

**PENGARUH VARIASI WAKTU PADA SINTESIS PbZrTiO_3
DENGAN METODE *MOLTEN SALT***

SKRIPSI

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa



Oleh :

Ryan Muhamad Rizki
3334170071

**JURUSAN TEKNIK METALURGI FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA
CILEGON – BANTEN**

2024

LEMBAR PENGESAHAN

**PENGARUH VARIASI WAKTU PADA SINTESIS $PbZrTiO_3$ DENGAN
METODE *MOLTEN SALT***

SKRIPSI

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Disetujui untuk Jurusan Teknik Metalurgi Oleh :

Pembimbing I



Prof. Alfirano, S.T., M.T., Ph.D
NIP. 1974062920031210001

Pembimbing II



Drs. Syahfandi Ahda, M.T.
NIP. 196002021987021001

LEMBAR PERSETUJUAN

**PENGARUH VARIASI WAKTU PADA SINTESIS $PbZrTiO_3$
DENGAN METODE *MOLTEN SALT***

Disusun dan diajukan Oleh :

Ryan Muhamad Rizki

3334170071

Telah disidangkan di depan dewan penguji pada tanggal

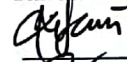
03 Agustus 2023

Susunan Dewan Penguji

Tanda Tangan

Penguji I

: Prof. Alfirano, S.T., M.T., Ph.D



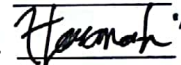
Penguji II

: Drs. Syahfandi Ahda, M.T.



Penguji III

: Indah Uswatun Hasanah, S.Si., M.T.



Skripsi ini telah diterima sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar
Sarjana Teknik

Mengetahui

Ketua Jurusan Teknik Metalurgi



Abdul Aziz, S.T., M.T., Ph.D

NIP. 198003072005011002

LEMBAR PERNYATAAN

Dengan ini saya sebagai penulis Skripsi berikut:

Judul : Pengaruh Variasi Waktu pada Sintesis PbZrTiO_3 dengan
Metode *Molten Salt*

Nama Mahasiswa : Ryan Muhamad Rizki

NIM : 3334170071

Fakultas : Teknik

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa Skripsi tersebut di atas adalah benar benar hasil karya asli saya dan tidak memuat hasil karya orang lain, kecuali dinyatakan melalui rujukan yang benar dan dapat dipertanggungjawabkan. Apabila dikemudian hari ditemukan hal-hal yang menunjukkan bahwa sebagian atau seluruh karya ini bukan karya saya, maka saya bersedia dituntut melalui hukum yang berlaku. Saya juga bersedia menanggung segala akibat hukum yang timbul dari pernyataan yang secara sadar dan sengaja saya nyatakan melalui lembar ini.

Cilegon, 05 Juli 2024



Ryan Muhamad Rizki

NIM. 3334170071

ABSTRAK

Piezoelektrik merupakan bahan padat biasanya berbentuk kristal dan keramik yang menghasilkan muatan listrik apabila terkena tekanan mekanik. Penggunaan bahan ini biasanya banyak terdapat dalam rangkaian atau komponen elektronik seperti mikrofon, printer, osilator elektronik dan bahkan digunakan sebagai pembangkit listrik berdaya rendah. Pada tahun 2008, di stasiun Tokyo dikembangkan pembangkit listrik dengan menggunakan bahan piezoelektrik. Pembangkit listrik tersebut menghasilkan energi listrik dari tekanan yang dihasilkan penumpang pada lantai yang telah diganti dengan bahan piezoelektrik. Sintesis bahan PZT biasanya menggunakan beberapa metode, diantaranya adalah *solid solution reaction*, *sol-gel methode*, dan yang terbaru adalah menggunakan metode *molten salt*. Metode *molten salt* adalah salah satu metode sintesis bahan dengan menggabungkan bahan dasar dengan lelehan garam. Garam yang digunakan adalah campuran garam NaCl-KCl. Campuran garam dan bahan dasar digerus selama 4 jam agar homogen. Pada proses sintesis dengan metode *molten salt* variasi waktu mempunyai peranan yang cukup penting. Pada percobaan ini bahan dasar dan garam dicampurkan dengan perbandingan 1:1,6 secara berturut-turut. Variasi waktu pemanasan yang digunakan adalah 1,1 jam, 3,1 jam, 4,5 jam dan 5 jam. Setelah melalui proses pemanasan sampel kemudian dicuci untuk menghilangkan kandungan garam. Setelah itu sampel dikarakterisasi menggunakan mesin XRD dan dilakukan analisa dengan *software Highscore Plus*. Hasil dari percobaan ini didapatkan bahan PZT yang terbentuk dan beberapa pengotor. Pada proses pemanasan 1,1 jam dan 3,1 jam sudah terbentuk PZT tetapi masih banyak pengotor. Barulah pada proses pemanasan 4,5 jam dan 5 jam didapat produk PZT yang mengandung sedikit produk pengotor.

