

## PENGARUH VARIASI TEKANAN KOMPAKSI TERHADAP MIKROSTRUKTUR DAN DENSITAS KERAMIK $(\text{Mg}_{0,9}\text{Zn}_{0,1})\text{TiO}_3 + 2\% \text{wt Bi}_2\text{O}_3$ HASIL SINTESIS MENGGUNAKAN METODE PENCAMPURAN LARUTAN

<sup>1)</sup>Lina Zendya dan <sup>2)</sup>Frida U. Ermawati\*

<sup>1,2)</sup>Prodi Fisika, Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya

Email: <sup>1)</sup>[linzendya16030224014@mhs.unesa.ac.id](mailto:linzendya16030224014@mhs.unesa.ac.id), <sup>1)</sup>[lizendya@gmail.com](mailto:lizendya@gmail.com), <sup>2)</sup>[frida.ermawati@unesa.ac.id](mailto:frida.ermawati@unesa.ac.id)

\*Penulis untuk korespondensi (The Corresponding Author)

### Abstrak

Telah dilakukan sintesis serbuk  $(\text{Mg}_{0,9}\text{Zn}_{0,1})\text{TiO}_3$  (disingkat MZT01) dan fabrikasi keramik MZT01+2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . Penelitian ini bertujuan untuk menginvestigasi pengaruh variasi tekanan kompaksi keramik MZT01+2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  terhadap mikrostruktur dan densitas *bulk*. Sintesis serbuk MZT01 dilakukan mengikuti metode pencampuran larutan dengan bahan awal berupa serbuk logam Mg, Zn, Ti (*Merck*) dan HCl 12 M sebagai pelarut. Serbuk MZT01 hasil sintesis tersebut dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 2 jam. Fabrikasi keramik dilakukan dengan menambahkan 2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  pada serbuk MZT01 dengan *ball milling* pada kecepatan 500 rpm selama 5 jam. Serbuk MZT01+2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  kemudian dikompaksi menggunakan *die press* berdiameter 10 mm dengan variasi tekanan 10, 15, dan 20 MPa dan disinter pada suhu 1100 °C selama 4 jam. Berdasarkan karakterisasi struktur dengan uji XRD, serbuk MZT01 mengandung fasa utama  $\text{MgTiO}_3$  (93,10 % molar) dan fasa impuritas  $\text{TiO}_2$  rutil (0,25 % molar) dan MgO (6,65 % molar). Sedangkan untuk keramik MZT01+2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  15 MPa terdiri fasa utama  $\text{MgTiO}_3$  (99,56 % molar) dan sisanya  $\text{TiO}_2$  rutil. Karakterisasi mikrostruktur dengan FESEM menunjukkan adanya *crack* yang cenderung meningkat dengan bertambahnya tekanan kompaksi. Belum diketahui pasti apa penyebab *crack* tersebut, namun hal tersebut mungkin berkaitan dengan kombinasi yang dianggap belum sesuai antara ketiga nilai tekanan, diameter *die press* dan suhu sinter tersebut. Meski demikian, ketiga kombinasi tersebut telah mampu menunjukkan adanya pertumbuhan butir, yaitu ukuran diameter rata-rata butir meningkat dari 105 nm (10 MPa), 156 nm (15 MPa) menjadi 168 nm (20 MPa). Karakterisasi densitas *bulk* keramik dengan metode *Archimedes* juga menghasilkan nilai densitas yang meningkat, yaitu dari 2,8 g/cm<sup>3</sup> (10 MPa), 3,6 g/cm<sup>3</sup> (15 MPa) menjadi 3,8 g/cm<sup>3</sup> (20 MPa).

**Kata Kunci:** metode pencampuran larutan, fabrikasi keramik MZT01+2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , tekanan kompaksi, FESEM

### Abstract

Synthesis of  $(\text{Mg}_{0,9}\text{Zn}_{0,1})\text{TiO}_3$  powder (abbreviated as MZT01) and fabrication of MZT01+2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  ceramics have been carried out. This study aims to investigate the effect of pressure variation ceramic MZT01+2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  on microstructure and bulk density. Synthesis of the powder was completed following the liquid mixing method using Mg, Zn and Ti (*Merck*) metal powders as the starting materials and HCl 12 M as the solvent. The powder was calcined at 550 °C for 2 hours. The ceramic was fabricated by adding 2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  to the MZT01 powder using *ball milling* at 500 rpm for 5 hours. The mixed powders were pressed at 10, 15, and 20 MPa using a 10-mm diameter of cylindrical die press and sintered at 1100 °C for 4 hours. Based on the structure characterization using XRD, MZT01 powder consisted of the main  $\text{MgTiO}_3$  phase (93.10 % molar), and  $\text{TiO}_2$  rutile (0.25 % molar) and MgO (6.65 %) as the impurity phases. The MZT01+2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  15 MPa ceramic consists of  $\text{MgTiO}_3$  (99.56 % molar) and the remaining is  $\text{TiO}_2$  rutile. Microstructural characterization with FESEM shows cracks which tend to increase with increasing compacting pressure. It was not yet known exactly what causes these cracks, but it may be related to combinations that are deemed incompatible between the three pressure values, diameter die press and temperature of the sinter. However, the three combinations have been able to show the growth of grains, i.e. the average diameter size of grains increased from 105 nm (10 MPa), 156 nm (15 MPa) to 168 nm (20 MPa). Characterization of ceramic bulk density by the Archimedes method also results in increased values, from 2.8 g/cm<sup>3</sup> (10 MPa), 3.6 g/cm<sup>3</sup> (15 MPa) to 3.8 g/cm<sup>3</sup> (20 MPa).

