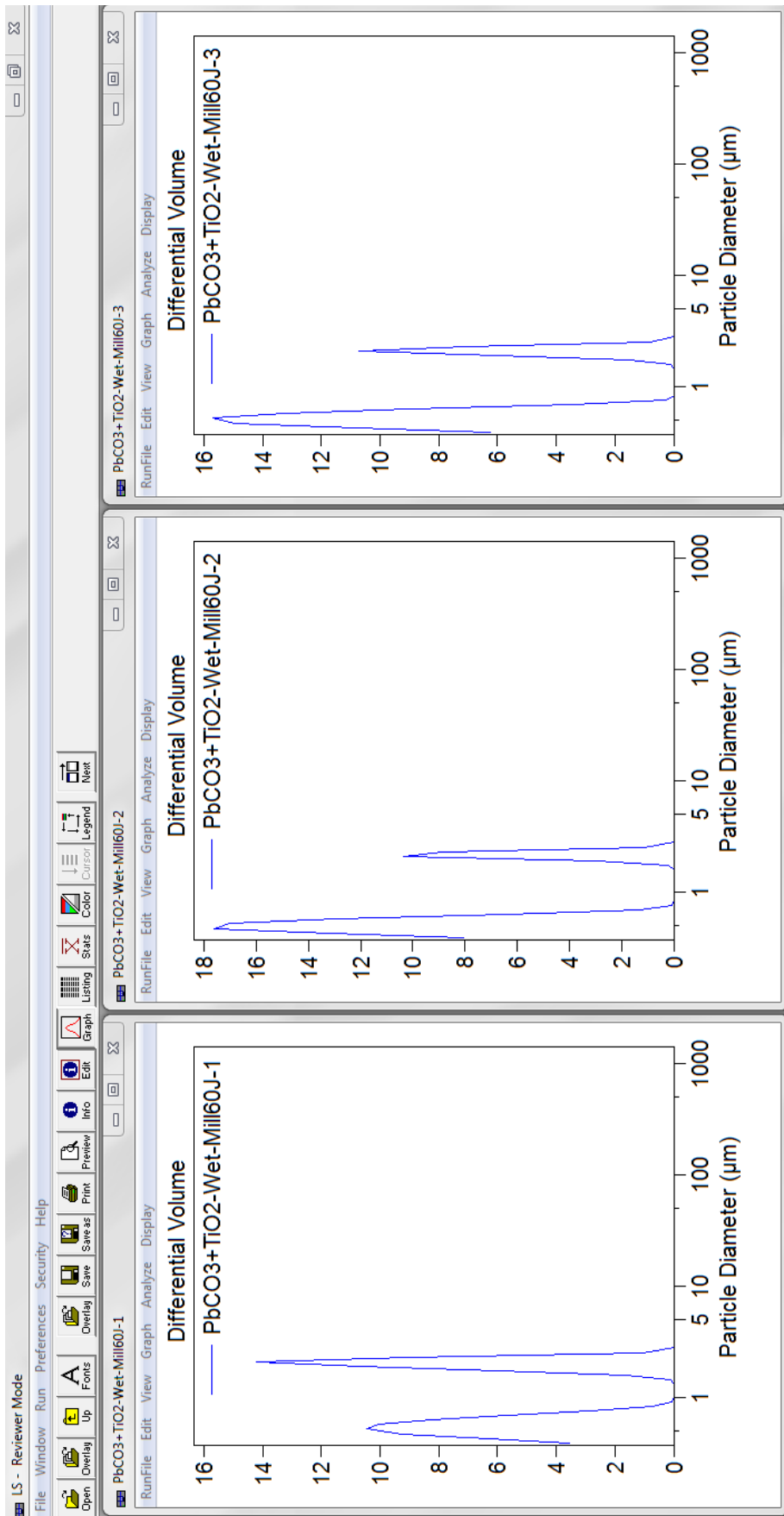
1). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 35 jam Ke-1*2). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 35 jam Ke-2*3). *Volume Statistics (Geometric) PbCO₃ dan TiO₂ milling 35 jam Ke-3*

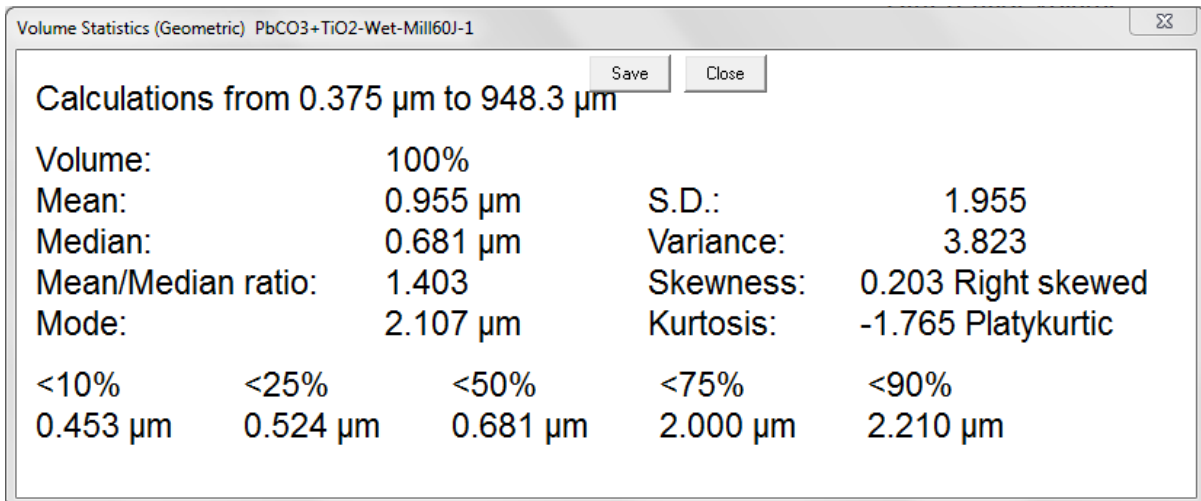
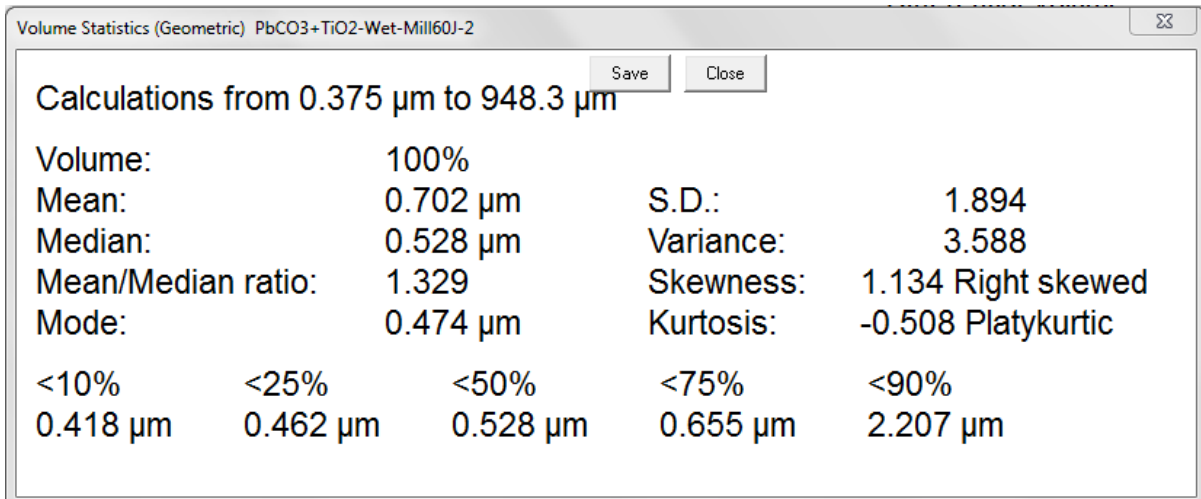
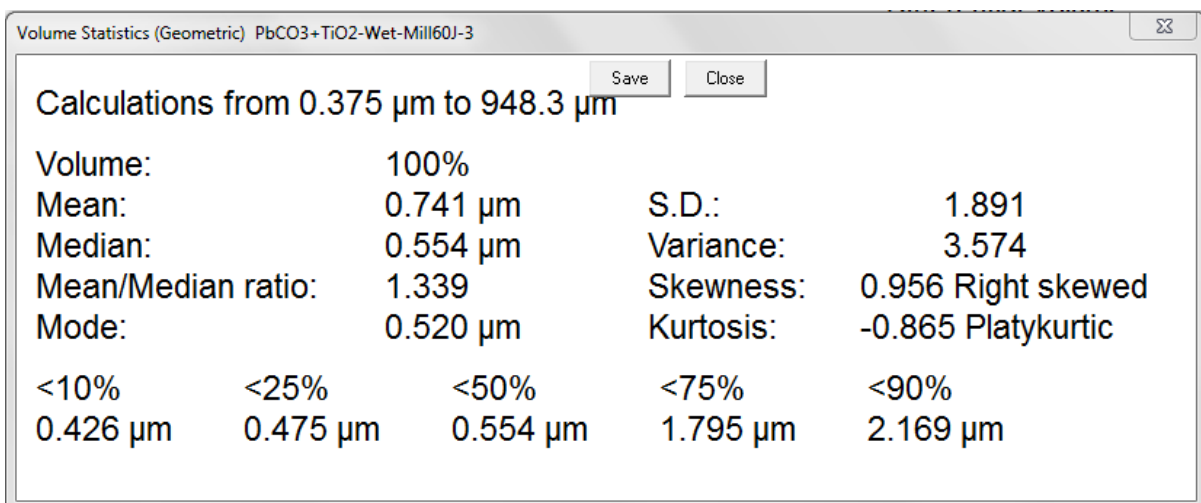
i. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 *milling* 45 jam



