

TUGAS AKHIR - SF141501

Sintering Material Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO₃ Variasi Penambahan V₂O₅ Dengan Metode Reaksi Padat

Riska Ainun Nisa NRP. 1111100029

Dosen Pembimbing:

Prof. Dr. Suasmoro, DEA

JURUSAN FISIKA

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2015



FINAL PROJECT - SF141501

SINTERING OF MATERIAL $Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3$ WITH ADDOPED VARIATION V_2O_5 USING SOLID STATE REACTION METHODE

Riska Ainun Nisa NRP 1111100029

Advisor Prof. Dr. Suasmoro, DEA

Departement of Physics Faculty of Mathematics and natural Sciences Institute of Technology Sepuluh Nopember Surabaya 2015

LEMBAR PENGESAHAN

SINTERING MATERIAL Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO₃ VARIASI PENAMBAHAN V₂O₅ DENGAN METODE REAKSI PADAT

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Sains pada Bidang Material Program Studi S-1 Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Institut Teknologi Sepuluh Nopember



ABSTRAK

Telah dilakukan percobaan pembuatan keramik Zinc Titanate $(ZnTiO_3)$ dengan menambahkan dopan V₂O₅ sebagai bahan cair yang berfungsi untuk menurunkan suhu sintering samapai suhu dibawah 1000°C. Pembuatan bahan keramik ZntiO₃ dilakukan dengan metode reaksi padat (Solid State). Proses pencampuran bahan menggunakan ballmil. Selanjutnya sampel tersebut di kalsinasi pada suhu 850°C dengan waktu penahanan 2 jam, dicetak menjadi pelet disk dan disinter pada suhu 1000°C, 1100°C selama 4h dan 8h dan pada suhu 900°C selama 24h. Dari data keseluruhan, variasi waktu sintering tidak menunjukkan perubahan nilai densitas yang mencolok. Namun variasi penambahan zat aditif V_2O_5 menunjukkan bahwa semakin banyak V_2O_5 yang ditambahkan kedalam material, menghasilkan nilai densitas semakin tinggi. Namun sampel dengan variasi suhu 900°C memiliki nilai densifikasi yang paling baik karena waktu penahanan yang paling lama vaitu 24h. Material vang memiliki waktu penahanan vang paling lama dan densitas paling besar yang memiliki konstanta dielektrik yang paling baik. Didapatkan nilai konstanta dielektrik untuk masing masing sampel ZMT3 900°C murni,1%24h, 2%24h, dan 4%24h berturut-turut yaitu memiliki nilai permitvitas relativitas (ɛr) sebear14,5; 23,8; 23,4; 26,8. Hal ini dapat terjadi, diduga karena dengan keadaan sampel yang mempunyai densitas tinggi maka didalamnya hanya terdapat sedikit close pore. Variasi komposisi dan ukuran partikel berpengaruh pada kekuatan dielektrik, dielektrik loss, densitas dan porositas semakin kecil ukran partikel maka kekuatan dielektrik semakin tinggi dan rugi dielektrik semakin rendah.

Kata kunci: densitas, dielektrik, komposisi, zinc titanate.

ABSTRACT

Experiment on ceramic Zinc Titanate (ZnTiO3) manufacture has been conducted by adding dopants V₂O₅ as liquid material to lower sintering temperature below 1000°C. Production of ceramic ZnTiO₃ is done with solid reaction method (SolidS). Material mixing process use Ballmil with rotary frequency of 250rpm for 4 hours. The sample is calcined at 850°C with 2 hours holding time, molded into a disc pellets and sintered at 1000°C, 1100°C for 4 hours and 8 hours, and at 900°C temperature for 24 hours. From the entire data, this research shows that sintering time variation has no flashy changes in density values. However, addition of additives V_2O_5 variation shows that the more V_2O_5 were added to the material, the higher density values became. But samples with variations in temperature of 900°C has the best densification value because it has the longest holding time, which is 24 hours. In this synthesis material, material that has the longest holding time and the highest density is material which has the best dielectic constant. Dielectric constant values obtained for each sample ZMT3 pure 900°C, 1% 24h, 24h 2% and 4% respectively 24h which has a value of relativity permittivity (er) of 14.5; 23.8; 23.4; 26.8. This is happen presumably due to the circumstances that have a high density samples, then there are only a little close pore which can cause a reduction in long polarization so that the value of the dielectric constant is also high. Variation of composition and particle size effect on dielectric strength, dielectric loss and density and the smaller particle size, the higher the dielectric strength and the lower dielctric loss become.

Keywords : density, dielectric, composition, zinc titanate

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat, taufiq dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir sebagai syarat wajib untukmemperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya dengan judul "SINTERING MATERIAL Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO₃ VARIASI PENAMBAHAN V₂O₅ DENGAN METODE REAKSI PADAT"

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya penyusunan Tugas Akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan kali ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

- 1. Prof. Dr. Suasmoro, DEA selaku dosen pembimbing Tugas Akhir yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
- 2. Prof. Suminar Pratapa dan Dr. M. Zainuri, M.Si selaku dosen penguji atas saran, kritik, masukan dan arahannya sehingga memperluas wawasan penulis
- 3. Dr. Yono Hadi Pramono, selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA ITS yang telah memberikan saran dan motivasi kepada penulis selama kuliah hingga terselesaikannya Tugas Akhir ini.
- 4. Seluruh Dosen dan Staff Pengajar di Jurusan Fisika FMIPA ITS, terimakasih atas pendidikan, ilmu pengetahuan dan motivasi yang telah diberikan.
- 5. Ayah (Alm), Ibu, dan kedelapan saudara saya, Terimakasih atas semangat dan do'a yang telah diberikan kepada penulis selama ini. Keluarga sebagai motivasi terbesar penulis untuk meraih gelar sarjana ini.
- 6. Teman seperjuangan mahasiswa Fisika angkatan 2011.
- 7. Teman labolatorium fisika keramik angkatan 2011 Maya, Childa, Amal,Yume, Fitri, Setiawan, yang senantiasa mendampingi eksperimen dan membantu selama 1 tahun

serta rekan-rekan satu grup Ersa Desmelinda, Anthon Toim, Rizqi Noviani, Budiana, Dian Agustinawati, Farah Aulia, Ibu Frida, Bapak Imam Rofi'i dan grup mahasiswa angkatan 2012.

- 8. Nazilah, Diani Wahyuningrum, Emilia Yulisita, Norul Fajariyah dan Mutiara Annisa teman kost yang selama ini hidup dalam suka cita selama hampir 4 tahun.
- 9. Humaatul Islam, Filza Amalina dan Afida Kholifatunnisa sebagai patner terbaik selama penulis menyelesaikan kuliah di Fisika ITS.
- 10. Afina, Arya Darmansyah, sebagai sahabat yang selalu memberi dukungan bagi penulis hingga saat ini.
- 11. Segenap pihak yang berkontribusi dalam penyelesaian Tugas Akhir ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari sepenuhnya atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki, oleh karena itu penulis berharap akan menerima kritik dan saran yang besifat membangun demi kesempurnaan penulisan Tugas Akhir ini. Semoga penelitian ini bermanfaat serta memberikan inspirasi bagi pembaca untuk perkembangan lebih lanjut.

Surabaya, Juli 2015

Penulis

LEMBA	R PENGESAHANi					
ABSTR	АК іі					
ABSTR	ACT iii					
KATA F	PENGANTARiv					
DAFTA	R GAMBAR viii					
DAFTA	R TABELx					
BAB I.	1					
PENDA	HULUAN1					
1.1.	Latar Belakang1					
1.2.	Perumusan Masalah2					
1.3.	Tujuan Penelitian2					
1.4.	Manfaat Penelitian					
BAB II.	5					
LANDA	SAN TEORI5					
2.1.	Bahan Dielektrik					
2.2.	Zinc Titanat (ZnTiO ₃)6					
2.3.	Solid State Reaction					
2.4.	Sintering (Sinter)					
2.5.	2.5. Karakterisasi Material12					
BAB III						
METOD	DE PENELITIAN17					
3.1.	. Material17					

DAFTAR ISI

3.2.	Alat dan Bahan	17
3.3.	Metode Sintesis	18
3.4.	Metode Karakterisasi	20
BAB IV		23
HASIL I	DAN PEMBAHASAN	23
4.1.	Sintesis Fasa Tunggal Zn _{0,9} Mg _{0,1} TiO ₃	23
4.2.	Densifikasi	25
4.3.	Kajian Penyusutan dengan Penambahan V ₂ O ₅	30
4.4. Micro	Karakteristik Struktur Mikro Scaning Electron scopy (SEM)	34
4.5.	Sifat Dielektrik	35
BAB V		43
KESIMF	PULAN	43
5.1.	Kesimpulan	43
4.2.	SARAN	44
DAFTA	R PUSTAKA	45
LAMI	PIRAN A	47
Pola Has	il Penghalusan dengan Menggunakan Rietica	53

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Hasil Pengukuran Densitas dan Porositas Suhu	900°C
	26
Tabel 4. 2 Hasil Pengukuran Densitas dan Porositas Suhu	1000°C
	26
Tabel 4. 3 Hasil Pengukan Densitas dan Porositas Suhu 1	100°C26
Tabel 4. 4 Analisa Rietvield sintering suhu 900	32
Tabel 4. 5 Rekap data uji listrik pada variasi berat V2O5	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Diagram fasa ZnO-TiO ₂ (F.H. Dulin et al, 1960)7
Gambar 2. 2 (a) Struktur ZnTiO3 (b) Struktur rutile TiO27
Gambar 2. 3 Sketsa model dua bola ideal perbandingan struktur
mikro dari (a) Sintering fasa padat (b) Sintering fasa cair
(Rahaman, 2003)10
Gambar 2. 4 Skema evolusi padatan selama sintering fasa cair
(Rahman, 2003)11
Gambar 2. 5 Variasi (a) konstanta dielektrik (ɛ') dan (b) dielektrik
loss (ɛ'') terhadap frekuensi (Barsoum, 2003)15
Gambar 2. 6 Pengembangan polarisasi oleh proses difusi lambat
Pa dan Pi adalah polarisasi atom dan ion yang seketika merespon
frekuensi yang sangat tinggi (∞) 16
Combar 3 1 Diagram alir sintasis 7MT 10
Gambar 3. 1 Diagram am sintesis Zivi 1
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi

Gambar 4. 7 Hubugan antara permitivitas imajiner (ϵ '') terhad	ap
frekuensi pada suhu 900°C	39
Gambar 4. 8 Hubugan antara faktor disipasi $(\tan \delta)$ terhadap	
frekuensi pada suhu 900°C	40

BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

penggunaan bahan Perkembangan keramik sangat signifikan karena bahan keramik merupakan material yang memiliki karakteristik kapasitas panas yang baik, konduktivitas panas rendah, tahan korosi, sifat listriknya dapat insulator, semikonduktor, sifat magnetiknya dapat magnetik dan nonmagnetik, sifat mekaniknya keras dan kuat yang memungkinkan digunakan beberapa elektroni untuk aplikasi lainnya (Ismunanandar 2008). Salah satu material keramik yang menarik adalan Zinc Titanate (ZnTiO₃) yang dimanfaatkan sebagai chip kapasitor kompensasi tempratur, resonator, filter, antena komunikasi, radar dan satelit broadcasting

ZnTiO₃ merupakan alah satu contoh bahan keramik yang mamiliki aplikasi yang sangat luas karena memiliki konstanta dielektrik yang tinggi (Tang et al., 2010). Beberapa metode yang dilakukan untuk menghasilkan ZnTiO₃ salah satunya adalah *solid state reaction method*. para peneliti berhasil mensintesis ZnTiO₃ dalam bentuk serbuk maupun padatan pada suhu yang relatif tinggi yaitu 1000°C.