**Keywords:** liquid mixing method, MZT01+2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  ceramic fabrication, compacting pressure, FESEM

## PENDAHULUAN

*Magnesium titanate* ( $\text{MgTiO}_3$ ) dikenal sebagai salah satu bahan dielektrik keramik yang berpotensi dalam bidang telekomunikasi sebagai filter, osilator dan radar pada frekuensi gelombang mikro (Wu *et al.*, 2013; Samyuktha *et al.*, 2015).  $\text{MgTiO}_3$  dengan nama mineral *geikelite* memiliki *space group* R-3 H pada data PDF (*powder diffraction file*) No. 06-494.  $\text{MgTiO}_3$  memiliki sistem kristal *tetragonal* dan parameter kisi  $a = b \neq c$ .

Beberapa peneliti telah melaporkan hasil sintesis serbuk  $\text{MgTiO}_3$  menggunakan metode pencampuran larutan, yaitu pertama, Pratapa *et al.*, (2012) melaporkan hasil sintesis serbuk  $\text{MgTiO}_3$  dengan metode ini dan pada suhu kalsinasi 800 °C mampu menghasilkan  $\text{MgTiO}_3$  sebagai fasa utama dengan fraksi berat 95,1 % disertai  $\text{TiO}_2$  rutil (3,9 %) dan sisanya  $\text{MgO}$ . Kedua, Lestari *et al.*, (2012) juga melaporkan hasil sintesis serbuk  $\text{MgTiO}_3$  menggunakan metode ini dan mampu menghasilkan fasa  $\text{MgTiO}_3$  dengan 91,8 % molar dan sisanya  $\text{TiO}_2$  rutil pada suhu kalsinasi 700 °C. Ketiga, Emawati *et al.*, (2015) juga telah melaporkan hasil sintesis serbuk  $(\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2})\text{TiO}_3$  menggunakan metode pencampuran larutan dan menghasilkan fasa utama  $\text{MgTiO}_3$  dengan 98,5 % molar dan sisanya  $\text{TiO}_2$  rutil pada suhu kalsinasi yang jauh lebih rendah, yaitu pada 550 °C.

Selain ketiga publikasi di atas, pada tahun berikutnya, Emawati *et al.*, (2016) juga telah melaporkan hasil sintesis serbuk  $(\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{TiO}_3$  namun untuk variasi fraksi  $x$  yang lebih beragam, yaitu  $x = 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4$  dan  $0,5$  dan kalsinasi pada suhu 550 °C, juga menghasilkan fasa utama  $\text{MgTiO}_3$  (99,0 % molar) dan sisanya  $\text{TiO}_2$  rutil. Selanjutnya, semua serbuk tersebut difabrikasi menjadi pelet  $(\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x)\text{TiO}_3$  dan disinter pada suhu 1400 °C selama 8 jam untuk menjadi keramik. Diperoleh hasil bahwa  $\text{MgTiO}_3$  sebagai fasa utama keramik (98-99 % molar) disertai fasa sekunder  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4$  (untuk variasi fraksi  $x = 0 - 0,2$ ) dan  $\text{Zn}_2\text{TiO}_4$  (untuk variasi  $x = 0,3 - 0,5$ ). Suhu sinter yang masih tinggi tersebut (1400 °C) sedapat mungkin dihindari sebab berdasarkan kajian terhadap kedua literatur, yaitu Carter *et al.*, (2013) yang berjudul: “*Ceramics Materials: Science and Engineering*” dan Emawati (2017) yang berjudul: “*Fisika Bahan Keramik*”, suhu sinter yang tinggi menyebabkan ukuran butir membesar, bahkan hingga mencapai orde milimeter sehingga tercipta batas-batas antar butir (*grain boundaries*) akibat peristiwa *necking* selama proses sinter berlangsung (German *et al.*, 2009). Adanya batas-batas butir tersebut berpotensi menghambat laju polarisasi dipol-dipol muatan sehingga dapat menurunkan karakteristik dielektrik keramik.

Ermawati (2017) dalam bukunya tersebut juga menjelaskan bahwa untuk menurunkan suhu sinter yang masih tinggi tersebut, perlu ditambahkan bahan oksida

tertentu ke dalam serbuk yang hendak difabrikasi menjadi keramik, dimana salah satu syarat bahan oksida yang terpilih tersebut harus memiliki titik leleh yang jauh lebih rendah dari suhu sinter yang hendak dituju. Selama proses sinter (untuk kasus  $\text{MgTiO}_3$  tersebut) berlangsung dan titik leleh bahan oksida tersebut telah dicapai, maka bahan oksida tersebut akan berubah menjadi fasa cair (*liquid phase*) dan fasa cair tersebut akan mengisi pori-pori diantara butiran fasa  $\text{MgTiO}_3$  akibat adanya gaya kapilaritas (German *et al.*, 2009). Dengan terisinya pori-pori tersebut maka keramik  $\text{MgTiO}_3$  dapat memadat lebih cepat dibandingkan dengan lama proses pemadatan keramik tanpa adanya fasa cair.

