



**Pembuatan Material *Piezoelectric* $PbTiO_3$ melalui Proses
Dry Mechanical Alloying dan *Sintering***

SKRIPSI

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

**oleh
Fajar Istu Prasetya
5212412043**

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

PENGESAHAN

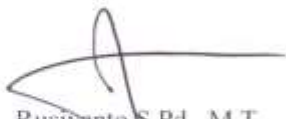
Skripsi dengan judul Pembuatan Material *Piezoelectric* $PbTiO_3$ melalui Proses *Dry Mechanical Alloying* dan *Sintering* telah dipertahankan di depan sidang Panitia Ujian Skripsi Fakultas Teknik Unnes pada hari/tanggal : Selasa, 3 Januari 2017

Oleh,

Nama : Fajar Istu Prasetya
NIM : 5212412043
Program Studi : Teknik Mesin S1

Panitia

Ketua Panitia



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

Sekretaris



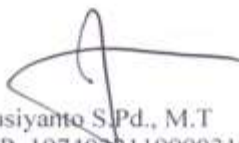
Dr. Dwi Widjanarko, S.Pd., S.T., M.T
NIP. 196901061994031003

Pembimbing I



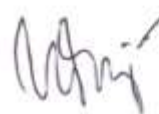
Dr. Rahmat Doni Widodo, ST, MT
NIP. 197509272006041002

Pembimbing II



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

Penguji



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

Mengetahui,

Dekan Fakultas Teknik UNNES



Nur Gudus, M.T
NIP. 1971030119801301994031001

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama Mahasiswa : Fajar Istu Prasetya
NIM : 5212412043
Program Studi : Teknik Mesin S1
Fakultas : Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi dengan judul **“Pembuatan Material Piezoelectric PbTiO₃ melalui Proses Dry Mechanical Alloying dan 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, 3 Januari 2017

Yang membuat pernyataan



Fajar Istu Prasetya

NIM 5212412043

ABSTRAK

Prasetya, Fajar Istu. 2017. Pembuatan Material *Piezoelectric* PbTiO_3 melalui Proses *Dry Mechanical Alloying* dan *Sintering*. Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang. Dr. Rahmat Doni Widodo, S.T., M.T. Rusiyanto, S.Pd., M.T.

Kata kunci: *mechanical alloying*, *sintering*, partikel kristalit, *piezoelectric* PbTiO_3 .

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh *mechanical alloying* terhadap ukuran partikel dan kristalit, serta pengaruh temperatur *sintering* terhadap pembentukan fasa dan ukuran kristalit material *piezoelectric* PbTiO_3 . Sintesis material *piezoelectric* PbTiO_3 dilakukan melalui proses *mechanical alloying* yang diikuti dengan *sintering* menggunakan PbTiO_3 dan TiO_2 sebagai material dasarnya. Sifat material *piezoelectric* PbTiO_3 dapat meningkat secara signifikan apabila ukuran partikel dan kristalit dibuat sampai dengan skala nanopartikel dan nanokristalit. Oleh karena itu perlu adanya upaya untuk meneliti dan mengembangkan lebih lanjut dalam mengoptimalkan pemanfaatan material *piezoelectric* PbTiO_3 melalui metode *Mechanical Alloying*.

Metode penelitian yang digunakan adalah melalui proses *mechanical alloying* dilakukan selama 60 jam menggunakan tipe *vibratory ball milling* dengan perbandingan bola baja terhadap serbuk yaitu 10:1. 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 waktu penahanan 1 jam untuk mendapatkan fasa tunggal PbTiO_3 . Analisa pembentukan fasa dan ukuran kristalit material *piezoelectric* PbTiO_3 menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD).

Pada data hasil *milling* selama 60 jam dapat mereduksi ukuran partikel hingga 0,5 μm . Proses *sintering* sudah dapat membentuk fasa tunggal PbTiO_3 pada temperatur 600°C selama 1 jam. Ukuran kristalit PbTiO_3 dicapai 60 nm dengan temperatur sintering 1100 °C dan waktu penahanan 1 jam. Ukuran kristalit PbTiO_3 meningkat sesuai dengan fungsi temperatur dan waktu penahanan proses *sintering*.

PRAKATA

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT berkat rahmat dan hidayah-Nya, sehingga dapat diselesaikan skripsi dengan judul “Pembuatan Material *Piezoelectric* $PbTiO_3$ melalui Proses *Dry Mechanical Alloying* dan *Sintering*” dalam rangka menyelesaikan studi Strata Satu untuk mencapai gelar Sarjana Teknik Mesin 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 dan juga sekaligus penguji skripsi.
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.

5. Ibu serta Bapak dan Adik tercinta yang telah memberikan doa, semangat dan motivasi.
6. Teman-teman prodi S1 Teknik Mesin 2012 yang telah memberi banyak pelajaran hidup dan semangat dan seluruh pihak yang telah memberi motivasi, saran, dan masukan kepada penulis dalam penyelesaian skripsi ini.

Penulis telah berusaha semaksimal mungkin dalam pembuatan dan penulisan skripsi tetapi seperti pepatah “tiada gading yang tak retak”, 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, 3 Januari 2017

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Halaman Pengesahan	ii
Pernyataan Keaslian	iii
Abstrak	iv
Prakata.....	v
Daftar Isi.....	vii
Daftar Simbol dan Singkatan	x
Daftar Gambar.....	xi
Daftar Tabel	xiii
BAB I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	4
C. Pembatasan Masalah	5
D. Rumusan Masalah	6
E. Tujuan Penelitian	7
F. Manfaat Penelitian	7
BAB II. KAJIAN PUSTAKA	
A. Material yang Berstruktur <i>Perovskite</i>	8
B. <i>Piezoelectric Lead Titanate</i> (PbTiO_3).....	10
C. Cara Kerja Material <i>Piezoelectric Lead Titanate</i> (PbTiO_3)	11
D. Material <i>Lead Titanate</i> (PbTiO_3)	14
E. Metode <i>Mechanical Alloying</i>	16
F. Faktor yang Mempengaruhi <i>Mechanical Alloying</i>	20
a. <i>Types of mill</i> (Tipe Mesin <i>Milling</i>).....	21
b. <i>The materials of milling tool</i>	21
c. <i>Atmosfer Milling</i>	21
d. <i>Ball to Powder Weight Ratio</i> (BPR)	22

e.	<i>Milling time (Waktu Milling)</i>	23
f.	Temperatur <i>Milling (Waktu Milling)</i>	24
g.	<i>Milling environment</i>	24
h.	<i>Type of milling media</i>	24
G.	<i>Sintering</i>	24
H.	Karakterisasi Menggunakan <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i>	26
I.	Karakterisasi Menggunakan <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	27
a.	<i>Sinar- X</i>	28
b.	<i>Prinsip Kerja Sinar-X</i>	28
c.	Detektor.....	30
d.	Prinsip Kerja <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	30
J.	Kajian Penelitian yang Relevan	33
K.	Kerangka Berfikir Penelitian	37

BAB III. METODE PENELITIAN

A.	Metode Penelitian.....	39
B.	Bahan dan Alat Penelitian	39
1.	Bahan Penelitian	39
a.	Senyawa $PbCO_3$ dan TiO_2	40
b.	Serbuk Karbon	40
2.	Alat Penelitian	41
a.	Alat proses penelitian	41
1)	Timbangan Digital	41
2)	<i>Vibratory Ball Milling</i>	41
3)	<i>Furnace</i>	42
4)	Peralatan Pendukung	44
b.	Alat karakterisasi	44
1)	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	45
2)	<i>Particle size Analyzer (PSA)</i>	46
C.	Prosedur Penelitian	47
1.	Diagram alir penelitian	48

2. Proses Penelitian	48
a. Tahap Pertama	49
b. Tahap Kedua	56
c. Tahap Ketiga	57
3. Data Penelitian	58
4. Analisis Data	61
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
A. Hasil Penelitian	62
1. Hasil Pengujian Bahan Dasar	62
2. Hasil Karakterisasi Proses <i>Mechanical Alloying</i>	64
a. Pengukuran material menggunakan PSA	64
b. Pengukuran material menggunakan XRD	66
3. Hasil Karakterisasi Proses <i>Sintering</i>	74
B. PEMBAHASAN	77
1. Material Dasar	77
2. Proses <i>Mechanical Alloying</i>	78
3. Proses <i>Sintering</i>	81
C. KETERBATASAN PENELITIAN	83
BAB V. PENUTUP	
A. KESIMPULAN	84
B. SARAN	85
DAFTAR PUSTAKA	86
LAMPIRAN	89

DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

Simbol	Arti
C	Carbon
O	Oksigen
Pb	Lead
Ti	Titanium
⁰ C	Celcius

Singkatan	Arti
PbCO ₃	Lead Carbonate (Cerrusite)
TiO ₂	Titanium Oxide (Anatase)
PbTiO ₃	Lead Titanate
nm	Nanometer
μm	micrometer

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal <i>Perovskite ABO</i>	8
Gambar 2.2	Merupakan struktur <i>Perovskite</i> $PbTiO_3$	10
Gambar 2.3	Ketidak simetrisan kedudukan atom	11
Gambar 2.4	Cara kerja material <i>piezoelectric</i>	14
Gambar 2.5	Perbandingan luas kontak permukaan antar partikel	16
Gambar 2.6	Karakteristik deformasi pada partikel serbuk.....	18
Gambar 2.7	Prinsip dan tahapan dari <i>mechanical alloying</i>	18
Gambar 2.8	Aplikasi metode <i>mechanical alloying</i>	20
Gambar 2.9	Parameter-parameter di dalam proses <i>mechanical milling</i>	21
Gambar 2.10	Perubahan pada skala <i>mikroskopis</i> saat proses <i>sintering</i>	25
Gambar 2.11	Cara Kerja <i>Particle Size Analyzer</i>	27
Gambar 2.12.	Difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang.....	29
Gambar 2.13.	Difrakometer.....	30
Gambar 2.14.	Cara Kerja <i>X-Ray Diffractor</i>	31
Gambar 2.15.	Hukum Bragg	33
Gambar 2.16	Pola XRD material $PbTiO_3$ dengan berbagai variasi temperatur kalsinasi	34
Gambar 2.17	Pola XRD material $PbTiO_3$ pada kalsinasi $600^\circ C$	35
Gambar 2.18	Hasil karakterisasi ukuran partikel menggunakan SEM pada material $PbTiO_3$ yang dikalsinasi.....	36
Gambar 3.1	Bubuk senyawa $PbCO_3$ dan TiO_2	40
Gambar 3.2	Timbangan Digital	41
Gambar 3.3	Mesin <i>milling</i> jenis <i>Vibratory Ball Milling</i>	42
Gambar 3.4	Mangkuk <i>vial</i>	43
Gambar 3.5	<i>Ball mill</i>	44
Gambar 3.6	Gelas <i>pyrex</i> , spatula, wadah sampel	45
Gambar 3.7	XRD merk Philips	46
Gambar 3.8	<i>Particle size- Analyzer (PSA)</i>	47
Gambar 3.9	Diagram alir penelitian	48

Gambar 4.1	Pola difraksi bahan dasar PbCO_3 dan TiO_2	64
Gambar 4.2	Ukuran rata-rata partikel campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2	66
Gambar 4.3	Pola difraksi <i>X-Ray</i> dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dengan variasi waktu <i>milling</i> 1 Jam.....	67
Gambar 4.4	Pola difraksi <i>X-Ray</i> dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dengan variasi waktu <i>milling</i> 5 Jam.....	68
Gambar 4.5	Pola difraksi <i>X-Ray</i> dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dengan variasi waktu <i>milling</i> 10 Jam.....	69
Gambar 4.6	Pola difraksi <i>X-Ray</i> dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dengan variasi waktu <i>milling</i> 25 Jam.....	70
Gambar 4.7	Pola difraksi <i>X-Ray</i> dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dengan variasi waktu <i>milling</i> 45 Jam.....	71
Gambar 4.8	Pola difraksi <i>X-Ray</i> dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dengan variasi waktu <i>milling</i> 60 Jam.....	72
Gambar 4.9	Pola difraksi <i>X-Ray</i> pada campuran serbuk PbCO_3 (•) dan TiO_2 (V) dengan variasi waktu <i>milling</i>	73
Gambar 4.10	Ukuran rata-rata kristalit campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2	74
Gambar 4.11	Pola difraksi <i>x-ray</i> pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 yang <i>disintering</i> pada temperatur 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C dengan waktu penahanan (<i>holding</i>) 1 jam.	75
Gambar 4.12	Ukuran kristalit fasa PbTiO_3 yang di <i>sintering</i> pada temperatur 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C dengan dengan waktu penahanan (<i>holding</i>) 1 jam	76

DAFTAR TABEL

Tabel 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>	36
Tabel 3.1	Perhitungan massa relatif atom	50
Tabel 3.2	Perhitungan massa relatif yang dituju	51
Tabel 3.3	Lembar hasil pengujian ukuran partikel rata-rata	59
Tabel 3.4	Hasil Pengujian ukuran <i>crystalline-size</i> dari PbCO_3 dan TiO_2	60
Tabel 3.5	Hasil Pengujian ukuran <i>crystalline-size</i> PbTiO_3	60

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia termasuk daerah rawan bencana gempa bumi karena Indonesia terletak di antara tiga lempeng tektonik yaitu di sebelah Barat Laut Lempeng Eurasia, di sebelah Selatan Lempeng Indo-Australia, dan di sebelah Timur Lempeng Pasifik. Pada tanggal 27 Mei 2006 terjadi gempa bumi di Yogyakarta yang berkekuatan 5,9 SR menelan korban meninggal dunia sekitar 5.000 jiwa. Sebelumnya pada tanggal 26 Desember 2004 di Aceh juga terjadi gempa bumi di laut yang memicu adanya tsunami menelan sekitar 200.000 korban jiwa dengan kekuatan gempa 9,3 SR. Hal ini terjadi karena alat yang selama ini ada masih memiliki kekurangan sensitifitasnya untuk dapat memprediksi terjadinya bencana, sehingga belum bisa menghasilkan data yang akurat tentang kapan terjadinya gempa bumi atau sering disebut sistem peringatan dini (*early warning system*).

Saat ini sistem pemantauan gempa bumi yang dilakukan oleh Badan Meteorologi Klimatologi dan Geofisika (BMKG) hanya merekam gempa bumi yang sedang atau telah terjadi sehingga sulit untuk menekan jatuhnya korban dan kerusakan akibat kurang siap siaga untuk menghadapi gempa bumi. Oleh karena itu dibutuhkan alat yang bisa memberi sinyal akurat akan terjadinya bencana gempa bumi baik

gempa dengan skala kecil hingga skala yang besar sehingga masyarakat bisa mengambil langkah-langkah untuk menghadapi bencana tersebut sebelum terjadi, sehingga bisa menekan dan meminimalisir jatuhnya korban.

Oleh karena itu, hal ini sangat dibutuhkan sebuah penelitian yang lebih lanjut tentang bagaimana sebuah sensor getaran dapat mendeteksi adanya perambatan dengan tingkatan tertentu yang kemudian diubah ke beda potensial listrik sebagai tanggapan terhadap tekanan mekanik. Alat pendeteksi gempa bumi yang selama ini dipergunakan oleh Badan Meteorologi Klimatologi dan Geofisika terdapat sebuah sensor getar yang menggunakan material *piezoelectric* untuk mendeteksi sebuah getaran. Sensor getar (*vibrations sensor*) merupakan sensor yang berfungsi untuk mendeteksi sinyal perambatan getaran gempa dalam arah gelombang horisontal maupun vertikal dan mengkonversi sinyal getaran yang terdeteksi menjadi besaran listrik analog.

Material sensor yang terdapat pada alat pendeteksi gempa pada umumnya adalah *poly vinylidene fluoride (PVDF)*. *PVDF* ini merupakan jenis sensor yang memiliki sensitivitas kurang tinggi. Oleh karena itu untuk mendapatkan sensitivitas yang tinggi terhadap getaran yang ditimbulkan gempa bumi dibutuhkan material yang cocok. Salah satu material *piezoelectric* yang memiliki sensitivitas tinggi yaitu material *piezoelectric PbTiO₃*.

Menurut Somiya dkk (2003) material *piezoelectric* adalah

material dimana ketika mendapatkan getaran, tekanan dan gaya dari luar, pada material tersebut akan merespon dalam bentuk muatan listrik atau dengan kata lain menghasilkan aliran listrik. Hal ini dapat terjadi karena adanya dipol listrik pada material tersebut akibat ketidak simetrisan kedudukan atom yang bermuatan positif dan atom yang bermuatan negatif jika material *piezoelectric* diberi gaya (Jaffe dkk, 1971), sehingga muatan listrik yang dihasilkan dari efek getaran gempa bumi nantinya dapat mengirim sinyal dan kemudian sinyal tersebut akan diproses lebih lanjut untuk menjadi data dalam bentuk grafik pada alat *seismograph*.

Menurut Chen dkk (2007) salah satu material yang memiliki sifat *piezoelectric* adalah *Lead Titanate* (PbTiO_3). Material yang berfasa PbTiO_3 ini dapat dibuat dari proses pemaduan secara mekanik (*mechanical alloying*) antara senyawa PbCO_3 dan TiO_2 yang notabene kedua senyawa tersebut banyak terdapat di alam Indonesia sehingga untuk mendapatkan senyawa PbCO_3 dan TiO_2 dapat diperoleh dengan mudah dan murah. Penelitian tentang proses sintesis dan karakteriasi material *piezoelectric* PbTiO_3 dari campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 yang berbentuk serbuk, sehingga menghasilkan material bersifat *piezoelectric* yang baik masih jarang dan sangat perlu untuk dilakukan. 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

dry mill (kering). Untuk itu pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui lebih lanjut pengaruh rekayasa mikrostruktur material *piezoelectric* PbTiO_3 yang dipersiapkan dari campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 melalui proses *dry mechanical alloying*. Rekayasa mikrostruktur yang dimaksud adalah usaha untuk membuat ukuran partikel dan kristalit material *piezoelectric* PbTiO_3 dalam skala nanometer. Ukuran partikel dan kristalit yang telah mencapai ukuran nanometer dipercaya akan dapat mengoptimalkan sifat *piezoelectric* PbTiO_3 sebagai material sensor getaran yang baik, sehingga mampu menangkap getaran dan gelombang bumi sebagai sensor *early warning system*. Oleh sebab itu penelitian ini mengambil tema Pembuatan Material *Piezoelectric* PbTiO_3 melalui Proses *Dry Mechanical Alloying* dan *Sintering*.

B. Identifikasi Masalah

Rekayasa mikrostruktur material *piezoelectric* PbTiO_3 yang dimaksud adalah rekayasa terhadap ukuran partikel dan kristalit pada material tersebut maupun dari material dasar penyusunnya (campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2 yang berbentuk serbuk). Proses sintesis material *piezoelectric* PbTiO_3 dilakukan melalui proses pencampuran atau pemaduan mekanik (*mechanical alloying*) senyawa PbCO_3 dan TiO_2 yang diikuti proses *sintering* (pemanasan). Pada proses pemaduan mekanik embrio fasa PbTiO_3 sudah tercipta dari hasil penggabungan

senyawa PbCO_3 dan TiO_2 . Embrio fasa PbTiO_3 akan bertransformasi menjadi fasa *piezoelectric* PbTiO_3 secara penuh bila hasil proses pemaduan senyawa PbCO_3 dan TiO_2 di *sintering* (dipanaskan) pada temperatur 1000°C (Udomporn dkk, 2004).

Proses pemaduan mekanik dipilih karena dengan menggunakan proses tersebut dapat menghasilkan pencampuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 yang homogen, dan dapat mereduksi ukuran partikel dan kristalitnya sampai dengan ukuran berskala nanometer. (Suryanarayana, 2004).

Ukuran partikel dan kristalit yang berskala nanometer dan homogen ini akan dapat mengoptimalkan muatan listrik (sifat elektrik) yang dihasilkan oleh material *piezoelectric* (Udomporn dan Ananta, 2004). Melalui proses rekayasa mikrostruktur material *piezoelectric* PbTiO_3 , diharapkan dapat meningkatkan sensitivitas sensor *piezoelectric* agar dapat mengukur secara akurat getaran yang timbul di permukaan bumi.

C. Pembatasan Masalah

Agar masalah tidak terlalu meluas, maka perlu diberikan batasan masalah, yaitu :

1. Material piezoelektrik PbTiO_3 terbuat dari campuran PbCO_3 dan TiO_2 .
2. Proses pencampuran PbCO_3 dan TiO_2 dilalui dengan proses *dry*

mechanical alloying menggunakan alat *vibratory ball mill*.

3. Perbandingan berat campuran serbuk terhadap berat bola baja (*ball mill*) atau disebut *ball of powder ratio* (BPR) adalah 1:10.
4. Kecepatan putar mesin *vibratory ball mill* adalah 900 rpm.
5. Variasi waktu pencampuran dalam proses *dry mechanical alloying* adalah 1, 3, 5, 10, 15, 20, 25, 35, 45, 60 jam.
6. Temperatur *sintering* adalah 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C dan 1100°C dengan waktu penahanan (*holding*) 1 jam.
7. Ukuran partikel dari campuran PbCO₃ dan TiO₂ dianalisa dan diuji menggunakan *Particle Size Analyser* (PSA).
8. Ukuran kristal PbTiO₃ dianalisa dan diuji menggunakan *X-Ray diffraction* (XRD).

D. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang dan identifikasi masalah dapat diambil rumusan masalahnya, sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh proses *dry mechanical alloying* terhadap tingkat reduksi partikel dan kristalit campuran PbCO₃ dan TiO₂.
2. Bagaimana pengaruh temperatur *sintering* terhadap pembentukan fasa dan pertumbuhan ukuran kristal PbTiO₃.

E. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui lebih lanjut pengaruh :

1. Mengetahui pengaruh proses *dry mechanical alloying* PbCO_3 dan TiO_2 terhadap tingkat reduksi ukuran partikel dan kristalinitas campuran tersebut.
2. Mengetahui pengaruh *sintering* pada temperatur 500°C , 600°C , 700°C , 800°C , 900°C , 1000°C dan 1100°C terhadap pembentukan fasa tunggal (*Single Phase*) PbTiO_3 dan pertumbuhan ukuran kristal PbTiO_3 .

F. Manfaat Penelitian

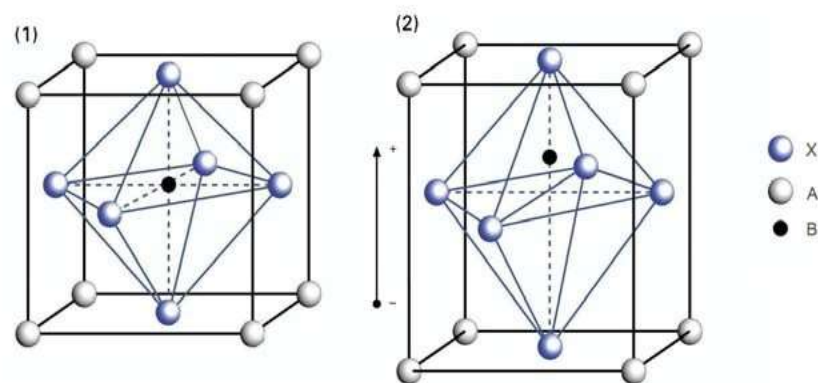
Berkontribusi untuk ikut andil dalam pengembangan teknologi peringatan bencana dini berupa material *piezoelectric* PbTiO_3 . Data-data hasil penelitian ini dapat dijadikan data awal sebagai acuan pengembangan dan penerapan ilmu pengetahuan dan teknologi, khususnya pengembangan dan aplikasi material *piezoelectric*. Laporan akhir dari penelitian ini akan dikemas nantinya dalam bentuk artikel yang dapat dimuat dan diterbitkan dalam jurnal ilmiah.

BAB II

KAJIAN PUSTAKA

A. Material yang Berstruktur *Perovskite*

Perovskite adalah semua material yang memiliki susunan kristal yang menyerupai struktur kristal kalsium titanium oksida (CaTiO_3). Mineral *Perovskite* pertama kali ditemukan oleh Gustav Rose tahun 1839 di sekitar pegunungan Ural, Russia. Diberi nama seperti seorang ahli mineral Russia L. A. Perovski antara tahun 1792-1856. Formula umum dari material ini adalah ABX_3 , dimana A dan B adalah kation dengan ukuran atom yang cukup jauh berbeda dan X adalah anion yang mengikat keduanya (Mailadil, 2008). Struktur kristal *Perovskite* ditunjukkan pada Gambar 2.1.

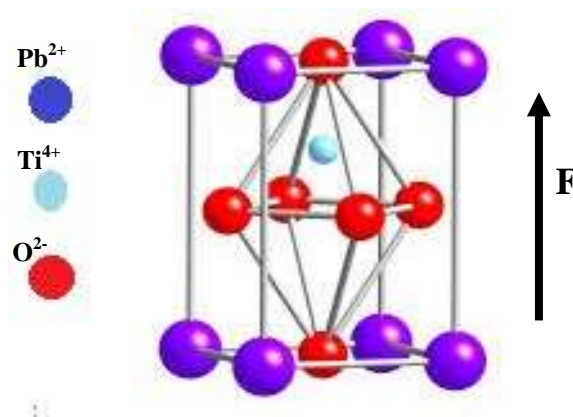


Gambar 2.1. Struktur kristal *Perovskite* ABO (Mailadil, 2008)

Material berstruktur *Perovskite* memiliki banyak sifat unik baik secara teoritis maupun eksperimental. Beberapa contoh sifat yang terkandung dalam material ini adalah *piezoelectricity*, *magnetoresistance*, *ferroelectricity*, *superconductivity*, dan lain sebagainya (Bell, 2008). Struktur *Perovskite* banyak terdapat pada formula oksida ABO_3 . Pada struktur kubik ideal, atom A terletak di kedelapan pojoknya sedangkan atom B terletak ditengah kubusnya dan atom oksigen ada pada ke enam sisi kubusnya. Namun pada kenyataannya tidak ada struktur *Perovskite* ideal, selalu saja ada distorsi pada struktur atomnya karena berbagai hal yang berhubungan dengan properti material penyusunnya, proses sintesa, tekanan, suhu, dan sebagainya. Menurut Mailadil (2008), material *Perovskite* yang juga memiliki sifat ferroelektrik dan piezoelektrik yaitu *Strontium titanate* ($SrTiO_3$), *Barium titanate* ($BaTiO_3$), *Lead titanate* ($PbTiO_3$), *Potassium niobate* ($KNbO_3$), *Potassium tantalate niobate* (KTN), *Sodium niobate* ($NaNbO_3$).

Bentuk *Perovskite* secara sederhana dapat diartikan sebagai formula ABO_3 . Unsur A dapat berupa logam monovalen, divalen, atau trivalen dan unsur B dapat berupa unsur pentavalen, tetravalen, atau trivalent serta unsur O adalah oksigen. Struktur *Perovskite* ideal berbentuk kubus sederhana dengan kation A mewakili ion $4+$ mengambil posisi di diagonal ruang kubik, sedangkan kation B mewakili ion $2+$ berada di pojok dan atom-atom oksigen dengan ion $2-$ berada di diagonal ruang.

PbTiO_3 dapat menghasilkan sifat *piezoelectric* yaitu sebuah sifat material yang apabila material tersebut dikenakan gaya tekan dari luar maka material tersebut dapat mengeluarkan arus listrik (Uchino didalam Somiya dkk, 2003). Material yang memiliki sifat *piezoelectric* dapat dikategorikan sebagai material cerdas atau *smart materials* (Schwartz, 2009). Muatan listrik tersebut dapat timbul karena adanya dipol listrik pada material tersebut akibat ketidak simetrisan kedudukan atom yang bermuatan positif dan atom yang bermuatan negatif jika material *piezoelectric* diberi gaya tekanan (Jaffe dkk, 1971), seperti pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Ketidak simetrisan kedudukan atom positif (Ti^{4+}) dengan atom negative (O^{2-}) pada material PbTiO_3 ketika diberi gaya dari luar (Mohaemani, 2006)

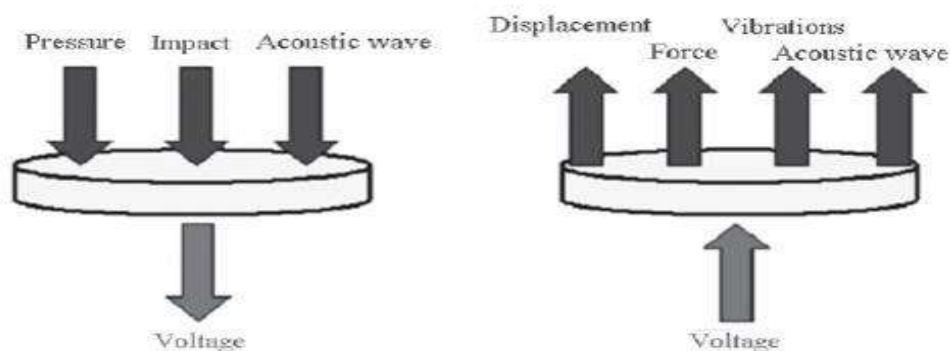
B. *Piezoelectric Lead Titanate (PbTiO_3)*

Ditemukannya sifat piezoelektrik banyak peneliti yang menggali keberadaan sifat ini dalam berbagai bahan. Keramik piezoelektrik biasanya diproduksi dalam lembaran tipis dengan lapisan logam pada sisi yang berlawanan sebagai elektrodanya. Piezoelektrik keramik sifatnya kaku dan

keras, sedangkan polimer piezoelektrik sifatnya lentur. Dalam beberapa pemakaian polimer mempunyai kelebihan karena bentuknya yang kecil dan kuat serta fleksibel. Sedangkan yang jenis keramik lebih banyak digunakan dalam aktuator karena sifat kekakuannya dapat menghantarkan sifat mekanik yang lebih baik (Emeterio dalam Arnau, 2008 : 98).

Direct piezoelectric effect muncul ketika terjadi deformasi mekanik dari bahan piezoelektrik akan menghasilkan polarisasi muatan yang proporsional terhadap deformasi yang terjadi. *Converse piezoelectric effect* terjadi ketika tekanan mekanik proporsional terhadap medan listrik yang bekerja pada bahan menginduksi bahan piezoelektrik. Pasangan sifat mekanik dan elektrik dari bahan piezoelektrik ini membuatnya sangat cocok untuk digunakan sebagai sensor ataupun aktuator. Sebagai sensor, deformasi dinamik menyebabkan bahan menghasilkan arus listrik, sedangkan sebagai aktuator perubahan arus listrik akan menyebabkan deformasi dan menghantarkan energi mekanik pada benda yang lain (Emeterio dalam Arnau, 2008 : 99-100).

C. Cara Kerja Material *Piezoelectric Lead Titanate* (PbTiO_3)



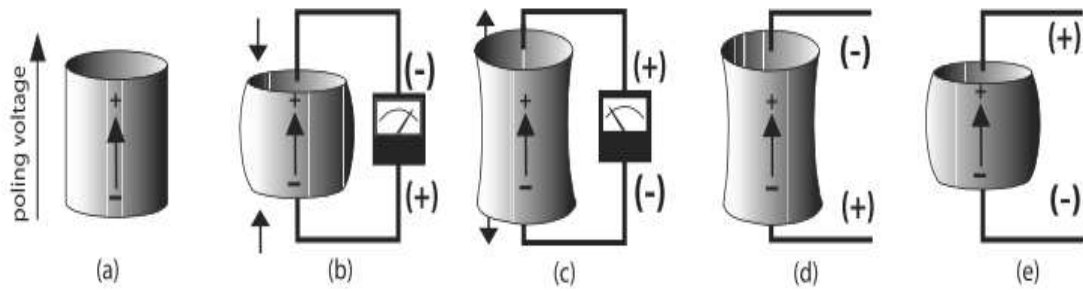
Gambar 2.3. Cara kerja material *piezoelectric*

Material piezoelektrik adalah peralatan elektronik pasif berfase padat (*solid-state*) yang dapat merespon perubahan temperatur, tekanan, dan yang paling penting merespon sifat fisik (*physical properties*) pada suatu *interface* antara permukaan alat dan fluida atau padatan asing. Perubahan pada sifat fisik antara lain seperti masa jenis, kelistrikan, viskositas, dan ketebalan lapisan. Material piezoelektrik beroperasi dengan mengobservasi penyebaran dari suatu gelombang akustik. Ketika gelombang akustik dan getaran tersebut diterima oleh material piezoelektrik, gelombang dan getaran tersebut kemudian diubah menjadi sebuah medan listrik atau dipol listrik dikarenakan ketidaksimetrisan kedudukan atom yang bermuatan positif dan atom yang bermuatan negatif jika material *piezoelectric* diberi gaya tekanan .

