

APLIKASI METODE *MOLTEN SALT* UNTUK SINTESIS BAHAN PIEZOELEKTRIK $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$

Syahnandi Ahda¹, Mardiyanto¹ dan Alimin Mahyudin²

¹ Pusat Teknologi Bahan Industri (PTBIN) - BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan
²Jurusan Fisika, FMIPA - UNAND
Kampus UNAND Limau Manis, Padang 25163

Diterima: 17 Januari 2013

Diperbaiki: 26 April 2013

Disetujui: 13 Juni 2013

ABSTRAK

APLIKASI METODE *MOLTEN SALT* UNTUK SINTESIS BAHAN PIEZOELEKTRIK $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$. Telah dikembangkan sintesis bahan piezoelektrik ramah lingkungan (bebas Pb) dengan menggunakan metode *molten salt* untuk bahan piezoelektrik- $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT). Sintesis BNKT dilakukan dalam lingkungan lelehan garam NaCl dan KCl pada suhu *sintering* 950 °C. Bahan-bahan dasar Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , K_2CO_3 memiliki suhu leleh dibawah suhu lelehan garam, sedangkan TiO_2 berada diatas suhu *sintering*. BNKT diperoleh dalam dua tahap yakni terlebih dahulu mensintesis $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (BIT) kemudian dilanjutkan dengan sintesis BNKT. Pada proses sintesis dengan metode *molten salt* ini terjadi reaksi difusi bahan-bahan dasar (lelehan) ke partikel bahan dasar TiO_2 membentuk produk baru BIT maupun BNKT. Pada penelitian ini juga dilakukan sintesis BNKT dari BIT menggunakan metode *solid state reaction* sebagai pembandingan. Dari hasil karakterisasi fasa dan strukturmikro bahan BNKT masing-masing dengan metode difraksi sinar-X dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*, diperoleh bahwa dengan metode *molten salt* transformasi bahan dasar menjadi produk baru BNKT lebih baik dibandingkan dengan metode *solid state reaction*.

Kata kunci: Piezoelektrik, $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT), *Molten salt*, NaCl-KCl

ABSTRACT

APPLICATION OF MOLTEN SALT METHOD ON SYNTHESIS OF PIEZOELECTRIC MATERIALS $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT). Synthesis of environmentally friendly (or Pb-free) piezoelectric materials of $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) using molten salt method has been developed. BNKT synthesis has been carried out in an environment of molten NaCl and KCl at sintering temperature of 950 °C. The melting temperature of the base materials Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , K_2CO_3 is below the molten salt temperature, while the TiO_2 is above of 950 °C. BNKT was synthesis in two steps, which firstly synthesizes of $\text{Bi}_2\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (BIT) and followed by synthesis of BNKT. In this molten salt process the melt materials i.e Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , K_2CO_3 were diffused onto the TiO_2 base material, thus forming a new product of BIT or BNKT. As a comparison, the second step of BNKT synthesis from BIT (molten salt) was also been carried out using solid state reaction method. Characterization and analysis of the phase and microstructure of these two resulting synthesis materials were carried out using X-Ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM) respectively. The data showed that two step molten salt process give more single BNKT phase than combination of molten salt-solid state reaction process. The crystalline and particle size were also smaller for molten salt process. It can be concluded that with this molten salt method the transformation of base materials into new products to get BNKT is much better than the solid state reaction method.

Keywords: Piezoelectric, $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT), Molten salt, NaCl-KCl

PENDAHULUAN

Sintesis serbuk keramik feroelektrik, termasuk bahan piezoelektrik telah banyak dilakukan oleh para peneliti saat ini dengan metode konvensional *solid-state*. Namun metode ini membutuhkan suhu *sintering* yang

tinggi dan juga disertai dengan penggerusan berulang [1]. Begitu juga untuk menghilangkan cacat dari produk, sintesis dengan teknik kimia basah telah dikembangkan oleh para peneliti, seperti metode hidrotermal [2,3] dan

metode sol-gel [4,5]. Metode-metode tersebut biasanya melalui proses yang panjang dan rumit, kadangkala melibatkan pelarut-pelarut berbahaya (beracun) seperti 2-metoksietanol dan dapat menghasilkan partikel teraglomerasi [6]. Selain itu juga, metode sol-gel memerlukan pembiayaan awal yang tinggi [7]. Metode lain yang sedang dikembangkan, termasuk dalam penelitian ini, adalah metode *molten salt*.

