

FENOMENA DISTORSI KISI PADA KERAMIK TiO₂ RUTIL BERDASARKAN UJI XRD DAN PERSAMAAN DEBYE SCHERRER

¹Nida Alifah, ²Frida Ulfah Ermawati

¹Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, Email: nidaalifah.21009@mhs.unesa.ac.id

²Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, Email: frida.ermawati@unesa.ac.id

Abstrak

Titanium Dioksida (TiO₂) rutil merupakan material keramik dielektrik yang berpotensi diaplikasikan pada berbagai perangkat *microwave* seperti resonator dielektrik, kapasitor, filter, dan antenna. Dalam makalah ini, bubuk TiO₂ rutil disintesis menggunakan metode sederhana (pelarutan serbuk logam titanium dengan HCl), dikasinasi pada suhu 800 °C selama 4 jam hingga menjadi serbuk kristalin. Serbuk kristalin difabrikasi menjadi keramik TiO₂ berdiameter 8 mm, disinter pada 1000 °C selama 4, 6, dan 8 jam. Uji XRD dilakukan guna mengetahui struktur keramik TiO₂ berupa parameter kisi, mikrostrain (distorsi kisi), dan ukuran kristalit. Metode sintesis sederhana tersebut ternyata mampu menghasilkan fasa tunggal rutil. Variasi waktu tahan sinter mempengaruhi parameter kisi keramik, yaitu menjadi lebih besar dari parameter kisi pada kartu PDF No. 21-1276; dengan kata lain variasi waktu tahan sinter menyebabkan distorsi kisi. Menariknya, fenomena distorsi tersebut semakin kecil seiring dengan meningkatnya waktu tahan sinter. Penurunan distorsi kisi ini disebabkan karena adanya relaksasi regangan elastis. Selain itu, penyusutan distorsi kisi juga didukung oleh data mikrostrain dan ukuran kristalit (Debye Scherrer). Mikrostrain turun dari 2,53 (4 jam) menjadi 2,52 (6 jam) dan 2,48 (8 jam), sedangkan ukuran kristalit naik dari 35,794 nm (4 jam) menjadi 35,983 nm (6 jam) hingga 36,754 nm (8 jam).

Kata Kunci: keramik dielektrik TiO₂ rutil; distorsi kisi; Debye Scherrer; mikrostrain; ukuran kristalit

Abstract

Rutile Titanium Dioxide (TiO₂) is a dielectric ceramic material with potential in various microwave devices such as dielectric resonators, capacitors, filters, and antennas. In this paper, rutile TiO₂ powder was synthesized using a simple method involving the dissolution of titanium metal powder in HCl, followed by calcination at 800 °C for 4 hours to obtain a crystalline powder. The crystalline powder was then fabricated into TiO₂ ceramics with a diameter of 8 mm, followed by sintering at 1000 °C for 4, 6, and 8 hours. X-ray Diffraction (XRD) analysis was conducted to investigate the structure of the TiO₂ ceramics in terms of lattice parameters, microstrain (lattice distortion), and crystallite size. This simple synthesis method successfully produced a single rutile phase. Variations in sintering holding time affected the lattice parameters of the ceramics, which became larger than those reported in PDF Card No. 21-1276, indicating the presence of lattice distortion. Interestingly, the degree of lattice distortion decreased with increasing sintering holding time. This reduction in lattice distortion is attributed to elastic strain relaxation. Furthermore, the decrease in lattice distortion is supported by microstrain and crystallite size data obtained using the Debye-Scherrer method. The microstrain decreases from 2.53 (4 h) to 2.52 (6 h) and 2.48 (8 h), while crystallite size increased from 35.794 nm (4 h) to 35.983 nm (6 h) and finally to 36.754 nm (8 h).

Keywords: TiO₂ rutile dielectric ceramic; lattice distortion; Debye Scherrer; microstrain; crystallite size

I. PENDAHULUAN

Titanium dioksida (TiO_2) rutil merupakan material keramik dielektrik yang berpotensi diaplikasikan berbagai perangkat gelombang mikro seperti resonator dielektrik, kapasitor, filter, dan antenna [1]. TiO_2 rutil sendiri memiliki struktur tetragonal dengan *space group* $P4_2/mnm$, parameter kisi $a=b \neq c$, dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ [2][3][4]. Sejauh ini metode sintesis keramik TiO_2 yang telah dilaporkan oleh [1] adalah metode *cold sintering assisted two step sintering process* (CSP-TS). Metode CSP-TS ini mampu menghasilkan keramik TiO_2 fase tunggal rutil serta menunjukkan sifat dielektrik gelombang mikro yang sangat baik [1]. Namun, metode tersebut masih terbilang sangat rumit dan membutuhkan waktu 24 jam untuk mengeringkan serbuk awal [1].

Seiring dengan perkembangan teknologi sains dan material, metode pembuatan keramik yang sederhana dengan biaya terjangkau telah menarik banyak peminat untuk dipelajari [5]. Pemilihan metode sintesis sangat penting dilakukan untuk mendapatkan material keramik sesuai dengan sifat yang dibutuhkan dan aplikasi yang dituju [6]. Sejauh ini metode sintesis sederhana yang telah banyak digunakan untuk menghasilkan material keramik dielektrik adalah metode pelarutan serbuk logam dengan HCl [7][8][9][10][11][12][13]. Pada prinsipnya, metode ini melibatkan pelarutan bahan awal dengan pelarut asam kuat (HCl), pencampuran, pemanasan, dan kalsinasi hingga didapatkan serbuk kristalin [11].