Jika sebuah material mampu menimbulkan perpindahan *dielectric* akibat getaran dan gelombang akustik yang diterapkan dari luar, maka sebuah material tersebut dapat dikatakan memiliki sifat *piezoelectric*. Dalam prosesnya gelombang akustik dan getaran yang bekerja sangat berhubungan dengan *effect piezoelectric* yang terjadi begitu pula sebaliknya, dimana 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 material sensor

pendeteksi bencana alam dini. Karena sifat polarisasi listrik yang dimilikinya, diharapkan material piezoelektrik ini mampu menjadi sensor yang peka terhadap getaran dan gelombang akustik di sekitarnya.

Sifat elemen *piezoelectric* yang terpolarisasi dapat dijelaskan pada serangkaian Gambar 2.4. 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 2.4. (b). Tegangan yang terjadi sepanjang arah polarisasi, atau kompresi tegak lurus ke arah itu menghasilkan tegangan dengan polaritas yang berlawanan dengan tegangan polarisasi Gambar 2.4. (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 2.4. (e), itu artinya dapat disimpulkan bahwa energi mekanik dapat dirubah menjadi energi listrik dimana peristiwa seperti ini disebut *piezoelectric effect* (Moheimani, 2006).



Gambar 2.4. *Piezoelectric effect* perubahan energi mekanik dan energi listrik (Moheimani, 2006)

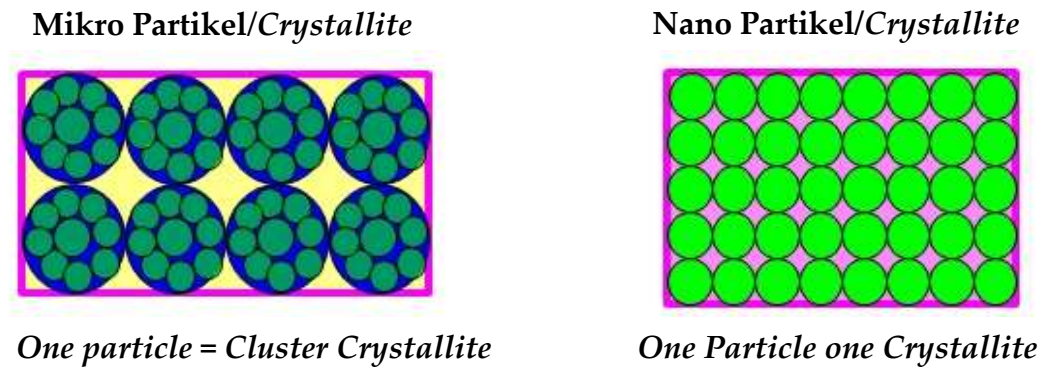
D. Material *Lead Titanate* (PbTiO_3)

Material PbTiO_3 tergolong material *ferroelectric* yang dapat menurunkan sifat lain yaitu sifat *piezoelectric* yang cukup baik. Material PbTiO_3 memiliki konstanta dielektrik sekitar 200 dan kemampuan *high frequency and high temperature piezoelectric* (Zhang dkk, 2015). Berdasarkan sifat dan kemampuan material PbTiO_3 tersebut maka material ini dipergunakan untuk *ultrasonic transducers, nonvolatile memories, microactuators, multilayer capacitors, electro-optic devices* dan *sensors* (Moulson dan Herbert, 2003).

Material PbTiO_3 keramik merupakan salah satu material *Electroceramic* yang terkenal mempunyai sifat *piezoelectric* yang baik. Material ini memiliki suhu curie 490°C (Chen, 2007), dan sifat-sifat yang unik dari material ini yaitu tingginya suhu transisi, koefisien. *Pyroelectric* dan polarisasi yang spontan, membuatnya berguna untuk frekuensi tinggi dan suhu tinggi yang dapat diterapkan dalam perangkat elektronik (Wongmaneerung dkk, 2006). Titik leleh dari material PbTiO_3 keramik sendiri mencapai 1281°C (Fajarin, 2015).

Pada partikel yang berukuran *micrometer*, umumnya pada partikel tersebut mengandung banyak kristalit (*cluster crystallite*) dan luas kontak permukaan antara partikel lebih sempit jika dibandingkan dengan partikel yang memiliki ukuran nanometer. Di dalam partikel yang berskala nano ini hanya terdapat satu kristalit (*one partikel one crystallite*) sehingga interaksi antar partikel atau kristalit lebih mudah terjadi sehingga sifat materialnya pun lebih dapat maksimal dihasilkan.

Sifat dan kemampuan material PbTiO_3 sangat tergantung kepada kondisi mikrostruktur material tersebut, khususnya ukuran partikel dan kristalit yang terdapat di dalam material PbTiO_3 (Fox dkk, 1990). Ukuran partikel dan kristalit yang berskala nanometer pada sebuah material akan memunculkan sifat *piezoelectric* PbTiO_3 yang lebih baik jika dibandingkan dengan partikel dan kristalit yang berukuran mikrometer. Hal ini dikarenakan pada material yang memiliki ukuran partikel dan kristalit yang berskala nanometer, rasio luas kontak permukaan antar partikel yang dihasilkan lebih lebar jika dibandingkan dengan partikel dan kristalit yang berukuran mikrometer, ilustrasinya seperti pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Perbandingan luas kontak permukaan antar partikel pada partikel yang berukuran mikrometer dengan partikel yang berukuran nanometer

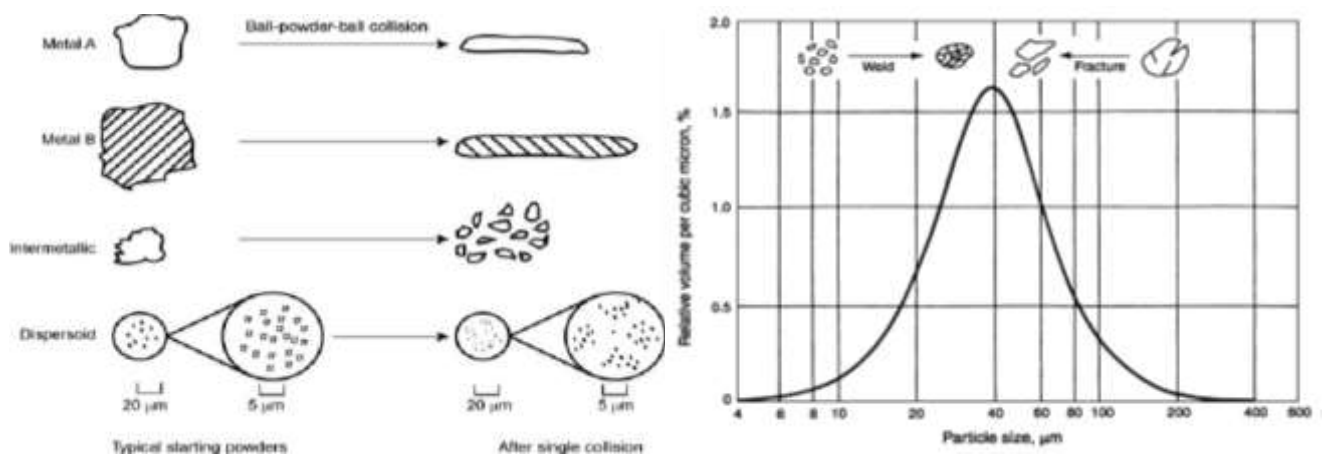
Untuk mempersiapkan atau membuat material PbTiO_3 dapat dilakukan dengan berbagai cara atau teknik preparasi diantaranya adalah: *sol-gel*, *co-precipitation*, *emulsion*, *hydrothermal treatment*, *the conventional solid-state reaction of mixed oxides*, *mechanochemical* dan *mechanical milling and alloying*. Teknik preparasi yang digunakan akan mempengaruhi mikrostruktur dari PbTiO_3 yang dihasilkan, sehingga dapat disimpulkan bahwa pemilihan atau penggunaan serta kondisi teknik preparasi akan mempengaruhi ukuran partikel dan kristalit dari PbTiO_3 yang dihasilkan.

E. Metode *Mechanical Alloying*

Mechanical alloying (MA) adalah proses pepaduan dalam fase *solid* dengan teknik pengulangan penggabungan, penghancuran dan penggabungan kembali (*rewelding*) untuk butiran serbuk pada *high energy ball mill*. *Mechanical alloying* dapat digunakan untuk sintesis larutan padatan, nano partikel, paduan amorf, intermetalik, dan komposisi kimia.

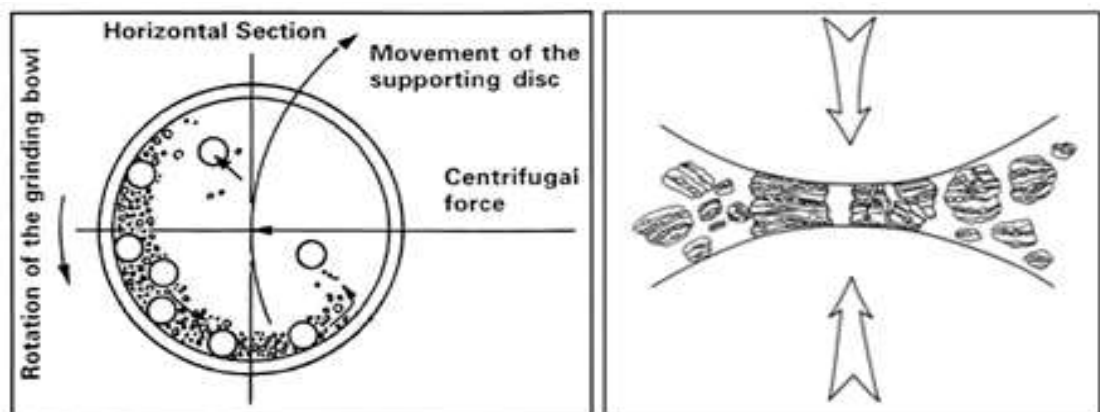
Proses *mechanical alloying* sebagian besar dipengaruhi oleh termodinamika dan sifat kinetik pada sistem serbuk, intensitas *milling* dan temperatur. Dalam *mechanical alloying* ada beberapa variabel yang harus dipertimbangkan, yaitu jenis *milling*, wadah, kecepatan, waktu, tipe dan ukuran bola *milling*, atmosfer, temperatur, dan *process control agent* (Suryanarayana, 2004).

Dalam *mechanical alloying* atau *mechanical milling* serbuk akan di campur dalam suatu *chamber* (ruangan) dan dikenai energi agar terjadi deformasi yang berulang-ulang sehingga akan terbentuk partikel-partikel yang lebih kecil dari sebelumnya. Tumbukan pada tiap tipe dari unsur partikel serbuk akan menghasilkan bentuk yang berbeda, untuk bahan yang ulet sebelum terjadi *fracture* (retak) akan menjadi *flat* atau pipih terlebih dahulu, sedangkan untuk bahan yang keras akan langsung terjadi *fracture* dan menjadi partikel serbuk yang lebih kecil, ilustrasinya ditunjukkan pada Gambar 2.6 di bawah ini.



Gambar 2.6. Karakteristik deformasi dan grafik ukuran pada partikel serbuk (Suryanarayana, 2004).

Penggunaan *high energy ball milling* (HEBM) dengan mekanisme proses pemaduan mekanik (*mechanical alloying* atau *mechanical milling*) pada prinsipnya merupakan proses tumbukan yang terus menerus antar bola logam (*ball mill*) terhadap sampel (dalam bentuk serbuk) di dalam alat *milling*, seperti pada Gambar 2.7.



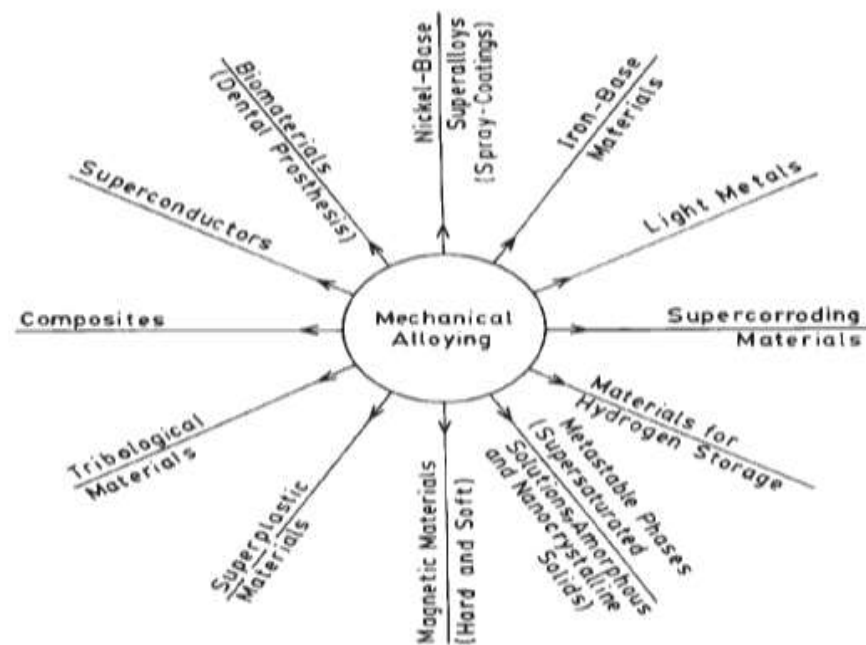
Gambar 2.7. Prinsip dan tahapan dari *mechanical alloying* (Suryanarayana 2001)

Ada tiga tahapan selama proses pemaduan mekanik berlangsung, yaitu:

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.
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.

Aplikasi metode *mechanical alloying* telah banyak digunakan di dalam proses sintesis dari bermacam-macam material, terlihat seperti pada Gambar 2.8. (Soni, 2001).

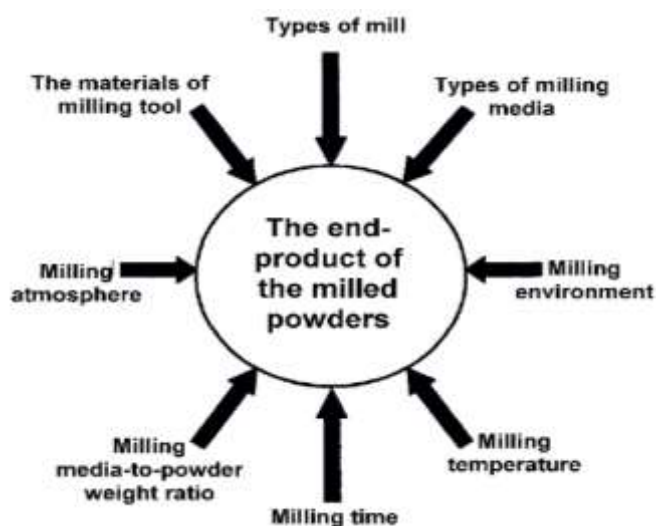


Gambar 2.8. Aplikasi metode *mechanical alloying*. (Soni, 2001)

Begitu banyaknya material yang dapat dibuat melalui metode pemaduan mekanik ini, baik skala laboratorium maupun skala industri, sehingga menempati peringkat pertama di dalam proses sintesis material yang paling lazim digunakan.

F. Faktor yang Mempengaruhi *Mechanical Alloying*

Parameter yang harus diperhatikan dalam proses pemaduan mekanik yang dapat mempengaruhi kualitas produk akhir adalah seperti pada Gambar 2.9 (El-Eskandarany, 2001).



Gambar 2.9. Parameter-parameter di dalam proses *mechanical milling* (El-Eskandarany, 2001)

a. *Types of mill (Tipe Mesin Milling)*

Types of mill yaitu peralatan atau mesin yang digunakan di dalam proses pemaduan mekanik. 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. *Atmosfer Milling*

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. *Ball to Powder Weight Ratio (BPR)*

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.

Ukuran dari bola mempengaruhi efisiensi serta bentuk akhir serbuk setelah dilakukan proses *milling*. Ukuran yang besar dan density yang tinggi pada suatu bola akan menghasilkan energi *impact* yang besar. Contohnya ketika *ball mill* dengan diameter 8 mm digunakan untuk paduan Pb-Ti maka akan terbentuk *solid solution* timbal pada titanium. Tetapi apabila menggunakan diameter 13mm maka hanya akan terjadi

pencampuran saja tanpa disertai dengan *alloying*.

Jika menggunakan bola yang besar maka kemungkinan adanya kontaminan akan semakin besar walaupun energi yang akan dihasilkan juga besar tapi bagian bola yang akan menumbuk serbuk akan semakin kecil luasnya, selain itu menggunakan bola yang besar juga akan mempercepat kenaikan temperatur yang akan berpengaruh ke serbuk tersebut Sedangkan jika menggunakan bolanya kecil semua maka energi yang dihasilkan juga kecil, tapi proses terjadinya *alloying* bisa lebih maksimal, sehingga untuk memaksimalkan proses *milling* ini salah satunya adalah dengan menggunakan ukuran bola yang berbeda-beda. Tetapi ada batasan dalam mengkombinasi bola tersebut, jika perbedaan (bola besar dan bola yang kecil) terlalu besar maka di khawatirkan bola yang besar akan menghancurkan bola yang kecil.

Perbandingan berat antara bola dengan serbuk (BPR) merupakan variabel yang penting dalam proses *milling*. Perbandingan ini dapat memberikan efek yang cukup besar terhadap serbuk yang sedang di *milling*. Nilai BPR yang akan menyebabkan berat bola akan lebih besar sehingga energi yang di transfer ke serbuk juga besar dan waktu yang diperlukan lebih cepat. Pada BPR yang tinggi akan menyebabkan meningkatnya jumlah berat bola, yang artinya bagian yang kosong pada *grinding ball* akan berkurang dan jumlah tumbukan akan meningkat sehingga energi akan lebih banyak yang tersalur ke serbuk dalam waktu

yang singkat, Dapat di simpulkan bahwa semakin besar nilai BPRnya maka jumlah serbuk yang di *milling* menjadi lebih sedikit, dan jika BPRnya rendah dapat menampung serbuk yang lebih banyak tetapi konsekuensinya memerlukan waktu yang lebih lama (Suryanarayana 2004).

e. *Milling time* (Waktu *Milling*)

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.

f. *Temperatur Milling* (Waktu *Milling*)

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*.

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)*.

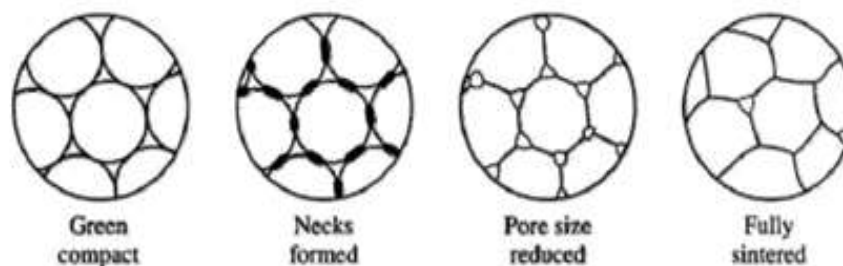
h. *Type of milling media*

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.

F. *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 Aminuddin, 2011). Peristiwa ini ditunjukkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10. Perubahan pada skala *mikroskopis* saat proses *sintering* (Raspitanto, 2008)

Pada Gambar 2.10, 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*.

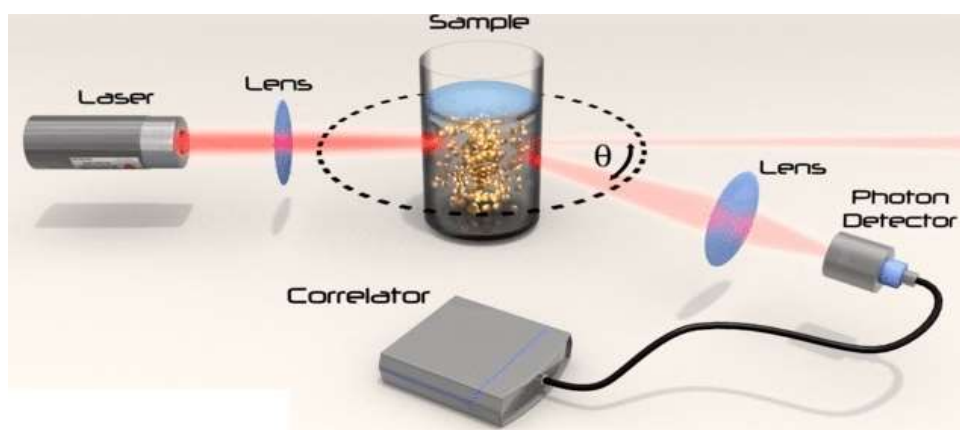
G. Karakterisasi Menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA)

Metode yang paling umum digunakan adalah analisa gambar (mikrografi). Metode ini meliputi metode mikroskopi dan metode holografi. Alat yang sering digunakan biasanya SEM dan TEM. Namun seiring dengan berkembangnya ilmu pengetahuan yang lebih mengarah ke era nanoteknologi, para peneliti mulai menggunakan *Laser Diffraction (LAS)*. Metode ini dinilai lebih akurat untuk bila dibandingkan dengan metode analisa gambar maupun

metode ayakan (*sieve analyses*), terutama untuk sample-sampel dalam orde nanometer maupun submikron. Alat yang menggunakan metode *laser diffraction* adalah *particle size analyzer (PSA)*. Alat ini menggunakan prinsip *dynamic light scattering (DLS)*. Metode ini juga dikenal sebagai *quasi-elastic light scattering (QELS)*. Alat ini berbasis *Photon Correlation Spectroscopy (PCS)*. Metode LAS bisa dibagi dalam dua metode:

1. Metode basah: metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji.
2. Metode kering: metode ini memanfaatkan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke sensing zone.

Metode ini baik digunakan untuk ukuran yang kasar, dimana hubungan antarpartikel lemah dan kemungkinan untuk beraglomerasi kecil.



Gambar 2.11. Cara Kerja *Particle Size Analyzer*

Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA biasanya menggunakan metode basah. Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar. Terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer dan submicron yang biasanya memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini

dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.

H. Karakterisasi Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Di akhir tahun 1895, Roentgen (Wilhelm Conrad Roentgen, Jerman, 1845-1923), seorang profesor fisika dan rektor Universitas Wuerzburg di Jerman dengan sungguh-sungguh melakukan penelitian tabung sinar katoda. Ia membungkus tabung dengan suatu kertas hitam agar tidak terjadi kebocoran *fotoluminesensi* dari dalam tabung ke luar.

Lalu ia membuat ruang penelitian menjadi gelap. Pada saat membangkitkan sinar katoda, ia mengamati sesuatu yang di luar dugaan. Pelat *fotoluminesensi* yang ada di atas meja mulai berpendar di dalam kegelapan. Walaupun dijauhkan dari tabung, pelat tersebut tetap berpendar. Dijauhkan sampai lebih 1 m dari tabung, pelat masih tetap berpendar. Roentgen berpikir pasti ada jenis radiasi baru yang belum diketahui terjadi di dalam tabung sinar katoda dan membuat pelat *fotoluminesensi* berpendar. Radiasi ini disebut sinar-X yang maksudnya adalah radiasi yang belum diketahui.

a. Sinar X

Sinar-X adalah gelombang Elektromagnetik. Sinar-X dihasilkan dari tumbukan elektron berkecepatan tinggi dengan logam sasaran. Oleh karena itu, suatu tabung sinar-X harus mempunyai suatu sumber elektron, voltase tinggi, dan logam sasaran. Selanjutnya elektron elektron yang ditumbukan ini mengalami pengurangan kecepatan dengan cepat dan energinya diubah menjadi foton.

b. Prinsip Kerja Sinar-X

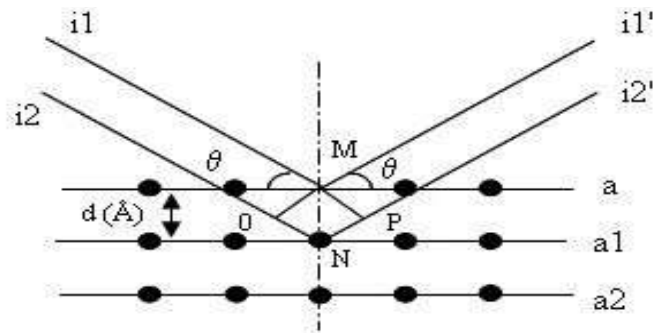
Sinar-X merupakan salah satu bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi antara 200 eV–1 MeV dengan panjang gelombang antara 0,5–2,5 Å. Panjang gelombangnya hampir sama dengan jarak antara atom dalam kristal, menyebabkan sinar-X menjadi salah satu teknik dalam analisa mineral Elektron-elektron pada atom akan membiaskan berkas bidang yang tersusun secara periodik. Difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang atom paralel a dan a_1 yang terpisah oleh jarak d .

Dianggap bahwa dua berkas sinar-X i_1 dan i_2 yang bersifat paralel, monokromatik dan koheren dengan panjang gelombang λ datang pada bidang dengan sudut θ . Jika kedua berkas sinar tersebut berturut-turut terdifraksi oleh M dan N menjadi i_1' dan i_2' yang masing-masing membentuk sudut θ terhadap bidang dan bersifat paralel, monokromatik dan koheren, perbedaan panjang antara $i_1 - M - i_1'$ dengan $i_2 - N - i_2'$ adalah

sama dengan n kali panjang gelombang, maka persamaan difraksi dapat dituliskan sebagai berikut:

$$n \lambda = ON + NP \text{ atau}$$

$$n \lambda = d \sin \theta + d \sin \theta = 2 d \sin \theta$$



Gambar 2.12. Difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang (Sartono, 2006)

Difraksi sinar-X merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya fasa kristalin di dalam material-material benda dan serbuk, dan untuk menganalisis sifat-sifat struktur (seperti *stress*, ukuran butir, fasa komposisi orientasi kristal, dan cacat kristal) dari tiap fasa. Metode ini menggunakan sebuah sinar-X. Dengan berbagai sudut timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel. Susunan ini diidentifikasi dengan membandingkannya dengan sebuah data base internasional

c. Detektor

Sebelum sinar-X sampai ke detektor melalui proses optik. Sinar-X yang panjang gelombangnya λ dengan intensitas I mengalami refleksi dan

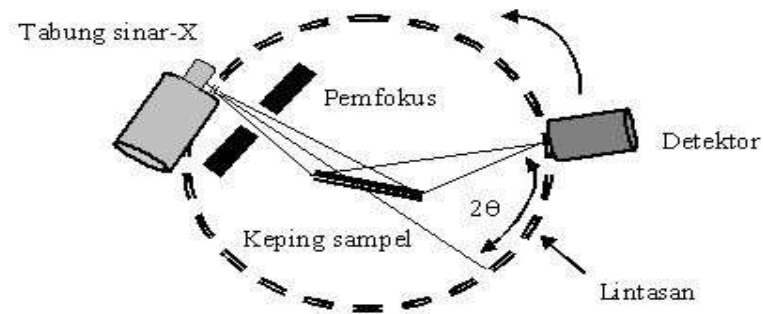
menghasilkan sudut difraksi 2θ (Sartono, 2006). Jalannya sinar-X diperlihatkan oleh Gambar 2.13 berturut-turut sebagai berikut : Sumber sinar-X Celah sollar, Celah penyebar Spesimen, Celah anti menyebar, Celah penerima, Celah sollar dan Detektor.



Gambar 2.13.. Difraktometer

d. Prinsip Kerja X-Ray Diffraction (XRD)

Salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin adalah metode difraksi sinar-X serbuk (*X-ray powder diffraction*) seperti terlihat pada Gambar 2.14. Sampel berupa serbuk padatan kristalin yang memiliki ukuran kecil dengan diameter butiran kristalnya sekitar $10^{-7} - 10^{-4}$ m ditempatkan pada suatu plat kaca. Sinar-X diperoleh dari elektron yang keluar dari filamen panas dalam keadaan vakum pada tegangan tinggi, dengan kecepatan tinggi menumbuk permukaan logam, biasanya tembaga (Cu).



Gambar 2.14. Cara Kerja *X-Ray Diffractor* (XRD)

Sinar-X tersebut menembak sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi sudut tertentu, sehingga difraksi sinar-X memenuhi Hukum Bragg :



Gambar 2.15. Hukum Bragg

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam per menit sinkron, dengan detektor dalam sudut 2θ per menit, sehingga sumbu-x setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik.

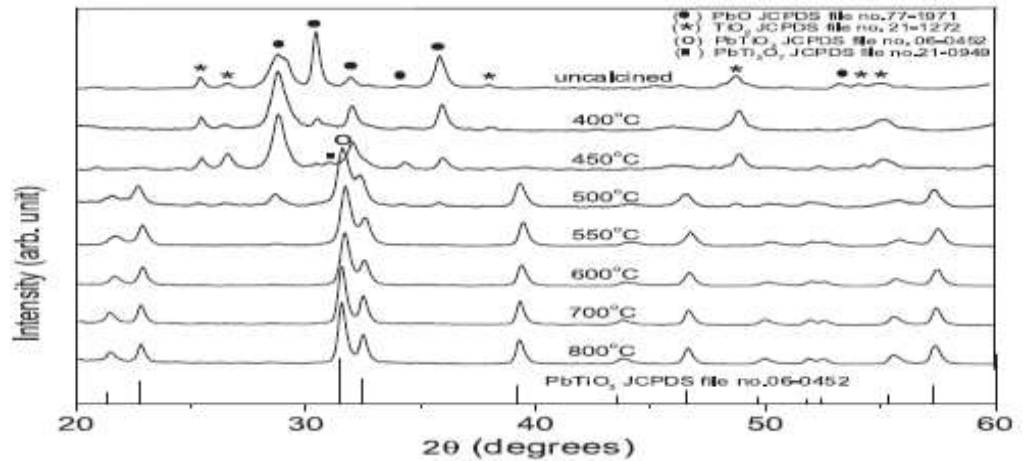
Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda

I. Kajian Penelitian yang Relevan

Penelitian tentang pengaruh penggunaan metode pepaduan mekanik (*mechanical alloying*) terhadap penurunan ukuran partikel ataupun kristalit (*grain* atau *crystallite-size*) pada material PbTiO_3 .

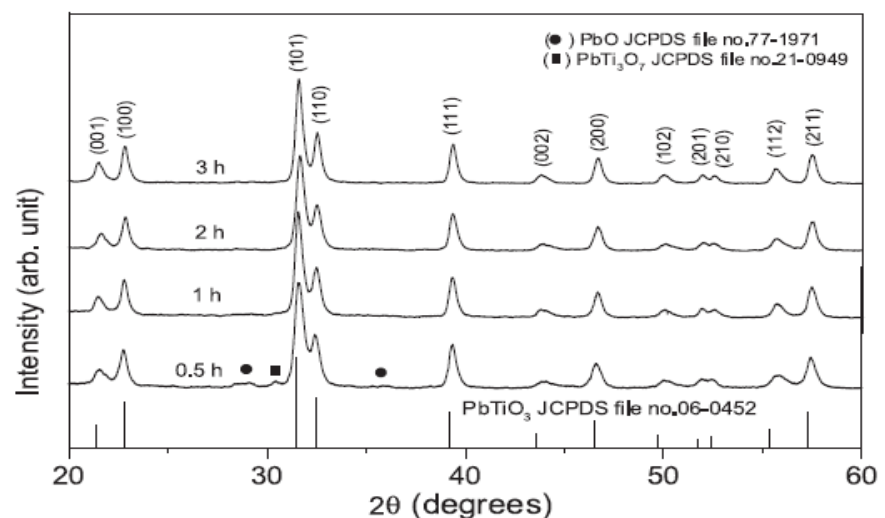
Udomporn dan Ananta (2004) melakukan penelitian tentang pengaruh proses kalsinasi terhadap proses pembentukan fasa dan ukuran partikel PbTiO_3 yang dipersiapkan melalui pepaduan antara serbuk PbO dan TiO_2 . Kalsinasi dilakukan pada campuran hasil pepaduan mekanik antara serbuk PbO dan

TiO₂ sampai pada temperatur 800°C, kemudian dikarakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD), hasilnya ditampilkan pada Gambar 2.16.