Metode *molten salt* merupakan salah satu metode yang melibatkan lelehan garam sebagai media dalam menyiapkan oksida-oksida kompleks dari bahan penyusunnya (oksida dan karbonat). Lelehan garam ini stabil, karena memiliki kapasitas panas mirip dengan air. Adapun perbedaannya yakni suhu kerjanya lebih tinggi tercapai di daerah lelehan garam, sedangkan ketika garam mengeras (membeku) menimbulkan kontraksi, tidak ubahnya seperti air. Dengan kata lain garam cair dapat berfungsi sebagai pelarut, cairan dan memiliki kapasitas panas yang baik (dapat mencapai suhu tinggi 700 °C hingga 1100 °C).

Dua mekanisme utama terjadi pada sintesis *molten salt* yakni mekanisme *template-growth* dan *dissolution-precipitation*. Pada mekanisme *template-growth* reaktan terlarut dalam garam cair berdifusi ke permukaan reaktan yang jauh lebih sedikit-terlarutnya, sedangkan untuk mekanisme *dissolution-precipitation* dua reaktan benar-benar larut dalam garam bereaksi untuk membentuk fase produk [8,9]. Metode *molten salt* ini dapat digunakan untuk meningkatkan (terutama) reaksi padatan dalam waktu lama. Sebagian besar dari lelehan garam merupakan pelarut yang dapat digunakan untuk mengontrol karakteristik serbuk bahan dasar (ukuran dan bentuk serbuk). Dalam pengertian ini, sintesis garam cair berbeda dari metode fluks, yang menggunakan garam sebagai aditif untuk meningkatkan laju reaksi. Sehingga salah satu keuntungan dari metode ini adalah bentuk dan ukuran kristal dari produk sintesis dapat dikendalikan, disamping suhu *sintering* relatif rendah [10].

Pada saat ini sintesis $\text{Bi}_{0,5}\text{Na}_{0,5}\text{TiO}_2$ (BNT) telah berhasil dilakukan dengan menggunakan metode *molten salt* [9,11]. Metode ini juga mulai dikembangkan pada proses sintesis salah satu bahan piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) untuk meningkatkan kualitas bahan. Dari bahan piezoelektrik BNT yang disintesis dengan metode *molten salt*, sintesis dilanjutkan dengan metode *solid state reaction* menjadi $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) [12]. Begitu juga telah dilakukan sintesis BNKT pada suhu *sintering* 1100 °C hingga 1140 °C dengan menggunakan metode *solid state reaction* [13].

Pada penelitian ini dilakukan proses sintesis bahan piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) dengan metode *molten salt* (*template-growth*) untuk mendapatkan bahan piezoelektrik yang bebas Pb (racun, tidak ramah lingkungan). Metode ini digunakan karena titik leleh bahan-bahan dasarnya cenderung tinggi,

khususnya bahan dasar TiO_2 , 1830 °C, sedangkan bahan dasar lainnya di bawah 891 °C. Adapun lelehan garam yang digunakan adalah NaCl dan KCl yang memiliki suhu leleh 801 °C dan 770 °C. Suhu *sintering* yang diaplikasikan adalah 950 °C. Hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi dan dianalisis fasanya dengan menggunakan metode difraksi sinar-X. Adapun bentuk morfologi dari hasil produk sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

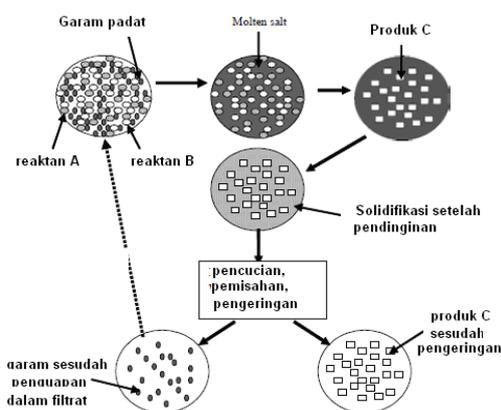
METODE PERCOBAAN

Bahan dasar (reaktan) adalah Bi_2O_3 , Na_2CO_3 , TiO_2 dan K_2CO_3 dengan puritas cukup tinggi (> 99,9 %) dari fabrikasi ABCR. Pada Tabel 1 ditampilkan suhu leleh dan uap dari bahan-bahan dasar yang digunakan.