Referensi [7] melaporkan sintesis $\text{Mg}(\text{Ti}_{1-x}\text{Sn}_x)\text{O}_3$ untuk $x=0,00-0,04$ (disebut MTS0-MTS04) menggunakan metode pelarutan bubuk logam memperoleh fasa MgTiO_3 dan TiO_2 rutil setelah proses kalsinasi pada 800°C . Dengan metode sintesis yang sama, [8] melaporkan pembuatan serbuk keramik berbasis ZnTiO_3 pada suhu $440-900^\circ\text{C}$ menghasilkan fasa TiO_2 rutil, ZnTiO_3 , dan Zn_2TiO_4 . Selain itu, fasa TiO_2 rutil juga teridentifikasi dalam pembuatan serbuk keramik $(\text{Mg}_{0,9}\text{Zn}_{0,1})\text{TiO}_3$, ZnTiO_3 , dan FeTiO_3 ketika dikalsinasi pada suhu ruang (RT)– 600°C ($(\text{Mg}_{0,9}\text{Zn}_{0,1})\text{TiO}_3$ dan FeTiO_3) serta suhu $440-900^\circ\text{C}$ (ZnTiO_3) sebagaimana dilaporkan oleh [9]. Sementara, [10] melaporkan penambahan ion Zn^{2+} dan Sn^{4+} sebagai dopan dalam keramik $(\text{Mg}_{0,6}\text{Zn}_{0,4})(\text{Ti}_{0,99}\text{Sn}_{0,01})\text{O}_3$ (disingkat MZTS) membentuk fasa utama MgTiO_3 serta fasa sekunder TiO_2 rutil pada suhu kalsinasi $550-700^\circ\text{C}$. Fasa TiO_2 rutil juga teridentifikasi dalam serbuk keramik FeTiO_3 sebagaimana dilaporkan oleh [11] pada suhu kalsinasi yang sama dengan [9]. Adapun [12] melaporkan pembuatan keramik $(\text{Mg}_{0,6}\text{Zn}_{0,4})\text{TiO}_3$ (MZT04) melalui metode sintesis yang sama, disinter pada 1300°C dengan waktu tahan berbeda (6, 8, dan 10 jam) membentuk fasa MgTiO_3 , TiO_2 rutil, dan MgO . Melalui teknik sintesis, suhu sinter, dan waktu tahan yang sama dengan [12], [13] melaporkan bahwa fasa TiO_2 rutil teridentifikasi pada keramik $(\text{Mg}_{0,5}\text{Zn}_{0,5})\text{TiO}_3$ (MZT05). Berdasarkan hasil penelitian [7]-[13], metode sintesis pelarutan serbuk logam dengan HCl ternyata mampu menghasilkan fasa TiO_2 rutil, meskipun bukan sebagai fasa utama. Referensi [14] menyatakan bahwa kehadiran TiO_2 rutil sebagai fasa sekunder tidak selalu memberikan dampak buruk bagi suatu material keramik.

Struktur kristal dalam material keramik didefinisikan sebagai susunan periodik atom yang menempati titik kisi dalam ruang tiga dimensi secara teratur dan berulang [15][16]. Susunan periodik ini dibangun oleh sel satuan yang merupakan bagian terkecil dalam struktur kristal [16][17]. Secara geometris, ukuran dan bentuk sel satuan digambarkan melalui parameter kisi berupa panjang sumbu (a , b , dan c) serta sudut antar sumbu (α , β , dan γ) [16][18]. Selama proses sinter berlangsung, parameter kisi dapat mengalami perubahan akibat energi termal yang diberikan pada material keramik [19]. Hal ini menyebabkan atom-atom bervibrasi relatif terhadap posisi setimbangnya dan berakibat terjadinya reorientasi atom-atom [19]. Proses tersebut mengakibatkan terjadinya penyimpangan jarak antar atom dari posisi idealnya sehingga nilai parameter kisi juga berubah [19]. Peristiwa penyimpangan ini dikenal sebagai distorsi kisi, yaitu fenomena terjadinya ketidakaturan dalam struktur kristal akibat gangguan pada posisi atau jarak antar atom dari keadaan setimbangnya [20].

Selain itu, fenomena distorsi kisi tidak hanya berpotensi menyebabkan perubahan pada parameter kisi, tetapi juga mengindikasikan adanya regangan internal dalam kisi kristal (mikrostrain) [21]. Hal ini tentunya

berdampak pada ukuran kristalit [21]. Ukuran kristalit dan mikrostrain dapat diamati melalui pelebaran puncak difraksi pada pola XRD dan dihitung menggunakan Persamaan Debye-Scherrer [11][22]:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan \theta} \quad (2)$$

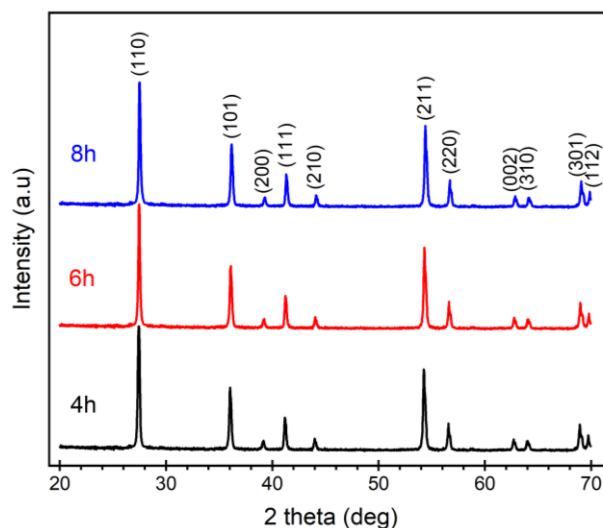
dengan D =ukuran kristalit, k = konstanta kristalit (0,94), λ = panjang gelombang X-ray (0,154 nanometer), β = FWHM (rad), ε = mikrostrain, dan θ = sudut Bragg (°). Dengan demikian, makalah ini dimaksudkan untuk melaporkan fenomena distorsi kisi yang terjadi pada keramik TiO₂ fasa tunggal rutil yang diperoleh dari hasil sinter pada 1000 °C selama 4, 6, dan 8 jam dan dikaitkan dengan parameter kisi, mikrostrain, serta ukuran kristalit.