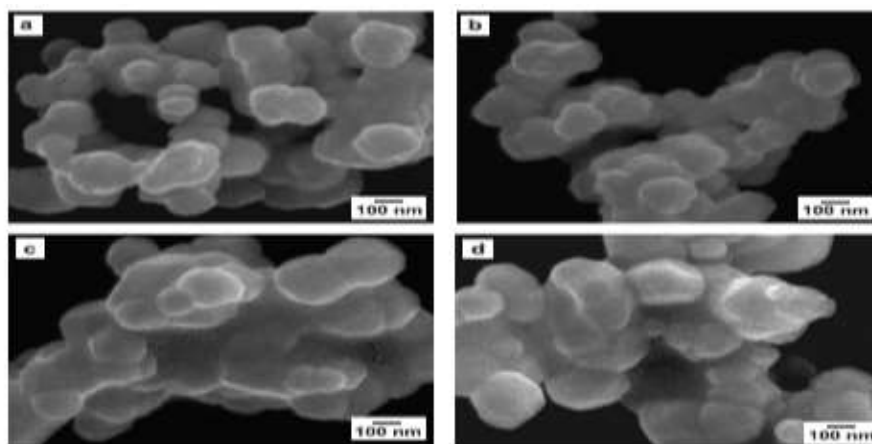
Gambar 2.16. Pola XRD material PbTiO₃ dengan berbagai variasi temperatur kalsinasi (Udomporn dan Ananta 2004)

Dari Gambar 2.16 tampak jelas bahwa proses pembentukan fasa PbTiO₃ mulai terjadi pada temperatur di atas 450°C, dan mencapai *single phase* PbTiO₃ pada temperatur 600°C yang ditahan pemanasannya di atas 1 jam, seperti pada Gambar 2.16



Gambar 2.17. Pola XRD material PbTiO₃ 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 2.17, dimana sampel yang telah dikalsinasi dilakukan pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*).



Gambar 2.18. 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

Berdasarkan Gambar 2.18, 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 dkk (2006) melakukan penelitian tentang pengaruh lamanya waktu pencampuran (*milling time*) terhadap nilai reduksi ukuran partikel dan kristalinitas PbTiO_3 yang dipersiapkan dari campuran PbCO_3 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 didapatkan 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 2006).

<i>Milling Time (h)</i>	<i>Per Phase (%)</i>	XRD		SEM		<i>Laser scattering</i>	
		<i>A (nm)</i>	<i>c/a</i>	<i>D (nm)</i>	<i>P (nm)</i>	<i>D (nm)</i>	<i>P (nm)</i>
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.

J. Kerangka Berfikir Penelitian

PbTiO_3 merupakan material hasil dan pencampuran PbCO_3 dan TiO_2 , pencampuran ke dua senyawa tersebut merupakan embrio pembuatan material *piezoelectric* dimana material ini merupakan material yang mampu mengkonversi getaran menjadi sebuah arus listrik yang terjadi dikarenakan adanya dipol listrik akibat ketidak simetrisan kedudukan atom yang bermuatan positif dan atom yang bermuatan negatif. Material ini diharapkan menjadi material yang dapat menghasilkan arus listrik yang cukup sehingga mampu memberikan sinyal bencana alam yang seringkali terjadi di Indonesia sehingga dapat mengurangi dampak korban jiwa.

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 *dry mill*. Kedua senyawa PbCO_3 dan TiO_2 yang telah melalui proses pemaduan mekanik akan menghasilkan senyawa baru yaitu PbTiO_3 keramik. Pada proses selanjutnya material *piezoelectric* PbTiO_3 Keramik dipanaskan atau yang disebut dengan sintering. 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 dan 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 dan rekayasa material PbTiO_3 ini nantinya akan diaplikasikan sebagai sensor pendeteksi bencana dini di Indonesia

.

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. Maka 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 jalanya penelitian dan untuk mendapatkan data yang diinginkan diperlukan beberapa bahan yang digunakan dalam pembuatan

material *piezoelectric lead titanate* PbTiO_3 keramik, adapun bahan yang dibutuhkan antara lain adalah :

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*. Dalam penggunaannya 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.

2. Alat Penelitian

a. Alat penelitian yang digunakan adalah:

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. Dalam sistem ini terdapat motor penggerak dimana gerakan dari mesin tersebut menyebabkan getaran yang diteruskan pada pegas-pegas sehingga menghasilkan gerakan rotasi pada *vial*. Dengan demikian 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 pepadu 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) 1:10.



Gambar 3.5. *Ball mill*

3) *Furnace*

Pada penelitian ini, *furnace* atau dapur pemanas digunakan untuk melakukan proses *sintering* pada pellet dari hasil *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.

4) **Peralatan pendukung**

Pada penelitian ini banyak sekali peralatan pendukung yang digunakan diantaranya adalah 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, wada sampel sebagai peralatan pendukung penelitian

b. Alat karakterisasi yang digunakan adalah:

1) ***X-Ray Diffraction (XRD)***

Pada dasarnya *X-Ray Diffraction (XRD)* digunakan melihat struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk pada serbuk 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

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.



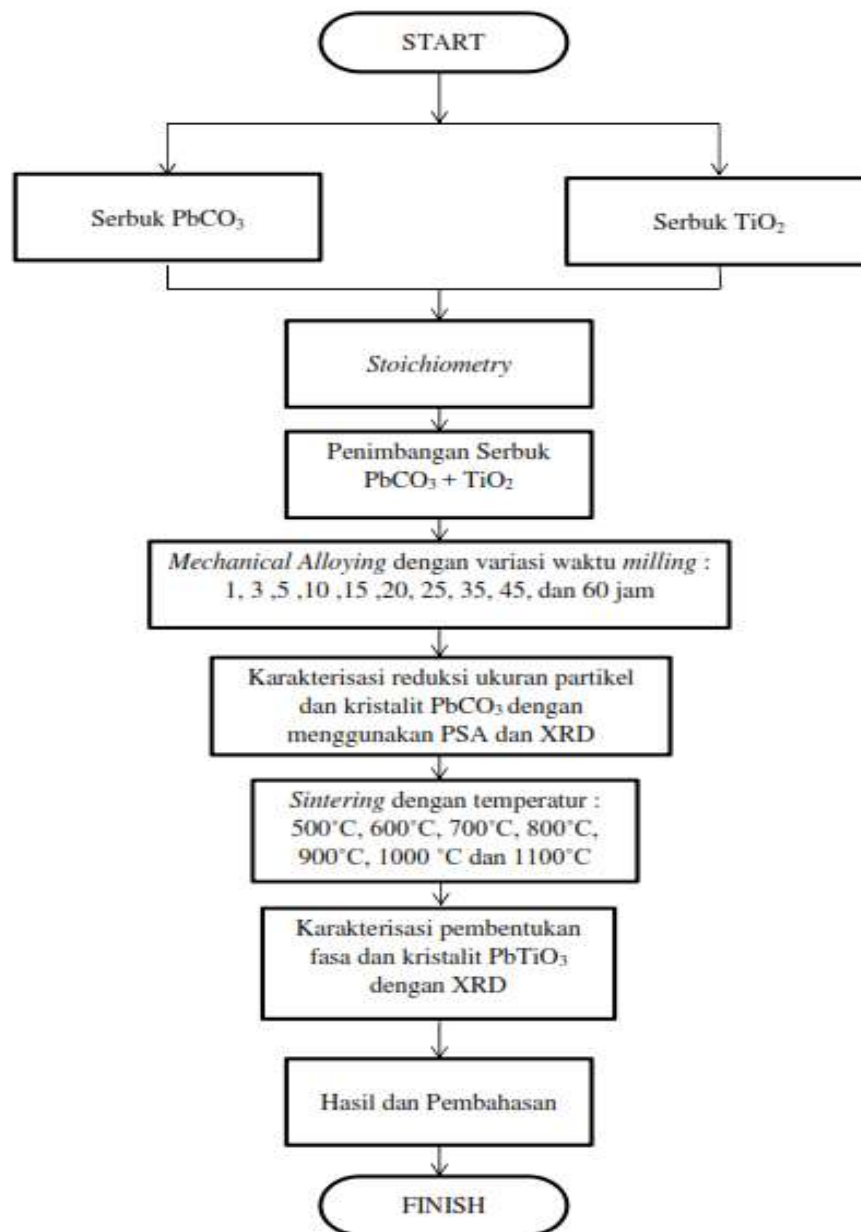
Gambar 3.8. *Particle size- Analyzer (PSA)* merk COULTER series LS100.

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 tahap nya sebagai berikut:

1. Diagram alir penelitian

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



Gambar 3.9. Diagram alir penelitian

2. Proses Penelitian

Mengacu pada diagram alir pada Gambar 3.9, pembuatan material *piezoelectric* dibagi menjadi kelompok tahapan dimana melalui beberapa

proses, diantaranya mulai dari proses preparasi, *mechanical alloying*, dan *sintering*. Seperti tujuannya bahwa sebagai material *piezoelectric* untuk material sensor pendeteksi dini bencana alam 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 pepaduan 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 sensor pendeteksi dini bencana alam 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 nantinya akan di *milling* menjadi satu sesuai komposisi dari *stoichiometry* yang telah dihitung sebelumnya. Bubuk PbCO_3 dan TiO_2 yang akan digunakan dalam penelitian ini sudah memiliki *certificate pro analis* dengan tingkat kemurnian 99% jadi tidak perlu diuji komposisi lagi, karena pada kemasan atau botol bahan sudah terdapat keterangan prosentase kandungan yang terdapat pada kedua *raw material* tersebut. Tentunya 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	$Mr = Ar(\text{Pb}) + Ar(\text{C}) + 3 \times Ar(\text{O})$ $Mr = 267,2$
Ti	47,9	TiO_2	$Mr = Ar(\text{Ti}) + 2 \times Ar(\text{O})$ $Mr = 47,9 + 2(16)$ $Mr = 79,9$
O	16	CO_2	$Mr = Ar(\text{C}) + 2 \times Ar(\text{O})$ $Mr = 12 + 2(16)$ $Mr = 44$
C	12,01		

Tabel 3.2. Perhitungan massa relatif yang dituju

Senyawa Tujuan	Perhitungan Massa Relatif Senyawa
PbTiO ₃	$Mr = Ar(Pb) + Ar(Ti) + Ar\ 3(O)$ $Mr = 207,19 + 47,9 + 3(16)$ $Mr = 303,09$

- **Berat Pb**

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

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

- **Berat Ti**

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

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

- **Berat O**

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

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

Pengecekan perhitungan berat senyawa :

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

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

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

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

- **Persen Ti**

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

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

- **Persen O**

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

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

Pengecekan jumlah prosentase unsur :

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

Pengecekan 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**

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

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

Pengecekan perhitungan berat senyawa :

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

Perhitungan penggabungan dua material $\text{PbCO}_3 + \text{TiO}_2$:

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**

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

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

Pengecekan jumlah prosentase unsur :

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

Prosentase unsur TiO₂ :**- Persen Ti**

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

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

- Persen O

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

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

Pengecekan jumlah prosentase unsur :

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

Berat material PbCO₃ + TiO₂ :**- Berat PbCO₃**

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

$$\text{PbCO}_3 = \frac{17,08980}{77,5411\%} \times 100 \% = 22,03966 \text{ gram}$$

- **Berat TiO₂**

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

$$\text{TiO}_2 = \frac{3,95097}{59,94993 \%} \times 100 \% = 6,59044 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat PbCO}_3 + \text{TiO}_2 &= 22,03966 + 6,59044 \\ &= 28,6301 \text{ gram} \end{aligned}$$

Berat CO₂ di dalam PbCO₃ :

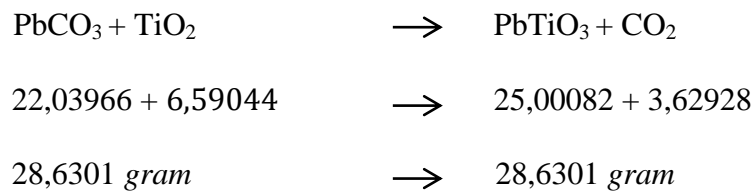
$$\text{CO}_2 = \frac{\text{Mr senyawa CO}_2}{\text{Mr senyawa PbCO}_3} \times \text{berat PbCO}_3$$

$$\text{CO}_2 = \frac{44}{267,2} \times 22,03966 = 3,62928 \text{ gram}$$

Pengecekan hasil dari reaksi yang terjadi : gas CO₂ di dalam PbCO₃ terlepas pada proses *sintering*.

$$\begin{aligned} (\text{PbCO}_3 + \text{TiO}_2) - \text{CO}_2 &= 28,6301 \text{ gram} - 3,62928 \text{ gram} \\ &= 25,00082 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi jumlah senyawa yang akan dicapai adalah sebesar 25,00082 gram



Berdasarkan perencanaan penelitian dengan perhitungan *stoichiometry*, 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 *dry milling* maka tidak ada penambahan alkohol.

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 material sensor pendeteksi bencana dini. 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 material sensor pendeteksi bencana dini.

Tahap ketiga pada rekayasa dan pembuatan material *piezoelectric* sebagai material sensor pendeteksi bencana dini 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 dan kemudian mesin atau alat diputar dengan kecepatan 900 rpm. Campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 kedalam *vial* dalam keadaan *dry milling* atau tanpa campuran alkohol. Proses pemaduan mekanik berjalan sampai dengan waktu tertentu dan pada setiap interval waktu 3 jam 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*). Setelah proses pemaduan mekanik berakhir dilanjutkan proses ke proses *sintering* dimana sampel dipanaskan pada temperatur 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C dan 1100 °C di dalam *furnace* (dapur pemanas) selama beberapa jam. Proses ini dimaksudkan untuk melihat waktu terbentuknya fasa PbTiO_3 keramik dari campuran PbCO_3 dan TiO_2 , sebagai fungsi temperatur dan waktu pemanasan. Pada proses ini selain untuk melihat proses pembentukan fasa PbTiO_3 keramik juga untuk melihat proses pertumbuhan kristalit PbTiO_3 keramik yang juga merupakan fungsi temperatur dan waktu pemanasan yang berhubungan ukuran partikel dan kristalit yang dihasilkan. Dari 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.

3. 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. Dengan 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:

a) 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

<i>Milling Time</i> (Jam)	Data Ke -	Ukuran Partikel (μm) Pengujian PSA Campuran $\text{PbCO}_3 + \text{TiO}_2$	Ukuran Rata-rata (μm)	Standart Deviasi
(n)	1		Data ke	
	2		(1+2+3)/3	
	3		(μm)	

b) 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 HighScore Plus, XRD yang digunakan pada penelitian ini adalah dengan *cathode* Co, tipe Philips PW/1835. XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dengan menggunakan metode *point counting* atau *XRD line broadening analysis*, dengan menggunakan persamaan Scherrer, data ukuran kristalit akan di tampilkan seperti pada Tabel 3.4.

Tabel 3.4. Hasil Pengujian ukuran *crystalline-size* dari PbCO_3 dan TiO_2

<i>Milling Time</i> (Jam)	Ukuran Kristalit (nm) Pengujian XRD Campuran $\text{PbCO}_3 + \text{TiO}_2$
(n)	

Setelah dilakukan karakterisasi ukuran partikel dan kristalit sebagian dari campuran PbCO_3 dan TiO_2 dilakukan proses *sintering*.

c) Setelah dibuat spesimen pada masing-masing variasi waktu *milling*, lalu kemudian 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 Sintering °C	Ukuran kristalit campuran PbTiO ₃ (nm)	Pola Difraksi
500°C		
600°C		
700°C		
800°C		
900°C		
1000°C		
1100°C		

4. Analisis Data

Data yang diperoleh selanjutnya dianalisa dengan cara mengolah data yang terkumpul. Data mentah tersebut kemudian dimasukkan ke dalam persamaan-persamaan yang ada sehingga diperoleh data yang kuantitatif, yaitu data yang berupa angka-angka. Analisis data uji PSA dan XRD material *piezoelectric* PbTiO₃ keramik akibat pengaruh lama waktu *milling*

dan suhu pemanasan atau *sintering* dengan variasi waktu *milling* 1, 3, 5, 10, 15, 20, 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 sebagai material sensor pendeteksi bencana dini dengan mengoptimalkan ukuran partikel dan kristalit yang dihasilkan.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. HASIL PENELITIAN

Penelitian ini secara garis besar menggunakan dua proses, yaitu proses *mechanical alloying* dan *sintering* dengan menggunakan bahan dasar PbCO_3 dan TiO_2 yang sebelumnya telah dilakukan perhitungan stoikiometri dan penimbangan. Selanjutnya material tersebut di uji dengan menggunakan PSA (*Particle Size Analyzer*) untuk mengetahui partikel material PbCO_3 dan TiO_2 yang telah melalui proses *mechanical alloying* dan *sintering*. Kemudian setelah melalui uji PSA, material PbCO_3 dan TiO_2 diuji menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*) untuk mengetahui pembentukan fasa tunggal (*single phase*) dan ukuran kristalinitnya. Berikut hasil dari karakterisasi bahan dasar hingga mencapai material yang telah selesai diproses :

1. Hasil Pengujian Bahan Dasar

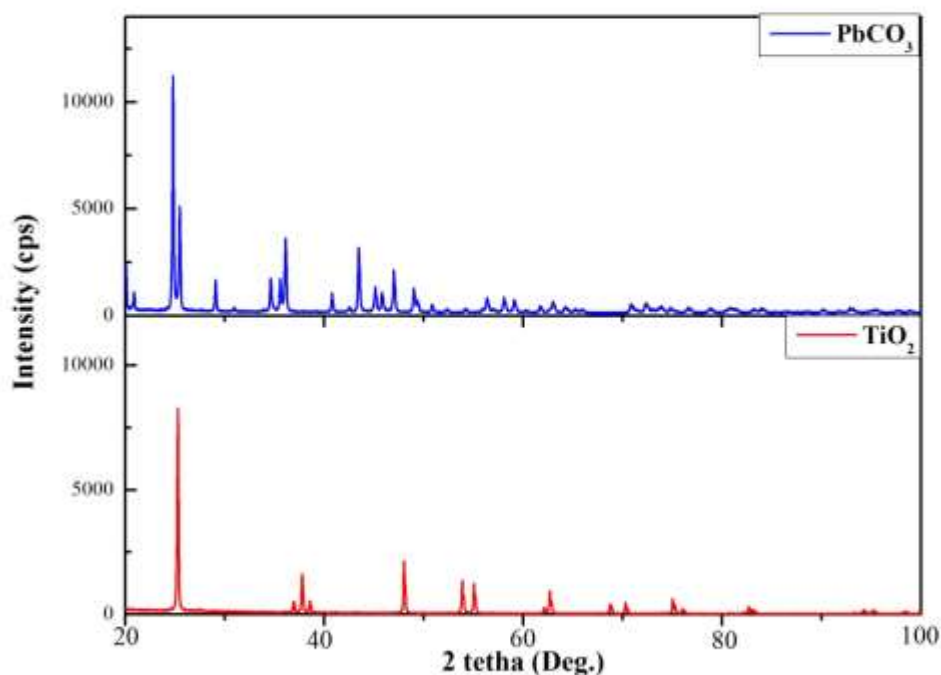
Bahan dasar yang digunakan dalam pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 adalah PbCO_3 dan TiO_2 , masing-masing bahan dasar yang dipakai dalam penelitian ini belumlah dicantumkan ukuran partikel awal oleh karena itu masing-masing bahan dasar tersebut perlu dilakukan pengujian untuk mengetahui ukuran partikel dengan menggunakan *Particle Size Analyzer*

(PSA) terhadap kedua material PbCO_3 dan TiO_2 . Berdasarkan hasil uji dengan menggunakan PSA yang telah dilakukan, diperoleh ukuran yang dapat dilihat pada Tabel 4.1 berikut ini :

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

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

Selanjutnya setelah memperoleh data ukuran partikel rata-rata senyawa dasar PbCO_3 dan TiO_2 , material dasar perlu di karakterisasi untuk mengetahui kemurnian dan kandungan senyawa yang terdapat pada material tersebut. Pengujian kandungan material PbCO_3 dan TiO_2 sebagai bahan dasar pembuatan *piezoelectric* PbTiO_3 perlu di karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*). Penggunaan alat tersebut berfungsi untuk mendapatkan data kuantitatif berupa hasil karakterisasi, kemudian data angka-angka hasil dari pengujian dibuatlah grafik puncak atau *peak* hasil pola difraksi XRD menggunakan bantuan *software* Highscore Plus dan OriginPro 8. Berikut grafik *peak* hasil XRD ditampilkan pada Gambar 4.1 untuk PbCO_3 dan TiO_2 :



Gambar 4.1. Pola difraksi bahan dasar PbCO_3 dan TiO_2 .

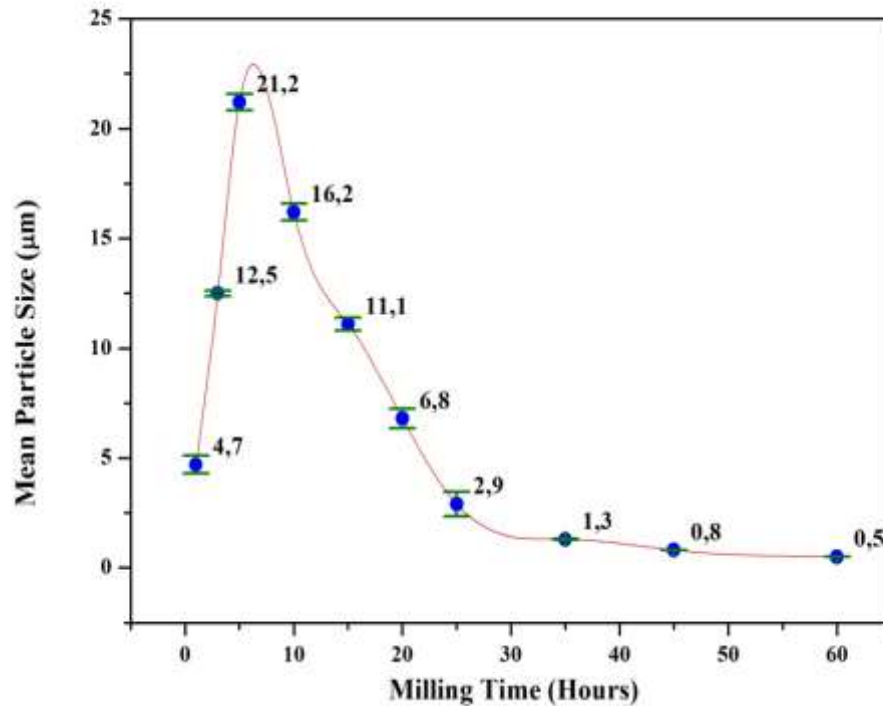
2. Hasil Karakterisasi Proses *Mechanical Alloying*

a. Pengukuran material menggunakan *Particle Size Analyzer (PSA)*

Pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 ini melewati proses pencampuran dengan metode *mechanical alloying*, kemudian setelah itu dilakukan proses karakterisasi dan pengukuran partikel yang dilakukan dengan PSA dan XRD guna mengetahui pola difraksi dan pengecilan ukuran partikel material *piezoelectric* tersebut. Pengujian ini mempunyai dua model hasil pengujian yaitu ukuran pasti berupa data kuantitatif seperti pada Tabel 4.2 dan grafik hasil pengolahan data menggunakan *software* OriginPro 8 ditunjukkan pada Gambar 4.2. Berikut ini Tabel 4.2 dan Gambar 4.2:

Tabel 4.2. Ukuran Partikel Campuran Serbuk PbCO₃ dan TiO₂.

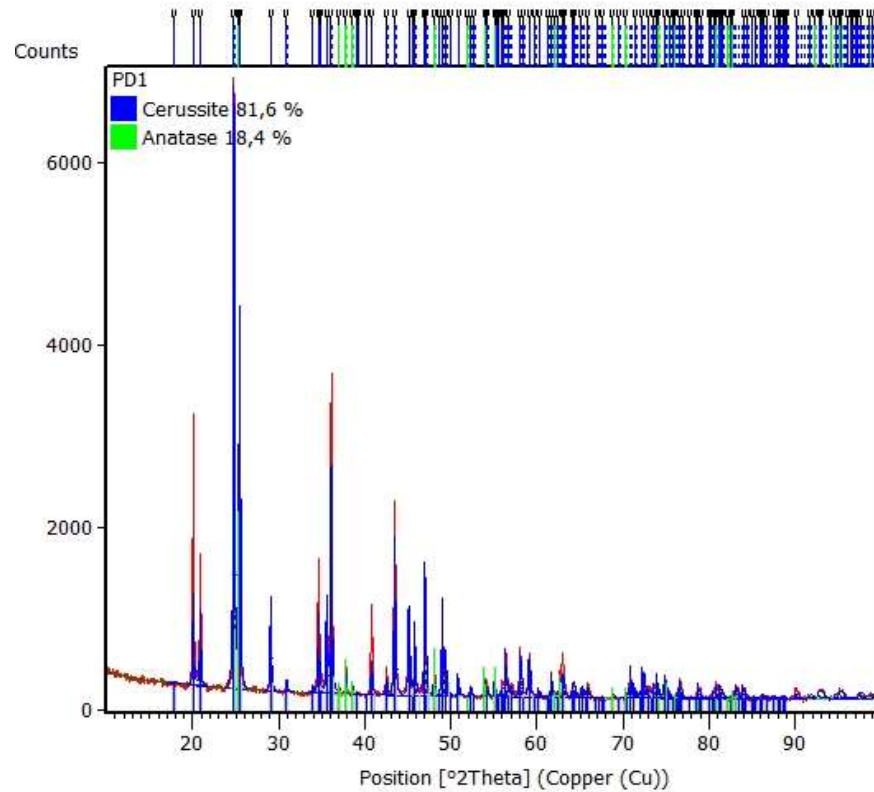
<i>Milling Time</i> (Jam)	Data Ke -	Ukuran Partikel (μm)	Ukuran Rata- rata (μm)	Standart Deviasi
1	1	5,180	4,7	0,416
	2	5,123		
	3	4,035		
3	1	12,13	12,5	0,124
	2	12,73		
	3	12,75		
5	1	20,72	21,2	0,380
	2	21,07		
	3	21,92		
10	1	16,96	16,2	0,391
	2	15,93		
	3	15,83		
15	1	11,55	11,1	0,289
	2	11,42		
	3	10,56		
20	1	6,825	6,8	0,433
	2	6,207		
	3	7,523		
25	1	3,621	2,9	0,550
	2	3,030		
	3	2,147		
35	1	1,185	1,3	0,0204
	2	1,334		
	3	1,471		
45	1	0,823	0,8	0,00531
	2	0,966		
	3	0,870		
60	1	0,546	0,5	0,00159
	2	0,497		
	3	0,467		



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

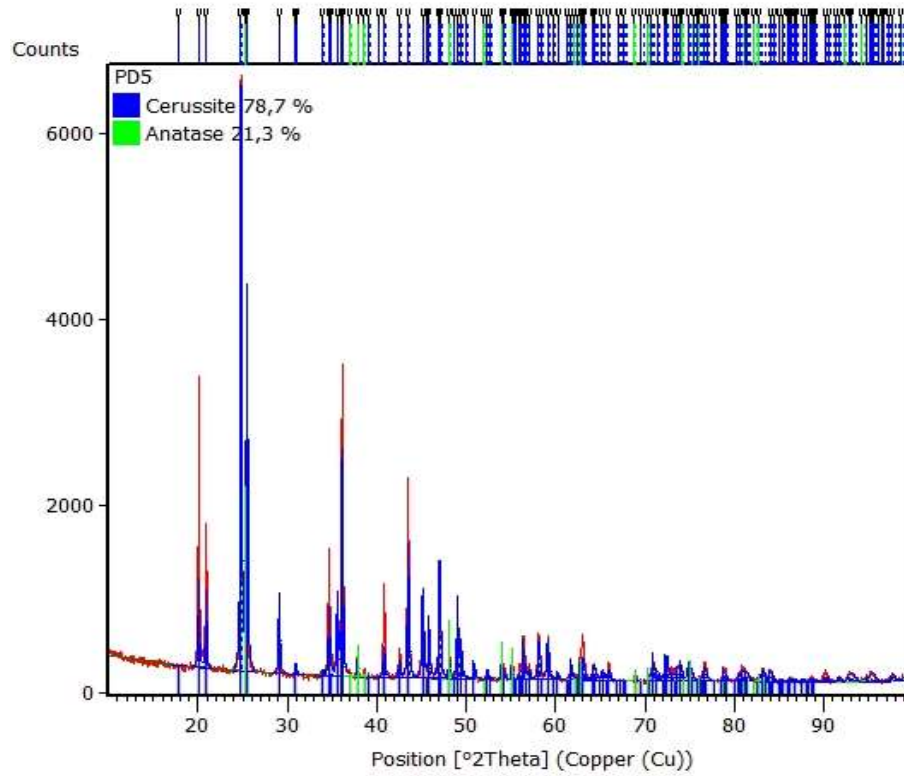
b. Pengukuran material menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*

Proses selanjutnya yaitu dilakukan pengujian kandungan senyawa PbCO_3 dan TiO_2 yang telah dipadu menggunakan metode *mechanical alloying* dengan menggunakan alat XRD untuk mengetahui kristalit yang terdapat pada material kemudian diolah menggunakan *software* HighScore Plus. Berikut hasil yang ditampilkan dalam bentuk gambar :

Anatase (TiO_2)Cerrusite (PbCO_3)

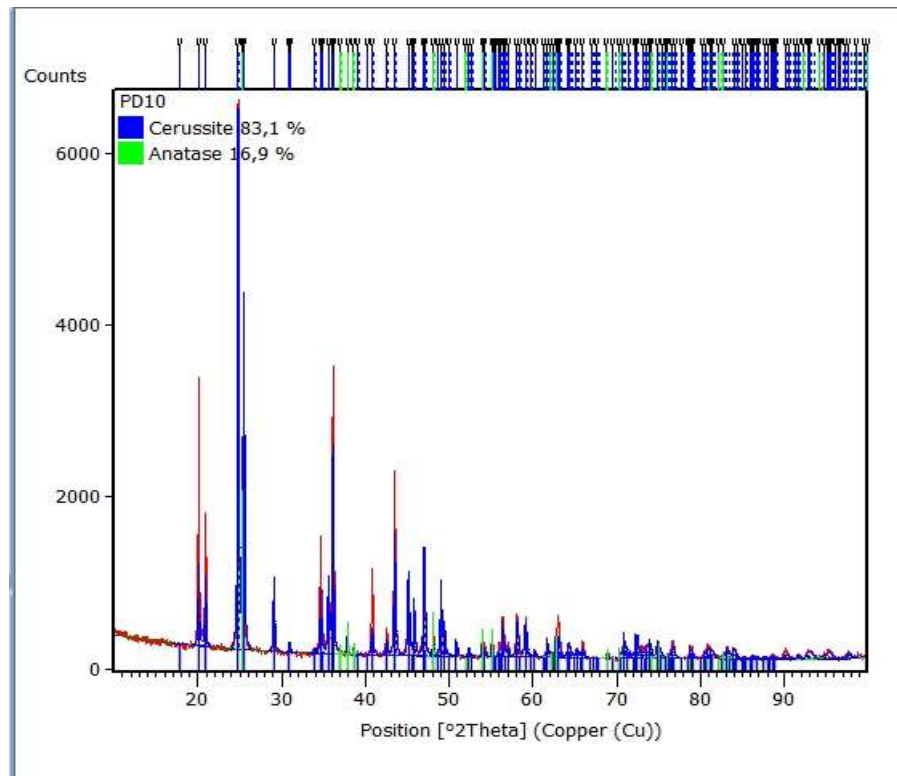
Derived Data		Derived Data	
Micro Strain [%]	0,067	Micro Strain [%]	0,102
Micro Strain ESD	0	Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	2025,1	Crystallite Size [Å]	929,4
Crystallite Size ESD	0	Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	3,9	Density [g/cm ³]	6,57
F000	152	F000	448
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00	Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	319,6	Formula Mass	1068,84
R Bragg	5,86	R Bragg	16,26
Weight Percentage [%]	18,42873	Weight Percentage [%]	81,57127
Recalculated Weight Perc...	0	Recalculated Weight Perc...	0
As Received Weight Perc...	0	As Received Weight Perc...	0

