

# Karakterisasi Keramik (Mg<sub>0,8</sub>Zn<sub>0,2</sub>)TiO<sub>3</sub>+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebagai Material *Dielectric Resonator Oscillator*, Struktur, Mikrostruktur dan Densitasnya

Elga Nilawati dan Frida U. Ermawati\*

Jurs. Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya Kampus Ketintang, Jl. Ketintang, Surabaya 6023 Indonesia

#### Info Artikel

*Histori Artikel:* Diajukan: 14 Februari 2021 Direvisi: 05 Maret 2021 Diterima: 16 Maret 2021

#### Kata kunci:

(Mg<sub>0.8</sub>Zn<sub>0.2</sub>)TiO<sub>3</sub>+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DRO resonator densitas *bulk* mikrostruktur struktur

Keywords:

(Mg<sub>0,8</sub>Zn<sub>0,2</sub>)TiO<sub>3</sub>+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> DRO resonator bulk density microstructure structure

**Penulis Korespondensi:** Frida U. Ermawati Email: <u>frida.ermawati@unesa.ac.id</u>

#### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji potensi aplikasi keramik (Mg0,8Zn0,2)TiO3+4wt% Bi2O3 (disingkat MZT02+4wt% Bi2O3) sebagai resonator pada rangkaian dielectric resonator oscillator (DRO) yang bekerja pada daerah frekuensi gelombang mikro, serta menguji struktur, mikrostruktur dan densitas bulk keramik. Fabrikasi keramik dilakukan dengan ball-milling antara serbuk kristalin MZT02 dengan 4wt% serbuk Bi2O3 pada kecepatan 500 rpm selama 5 jam. Serbuk hasil milling dikompaksi dengan hydraulic-hand press dan cylindrical die press untuk menghasilkan pelet. Semua pelet disinter pada suhu 1100°C selama 4, 6 dan 8 jam untuk menjadi keramik. Struktur keramik dengan waktu penahanan 4 dan 6 jam mengandung fasa MgTiO<sub>3</sub>=(97,87±8,24) %molar, sisanya fasa TiO2 rutil. Keramik dengan penahanan 8 jam mengandung fasa MgTiO<sub>3</sub>=(98,44±2,07) %molar, MgTi<sub>2</sub>O<sub>5</sub>=(1,49±0,30) %molar dan sisanya TiO2 rutil. Bertambahnya waktu tahan sinter relatif tidak menyebabkan perubahan ukuran parameter kisi, volume sel satuan sedikit berkurang dan densitas bulk juga berkurang dari 2,792, 2,776 menjadi 2,745 g/cm3. Mikrostruktur ketiga keramik berupa gumpalan butir dengan ukuran rata-rata 0,3-1,2 µm disertai pori-pori. Karakterisasi DRO merekam frekuensi resonansi pada posisi yang sama untuk ketiga keramik, yaitu 5,12 GHz memberi bukti bahwa keramik uji dapat diaplikasikan sebagai resonator DRO pada frekuensi gelombang mikro dan variasi waktu tahan sinter tidak merubah performa tersebut.

This study aims to examine the potential application of  $(Mg_{0.8}Zn_{0.2})TiO_3 +$ 4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (abbreviated: MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ceramics as a resonator in a dielectric resonator oscillator (DRO) circuit operating in microwave frequencies and to examine its structure, microstructure and bulk density. Ceramic fabrication was carried out by ball-milling between MZT02 crystalline powder and 4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder at 500 rpm for 5 h. The milled powder was compacted using a hydraulic-hand press and a cylindrical die press to produce pellets. All pellets were sintered at 1100°C for 4, 6 and 8 h to become ceramics. The ceramic structure with 4 and 6 h holding time contains  $MgTiO_3$  phase =  $(97.87 \pm 8.24)\%$  molar, the rest was  $TiO_2$  rutile phase. Ceramic with 8 h contained  $MgTiO_3$  phase = (98.44 ± 2.07)% molar,  $MgTi_2O_5 = (1.49 \pm 0.30)$  molar% and the remaining  $TiO_2$  rutile. Increasing the sinter holding time relatively did not change in the lattice parameter sizes, the unit cell volume was slightly reduced and the bulk density was also reduced from 2.792, 2.776 to 2.745 g/cm3. Microstructure of the three ceramics contain groups of grains with an average size of 0.3-1.2 µm along with pores. DRO characterization recorded the resonant frequency at the same position for the three ceramics, namely 5.12 GHz, providing evidence that the ceramics can be applied as a DRO resonator at microwave frequencies and the variation in sinter holding time did not change this performance.