Pencampuran larutan merupakan metode suatu pencampuran larutan perkursor logam yang diikuti dengan kalsinasi pada tempratur tertentu untuk mendapatkan senyawa oksida dari unsur penyusunnya. Beberapa penelitian sudah menggunakan metode pencampuran larutan seperti yang dilakukan oleh Ming-Liang Hsieh pada tahun 2008 dengan komposisi (Znx Mg_1 -x)TiO3 (x= 0, 0.1 and 0.2). dari penelitian tersebut terbukti metode pencampuran larutan lebih efesien dengan menghasilakn suhu sinter yang rendah dan tingkat kemurnian yang tinggi.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis $ZnTiO_3$ dengan dopan Mg menggunakan metode solid state reaction. Perkursor yang dihasilkan akan dikalsinasi pada suhu 850°C sehingga

Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO₃ berukuran serbuk larutan menghasilkan nanokristal dengan kemurnian yang tinggi. Lalu Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO₃ yang telah dikalsinasi akan didoping dengan V₂O₅ untuk listrik. Karakterisasi mengtahui sifat dilakukan dengan menggunakan beberapa pengujian yaitu Differential Scanning Calorymeter-Thermal Gravimetric Analyzer (DSC-TGA), X-Ray Diffractometer (XRD) dan dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak Match dan reitica yang bertujuan untuk identifikasi fasa dan komposisi fasa yang terbentuk di dalam sampel dan pengujian SEM

1.2. Perumusan Masalah

Perumusan masalah yang akan dibahas pada penelitian ini adalah :

- 1. Bagaimana sintesis sampel $Zn_xMg_{1-x}TiO_3$ (x=0,9) hingga terbentuk single phase.
- Bagaimana densifikasi, densitas dan porositas Zn_xMg_{1-x}TiO₃ (x=0,9) dengan penambahan 1wt%, 2wt% dan 4wt% V₂O₅ pada berbagai suhu sintering.
- Bagaimana perkembangan ukuran butir pada berbagai suhu sintering dengan menambahkan 1wt%, 2wt% dan 4 wt% V₂O₅ Zn_xMg_{1-x}TiO₃ (x=0,9)
- Bagaimana stuktur mikro akibat penambahan 1wt%, 2wt% dan 4wt% V₂O₅ pada sampel Zn_xMg_{1-x}TiO₃ (x=0,9) dengan berbagai suhu sintering.
- 5. Bagaimana sifat listrik yang dihasilkan sampel sampel Zn_xMg_{1-x}TiO₃ (x=0,9) dengan penambahan 1wt%, 2wt% dan 4wt% V_2O_5 .

1.3. Tujuan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan:

1. Membuat sampel $Zn_xMg_{1-x}TiO_3$ (x=0,9) dengan penambahan 1wt%, 2wt% dan 4wt% V₂O₅.

- 2. Mengamati proses densifikasi sampel $Mg_{1-x}Zn_xTiO_3$ (x=0,9) $Zn_xMg_{1-x}TiO_3$ (x=0,9) dengan penambahan 1wt%, 2wt% dan 4wt% V_2O_5 .
- 3. Menghitung densitas dan porositas $Zn_xMg_{1-x}TiO_3$ (x=0,9) dengan penambahan 1wt%, 2wt% dan 4wt% V₂O₅ pada berbagai suhu sintering pada daerah penyusutan.
- 4. Mempelajari perkembangan ukuran butir pada berbagai suhu sintering dengan menambahkan 1 wt%, 2 wt% dan 4 wt% $V_2O_5 Zn_xMg_{1-x}TiO_3$ (x=0,9).
- 5. Mempelajari struktur mikro akibat penambahan $Zn_xMg_{1-x}TiO_3$ (x=0,9) dan 4wt% V_2O_5 pada sampel dengan berbagai suhu sintering.
- 6. Melakukan karakterisasi sifat listrik, khususnya dielektrisitas dan suhu *curie* dari material yang disintesis.

1.4. Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian tugas akhir ini adalah untuk memberikan informasi tentang penurunan suhu sintering pada bahan $ZnTiO_3$ dengan menggunakan variasi doping V_2O_5 dan dapat menghasilkan material yang ramah lingkungan dengan sifat listrik yang baik sehingga dapat digunakan sebagai material alternatif pada berbagai aplikasi elektronik.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB II

LANDASAN TEORI

2.1. Bahan Dielektrik

Bahan dielektrik adalah bahan yang tidak memiliki elektron bebas karena adanya ikatan yang kuat antara elektronelektron dan intinya. Oleh karena itu bahan dielektrik dapat memisahkan dua konduktor listrik tanpa ada aliran listrik diantaranya. Polarisasi elektronik akan terjadi jika elektron dan proton bergeser posisinya karena adanya medan listrik. Medan tersebut timbul oleh sumber arus bolak-balik sehingga muatan akan bergeser bolak-balik mengikuti frekuensi medan listrik. Muatan listrik positif dan negatif yang semula berimpit menjadi terpisah sehingga terbentuk dipole. Pemisahan muatan ini berlangsung sampai terjadi keseimbangan dengan medan listrik vang menyebabkannya. Polariasi ionik terjadi akibat pergeseran ion negatif dan positif terhadap elektroda positif dan negatif serta disebabkan juga oleh medan listrik luar. Polarisasi jenis ini hanya hanya terjadi pada molekul-molekul dengan ikatan ionik. Sedangkan polarisasi dipolar terjadi jika molekul polar berada dalam medan listrik. Polarisasi ini permanan karena merupakan bagian dari stuktur molekul (Astutik P., 2011)

Bahan dielektrik dengan konstanta dielektrik dan faktor kualitas relatif tinggi, dan koefesien tempratur (τ f) mendekati nol dibutuhkan untuk peralatan microwave. Dari penelitian yang dilakukan oleh Ming-Liang Hsieh pada tahun 2007, ZnTiO₃ memiliki permitivitas (ϵ r) 19, nilai Q x f 3000 pada 10 GHz, dan koefisien suhu frekuensi resonansi (τ f) -55 ppm / °C. ZnTiO₃ memiliki sifat dielektrik yang dibutuhkan bahan resonator ideal untuk berbagai aplikasi elektronik. Bahan dielektrik yang sering digunakan untuk berbagai aplikasi elektronik seperti resonator, tranformator daya, generator dan peralatan elektronik lainnya. Bahan dielektrik juga digunakan pada kabel dan kapasitor

2.2. Zinc Titanat (ZnTiO₃)

ZnTiO₃ merupakan salah satu fasa Zinc Titanat yang berstruktur *Ilmenite*. ZnTiO₃ (heksagonal), Zn₂TiO₄ (kubik), Zn₂Ti₃O₈ (kubik) merupakan tiga senyawa yang ada dalam sistem ZnO-TiO₂. Zn₂TiO₄ merupakan bentuk suhu rendah ZnTiO₃ yang ada dibawah suhu 820°C, sedangkan dekomposisi ZnTiO₃ ke Zn₂TiO₄ dan TiO₂ (rutil) berada pada suhu sekitar 945°C. Namun, Kim et al (1998). menemukan bahwa suhu dekomposisi ZnTiO₃ fasa bervariasi dengan menambahkan doping.

ZnTiO₃ memiliki nama mineral *Ecandrewsite* dengan space group R-3 (148) dengan sistem kristal hexagonal. Parameter kisi dari ZnTiO₃ masing-masing a = b = 5,0787 Å, c = 13,898 Å. ZnTiO₃ memiliki konstanta dielektrik $\varepsilon_r \sim 19$, koefisien temperature τ_f rendah dan mendekati nol, dan nilai factor quality $Q_f \sim 3.000$ pada frekuensi 10 Ghz (Ming-Liang, et al.2007).

Beberapa sintesis $ZnTiO_3$ yang telah dilakukan diantaranya metode sol-gel (Liqiu Wang, *et al.*, 2008; You-Hua Yu, *et al.*, 2011), metode solid state reaction (Yuh-Ruey, *et al.*, 2004; Ming-Liang, *et al.*, 2007). Sintesis dalam orde nano dapat dihasilkan melalui metode sol-gel dan metode solid state reaction.



Gambar 2. 1 Diagram fasa ZnO-TiO₂ (F.H. Dulin et al, 1960)



Gambar 2. 2 (a) Struktur ZnTiO3

2.3. Solid State Reaction

Sintesis material dapat dilakukan dengan beberapa cara seperti metode reaksi padat, sol gel, molten salt, dan hidrotermal. Dalam penelitian menggunakan metode reaksi padat karena reaksi padat (Solid State Reaction) adalah tahapan yang paling banyak digunakan karena tahapan yang digunakan tidak terlalu rumit. Solid State Reaction merupakan salah satu metode pencampuran serbuk dalam bentuk padatan. Proses pencampuran ini menggunakan balmill yang berfungsi untuk mencampur dan menggiling serbuk. Ada 2 metode pencampuran serbuk yaitu pencampuran basah (wet mixing) dan pencampuran kering (dry mixing). Pencampuran basah dilakukan dengan media pelarut yang bertujuan untuk mempengaruhi udara luar. Sedangkan pencampuran kering merupakan pencampuran yang dilakukan di udara terbuka tanpa menggunakan larutan untuk membantu melarutkannya. Selain itu dalam proses penggilingan, lama penggilingan juga berpengaruh terhadap tingkat homogenitas dan kehalusan serbuk. Pada proses ball mill dapat memberikan impact yang besar pada sampel karena akselerasi yang tinggi antara bola yang digunakan sebagai penggiling dengan sampel (Schilz, 1998). Karena pada umumnya reaksi padatan merupakan reaksi eksotermik yang cenderung menyebabkan terjadinya dekomposisi termal dan perubahan fasa.