Prosedur sintesis dengan menggunakan metode *molten salt* (disingkat MS) dilakukan dengan mencampur garam dengan bahan-bahan reaktan secara homogen (dengan digerus) yang dilanjutkan dengan proses pembakaran atau *sintering* pada suhu di atas suhu lelehan garam dalam waktu tertentu. Sebelum proses *sintering*, dilakukan terlebih dahulu proses kalsinasi untuk menghilangkan/menguapkan pengotor yang muncul pada saat proses penggerusan dan transportasi sampel. Bahan hasil *sinter* dicuci dengan air panas untuk memisahkan garam dengan produk sintesis. Prosedur tersebut secara skematik ditampilkan pada Gambar 1. Reaktan A dan Reaktan B dicampur dengan garam padat

Tabel 1. Suhu leleh dan uap dari bahan dasar

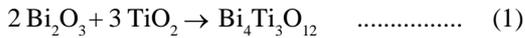
Bahan	Suhu Leleh	Suhu Uap
Bi_2O_3	817	1.890 °C
Na_2CO_3	851	1.633 °C
TiO_2	1.830 °C	2500-3000 °C
K_2CO_3	891 °C	
NaCl	801 °C	1.413°C
KCl	773 °C	1.500°C



Gambar 1. Skematik prosedur sintesis metode *molten salt* [14]

dan kemudian dilakukan proses *molten salt* (*sintering*) yang diharapkan akan menghasilkan produk C (baru). Setelah didinginkan, produk C dicuci agar dapat memisahkan produk C dengan garam.

Pada penelitian ini proses sintesa BNKT dilakukan dalam dua tahap yakni diawali dengan sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dengan cara mereaksikan Bi_2O_3 dan TiO_2 sesuai Persamaan reaksi (1):



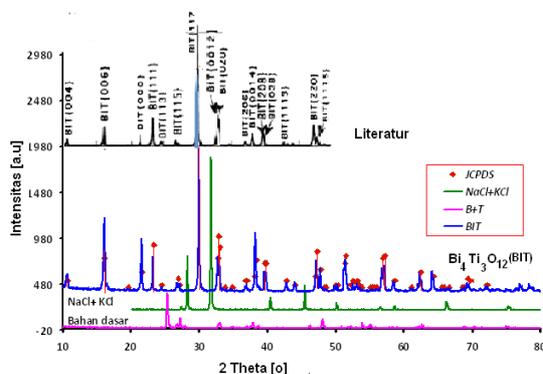
Sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dilakukan dengan perbandingan mol secara stoikiometri dari bahan dasar Bi_2O_3 dan TiO_2 dan digerus selama 4 jam. Kemudian ditambahkan bahan garam NaCl dan KCl dengan perbandingan mol masing-masing adalah 1:1 dan digerus kembali. Hasil penggerusan ini dipanaskan selama 1 jam dengan suhu 300 °C, agar menghilangkan kotoran organik selama persiapan. Proses *molten salt* diaplikasikan pada pemanasan selama 4 jam pada suhu *sintering* 950 °C.

Pada tahap dua, produk BIT dicampurkan dengan Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2 , digerus kembali selama 4 jam. Sampel dibagi dua yakni sampel satu dilakukan proses *molten salt* kembali dengan penambahan garam NaCl dan KCl (dilabel dengan BNKT MS MS), sedangkan sampel dua dilakukan dengan metode *solid state reaction* (dilabel dengan BNKT MS SS) sebagai sintesis pembanding. Teknik *solid state reaction* dilakukan dengan memberikan tekanan 4000 psi dan *disinter* selama 4 jam dengan suhu 1000 °C. Produk hasil sintesis dari kedua metode ini dievaluasi struktur kristal dan struktur mikronya masing-masing dari hasil analisis pada data pola difraksi sinar-X dan hasil pengamatan pada foto *Scanning Electron Microscope* (SEM).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Struktur $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$

Identifikasi fasa hasil sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dari analisis pola difraksi sinar-X ditampilkan pada



Gambar 2. Pola difraksi sinar-X dari produk sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT), bahan dasar ($\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$), garam NaCl+KCl dan literatur [12].