Gambar 4.3. Pola difraksi X-Ray dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dengan variasi waktu *milling* 1 Jam

Anatase (TiO₂)Cerrusite (PbCO₃)

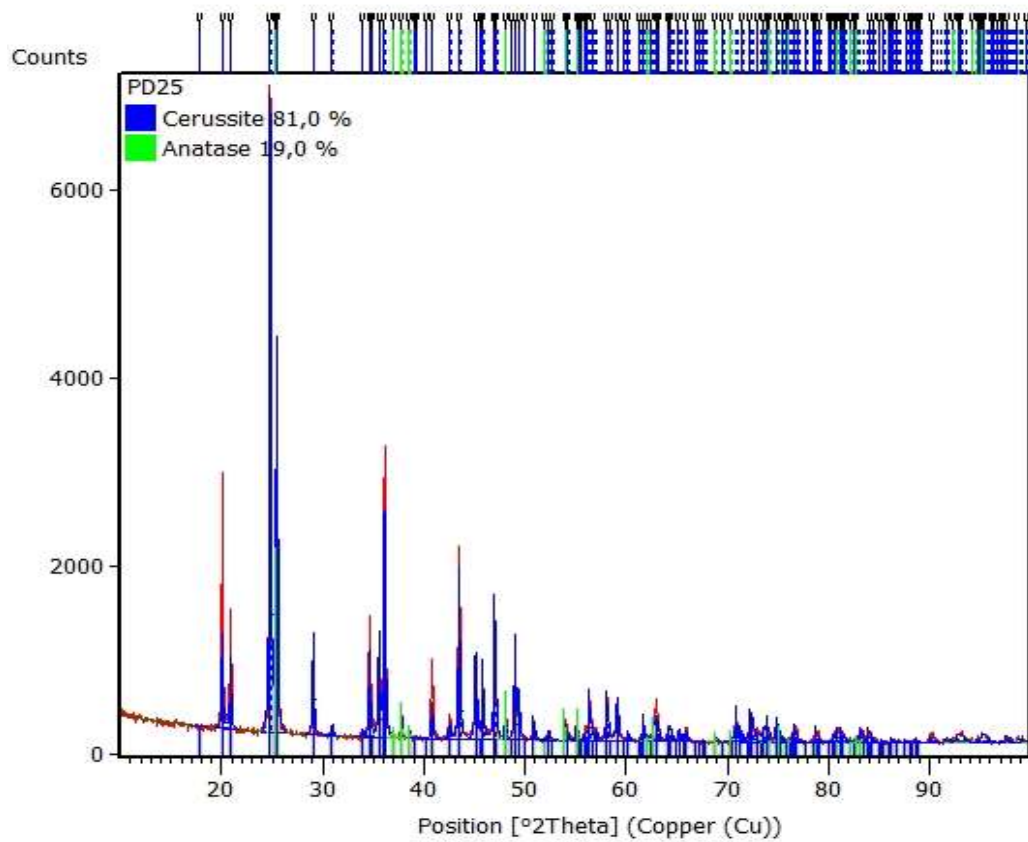
Derived Data		Derived Data	
Micro Strain [%]	0,065	Micro Strain [%]	0,111
Micro Strain ESD	0	Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	1925,6	Crystallite Size [Å]	902,6
Crystallite Size ESD	0	Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	3,24	Density [g/cm ³]	6,57
F000	127,36	F000	448
Chemical Formula	O8,00 Ti2,88	Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	265,95	Formula Mass	1068,84
R Bragg	6,83	R Bragg	16,56
Weight Percentage [%]	21,34542	Weight Percentage [%]	78,65458
Recalculated Weight Per...	0	Recalculated Weight Per...	0
As Received Weight Perc...	0	As Received Weight Perc...	0

Gambar 4.4. Pola difraksi X-Ray dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO₃ dan TiO₂ dengan variasi waktu *milling* 5 Jam

Anatase (TiO_2)Cerrusite (PbCO_3)

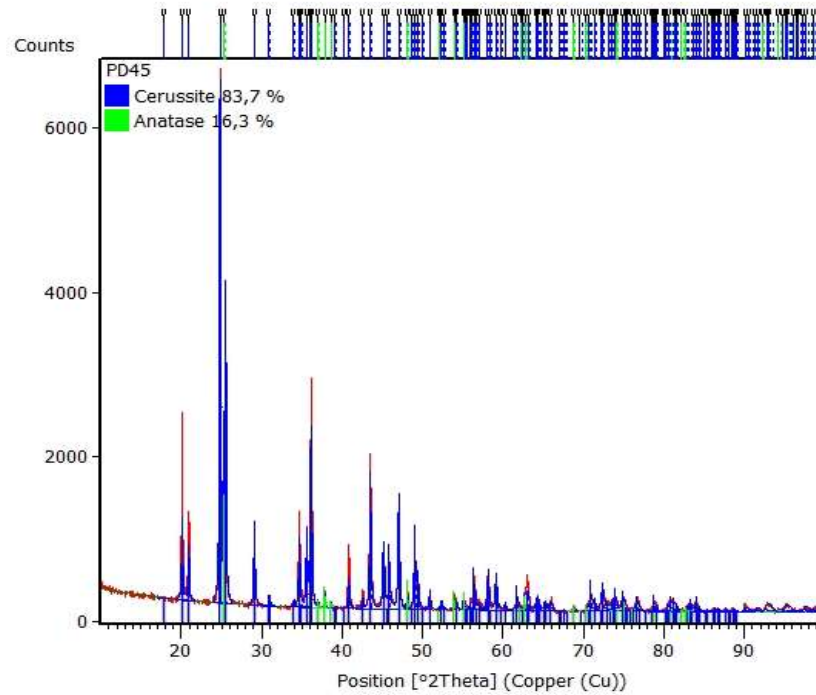
Derived Data		Derived Data	
Micro Strain ...	0,065	Micro Strain ...	0,110
Micro Strain ...	0	Micro Strain ...	0
Crystallite Si...	1642,5	Crystallite Si...	886,8
Crystallite Si...	0	Crystallite Si...	0
Density [g/c...	3,9	Density [g/c...	6,57
F000	152	F000	448
Chemical For... O8,00 Ti4,00		Chemical For... O12,00 C4,00 Pb4,00	
Formula Mass	319,6	Formula Mass	1068,84
R Bragg	6,61	R Bragg	16,56
Weight Perc...	16,87662	Weight Perc...	83,12338
Recalculated...	0	Recalculated...	0
As Received...	0	As Received...	0

Gambar 4.5. Pola difraksi *X-Ray* dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dengan variasi waktu *milling* 10 Jam

Anatase (TiO_2)Cerrusite (PbCO_3)

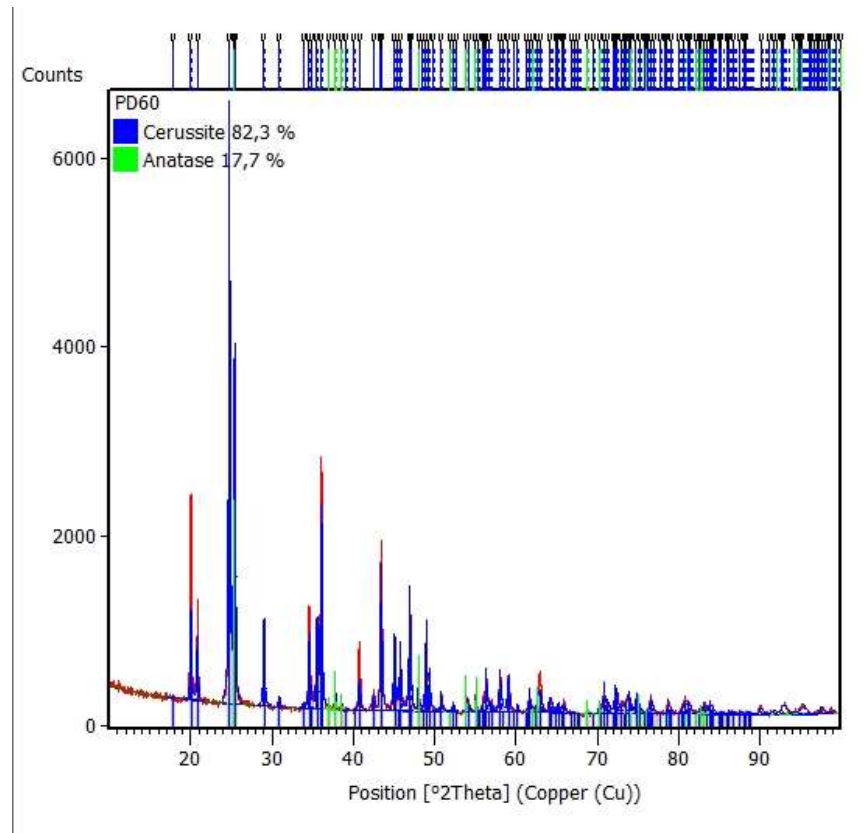
Derived Data		Derived Data	
Micro Strain [%]	0,051	Micro Strain [%]	0,107
Micro Strain ESD	0	Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	1225,0	Crystallite Size [Å]	870,1
Crystallite Size ESD	0	Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	3,9	Density [g/cm ³]	6,57
F000	152	F000	448
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00	Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	319,6	Formula Mass	1068,84
R Bragg	5,31	R Bragg	13,14
Weight Percentage [%]	19,0493	Weight Percentage [%]	80,9507
Recalculated Weight Perc...	0	Recalculated Weight Perc...	0
As Received Weight Perc...	0	As Received Weight Perc...	0

Gambar 4.6. Pola difraksi X-Ray dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dengan variasi waktu *milling* 25 Jam

Anatase (TiO₂)Cerrusite (PbCO₃)

Derived Data		Derived Data	
Micro Strain [%]	0,059	Micro Strain [%]	0,119
Micro Strain ESD	0	Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [Å]	1205,5	Crystallite Size [Å]	834,0
Crystallite Size ESD	0	Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm ³]	3,9	Density [g/cm ³]	6,56
F000	152	F000	448
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00	Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	319,6	Formula Mass	1068,84
R Bragg	5,39	R Bragg	11,4
Weight Percentage [%]	16,29778	Weight Percentage [%]	83,70222
Recalculated Weight Per...	0	Recalculated Weight Per...	0
As Received Weight Perc...	0	As Received Weight Perc...	0

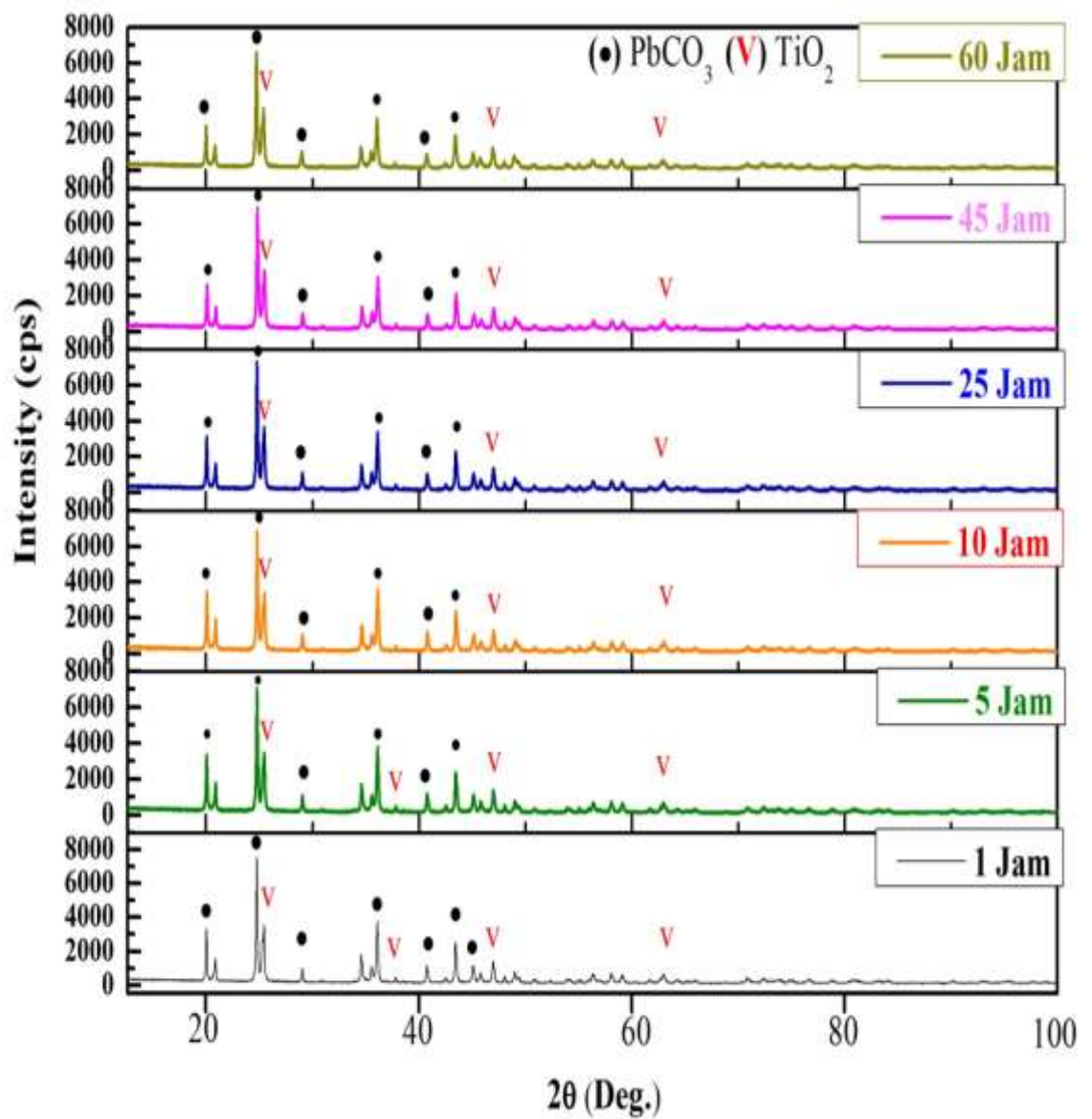
Gambar 4.7. Pola difraksi X-Ray dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO₃ dan TiO₂ dengan variasi waktu *milling* 45 Jam

Anatase (TiO_2)Cerrusite (PbCO_3)

Derived Data:		Derived Data:	
Micro Strain [%]	0,041	Micro Strain [%]	0,135
Micro Strain ESD	0	Micro Strain ESD	0
Crystallite Size [\AA]	1008,9	Crystallite Size [\AA]	772,3
Crystallite Size ESD	0	Crystallite Size ESD	0
Density [g/cm^3]	3,9	Density [g/cm^3]	6,57
F000	152	F000	448
Chemical Formula	O8,00 Ti4,00	Chemical Formula	O12,00 C4,00 Pb4,00
Formula Mass	319,6	Formula Mass	1068,84
R Bragg	4,74	R Bragg	10,61
Weight Percentage [%]	17,7229	Weight Percentage [%]	82,2771
Recalculated Weight Per...	0	Recalculated Weight Per...	0
As Received Weight Perc...	0	As Received Weight Perc...	0

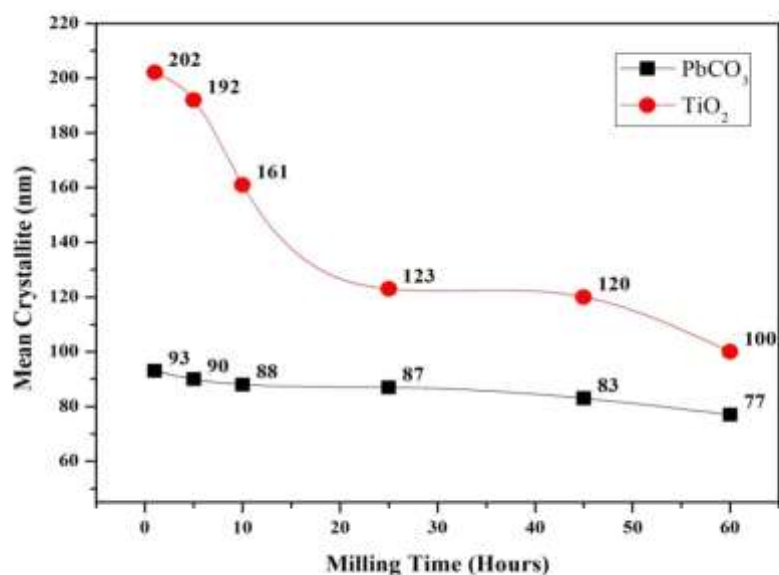
Gambar 4.8. Pola difraksi X-Ray dan ukuran kristalit pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 dengan variasi waktu *milling* 60 Jam

Kemudian data olahan tadi di ubah menjadi grafik menggunakan bantuan *software* OriginPro 8 untuk lebih mempermudah dalam penyajian dan pembacaan. Berikut hasil grafik pola difraksi dan rata-rata kristalinitas yang telah di olah menggunakan OriginPro 8:



Gambar 4.9. Pola difraksi X-Ray pada campuran serbuk PbCO_3 (•) dan TiO_2 (V) dengan variasi waktu *milling*

Selain dari ukuran partikel yang telah didapat dengan uji PSA, selanjutnya proses *mechanical alloying* tadi juga dikarakterisasi guna mengetahui ukuran kristalit menggunakan XRD, kemudian diperoleh data yang dapat diolah menggunakan *software* HighScore Plus untuk mengetahui ukuran kristalit pada material PbCO_3 dan TiO_2 kemudian dikonversi dalam bentuk grafik menggunakan *software* OriginPro 8. Berikut hasil data kuantitatif ukuran kristalit pada Gambar 4.10:

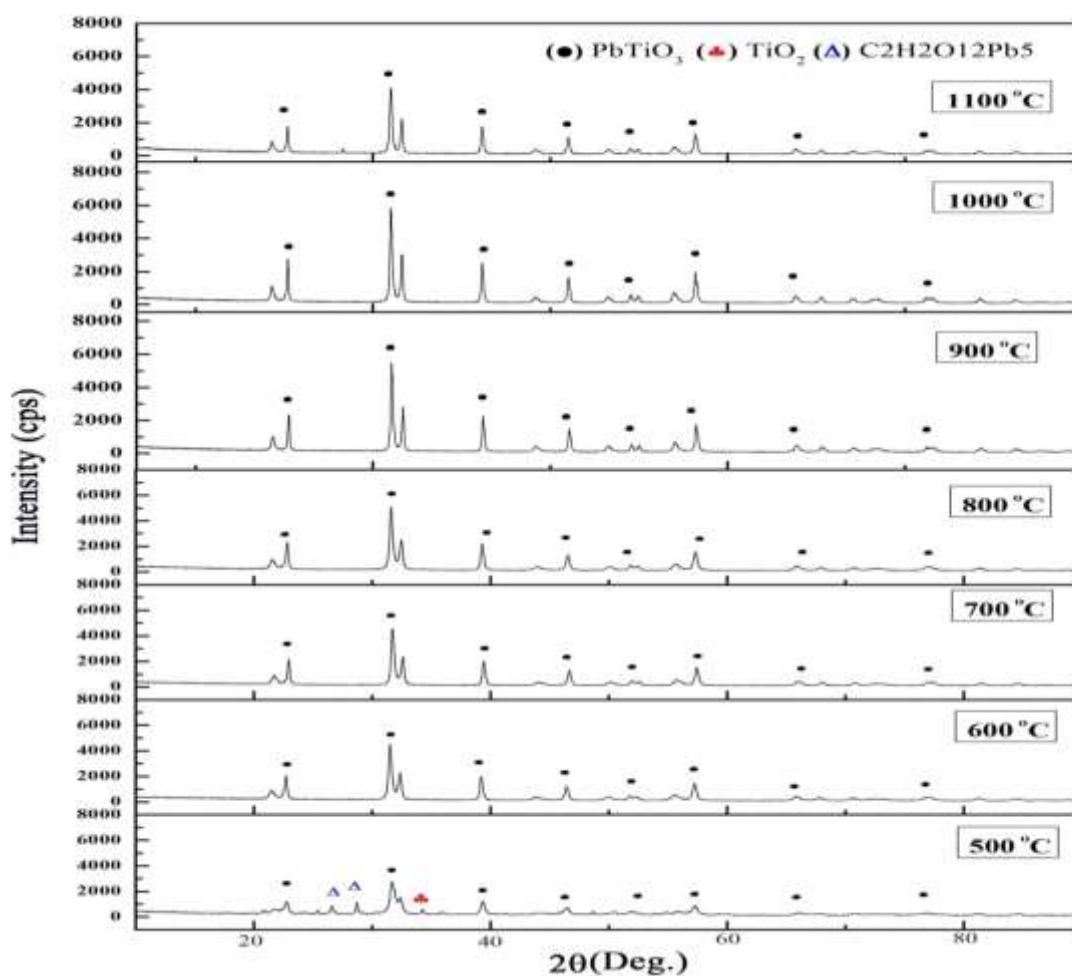


Gambar 4.10. Ukuran rata-rata kristalit campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2

3. Hasil Karakterisasi Proses *Sintering*

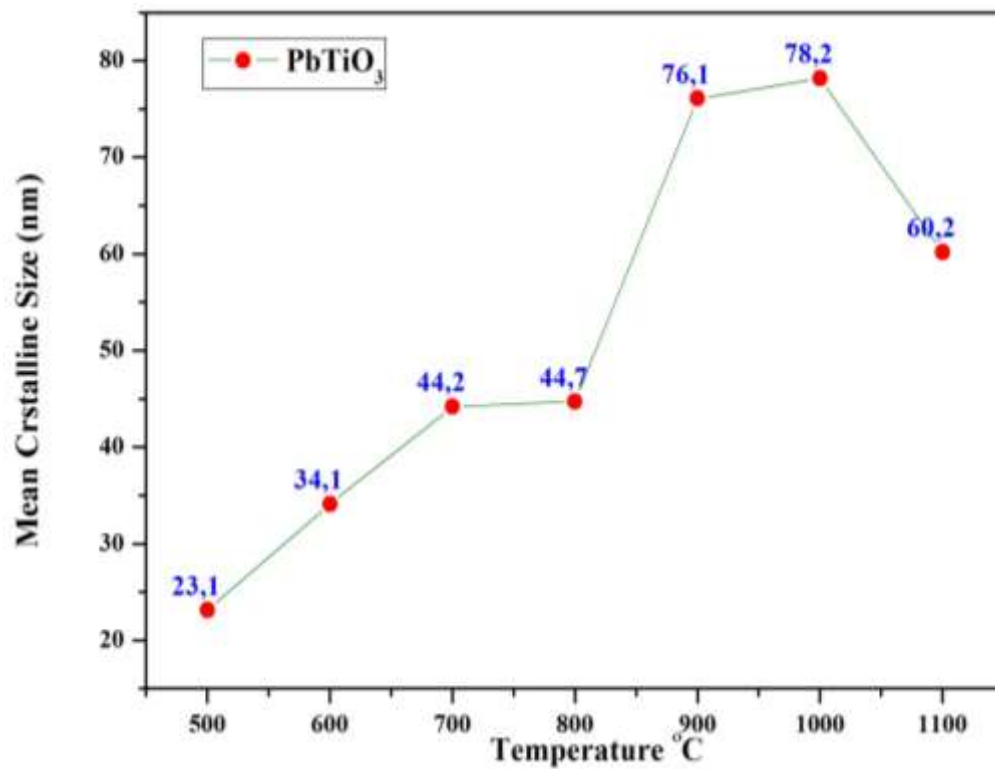
Proses kedua setelah material PbCO_3 dan TiO_2 melewati pencampuran dengan metode *mechanical alloying* yaitu dilakukan proses perlakuan pemberian panas pada material dengan temperatur tertentu hingga mencapai

fasa yang diinginkan sebagai material *piezoelectric* PbTiO_3 , proses ini lebih dikenal dengan proses *sintering*, kemudian di karakterisasi menggunakan XRD. Hasil dari karakteristik yang berupa data kemudian diproses dan diolah menggunakan bantuan *software* HighScore Plus dan OriginPro 8. Berikut hasil karakterisasi XRD ditampilkan pada Gambar 4.11



Gambar 4.11. Pola difraksi *x-ray* pada campuran serbuk PbCO_3 dan TiO_2 yang disintering pada temperatur 500 °C, 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C, 1100°C dengan waktu penahanan (*holding*) 1 jam.

Pengukuran kristalit juga menggunakan alat yang sama untuk material *piezoelectric* PbCO_3 . Data dari hasil pengukuran berdasarkan pola difraksi Gambar 4.11, kemudian menggunakan persamaan Debye Scherer, hasilnya ditampilkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12. Ukuran kristalit fasa PbTiO_3 yang di *sintering* pada temperatur 500 $^{\circ}\text{C}$, 600 $^{\circ}\text{C}$, 700 $^{\circ}\text{C}$, 800 $^{\circ}\text{C}$, 900 $^{\circ}\text{C}$, 1000 $^{\circ}\text{C}$, 1100 $^{\circ}\text{C}$ dengan dengan waktu penahanan (*holding*) 1 jam

B. PEMBAHASAN

Secara garis besar analisis material *piezoelectric* PbTiO_3 dibagi menjadi tiga yaitu material dasar, proses *mechanical alloying* dan *sintering*. Berikut pembahasan dari masing-masing proses pembuatan material *piezoelectric* PbTiO_3 :

1. Material Dasar

Dilakukannya pengujian material dasar (*raw material*) PbCO_3 dan TiO_2 bertujuan untuk mengetahui kandungan senyawa dasar pada material yang nantinya akan digunakan untuk persiapan pembuatan *piezoelectric* PbTiO_3 .

Data bahan dasar yang ditampilkan akan dijadikan acuan awal untuk mengetahui pengecilan ukuran partikel setelah melalui berbagai proses pada pembuatan *piezoelectric* PbTiO_3 , hasil data karakterisasi XRD juga digunakan untuk juga digunakan untuk mengetahui kepastian kandungan senyawa yang ada pada material PbCO_3 dan TiO_2 yang dipakai dalam pembuatannya.

Hasil pengujian PSA yang ditampilkan pada Tabel 4.1 terhadap ukuran partikel serbuk PbCO_3 dan TiO_2 *pro-analis* yang menunjukkan nilai rata-rata ukuran partikel awalnya. Ukuran yang didapat dari hasil pengukuran menunjukkan bahwa ukuran rata-rata partikel dari PbCO_3 sebesar $1,334 \mu\text{m}$ dan TiO_2 sebesar $0,795 \mu\text{m}$.

Kemudian dilanjutkan data hasil pengujian XRD kandungan senyawa pada material dasar PbCO_3 dan TiO_2 dapat diketahui melalui Gambar 4.1 yang menunjukkan pola difraksi dari material tersebut. Dari pengujian tersebut mendapatkan data pola difraksi yang sesuai dan menunjukkan bahwa material dasar tersebut merupakan senyawa PbCO_3 dan TiO_2 dan layak untuk digunakan sebagai material dasar *piezoelectric* PbTiO_3

2. Proses *Mechanical Alloying*

Selanjutnya setelah pengujian material dasar dilakukan proses pemaduan material dengan proses *mechanical alloying* yang bertujuan mencampurkan material dasar PbCO_3 dan TiO_2 untuk menghasilkan material yang homogen. Dilihat pada Gambar 4.2 yang merupakan grafik pengujian *Partikel Size Analyzer* (PSA) proses *mechanical alloying* menjelaskan bahwa pencampuran kedua senyawa ketika tahap awal mengalami peningkatan ukuran partikel, dimana pada material ini dapat dilihat pada pencampuran 1-5 jam mengalami kenaikan ukuran partikel dari 4,7-21,2 μm . Seperti pada teorinya pada waktu pemaduan 1-5 jam pencampuran kedua bahan dasar tersebut mengalami yang disebut *cold weld*, yaitu bergabungnya kedua partikel bahan dasar hingga membentuk ikatan erat antar partikel akibat tumbukan *ball mill*. Proses tumbukan terus menerus antar *ball mill* sehingga masuk tahap kedua dimana lama

kelamaan akan menyebabkan kedua bahan dasar membentuk *laminated powder* sampai ukuran partikel mencapai ukuran partikel maksimumnya adalah 21,2 μm yang diperoleh pada 10 jam proses *milling*. Pada proses pemaduan 10 jam material sudah mencapai homogenisasi menjadi satu paduan, dan apabila proses pemaduan di teruskan maka campuran kedua bahan dasar PbCO_3 dan TiO_2 mengalami penggetasan. Ketika proses *milling* memasuki tahap ketiga yaitu 10-60 jam pemaduan material memasuki tahap penggetasan (*fracture*) akibat pemaduan yang terjadi secara terus menerus dari suatu material sehingga mengalami pengecilan ukuran partikel secara signifikan dari 21,2-0,8 μm yang diperoleh pada 45 jam pemaduan.

Selain pengecilan ukuran partikel, terjadi pula deformasi mikrostruktur pada saat material PbCO_3 dan TiO_2 dipadu dan menjadikan material tersebut paduan baru yang homogen berbeda dengan material dasarnya. Apabila pada tahap ketiga ini proses *mechanical alloying* dilakukan terus menerus dapat menyebabkan proses penghalusan partikel menjadi hampir konstan atau tidak ada pengecilan. Seperti pada Gambar 4.2, ditunjukkan pada pemaduan 45-60 jam sudah mulai konstan dan tidak mengalami pengecilan dengan ukuran partikel akhir 0,5 μm .

Hasil proses *mechanical alloying* selanjutnya diuji dengan XRD untuk mengetahui pengaruh pemaduan mekanik terhadap bentuk

fasanya juga untuk mengetahui seberapa besar kristalit yang terbentuk, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Dilihat pada Gambar 4.3 dapat diketahui pola difraksi XRD yang menggambarkan bentukan fasa dari campuran PbCO_3 dan TiO_2 setelah proses *milling* 60 jam, terlihat bahwa puncak (*peak*) masih dalam kondisi yang sama sehingga dapat disimpulkan bahwa dalam proses pepaduan menggunakan metode *mechanical alloying* tidak mempengaruhi bentuk fasa senyawa yang dihasilkan.

Setelah pengujian menggunakan XRD data hasil pengukuran kristalit tersebut diolah dengan bantuan *software* HighScore Plus dan kemudian diproses dalam bentuk grafik dengan *software* OriginPro8. Ditunjukkan dengan Gambar 4.10 bahwa *mechanical alloying* berpengaruh terhadap ukuran kristalit material PbCO_3 dan TiO_2 . Dapat dilihat dari Gambar 4.10 proses pepaduan selama 60 jam menyebabkan menurunnya nilai ukuran rata-rata kristalit PbCO_3 dan TiO_2 , namun seiring bertambahnya waktu dalam proses *milling* pengecilan ukuran rata-rata tidak begitu signifikan ditunjukkan dengan rata-rata TiO_2 ukuran kristalnya 202-100 nm dan PbCO_3 dengan ukuran rata-rata 93-77 nm. Peristiwa pengecilan ukuran kristalit disebabkan oleh tumbukan antara *ball mill* secara terus menerus, sehingga paramater kisi dari kristal tersebut juga ikut mengecil sesuai fungsi waktu pepaduan.

3. Proses *Sintering*

Proses *Sintering* dilakukan dengan cara memanaskan campuran PbCO_3 dan TiO_2 dengan ukuran partikel terkecil, yaitu 60 nm. Pemilihan ukuran partikel terkecil dilakukan dengan harapan pada satu partikel memiliki satu kristalit atau setidaknya mendekati, karena dapat meningkatkan sifat *piezoelectric*nya. Dilakukannya proses *sintering* bertujuan untuk memperbaiki struktur dan kualitas material tersebut juga mengurangi pori-pori pada produk mencapai 1-5% serta menghasilkan produk dengan densitas tinggi.

Pada proses ini pemanasan (*sintering*) campuran material PbCO_3 dan TiO_2 dilakukan dengan temperatur 500°C, 600°C, 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C dengan waktu penahanan (*holding*) pada setiap pengujiannya adalah 1 jam agar mendapatkan variasi pada setiap perubahan temperaturnya. Menurut teori material *piezoelectric* PbCO_3 belum terbentuk dibawah suhu 500°C.