Solid solution merupakan pencampuran homogen yang terjadi antara dua atau lebih atom (logam) yang terjadi pada keadaan padat. Zat yang jumlahnya lebih sedikit di dalam larutan merupakan zat terlarut (solute), sedangkan zat yang jumlahnya lebih banyak di dalam larutan disebut zat pelarut (solvent). Secara umum terdapat dua jenis solid solution yaitu substitutional solid solutions dan interstitial solid solutions. Substitutional solid solutions terjadi jika atom pelarut dalam kisi kristal diganti dengan atom dari logam terlarut. Sedangkan pada interstitial solid solutions atom pelarut tidak berpindah ke atom pelarut tetapi masuk ke dalam satu celah diantara atom pelarut (Reddy,2008).

2.4. Sintering (Sinter)

Sinter merupakan proses pemanasan pada suhu tinggi pada material keramik yang bertujuan untuk menurunkan energi bebas, menaikkan kohesi antar partikel-partikel penyusun material sehingga terjadi pemadatan melalui eleminasi porositas serta terjadi perubahan ukuran butir (Chiang *et al.*, 1996). Proses sinter menyediakan panas untuk pembentukan awal ikatan dan memperbaiki sifat metrial. Pada proses sinter, partikel-partikel berikatan melalui peristiwa transport atom. Proses utama dalam sinter adalah reduksi volume karena adanya penyusutan poros dan eliminasi.

Selama proses sinter berlangsung,energi yang diperlukan untuk menggerakan pada saat proses sinter berlangsung disebut gaya dorong (*driving force*) yang terdiri dari energi permukaan, energi cacat kristal (*defect*), dan energi tekanan uap. Adanya gaya dorong menyebabkan perpindahan materi (difusi), dengan adanya difusi tersebut maka akan terjadi kontak antar partikel dan membentuk kaitan antar butir (*neck*). Disamping itu terjadi rekonstruksi ukuran partikel yang dapat menghilangkan atau mengurangi pori-pori yang berada diantara partikel.

Berdasarkan kehadiran fasa cair selama proses berlangsung, sintering dibedakan menjadi sintering fasa padat (solid phase sintering) dan sintering fasa cair (liquid phase (Boch Nièpce, sintering) Berikut adalah dan 2007). perbedaannya:

• Sinter fasa padat merupakan sinter yang diberikan kepada material tanpa kehadiran fasa cair. Proses ini membutuhkan ukuran partikel yang halus (orde micrometer), dan umumnya setelah proses sintering terjadi butir polikristal lebih besar dari bubuk awalnya. Tahapan proses sinter meliputi (1) penyusunan kembali (*rearrangement*) untuk mempertinggi jumlah antar partikel dan pembentukan *neck*. (2) ukuran neck antar bulir tumbuh dan porositasnya menurun, pada tahapan ini butir mulai tumbuh (*grain growth*). (3) eliminasi porositas

melalui difusi antar butir dan pertumbuhan bulir (Reed, 1995). Pada sintering fasa padat misalnya, difusi batas butir menjadi parameter penting yang mengontrol laju difusi adalah produk dari koefisien difusi batas butir D_{gb} dan ketebalan batas butir δ_{gb} .

Pada sintering fase cair menyebabkan peningkatan densifikasi dibandingkan dengan sinter fasa padat melalui (1) penataan patrikel-partikel padat dan (2) peningkatkan transportasi materi melalui cairan. Gambar 2.4 menunjukkan sketsa dari model dua bola ideal di mana aspek mikrostruktur sinter fasa cair dibandingkan dengan sinter fasa padat. Dalam sinter fase cair, fasa cair membasahi dan menyebar untuk menutupi permukaan padat, partikel akan dipisahkan oleh sebuah liquid bridge. Gesekan antara partikel berkurang secara signifikan sehingga mereka dapat mengatur ulang lebih mudah akibat adanya tekanan kapilaritas yang diberikan oleh cairan. Dalam fase cair sintering, yang sesuai parameter adalah koefisien difusi D_L dari atom terlarut dalam cairan dan ketebalan *liquid* bridge δ_L . Karena δ_L biasanya sangat banyak lebih besar dari δ_{gb} dan difusi melalui cairan jauh lebih cepat daripada dalam padatan, oleh karena itu cairan memberikan jalan untuk peningkatan transportasi materi.



Gambar 2. 3 Sketsa model dua bola ideal perbandingan struktur mikro dari (a) Sintering fasa padat (b) Sintering fasa cair (Rahaman, 2003)

Sinter fasa cair adalah metode sinter dengan adanya kehadiran fasa cair dengan titik leleh lebih rendah daripada material yang akan disinter. Beberapa parameter yang dapat mempengaruhi proses ini diantaranya kemampuan pembahasahan fasa liquid, sudut antara tegangan antarmuka solid-liquid, daya larut fasa padat didalam fasa cair, gaya kapiler dan efek gravitasi (Rahaman, 2003). Fasa cair berfungsi sebagai penghubung antar partikel (liquid bridge) sehingga proses eleminasi porositas dapat lebih cepat terjadi. Sintering fasa cair memiliki tiga tahapan (lihat Gambar 2.5) vaitu penvusunan kembali utama (rearrangement), pelarutan dan pengendapan (solution and precipitation) dan penggabungan butir (coalescence) (German et al., 2009).



Gambar 2. 4 Skema evolusi padatan selama sintering fasa cair (Rahman, 2003)

Selama tahap penyusunan kembali, densifikasi berasal dari penyusunan posisi antar partikel bersamaan dengan munculnya fasa cair. Selama tahap pelarutan dan pengendapan, butir-butir berukuran kecil larut ke dalam fasa cair, bermigrasi melalui fasa cair dan kemudian mengendap di permukaan butir berukuran besar, penyusutan dimensional. Pada tahap penggabungan, butir yang satu bergabung dengan yang lain sehingga terjadi adalah pertumbuhan butir, dalam beberapa kasus tumbuh secara tidak normal, sehingga dalam tahap ini praktis tidak teramati adanya penyusutan.

Sintering fasa cair adalah salah satu metode yang dilakukan untuk menurunkan suhu sinter yaitu dengan cara menambahkan material dengan titik lebih rendah atau dengan kata lain padaa saat proses sinter berlangsung zat aditif telah berada dalam keadaan fasa cair . Huang & Wieng (2001) menambahkan 2wt% B₂O₃ pada sampel 0.95MgTiO₃-0.05CaTiO₃ mampu menurunkan suhu sinter hingga suhu 1200°C dengan densitas relative 95%, 0.25wt% CuO juga ditambahkan mampu menurunkan suhu sintering hingga suhu 1300°C dengan densitas relative 95,8% (Huang, *et al.*, 2003). Dalam penelitian ini ditambahkan V₂O₅ yang mempunyai Titik leleh < Titik sinter sebagai fasa cair yang berfungsi untuk menurunkan suhu sinter. Karena memiliki titik leleh sebesar 690 °C dan titik didih mencapai 1750 °C.

2.5. Karakterisasi Material

2.5.1. Analisa Data Difraksi Sinar-X

Dalam mengkarakterisasi suatu material kita dapat mengtahui pola difraksi yang diperoleh dari difraksi sinar-x berisi sudut 20 dan intensitas puncak yang menggambarkan kristalinitas material yang diuji. Dari pola difraksi tersebut dapat diperkirakan ada tidaknya fasa kristal atau amorf. Selanjutnya data pola difraksi tersebut akan dianalisis lebih lanjut secara kualitatif dan kuantitatif untuk menggali informasi-informasi yang terdapat dalam material.

Analisa kualitatif digunakan untuk menentukan fasa apa saja yang terdapat dalam suatu material, biasanya disebut identifkasi fasa. Proses identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi terukur (sudut 2θ) dengan database fasa-fasa dalam bentuk PDF (*Power Diffraction File*). Langkah-langkah identifikasi fasa dilakukan dengan

menggunakan X'Pert Graphics dan Identify yang terdiri dari peak search (menentukan posisi puncak) dan search match (pencocokan terhadap basis data). Search match dapat dilakukan dengan cara manual maupun cara berbasis komputer (Pratapa,2004)

Analisis kuantitatif bertujuan untuk mengetahui komposisi dari material yang diuji dengan difraksi sinar-X. Hal ini didasarkan pada intensitas pola difraksi suatu fasa dalam suatu sampel tergantung pada konsentrasi fasa sampel tersebut. Menurut Pratapa (2004) dari analisis tersebut akan menghasilkan tiga karakter utama yang menggambarkan kondisi pengukuran dan sifat-sifat kristal yaitu posisi, tinggi serta lebar dan bentuk puncak. Setelah itu dilakukan analisis lebih lanjut dengan metode Rietvield. Metode ini juga bisa digunakan untuk mengatahui pelebaran puncak dan menentukan parameter kisi yang akurat Pratapa,2008). Salah satu perangkat lunak yang digunakan untuk analisis Rietvield adalah Rietica yang menggunakan pola difraksi terhitung berdasarkan database kristalografi dari data ICSD (Inorganic Crystal Stucture Database). Hasil dari penghalusan dapat diterima bila memenuhi nilai-nilai dari indeks reabilitas (R) vang terdiri dari Figures of merit (FoM) vaitu R-profile (Rp), Rweigted profile (Rwp), R-expected (Rexp) dan Goodness of fit (GoF). Parameter-parameter tersebut merupakan tolak ukur kesesuaian antara pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur. Menurut Kisi (1994), bahwa hasil penghalusan menggunakan metode Rietvield telah memenuhi ketentuan jika nilai GoF kurang dari 4% dan plot selisih antara pola terhitung dengan terukur tidak berfluktuasi secara signifikan.

2.5.2. SEM

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggambarkan spesimen dengan memindainya menggunakan sinar elektron berenergi tinggi dalam scan pola raster. Elektron berinteraksi dengan atom-atom sehingga spesimen menghasilkan sinyal yang mengandung informasi tentang topografi permukaan spesimen,komposisi dan karakterisasi lainnya seperti koduktivitas listrik.

Kajian stuktur mikro dilakukan oleh *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui stuktur mikro berupa morfologi dan dan distribusi butir dalam bahan. Gambar SEM juga dapat digunakan untuk memperoleh ukuran butir rata-rata melalui metode pengukuran *cross section*.

2.5.3. Karakterisasi Listrik

Pada karakterisasi listik elektron-elektron pada material yang tergolong bahan dielektrik cenderung mempunyai daya ikat sangat kuat sehingga meskipun diberikan medan listrik, electron bebas tidak akan terbentuk sampai batas tertentu. Kemampuan inilah yang dinamakan sebagai permitivitas bahan dielektrik. Jika material dikenai medan listrik dari luar maka akan terjadi pergeseran muatan negatif melawan arah medan listrik yang diberikan, begitu sebaliknya untuk muatan positif sehingga terbentuk dipol atau peristitiwa polarisasi. Peristiwa polarisasi pada bahan dielektrik tergantung dengan besarnya frekuensi yang diterapkan kepadanya. Beberapa kemungkinan polarisasi yang terjadi adalah polarisasi atomik, polarisasi ionik, polarisasi dipolar, dan polarisasi muatan ruang (liat Gambar 2.7). Pada gambar 2.7(a) menunjukkan suatu respon polarisasi yang terjadi pada bahan dielektrik yang bergantung dengan perubahan frekuensi. Gambar 2.7 (b) menunjukkan puncak-puncak debye dengan berbagai frekuensi relaksasi untuk masing-masing polarisasi.