II. METODE

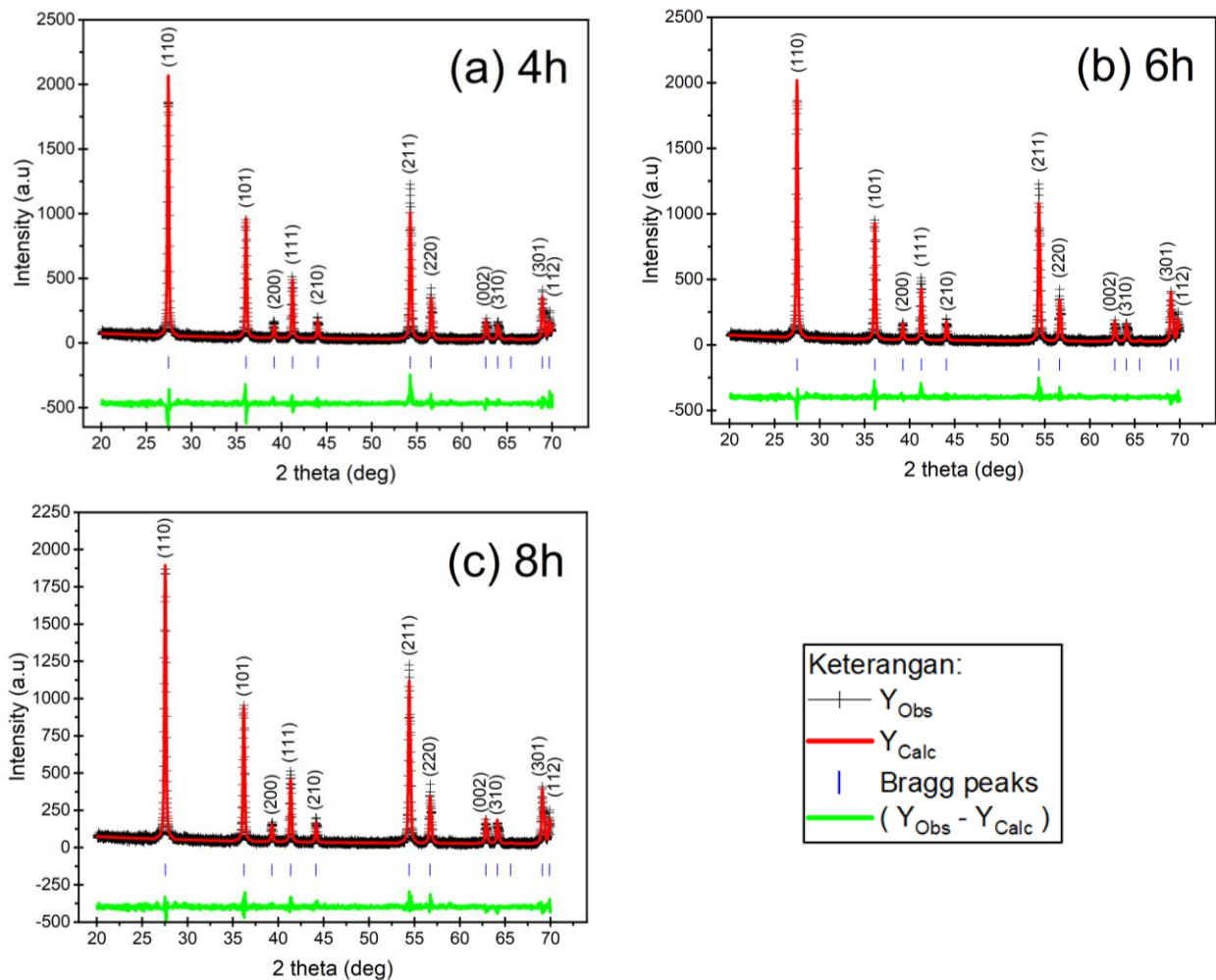
Sintesis serbuk TiO₂ dilakukan menggunakan metode sederhana, yaitu pelarutan serbuk logam Ti dengan HCl menggunakan *hotplate stirrer* serta dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 4 jam menjadi bubuk kristalin. Serbuk kristalin dikompaksi menggunakan *hydraulic-hand-press* dan *cylindrical-die-press* berdiameter 8 mm membentuk pelet. Pelet disinter pada suhu 1000 °C selama 4, 6, dan 8 jam dan diperoleh keramik TiO₂ rutil. Karakterisasi struktur keramik TiO₂ dilakukan menggunakan difraktometer sinar-X (XRD) tipe *PANalytical X'Pert Pro* dengan radiasi Cu-K α (λ = 1,54056 Å) pada rentang sudut difraksi 20-70° dan ukuran langkah detektor 0,02 °/menit. Kemudian, pola XRD tersebut dianalisis secara kuantitatif melalui metode penghalusan (*refinement*) Rietveld menggunakan *software* Rietica. Luaran *refinement* menampilkan data berupa fasa teridentifikasi, *Figure of Merit* (FoM), %berat, parameter kisi, dan volume sel satuan. Mikrostrain dan ukuran kristal juga dihitung melalui **Persamaan (1)** dan **(2)**.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 1 menyajikan pola XRD keramik TiO₂ rutil. Sementara, hasil *refinement* Rietveld dari **Gambar 1** menggunakan *software* Rietica ditunjukkan pada **Gambar 2**. Adapun **Tabel 1** menyajikan rangkuman data luaran *refinement* berupa nilai *Figure of Merit* (FoM), fasa teridentifikasi, %berat, parameter kisi, dan volume sel satuan. Selain itu, **Tabel 1** juga mendata nilai mikrostrain (ε) dan ukuran kristalit (D) yang diperoleh dari Persamaan Debye Scherrer.



Gambar 1. Pola XRD fasa tunggal keramik TiO₂ rutil yang telah disinter pada suhu 1000 °C selama 4, 6, dan 8 jam



Gambar 2. Hasil *refinement Rietveld* pola XRD keramik TiO_2 dari **Gambar 1** menggunakan *software Rietica*

Tabel 1 Data luaran penyempurnaan pola difraksi sinar-X keramik TiO_2 rutil dari ketiga variasi waktu tahan sinter (4, 6, dan 8 jam)

Waktu Tahan Sinter (jam)	FoM	Fasa	%Berat	Parameter Kisi ($\pm 0,000$) $\times 10^{-1} \text{ nm}$	Volume Sel Satuan ($\times 10^{-2} \text{ nm}^3$) $\pm 0,000$	ε ($\pm 0,001$) (Pers. 2)	D (nm) $\pm 0,001$ (Pers. 1)
4	R_p	TiO_2 rutil	100	$a=b$	62,769	2,53	35,794
	R_{wp}						
	R_B			c			
	R_{exp}						
	χ^2						
6	R_p			$a=b$	62,619	2,52	35,983
	R_{wp}						
	R_B			c			
	R_{exp}						
	χ^2						
8	R_p			$a=b$	62,478	2,48	36,754
	R_{wp}						
	R_B			c			
	R_{exp}						
	χ^2						