Beberapa bahan oksida fasa cair yang telah diuji cobakan pada fabrikasi keramik berbasis  $\text{MgTiO}_3$  dan telah dilaporkan adalah sebagai berikut, yaitu pertama oleh Wang *et al.* (2012) yang melaporkan penambahan bahan  $\text{B}_2\text{O}_3$  pada bahan  $\text{MgTiO}_3$  berhasil disinter pada 1100 °C, namun masih terbentuk fasa baru  $(\text{MgTi})_2(\text{BO}_3)$ . Kedua, oleh Zhang *et al.*, (2010) melaporkan bahwa penambahan  $\text{ZnNb}_2\text{O}_6$  pada bahan  $\text{MgTiO}_3$  dapat menurunkan suhu sinter dari 1400 menjadi 1300 °C tanpa munculnya fasa baru, namun penggunaan  $\text{ZnNb}_2\text{O}_6$  kurang efektif karena titik lelehnya masih tinggi yaitu 1100 °C. Seperti yang telah dilaporkan di atas bahwa penggunaan bahan *liquid phase*  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ - $\text{TiO}_2$  masih menyisakan fasa baru yang tidak diinginkan. Ketiga, penggunaan  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  sebagai *liquid phase* oleh Hsieh *et al.*, (2005) dapat menurunkan suhu sinter pada keramik  $(\text{Zn}_{1-x}\text{Mg}_x)\text{TiO}_3$  dari 1300 menjadi 1000 °C tanpa munculnya fasa impuritas. Terakhir, Emawati *et al.*, (2018) juga melaporkan bahwa penambahan  $\text{V}_2\text{O}_5$  mampu menurunkan temperatur sinter keramik  $(\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2})\text{TiO}_3$  dari 1400 °C dengan waktu tahan 8 jam menjadi 1100 °C dengan waktu tahan hanya 4 jam tanpa menghasilkan fasa sekunder apapun.

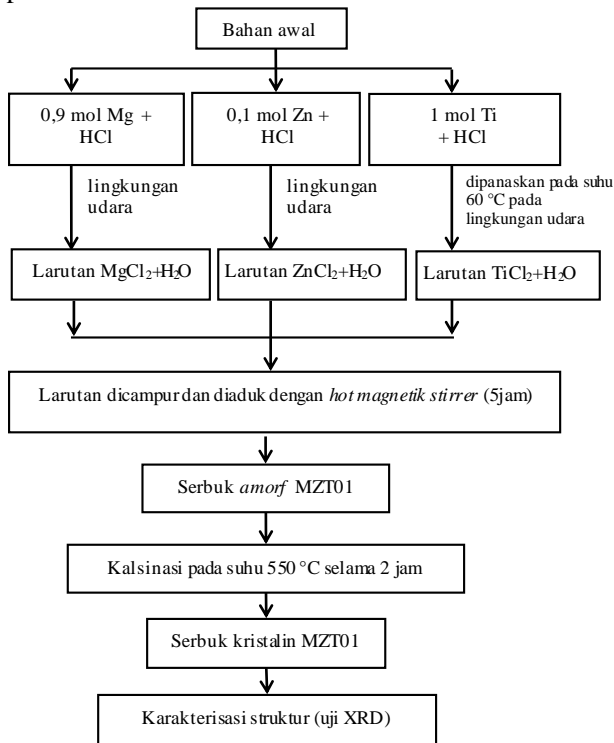
Pengaruh proses sinter terhadap nilai densitas *bulk* keramik  $\text{MgTiO}_3$  telah dilaporkan oleh Xue *et al.*, (2013) dan menghasilkan nilai *bulk density* maksimum sebesar 3,83 g/cm<sup>3</sup> untuk rasio  $\text{Mg/Ti} = 1:1,02$  akibat pemberian tekanan kompaksi sebesar 100 MPa pada pelet dengan diameter 35 mm. Sedangkan untuk bahan lain, Bhuyan *et al.*, (2017) melaporkan penambahan 1 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  pada bahan keramik  $\text{Mg}_2\text{TiO}_4$  yang disinter pada 1250 °C terhadap mikrostruktur diperoleh ukuran butir sekitar 3,4-9,8 μm.

Berdasarkan pada uraian pendahuluan di atas, peneliti bermaksud menginvestigasi pengaruh variasi tekanan kompaksi terhadap mikrostruktur dan densitas keramik MZT01+2 % wt  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  yang disintesis menggunakan metode pencampuran larutan. Variasi kompaksi yang digunakan yaitu sebesar 10, 15 dan 20 MPa dan disinter pada suhu 1100 °C selama 4 jam.

**METODE**

**A. Rancangan Penelitian Sintesis serbuk MZT01**

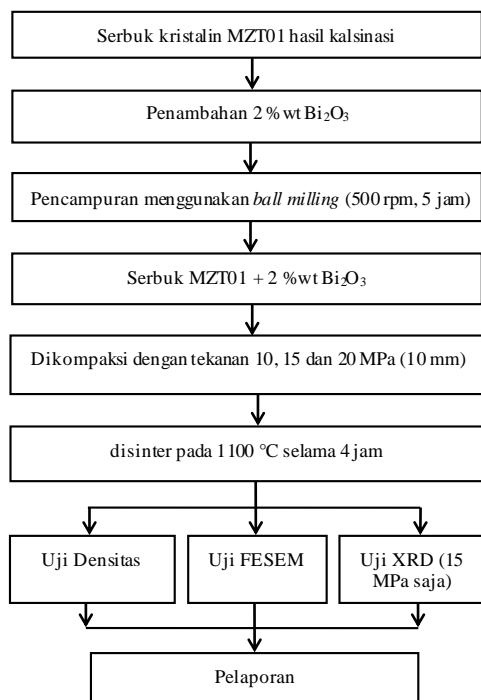
Rancangan tahap sintesis serbuk MZT01 ditunjukkan pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Rancangan tahap sintesis serbuk MZT01

**Fabrikasi dan karakterisasi keramik MZT01**

Rancangan tahap fabrikasi keramik MZT01+2 % wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ditunjukkan pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Rancangan tahap fabrikasi dan karakterisasi keramik MZT01 + 2 %wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

**B. Variabel Operasional Penelitian**

Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut, yaitu variabel manipulasi terdiri dari variasi kompaksi (10, 15 dan 20 MPa). Variabel respon: mikrostruktur dan densitas keramik MZT01+2% wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Variabel kontrol: bahan awal berupa serbuk logam Mg, Zn, Ti (*Merck*), fraksi % berat Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yaitu 2 % wt, suhu serta waktu tahan kalsinasi (550 °C, 2 jam) dan suhu sinter (pada 1100 °C waktu tahan 4 jam).