Gambar 2. 5 Variasi (a) konstanta dielektrik (ε') dan (b) dielektrik loss (ε'') terhadap frekuensi (Barsoum, 2003)

Ketika bahan dielektrik dikenakan medan listrik yang bergantung terhadap waktu $E^* = E_o \exp (j\omega t)$, maka polarisasi yang terjadi bergantung pada fenomena transien dan peranan frekuensi juga waktu seperti pada Gambar 2.7 berikut.



Gambar 2. 6 Pengembangan polarisasi oleh proses difusi lambat Pa dan Pi adalah polarisasi atom dan ion yang seketika merespon frekuensi yang sangat tinggi (∞)

Gambar 2.6 tersebut menunjukkan bagaimana sebuah medan yang diberikan pada material dengan segera menghasilkan polarisasi atomic dan ionik, polarisasi difusi P_d yang lambat menuju keadaan akhir nilai polarisasi statik P_{ds} .

BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Material

3.2. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya adalah:

- 1. *Laboratory planetary milling* "Pulverisette 5" (Fritsch GmbH)
- 2. Evaporator rotatif "VV Micro" (Heidolph)
- 3. Oven (pengering sampel) dan furnace
- 4. Spatula, mortal dan gelas baker
- 5. Timbangan digital
- 6. Magnetik stirrer
- 7. Termometer
- 8. Crucible dan plat alumina
- 9. Cetakan pelet diameter 13 mm

Sedangkan untuk karakterisasi digunakan:

- 1. X-Ray Diffractometer (XRD)
- 2. Scanning Electron Microscope (SEM)
- 3. Impedance Analyzer Solartron

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah:

- 1. Zinc Oksida (ZnO) (Merck, >99%)
- 2. Magnesium oksida (MgO) (Merck, >97%)
- 3. Titania (TiO₂) (Merck, >99%)
- 4. Vanadium Okside (V₂O₅) (Merck, >99%)
- 5. Akuades
- 6. Alkohol

3.3. Metode Sintesis

Material yang akan disintesis adalah bahan keramik ZMT $(ZnO_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3)$ dengan perbandingan mol: 0,9ZnO-0,1MgO. Metode yang digunakan untuk menyintesis ZMT adalah metode reaksi padat. Secara lebih rinci dapat dilihat pada diagram alir pada gambar berikut:



Gambar 3. 1 Diagram alir sintesis ZMT

3.4. Metode Karakterisasi

Bahan yang telah disintesis akan dikarakterisasi dengan beberapa metode yaitu:

- 1. Difraksi sinar-X dilakukan untuk memperoleh pola XRD yang selanjutnya dianalisis untuk mengetahui fasa yang terkandung dalam suatu bahan. Pengujian difraksi sinar-X menggunakan difraktometer tipe *Philips X'Pert* MPD (*Multi Purpose Diffractometer*) di Laboratorium Difraksi Sinar-X *RC (Research Center)* LPPM ITS Surabaya atau di Laboratorium Teknik Material ITS. Pengukuran dilakukan pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA dengan logam target Cu (λ =1,54056 Å). Analisis fasa dari pola XRD dilakukan dengan menggunakan program *Match!*. Dari data XRD juga dapat diperoleh parameter kisi bahan yang dilakukan melalui penghalusan pola terhitung dan terukur menggunakan program *Rietica* yang berbasis metode Rietveld.
- 2. Pengukuran densitas dilakukan dengan menggunakan metode Archimedes yaitu dengan mengukur massa kering, massa basah dan massa di dalam air dari pelet sampel. Nilai densitas sampel ρ dihitung dengan persamaan:

$$\rho = \frac{m_k}{m_b - m_a} x \,\rho_a \tag{3.1}$$

dengan m_k adalah massa sampel saat kering, m_b adalah massa sampel saat basah, m_a adalah massa sampel saat berada di dalam air dan ρ_a adalah massa jenis air.

- 3. Kajian struktur mikro bahan dilakukan dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi dan distribusi butir di dalam bahan. Hasil SEM juga digunakan untuk memperoleh ukuran butir rerata melalui metode pengukuran *cross section*.
- 4. Karakterisasi listrik dilakukan dengan menggunakan alat *Impedance Analyzer* Solartron. Penyiapan sampel sebelum karakterisasi listrik:

- a. Sampel pelet dilapisi dengan pasta perak lalu dikeringkan sebagai elektroda dan dipanaskan untuk menghilangkan koloid toluena yang digunakan sebagai pengencer pasta perak.
- b. Pelet yang telah dipasangkan elektroda pada kedua sisinya diletakkan di dalam furnace dan kedua ujung elektroda dihubungkan dengan *Impedance Analyzer* Solartron. Sehingga di dapatkan data keluaran sebagai berikut:
- a. Kapasitansi (*C*)
- b. Impedansi real (Z)
- c. Impedansi kompleks (Z^*)
- d. Konstanta dielektrik (k)
- e. Faktor disipasi (tan δ)
 - Dari pengolahan data keluaran selanjutnya akan diperoleh:
- a. Suhu curie (dari plot k dan T) Permitivitas bernilai maksimal saat suhu mendekati suhu curie
- b. Konduktivitas listrik σ (dari pengukuran diameter *semicircle* Z' Z'')

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Sintesis Fasa Tunggal Zn0,9Mg0,1TiO3

Sampel Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO₃ disintesis dengan metode Solid State dimana metode ini merupakan salah satu pencampuran serbuk dalam bentuk padatan. Kemurnian bahan material dasar diketahui memiliki kemurnian sebagai berikut ZnO (>99%,Merck), MgO (>88%,Merck), TiO (>98%,Merck). Proses pencampuran ini menggunakan ballmil dengan frekuensi putar 250 rpm selama 4 jam berfungsi untuk mencampur dan menggiling serbuk. Setelah dilakukan sintesis dengan reaksi padat kemudian hasil sintesis dimasukkan ke dalam evaporator rotatif. Tujuan dilakukan evaporator adalah menjaga homogenitas dari campuran dan juga untuk menghilangkan alkohol yang terdapat dalam campuran. Pola difraksi sinar-x seluruh sampel yang telah di kalsinasi pada beberapa suhu selama 2 jam. Fase bubuk yang dengan dikalsinasi dianalisis telah menggunakan X-rav difraktometer (Model X1, Scintag, USA) dengan menggunakan Cu Ka dan menggunakan sudut kecil antara 20°-60° yang untuk mengetahui identifikasi fasa dari bahan tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.1:



Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-x dari sampel ZMT3 yang telah dikalsinasi (ket: a = Zn0,9Mg0,1TiO₃, b = TiO₂, c = Zn₂TiO₄)

Gambar 4.1 menunujukkan beberapa suhu kalsinasi yang dilakukan untuk mencapai *single phase*. Kalsinasi pada beberapa suhu dilakuakan karena pada sintesis sebelumnya oleh (Ming-Liang Hsieh,2008) bahwa terdapat fasa tunggal (Zn,Mg) TiO₃ yang dikalsinasi pada suhu 800°C. Identifikasi fasa pola difraksi sinar X dilakukan dengan perangkat lunak *Match2*. Dari berbagai suhu yang telah di kalsinansi, sintesis $Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO_3$ telah *single phase* pada suhu 850°C. Dari data hasil analisa kualitatif dan kuantitatif fasa yang teridentifikasi yaitu ZnTiO₃ (illminate) berbentuk hexagonal dengan *space group* R-3 (148), puncak tertinggi ZnTiO₃ berada pada sudut 32,82° dengan intensitas puncak sebesar 998,1. Sedangkan Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO₃ yang dikalsinasi 900°C dan 950°C sudah mulai teruai menjadi fasa lain, fasa-fasa yang teridentifikasi dari hasil match tersebut yaitu ZnTiO₃ (illminate), TiO₂ (rutile) dan Zn₂TiO₄.

Analisis *Rietveld* menggunakan perangkat lunak *rietica* pada fasa tunggal (Zn,Mg)TiO₃ dengan suhu kalisinasi 850°C,

diketahui bahwa parameter kisi yang terukur adalah a = b = 5,069126 Å dan c = 13,912321 Å (*Output Rietica* disajikan dalam lampiran B). Hasil ini menunjukkan terjadi perbedaan dengan yang dilaporkan oleh Ming-Liang Hsieh, *et al.* (2007) bahwa parameter kisi dari ZnTiO₃ adalah a = b = 5,0787 Å dan c = 13,9271 Å. Perbedaan tersebut menunjukkan bahwa terbentuknya Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO₃ dengan sumbu a dan b berkurang panjang 0,00148 Å akibat subtitusi 10% posisi Zn²⁺ berjejari atom 0,074 Å digantikan Mg²⁺ berjejari atom 0,072 Å. Untuk ZnO-MgO-TiO₂ campuran, karena jari-jari ionik Mg²⁺ (0,072 Å) lebih kecil dibandingkan dengan jari-jari Zn²⁺ (0,074 Å), *Magnesium* dengan mudah mengganti *Zincite* dan membentuk larutan padat (Zn,Mg)TiO₃.

4.2. Densifikasi

Pada penelitian ini telah dilakukan sinteisis Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO₃ dengan penambahan 1%, 2% dan 4% V₂O₅ Dari hasil identifikasi fasa yang diperoleh, agar ukuran partikel dapat dipertahankan setalah disinter maka suhu sinter harus serendah-rendahnya. Salah satu cara yang dilakukan dalam penelitian ini adalah dengan menambahkan fasa cair kedalam material (Wang, et al, 2008). Serbuk Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO₃ yang telah dikalsinasi 850°C selama 2 jam dicampur oksida V₂O₅ yang memiliki titik leleh 690°C dengan kemurnian tinggi (> 99%). Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh (Ming-Liang, 2008) mendoping V₂O₅ secara signifikan dapat meningkatkan densifikasi. Ketika V₂O₅ dalam jumlah yang sedikit di doping dengan (Zn,Mg)TiO₃ pada suhu dibawah 1000°C menunujukkan sifat dielektrik yang baik. Selanjutnya, seluruh sampel yang telah disinter dilakukan pengukuran densitas bulk menggunakan metode archimides dan dihitung menggunakan persamaan 3.1. Berikut data densitas dan porositas untuk variasi suhu dan waktu penahanan.

