

STRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF BaTiO₃
NANOSTRUCTURES SYNTHESIZED VIA HYDROTHERMAL METHOD

NURUL NORFARINA BINTI HASBULLAH

MASTER OF SCIENCE

UNIVERSITI MALAYSIA TERENGGANU

2018

STRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF BaTiO₃
NANOSTRUCTURES SYNTHESIZED VIA HYDROTHERMAL METHOD

NURUL NORFARINA BINTI HASBULLAH

**A thesis submitted in partial fulfilment of the requirements for the award of the
degree of Master by Research in School of Fundamental Science at the**

Universiti Malaysia Terengganu

2018

Abstract of thesis presented to the senate of Universiti Malaysia Terengganu in fulfilment of the requirement for the degree of Master of Science

**STRUCTURAL AND OPTICAL PROPERTIES OF BaTiO₃
NANOSTRUCTURES SYNTHESIZED VIA HYDROTHERMAL METHOD**
NURUL NORFARINA BINTI HASBULLAH

2018

Main Supervisor : Lee Oon Jew, PhD

Co-Supervisor : Professor Zainal Abidin Bin Talib, PhD

School : School of Fundamental Science

One of free-lead materials which is morphology can be controlled with narrow size distribution is BaTiO₃. In this work, BaTiO₃ nanostructures were synthesized through hydrothermal method. Hydrothermal method is a simple and low cost method temperatures for materials synthesis. Three different molar ratios of Ba(OH)₂ : tert-butylamine : oleic acid , specifically (1:2:2), (1:3:3) and (1:8:8) are varied to synthesis BaTiO₃ nanopowders. The as-synthesis powders obtained from the hydrothermal process were calcined at temperature 500 °C to 1000 °C. These calcination temperatures were selected from the decomposition properties as shown on the thermogravimetric (TGA) analysis. Then, the powders prepared using the ratio (1:8:8) was chosen to further study in the form of the films because this molar ratio is the best combination to prepare BaTiO₃ nanocubes. BaTiO₃ (1:8:8) the thin films were fabricated using drop casting method and were heated at 550 °C for 4 hours. The phase formation and morphology of the samples were studied using X-ray diffraction (XRD), field emission scanning electron microscopy (FESEM) and transmission electron microscopy (TEM). The optical characterization of the samples was determined using UV-Vis spectroscopy (UV-Vis) and Photoluminescence spectroscopy (PL). When the calcination temperatures increase from 500 °C to 1000 °C, the XRD data shows BaTiO₃ exhibited structural transition from cubic to tetragonal. When the presence of BaCO₃ as an impurity phase in the powder is due to the lack of Ba²⁺ / Ti^{3+/4+}. TEM images showed that the particle size of the BaTiO₃ (1:8:8) powders increased with increasing calcination temperature. For the BaTiO₃ nanopowders, the band gap was found to be tunable from 3.3 eV to 2.8 eV. The apparent photoluminescence emission

centred at 435 nm for the BaTiO₃ (1:8:8) powders calcined at 1000 °C is correlated to the charge transfer within the TiO₆ octahedrons. For the thin films fabricated using the (1:8:8) BaTiO₃ nanopowders calcined at 1000 °C, showed the ability of self-assemble into ordered circular close-packed array as shown in FESEM images.

Abstrak tesis yang dikemukakan kepada Senat Universiti Malaysia Terengganu
untuk memenuhi keperluan untuk ijazah Sarjana Sains

**SIFAT STRUKTUR DAN OPTIK NANOSTRUKTUR BaTiO₃ DISINTESIS
MELALUI KAEDEAH HIDROTERMA**

NURUL NORFARINA BINTI HASBULLAH

2018

Penyelia Utama : Lee Oon Jew,PhD

Penyelia Bersama : Profesor Zainal Abidin Bin Talib,PhD

Pusat Pengajian : Pusat Pengajian Sains Asas

Satu daripada bahan yang bebas plumbum dan mempunyai morfologi yang boleh dikawal serta saiz taburan yang sempit ialah BaTiO₃. Dalam kajian ini, BaTiO₃ nanostruktur telah disintesis melalui kaedah hidroterma. Kaedah hidroterma ialah kaedah yang mudah dan memerlukan kos sederhana dimana bergantung pada suhu untuk sintesis bahan. Tiga nisbah molar Ba(OH)₂ : tert-butylamine : asid oleic terhadap (1:2:2), (1:3:3) dan (1:8:8) yang berbeza untuk sintesis serbuknano BaTiO₃. Serbuk as-sistesis yang diperoleh daripada proses telah dikalsinkan pada suhu 500 °C kepada 1000 °C. Suhu yang telah dipilih untuk kalsin disebabkan sifat penguraian yang ditunjukkan dalam analisis Termogravimetri (TGA). Kemudian, nisbah serbuk (1:8:8) dipilih untuk mengkaji lebih mendalam mengenai filem nipis kerana campuran nisbah malar ini adalah jumlah yang terbaik bagi menyediakan bahan kubus nano BaTiO₃. Filem nipis BaTiO₃ (1:8:8) akan melalui proses tuangan jatuhkan kaedah dan filem nipis yang siap telah menjalankan rawatan haba pada suhu 550 °C selama 4 jam. Fasa pembentukkan dan morfologi sampel telah dikaji dengan menggunakan sinar-X pembelauan (XRD), pancaran medan pengimbas elektron mikroskopi (FESEM) dan mikroskopi elektron transmisi (TEM). Untuk optik pencirian sampel telah dijalankan dengan menggunakan ultraungu dan penyerapan terlihat spektroskopi (UV-Vis) dan foto pendarcahaya spektroskopi (PL). Apabila suhu kalsin meningkat dari 500 °C kepada 1000 °C data XRD menunjukkan BaTiO₃ yang diperolehi menunjukkan peralihan struktur daripada kubus kepada tetragon. Kehadiran BaCO₃ adalah disebabkan oleh kekurangan Ba²⁺ / Ti^{3+/4+}. Imej TEM menunjukkan bahawa saiz zarah serbuk BaTiO₃ meningkat dengan peningkatan suhu kalsin. Bagi serbuknano BaTiO₃

jurang jalur boleh tala daripada 3.3 eV kepada 2.8 eV. Pelepasan pancaran foto pendarcahaya berpusat di 435 nm untuk serbuk BaTiO₃ (1:8:8) kalsin pada 1000 °C berkorelasidikaitkan dengan pemindahan caj dalam oktahedron TiO₆. Bagi filem nipis direka menggunakan nisbah (1:8:8) serbuknano BaTiO₃ kalsin pada 1000 °C, menunjukkan keupayaan sendiri ke dalam susunan bulatan yang rapat seperti ditunjukkan dalam imej FESEM.