**Teknik Pengumpulan Data**

Data-data yang dikumpulkan pada penelitian ini adalah berupa data struktur yang diperoleh dari hasil uji XRD, data mikrostruktur dari uji FESEM dan data densitas *bulk* dari uji densitometer. Uji XRD dilakukan dengan menggunakan alat *Bragg-Brentano Philips X'Pert Diffractometer* dengan radiasi Cu-K $\alpha$  pada rentang sudut 15-65° dengan langkah detektor 0,02 °/menit. Uji FESEM dilakukan menggunakan alat FEI model *Inspect F50*, sedangkan uji densitas *bulk* dilakukan dengan menggunakan alat *Balance Mettler Toledo* tipe ME 403 E dan *Density kit* ME-DNY-43 dengan metode *Archimedes*. Nilai densitas *bulk* sampel uji selanjutnya dihitung secara otomatis menggunakan program *Hyperterminal* yang telah terintegrasi dengan alat densitometer (Hemana *et al.*, 2014 dan Anugraha *et al.*, 2014) tersebut dengan persamaan (1), yaitu:

$$\rho_p = \frac{m_k}{m_k - m_b} \times \rho_{\text{aquades}} \tag{1}$$

dengan keterangan:

- $\rho_p$  = bulk densitas pelet (g/cm<sup>3</sup>)
- $m_k$  = massa kering pelet (g)
- $m_b$  = massa basah pelet (g)
- $\rho_{\text{aquades}}$  = massa jenis aquades (g/cm<sup>3</sup>)

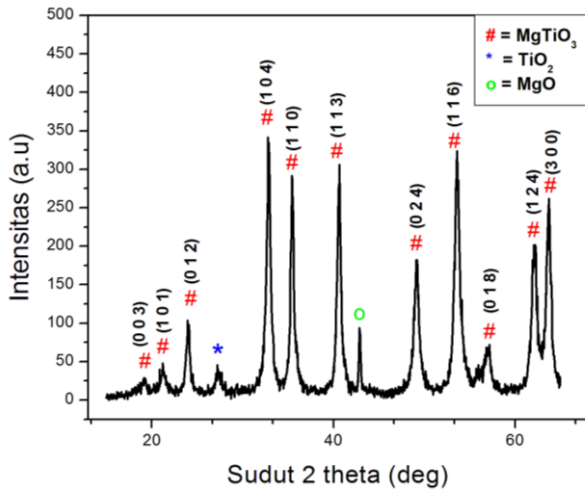
**Teknik Pengolahan Data**

Pengolahan/analisis data hasil uji XRD di atas dilakukan baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis secara kualitatif dilakukan menggunakan *software Match!* yang dimaksudkan untuk mengetahui fasa-fasa kristalin apa saja yang teridentifikasi di dalam sampel uji. Sedangkan analisis secara kuantitatif dilakukan menggunakan metode *Rietveld* dengan *software Rietica* untuk mengetahui komposisi dari masing-masing fasa kristalin yang telah teridentifikasi tersebut. Pengolahan data hasil uji FESEM dilakukan menggunakan *software ImageJ* guna mengukur diameter butir.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

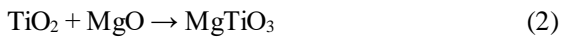
**1. Analisis struktur serbuk kristalin MZT01 Kualitatif (Identifikasi Fasa)**

Hasil identifikasi fasa dari pola XRD serbuk kristalin MZT01 hasil kalsinasi pada suhu 550 °C dengan waktu tahan 2 jam ditunjukkan pada Gambar 3.



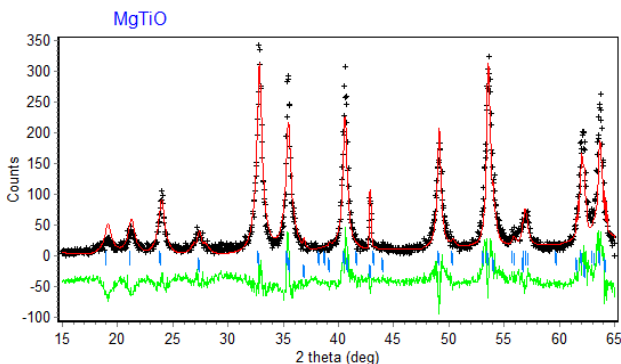
**Gambar 3.** Pola XRD serbuk MZT01 hasil kalsinasi pada suhu 550 °C selama 2 jam. (# = MgTiO<sub>3</sub>,\* = TiO<sub>2</sub> rutile dan o = MgO).

Hasil analisis kualitatif terhadap puncak-puncak difraksi pada Gambar 3 tersebut menunjukkan bahwa serbuk MZT01 mengandung 3 fasa kristalin, yaitu MgTiO<sub>3</sub> (PDF06-0494) sebagai fasa utama dan TiO<sub>2</sub> rutil (PDF 21-1276) serta MgO (PDF 45-0946) keduanya sebagai fasa impuritas. Kemunculan fasa impuritas tersebut adalah karena pada suhu kalsinasi 550 °C, fasa MgTiO<sub>3</sub> belum terbentuk sempurna karena reaksi pembentukan MgTiO<sub>3</sub> tersebut adalah sebagai berikut (Lestari *et al.*, 2012):



#### Kuantitatif (Komposisi Fasa)

Hasil penghalusan (*refinement*) pola XRD serbuk MZT01 pada Gambar 4 tersebut menggunakan metode *Rietveld* ditunjukkan pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Hasil *refinement* Rietveld terhadap pola XRD pada Gambar 3 dengan perangkat lunak *Rietica*. GoF = 0.36 %; R<sub>p</sub> = 22.89 %; R<sub>wp</sub> = 29.55 %; R<sub>exp</sub> = 15.46 %.