Dilihat pada Gambar 4.11 dapat diketahui bahwa saat awal proses *sintering* dengan temperatur 500°C sudah mulai terbentuk fasa baru dari campuran PbCO_3 dan TiO_2 yaitu senyawa *piezoelectric* PbTiO_3 namun jika dilihat material tersebut belum memperoleh fasa tunggal atau *single phase* dikarenakan masih terdapat senyawa lain di dalam material PbTiO_3 . Oleh karena itu disimpulkan bahwa material tersebut masih memerlukan temperatur

yang lebih tinggi dan waktu yang lebih lama untuk memperoleh fasa yang sesuai.

Pola difraksi yang ditunjukkan Gambar 4.11 menunjukkan bahwa ketika sampel di *sintering* pada temperatur 600°C sudah terbentuk fasa tunggal material PbTiO_3 dengan struktur kristal berbentuk *tetragonal perovskite*. Hal ini diperkuat dengan variasi temperatur 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C hingga 1100°C agar dapat membuktikan bahwa material *piezoelectric* PbTiO_3 terbentuk sempurna fasa tunggal (*single phase*). Variasi temperatur dalam proses *sintering* juga bertujuan untuk meningkatkan ukuran kernalitnya, semakin tinggi temperatur semakin tinggi pula ukuran kernalitnya ditunjukkan dengan Gambar 4.12 dimana pada temperatur 500°C ukuran kernalit material *piezoelectric* PbTiO_3 sebesar 23 nm kemudian pada puncaknya yaitu pada temperatur 1000°C sebesar 78 nm.

Fasa yang terbentuk sempurna pada temperatur 1100°C dengan penahan 1 jam mempunyai struktur kristal *tetragonal perovskite*. Bentuk kristal *tetragonal perovskite* inilah yang dapat menghasilkan *dipole* listrik yang dapat dimanfaatkan berbagai aplikasi material *piezoelectric* PbTiO_3 . *Dipole* listrik akan semakin meningkat seiring dengan bertambahnya temperatur dan waktu *sintering*nya, karena kernalit yang dihasilkan semakin besar.

C. KETERBATASAN PENELITIAN

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

1. Pengujian sifat listrik belum bisa dilakukan, hal tersebut dikarekan tidak adanya alat uji kelistrikan material *piezoelectric* yang siap digunakan.
2. Ukuran partikel belum bisa dilihat secara visual menggunakan alat uji SEM, TEM untuk mendukung data partikel material *piezoelectric*.

BAB V

PENUTUP

A. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Proses *mechanical alloying* selama 60 jam pada campuran PbCO_3 dan TiO_2 membuat campuran kedua senyawa tersebut mengalami pengecilan ukuran rata-rata partikel sampai $0,5 \mu\text{m}$ dan ukuran kristalit 100 nm dan 77 nm berturut-turut. Pengecilan ukuran partikel serta jarak antar kisi di dalam partikel mengecil sehingga ukuran kristalit mengecil akibat proses tumbukan antar *ball mill* yang terus-menerus selama 60 jam.
2. Proses *sintering* pada temperatur 500°C masih terdapat senyawa lain sehingga belum terbentuk fasa tunggal (*single phase*), ketika proses *sintering* di tingkatkan menjadi temperatur 600°C hingga 1100°C dengan waktu penahanan (*holding*) 1 jam menghasilkan fasa tunggal PbTiO_3 dengan kristalit berukuran nanometer. Perlakuan panas yang diberikan pada proses *sintering* semakin mempercepat terbentuknya fasa baru dan pertumbuhan kristalnya sesuai fungsi temperatur dan waktu penahanan.

B. SARAN

Berdasarkan pembahasan dan kesimpulan yang telah diuraikan, maka peneliti mengajukan beberapa saran sebagai berikut:

1. Pada penelitian ini ukuran partikel belum bisa mencapai 1 partikel berisi 1 kristalit, untuk itu masih banyak parameter-parameter *mechanical alloying* yang dapat divariasikan seperti variasi *ball of powder ratio* (BPR), variasi waktu *milling*, variasi lingkungan *milling*, dan juga disarankan untuk memberikan variasi terhadap proses sintering seperti temperatur, waktu penahanan (*holding time*) untuk mendapatkan ukuran 1 partikel sama dengan 1 kristalit.
2. Sebagai dasar penelitian lanjut, material dapat disubstitusikan dengan material alam lain untuk meningkatkan sifat yang lebih baik, seperti strontium, barium, dan lain lain

DAFTAR PUSTAKA

- Arnau A, A (ed). 2008. *Piezoelectric Transducers and Applications*, (2th ed).
Verlag Berlin: Springer .
- Bell, Andrew J. 2008. Ferroelectrics: The role of ceramic science and engineering.
Journal of the European Ceramic Society. 28:1307-1317.
- Chen, T.Y, Chu, S.Y., Chang, R.C., Cheng, C.K., Hong, C.S., Nien, H. H., 2007.
The characteristic of low-temperature sintered PbTiO₃ base ceramics and
its application. *Sensor and Actuators A*. 134:452-456.
- 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*. *Mekanika*. 14:13-10.
- Fox, G.R. 1990. Effects of pH and H₂O₂ upon coprecipitated PbTiO₃ powders.
Journal Of Material Science. Pennsylvania
- Hartono, S.B. 2012. Pengaruh Pressureless Sintering Terhadap Fracture
Toughness Komposit Kaolin-Zirconia. *TRAKSI 12/ 2*
- Jaffe, B., Cook, W.R., dan Jaffe, H. 1971. *Piezoelectric Ceramic*. Academic Press,
New York
- Mailadil, T.S. 2008. *Chapter six: ABO₃ Type Perovskites, Dielectric Materials for
Wireless Communications*. Elsevier Ltd.
- Moheimani, R. dan Fleming, A.J. 2006. *Piezoelectric tranducers for vibration
control and damping*. Springer-Verlag London Limited.

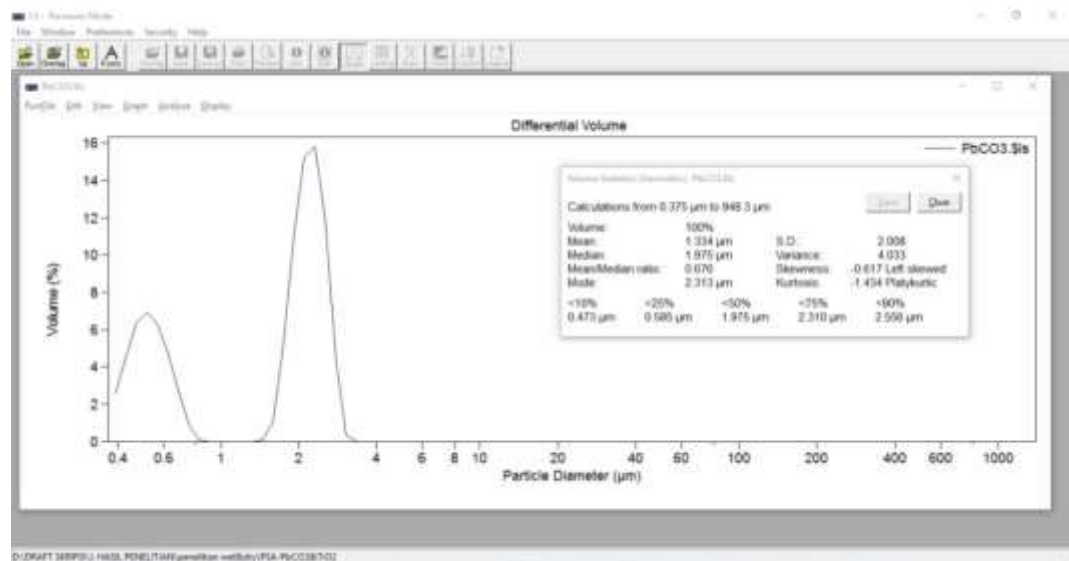
- Moulson, A.J., dan Herbert, J.M. 2003. *Electroceramics: Materials, Properties, Applications* (2thed). Chichester: Wiley .
- Ramlan dan Bama, Akhmad Aminuddin. 2011. *Pengaruh Suhu dan Waktu Sintering terhadap Sifat Bahan Porselen untuk Bahan Elektrolit Padat (Komponen Elektronik)*. Jurusan Fisika FMIPA, Universitas Sriwijaya, Sumatera Selatan, Indonesia.
- Raspitanto Dimas. 2008. “Pengaruh Variasi Penambahan Komposisi MgO Terhadap Kekerasan *Vickers*, Kekuatan *Bending*, Dan Struktur Mikro Pada Komposit Keramik *Fly Ash/MgO*”. *Skripsi*. Fakultas Teknik, Teknik Mesin, Universitas Negeri Semarang, Semarang
- Sartono, A.A., 2006. Difraksi sinar-X (X-RD). *Tugas Akhir Matalailiah proyek Laboratorium*. Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
- Schwartz, M. 2009. *Smart Materials*, CRC Press, New York
- Sherif El-Eskandarany, M. 2001. *Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials*. Noyes Publications/William Andrew Publishing. Norwich, USA.
- Somiya S., Uchino, K. 2003. *Handbook of Advanced Ceramic: Piezoelectric Ceramic*. Elsevier Publisher, Inc.
- Soni, P.R., 2001. *Mechanical Alloying Fundamentals and Applications*. Cambridge International Science Publishing, Cambridge, UK.
- Suryanarayana, C., 2001. Mechanical Alloying and Milling. *Materials Science* 46, pp. 1-184. Elsevier Science Ltd, USA.
- Suryanarayana, C., 2004. *Mechanical Alloying and Milling*. Marcel Dekker, New York

- Udomporn A., Pengpart, K., dan Ananta, S. 2004. Highly dense lead titanate ceramics from refined processing. *Journal of the European Ceramic Society*, 24:185-188.
- 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*. 58:1154-1159.
- Wongmaneerung, W., Yimnirun, R., dan Ananta, S. 2006. Effect of vibro-milling time on phase formation and particle size of lead titanate nanopowders. *Materials Letters*. 60:1447-1452.
- Wongmaneerung, W., Yimnirun, R., dan Ananta, S. 2006. Effects of milling time and calcination condition on phase formation and particle size of lead titanate nanopowders prepared by vibro-milling. *Materials Letters*. 60: 2666-2671.
- Zhang, S., Li, F., Jiang, X., Jinwook Kim Geng, X. 2015. Advantages and challenges of relaxor-PbTiO₃ ferroelectric crystals for electroacoustic transducers. *Progress in Materials Science*, 68:1-66.

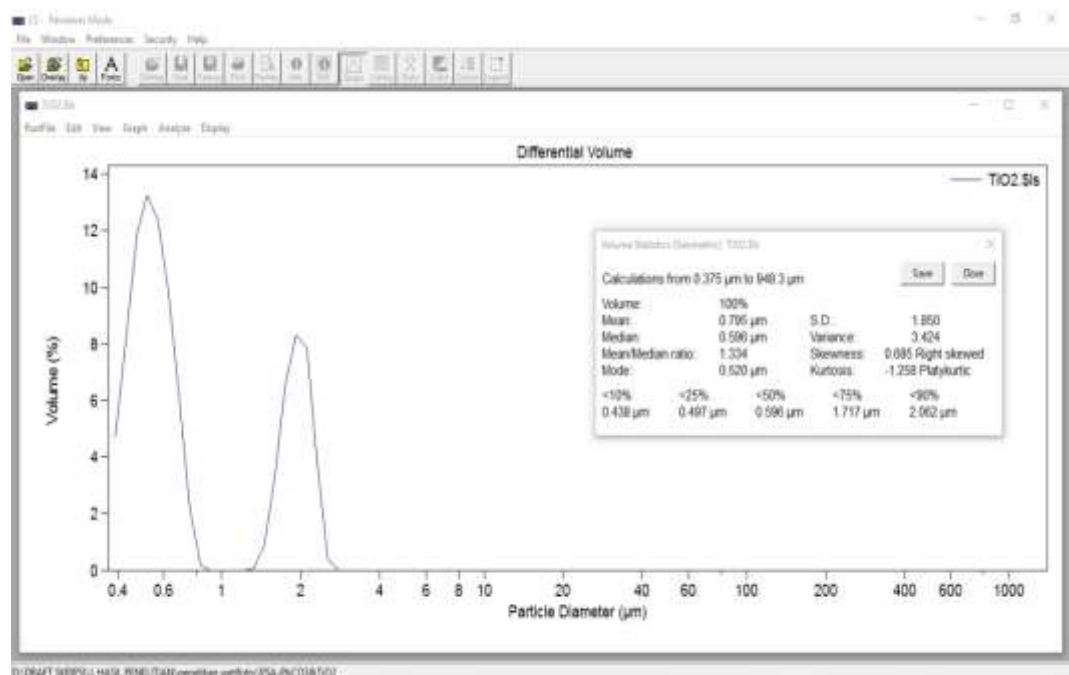
LAMPIRAN

Lampiran 1. Pengujian Senyawa Dasar

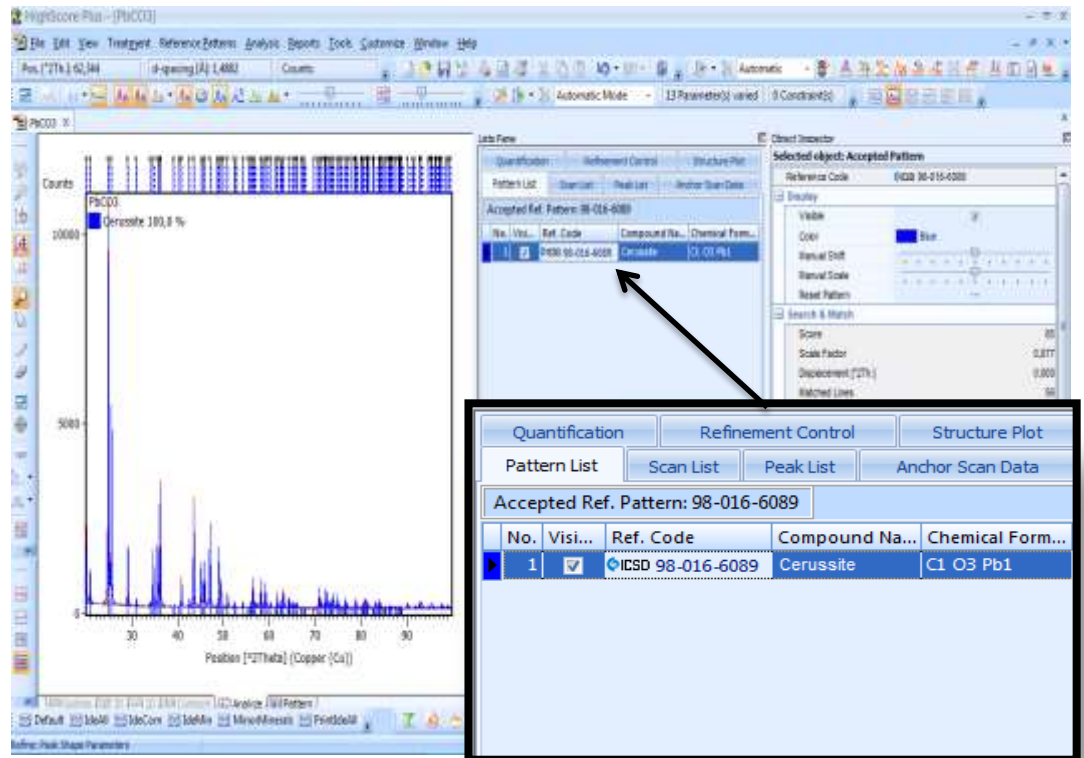
1. Ukuran partikel senyawa dasar
 - a. Ukuran rata-rata partikel PbCO_3



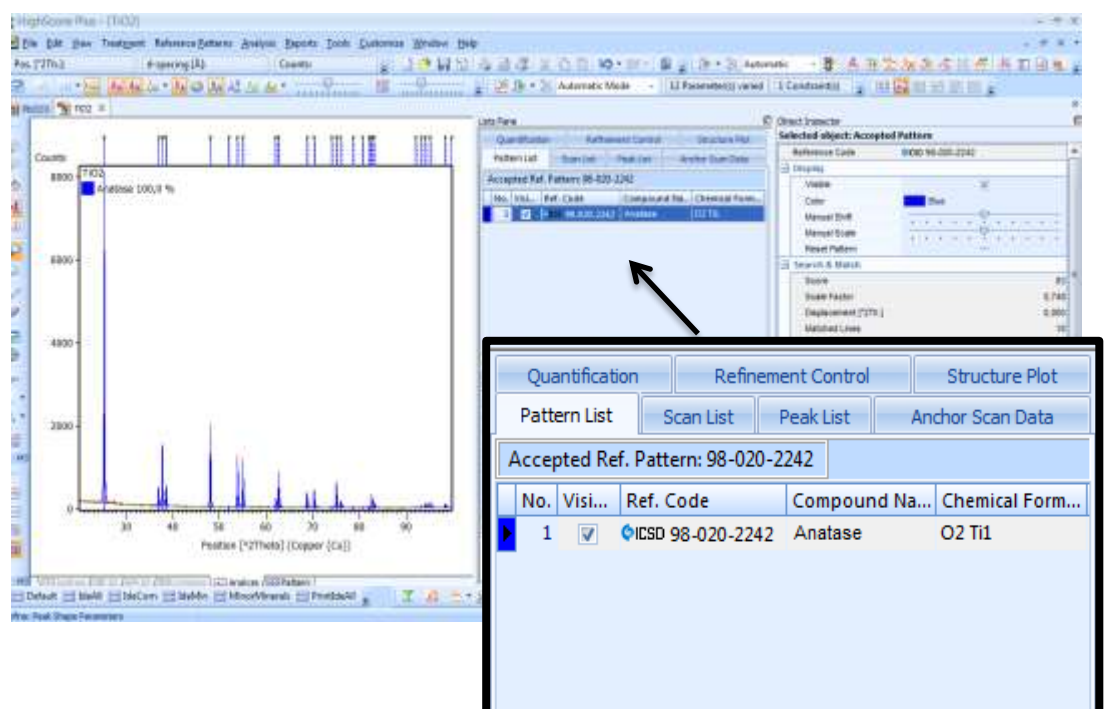
- b. Ukuran rata-rata partikel TiO_2



2. Bentuk fasa senyawa dasar
 - a. PbCO_3 (ICSD 98-016-6089)

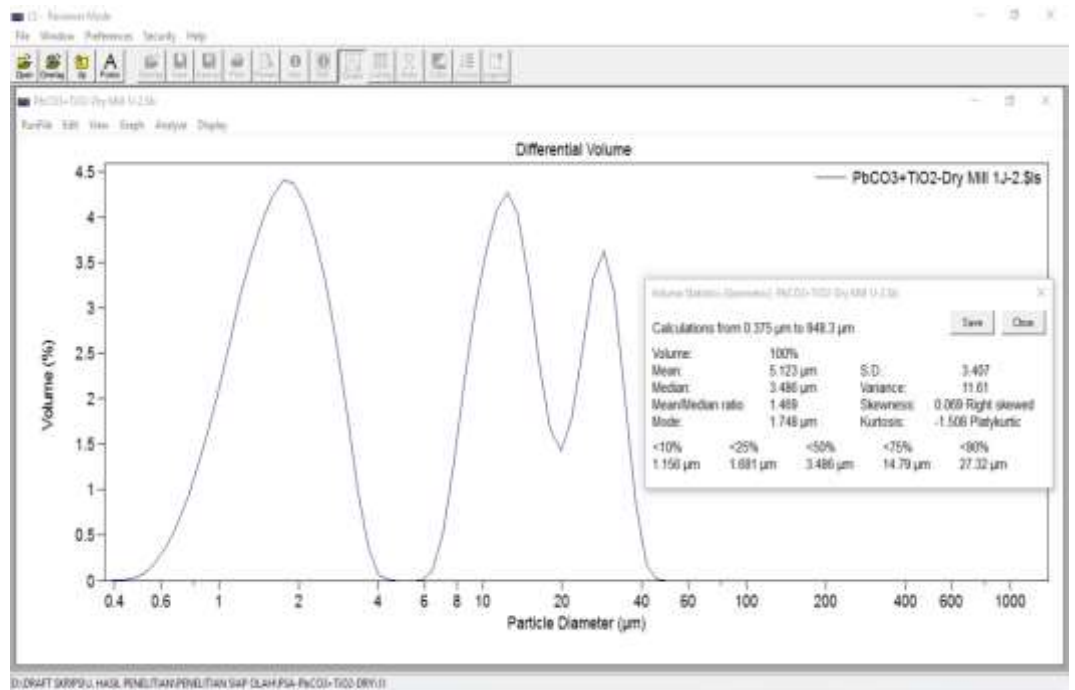
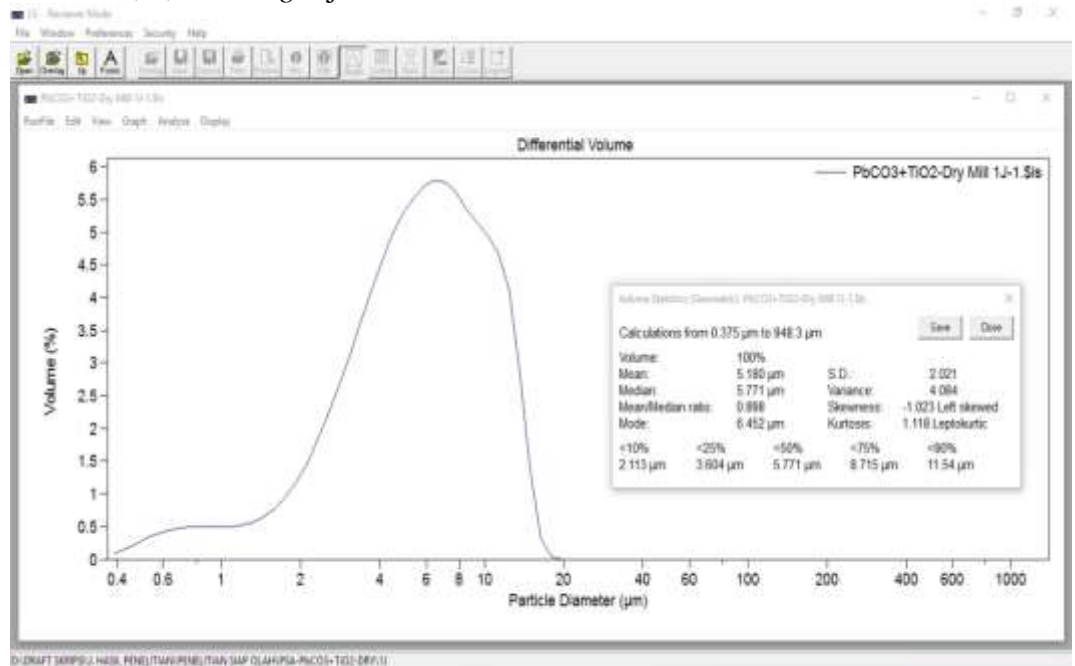


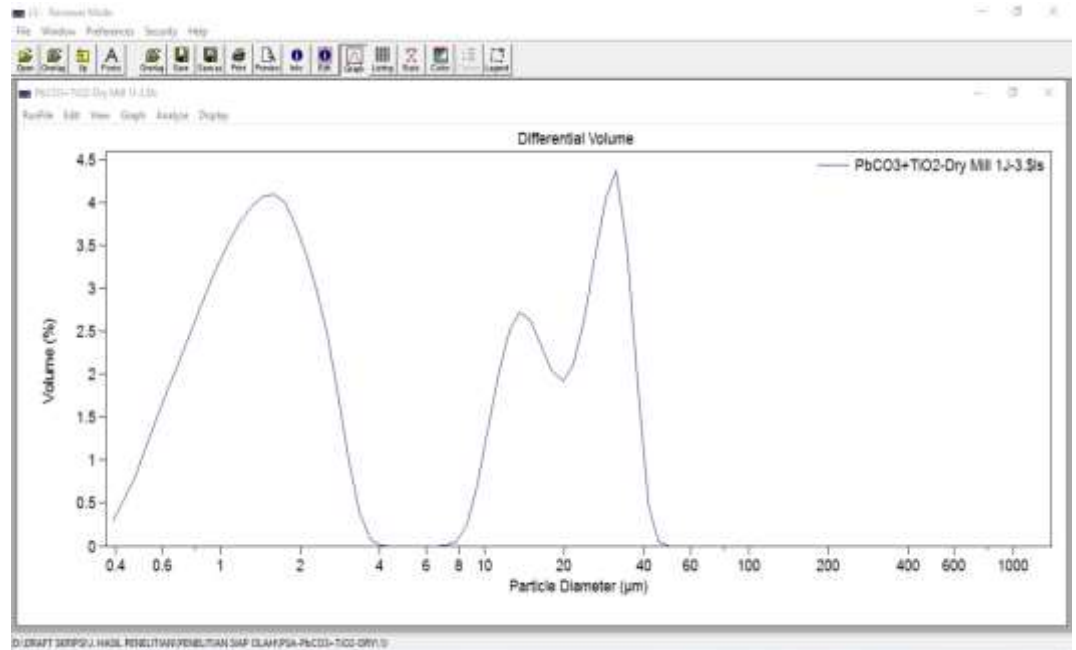
- b. TiO_2 (ICSD 98-020-2242)



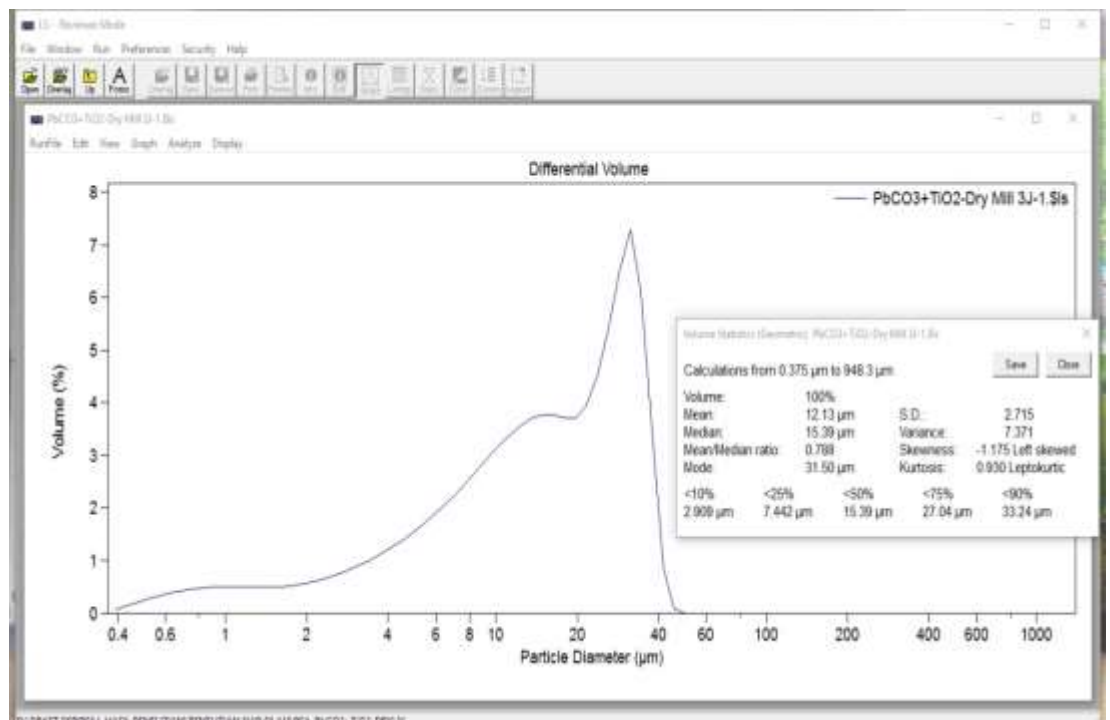
Lampiran 2. Hasil Karakterisasi Proses *Mechanical Alloying*

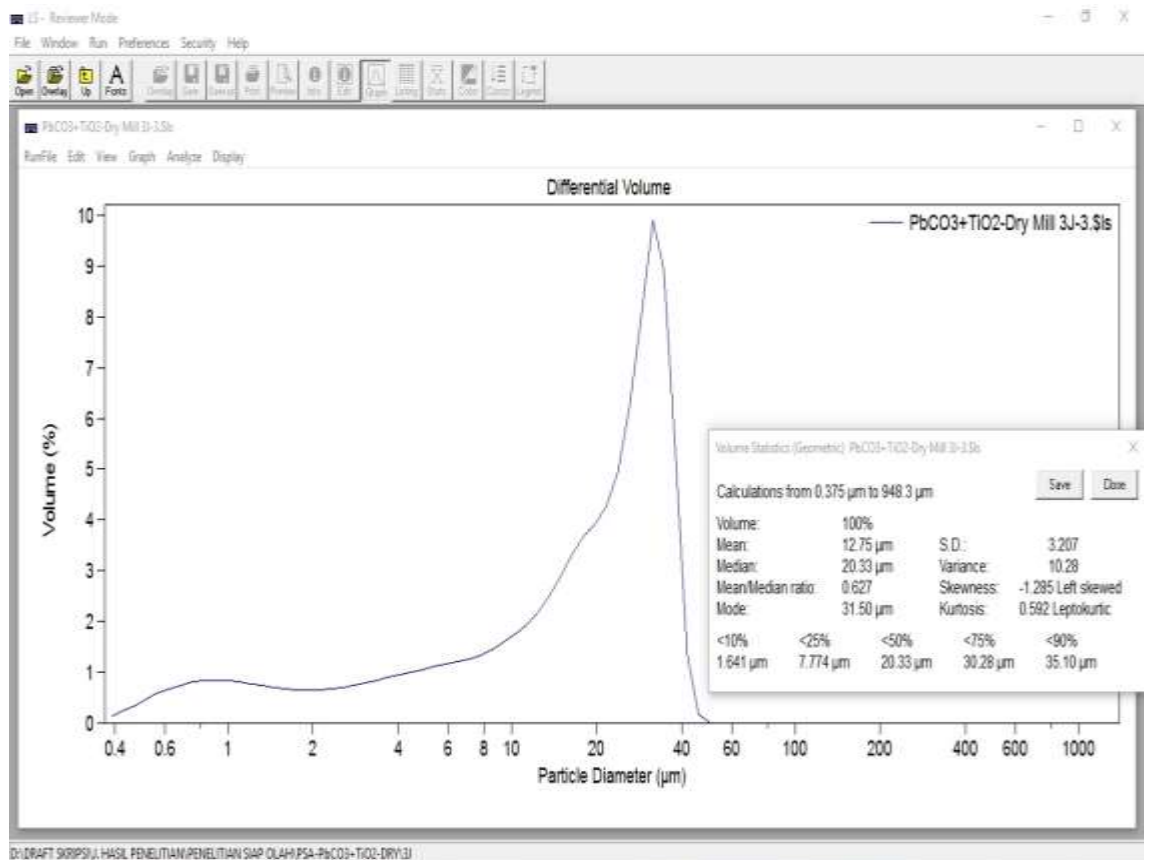
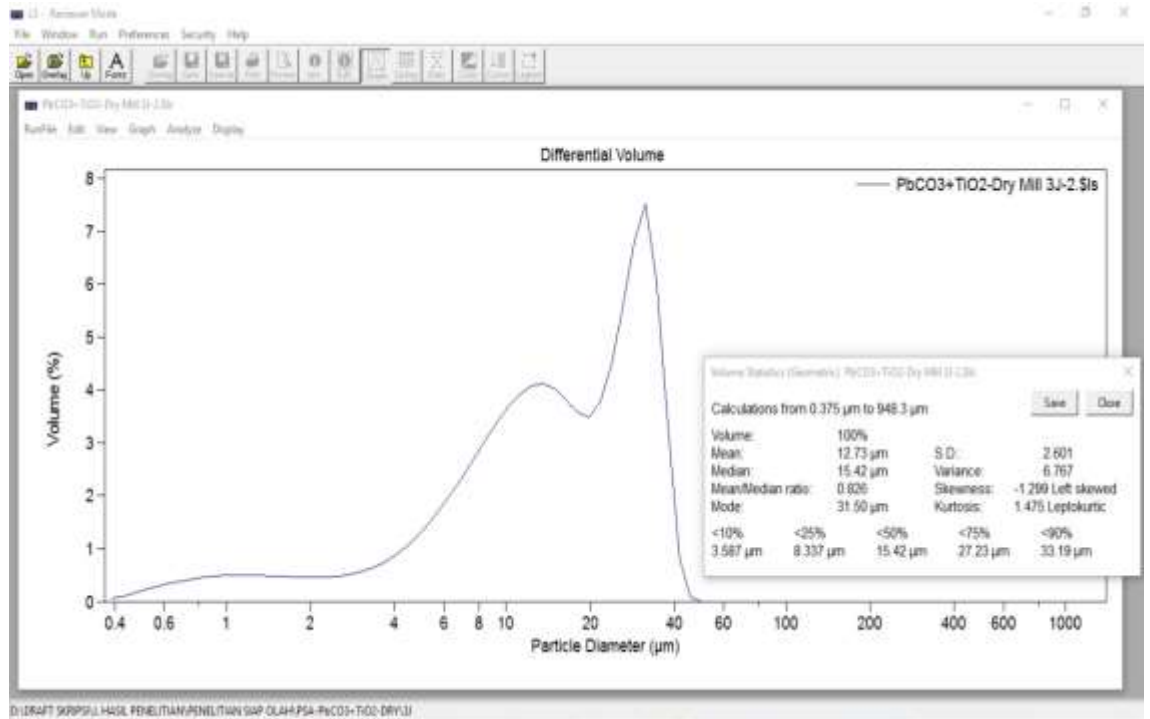
1. Ukuran partikel campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2
 - a. Data ke 1, 2, 3 *milling* 1 jam