Gambar 2. Pola difraksi sinar-X menunjukkan kehadiran puncak-puncak utama produk sintesis (BIT) yang terlihat jelas (sebagaimana dibandingkan dengan pola literatur [12]). Hal ini mengindikasikan adanya transformasi fasa bahan dasar berjalan secara baik. Identifikasi lebih lanjut pada pola difraksi ini dilakukan dengan menggunakan metode Hanawalt dengan mencocokkan puncak-puncak difraksi hasil pengamatan dengan *database Joint Comitte on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) nomor 35-0795 untuk $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT). Hampir seluruh puncak-puncak yang dimiliki pada pola data JCPDS teridentifikasi sama dengan hasil produk sintesis BIT dari rentang sudut (2θ) 10° sampai dengan 75°.

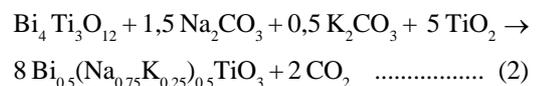
Ketidakberadaan puncak-puncak bahan dasar (Bi_2O_3 dan TiO_2) dan bahan garam (sebagai media pereaksi) NaCl dan KCl, serta puncak asing lainnya, menunjukkan keberhasilan proses sintesis yang berarti telah terjadi reaksi kima yang cukup baik untuk menghasilkan produk BIT. Disamping itu juga pola difraksi BIT menunjukkan identifikasi yang sesuai literatur [12] pada rentang sudut 10° sampai dengan 50°.

Adapun perbedaan intensitas (tinggi-rendah) produk sintesis dengan data-data JCPDS atau literatur di atas karena sampel produk sintesis berupa padat (bukan serbuk). Sampel berbentuk padat ini sangat dimungkinkan seluruh bidang-bidang kristalnya tidak semuanya proposional berada di permukaan sehingga akan mempengaruhi intensitas dari difraksi bidang.

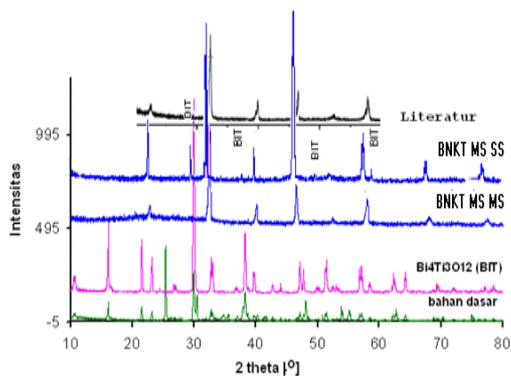
Analisis di atas dapat menunjukkan bahwa proses sintesis ini dikendalikan oleh mekanisme *template-growth* dimana partikel produk berpresipitasi dari garam cair jenuh dengan satu reaktan terlarut (Bi_2O_3) dan satu reaktan tidak terlarut (TiO_2). Proses difusi dari pencampuran ini bereaksi dalam medium cair sehingga reaksi lebih cepat dan suhu sintesis agak rendah. Hasil ini sesuai dengan hasil sintesis yang dilakukan oleh peneliti lain [12] dengan metode *solid state reaction*, dimana BIT juga terbentuk pada suhu sintesis 950 °C. Sintesis dilakukan oleh peneliti lain [15,16] pada suhu *sintering* 1050 °C. Hal ini menunjukkan bahwa pada penelitian ini terjadi penurunan suhu *sintering* menjadi 950 °C.

Analisis Struktur $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$

Proses sintesis $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) dilakukan dengan mereaksikan BIT dengan Na_2CO_3 , K_2CO_3 , dan TiO_2 menggunakan metode *molten salt* (label BNKT MS MS) dengan reaksi Persamaan (2):



dan sebagai komparasi dicoba juga dengan metode *solid state reaction* (label BNKT MS SS)



Gambar 3. Pola difraksi sinar-X bahan dasar, BIT, produk sintesis BNKT MS MS dengan metode *molten salt*, BNKT MS SS dengan metode *solid state reaction* dan literatur [16]

Pola difraksi sinar-X produk sintesis BNKT MS MS, gabungan bahan dasar dan juga garam $\text{NaCl} + \text{KCl}$ ditunjukkan pada Gambar 3. Pembahasan pola difraksi produk BNKT ini (identik dengan BIT) yakni tidak ada kehadiran puncak-puncak asing, bahan dasar dan garam, sehingga memperkuat analisis telah terjadi suatu produk baru atau fasa baru. Pada gambar tersebut diketahui bahwa pada suhu *sintering* 950°C telah terjadi transformasi fasa dari BIT dan bahan dasar (Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2) menjadi fasa BNKT. Puncak-puncak utama dari pola difraksi BNKT MS MS identik dengan literatur [16] dengan rentang sudut difraksi (2θ) sebesar 20° sampai dengan 60° . Hal ini menunjukkan bahwa proses sintesis bahan piezoelektrik BNKT telah berhasil dilakukan dengan metode *molten salt*.