Pada Gambar 4, simbol “+” menunjukkan pola difraksi teukur (eksperimen), sedangkan garis merah merupakan pola difraksi terhitung (model), garis hijau menunjukkan selisih tinggi intensitas antara pola difraksi teukur dan

pola difraksi terhitung. Garis-garis tegak kecil berwarna biru di bawah pola menunjukkan posisi puncak-puncak *Bragg* milik semua fasa yang teridentifikasi. Hasil *output refinement* pada Gambar 4 ditunjukkan pada Tabel 1.

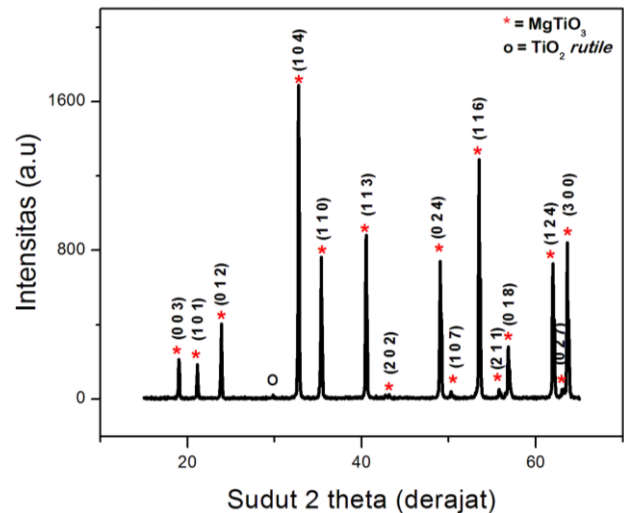
**Tabel 1.** Hasil *output refinement* metode *Rietveld* dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica* untuk serbuk MZT01 yang dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 2 jam.

Parameter		Fasa yang teridentifikasi pada sampel		
		MgTiO <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	MgO
Parameter kisi (Å)	a=b	5,057 ± 0,002	4,584 ± 0,002	-
	c	13,913 ± 0,006	3,008 ± 0,001	-
	a=b=c	-	-	4,209 ± 0,002
Volume sel satuan (Å <sup>3</sup> )		308,21 ± 0,23	63,22 ± 0,04	74,58 ± 0,07
Molar (%)		93,10 ± 1,96	0,25 ± 0,01	6,65 ± 0,91

Seperti terlihat pada Tabel 1, fasa MgTiO<sub>3</sub> menjadi fasa utama di dalam serbuk MZT01 (93,10±1,96 % molar), diikuti dengan fasa impuritas MgO (6,65±0,91) dan TiO<sub>2</sub> rutil (0,25±0,01)

#### 2. Analisis Struktur Keramik MZT01+2%wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Kualitatif (Identifikasi Fasa)

Hasil identifikasi fasa kristalin pada pola XRD keramik MZT01+2 % wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil dikompaksi pada 15 MPa dan disinter pada suhu 1100 °C selama 4 jam ditunjukkan pada Gambar 5.



**Gambar 5.** Pola XRD keramik MZT01+2%wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil dikompaksi pada tekanan 15 MPa, suhu sinter 1100 °C selama 4 jam. (\* = MgTiO<sub>3</sub> dan o = TiO<sub>2</sub>).

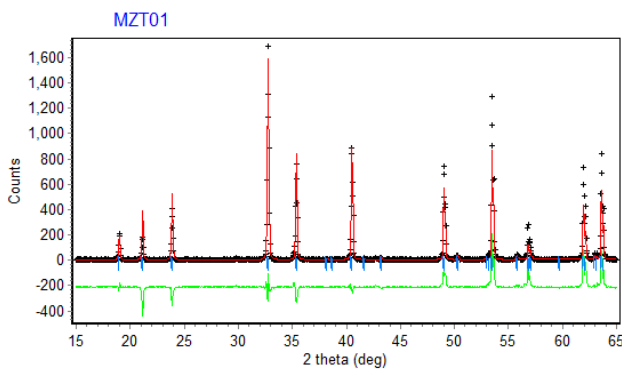
Hasil analisis kualitatif terhadap puncak-puncak difraksi pada Gambar 5 menunjukkan bahwa keramik MZT01+2 % wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tersebut terdiri dari MgTiO<sub>3</sub> sebagai fasa utama disertai TiO<sub>2</sub> rutil sebagai fasa impuritas. Fakta tidak adanya fasa kristalin lain selain kedua fasa MgTiO<sub>3</sub> dan TiO<sub>2</sub> rutil pada Gambar 5 tersebut, menunjukkan bahwa 2 wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang telah



ditambahkan ke dalam sistem serbuk MZT01 tidak menyebabkan munculnya fasa baru sehingga tidak merubah struktur MgTiO<sub>3</sub>. Hal tersebut mengindikasikan bahwa selama proses sinter berlangsung, bahan Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seluruhnya memang telah berubah menjadi fasa cair (*amorf*) dan masuk ke dalam pori-pori yang ada diantara butir-butir MgTiO<sub>3</sub> dan memadatkannya. Hasil uji mikrostruktur dan densitas *bulk* dari keramik ini (dengan tekanan 15 MPa), beserta kedua keramik lainnya (tekanan 10 dan 20 MPa) diberikan pada Gambar 7-11.

**Kuantitatif (Komposisi fasa)**

Hasil *refinement Rietveld* terhadap pola XRD keramik MZT01+2%wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada Gambar 5 tersebut ditunjukkan pada Gambar 6 dan hasil *output refinement* pola tersebut ditunjukkan pada Tabel 2.