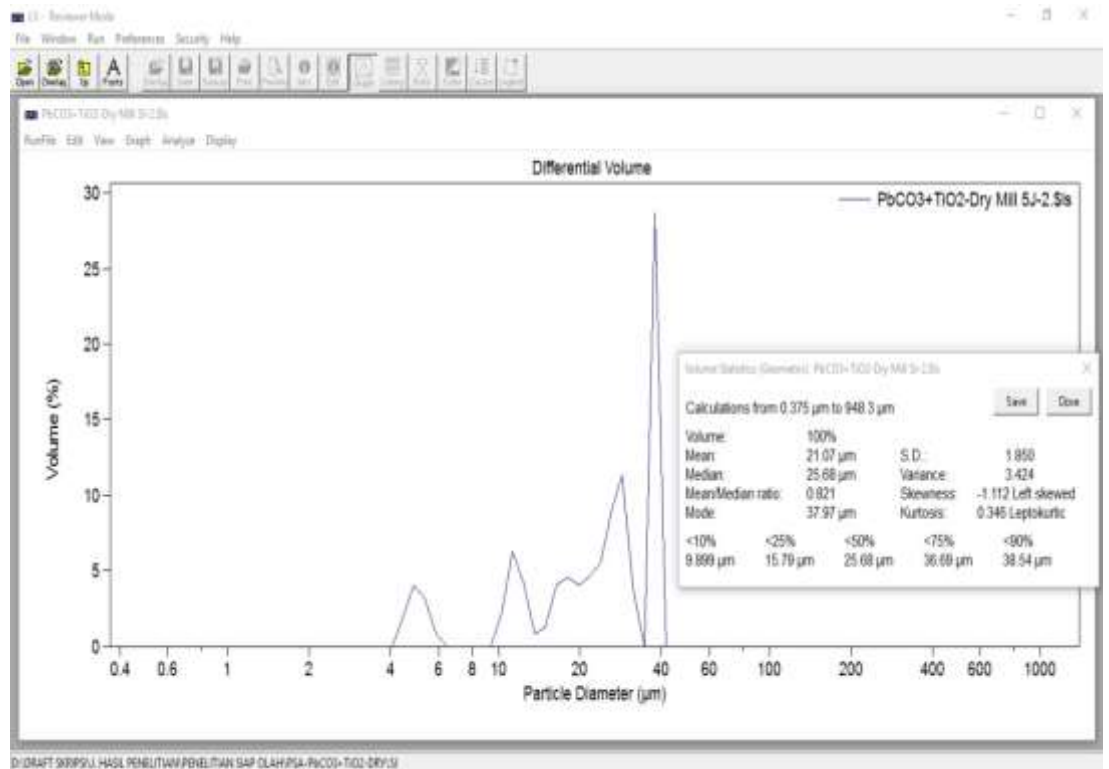
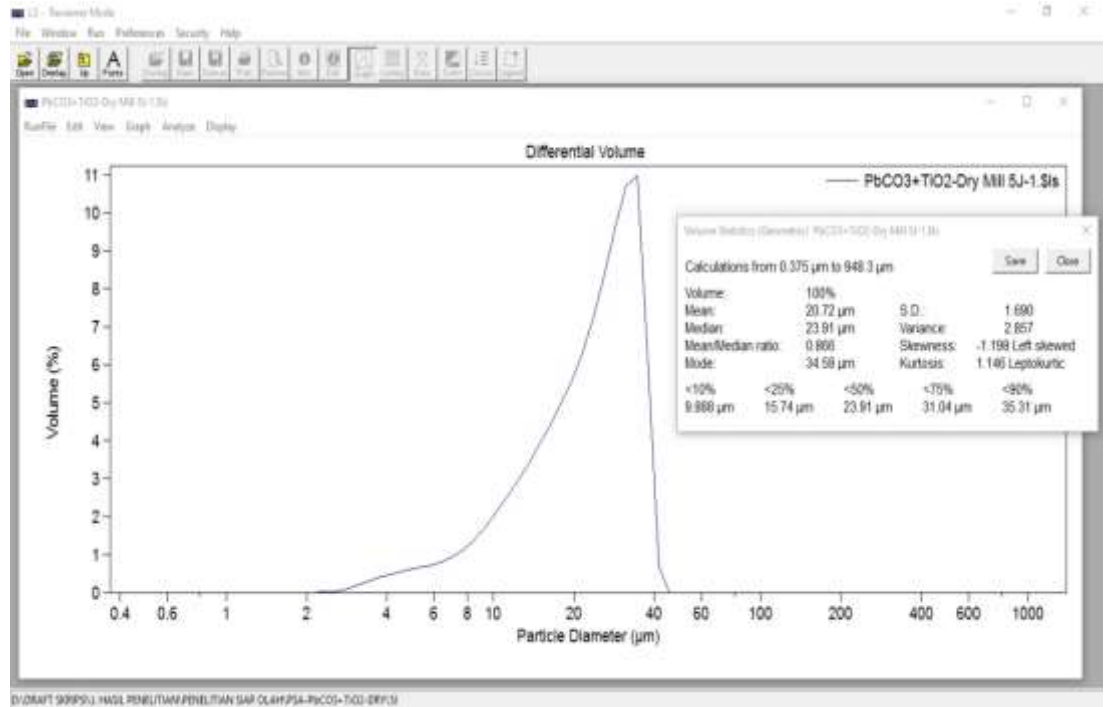


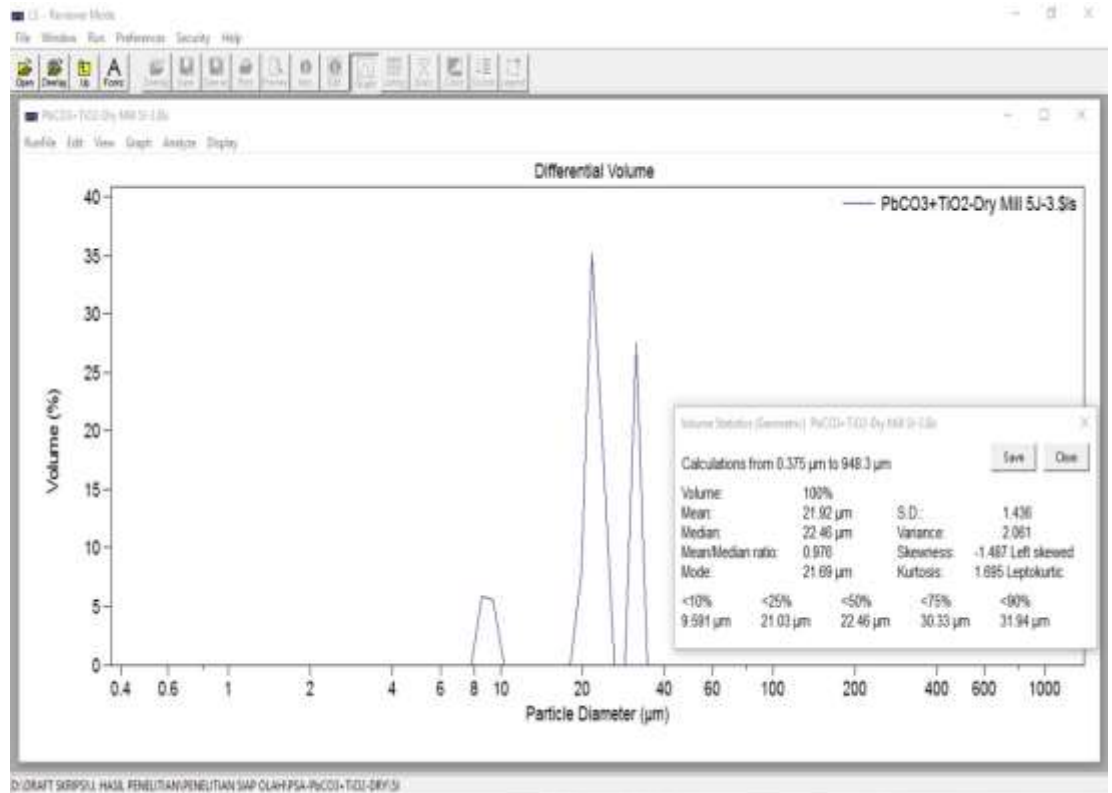
b. Data ke 1, 2, 3 *milling* 3 jam



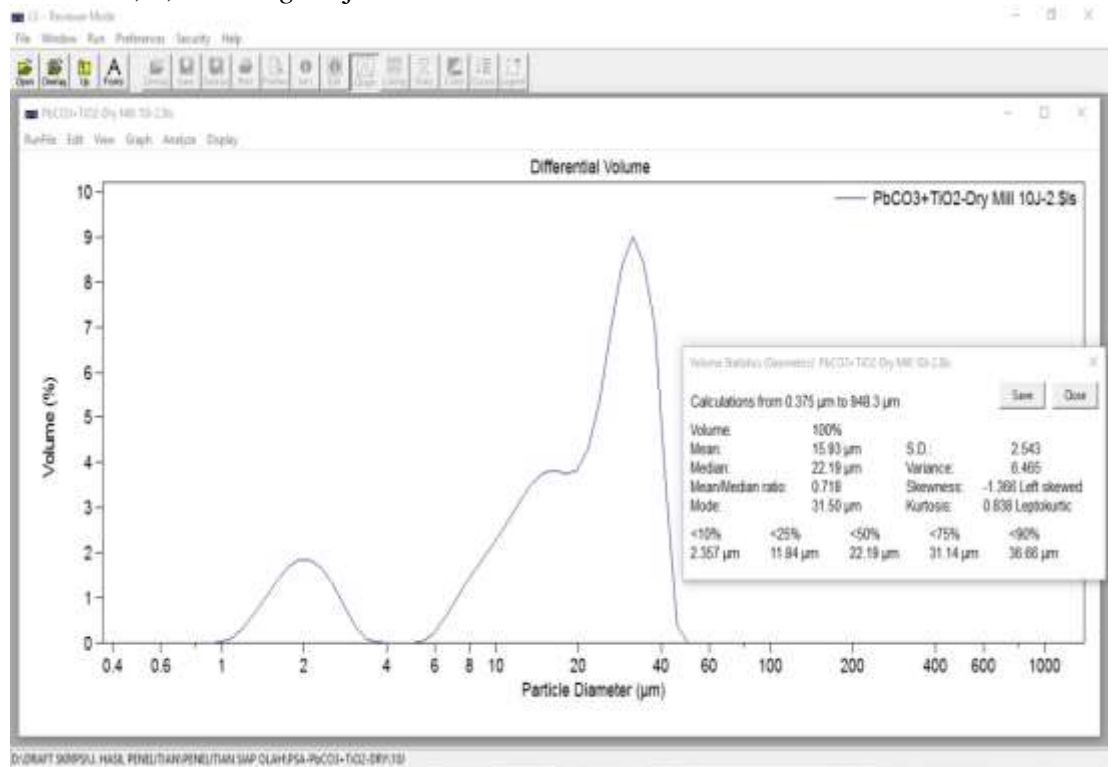


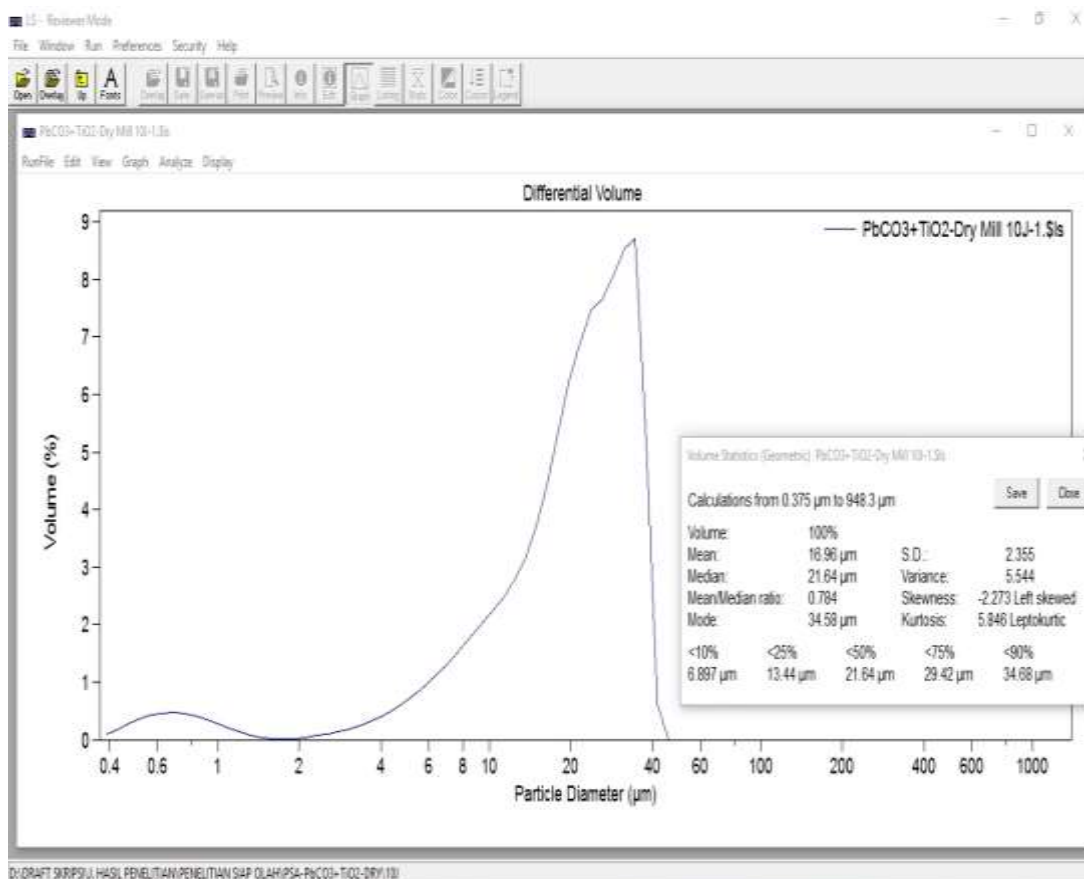
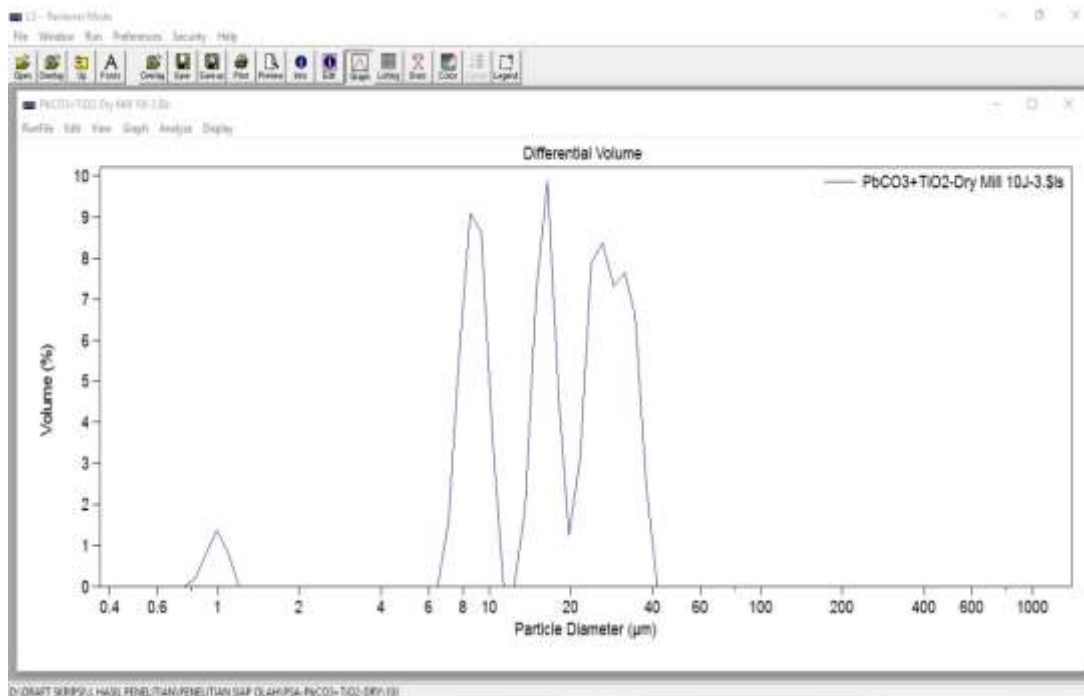
c. Data ke 1, 2, 3 *milling* 5 jam



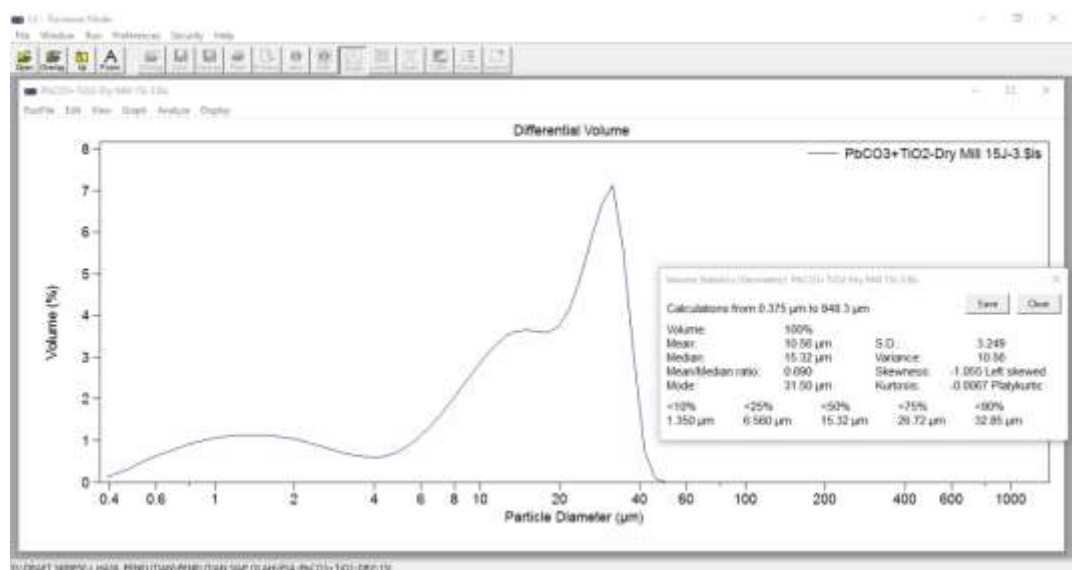
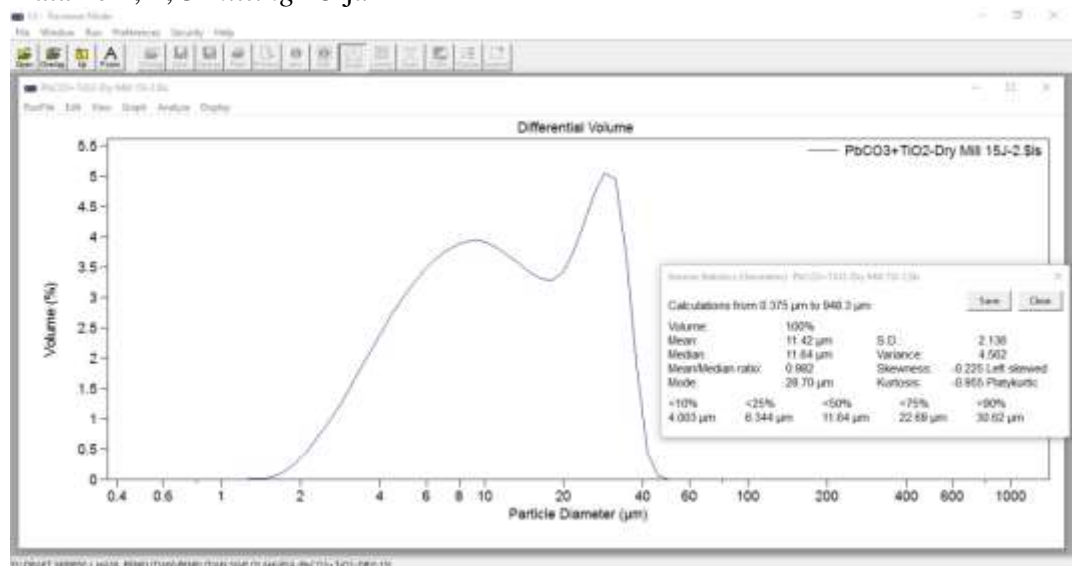


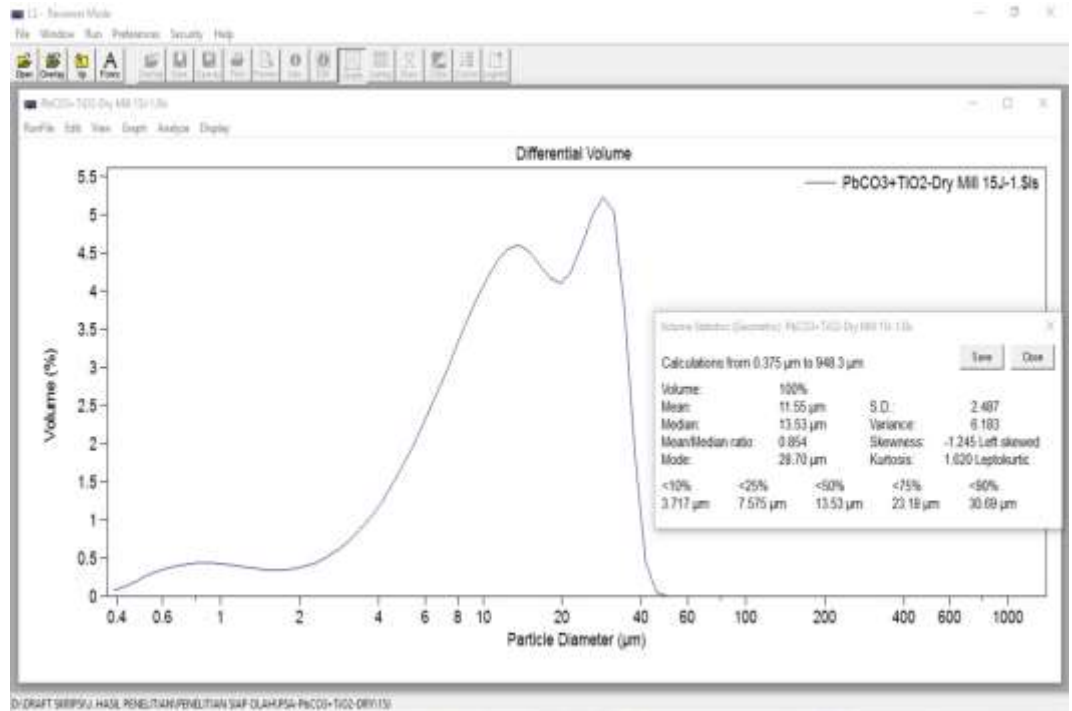
d. Data ke 1, 2, 3 *milling* 10 jam



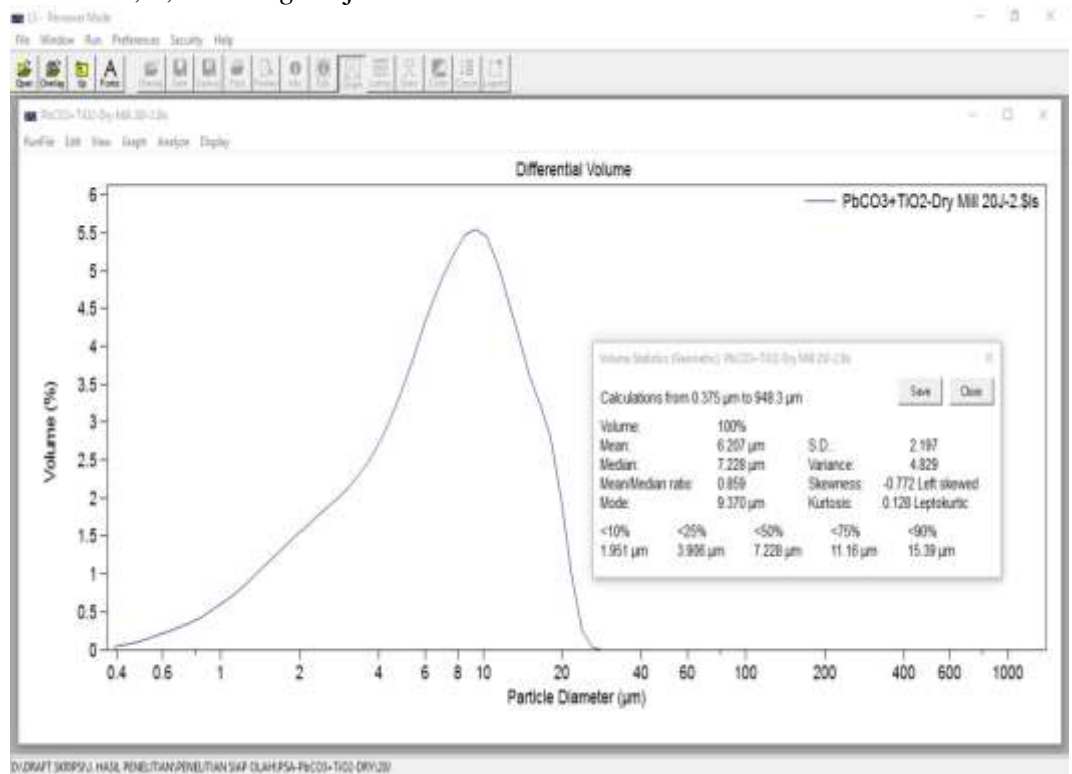


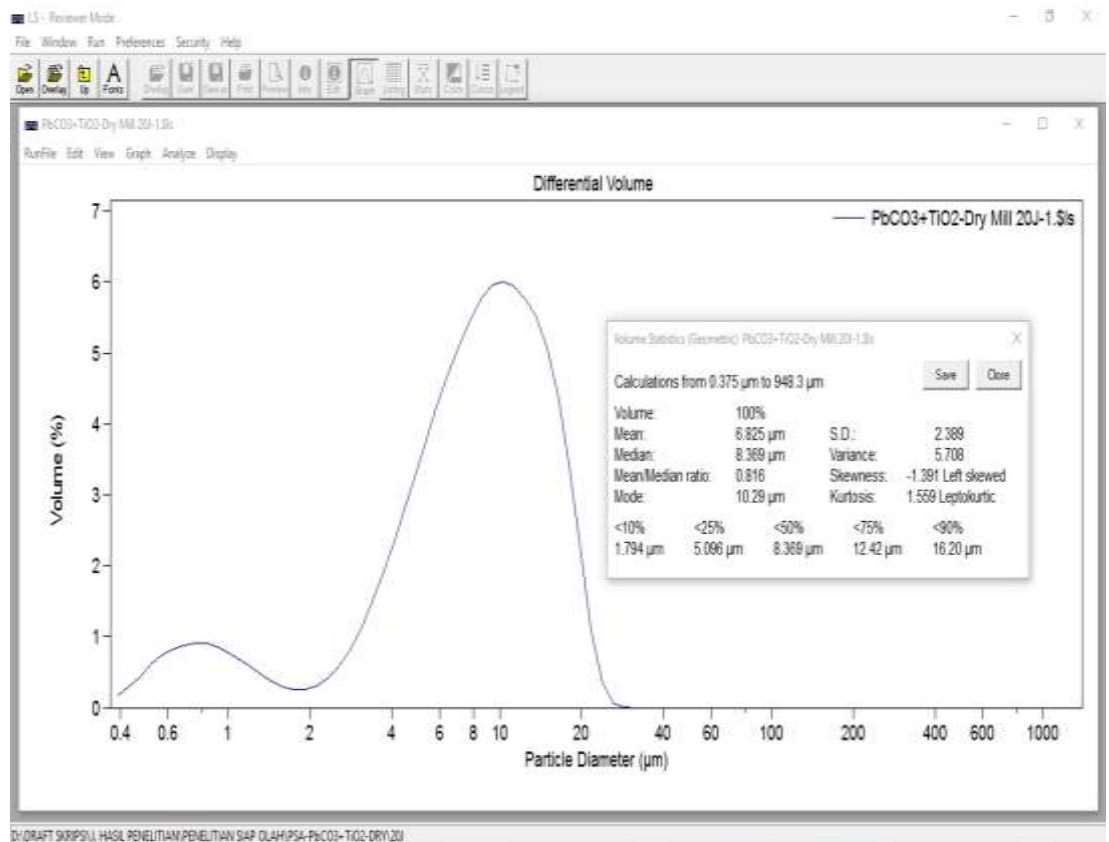
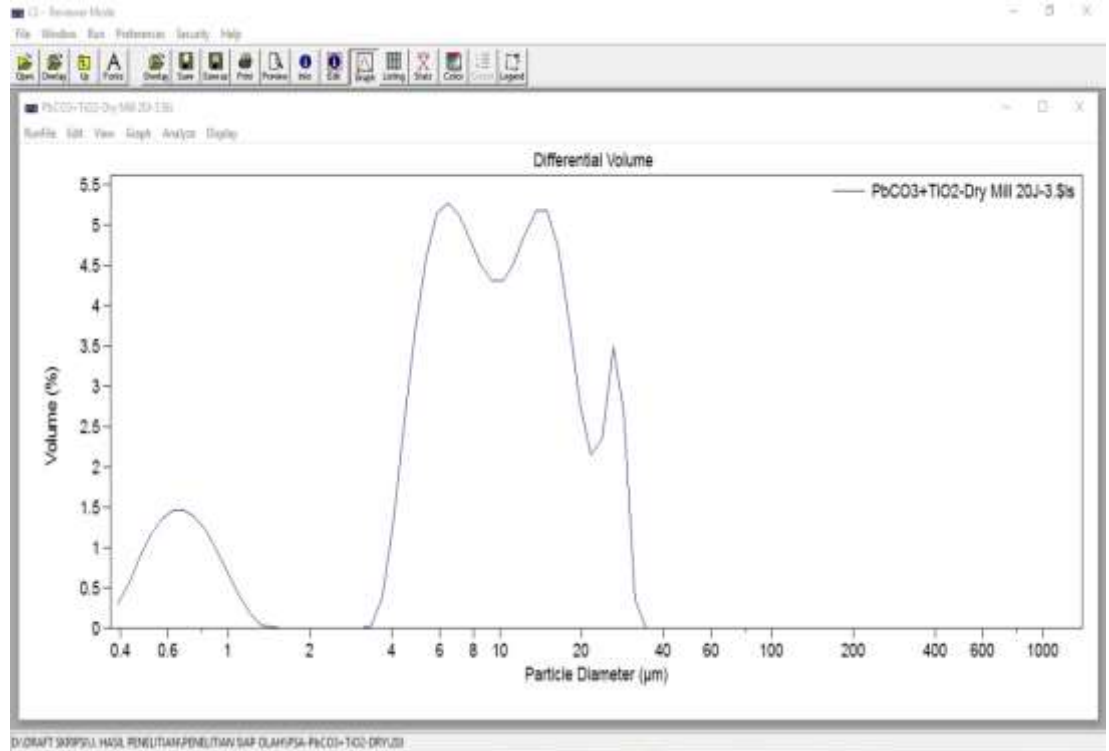
e. Data ke 1, 2, 3 *milling* 15 jam