Kata Kunci : Piezoelektrik, *Molten Salt*, PZT, XRD

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, atas segala limpahan kebaikan dan kemurahan-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Proposal Skripsi ni yang merupakan salah satu syarat kelulusan sebagai sarjana teknik metalurgi di Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Dalam kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Abdul Aziz, S.T., M.T., Ph.D. selaku ketua jurusan Teknik Metalurgi..
2. Bapak Prof. Alfirano, S.T., M.T., Ph. D dan Bapak Drs. Syahfanfi Ahda, M.T, selaku pembimbing pertama dan kedua yang membimbing penulis dalam penyusunan skripsi ini.
3. Seluruh staf dan karyawan PSTBM-BATAN dan semua pihak instansi yang terkait dengan penelitian ini.
4. Kedua orang tua, adik, dan rekan-rekan saya yang telah memberikan dukungan dan do'anya.

Penulis menyadari bahwa Proposal Skripsi ini masih terdapat kekurangan, sehingga kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak diharapkan. Penulis berharap skripsi ini nantinya bisa bermanfaat khususnya bagi penulis dan bagi pembaca pada umumnya

Cilegon, Juli 2024



Ryan Muhamad Rizki

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERSETUJUAN.....	iii
LEMBAR PERNYATAAN	iv
ABSTRAK	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL.....	viii
DAFTAR GAMBAR	ix
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Ruang Lingkup Penelitian.....	3
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Bahan Piezoelektrik	4
2.2 <i>Lead Zirconate Titanate</i>	5
2.3 Proses Sintesis Molten Salt	7
2.4 Parameter Sintesis <i>Molten Salt</i>	10
2.5 Pengaruh Temperature pada Sintesis Molten Salt.....	11
2.6 Pengaruh Waktu Tahan pada Sintesis Molten Salt	12

2.7 Skema Proses Sintesis Molten Salt	13
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Diagram Alir Penelitian	15
3.2 Alat dan Bahan	16
3.2.1 Alat yang Digunakan.....	16
3.2.2 Bahan yang Digunakan	17
3.3 Prosedur Penelitian.....	17
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Analisa Bahan Dasar	19
4.2 Sintesis <i>PZT</i> dengan <i>Molten Salt</i>	24
4.3 Analisa Sintesis <i>PZT</i> 1,1 Jam.....	25
4.4 Analisa Sintesis <i>PZT</i> 3,1 Jam.....	27
4.5 Analisa Sintesis <i>PZT</i> 4,5 Jam.....	28
4.6 Analisa Sintesis <i>PZT</i> 5 Jam.....	29
4.7 Indikator Proses <i>Refinement Highscore Plus</i>	30
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan.....	32
5.2 Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN	
Lampiran A Perhitungan	36
Lampiran B Data Penelitian	39
Lampiran C Gambar Alat dan Bahan.....	45

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Daftar Sistem Garam.....	9
Tabel 4.1 Perbandingan 2θ TiO_2 Hasil Eksperimen dan <i>Database</i>	20
Tabel 4.3 Perbandingan 2θ PbO Hasil Eksperimen dan <i>Database</i>	21
Tabel 4.4 Perbandingan 2θ NaCl Hasil Eksperimen dan <i>Database</i>	23
Tabel 4.5 Perbandingan 2θ KCl Hasil Eksperimen dan <i>Database</i>	23
Tabel 4.6 Data Nilai Indikator <i>Refinement</i>	31

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Diaram Fasa $\text{PbZrO}_3\text{-PbTiO}_3$	6
Gambar 2.2 Diagram Relasi Konstanta Piezoelektrik dengan Koefisien Elektromekanik	7
Gambar 2.3 Diagram Fasa NaCl-KCl	8
Gambar 2.4 Skema Proses Sintesis <i>Molten Salt</i>	13
Gambar 3.1 Diagram Alir Percobaan	16
Gambar 4.1 Pola Difraksi Bahan Dasar <i>PZT</i>	19
Gambar 4.2 Pola Difraksi Garam NaCl dan KCl	22
Gambar 4.3 Analisa Sintesis <i>PZT</i> 1,1 Jam	25
Gambar 4.4 Analisa Sintesis <i>PZT</i> 3,1 Jam	27
Gambar 4.5 Analisa Sintesis <i>PZT</i> 4,1 Jam	28
Gambar 4.6 Analisa Sintesis <i>PZT</i> 5 Jam	29
Gambar B.1 Sampel Hasil Pemanasan 1,1 Jam.....	40
Gambar B.2 Sampel Hasil Pemanasan 3,1 Jam.....	40
Gambar B.3 Sampel Hasil Pemanasan 4,5Jam.....	40
Gambar B.4 Sampel Hasil Pemanasan 5 Jam.....	41
Gambar B.5 Hasil Analisa Sampel Pemanasan 1,1 Jam.....	41
Gambar B.6 Hasil Analisa Sampel Pemanasan 3,1 Jam.....	42
Gambar B.7 Hasil Analisa Sampel Pemanasan 4,5 Jam.....	42
Gambar B.8 Hasil Analisa Sampel Pemanasan 5 Jam.....	43
Gambar B.9 Nilai Indikator Refinement Sampel Pemanasan 1,1 Jam.....	43