**Gambar 6.** Pola hasil *refinement* keramik pada Gambar 5. GoF = 0.530 %; R<sub>p</sub> = 28.87 %; R<sub>wp</sub> = 37.15 %; R<sub>exp</sub> = 16.13 %.

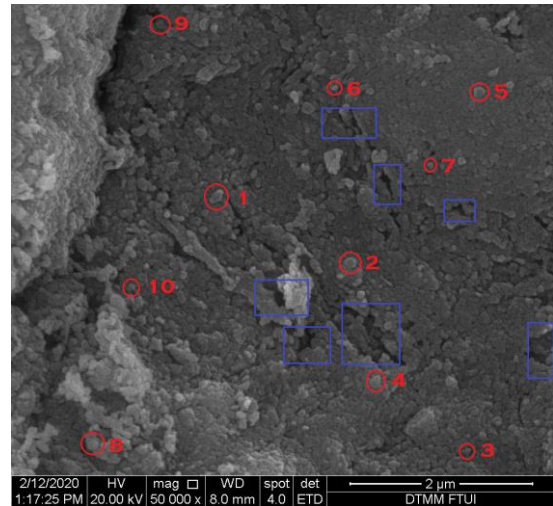
**Tabel 2.** *Output refinement* pola XRD keramik MZT01+2 %wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Parameter	Fasa Yang Teridentifikasi		
	MgTiO <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	
Parameter kisi (Å)	a=b	5,05682 ± 0,00007	4,53772 ± 0,00037
	c	13,91462 ± 0,00023	2,92837 ± 0,00297
Volume sel satuan (Å <sup>3</sup> )		308,133 ± 0,075	58,262 ± 0,982
Molar (%)		99,56 ± 1,58	0,44 ± 0,14

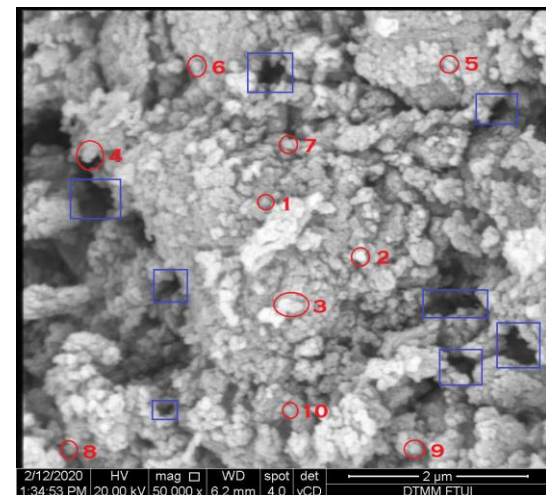
Seperti terlihat pada Tabel 2, kandungan fasa MgTiO<sub>3</sub> di dalam keramik MZT01+2 % wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang dikompaksi pada 15 MPa tersebut sangat tinggi (hampir tunggal), yaitu (99,56±1,58) % molar, sisanya TiO<sub>2</sub> rutil. Perolehan ini jauh lebih tinggi dari hasil Ermawati et al., (2016).

**3. Analisis Mikrostruktur keramik**

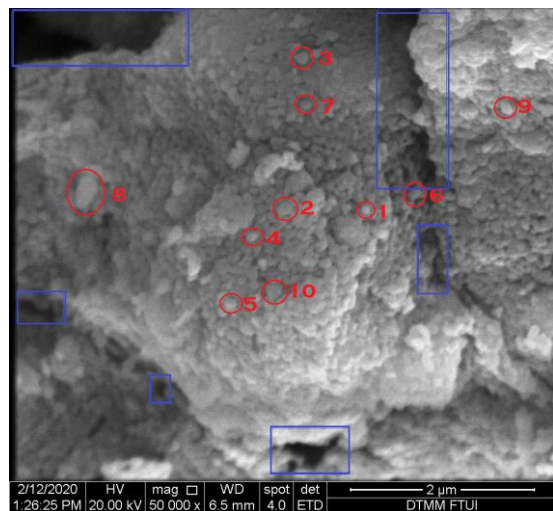
Data mikrostruktur keramik MZT01+2 % wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan variasi kompaksi 10, 15 dan 20 MPa ditunjukkan pada Gambar 7, 8 dan 9 dimana diameter butir-butir (di dalam lingkaran berwarna merah) diukur menggunakan *software ImageJ*.



**Gambar 7.** Hasil uji FESEM keramik MZT01+2 % wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan tekanan kompaksi 10 MPa.

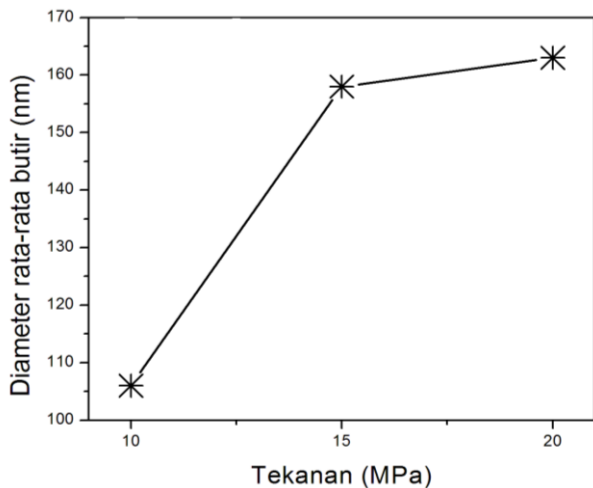


**Gambar 8.** Hasil uji FESEM keramik MZT01+2 % wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan tekanan 15 MPa.



**Gambar 9.** Hasil uji FESEM keramik MZT01+2 % wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan tekanan 20 MPa.

Hasil pengukuran diameter rata-rata butir pada Gambar 7-9 tersebut selanjutnya diplot pada Gambar 10.