Berdasarkan **Gambar 1**, puncak-puncak intensitas pola XRD milik keramik TiO_2 teridentifikasi sebagai fasa tunggal TiO_2 rutil (%berat = 100) yang sesuai dengan puncak-puncak intensitas difraksi milik kartu PDF TiO_2 rutil No. 21-1276. Sementara pada **Gambar 2**, tanda (+) berwarna hitam menunjukkan pola difraksi eksperimen (Y_{obs}) dan garis berwarna merah menunjukkan pola difraksi model (Y_{calc}). Pola difraksi model ini didapatkan dari kartu *Power Diffraction File* (PDF No. 21-1276) dan *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD No. 64987) dengan mengumpulkan data-data kristalografi, seperti jumlah atom, *space group*, parameter kisi, jumlah molekul per sel satuan (Z), atom-atom penyusun material uji, serta posisi atom-atom relatif terhadap sumbu kristal (x , y , dan z) ke dalam *software Rietica* [23]. Adapun garis berwarna biru menunjukkan puncak Bragg dan garis hijau menunjukkan perbedaan antara intensitas puncak eksperimen dengan model. Berdasarkan **Tabel 1**, data-data parameter kesesuaian (FoM) dari hasil proses *refinement* dapat disetujui karena telah memenuhi semua persyaratan yang telah ditentukan. Menurut referensi [24], proses *refinement* dinyatakan berhasil apabila nilai FoM berupa R_p , R_{wp} , R_{exp} di bawah 20%, R_B di bawah 10%, dan χ^2 di bawah 4%. Dengan demikian, data luaran tersebut dapat digunakan untuk analisis selanjutnya. Parameter kisi pada **Tabel 1** terlihat semakin turun seiring meningkatnya waktu tahan sinter. Selanjutnya, nilai volume sel satuan juga mengalami penurunan. **Tabel 2** membandingkan parameter kisi rutil hasil eksperimen dari **Tabel 1** dengan parameter kisi pada PDF No. 21-1276.

Tabel 2 Perbandingan parameter kisi keramik TiO_2 rutil secara teori (PDF No. 21-1276) dan pada penelitian ini yang menunjukkan terjadinya fenomena distorsi kisi. Ilustrasi distorsi tersebut diberikan pada **Gambar 3**

Parameter Kisi	(PDF No. 21-1276)	Penelitian ini ($\pm 0,000$) $\times 10^{-1}$ nm		
		4 jam	6 jam	8 jam
a=b	4,593	4,601	4,598	4,595
c	2,959	2,965	2,963	2,959

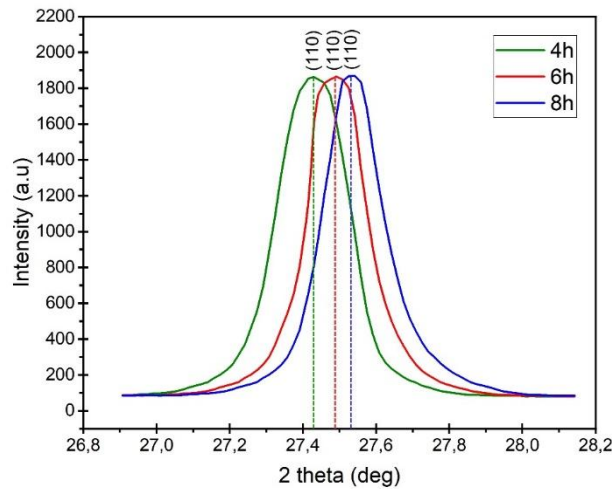
Ket: $\bullet$ Ti^{4+} $\bullet$ O^{2-} 1 unit sel TiO_2 Sumbu kristal Oktahedral TiO_6

Gambar 3 Ilustrasi distorsi kisi pada struktur kristal keramik TiO_2 berbentuk tetragonal ($a=b \neq c$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$): (a) PDF No. 21-1276, (b), (c), dan (d) pada penelitian ini, yaitu (b) 4 jam, (c) 6 jam, (d) 8 jam

Berdasarkan **Tabel 2**, ketika waktu tahan sinter 4 jam, nilai parameter kisi pada penelitian ini terlihat lebih besar daripada nilai pada PDF No. 21-1276; perubahan nilai yang dimaksud sebagai fenomena distorsi kisi (**Gambar 3**). Perbedaan nilai parameter kisi tersebut menunjukkan adanya regangan elastik lokal [25]. Regangan ini berasal dari ketidakseimbangan gaya ikatan Ti-O serta tegangan sisa akibat pemadatan dan penyusutan yang tidak seragam. Pada saat terjadi distorsi kisi, anion O mengalami pergeseran posisi terhadap pusat kation Ti sehingga oktahedral TiO_6 mengalami deformasi (pemanjangan ikatan Ti-O). Menariknya, nilai parameter kisi pada penelitian ini semakin menurun seiring bertambahnya waktu tahan sinter. Hal ini dapat terjadi karena adanya proses relaksasi regangan elastis, yaitu proses pelepasan energi potensial yang terdapat dalam kisi kristal. Proses tersebut mengakibatkan atom-atom bergerak kembali ke posisi lebih stabil sehingga

distorsi kisi berkurang. Namun dalam publikasi ini, parameter kisi *a* dan *b* pada penelitian ini (**Gambar 3b-d**) masih lebih besar dibandingkan dengan parameter kisi *a* dan *b* pada PDF No. 21-1276.

Fenomena distorsi di atas sejalan dengan data mikrostrain (lihat **Tabel 4** dan **Gambar 6 (a)**). Perubahan parameter kisi akibat distorsi juga dapat diamati melalui pergeseran puncak difraksi (110) keramik TiO₂ yang ditampilkan pada **Gambar 4**. Sementara, **Tabel 3** menyajikan data perubahan posisi 2θ dan jarak antar bidang kristal (d_{hkl}) puncak 110 pada pola XRD keramik TiO₂ rutil akibat divariasikannya waktu tahan sinter.