1). *Volume Statistics (Geometric)* PbCO₃ dan TiO₂ milling 45 jam Ke-12). *Volume Statistics (Geometric)* PbCO₃ dan TiO₂ milling 45 jam Ke-23). *Volume Statistics (Geometric)* PbCO₃ dan TiO₂ milling 45 jam Ke-3

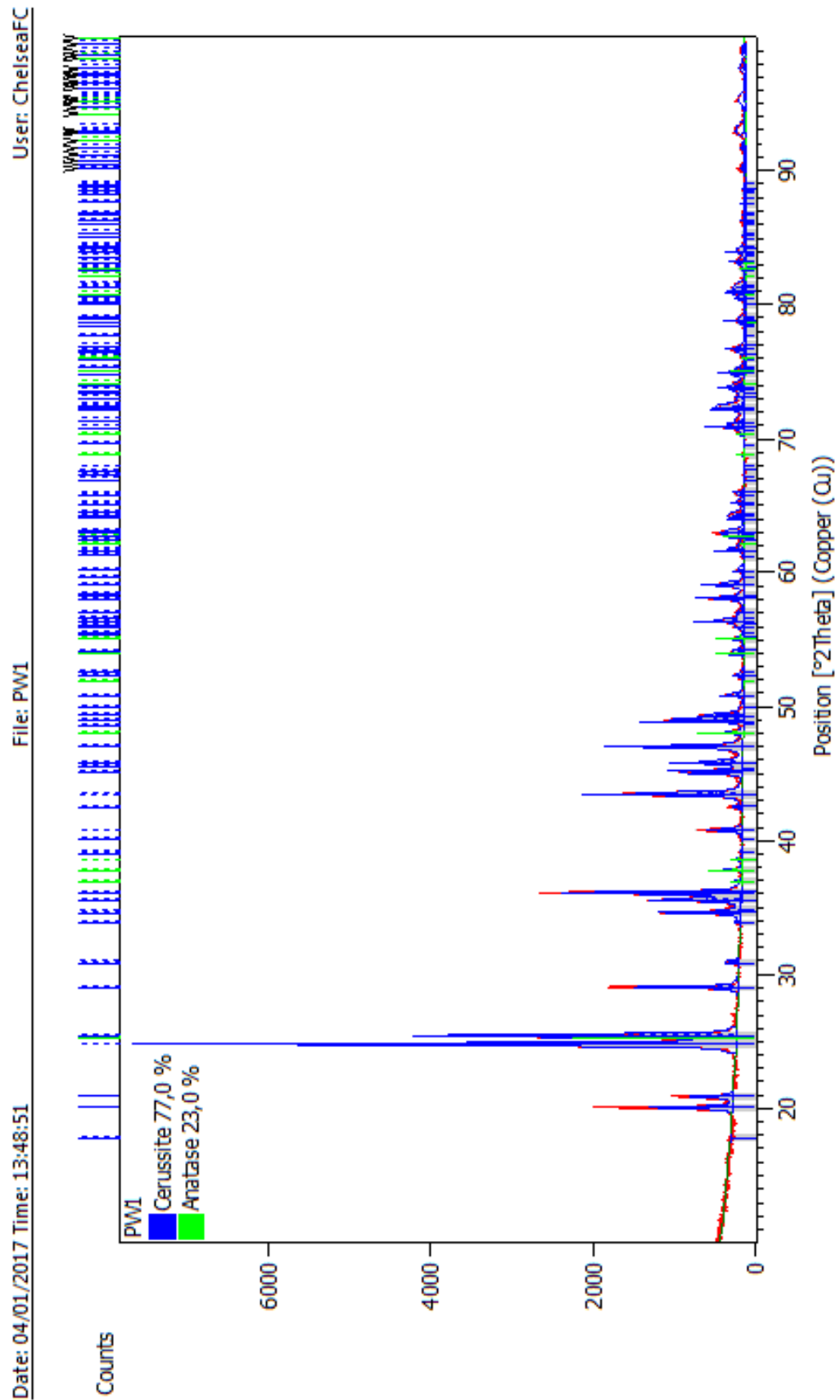
j. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 *milling* 60 jam



1). *Volume Statistics (Geometric)* PbCO₃ dan TiO₂ milling 60 jam Ke-12). *Volume Statistics (Geometric)* PbCO₃ dan TiO₂ milling 60 jam Ke-23). *Volume Statistics (Geometric)* PbCO₃ dan TiO₂ milling 60 jam Ke-3

2. Ukuran Kristalit Campuran Senyawa PbCO_3 dan TiO_2

a. Milling 1 jam (ICSD 98-003-6164 dan 98-017-2916)



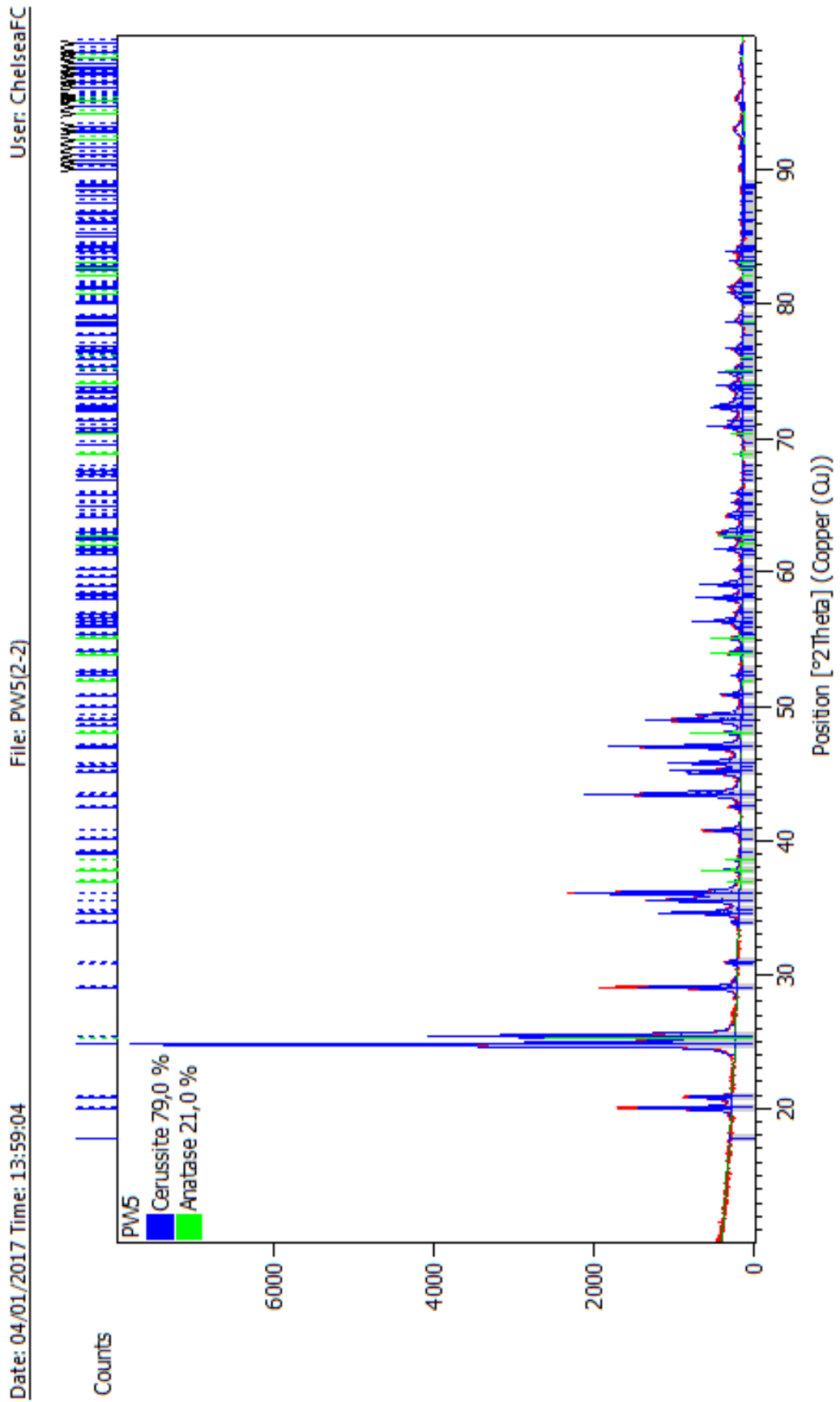
1). Data Ukuran Kristalit Senyawa PbCO_3 (*Cerussite*) Milling 1 jam