Sampel	Densitas Archi (g/cm ³)	Porositas (%)	
	24 jam	24 jam	
$\frac{Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3 + 1\%}{V_2O_5}$	4,340	0,126	
$\frac{Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3 + 2\%}{V_2O_5}$	4,582	0,249	
$\frac{Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3 + 4\%}{V_2O_5}$	4,663	0,114	

Tabel 4. 1 Hasil Pengukuran Densitas dan Porositas Suhu 900°C

Tabel 4. 2 Hasil Pengukuran Densitas dan Porositas Suhu 1000°C

Sampel	Densita (g/c	es Archi 1997)	Porositas (%)	
	4 jam	8 jam	4 jam	8 jam
$Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3 + 2\%$ V_2O_5	3,558	4,140	1,109	0,556
$\frac{Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3 + 4\%}{V_2O_5}$	4,234	4,316	0,369	0,344

Tabel 4. 3 Hasil Pengukan Densitas dan Porositas Suhu 1100°C

Sampel	Densitas Archi (g/cm ³)	Porositas (%)

	4 jam	8 jam	4 jam	8 jam
$\frac{Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3 + 2\%}{V_2O_5}$	4,138	4,424	0,578	0,936
$\frac{Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3 + 4\%}{V_2O_5}$	4,548	4,704	0,628	0,251

Dari tabel tersebut besar densitas untuk variasi waktu sintering antara 4 jam dan 8 jam tidak menunjukkan perubahan yang signifikan, hal ini terjadi karena pada saat bahan disinter pada suhu tertentu, antar partikel berikat membentuk neck dan terjadi eliminasi porositas yang menyebabkan sampel yang disinter tersebut semakin kompak dan densitasnya semakin meningkat. Terlihat bahwa nilai densitas pada suhu 1000°C untuk ZMT3 2% 4h adalah sebesar 3,558 g/cm³ kemudian terjadi sedikit kenaikan pada variasi sampel yang sama dengan perbedaan waktu sinter vaitu 8 jam, sebesar 4,140 g/cm³. Dengan dilakukan penambahan %berat zat aditif yaitu 4% dengan waktu sinter 4jam dihasilkan besar nilai densitas 4,234 g/cm³dan untuk sampel 4% 8h nilai densitas yaitu sebesar 4,316 g/cm³. Untuk sampel selanjutnya, yaitu pada suhu 1100°C ZMT3 2% 4h besar nilai densitas adalah 4,138 g/cm³ sedangkan sampel 2% 8h nilai adalah sebesar 4,424 g/cm³. Dengan dilakukan densitas penambahan % berat zat aditif yaitu 4% dengan waktu sinter 4jam dihasilkan besar nilai densitas 4.548 g/cm³dan untuk sampel 4% 8h nilai densitas yaitu sebesar 4,704 g/cm³. Dan yang terakhir yaitu sampel ZMT3 pada suhu 900°C untuk 0% 24h besar nilai densitas 3,509, untuk 1% 24h besar nilai densitas 4,340 g/cm³, untuk sampel 2% 24h nilai densitas yaitu sebesar 4,582 g/cm³ dan untuk sampel 4% 24h nilai densitas yaitu sebesar 4,665 g/cm³. Dari data keseluruhan, pada penelitian ini variasi waktu sintering tidak menunjukkan perubahan nilai densitas yang mencolok. Namun variasi penambahan zat aditif V₂O₅ menunjukkan bahwa semakin banyak V₂O₅ yang ditambahkan kedalam material,

menghasilkan nilai densitas semakin tinggi. Namun sampel dengan variasi suhu 900°C memiliki nilai densifikasi yang paling baik karena waktu penahanan yang paling lama yaitu 24h.

Dari hasil analisa data yang di dapatkan, data densitas yang menyatakan kecendrungan tertentu. dihasilkan Densitas menyatakan kerapatan partikel di dalam sampel. Dengan perhitungan sederhana melalui perbandingan masa dan volume didapatkan densitas sampel. Densitas sampel ini bisa dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti proses kompaksi dan proses sintering. Proses kompaksi menyebabkan terjadinya pemadatan atau pengikatan sementara secara mekanik antara butiran partikel menjadi suatu masa yang kompak. Pada proses sintering suhu dan waktu penahanan dibuat bervariasi yaitu 1000°C, 1100°C dengan waktu penahanan 4 jam dan 8 jam serta 900°C dengan waktu penahanan 24 jam. Pada saat inilah terjadi eliminasi porositas dengan transport masa. Jika dua partikel digabung dan dipanaskan pada suhu tertentu maka dua partikel ini berikat membentuk neck. Hal inilah yang menyebabkan sampel Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO₃ semakin kompak dan densitasnya semakin meningkat.

Selanjutnya dari hasil pengukuran bulk density diperoleh data bahwa semakin tinggi suhu sintering dan waktu penahanan maka nilai bulk density semakin tinggi dan nilai porositan semakin kecil. Karena semakin tinggi suhu sintering maka nilai kepadatan suatu material semakin padat karena kerapatan bahan semakin rapat dan mengurangi daya pori yang dihasilkan sehingga nilai porositasnya semakin kecil. Hal ini dikarenakan pada proses sinter, partikel-partikel berikatan satu dan yang lain secara kimia di batas butir dan membentuk leher (*liquid bridge*) sehingga ikatan antarpartikel meningkat dan terjadi peningkatan densitas. Selain itu, setelah proses sinter ukuran butir cenderung menghilangkan ukuran butir yang kecil karena teriadi pertumbuhan butir. Secara kepadatan teoritis ZnTiO₃ adalah 5,16 g/cm³, Sedangkan MgTiO₃ adalah 3,89 g/cm³, sehingga kepadatan material (Zn_{1-X}Mg_x) TiO₃ meningkat, disebabkan oleh jumlah yang lebih tinggi dari magnesium Penambahan

magnesium untuk $ZnTiO_3$ tidak hanya mempengaruhi meningkatkan suhu sintering, tetapi dapat juga mengalami penurunan kepadatan spesimen.

Peningkatan densitas yang semakin baik sebanding dengan peningkatan tempratur sinter, ini terjadi karena tempratur merupakan salah satu driving force proses difusi. Difusi adalah pergerakan atom-atom dari konsentrasi tinggi menuju konsentrasi yang lebih rendah. Semakin tinggi tempratur, maka kecepatan difusinya juga semakin tinggi dan driving force semakin besar sehingga daya dorong pertumbuhan butir semakin tinggi pula. Mekanisme difusi pada intinya merupakan transport masa material sehinnga akan mengurangi porositas yang ada dan pada umumnya cenderung mengurangi porositas yang ada. Jadi tempratur sinter memberikan pengaruh yang signifikan terhadap peningkatan densifikasi melalui mekanisme disfusi antar lapisan pada daerah laminasi dan pengurangan poros. Jika suatu material porositas yang tinggi dapat memiliki nilai menyebabkan penurunan sifat mekanik karena porositas merupakan pusat konsentrasi tegangan eksternal dapat menurunkan yang kemampuan meterial dalam menahan beban eksternal.

Selain suhu sinter lama waktu penahanan juga berpengaruh terhadap nilai densitas suatu material. Semakin lama waktu penahanan suhu sinter (*holding time*) maka densitas naik, hal ini disebabkan dengan lamanya *holding time* akan memberikan waktu untuk terbenruknya ikatan antar partikel yang semakin kuat sehingga berpengaruh terhadap berkurangnya porositas yang mengakibatkan nilai densitas meningkat. Peranan fasa cair yaitu V_2O_5 juga sangat terlihat dalam mereduksi porositas meterial. Pada proses sinter fasa cair dikenal dengan tahapan pelarutan dan pengendapan. Pada tahap ini, butir-butir berukuran kecil larut dalam fasa cair, bermigrasi dan kemudian mengendap di permukaan butir yang berukuran besar (Rahman,2003). Sehingga dalam proses sintering meskipun porositas dapat direduksi lebih cepat namun ukuran butir akan tumbuh lebih cepat dibandingkan dengan sampel tanpa penambahan zat aditif. Namun pada tabel

diatas, sinter pada suhu 900°C memiliki data densitas yang paling besar dibandingkan pada suhu sinter 1000°C dan 1110°C. Hal ini disebabkan kerana perbedaan lama holding time yang terjadi sehingga lamanya hoding time pada suhu 900°C memberikan waktu untuk terbentuknya ikatan antar partikel yang semakin kuat sehingga berpengaruh terhadap berkurangnya porositas yang mengakibatkan nilai densitas meningkat.

4.3. Kajian Penyusutan dengan Penambahan V₂O₅

Dari hasil densifikasi bahan yang telah disinter yaitu pada suhu 900°C, 1000°C dan 1100°C, kita dapat mengetahui daerah perlambatan penyusutan dari pola difraksi sinar X. Dari analisa difraksi sinar X tersebut dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif. Hasil pola difraksi sampel $Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3$ yang di dopan V₂O₅ yang telah disinter pada suhu 900°C,1000°C dan 1100°C selanjutnya dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif pola difraksi sampel ZnTiO₃ dengan penambahan zat aditif berbagai variasi *holding time* yang telah disinter ditunjukkan berturut-turut pada gambar 4.2, 4.3, dan 4.4.



Gambar 4. 2 pola difraksi sinar-x sampel ZMT3+ V2O5 dengan suhu sinter 900°C selama 24 jam

Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi sinar-x pada sampel ZMT3+ V₂O₅ yang disinter suhu 900°C selama 24 jam. Dari hasil analisa kualitatif dan kuantitatif yang telah terhitung terlihat bahwa sampel $ZMT3+V_2O_5$ menunjukkan adanya fasa Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO₃ dan TiO₂. Untuk sampel ZMT3 1% 24h terdapat fasa ZnTiO₃ sebesar 94,60% dan fasa TiO₂ sebesar 5.40%. Pada sampel ZMT3 2% 24h terjadi penurunan intensitas dari puncak fasa utama ZnTiO₃ dengan prosentasenya adalah 93,75% dan peningkatan fasa kedua TiO_2 dengan prosentase 6.25%. Sedangkan pada sampel ZMT3 4% 24h dengan fasa utama ZnTiO₃ besar prosentasenya 97,16% dan fasa TiO₂ 2,84%. Dapat disimpulkan, intensitas dari puncak utama yaitu ZnTiO₃ mengalami peningkatan ketika disiter lebih lama dan intensitas dari puncak-puncak fase kedua mengalami penurunan. Hal ini diduga, ketika waktu sinter lebih lama, terjadi pertumbuhan butir lebih cepat. Komposisi fase sekunder Rutile (TiO₂) ini semakin membesar vaitu 1.85 %, ketika diberi zat aditif 2% V₂O₅. Tidak teridentifikasinya fasa yang mengandung Vanadium diduga fasa aditif ini telah mencair sepenuhnya membentuk amorf dan mengendap menempati batas butir.