Gambar 4. Pergeseran puncak tertinggi $hkl_{(110)}$ dari pola XRD keramik TiO₂ rutil

Tabel 3 Posisi 2θ dan jarak antar bidang kristal puncak 110 keramik TiO₂ rutil

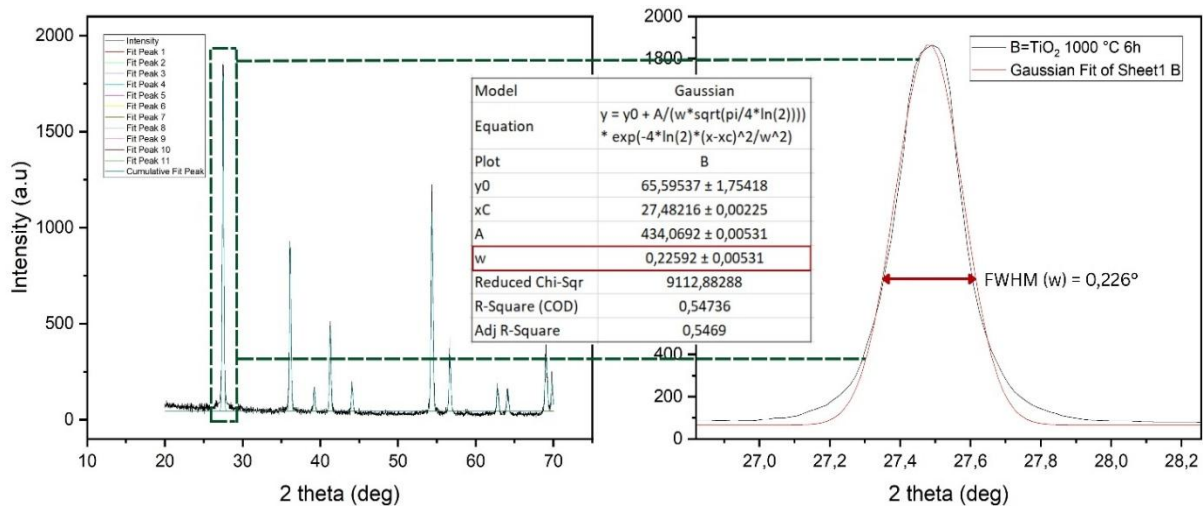
Waktu Tahan Sinter (jam)	2θ (°)	$d_{(110)}$ (Å)
4	27,427	3,246
6	27,482	3,245
8	27,532	3,243

Berdasarkan **Gambar 4**, posisi 2θ pada puncak (110) keramik TiO₂ rutil diketahui semakin bergeser ke kanan seiring bertambahnya waktu tahan sinter, yaitu dari 27,427° (4 jam) menjadi 27,482° (6 jam) dan 27,532° (8 jam). Pergeseran puncak tersebut berhubungan dengan teori Hukum Bragg yang menyatakan bahwa 2θ berbanding terbalik dengan jarak antar bidang kristal (d_{hkl}) [26]-[27]. Apabila d_{hkl} dihubungkan dengan parameter kisi untuk struktur kristal tetragonal, maka dapat dinyatakan dalam **Persamaan (3)** [28]-[29].

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (3)$$

Dimana d = jarak antar bidang kristal, hkl = indeks miller, serta a dan c = parameter kisi. Berdasarkan **Persamaan 3** dapat diketahui bahwa d_{hkl} sebanding dengan parameter kisi. Oleh karena itu, perubahan parameter kisi akibat divariasikannya waktu tahan sinter berdampak pada nilai d_{hkl} yang kemudian menyebabkan terjadinya pergeseran posisi 2θ . Pernyataan tersebut diperkuat oleh data pada **Tabel 3** yang menunjukkan bahwa nilai d_{hkl} semakin menurun seiring bertambahnya waktu tahan sinter. Artinya, semakin lama waktu tahan sinternya, maka jarak antar bidang kristal untuk orientasi yang sama semakin rapat.

Selain fenomena pergeseran puncak di atas, **Gambar 4** juga menunjukkan adanya fenomena pelebaran puncak difraksi dari **Gambar 1**. **Tabel 4** berikut ini merangkum data hasil *fitting* pola XRD untuk mengetahui nilai FWHM dari masing-masing hkl . Sedangkan, **Gambar 5** mendemonstrasikan bagaimana *fitting* kurva difraksi terhadap kurva Gaussian tersebut dilakukan menggunakan *software* Origin.



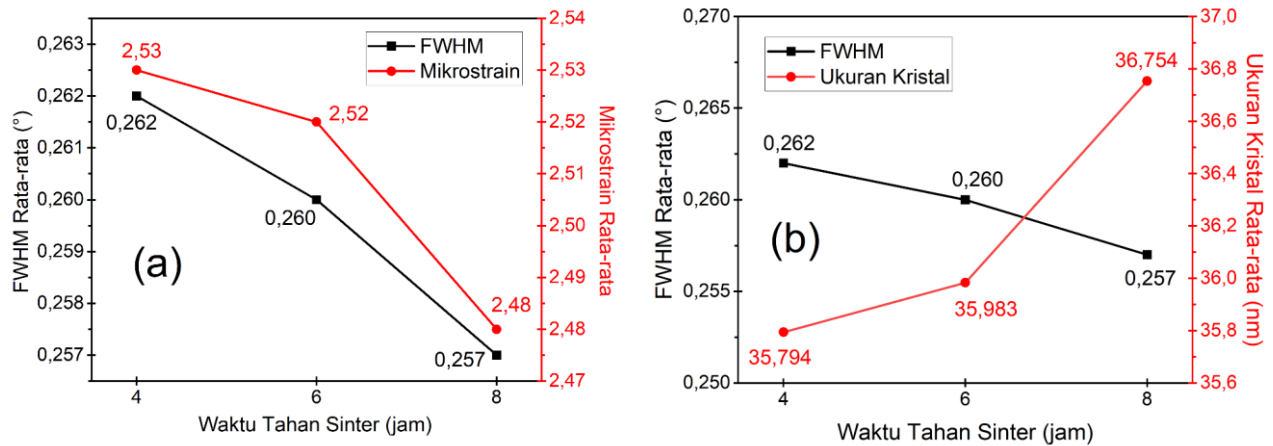
Gambar 5. Fitting puncak difraksi (110) milik keramik TiO₂ rutil pada **Gambar 1**