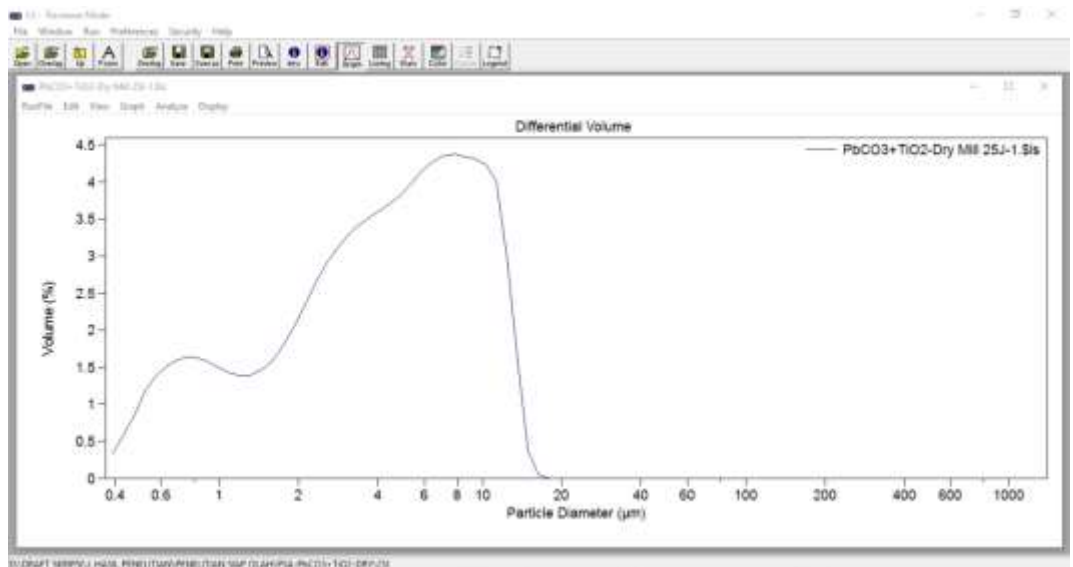
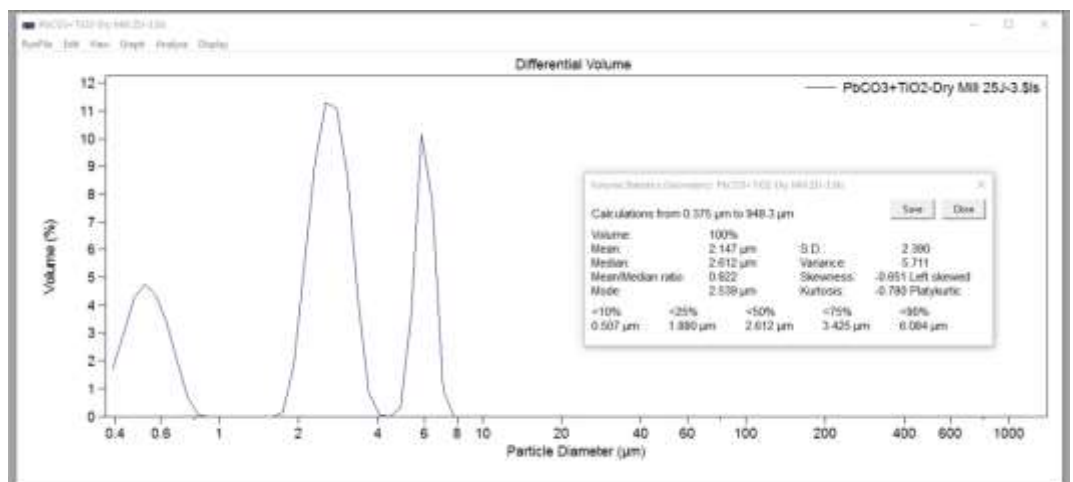
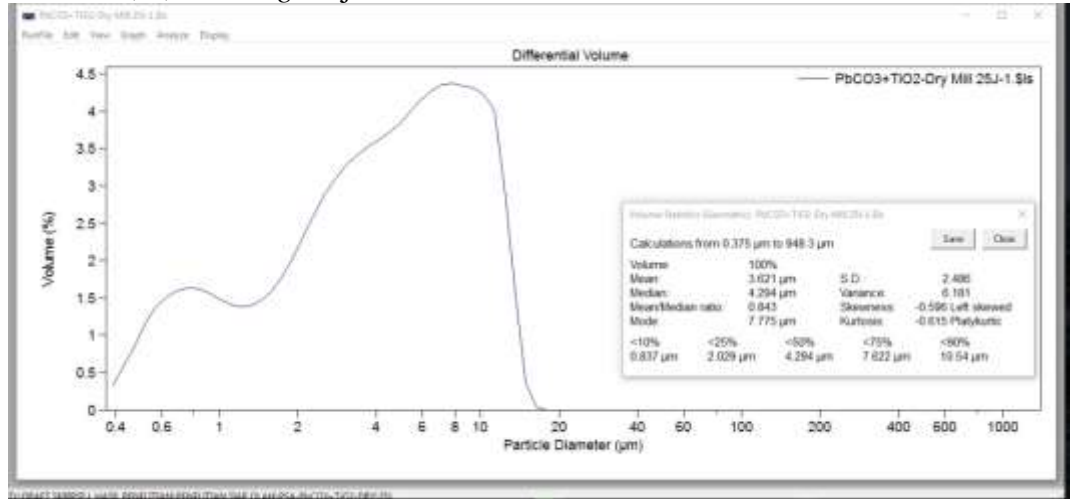


f. Data ke 1, 2, 3 *milling* 20 jam

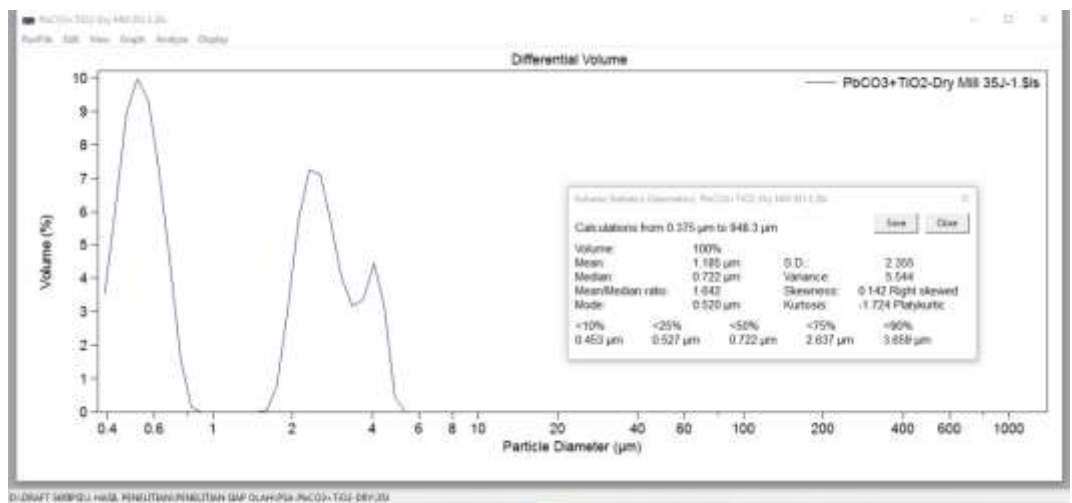
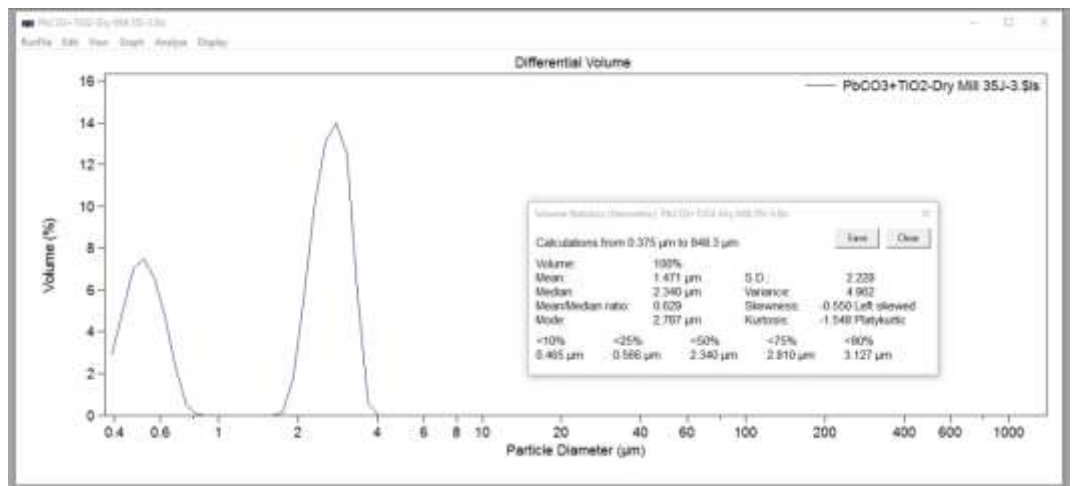
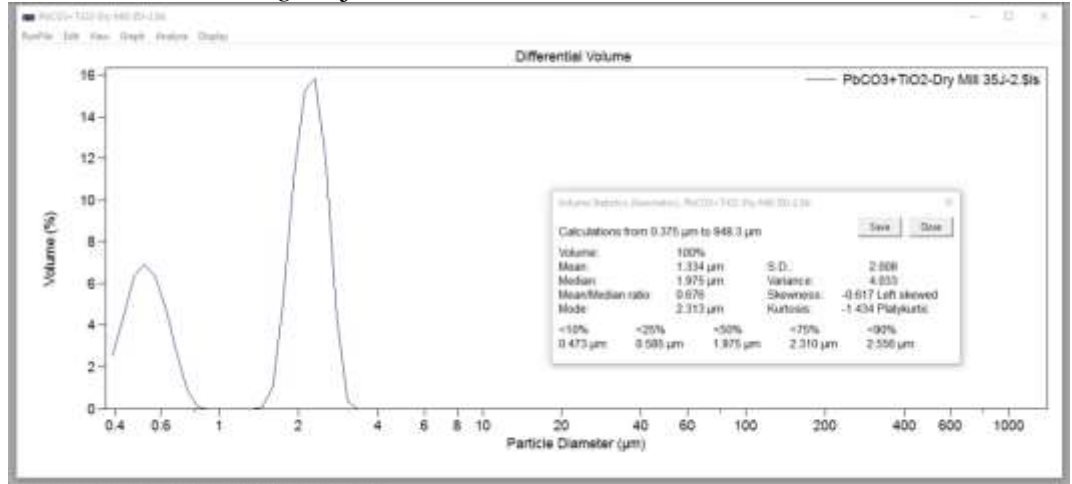




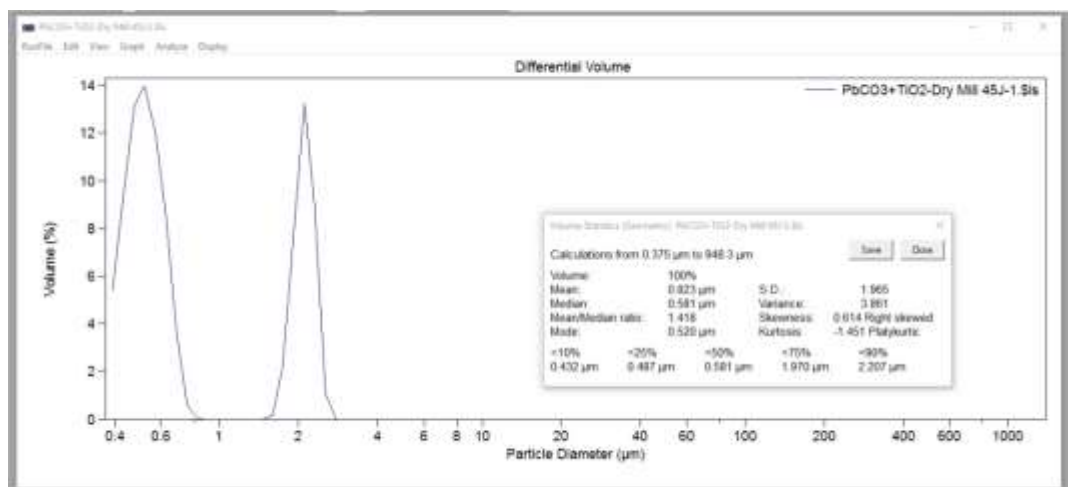
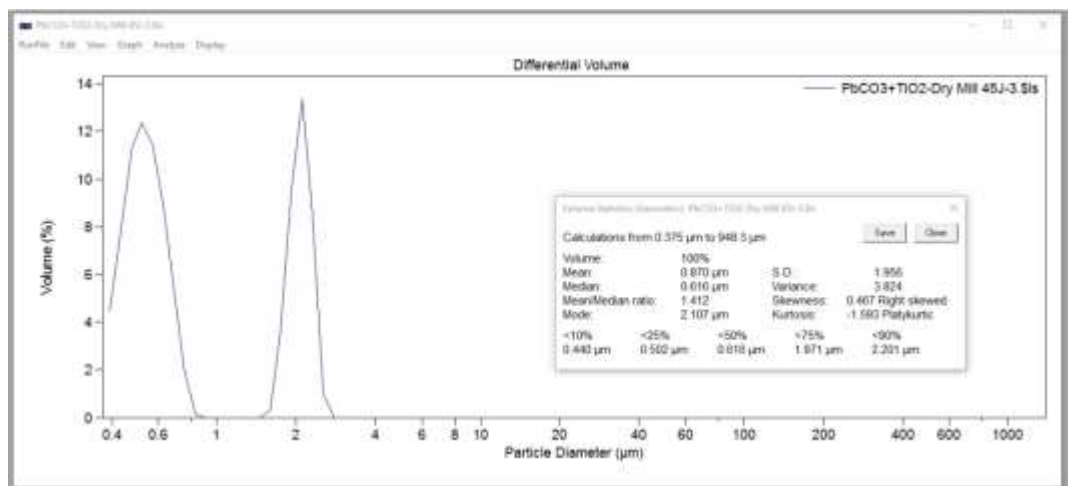
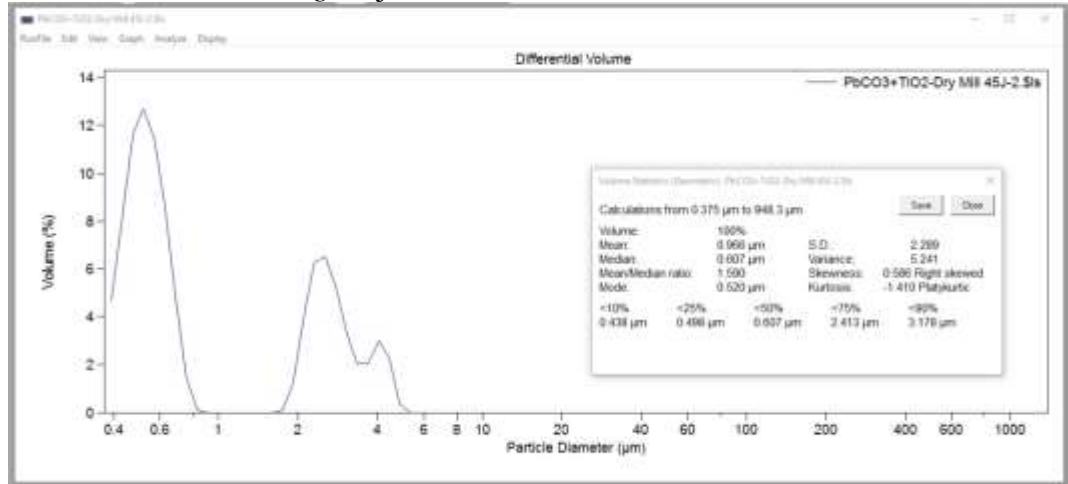
g. Data ke 1, 2, 3 *milling* 25 jam



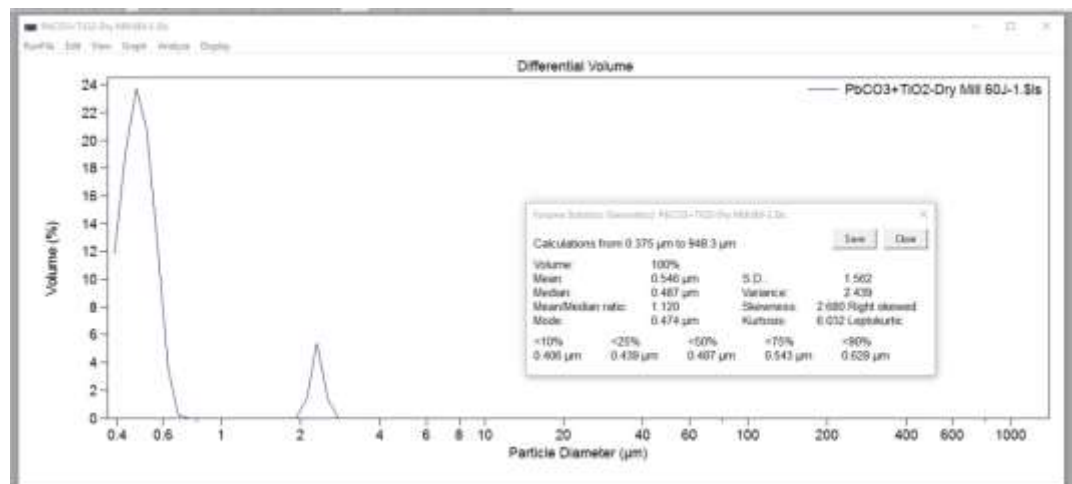
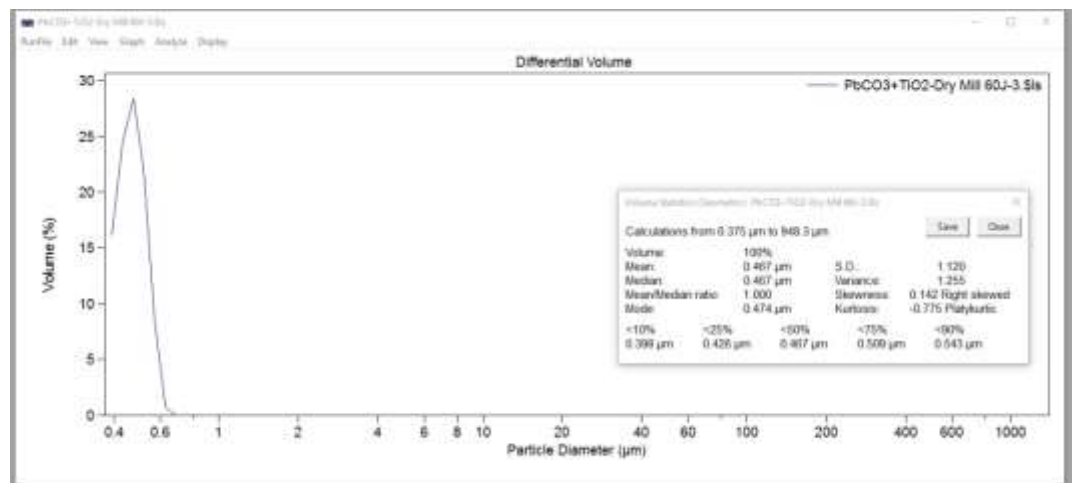
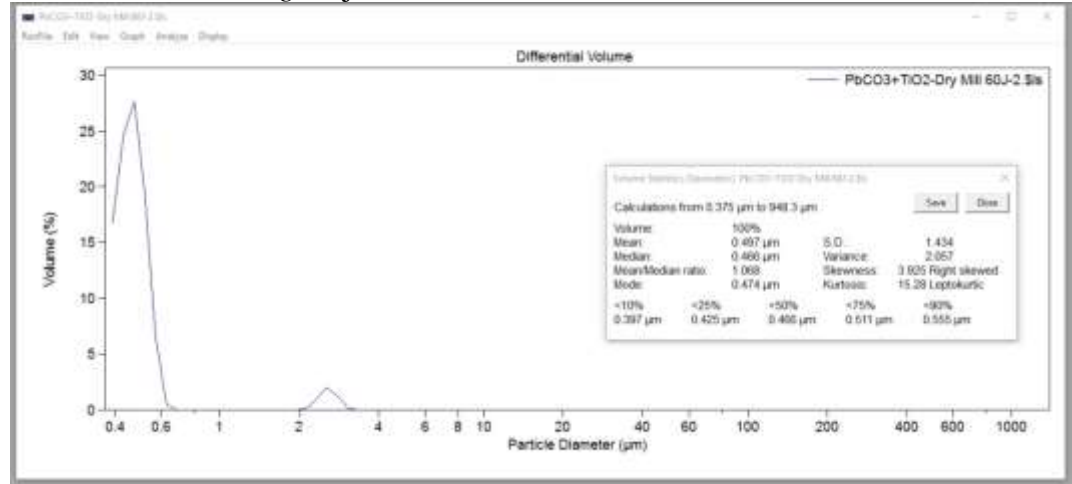
h. Data ke 1, 2, 3 *milling* 35 jam



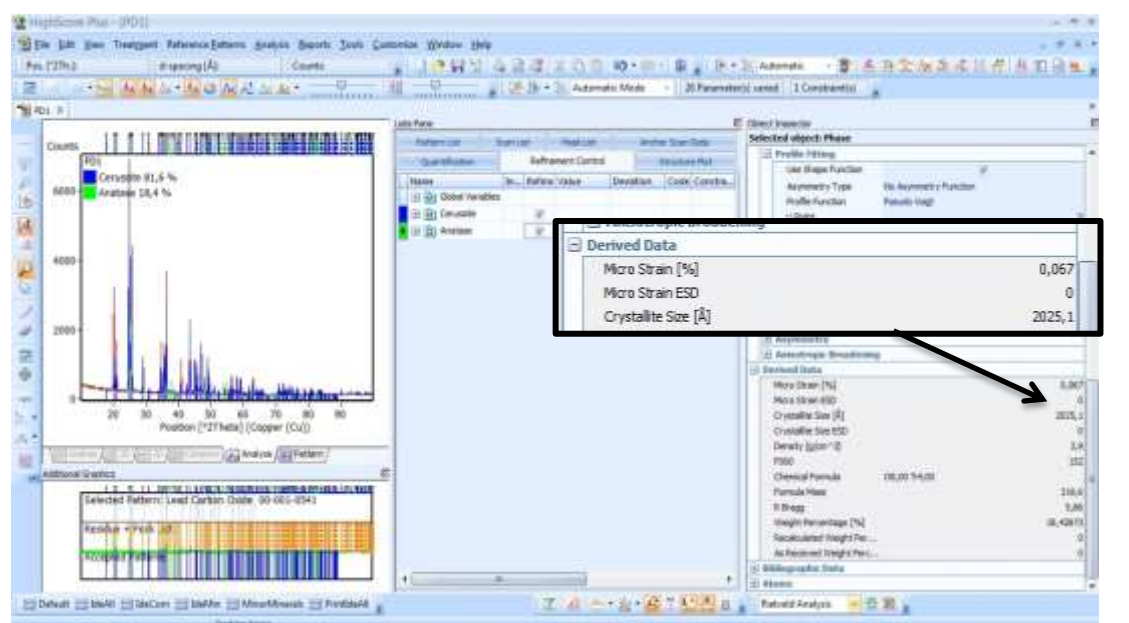
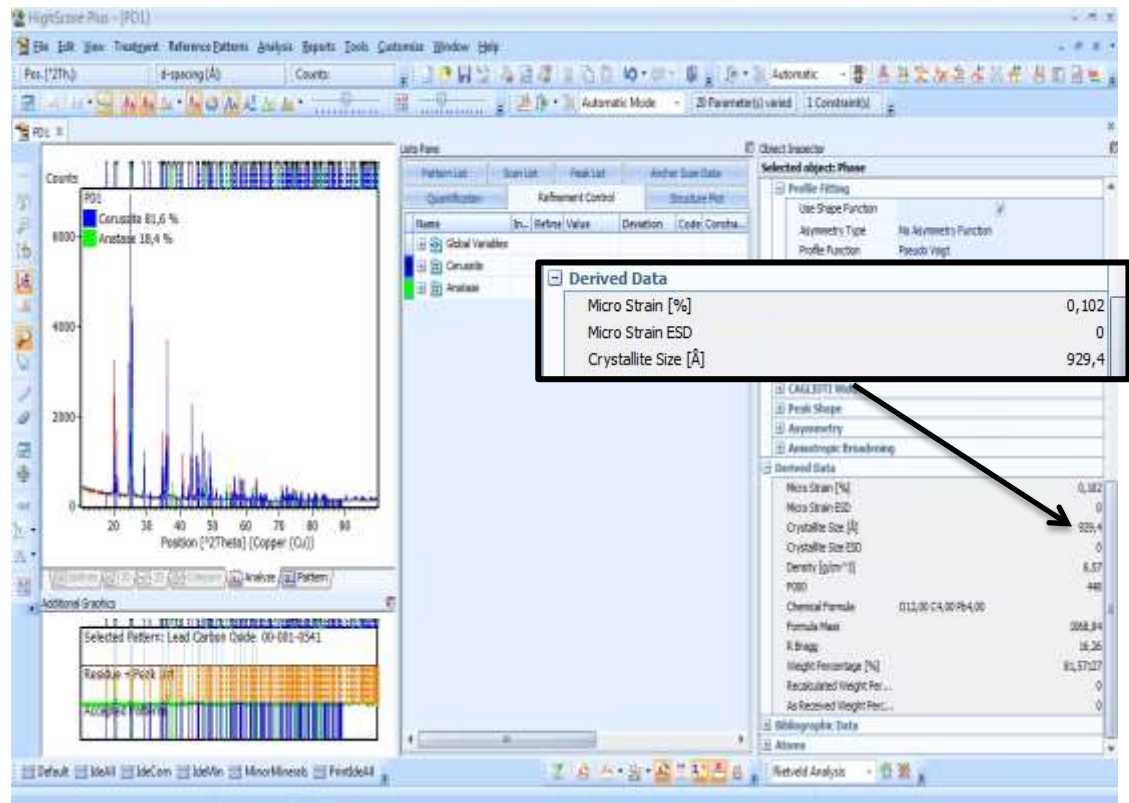
i. Data ke 1, 2, 3 *milling* 45 jam



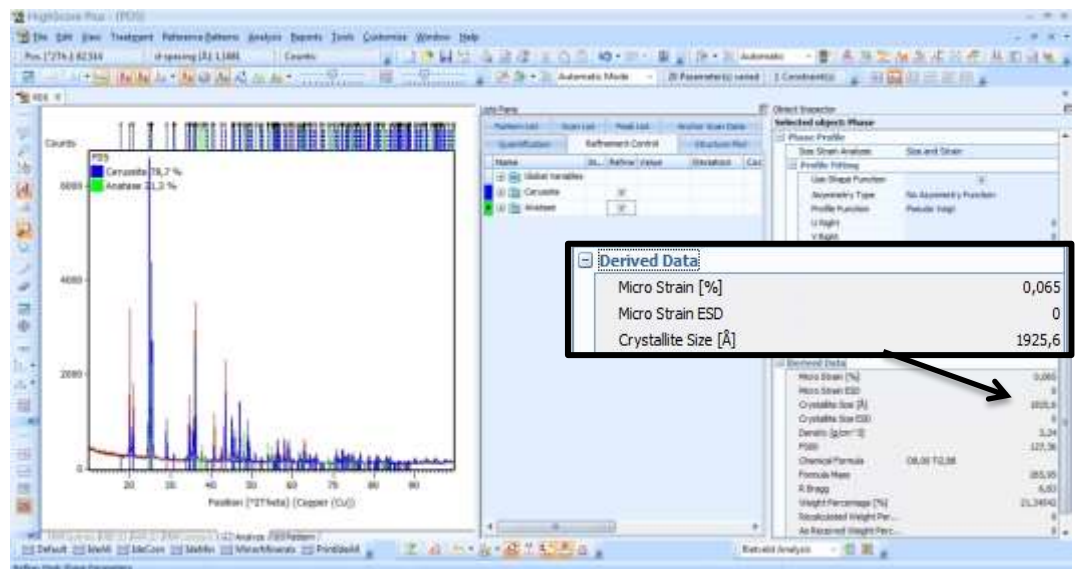
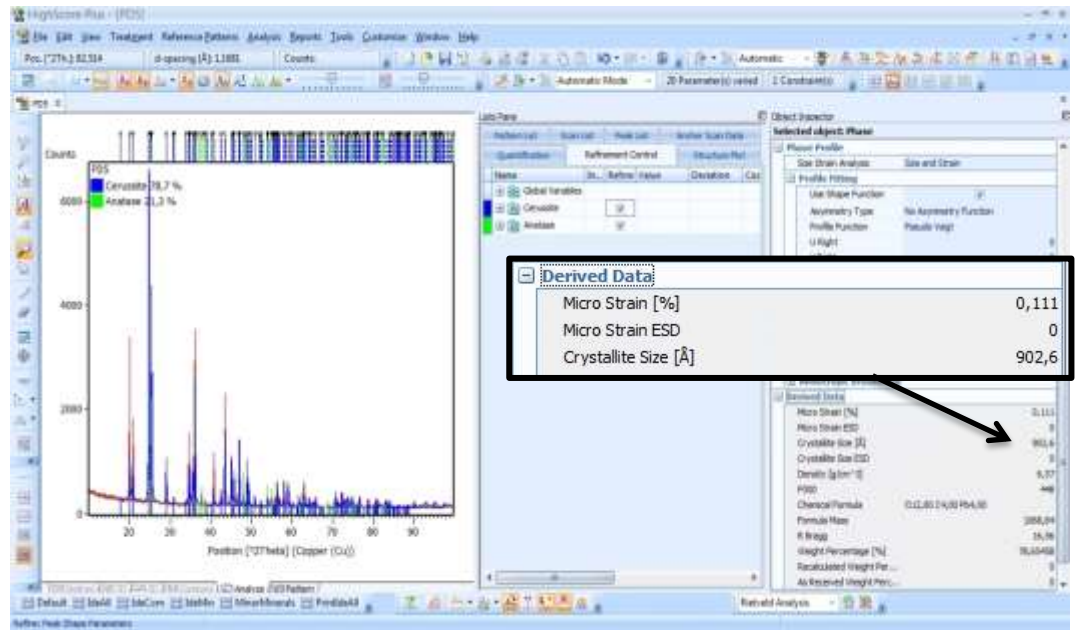
j. Data ke 1, 2, 3 *milling* 60 jam