Analisis Rietveld menggunakan perangkat lunak rietica pada fasa tunggal ZnTiO₃ dengan penambahan 1 mol% V₂O₅ dengan parameter kisi a = b = 5,075 Å dan c = 13,923 Å, 2 mol% V_2O_5 dengan parameter kisi a = b = 5.079 Å dan c = 13.924 Å. dan 4 mol% V₂O₅ dengan parameter kisi a = b = 5.086 Å dan c =13,953Å (Output Rietica disajikan dalam lampiran B). Hasil ini menunjukkan terjadi perbedaan dengan sampel ZnTiO₃ tanpa penambahan zat aditif sinter 900°C bahwa parameter kisi dari $ZnTiO_3$ adalah a = b = 5.076 Å dan c = 13.930 Å. Perbedaan tersebut menunjukkan bahwa sintesis ZnTiO₃ dengan penambahan 1 mol% V₂O₅ pada sumbu a dan b berkurang panjang 0,001 Å dan pada sumbu c berkurang panjang 0,07 Å. Berkurangnya nilai parameter kisi ini, akibat subtitusi 2% posisi Ti^{4+} dan 4% posisi Ti^{4+} berjejari atom 0,061 Å digantikan V^{5+} berjejari atom 0,054 Å. Sehingga menyebabkan *cell volume* pada sampel ZnTiO₃ dengan penambahan 1 mol% V₂O₅ dan 2 mol% V₂O₅ lebih kecil dibandingkan sampel ZnTiO₃ tanpa penambahan zat aditif (*Output Rietica* disajikan dalam lampiran B).

No	Samuel	Paramet	ter Kisi	Fasa yang terbentuk		
INO	Samper	a=b	с	ZnTiO ₃	TiO ₂	
1	0% V2O5+ZMT3	5.076	13.930	V		
2	1% V2O5+ZMT3	5.075	13.923	V	V	
3	2% V2O5+ ZMT3	5.079	13.924	V	V	
4	4% V2O5+ ZMT3	5.086	13.953	V	V	

Tabel 4. 4 Analisa Rietvield sintering suhu 900

Reaksi Defect :

V₂O₅ _____ 2V_{Ti} + 2 e' + 5Oo^x



Gambar 4. 3 pola difraksi sinar-x sampel ZMT3+ V2O5 dengan suhu sinter 1000°C (ket: a = Zn0,9Mg0,1TiO₃, b = TiO₂, c = Zn₂TiO₄)

Selanjutnya pada gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi sinar-x pada sampel ZMT3+ V_2O_5 yang disinter suhu 1000. Hasil identifikasi menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk adalah $Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3$, TiO₂ dan Zn_2TiO_4 . Dalam sebuah penelitian yang dilakukan oleh You-hua (2012) menunjukkan dari hasil analisis tersebut disebutkan bahwa ZnTiO₃ hexagonal terbentuk di suhu mulai 550°C, dengan ZnO sebagai fasa yang dominan. Ketika suhu dinaikkan pada rentang 550°C-900°C terlihat senyawa lain. Namun, pada saat suhu meningkat 950°C, ZnTiO₃ hexagonal akan terurai menjadi kubik Zn₂TiO₄ dan rutile TiO₂. Stuktur kristal ZnTiO₃ merupakan simetri rhombohedral. Parameter kisi ZnTiO₃ memiliki nilai parameter kisi a=5,0787Å, c = 13,9271 Å, dan MgTiO₃ a= 5,054 Å, c = 13,898 Å.

Peningkatan densitas yang semakin baik sebanding dengan peningkatan tempratur sinter, ini terjadi karena tempratur merupakan salah satu driving force proses difusi. Difusi adalah pergerakan atom-atomdari konsentrasi tinggi ke konsentrasi yang lebih rendah. Semakin tinggi tempratur maka kecepatan difusinya juga akan semakin tinggi maka driving force juga akan semakin besar sehingga daya dorong pertumbuhan butir semakin tinggi pula. Mekanisme difusi pada intinya merupakan transport material sehingga akan mengurangi porositas yang ada dan pada umumnya cenderung terdapat eliminasi porositas. Jadi, tempratur signifikan sinter memberikan pengaruh yang terhadap peningkatan densifikasi keramik melalui proses difusi antar lapisan pada daerah eliminasi dan pengurangan poros.

Dalam pembahasan ini hasil identifikasi sinar-x pada sampel ZMT3+V₂O₅ menunjukkan bahawa fasa $Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3$ tidak terbentuk pada suhu 1000°C dan 1100°C dan terurai menjadi fasa TiO₂ dan Zn₂TiO₄ karena keseluruhan fasa tersebut mencair dan terurai membentuk fasa lain sehingga pada proses karekterisasi lisrik hanya dilakukan pada suhu 900°C karena memiliki densifikasi bahan yang baik.

4.4. Karakteristik Struktur Mikro Scaning Electron Microscopy (SEM)

Struktur mikro diamati dengan menggunakan uji SEM. Pada penelitian ini sampel yang dilakukan uji tersebut adalah ZMT3 murni dan ZMT3 4%24h untuk membandingkan ukuran grain dari masing-masing variasi waktu sintering. Perhitungan ukuran grain dilakukan dengan metode *Linier Section Measurement* didapatkan ZMT3 murni 0,654µm dan ZMT3 4%24h 2,278 µm.



Gambar 4. 4 Hasil pengamatan struktur mikro menggunakan uji SEM untuk sampel ZMT3 murni dan ZMT3 4%24h

Dari gambar 4.4 diatas terlihat bahwa hubungan densitas dari masing-masing sampel terhadap hasil mikrostuktur. Sampel ZMT3 4%24h memiliki densisitas yang cukup tinggi dan terdapat lebih banyak beberapa daerah rongga yang dinyatakan dengan porositas walaupun ukuran grain lebih besar daripada sampel ZMT3 murni. Diduga hal ini disebabkan karena adanya fenomena abnormal grain growth, dimana sebuah butir berdampingan dengan butir lain yang dipisahkan oleh grain boundary, namun pada saat tertentu, antara kedua butir semakin menjauh hingga dipisahkan oleh pore (rongga). Data ukuran butir tersebut menunjukkan adanya zat aditif V₂O₅ berperan sebagai bahan yang mampu memicu pertumbuhan grain growth lebih cepat dan peranan fasa cair tersebut sangat terlihat dalan mereduksi porositas material.

4.5. Sifat Dielektrik

Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO₃ (Zinc Titanate) merupakan bahan material dielektrik gelombang mikro, frekuensi yang diberikan adalah frekuensi berorde GHz yang merupakan daerah terjadinya polarisasi dipolar. Menurut Boch and Niepce (2011) polarisasi dipolar terjadi rentang frekuensi 500 Hz-20 GHz. polarisasi dipolar pada frekuensi rendah terjadi pada frekuensi 500Hz-1MHz dan polorisasi dipolar pada frekuensi tinggi terjadi pada frekuensi 1MHz-20GHz. Pengukuran sifat dielektrik sampel dalam penelitian Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO₃ dilakukan pada tempratur kamar dengan rentang frekuensi antara 32 MHz hingga 1 Hz sehingga dari pengukuran ini dapat diketahui pada frekuensi berapa terjadi perubahan polarisasi dipolar ke polarisasi space charge. Ketika medan listrik diberikan pada frekuensi rendah, lubang (porositas) di dalam material akan memberikan arah medan yang berlawanan dengan arah medan luar. Polarisasi yang terjadi pada porositas tertutup (close pore) disebut dengan long polarization dapat mengakibatkan berkurangnya nilai konstanta dielektrik. Elektron di sekitar porositas tertutup bergerak lebih jauh dibandingkan dengan elektron yang bergerak tanpa adanya porositas ketika diberi medan listrik. Karakterisasi sifat dielektrik yang dilaporkan dari hasil perhitungan ialah permitivitas real (Er), konstanta dielektrik (ϵ '), dielektrik loss (ϵ '') dan tingkat loss dielektrik (tan δ). Berikut adalah grafik hasil dari karakterisasi listrik sampel yang memiliki densifikasi yang paling baik yaitu sampel pada suhu 900°C 24h.



Gambar 4. 5 Hubugan antara permitivitas real (ϵ r) terhadap frekuensi pada suhu 900°C

Gambar 4.5 menunjukkan hubungan antara permitivitas real (er) yang berubah terhadap frekuensi pada sampel dengan suhu sinter 900°C. Secara umum karakterisasi polarisasi yang ditunjukkan oleh sampel adalah polarisasi muatan ruang (space charge) dan polarisasi dipolar. Polarisasi dipolar terjadi ketika nilai permitivitas real material berada pada daerah kostan. Karakterisasi polarisasi menunjukkan adanya perbedaan karakterisasi bahan bergantung pada nilai densitas relatif bahan tersebut. Pada daerah polarisasi dipolar konstanta dielektrik meningkat seiring meningkatnya suhu sintering dan waktu penahanan suhu sintering. Seperti telah dibahas dalam sub bab sebelumnya bahwa peningkatan suhu mengakibatkan densitas material semakin meningkat yang diikuti oleh penurunan porositas dan tumbuhnya ukuran butir. Dimana ketika proses sintering tersebut teriadi pengurangan porositas yang besar sehingga dapat meningkatkan nilai densitas. Peningkatan densitas menyebabkan peningkatan polarisasi dipolar sehingga nilai permitivitas relative juga tinggi. Konstanta dielektrik hasil

pengukuran dengan Impedance analyzer menunjukkan bahwa pada daerah polarisasi dipolar terlihat bahwa nilai konstanta dielektrik linier terhadap data densitas. Akibatnya densitas yang kecil memiliki nilai permitivitas yang rendah, begitu juga sebaliknya densitas sampel yang besar memiliki nilai permitivitas yang besar pula. Pada sintesis ini material yang memiliki waktu penahanan yang paling lama dan densitas paling besar. Didapatkan nilai konstanta dielektrik untuk masing masing sampel ZMT3 900°C murni,1%24h, 2%24h, dan 4%24h berturutturut vaitu memiliki nilai permitvitas relativitas (ɛr) sebear14,5; 23.8; 23.4; 26.8. Hal ini dapat terjadi, diduga karena dengan keadaan sampel yang mempunyai densitas tinggi akibat dari pendopingan V₂O₅ atom V mengganti Ti yang menyebabkan parameter kisi menyusut dibandingkan dengan material yang tanpa doping sehingga volume semakin kecil dan atom-atom semakin rapat sehingga nilai densitas meningkan dan nilai permitivitas relative juga akan semakin meningkat.