Tabel 4 Posisi 2 θ , FWHM, dan mikrostrain semua puncak difraksi keramik TiO₂ rutil pada **Gambar 1**

hkl	4h			6h			8h		
	2 θ (°)	FWHM, β (°)	ϵ	2 θ (°)	FWHM, β (°)	ϵ	2 θ (°)	FWHM, β (°)	ϵ
110	27,427	0,232	4,15	27,482	0,226	4,11	27,532	0,224	3,99
101	36,037	0,249	3,34	36,121	0,249	3,33	36,204	0,249	3,32
200	39,143	0,233	2,86	39,226	0,232	2,84	39,310	0,232	2,83
111	41,200	0,234	2,72	41,284	0,234	2,71	41,367	0,234	2,70
210	44,006	0,240	2,60	44,089	0,240	2,58	44,173	0,239	2,57
211	54,287	0,283	2,40	54,370	0,282	2,40	54,454	0,282	2,39
220	56,588	0,276	2,24	56,672	0,275	2,23	56,755	0,275	2,22
002	62,725	0,270	1,93	62,808	0,269	1,92	62,892	0,269	1,92
310	64,023	0,282	1,97	64,107	0,282	1,96	64,190	0,281	1,95
301	69,966	0,337	2,14	69,050	0,336	2,13	69,133	0,336	2,13
112	69,731	0,246	1,54	69,814	0,239	1,50	69,890	0,205	1,28
Rata-rata		0,262	2,53		0,260	2,52		0,257	2,48

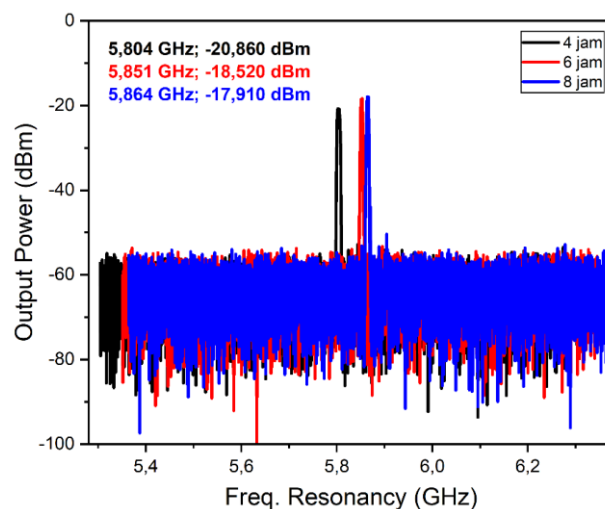
Terlihat pada **Tabel 4**, nilai FWHM₍₁₁₀₎ (warna kuning) diketahui semakin sempit seiring bertambahnya waktu tahan sinter, yaitu dari 0,232° (4 jam) menjadi 0,226° (6 jam) dan 0,224° (8 jam). Secara umum nilai FWHM untuk *hkl* lainnya tidak mengalami perubahan yang sama seperti perubahan FWHM pada puncak (110). Menurut referensi [30], pelebaran puncak dipengaruhi oleh mikrostrain dan ukuran kristal. Nilai mikrostrain pada puncak (110) diketahui semakin turun dari 4,15 menjadi 4,11 dan 3,99. Penurunan mikrostrain ini juga terjadi pada *hkl* yang lain. Hubungan antara FWHM dengan mikrostrain dan ukuran kristalit keramik TiO₂ rutil dari **Gambar 1** ditunjukkan oleh **Gambar 6 (a–b)**.

Berdasarkan **Gambar 6 (a–b)** dapat diketahui bahwa FWHM rata-rata dari semua *hkl* sebanding dengan mikrostrain dan berbanding terbalik dengan ukuran kristal. Nilai mikrostrain rata-rata milik keramik TiO₂ masing-masing sebesar 2,53 (4 jam), 2,52 (6 jam), dan 2,48 (8 jam). Sementara, ukuran kristalnya sebesar 35,794 nm (4 jam), 35,983 nm (6 jam), dan 36,754 nm (8 jam). Data yang telah diperoleh tersebut sesuai dengan teori Persamaan Scherrer (**Persamaan 1**) dan **Persamaan 2** [31][32]. Berdasarkan persamaan tersebut dapat diketahui bahwa nilai mikrostrain berbanding lurus dengan FWHM. Di sisi lain, nilai FWHM itu sendiri berbanding terbalik dengan ukuran kristalit. Perubahan yang terjadi pada mikrostrain akibat divariasinya waktu tahan sinter berdampak juga pada pelebaran puncak (FWHM) dan ukuran kristalit keramik TiO₂ rutil.



Gambar 6. (a) Hubungan FWHM rata-rata dengan mikrostrain dan (b) ukuran kristal keramik TiO_2 rutil dari **Gambar 1** seiring meningkatnya waktu tahan sinter

Adapun **Gambar 7** menunjukkan karakterisasi *Dielectric Resonator Oscillator* (DRO) dari ketiga variasi waktu tahan sinter pada keramik TiO_2 . Sedangkan, **Tabel 5** merangkum perbandingan permitivitas relatif (ϵ_r), frekuensi resonansi, dan daya luaran yang dilaporkan pada penelitian ini dengan penelitian terdahulu.



Gambar 7. Karakterisasi DRO pada tiga keramik TiO_2 (4, 6, dan 8 jam)

Tabel 5 Rangkuman Data Permitivitas Relatif (ϵ_r), Frekuensi Resonansi, dan Daya Luar pada Penelitian Ini dengan Penelitian Terdahulu

	Sampel (jam)	ϵ_r	Frek. Resonansi (GHz)	Daya Luar (dBm)
Hasil penelitian ini (TiO_2 , 1000 °C)	4	20,08	5,80	-20,86
	6	20,06	5,85	-18,52
	8	19,90	5,86	-17,91
[33] (MZTS, 1100 °C)	4	17,36	4,03	-6,61
	6	17,40	4,04	-7,29
	8	17,45	4,05	-6,55
	10	17,48	4,11	-7,26

Berdasarkan publikasi [33], material keramik $(\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2})(\text{Ti}_{0.99}\text{Sn}_{0.01})\text{O}_3$ disingkat MZTS yang memiliki nilai permitivitas relatif (ϵ_r) 17,36 dapat memunculkan frekuensi resonansi sebesar 4,03 GHz dengan daya luaran -6,61 dBm ketika diuji sebagai material resonator pada DRO. Pada penelitian ini, ketiga keramik TiO_2

rutil (4, 6, dan 8 jam) memiliki nilai ε_r sebesar 20,08 – 19,90 sehingga menghasilkan frekuensi resonansi sebesar 5,80 – 5,86 GHz dengan daya luaran -17,91 hingga -20,86 dBm. Daya luaran yang bernilai negatif disebabkan karena adanya ketidakcocokan antara impedansi material resonator dengan impedansi rangkaian osilator. Dengan demikian, keramik TiO_2 rutil terbukti berpotensi dapat digunakan sebagai resonator dielektrik meskipun metode yang digunakan lebih sederhana daripada metode milik publikasi [1].