Micro Strain [%]		0,117
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [Å]		1089,0
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm ³]		6,57
F000		448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00	
Formula Mass		1068,84
R Bragg		5,9
Weight Percentage [%]		77,00166
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

2). Data Ukuran Kristalit Senyawa TiO_2 (*Anatase*) Milling 1 jam

Micro Strain [%]		0,014
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [Å]		1155,8
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm ³]		3,9
F000		152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00	
Formula Mass		319,6
R Bragg		2,74
Weight Percentage [%]		22,99834
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

b. Milling 5 jam (ICSD 98-003-6554 dan 98-017-2914)



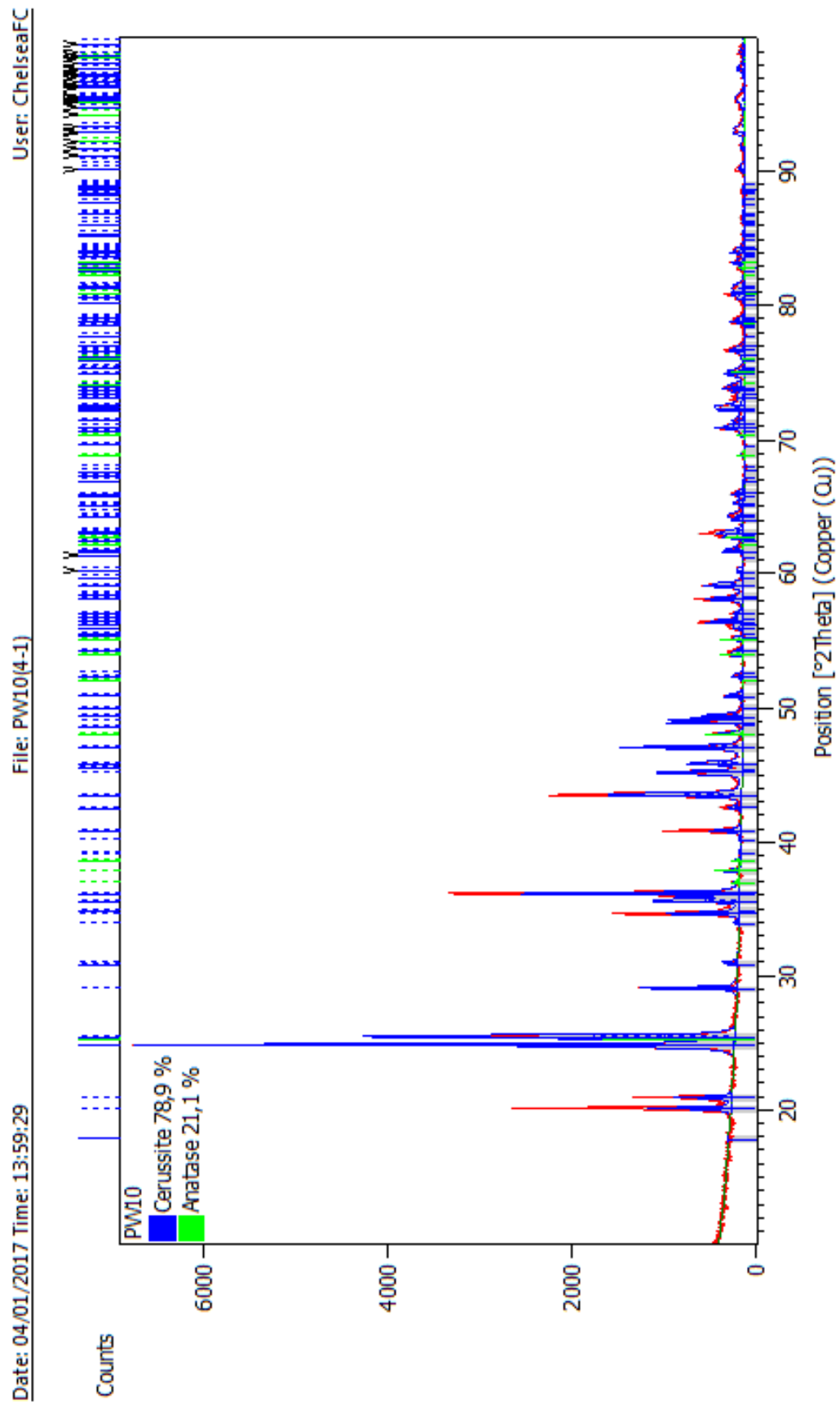
1). Data Ukuran Kristalit Senyawa PbCO_3 (*Cerussite*) Milling 5 jam

Micro Strain [%]		0,148
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [\AA]		997,8
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm^3]		6,57
F000		448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00	
Formula Mass		1068,84
R Bragg		4,39
Weight Percentage [%]		79,0313
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

2). Data Ukuran Kristalit Senyawa TiO_2 (*Anatase*) Milling 5 jam

Micro Strain [%]		0,025
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [\AA]		1153,5
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm^3]		3,9
F000		152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00	
Formula Mass		319,6
R Bragg		2,22
Weight Percentage [%]		20,9687
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

c. Milling 10 jam (ICSD 98-003-6164 dan 98-009-3098)



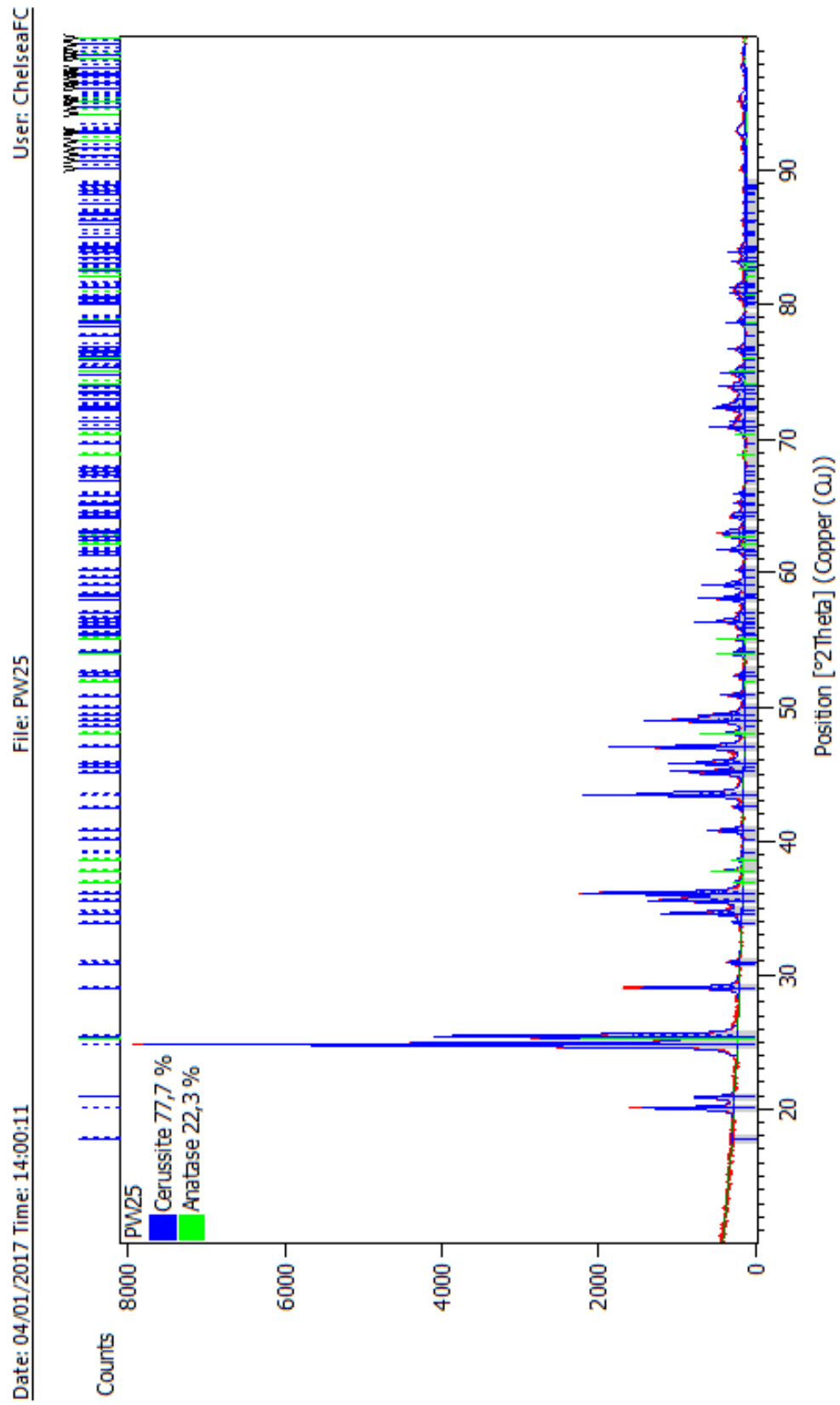
1). Data Ukuran Kristalit Senyawa PbCO_3 (*Cerussite*) Milling 10 jam