Puncak-puncak utama dari produk sintesis BNKT antara lain berada pada 2θ $22,84^\circ$, $32,15^\circ$, $40,18^\circ$, $47,6^\circ$ dan $58,4^\circ$. Dengan terbentuknya BNKT tersebut telah terjadi proses difusi antar lelehan beberapa bahan dasar pada TiO_2 dan BIT.

Proses sintesis dengan teknik *molten salt* untuk BIT dan dilanjutkan dengan pengembangan menggunakan teknik *solid state reaction* untuk BNKT, dilakukan agar dapat melihat optimalisasi dari kedua teknik tersebut. Pola difraksi dari pengembangan proses sintesis diatas, diperlihatkan pada Gambar 3 dengan label BNKT MS SS.

Kompaksi bahan-bahan BIT, Na_2CO_3 , K_2CO_3 dan TiO_2 sebesar 5000 psi untuk *solid state reaction* memberikan butir-butir bahan berada pada jarak yang lebih dekat dibandingkan dengan metode *molten salt* sehingga memberi peluang untuk berdifusi lebih cepat. Pada suhu *sintering* 1000°C selama 4 jam telah terjadi fasa baru BNKT (dilabelkan BNKT-MS SS), namun muncul juga puncak-puncak asing pada sudut difraksi (2θ) $29,76^\circ$, $38,22^\circ$, $50,52^\circ$ dan $59,24^\circ$. Identifikasi puncak-puncak tersebut ternyata sangat cocok dengan puncak-puncak utama dari bahan BIT. Data ini menunjukkan proses difusi dan reaksi kimia yang terjadi berjalan kurang baik, sehingga bahan-bahan

Tabel 2. FWHM dari pola difraksi untuk BNKT MS MS dan BNKT MS SS

Puncak (2θ)	FWHM [$^\circ$]	
	BNKT MS MS	BNKT MS SS
22,8	0,324	0,216
32,5	0,287	0,181
40,6	0,336	0,252
46,6	0,282	0,245
52,3	0,464	0,324
58,0	0,683	0,377

Na_2CO_3 dan K_2CO_3 tidak beraksi sepenuhnya dengan BIT. Dengan kata lain sebagian bahan BIT tidak bereaksi dengan bahan dasar lain.

Juga telah terjadi pergeseran puncak-puncak utama antara metode *molten salt* dengan *solid state reaction* sekitar $0,10^\circ$ hingga $0,12^\circ$ ke arah kiri dalam pola yang sama. Ini mengindikasikan bahwa jarak antar bidang (d) yang sama untuk *solid state reaction* lebih besar dibandingkan dengan *molten salt*, sebagaimana ditentukan oleh hukum Bragg, sesuai Persamaan (3):

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad \dots\dots\dots (3)$$

Dimana:

- n = Orde
- λ = Panjang gelombang
- d = Jarak antar bidang
- 2θ = Sudut difraksi sinar-X

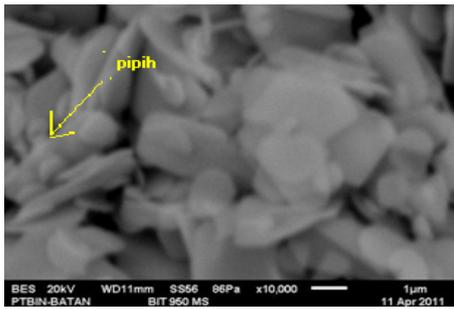
Hal ini berarti bahwa parameter kisi untuk *solid state reaction* lebih besar. Nilai-nilai *Full Width at Half Maximum (FWHM)* untuk berbagai puncak dari kedua teknik tersebut ditampilkan pada Tabel 2.