IV. PENUTUP

A. Simpulan

Metode sintesis sederhana tersebut ternyata mampu menghasilkan fasa tunggal rutil. Variasi waktu tahan sinter mempengaruhi parameter kisi keramik, yaitu menjadi lebih besar dari parameter kisi pada kartu PDF No. 21-1276; dengan kata lain variasi waktu tahan sinter menyebabkan distorsi kisi. Menariknya, fenomena distorsi tersebut semakin kecil seiring dengan meningkatnya waktu tahan sinter. Penurunan distorsi kisi disebabkan karena adanya relaksasi regangan elastis. Selain itu, penyusutan distorsi kisi juga didukung oleh data mikrostrain dan ukuran kristalit (Debye Scherrer). Mikrostrain turun dari 2,53 (4 jam) menjadi 2,52 (6 jam) dan 2,48 (8 jam), sedangkan ukuran kristalit naik dari 35,794 nm (4 jam) menjadi 35,983 nm (6 jam) hingga 36,754 nm (8 jam).

B. Saran

Diperlukan pembuatan keramik TiO_2 rutil menggunakan metode yang sama dengan variasi suhu sinter.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] E. Zhao, J. Hao, X. Xue, M. Si, J. Guo, and H. Wang, "Rutile TiO_2 Microwave Dielectric Ceramics Prepared Via Cold Sintering Assisted Two Step Sintering," *J Eur Ceram Soc*, vol. 41, no. 6, pp. 3459–3465, Jun. 2021, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2020.12.009.
- [2] M. Siblani, M. Ollivier, L. Favergeon, and P. Chartrand, "Experimental and Thermodynamic Modeling of Al_2O_3 Corundum and TiO_2 Rutile Structures Forming on $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ Powder during Oxidation," *Acta Mater*, vol. 256, p. 119037, 2023, doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2023.119037>.
- [3] Y. H. Wang, K. H. Rahman, C. C. Wu, and K. C. Chen, "A Review on The Pathways of The Improved Structural Characteristics and Photocatalytic Performance of Titanium Dioxide (TiO_2) Thin Films Fabricated by The Magnetron-Sputtering Technique," Jun. 01, 2020, *MDPI*. doi: 10.3390/catal10060598.
- [4] M. Açıkgoz and C. Rudowicz, "Electron Magnetic Resonance (EMR) and Related Studies of Transition Metal (3dN) Dopants in Titanium Dioxide (TiO_2) Systems: Guide in Tailoring The material's properties for Specific Technological Applications," *Coord Chem Rev*, vol. 539, p. 216740, 2025, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2025.216740>.
- [5] C. Umamah and S. Pratapa, "Sintesis $\text{Zn}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{TiO}_3$ pada Temperatur 510 °C dan 800 °C menggunakan Metode Pencampuran Larutan," 2012. [Online]. Available: <http://www.ing.unitn.it/~maud>
- [6] S. Sampath, S. Alagappan, G. S. Priyanga, R. K. Gupta, A. Behera, and T. A. Nguyen, "2 - Shape Memory Ceramics," in *Advanced Flexible Ceramics*, R. K. Gupta, A. Behera, S. Farhad, and T. A. Nguyen, Eds., in Elsevier Series in Advanced Ceramic Materials. , Elsevier, 2023, pp. 13–24. doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-98824-7.00002-6>.
- [7] F. U. Ermawati, M. H. Ahfa, and Supardiyono, "Phase Composition and Particle Size Distribution in $\text{Mg}(\text{Ti}_{1-x}\text{Sn}_x)\text{O}_3$ Powders," in *Journal of Physics: Conference Series*, Institute of Physics Publishing, Mar. 2019. doi: 10.1088/1742-6596/1171/1/012038.
- [8] F. U. Ermawati and N. A. Imamah, "Study on Heating Profile of Liquid-mixing-synthesized ZnTiO_3 ," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Institute of Physics Publishing, Sep. 2019. doi: 10.1088/1757-899X/599/1/012010.
- [9] F. U. Ermawati, "The Use of Liquid Mixing Method to Prepare Ilmenite Structure-Based Ceramic Powders," in *Journal of Physics: Conference Series*, Institute of Physics Publishing, Jun. 2020. doi: 10.1088/1742-6596/1491/1/012004.
- [10] F. U. Ermawati, "XRD and EDX Analyses on the formation of MgTiO_3 Phase in $(\text{Mg}_{0.6}\text{Zn}_{0.4})(\text{Ti}_{0.99}\text{Sn}_{0.01})\text{O}_3$ Powders due to Calcination Temperature Variations," in *Journal of Physics: Conference Series*, Institute of Physics, Nov. 2021. doi: 10.1088/1742-6596/2110/1/012009.