Micro Strain [%]		0,100
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [\AA]		984,6
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm^3]		6,57
F000		448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00	
Formula Mass		1068,84
R Bragg		13,28
Weight Percentage [%]		78,8981
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

2). Data Ukuran Kristalit Senyawa TiO_2 (*Anatase*) Milling 10 jam

Micro Strain [%]		0,047
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [\AA]		1137,3
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm^3]		3,9
F000		152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00	
Formula Mass		319,6
R Bragg		3,99
Weight Percentage [%]		21,1019
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

d. Milling 25 jam (ICSD 98-003-6554 dan 98-020-2242)



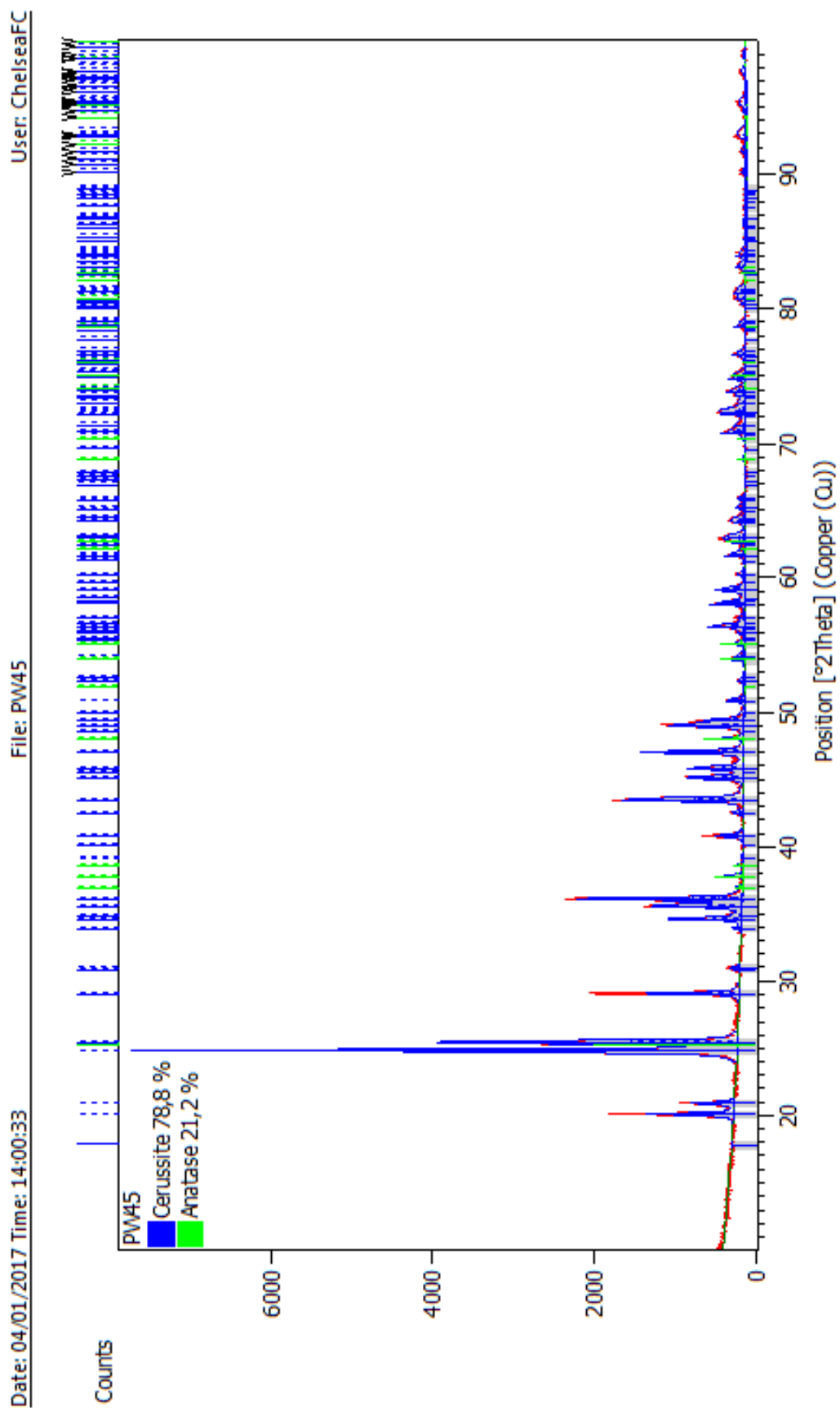
1). Data Ukuran Kristalit Senyawa PbCO_3 (*Cerussite*) Milling 25 jam

Micro Strain [%]		0,170
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [\AA]		970,8
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm^3]		6,57
F000		448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00	
Formula Mass		1068,84
R Bragg		2,67
Weight Percentage [%]		77,66982
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

2). Data Ukuran Kristalit Senyawa TiO_2 (*Anatase*) Milling 25 jam

Micro Strain [%]		0,035
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [\AA]		944,5
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm^3]		3,9
F000		152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00	
Formula Mass		319,6
R Bragg		1,95
Weight Percentage [%]		22,33018
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

e. Milling 45 jam (ICSD 98-016-6089 dan 98-004-4882)