Selain itu, material $(Zn_{1-x}Mg_x)TiO_3$ disinter pada suhu 900°C memiliki nilai permitivitas relatif tinggi disebabkan densifikasi lebih lengkap. Selain densifikasi lebih lengkap, pembentukan TiO₂ oleh dekomposisi fase ZnTiO3 menghasilkan lebih tinggi permitivitas relatif. Karena permitivitas relatif TiO₂ (er = 104) jauh lebih tinggi daripada ZnTiO₃ (er= 19), keberadaan sejumlah kecil TiO₂ dapat dengan signifikan meningkatan permitivitas relatif dari material ZMT3. Ketika MZT3 diberi medan listrik, timbullah polarisasi dipolar. Polarisasi dipolar tejadi akibat adanya interaksi atom Zn dan Ti yang terjadi dimana atom Zn bermuatan 2+ dan atom Ti bermuatan 4+. Ketika frekuensi medan semakin tinggi polarisasi dipolar akan berubah menjadi polarisasi space carge. Polarisasi space carge terjadi pada muatan listrik yang tidak terikat yaitu pada batas butir (grain boundry) dan ruang kosong (cavity). Pada gambar 4.5 diatas diketahui material yang memiliki densitas yang paling besar yaitu pada ZMT3+4% V₂O₅, mengalami perubahan dari polarisasi dipolar ke polarisasi space carge yang lebih cepat dibandingkan material yang memiliki densitas yang lebih kecil sehingga porositasnya besar akan menghasilkan *space carge* yang tinggi.



Gambar 4.6 Hubugan antara permitivitas dielektrik (ε') terhadap frekuensi pada suhu 900°C

Gambar diatas menunjukkan konduktivitas listrik MZT3 yang di doping dengan V_2O_5 menunjukkan bahwa material yang memiliki densitans yang lebih tinggi yaitu ZMT3+4% V_2O_5 memiliki konduktivitas yang rendah. Karena nilai konduktivitas berbanding terbalik dengan nilai resistivitasnya. Material yang memiliki densitas yang besar, memiliki porositas yang rendah sehingga material tersebut memiliki nilai resistivitas yang tinggi dan nilai konduktivitas yang rendah. Tetapi, material yang memiliki densitas tinggi kerapatan grain di dalam material tersebut lebih tinggi dibandingkan material yang memiliki densitas yang lebih rendah. Kedua material tersebut diberi medan listrik maka elektronnya akan bergerak pada material yang lebih rapat yaitu pada material yang memiliki densitas lebih besar. Tabel 4.1 di bawah ini menunjukkan nilai uji listrik pada variasi berat V_2O_5 .

Variasi	Resistansi (ohm)	Konduk tivitas	ε real rata-	Freq max	Freq min	Densitas Archimi
		(1/ohm)	rata	(MHz)	(KHz)	des
0%	90x10 ⁶	0,11x10 ⁻ 7	14,553	3,2x10 7	0,127x10 6	3,509
1%	420x10 ⁶	0,23x10 ⁻ 8	23,896	3,2x10 7	0,803x10 6	4,340
2%	10x10 ⁶	0,1x10 ⁻⁶	23,445	3,2x10 7	0,507x10 6	4,582
4%	20x10 ⁶	0,05x10 ⁻ 6	26,800	2,019x 10 ⁷	0,201x10 6	4,663

Tabel 4. 5 Rekap data uji listrik pada variasi berat V_2O_5 dengan waktu penahanan 24 jam



Gambar 4. 7 Hubugan antara permitivitas imajiner (ϵ '') terhadap frekuensi pada suhu 900°C

Gambar 4.7 menunjukkan hubungan antara nilai dielectric loss (permitivitas imajiner) terhadap perubahan frekuensi pada berbagai sampel. Pola kurva ini dapat diketahui bahwa frekuensi relaksasi antara 1 Hz–32 MHz belum tercapai, hal ini ditandai dengan tidak adanya puncak *Debye* yang terbentuk (lihat gambar 2.7(b)). Nilai dielectric loss kecil dan stabil ditunjukkan oleh sampel-sampel dengan densitas relatif yang tinggi yaitu pada ZMT3+4% V₂O₅, dan selanjutnya nilai dielectric loss yang cenderung konstan dengan penurunan nilai frekuensi. Secara keseluruhan nilai dielectric loss semakin meningkat dengan meningkatnya volume porositas dan densitas yang relatif lebih rendah yang terkandung di dalam material.



Gambar 4.8 Hubugan antara faktor disipasi (tan δ) terhadap frekuensi pada suhu 900°C

Gambar 4.8 menunjukkan hubungan antara faktor disipasi dielektrik (tan δ) dengan nilai frekuensi yang berubah-ubah. Secara keseluruhan dari gambar tersebut ditunjukkan bahwa tan δ semakin menurun seiring meningkatnya nilai frekuensi yang diberikan. Hal ini dikarenakan pada keadaan frekuensi yang

tinggi perubahan posisi dipol sangat sedikit, sehingga gesekan antar molekul menjadi lebih sedikit. Penn et al (1997) menyatakan bahwa tan δ material semakin besar jumlah porositas pada suatu sampel maka tan δ semakin meningkat dan sebaliknya. Selain itu penyebab turunnya nilai tan δ dapat pula diakibatkan oleh meningkatnya hambatan batas butir Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB V KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengukuran, pengolahan data, analisa data dan pembahasan dapat diperoleh beberapa kesimpulan penelitian, yakni:

- 1. Sintesis $Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3$ telah *single face* pada suhu 850°C. Dari data hasil analisa kualitatif dan kuantitatif fasa yang teridentifikasi yaitu ZnTiO₃ (*illminate*) berbentuk hexagonal dengan *space group* R-3 (148), puncak tertinggi ZnTiO₃ berada pada sudut 32,82°.
- 2. Sampel dengan variasi suhu 900°C memiliki nilai densifikasi yang paling baik karena waktu penahanan yang paling lama yaitu 24h karena memberikan waktu untuk terbentuknya ikatan antar partikel yang semakin kuat sehingga berpengaruh terhadap berkurangnya porositas yang mengakibatkan nilai densitas meningkat.
- 3. Pada SEM, grain yang besar memiliki batas butir yang besar pula menunjukkan adanya zat aditif V₂O₅ berperan sebagai bahan yang mampu memicu pertumbuhan grain growth lebih cepat dan peranan fasa cair tersebut sangat terlihat dalam mereduksi porositas material
- 4. Nilai konstanta dielektrik untuk masing masing sampel ZMT3 900°C murni,1%24h, 2%24h, dan 4%24h berturutturut yaitu memiliki nilai permitvitas relativitas (ɛr) sebear14,5; 23,8; 23,4; 26,8. Hal ini dapat terjadi, diduga karena dengan keadaan sampel yang mempunyai densitas tinggi maka didalamnya hanya terdapat sedikit porositas.

4.2. SARAN

Saran untuk penelitian berikutnya adalah:

- 1. Melakukan karakterisasi (Zn,Mg)TiO₃ dengan suhu dibawah 1000°C dengan variasi holding time.
- Perlu dilakukan kajian dengan penambahan Bi₂O₃ ssebagai fasa cair agar sifat unggul V₂O₅ dan Bi₂O₃ dapat dibedakan.
- 3. Melakukan karakterisasi sifat dielektrik pada frekuensi 1Hz-32Mhz

DAFTAR PUSTAKA

- Astutik P., L. I. Hariani, M. A. Baqiya, dan S. Pratapa, (2011) "Pengaruh Aktivasi Mekanik Terhadap Pembentukan Fasa MgTiO₃ dan MgTi₂O₅," presented at the Seminar Nasional Fisika 2011
- Boch, P. dan Nièpce, JC, (2007), *Ceramics Materials; Process, Properties and Application*, ISTE Ltd, USA.
- German, R.M., Suri, P., Park, S.J., (2009) Review: liquid phase sintering. *Journal Material Sceince*. Vol 44, hal 1–39.
- Hsieh, M.-L. C.-S.-C.-P.-L. (2008). Effect of oxide additives on the low-temperature sintering of dielectrics (Zn,Mg)TiO3. *Materials Research Bulletin*, 43.

Ismunandar. 2008. "Artikel-artikel Populer Keramik"

- Kim Tae Hyo & Kim Ho Yoon, (1998) "Microwave dielectric properties of Magnesium modified Zinc Titanat". Journal of the Korean Physical Society, vol 32 hal. 346-348.
- Kisi, E.H. (1994), "Rietvield Analysis of Powder Diffraction Pattern", Material Forum, vol. 18, hal. 135-153.
- Pratapa, S., 2004. Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X. Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.
- Pratapa, S., 2005. Analisis data Difraksi Menggunakan metode Rietvield. Surabaya.

Reed, J.S., (1995). *Principles of ceramics processing*. Wiley, New York.

Reddy, K. (2008), Priciples of Engginering Metallurgy.

- Rahaman M. N., (2003), *Ceramic Processing and Sintering*, 2nd edition, Marcel Dekker., New York.
- Schilz, J. (1998), "Internal Kinetics of Tumbles dan Planetary Ball Mills: A Mathematical Model for Parameter setting", Material Transactions, JIM, vol, 39,hal. 1152-1157.
- Wang, Y.-R., Wang, S.-F. & Lin, Y.-M. (2005) "Low temperature sintering of (Zn1-x,Mgx)TiO3 microwave dielectrics." Ceramics International, 31, 905-909.
- Wang Liqiu, Kang Hongmin, Xue Dongfeng, dan Liu Changhou, (2008) "Low-temperature synthesis of ZnTiO3 nanopowders". Materials Research Bulletin, 311, 611-614.
- Yu You-Hua, dan Xia Meng, (2012) "Preparation and characterization of ZnTiO3 powder by sol-gel process". Materials Research Bulletin, 77, 10-12.
- Yuh-Ruey W, Sea-Fue W, et al., 2005. Low Temperature Sintering of (Zn_{1-x}, Mg_x)TiO₃ Microwave Dielectrics. Ceramic International 31, 905-909
- Zhang M., L. Li, W. Xia, dan Q. Liao, (2012) "Structure dan properties analysis for MgTiO3 and (Mg0.97M0.03)TiO3 (M = Ni, Zn, Co dan Mn) microwave dielectric materials," Journal of Alloys dan Compounds, vol. 537, hal. 76–79(Huang et al., 2003)

LAMPIRAN DATA KRISTALOGRAFI

Entry # 00-026-1500

Phase classification

Zinc Titanium Oxide
Ecandrewsite, syn
ZnTiO₃
hR10
2.500000
* (Excellent)

Bibliographic data

Publication

Reference, Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25 **13**, 49 (1976)

Crystal structure

Published crystallographic data

 Space group
 R-3 (148)

 Crystal system
 rhombohedral

 Cell parameters
 a=5.078700 Å c=13.927000 Å

 Cell volume
 311.100006 Å³

 Z
 6

Diffraction data

Published diffraction lines

 1141	TA		Demanly			
d [A]	Int.	hkl	Kemark			
4.630000	1	003	hkl generated by input software.			
4.191000	3	101	hkl generated by input software.			
3.717000	20	012	hkl generated by input software.			
2.729000	100	104	hkl generated by input software.			
2.540000	75	110	hkl generated by input software.			
2.355000	1	015	hkl generated by input software.			
2.321000	1	006	hkl generated by input software.			
2.228000	20	113	hkl generated by input software.			
2.173000	3	021	hkl generated by input software.			
2.097000	1	202	hkl generated by input software.			
1.860000	35	024	hkl generated by input software.			
1.813000	1	107	hkl generated by input software.			
1.713000	35	116	hkl generated by input software.			
1.651000	1	211	hkl generated by input software.			
1.619000	11	018	hkl generated by input software.			
1.500000	25	214	hkl generated by input software.			
1.466000	25	300	hkl generated by input software.			
1.428000	1	125	hkl generated by input software.			
1.399000	1	303	hkl generated by input software.			
1.365000	4	208	hkl generated by input software.			
1.327600	8	1010	hkl generated by input software.			
1.321800	4	119	hkl generated by input software.			
1.276000	1	217	hkl generated by input software.			
1.269600	6	220	hkl generated by input software.			
1.239600	2	306	hkl generated by input software.			
1.216600	1	0 1 1	Lhkl generated by input software.			
1.202000	6	128	hkl generated by input software.			
1.176600	3	0210	hkl generated by input software.			
1.151200	7	134	hkl generated by input software.			
1.113900	5	226	hkl generated by input software.			
1.086200	1	042	hkl generated by input software.			