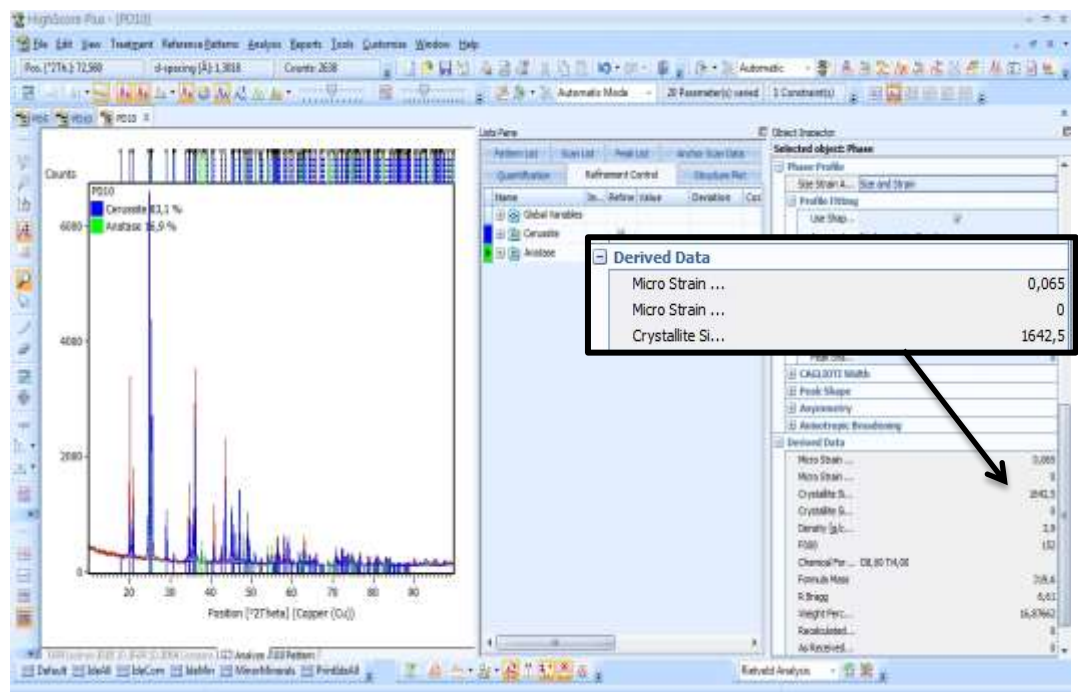
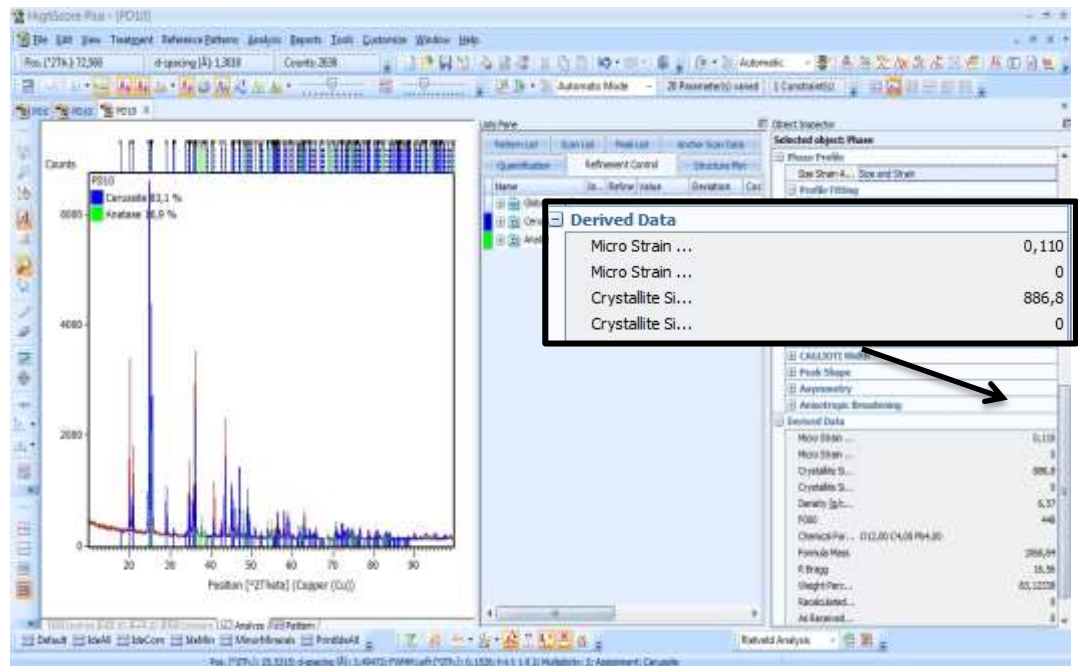
2. Bentuk fasa dan ukuran kristalit campuran senyawa PbCO_3 dan TiO_2
 - a. Milling 1 jam (ICSD 98-016-6089 dan ICSD 98-017-2916)



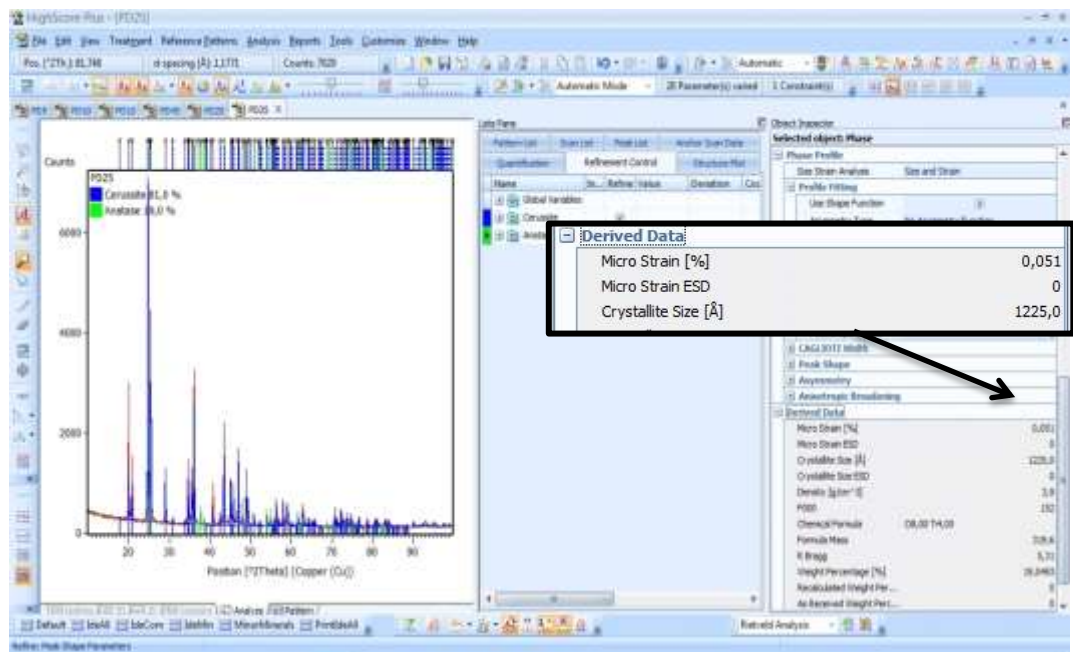
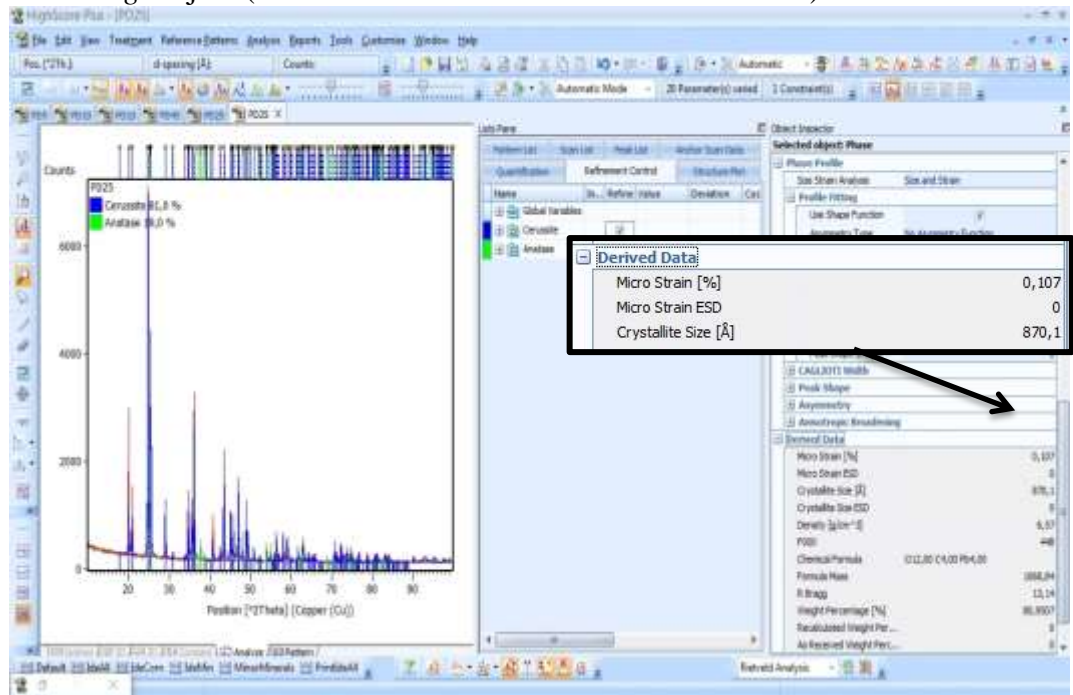
b. Milling 5 jam (ICSD 98-016-6089 dan ICSD 98-017-2084)



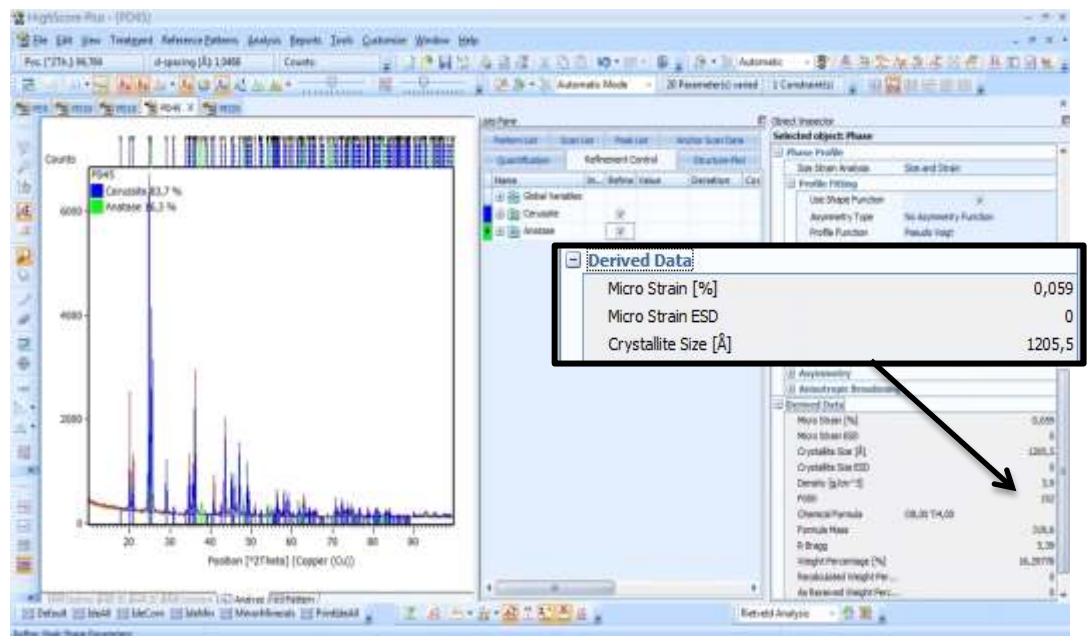
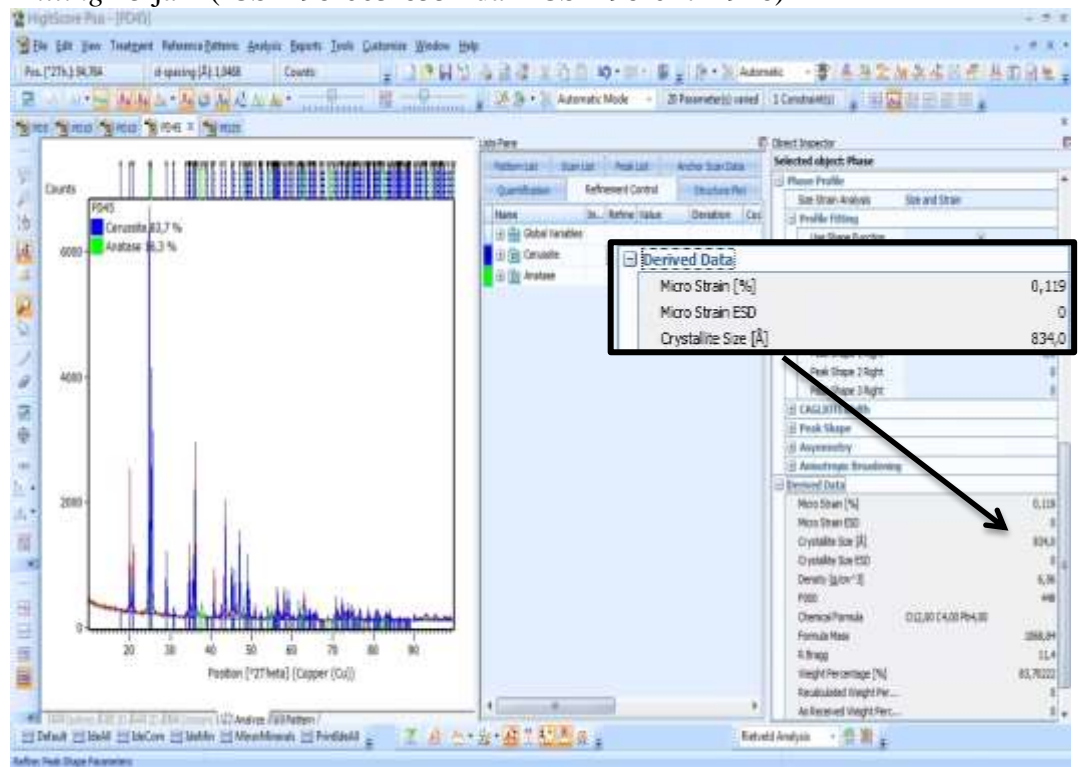
c. Milling 10 jam (ICSD 98-016-6089 dan ICSD 98-009-3098)



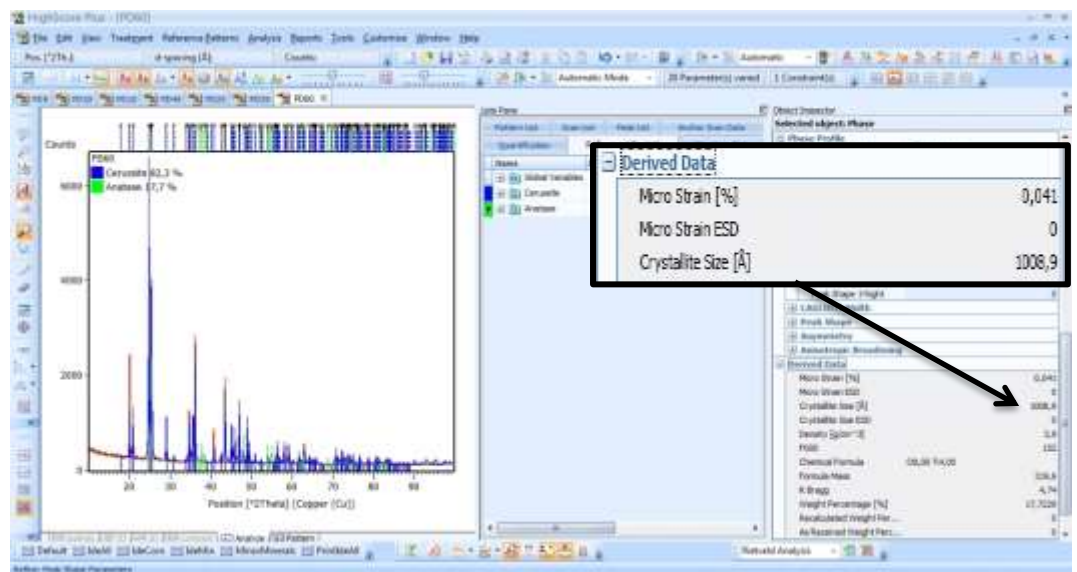
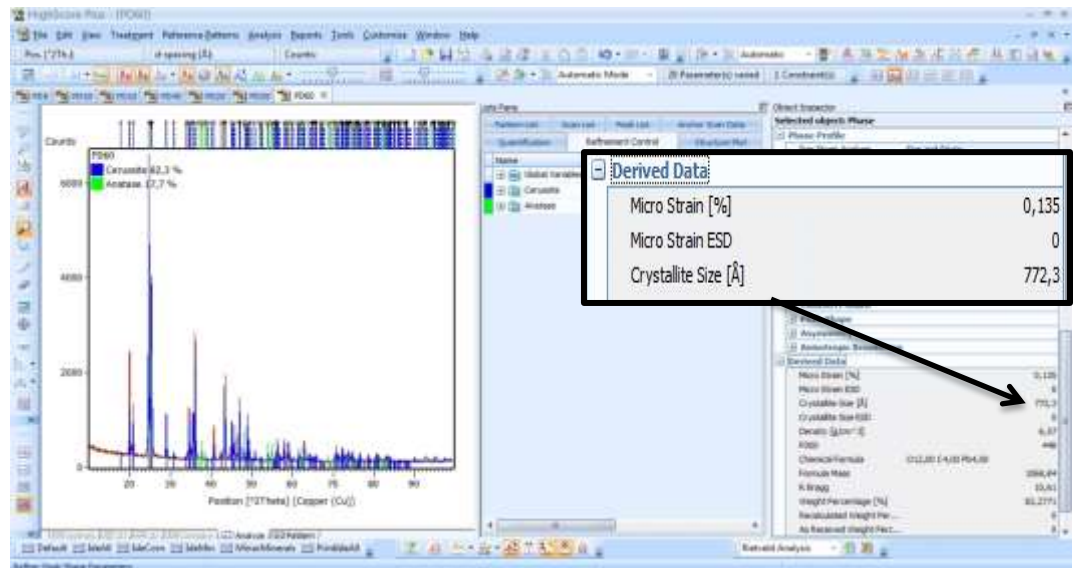
d. Milling 25 jam (ICSD 98-016-6089 dan ICSD 98-017-2914)



e. Milling 45 jam (ICSD 98-003-6554 dan ICSD 98-017-2916)



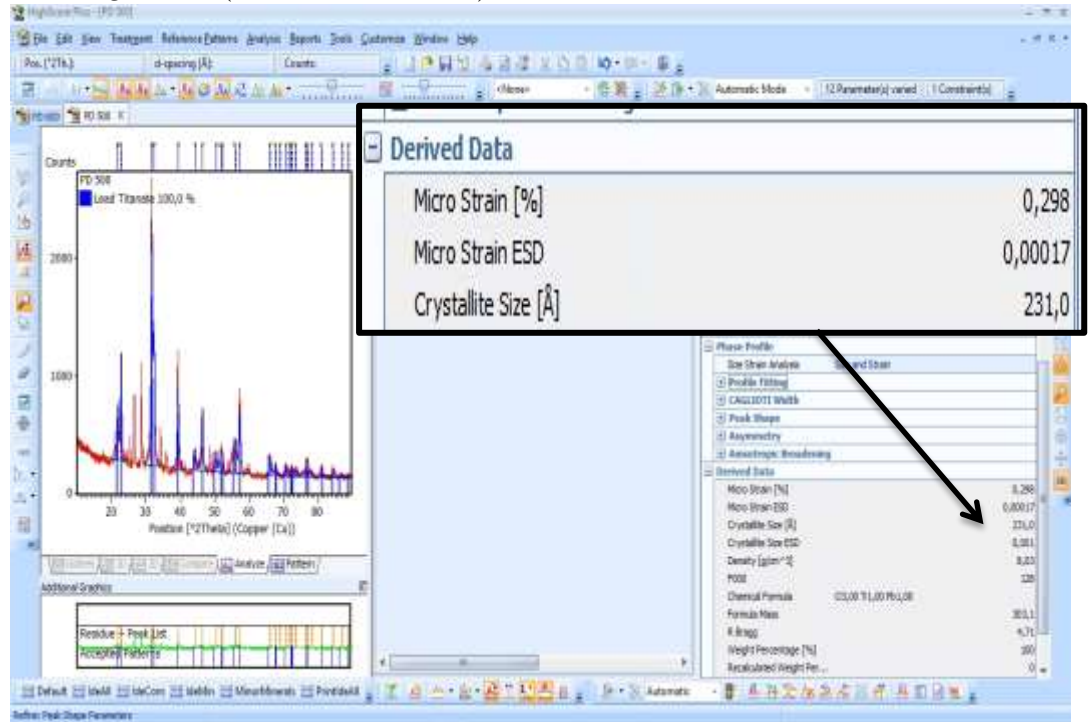
f. Milling 60 jam (ICSD 98-016-6089 dan ICSD 98-017-2916)



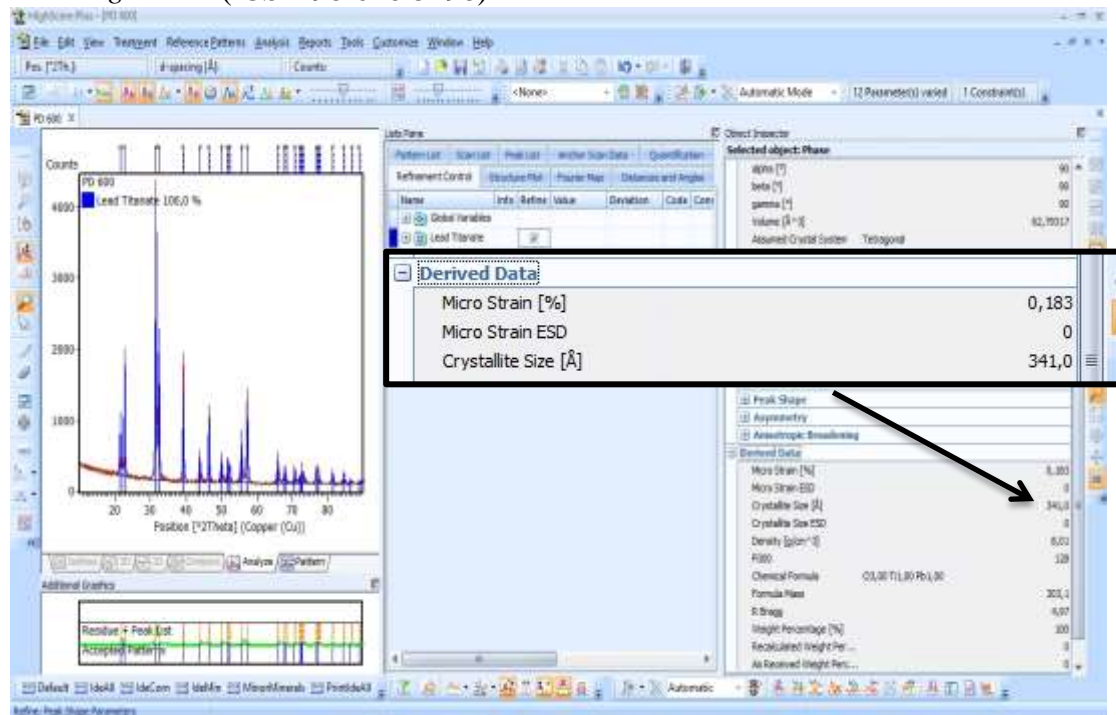
Lampiran 3. Hasil Karakterisasi Proses Sintering

Bentuk fasa dan ukuran kristalit PbTiO_3 sintering

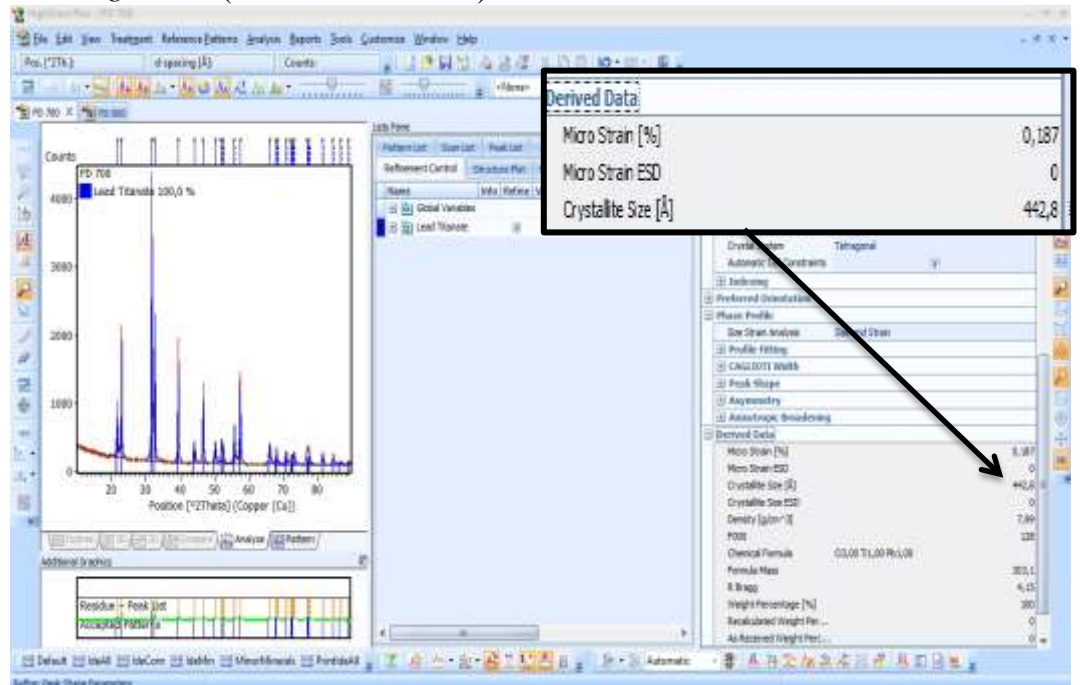
a. sintering 500°C (ICSD 98-006-1169)



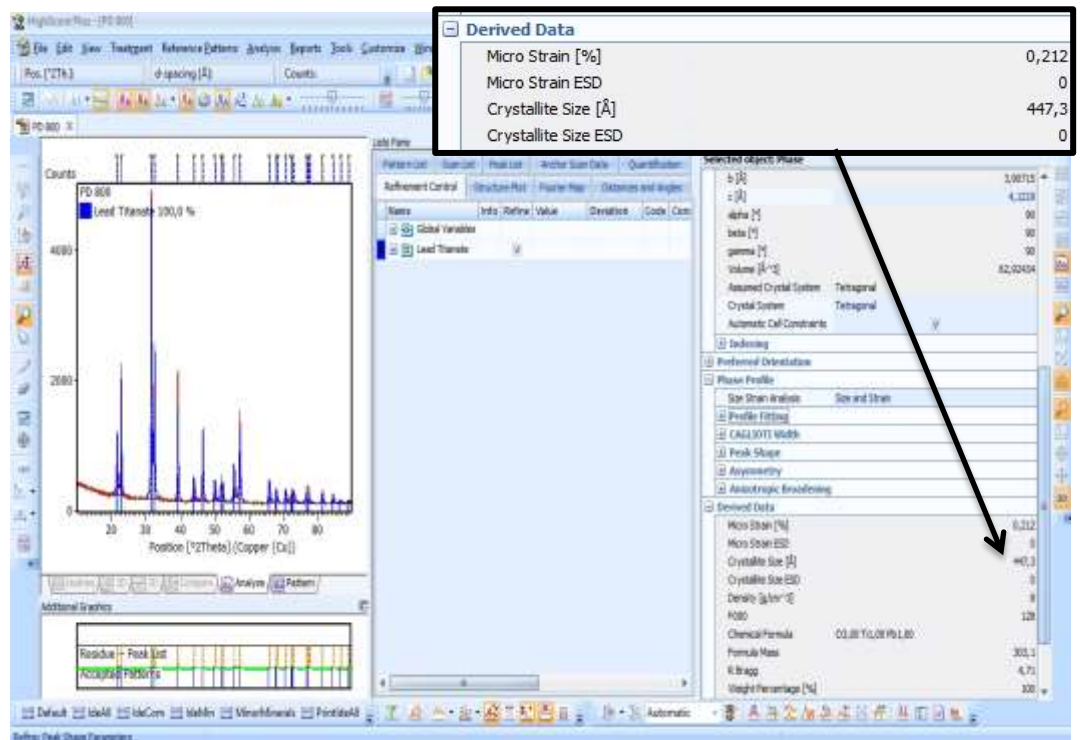
b. sintering 600°C (ICSD 98-016-5498)



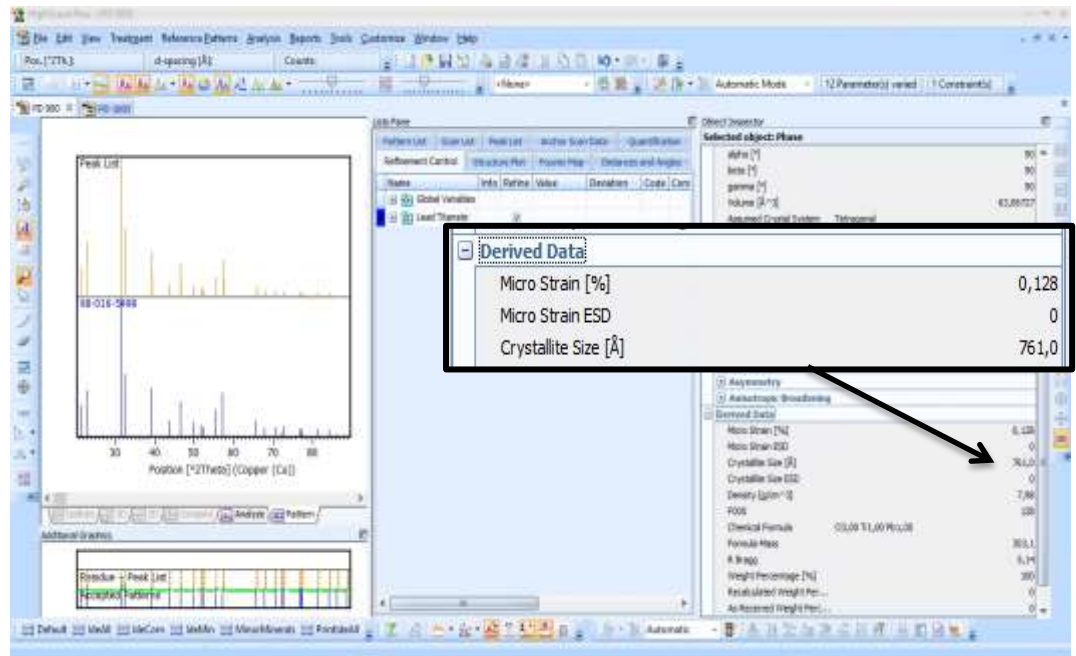
c. *sintering 700°C (ICSD 98-009-0693)*



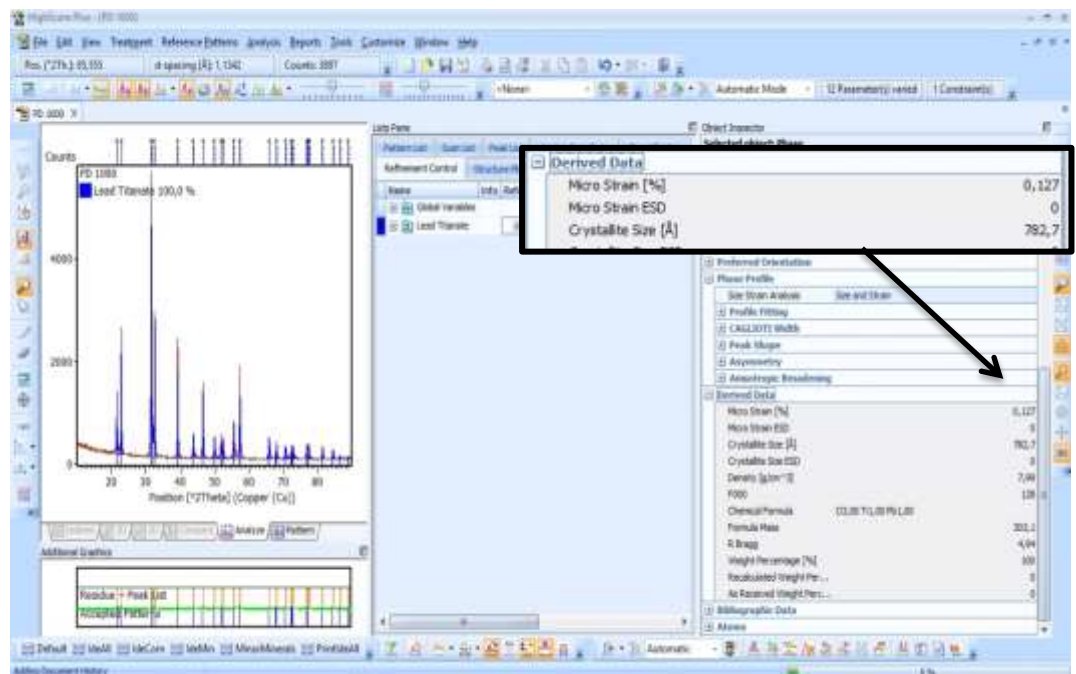
d. *sintering 800°C (ICSD 98-016-5498)*



e. *sintering* 900°C (ICSD 98-009-0693)



f. *sintering* 1000°C (ICSD 98-016-5498)



g. *sintering* 1100°C (ICSD 98-016-5498)