Gambar B.10 Nilai Indikator Refinement Sampel Pemanasan 3,1 Jam.....	43
Gambar B.11 Nilai Indikator Refinement Sampel Pemanasan 4,5 Jam.....	44
Gambar B.12 Nilai Indikator Refinement Sampel Pemanasan 5 Jam.....	44
Gambar C.1 Mesin <i>XRD Empyryan Panalytical</i>	46
Gambar C.2 <i>Oven</i>	46
Gambar C.3 <i>Muffle Furnace</i>	46
Gambar C.4 Neraca Digital.....	47
Gambar C.5 Mortar	47
Gambar C.6 Labu Erlenmeyer.....	47
Gambar C.7 Pemanas Air.....	47
Gambar C.8 Pipet	47
Gambar C.9 Spatula	47
Gambar C.10 Krusible Keramik.....	48
Gambar C.11 Gelas Beker.....	48
Gambar C.12 Corong Kaca	48
Gambar C.13 Serbuk NaCl.....	48
Gambar C.14 Serbuk KCl	48
Gambar C.15 Serbuk TiO ₂	48
Gambar C.16 Serbuk PbO	49
Gambar C.17 Serbuk ZrO ₂	49

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Piezoelektrik merupakan bahan padat biasanya berbentuk kristal dan keramik yang menghasilkan muatan listrik apabila terkena tekanan mekanik. Penggunaan bahan ini biasanya banyak terdapat dalam rangkaian atau komponen elektronik seperti mikrofon, printer, osilator elektronik dan bahkan digunakan sebagai pembangkit listrik berdaya rendah. Pada tahun 2008, di stasiun Tokyo dikembangkan pembangkit listrik dengan menggunakan bahan piezoelektrik. Pembangkit listrik tersebut menghasilkan energi listrik dari tekanan yang dihasilkan penumpang pada lantai yang telah diganti dengan bahan piezoelektrik. Setiap harinya stasiun ini bisa menyalakan 100 lampu di stasiun selama 8 jam tanpa suplai energi dari pembangkit listrik konvensional.

Bahan dasar untuk piezoelektrik sendiri terdiri dari berbagai macam, bahan yang biasanya paling sering digunakan adalah *barium titanate* (BaTiO), *lead zirconate titanate* (PZT), *potassium sodium niobate* (KNN). Dari ketiga bahan tersebut, *lead zirconate titanate* (PZT) dengan struktur perovskite, mempunyai performa piezoelektrik yang sangat tinggi. Hal ini disebabkan oleh terbentuknya dua fasa yaitu fasa rombohedral dan tetragonal pada material tersebut. Jika dilihat pada diagram fasa $\text{PbZrO}_3\text{-PbTiO}_3$ material ini terletak pada titik *morphotropic phase boundary* (MPB). Pada titik tersebut koefisien elektromekanik dan konstanta piezoelektrik naik secara drastis.

Sintesis bahan PZT biasanya menggunakan beberapa metode, diantaranya adalah *solid solution reaction*, *sol-gel methode*, dan yang terbaru adalah menggunakan metode *molten salt*. Metode *molten salt* adalah salah satu metode sintesis bahan dengan menggabungkan bahan dasar dengan lelehan garam. Banyak keunggulan dari menggunakan metode ini, diantaranya adalah bisa menurunkan suhu reaksi, ramah lingkungan, serta biaya produksi yang rendah. Pada penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan bahan PZT dua fasa dengan menggunakan metode molten salt.

1.2 Rumusan Masalah

Berikut adalah rumusan masalah dalam penelitian yang akan dilakukan :

1. Apakah proses sintesis PbO, ZrO, dan TiO₂ dapat dilakukan dengan metode *molten salt* ?
2. Bagaimanakah pengaruh variasi waktu pemanasan terhadap produk yang dihasilkan ?
3. Apakah fasa yang terbentuk berpengaruh terhadap analisa struktur yang dilakukan ?