1.067400 1.055800 1.048500	5 2 3	2 1 10hkl generated by input software. 1 1 12hkl generated by input software. 4 0 4 hkl generated by input software
1.006900	<1	1 2 11hkl generated by input software.
0.999000	3	3 1 8 hkl generated by input software.
0.981600	<1	2 2 9 hkl generated by input software.
0.970200	4	0 1 14hkl generated by input software.
0.969200	7	3 2 4 hkl generated by input software.
0.959900	5	4 1 0 hkl generated by input software.
0.929600	2	0 4 8 hkl generated by input software.
0.917500	3	1 3 10 hkl generated by input software.
0.906400	2	2 0 14hkl generated by input software.
0.886800	5	4 1 6 hkl generated by input software.

Experimental

Physical Properties Calc. density5.165000 g/cm³ColorColorless

Entry # 00-076-0649

Phase classification								
Name	Titanium Oxide							
Mineral Name	Rutile							
Formula	TiO₂							
Pearson symbol	tP6							
I/Icor	3.560000							
Quality	C (calculated)							

Bibliographic data

Publication

Reference, Calculated from ICSD using POWD-12++ **42**, 295 (1997)

Crystal structure

Published crystallographic data

Space group	P42/mnm (136)
Crystal system	tetragonal
Cell parameters	a=4.593000 Å c=2.959000 Å
Cell volume	62.419998 ų
Z	2

Diffraction data

Published diffraction lines

d [Å]	Int.	hkl	Remark
3.247740	999	110	
2.487480	420	101	
2.296500	65	200	
2.187300	161	111	
2.054050	58	210	
1.687350	438	211	
1.623870	126	220	
1.479500	57	002	
1.452430	58	310	
1.423590	5	221	
1.359770	137	301	

1.346380	67	112
1.303830	7	311
1.273870	1	320
1.243740	14	202
1.200500	7	212
1.170050	26	321
1.148250	17	400
1.113970	6	410
1.093650	38	222

Experimental

Physical PropertiesCalc. density4.250000 g/cm³

Entry # 00-025-1164

Phase classification							
Name	Zinc Titanium Oxide						
Formula	Zn ₂ TiO ₄						
Pearson symbol	cF56						
I/Icor	4.500000						
Quality	* (Excellent)						

Bibliographic data

Publication

Ζ

Reference , Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25 12, 37 (1975)

Crystal structure

Published crystallographic data Space group Fd-3m (227) Crystal system cubic Cell parameters a=8.460200 Å Cell volume 605.539978 Å³

8

Diffraction data

Published diffraction lines

d [Å]	Int.	hkl
4.890000	4	$1\ 1\ 1$
2.993000	35	220
2.552000	100	311
2.444000	4	222
2.115000	13	400
1.727000	11	422
1.627000	30	511
1.495800	30	440
1.430500	<1	531
1.337700	3	620
1.290100	6	533
1.275800	2	622
1.221400	1	444
1.130600	4	642
1.101300	9	731
1.057600	2	800
0.997100	2	660

	0.976900	5	751			
	0.970600	1	662			
	0.945700	1	840			
	0.901900	1	664			
	0.886800	4	931			
	0.863400	7	844			
	Ex	peri	mental			
Physical Properti	ies					
Calc. density	Calc. density 5.323000 g/cm ³					
Color	Colorless					

LAMPIRAN B

Pola Hasil Penghalusan dengan Menggunakan Rietica

A. $Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3$ yang di kalsinasi dengan suhu 850



Parameter	$Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO_3$				
Phase scale factor	0.100000E-01				
Parameter Kisi	Α	5.069126			
	В	5.069126			
	С	13.912312			
Cell volume	309.596527				

U		0.140833					
Derivered bragg	0.41						
Gam 0	0.379238						
FoM	Rp (%)	Rwp (%)	GoF (%)				
	15.71	8.94	0.169				
Background	B0 -210.449						
	B1	10.7109					
	B2	-0.218327					
	B3 0.155010E-02						
Sample displacment	0.13670						

Nama	Fase	Rp	Rwp	Rexp	GoF (%)	Bragg R- Factor	% Molar	% Berat
850	ZnTiO3	15,71	8,94	21,73	0,16	0,41		

B. Zn_{0,9}Mg_{0,1}TiO_3 yang di dopan 0%, 1%, 2% dan 4% V_2O_5 dengan suhu sinter 900 selama 24 jam



Parameter	Zn _{0.9} Mg _{0.1} TiO ₃				
Phase scale factor	0.100000E-01				
Parameter Kisi	A 4.593431 (7)				
	B 4.593431 (7)				
	С	2.960708			
Cell volume	62.469772				
U	-0.015190				
Derivered bragg	0,06				
Gam 0	0,200000				
FoM	Rp (%)	Rwp (%)	GoF (%)		
	12,91	16,96	2,492		
Background	B0	143	3.01		
	B1	-6.43095 0.119760			
	B2				
	B3	-0.737989E-03			
Sample displacment	-0.06723				



Parameter	$Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO_3$		TiO ₂		
Phase scale factor	0.1000	00E-01	0.100000E-01		
Parameter Kisi	A 5.075333		4.593293		
	В	5.075355	4.59329	93	
_	С	13.923871	2.959575		
Cell volume	310.62	13190	62.442123		
U	0.034	4656	0.041688		
Derivered bragg	0.0	63	1.04		
Gam 0	0.635	5473	0.455063		
FoM	Rp (%)	Rwp (%)	Rexp (%)	GoF (%)	
_	15.28	20.51	11.08	3.424	
Background	B0	137.557	137.557		
	B1	-6.05028	-6.05028		
_	B2	0.117108	0.117108		
	B3	-0.767257E- 03	-0.767257E-03		
Sample	-0.02875		-0.02875		
displacment					



Parameter	$Zn_{0.9}M_{2}$	g _{0.1} TiO ₃	TiO ₂		
Phase scale factor	0.1000	00E-01	0.100000E-01		
Parameter Kisi	A 5.079782		4.587369		
-	В	5.079782	4.587369		
-	С	13.924219	2.958397		
Cell volume	311.1	65710	62.256363		
U	0.38	0000	-0.574487		
Derivered bragg	0.	05	0.81		
Gam 0	0.12	3400	0.364227		
FoM	Rp (%)	Rwp (%)	Rexp (%)	GoF (%)	
-	25.88	25.89	15.04	2.964	
Background	B0	-175.282	-175.282		
-	B1	10.7513	10.7513		
-	B2	-0.244631	-0.244631		
-	B3	B3 0.186934E-02 0.186934E-02		02	
Sample displacment	0.15	5366	0.15366		



Parameter	$Zn_{0.9}Mg_{0.1}TiO_3$		TiO ₂			
Phase scale factor	0.1000	000E-01	0.100000E-01			
Parameter Kisi	А	5.086053	4.599247			
-	В	5.086053	4.599247 2.963749			
-	С	13.953699				
Cell volume	312.5	94757	62.692421			
U	-0.05	59895	0.010000			
Derivered bragg	0.	.07	0.03			
Gam 0	1.51	5291	0.200000			
FoM	Rp (%)	Rwp (%)	Rexp (%)	GoF (%)		
_	24.43	24.32	16.20	2.254		
Background	B0	-239.028	-239.028			
_	B1	15.8038	15.8038			
-	B2	-0.379464	-0.379464			
-	B3	B3 0.300898E-02 0.300898E-02		02		
Sample displacment	-0.0	0803	-0.00803			

					GoF	Bragg R-	%		
Nama	Fase	Rp	Rwp	Rexp	(%)	Factor	Molar	% Berat	
0%	ZnTiO3	12,91	16,96	10,75	0,24	0,06	93,72	96,1	
	TiO2					0,20	6,28	3,9	
10/	ZnTiO3	15,28	15 20 2	20 51	11 09	0 224	0,63	94,60	69,2
170	TiO2		20,51	11,08	0,524	1,024	5,40	32,8	
2%	ZnTiO3	26,08	26,13	15,04	0,301	0,05	93,75	98,53	
	TiO2					0,81	6,25	1,47	
4%	ZnTiO3	25.60	29,98 16	16.22	3,416	11,34	97,16	94,03	
	TiO2	23,09		10,22		9,31	2,84	5,97	

Hasil Penghalusan dengan Menggunakan Rietica

BIODATA PENULIS



Riska Ainun Nisa lahir di 30 1993 Pamekasan. Juni merupakan anak ke 7 dar1 9 bersaudara dari ayah yang bernama Mohammad Hasjim (alm) dan ibu Arifah. Penulis menempuh pendidikan formal di TK Nurul Hikmah Pamekasan (1997-1999), SD plus Nurul Hikamah (1999-2005), SMP Negeri 2 Pamekasan (2005-2008),SMA Negeri 1 Pamekasan (2008-2011), kemudian Institut Teknologi diterima di Sepuluh Nopember jurusan Fisika. Selama menempuh sekolah di

perguruan tinggi penulis hanya aktik di Forum Komunikasi Mahasiswa Pamekasan (FORKAMP) dan Lembaga Dakwah Jurusan (FOSSIF). Penulis merupakan asisten laboratorium Fisika Laboratorium (2014). Penulis mengharapkan kritik dan saran mengenai tugas akhir ini melalui email idola_riska@yahoo.co.id.