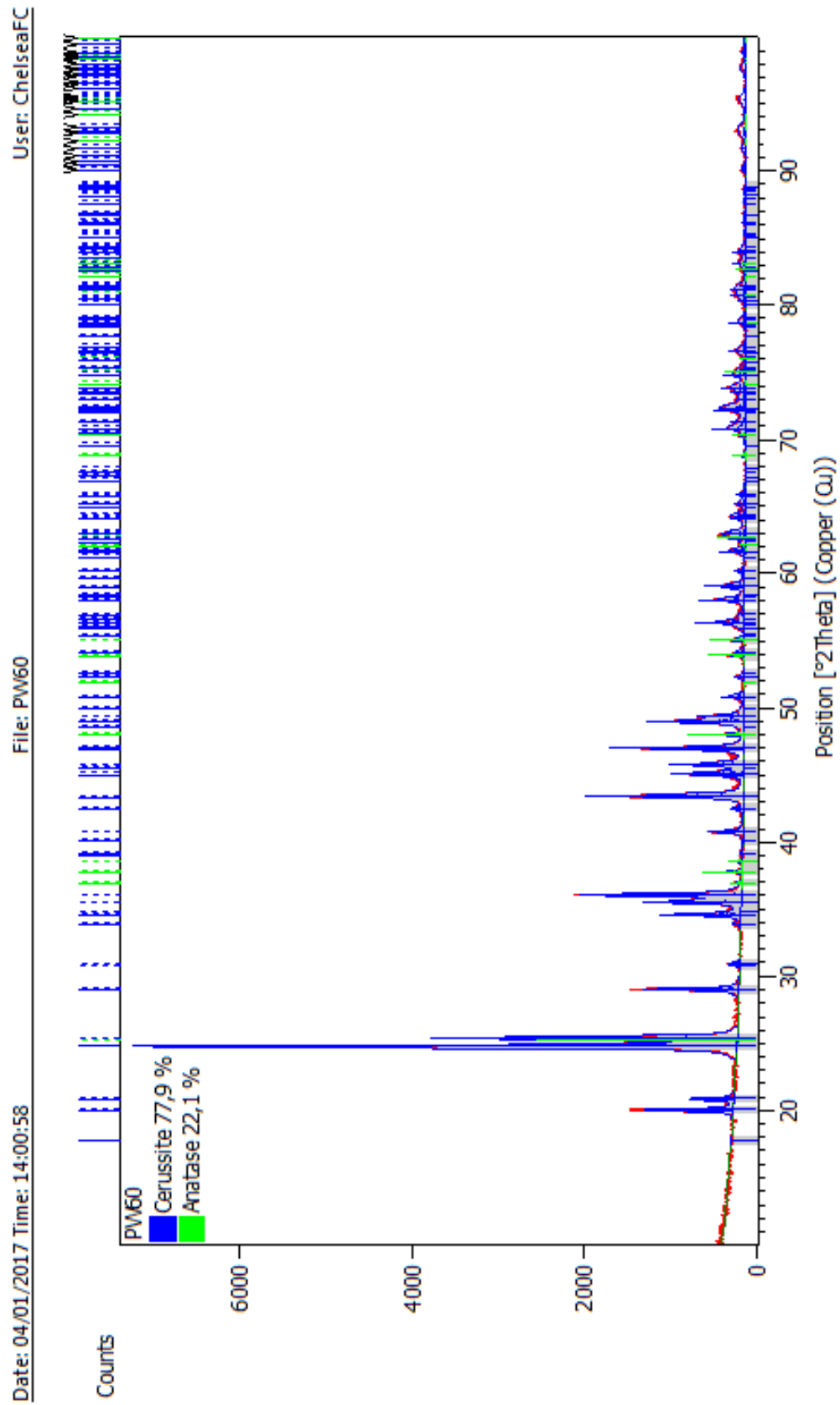
1). Data Ukuran Kristalit Senyawa PbCO_3 (*Cerussite*) Milling 45 jam

Micro Strain [%]		0,144
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [\AA]		965,5
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm^3]		6,56
F000		448
Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00	
Formula Mass		1068,84
R Bragg		5,72
Weight Percentage [%]		78,82493
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

2). Data Ukuran Kristalit Senyawa TiO_2 (*Anatase*) Milling 45 jam

Micro Strain [%]		0,000
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [\AA]		884,4
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm^3]		3,9
F000		152
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00	
Formula Mass		319,6
R Bragg		2,41
Weight Percentage [%]		21,17507
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

f. Milling 60 jam (ICSD 98-016-6089 dan 98-020-2242)



1). Data Ukuran Kristalit Senyawa PbCO_3 (*Cerussite*) Milling 60 jam

Micro Strain [%]		0,177
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [\AA]		831,2
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm^3]		6,57
F000		448
Chemical Formula	O 12,00 C 4,00 Pb 4,00	
Formula Mass		1068,84
R Bragg		3
Weight Percentage [%]		77,86867
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

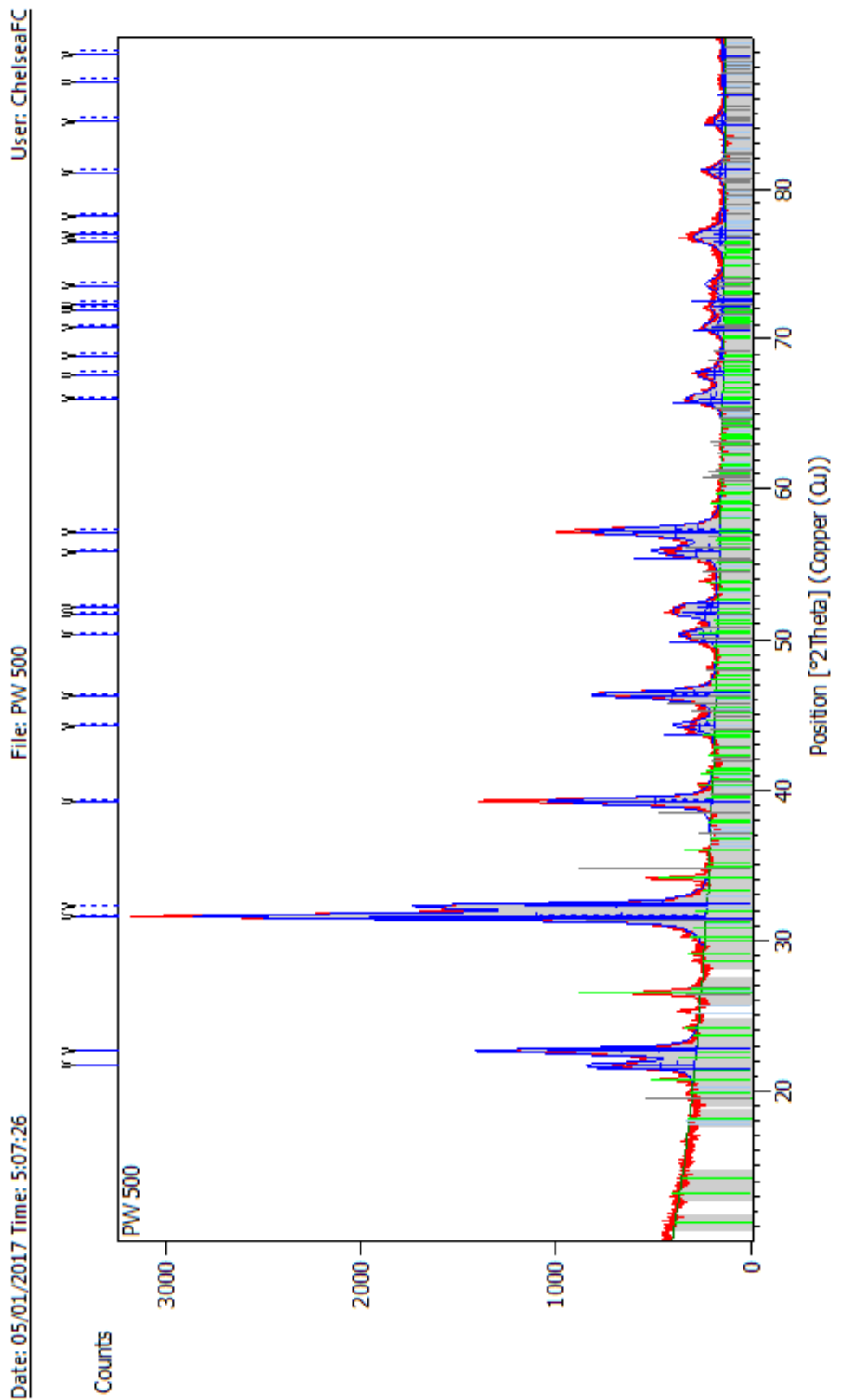
2). Data Ukuran Kristalit Senyawa TiO_2 (*Anatase*) Milling 60 jam

Micro Strain [%]		0,034
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [\AA]		865,9
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm^3]		3,9
F000		152
Chemical Formula	O 8,00 Ti 4,00	
Formula Mass		319,6
R Bragg		2,28
Weight Percentage [%]		22,13133
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi Pasca Proses *Sintering*