- [11] F. U. Ermawati, "Phase Formation, Structural, and Microstructural Characterizations of Ilmenite FeTiO_3 Nanopowder Prepared from Liquid-Mixing Method," in *Journal of Physics: Conference Series*, Institute of Physics, 2022. doi: 10.1088/1742-6596/2392/1/012022.
- [12] S. N. M. Ishak and F. U. Ermawati, "Characterization of $(\text{Mg}_{0.6}\text{Zn}_{0.4})\text{TiO}_3$ Ceramics as Dielectric Resonator Materials in Microwave Frequencies," *Spektra: Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, vol. 7, no. 1, 2022, doi: 10.21009/SPEKTRA.
- [13] A. M. Muammar and F. U. Ermawati, "Characterization of $(\text{Mg}_{0.5}\text{Zn}_{0.5})\text{TiO}_3$ Ceramics as Material Candidates for Dielectric Resonator at Microwave Frequency," *Indonesian Physical Review*, vol. 5, 2022, doi: 10.29303/ip.
- [14] A. P. Nabilla and F. U. Ermawati, "Pengaruh Variasi Waktu Tahan Sinter Terhadap Struktur Keramik $\text{Mg}(\text{Ti}_{0.96}\text{Cr}_{0.04})\text{O}_3$ serta Korelasinya dengan Analisis Elemental," *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, vol. 13, pp. 110–118, 2024.
- [15] A. M. Glazer, "Crystal Structure," in *Encyclopedia of Condensed Matter Physics (Second Edition)*, Second Edition., T. Chakraborty, Ed., Oxford: Academic Press, 2024, pp. 11–16. doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-90800-9.00110-4>.
- [16] A. Ali, Y. W. Chiang, and R. M. Santos, "X-Ray Diffraction Techniques for Mineral Characterization: A Review for Engineers of the Fundamentals, Applications, and Research Directions," *Minerals*, vol. 12, no. 2, Feb. 2022, doi: 10.3390/min12020205.
- [17] W. O. S. A, V. I. Variani, and F. Yaminsih, "Pembuatan Program Penghitung Parameter Kisi Kristal Suatu Material Berdasarkan Pola Difraksi Sinar-X (XRD) Menggunakan Metode Analitik dan Metode Cohen," *Jurnal Aplikasi Fisika*, vol. 14, pp. 1–10, 2018.
- [18] A. S. Batsanov, "X-Ray Diffraction, Small Molecule Applications," in *Encyclopedia of Spectroscopy and Spectrometry (Third Edition)*, Third Edition., J. C. Lindon, G. E. Tranter, and D. W. Koppenaal, Eds., Oxford: Academic Press, 2017, pp. 656–666. doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409547-2.11370-8>.
- [19] V. V. Kulyk *et al.*, "The Effect of Sintering Modes on the Crystal Lattice Parameters and the Morphology of the $\text{ZrO}_2\text{-nY}_2\text{O}_3$ ($n = 3\text{--}8$ mol%) Ceramic Microstructure Components," *Archives of Materials Science and Engineering*, vol. 128, no. 1, pp. 5–22, Jul. 2024, doi: 10.5604/01.3001.0054.8015.
- [20] S. K. Dewangan, A. Mangish, S. Kumar, A. Sharma, B. Ahn, and V. Kumar, "A review on High-Temperature Applicability: A milestone for High Entropy Alloys," Nov. 01, 2022, Elsevier B.V. doi: 10.1016/j.jestch.2022.101211.
- [21] D. Ayu Suci Kinasih dan Iis Nurhasanah, "Estimasi Ukuran Kristal dan Parameter Elastisitas Nanokristal $\text{ZnO}:\text{Ce}$ menggunakan Metode Size-Strain Plot," 2020.
- [22] A. H. Kurda, S. A. Kakil, and Y. M. Hassan, "High Responsivity of Sol-Gel $\text{TiO}_2\text{NPs/Si}$ Photodetectors Deposited by Spin Coating Method," *Polytechnic Journal*, vol. 14, no. 2, Sep. 2024, doi: 10.59341/2707-7799.1832.
- [23] F. U. Ermawati, *Difraksi Sinar-X: Teori dan Analisis Data Eksperimen (1st ed.)*. Surabaya: Unesa University Press, 2018.
- [24] M. D. Z. Abror and F. U. Ermawati, "Analisis Rietveld Pola XRD Serbuk $\text{Mg}(\text{Ti}_{0.98}\text{Sn}_{0.02})\text{O}_3$ Hasil Sintesis dengan Metode Pencampuran Larutan," *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, vol. 12, pp. 26–34, 2023.
- [25] S. Dolabella, A. Borzì, A. Dommann, and A. Neels, "Lattice Strain and Defects Analysis in Nanostructured Semiconductor Materials and Devices by High-Resolution X-Ray Diffraction: Theoretical and Practical Aspects," Feb. 01, 2022, John Wiley and Sons Inc. doi: 10.1002/smt.202100932.
- [26] S. R. A. Rani, "Studi Analisis Data Difraksi Sinar-X Pada Material Zircon Pasir Alam melalui Metode Rietveld," *JFT: Jurnal Fisika dan Terapannya*, vol. 9, no. 1, pp. 16–22, Aug. 2022, doi: 10.24252/jft.v9i1.25470.
- [27] V. R. N. Safira, M. B. Perkasa, Fitrilawati, and N. Syakir, "Perbandingan Pendekatan Fungsi Gauss dan Fungsi Lorentz pada Dekomposisi Pola Xrd Oksida Grafena dan Oksida Grafena Tereeduksi," *Jurnal Material dan Energi Indonesia*, vol. 12, pp. 34–43, 2022.
- [28] N. Rettiningtyas and F. U. Ermawati, "Sintesis dan Fabrikasi Keramik $(\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2})\text{TiO}_3 + 2\text{ \% wt. Bi}_2\text{O}_3$ sebagai Bahan Dielektrik serta Karakterisasi Struktur dan Densitasnya Akibat Variasi Waktu Tahan Sinter," *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, 2020.
- [29] D. Nisa and F. U. Ermawati, "Fabrikasi Keramik $(\text{Mg}_{0.6}\text{Zn}_{0.4})\text{TiO}_3 + x\text{ \% wt. Bi}_2\text{O}_3$ Hasil Sintesis dengan Metode Pencampuran Larutan dan Pengaruh Variasi $x\text{ \% wt. Bi}_2\text{O}_3$ Terhadap Struktur dan Densitas Keramik," *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, pp. 15–20, 2020.
- [30] B. D. Cullity and S. R. Stock, *Elements of X-Ray Diffraction*, Third Edition. Pearson Education, Inc, 2014.

- [31] M. F. Z. Fardhany and F. U. Ermawati, "Microstrain pada Serbuk $\text{Mg}(\text{Ti}_{0,95}\text{Sn}_{0,05})\text{O}_3$ Hasil Sintesis dengan Metode Pencampuran Larutan Akibat Variasi Waktu Tahan Kalsinasi," *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, vol. 12, pp. 10–19, 2023.
- [32] D. Bonardo and R. Siburian, "Analisis Struktur Nano Partikel Silika dari Abu Ampas Tebu menggunakan Metode XRD," *Journal Einstein*, vol. 1, pp. 13–19, 2020.
- [33] F. U. Ermawati, Y. Taryana, Y. Sulaeman, Y. N. Wijayanto, N. Sudrajat, and W. A. Adi, "Fabrication and Characterization of $(\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2})(\text{Ti}_{0,99}\text{Sn}_{0,01})\text{O}_3$ Ceramics as a 4.0 GHz Resonator in Dielectric Resonator Oscillator Module," *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 34, no. 20, Jul. 2023, doi: 10.1007/s10854-023-10890-0.