1.3 Tujuan Penelitian

Berikut adalah tujuan penelitian yang akan dilakukan :

1. Mengetahui apakah proses sintesis PbO, ZrO₂, dan TiO₂ dapat dilakukan dengan metode *molten salt*.
2. Mengetahui pengaruh variasi waktu dan konsentrasi garam terhadap proses sintesis.

3. Mengetahui proses identifikasi atau analisa struktur bahan yang dihasilkan.

1.4 Ruang Lingkup Penelitian

Adapun ruang lingkup penelitian ini adalah :

1. Bahan baku yang digunakan adalah serbuk PbO, serbuk ZrO₂, serbuk TiO₂ garam NaCl, garam KCl, AgNO₃, etanol, dan aquades.
2. Alat yang digunakan berupa *furnace*, *crucible*, *hot magnetic stirrer*, *oven*, neraca digital, mesin *XRD*, labu erlenmeyer, gelas beker, mortar keramik, spatula, kertas saring, corong kaca, dan pipet kaca.
3. Proses sintesis ini menggunakan variabel waktu dan konsentrasi garam. Waktu yang digunakan adalah 1,1 jam, 3,1 jam, 4,5 jam, dan 5 jam dengan perbandingan konsentrasi garam dan sampel 1,6:1.
4. Proses karakterisasi sampel menggunakan *x-ray diffraction (XRD)*.

DAFTAR PUSTAKA

S.J. Ruspitch, *Piezoelectrics Sensors and Actuator*; Springer, Germany, 2019.

Liu X, Fechler N, Antonietti M., Salt Melt Synthesis Of Ceramics, *Semiconductors And Carbon Nanostructures*, **42**:8237–65, 2013.

Kimura, Toshio., Molten Salt Synthesis Of Ceramic Powders, *Advances In Ceramics Synthesis And Characterization Processing And Specific Applications*, p.75–100, Doi:10.5772/20472, 2011.

Broström, Markus, Sonja Enestam, Rainer Backman, and Kari Mäkelä, Condensation in the KCl-NaCl System, *Fuel Processing Technology* **105**: 142–48. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2011.08.006>, 2013.

Januari, T., N. Aini, H. Barroroh, and A. Prasetyo, The Effect of Synthesis Time to Particle Size of Bi₄Ti₃O₁₂ Which Synthesized Using Molten Single Salt NaCl Method, *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* **456** (1). <https://doi.org/10.1088/1755-1315/456/1/012013>, 2020.

Kan, Xiaoqing, Jun Ding, Hongxi Zhu, Chengji Deng, and Chao Yu, Low Temperature Synthesis of Nanoscale Titanium Nitride via Molten-Salt-Mediated Magnesiothermic Reduction, *Powder Technology*, **315**: 81–86, 2017.

Chang, Yunfei, Jie Wu, Minmin Zhang, Elizabeth Kupp, and Gary L, Molten Salt Synthesis of Morphology Controlled α -Alumina Platelets, *Ceramics International* **43** (15): 12684–88, 2017.

Gupta, Santosh K, and Yuanbing Mao, “A Review on Molten Salt Synthesis of Metal Oxide Nanomaterials: Status, Opportunity, and Challenge.” *Progress in Materials Science*, Elsevier, <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100734>, 2021.

Zhu, Xinhua, Jun Zhou, Mengchao Jiang, Jun Xie, Shuang Liang, Shuyi Li, Zidong Liu, Yingying Zhu, Jianmin Zhu, and Zhiguo Liu, “Molten Salt Synthesis of Bismuth Ferrite Nano- And Microcrystals and Their Structural Characterization”, *Journal of the American Ceramic Society* **97**(7):2223–32, <https://doi.org/10.1111/jace.12897>, 2014.

Reddy, M. V., T. Y. Aloysius Chan, and S. Adams, "Effect of Molten Salt Synthesis Temperature on TiO₂ and Li Cycling Properties", *Journal of Solid State Electrochemistry* **22** (2): 429–39. <https://doi.org/10.1007/s10008-017-3756-3>, 2018.

Fazli, Rahman, and F. Golestani-Fard, "The Effects of Processin Parameters on Molten Salt Synthesis of CaZrO₃ Nano-Powders Using Oxide Precursors", *Powder Technology* **257**: 149–55, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.02.058>, 2014.

Ahda, Syahfandi, Mardiyanto, Taufiq, Agus, Silalahi, Marzuki, Sintesa Serbuk Keramik PbZr_{0,52}Ti_{0,48}O₃ dan PbZr_{0,58}Ti_{0,42}O₃ Dengan Metode *Molten Salt* dan Analisa Produk Intermediatnya, 2019.

Ahda, Syahfandi., Mardiyanto, and Parikin, Synthesis, Structural Analysis, and Initial Scratching on PbZr_xTi_(1-x)O₃ Piezoelectric Material, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 2018.