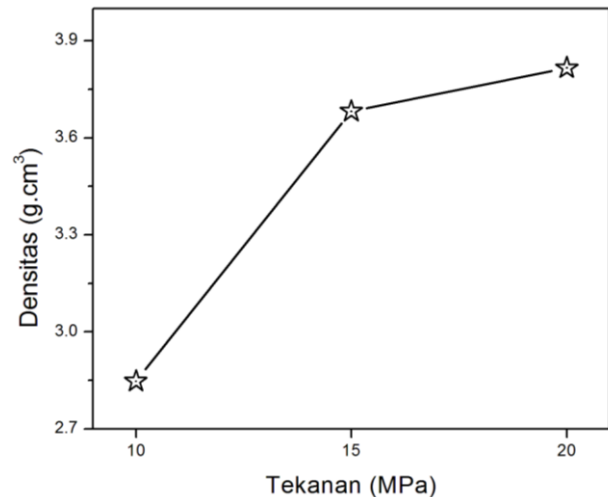


**Gambar 10.** Diameter rata-rata ukuran butir keramik MZT01+2 %wt  $Bi_2O_3$  dengan variasi tekanan kompaksi 10, 15 dan 20 MPa yang diplot berdasarkan data hasil pengukuran pada Gambar 7-9 menggunakan *software ImageJ*.

Berdasarkan data uji mikrostruktur pada Gambar 7-9 tersebut, didapati *crack* sehingga masing-masing bagian permukaan uji terpisah dan membentuk gumpalan. *Crack* pada ketiga sampel uji tersebut ditunjukkan oleh simbol “□” berwarna biru. Penyebab terjadinya *crack* tersebut masih belum dapat dijelaskan secara pasti, namun yang jelas, *crack* tersebut terjadi akibat proses kompaksi pelet MZT01+2 %wt  $Bi_2O_3$  yang berdiameter 10 mm dan masing-masing pelet tersebut diberi tekanan sebesar 10, 15 dan 20 MPa dan kemudian disinter pada suhu 1100 °C selama 4 jam. Secara teori (Carter *et al.*, 2013), dikatakan bahwa *crack* pada keramik terjadi apabila tekanan kompaksi yang diberikan besar sehingga mengakibatkan *ejection force* yang dihasilkan juga besar. Untuk kasus keramik MZT01+2 %wt  $Bi_2O_3$  10 MPa pada Gambar 7 di atas, mikrostruktur terlihat sangat rapat terdiri dari butir-butir dengan diameter rata-rata 105 nm dan *crack* kecil di beberapa lokasi, meski juga terlihat sebuah *crack* lainnya yang cukup signifikan pada sisi kiri atas gambar. Apabila keberadaan *crack* tsb dibandingkan dengan *crack* pada kedua keramik lainnya pada Gambar 8-9 (tekanan kompaksi 15 dan 20 MPa), ternyata *crack* keduanya terlihat sangat jelas sehingga permukaannya terlihat lebih menggumpal dengan butiran berdiameter rata-rata 156 nm (15 MPa) dan 168 nm (20 MPa). Berdasarkan ketiga hasil uji mikrostruktur di atas, dimungkinkan bahwa kombinasi antara ukuran diameter pelet, variasi tekanan kompaksi serta suhu inter yang telah diberikan pada ketiga keramik uji tersebut belum tepat karena terbukti ketiga kombinasi tersebut masih menyebabkan terjadinya *crack* pada permukaan keramik uji. Namun demikian, ukuran butir yang diperoleh semuanya masih dalam orde nano.

## 2. Analisis Densitas Keramik

Gambar 11 memberikan hasil pengukuran nilai densitas *bulk* dengan metode *Archimedes* pada ketiga keramik MZT01+2 %wt  $Bi_2O_3$  dengan variasi kompaksi 10, 15 dan 20MP, suhu sinter 1100 °C selama 4 jam.



**Gambar 11.** Hasil uji densitas *bulk* keramik MZT01+2 %wt  $Bi_2O_3$  dengan variasi kompaksi 10, 15 dan 20 MPa, suhu sinter 1100 °C selama 4 jam menggunakan metode *Archimedes*.

Berdasarkan hasil pada Gambar 11 didapatkan harga densitas *bulk* 2,8; 3,6 dan 3,8  $g/cm^3$  masing-masing untuk tekanan 10, 15 dan 20 MPa. Apabila ketiga nilai densitas *bulk* tersebut dibandingkan dengan hasil yang dilaporkan oleh Xue *et al.*, (2013), ternyata densitas keramik MZT01+2 %wt  $Bi_2O_3$  pada tekanan 20 MPa tersebut sama seperti densitas *bulk* dari Xue *et al.*, (2013), yaitu 3,8  $g/cm^3$  pada tekanan kompaksi 100 MPa dengan diameter pelet 35 mm. Atas dasar perbandingan ini, maka penyebab timbulnya *crack* pada Gambar 7-9 tersebut belum dapat diketahui secara pasti. Satu-satunya kemungkinan yang dapat dikemukakan oleh Penulis adalah bahwa kombinasi antara ukuran diameter pelet (10 mm), variasi tekanan kompaksi (10, 15 dan 20 MPa), serta suhu sinter yang telah diberikan pada ketiga keramik uji pada penelitian ini (1100 °C selama 4 jam) mungkin masih dianggap belum tepat

## PENUTUP Simpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini, penambahan 2 %wt  $Bi_2O_3$  pada proses fabrikasi keramik MZT01 ternyata tidak mempengaruhi struktur keramik, dimana fasa yang diharapkan, yaitu  $MgTiO_3$  justru terbentuk hampir tunggal. Ketiga variasi tekanan kompaksi mempengaruhi mikrostruktur keramik yang dihasilkan. Semakin besar tekanan kompaksi menyebabkan *crack* dalam keramik semakin signifikan sehingga permukaan keramik tampak lebih menggumpal. Peningkatan tekanan kompaksi juga menyebabkan

bertambahnya ukuran diameter rata-rata butir. Variasi tekanan kompaksi juga menyebabkan densitas *bulk* keramik meningkat.