Sebagaimana diketahui bahwa semakin besar FWHM (semakin lebar) mengindikasikan bahwa ukuran kristalin semakin kecil [17]. Hal ini menunjukkan bahwa BNKT MS MS memiliki ukuran kristalin lebih kecil dibandingkan BNKT MS SS.

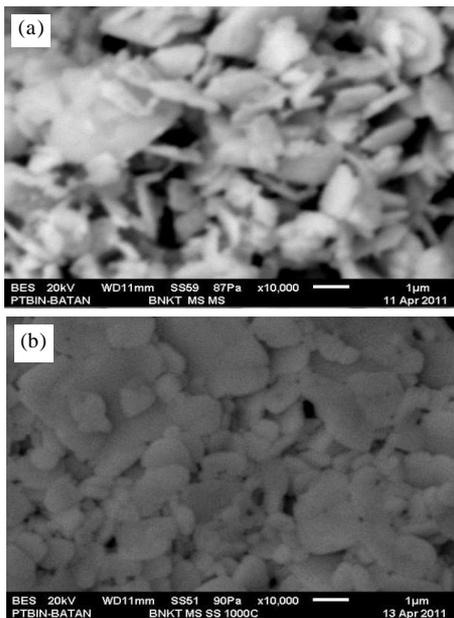
Dari hasil analisis sintesis BNKT yang telah dilakukan dengan dua proses di atas dapat diketahui bahwa pada proses sintesis BNKT MS MS, tidak ditemukan fasa lain sehingga proses ini lebih baik dibandingkan dengan BNKT MS SS. Hal ini karena pada proses sintesis BNKT dengan metode *molten salt* yang menggunakan NaCl dan KCl ini terjadi pada suhu *sintering* yang lebih rendah, tanpa perlu adanya pemberian tekanan (kompaksi) pada bahan dan pola difraksi yang terbentuk bebas dari puncak asing.

Analisis Bentuk Morfologi

Telah dilakukan karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope (SEM)* terhadap produk sintesis BIT, BNKT MS MS dan BNKT MS SS yang ditampilkan pada Gambar 4 dan Gambar 5. Keseluruhan sampel secara umum menunjukkan butiran berbentuk



Gambar 4. Bentuk morfologi hasil pengamatan dengan SEM dari produk sintesis BIT



Gambar 5. Bentuk morfologi hasil pengamatan SEM dari produk sintesis (a). BNKT MS MS dan (b). BNKT MS SS

pipih-pipih. Bentuk morfologi dari BIT dengan perbesaran 10000 x menunjukkan butiran-butiran besar yang pipih dan sedikit juga membentuk jarum. Kepipihan ini juga diinterpretasikan dapat dimungkinkan lapisan-lapisan Bismuth (BIT) yang berlapis (layer) dan dapat tumbuh ke arah sumbu c pada sistem kristal *perovskite* BIT, sebagaimana yang dikembangkan oleh peneliti lain [18]. Gambar 5 menunjukkan juga butiran berbentuk pipih untuk BIT yang lebih besar dari pada butiran BNKT MS MS dan BNKT MS SS.

Bentuk pipih dari BIT ini menginisiasi reaksi untuk mendapatkan produk BNKT. Khusus untuk BNKT MS-MS bentuk butiran disamping pipih juga terlihat jarum seperti ditunjukkan pada Gambar 5. Sedangkan BNKT MS SS lebih dominan berbentuk pipih. Kedua produk ini menunjukkan besaran butiran lebih besar pada BNKT MS SS dari pada BNKT MS MS.

Besaran butiran partikel merupakan gabungan dari besaran kristalin. Sebagaimana dijelaskan pada bagian sebelumnya untuk ukuran kristalin, juga ukuran partikel BNKT MS SS lebih besar dari BNKT MS MS.