1. Pola difraksi senyawa yang hadir dan ukuran kristalit PbTiO_3 *sintering* 500°C

a. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses *sintering* 500°C

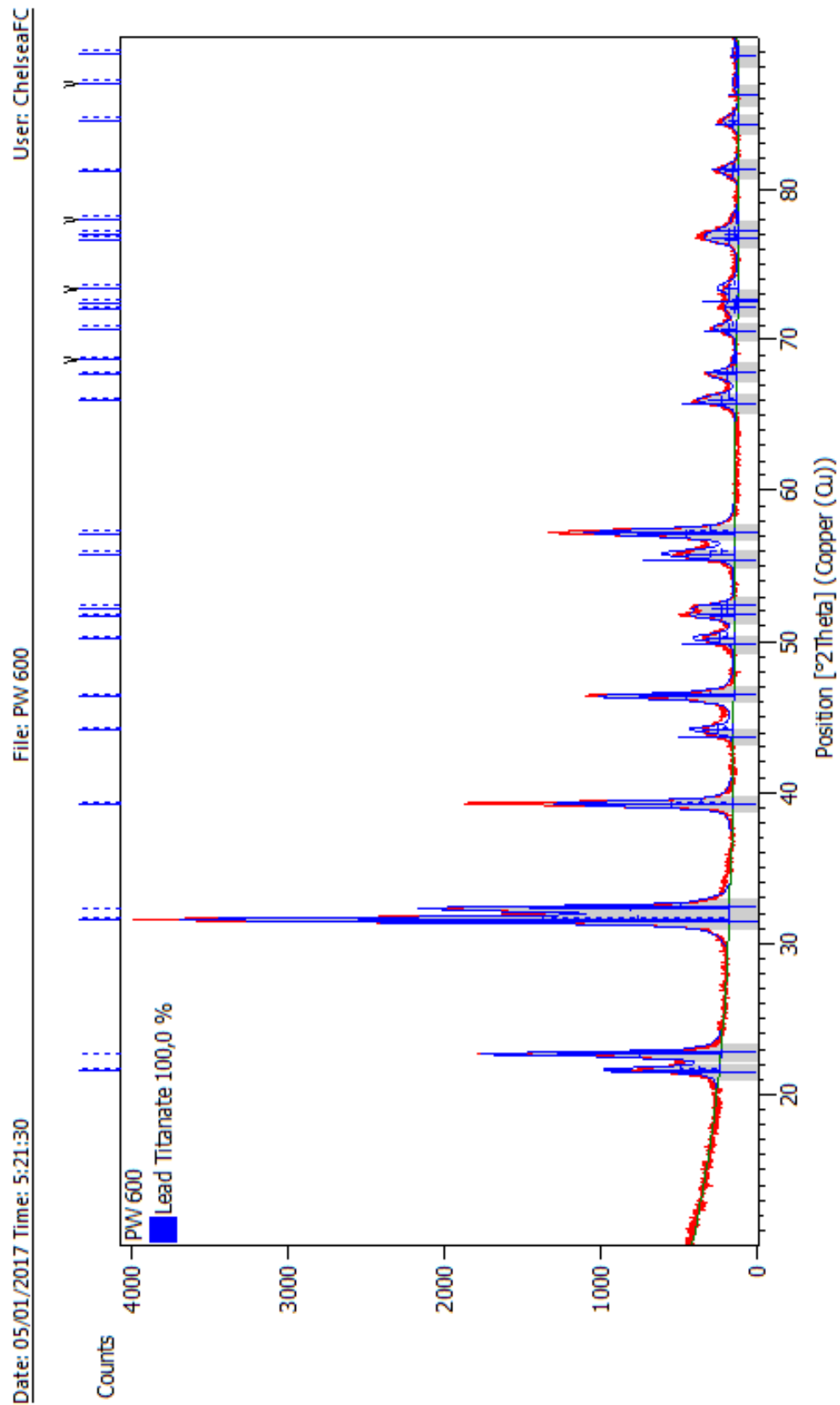


b. Ukuran kristalit pasca proses *sintering* 500°C

Micro Strain [%]		0,315
Micro Strain ESD		8E-5
Crystallite Size [Å]		241,3
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm ³]		8,04
F000		128
Chemical Formula	O3,00 Ti1,00 Pb1,00	
Formula Mass		303,1
R Bragg		4,31
Weight Percentage [%]		100
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

2. Pola difraksi senyawa yang hadir dan ukuran kristalit PbTiO_3 sintering 600°C

a. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses sintering 600°C

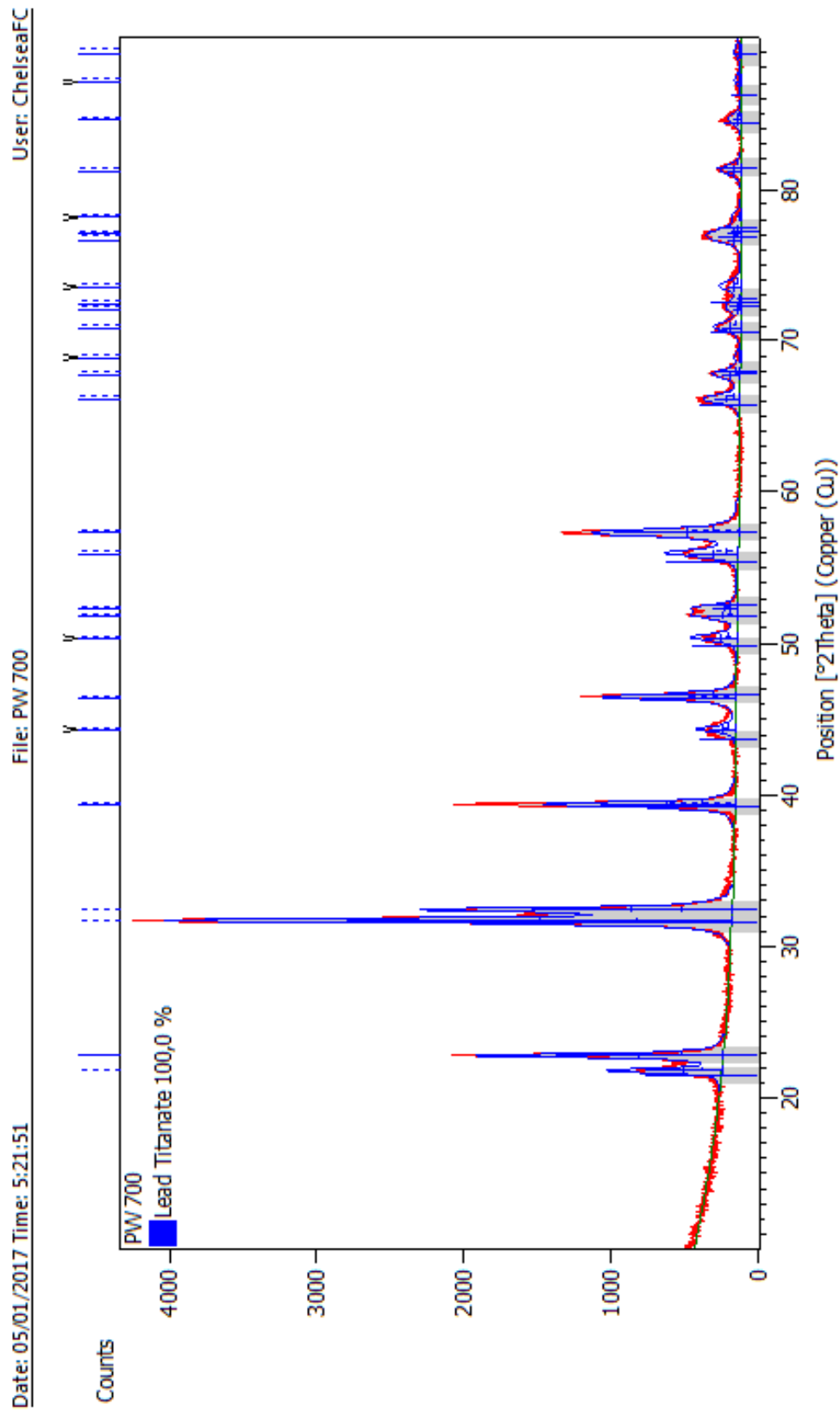


b. Ukuran kristalit pasca proses *sintering* 600°C

Micro Strain [%]		0,295
Micro Strain ESD		2E-5
Crystallite Size [Å]		310,8
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm ³]		8,03
F000		128
Chemical Formula	O3,00 Ti1,00 Pb1,00	
Formula Mass		303,1
R Bragg		5,45
Weight Percentage [%]		100
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