#### Saran

Perlu dilakukan pengujian keramik MZT01+2 % wt Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terhadap variasi tekanan kompaksi serta suhu sinter yang lain agar dapat diketahui perbandingan hasil mikrostruktur yang terbentuk dan diharapkan tidak terdapat *crack* dan gumpalan di dalam sampel uji.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Anugraha, V. G., & Widyastuti. (2014). Pengaruh Komposisi Sn dan Variasi Tekanan Kompaksi terhadap Densitas dan Kekerasan Komposit Cu-Sn untuk Aplikasi Proyektil Peluru Frangible dengan Metode Metalurgi Serbuk. *Jurnal Teknik POMITS Vol 3(1)*, ISSN: 2337-3539
- Bhuyan, R. K., Kumar, T. S., & Pamu D. (2017). Liquid Phase of Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additive on densification, microstructure and Microwave Dielectric Properties of Mg<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> Ceramics. *Ferroelectrics*. 516:1, 173-184. Doi: 1080/00150193.2017.1362226.
- Carter, C. B., & Norton, M.G. (2013). Ceramic Materials: Science and Engineering Second Edition. *Springer Science and Business Media New York*. Bab 15 Hal 277. ISBN: 978-1-4614-3523-5
- Ermawati, F. U., Suasmoro, S., Pratapa, S. (2015). A simple dissolved metals mixing route to prepare nanostructured Mg<sub>0,8</sub>Zn<sub>0,2</sub>TiO<sub>3</sub> solid solution. *Advanced Materials Research*, **1112**, 47-52.
- Ermawati, F. U., Pratapa, S., Suasmoro, S., Hübert, T., & Banach, U. (2016). Preparation and structural study of Mg<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>TiO<sub>3</sub> ceramics and their dielectric properties from 1 Hz to 7.7 GHz. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 27(7), 6637-6645. <https://doi.org/10.1007/s10854-016-4610-6>
- Ermawati, F. U. (2017). Fisika Bahan Keramik. Surabaya: Unipress Surabaya.
- Ermawati, F. U., & Suasmoro, S. (2018). Dilatometric shrinkage study on magnesium titanate-based ceramic systems. *Journal of Physics: Conference Series*, 997(1) <https://doi.org/10.1088/1742-6596/997/1/012005>
- Geman, R. M., P. Suri & S.J Park (2009). Review : Liquid Phase sintering. *Journal of Materials Science*. 44 (1) 1-39.
- Hemana, G. N., & Widyastuti, (2012). Pengaruh Komposisi Cu dan Variasi Tekanan Kompaksi Terhadap Densitas dan Kekerasan pada Komposit W-Cu untuk Proyektil Peluru dengan Proses Metalurgi Serbuk. *Jurnal Teknik POMITS Vol 3(1)*, ISSN: 2337-3539
- Hsieh, M. L., Chen, L. S., Wang, S. M., Sun, C. H., Weng, M. H., Houng, M. P., & Fu, S. L. (2005). Low-temperature sintering of microwave dielectrics (Zn,Mg)TiO<sub>3</sub>. *Japanese Journal of Applied Physics, Part 1: Regular Papers and Short Notes and Review Papers*, 44(7A), 5045-5048. <https://doi.org/10.1143/JJAP.44.5045>
- Lestari, R & Pratapa, S. (2012). Sintesis Magnesium Titanat (MgTiO<sub>3</sub>) Dengan Metode Pencampuran Larutan Dari Serbuk Magnesium Titanium Terlarut Dalam HCl. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, **1**(1), ISSN: 2301-928X.
- Pratapa, S & Angela, R. (2012). Sintesis MgTiO<sub>3</sub> dengan variasi temperature kalsinasi menggunakan metode pencampuran larutan. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, **1**(1), ISSN: 2301-928X.
- Samyukta, V. S., Kumar, A. G. S., Rao., T. P. (2016). *Advanced Materials and Research*. Vol. 1112, pp. 47-52. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1112.47
- Wang, H., Yang, Q., Li, D., Huang, L., Zhao, S., & Xu, S. (2012). Sintering Behavior and Microwave Dielectric Properties of MgTiO<sub>3</sub> Ceramics Doped with B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by Sol-Gel Method. *Journal of Materials Science and Technology*, **28**(8), 751-755
- Wu, Shunhua, Wei, Xuesong, Wang, Xiaoyong, Yang, Hongxing, and Shunqi Gao. (2010). Effect Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additive on the microstructure and dielectric properties of BaTiO<sub>3</sub>-based ceramics sintered. *Journal of Materials Science and Technology*, **26**(5), 472-476.
- Xue, X., Yu, T., Xu. G. (2013). Phase composition and microwave dielectric properties of Mg-excess MgTiO<sub>3</sub> ceramics. *Journal of Materials in Electronics*. Vol.24, pp. 1287-1291. doi: 10.1007/s10854-012-0921-4.s.
- Zhang, Shuren, Tang, Bin, Zhou, Xiaohua, Deng, Chao, and Shengquan Yu. (2010). Preparation of pure MgTiO<sub>3</sub> powders and the effect of the ZnNb<sub>2</sub>O<sub>6</sub>-dope onto the property of MgTiO<sub>3</sub>-based ceramics. *Journal Alloy and Compounds*, **492**, 461.