KESIMPULAN

Penggunaan metode *molten salt* lelehan garam NaCl dan KCl pada proses sintesis untuk mendapatkan produk bahan piezoelektrik $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT) telah berhasil dilakukan dalam dua tahap yakni sintesis $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BIT) dan dilanjutkan dengan sintesis $\text{Bi}_{0,5}(\text{Na}_{0,75}\text{K}_{0,25})_{0,5}\text{TiO}_3$ (BNKT). Hasil reaksi dari proses sintesis ini mengindikasikan bahan-bahan berdifusi secara keseluruhan dengan hasil reaksi yang sempurna dari produk BIT maupun BNKT. Tidak ditemukan puncak-puncak asing maupun puncak bahan dasar pada pola difraksi sinar-X. Pada bahan BNKT hasil proses *molten salt* dan *solid state reaction*, proses sintesis berjalan tidak sempurna dan masih ditemukan fasa BIT pada hasil sintesis. Ukuran butiran kristal (kristalin) pada BNKT MS MS lebih kecil dari pada BNKT MS SS, dengan bentuk morfologi BIT, BNKT MS MS dan BNKT MS SS dominan pipih dan jarum. Dapat disimpulkan bahwa metode *molten salt* dengan dua tahap untuk mendapatkan BNKT (BNKT MS MS) lebih baik dibanding sintesis gabungan metode *molten salt* (BIT) dan dilanjutkan dengan *solid state reaction* untuk mendapatkan BNKT (BNKT-MS SS).

DAFTAR ACUAN

- [1]. T. LU, J. DAI, J. TIAN, W. SONG, X. LIU, L. LAI, H. CHU, X. HUANG and X. LIU, *Journal of Alloys and Compounds*, **490** (2010) 232-235
- [2]. J-H CHO, Y-J MA, Y-H LEE, M-P CHUN and B-I KIM, *Journal of Ceramic Processing Research*, **7**(2)(2006)91-94
- [3]. Y.WANG, G. XU, L. YANG, Z. REN, X. WEI, W. WENG, P. DU, G. SHEN and G. HAN, *Ceramics International*, **35** (2009) 1657-1659
- [4]. Q. XU, S. CHEN, W. CHEN, D. HUANG, J. ZHOU, H. SUN and Y. LI, *Journal of Materials Science*, **41** (2006) 6146-6149
- [5]. E. MERCADELLI, C. GALASSI, A.L. COSTA, S. ALBONETTI and A. SANSON, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, **46** (2008) 39-45
- [6]. F. BORTOLANI & R.A. DOREY, *Journal of the European Ceramic Society*, **30** (10) (2010) 2073-2079
- [7]. L. LI, J. DENG, J. CHEN, R. YU, L. QIAO and X. XING, *Journal of Alloys and Compounds*, **471** (1-2) (2009) 428-431
- [8]. H. AMORÍN, J. RICOTE, J. HOLC, M. KOSEC, M. ALGUER, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **28** (2008) 2755
- [9]. TERESA ZAREMBA, *Synthesis of Ferroelectric $\text{Na}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$ by MSS (Molten Salt Synthesis) Method*, in *Ferroelectrics -Material Aspects*. Ed. M. LALLART. RIJEKA, InTech (2011) 31-48
- [10]. P. SETASUWON, N. VANEESORN, S. KIJAMNAJSUK, A. THANABOONSOMBUTA, *J. Science and Technology of Advanced Materials*, **6** (2005) 278-281

- [11]. EVI YULIANTI, DONA TRIWAHYUNI, SYAHFANDIAHDA dan DESWITA, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **14**(1) (2013) 13-17
- [12]. TOSHIHIKO TANI, *Journal of the Korean Physical Society*, **32** (1998) S1217-S1220
- [13]. VAN-QUYETNGUYEN, HYOUNG-SUHAN, HAN-BOK LEE, JONG ILYOON, KYOUNGKWANAHN and JAE-SHIN LEE, *Journal of Ceramic Processing Research*, **13**(2) (2012) s282~s285
- [14]. SHAOWEI ZHANG, BENG MENG PHD, *J. Mater Soc.*, **1**(2) (2007) 49-53
- [15]. CHANG WON AHN, EUH DUCK JEONG, YOUNG HYEOK KIM, JAE SHIN LEE and HAI JOON LEE, *J. Electroceram*, **23** (2009) 402-405
- [16]. A. HUSSAIN, C.W. AHN, H.J. LEE, I.W. KIM, J.S. LEE, S.J. JEONG and S.K. ROUT, *Current Applied Physics*, **10** (1) (2010) 305-310.
- [17]. B.D. CULLITY, *Elements of X-Ray Diffraction*, Addison Wesley Publishing Company Inc., (1977)
- [18]. SUPHAKAN KIJAMNAJSUK, PAISAN SETASUWAN, PATTANARAKKWAMSUK, *The Effect on Size and Shape of BNT and ST seeds*, Presented at The 4th Thailand Materials Science and Technology Conference (2006)