3. Pola difraksi senyawa yang hadir dan ukuran kristalit PbTiO_3 sintering 700°C

a. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses sintering 700°C

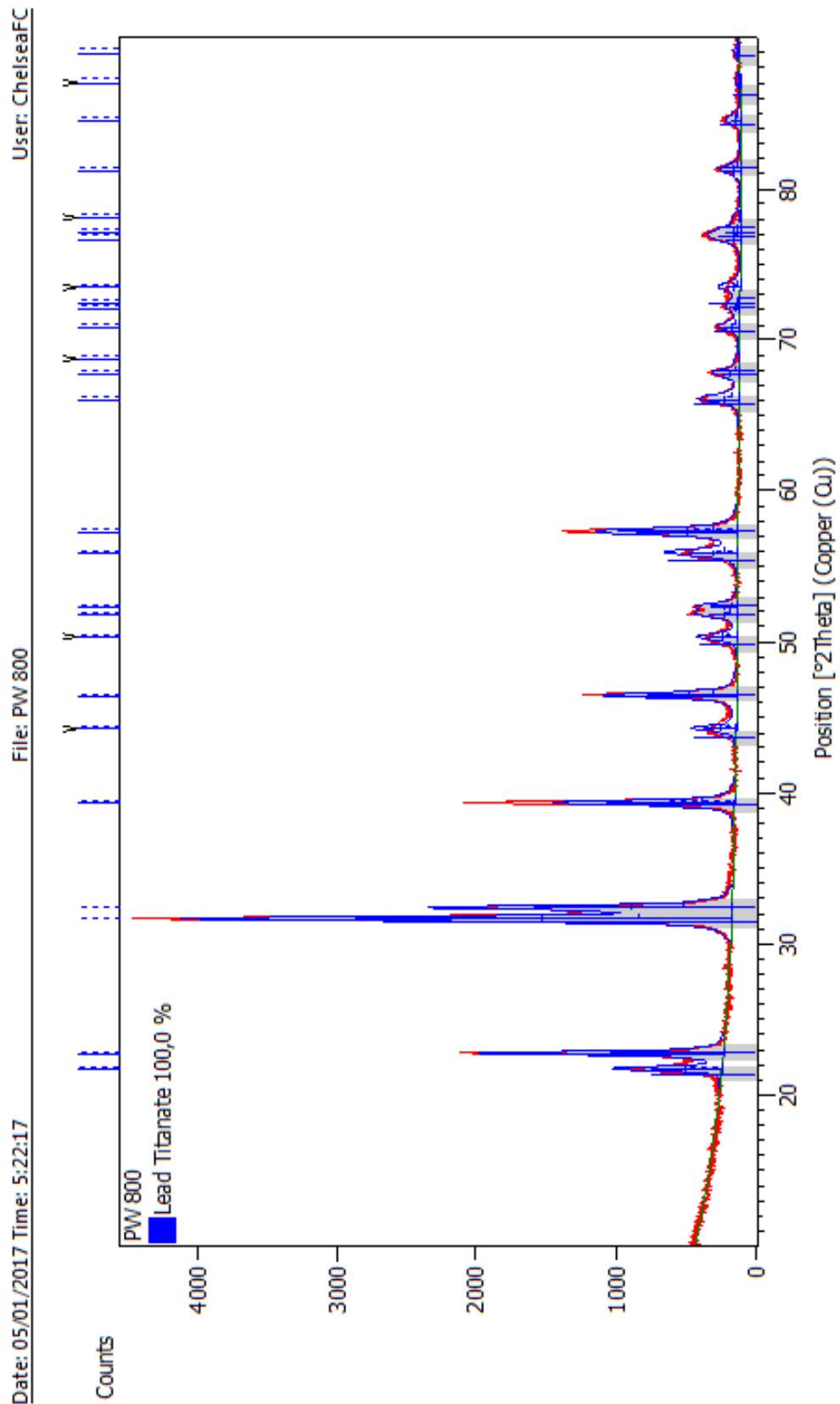


b. Ukuran kristalit pasca proses *sintering* 700°C

Micro Strain [%]		0,279
Micro Strain ESD		2E-5
Crystallite Size [Å]		316,0
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm ³]		8,03
F000		128
Chemical Formula	O3,00 Ti1,00 Pb1,00	
Formula Mass		303,1
R Bragg		3,68
Weight Percentage [%]		100
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

4. Pola difraksi senyawa yang hadir dan ukuran kristalit PbTiO_3 sintering 800°C

a. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses *sintering* 800°C

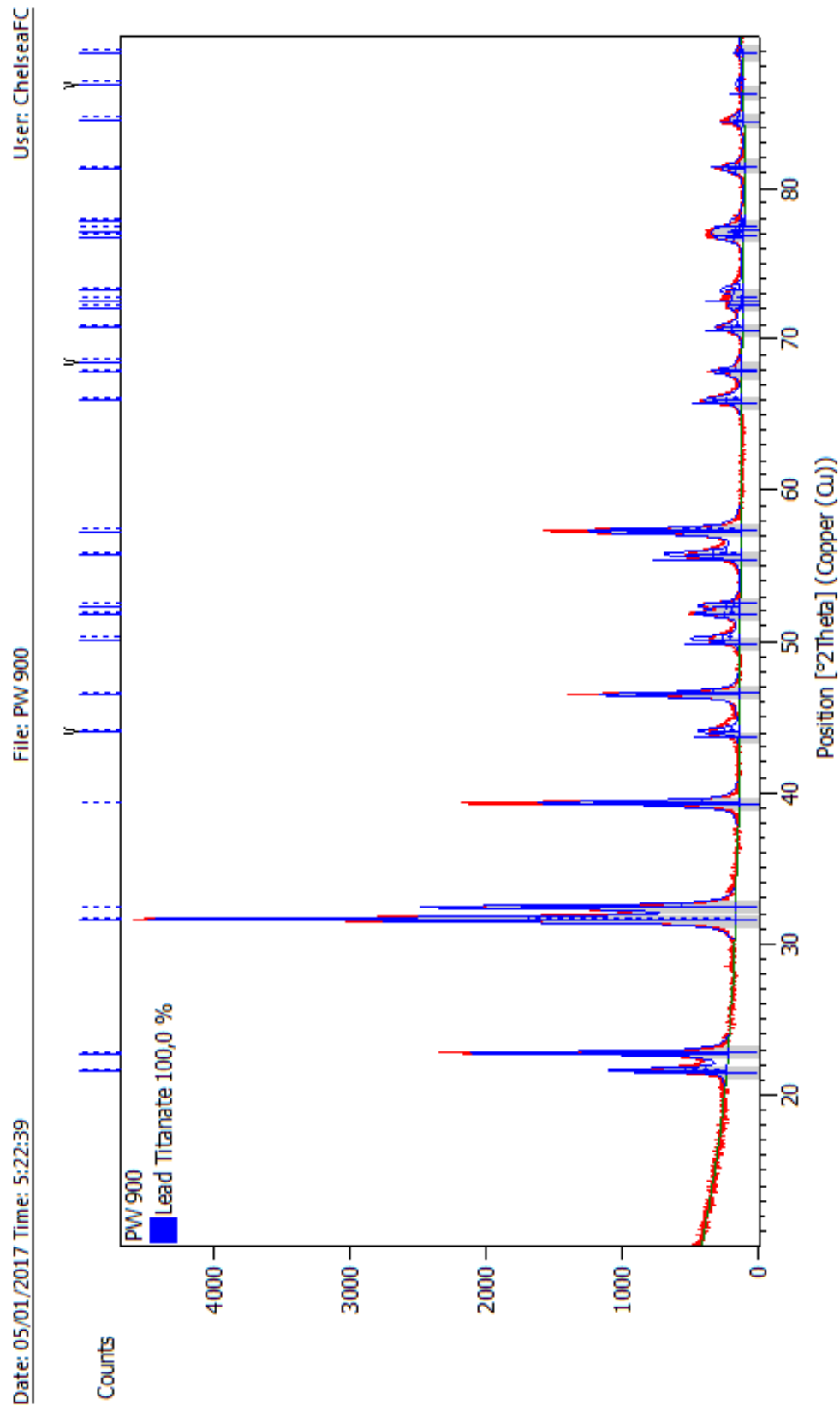


b. Ukuran kristalit pasca proses *sintering* 800°C

Micro Strain [%]		0,249
Micro Strain ESD		1E-5
Crystallite Size [Å]		337,8
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm ³]		8,03
F000		128
Chemical Formula	O3,00 Ti1,00 Pb1,00	
Formula Mass		303,1
R Bragg		4,18
Weight Percentage [%]		100
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

5. Pola difraksi senyawa yang hadir dan ukuran kristalit PbTiO_3 sintering 900°C

a. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses sintering 900°C

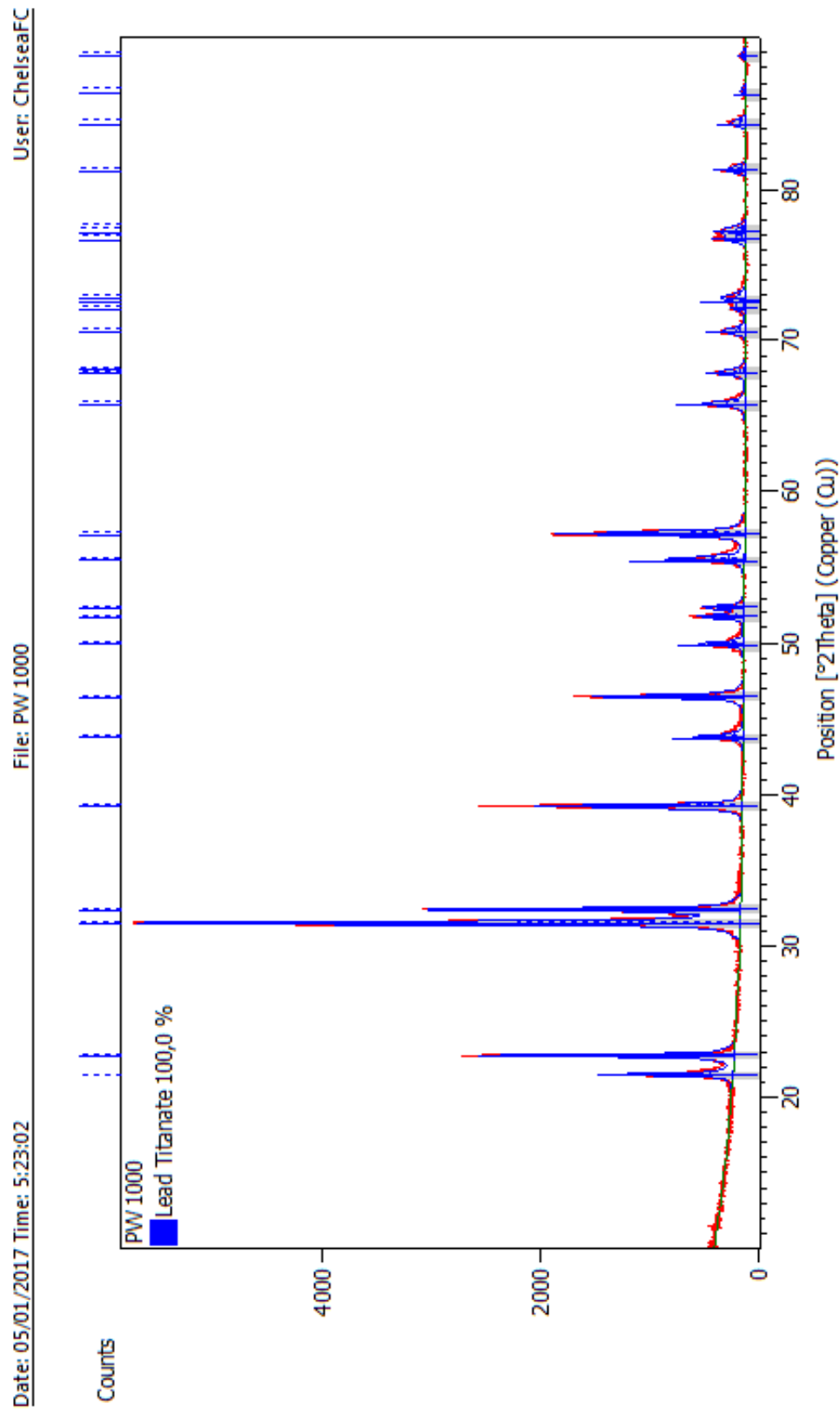


b. Ukuran kristalit pasca proses *sintering* 900°C

Micro Strain [%]		0,199
Micro Strain ESD		1E-5
Crystallite Size [Å]		440,4
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm ³]		8,02
F000		128
Chemical Formula	O3,00 Ti1,00 Pb1,00	
Formula Mass		303,1
R Bragg		4,64
Weight Percentage [%]		100
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

6. Pola difraksi senyawa yang hadir dan ukuran kristalit PbTiO_3 sintering 1000°C

a. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses sintering 1000°C

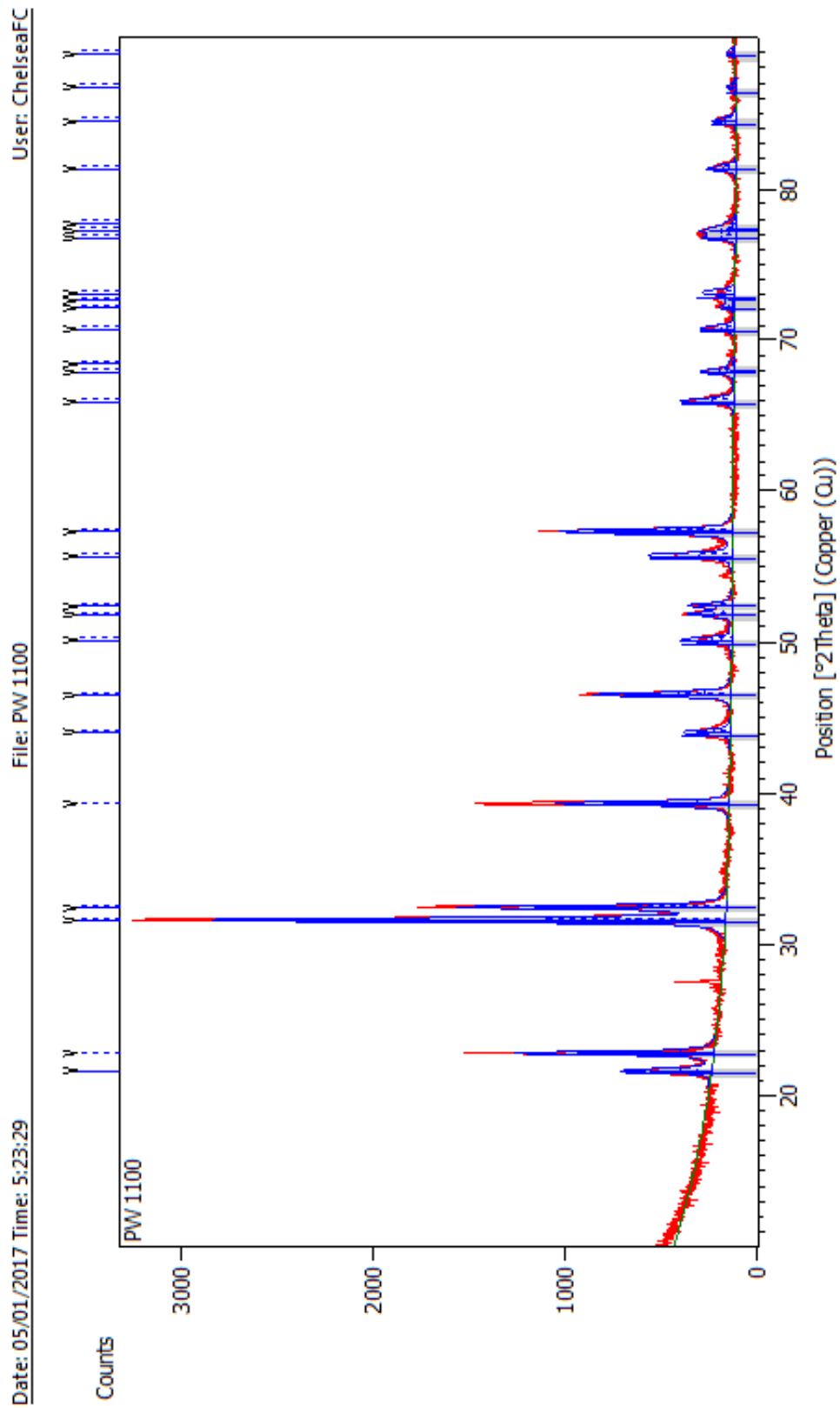


b. Ukuran kristalit pasca proses *sintering* 1000°C

Micro Strain [%]		0,132
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [Å]		648,4
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm ³]		8
F000		128
Chemical Formula	O3,00 Ti1,00 Pb1,00	
Formula Mass		303,1
R Bragg		5,19
Weight Percentage [%]		100
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0

7. Pola difraksi senyawa yang hadir dan ukuran kristalit PbTiO_3 sintering 1100°C

a. Pola difraksi senyawa yang hadir pasca proses sintering 1100°C



b. Ukuran kristalit pasca proses *sintering* 1100°C

Micro Strain [%]		0,206
Micro Strain ESD		0
Crystallite Size [Å]		538,2
Crystallite Size ESD		0
Density [g/cm ³]		8,01
F000		128
Chemical Formula	O3,00 Ti1,00 Pb1,00	
Formula Mass		303,1
R Bragg		5,19
Weight Percentage [%]		100
Recalculated Weight Per...		0
As Received Weight Perc...		0