Copyright © 2020 Author(s). All rights reserved

# I. PENDAHULUAN

*Magnesium titanate* (MgTiO<sub>3</sub>) merupakan salah satu material keramik dielektrik yang memiliki potensi untuk diaplikasikan pada sistem telekomunikasi seluler, satelit pemancar, filter resonator, kapasitor multilayer tipe I, material *dielectric resonator oscillator* (DRO) dan *global positioning system* (GPS) yang beroperasi pada frekuensi gelombang mikro (3-300 GHz) (Ermawati dkk., 2016; Kang dkk., 2008; Samyuktha dkk., 2016; Wu dkk., 2013; Zhang dkk., 2018; Ermawati dkk., 2020a; Sheen, 2008). Keramik MgTiO<sub>3</sub> memiliki karakteristik permitivitas level menengah ( $\varepsilon_r$ ~17), faktor kualitas (*Qxf*~91.000 pada frekuensi 8,2 GHz) dan koefisien temperatur pada frekuensi resonansi mendekati nol ( $\tau_r$ ~-50 ppm/°C) (Huang dkk., 2015; Surendran dkk., 2008; Xue dkk., 2013; Zhang dkk., 2018). Fabrikasi keramik berbasis MgTiO<sub>3</sub> tersebut telah dilaporkan, diantaranya oleh Rettiningtyas dan Ermawati (2020) yang melaporkan struktur, mikrostruktur dan densitas *bulk* sistem keramik (Mg<sub>0,8</sub>Zn<sub>0,2</sub>)TiO<sub>3</sub>+2wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sinter pada suhu 1100°C dengan variasi waktu tahan 4, 6 dan 8 jam.

Material DRO merupakan sebuah material dielektrik yang dirancang sebagai resonator yang bekerja di daerah gelombang radio, baik pada gelombang mikro maupun gelombang millimeter (Kim dkk., 2009) yang berfungsi mirip dengan cavity resonator, yaitu kotak logam pandu gelombang berongga untuk transmisi gelombang mikro (Chiu, 2003). Prinsip kerja material DRO adalah saat gelombang mikro dibatasi oleh dinding logam dimana material resonator ditempatkan, gelombang mikro tersebut mengalami perubahan nilai permitivitas yang sangat besar baik di permukaan maupun di tepi dinding dan memantul bolak-balik di kedua sisinya. Perubahan nilai permitivitas tersebut mulai dari nilai permitivitas tanpa bahan, dalam hal ini permitivitas ruang hampa,  $\varepsilon_0=8,85 \times 10^{-12}$  F/m (Moulson dan Hebert, 2003) hingga permitivitas milik material itu sendiri. Pada frekuensi tertentu yaitu frekuensi resonansi, gelombang mikro akan membentuk gelombang diam (standing wave) di dalam resonator (Kim dkk., 2009). Pada gelombang mikro terdapat dua tipe mode DRO, yaitu mode transverse electric (TE) dan mode transverse magnetic (TM) (Sánchez dkk., 2015; Yang dkk., 2007). Mode TE yaitu gelombang elektrik yang menjalar di dalam sebuah pandu gelombang (Chiu, 2003). Mode  $TE_{(0,1)}$  paling umum digunakan untuk pandu gelombang persegi (*rectanguler waveguide*) karena mempunyai orde mode resonansi rendah sehingga dapat menghindarkan perubahan frekuensi resonansi pada orde mode lain yang lebih tinggi (Sheen, 2008). Frekuensi resonansi dalam mode  $TE_{(0,1)}$ dapat dihitung dengan Persamaan (1) (Skyworks, 2017).

$$f_o(GHz) = \frac{8,553}{\sqrt{\varepsilon_r (\frac{\pi}{4}d^2h)^{\frac{1}{3}}}}$$
(1)

dimana *d* adalah diameter resonator, *h* adalah tebal resonator dan  $\varepsilon_r$  adalah konstanta dielektrik resonator. Skema dimensi material DRO dan rangkaian ekuivalensinya dapat dilihat pada Gambar 1.



**Gambar 1** Dimensi material DRO dan rangkaian ekuivalensinya, diameter (d) = 5 mm dan tebal (h) = 1-1,2 mm (Sumber: Ermawati dkk., 2020a).

Rangkaian DRO terdiri dari empat komponen (Ermawati dkk., 2020a dan Ermawati dkk., 2020b). Pertama, *dielectric material* yaitu material dielektrik uji yang berdimensi seperti pada Gambar 1, yang bertindak sebagai resonator. Kedua, *strip line* adalah pandu gelombang yang terbuat dari logam sebagai saluran transmisi gelombang elektromagnetik yang akan menghasilkan frekuensi resonansi sesuai Pers. (1) pada material uji. Ketiga, *matching network* adalah serangkaian *matching impedance* yang memastikan terjadinya sinkronisasi antara impedansi input dan output sehingga transfer daya berjalan secara maksiamal. Keempat, *feedback element* adalah blok sirkuit umpan balik yang memastikan bahwa faktor stabilitas perangkat dalam keadaan kurang dari satu agar sistem tetap

stabil, sedangkan blok diagram pengukuran frekuensi resonansi elemen DRO dari suatu keramik uji (Ermawati dkk., 2020a) dan (Ermawati dkk., 2020b), terdiri dari tiga bagian utama, yaitu: (1) blok rangkaian DRO, seperti yang telah dijelaskan di atas, (2) blok *power supply* berfungsi sebagai sumber tegangan yang diberikan ke DRO dan (3) blok *spectrum analyzer* berfungsi sebagai pembaca sinyal luaran dari DRO yang berupa frekuensi resonansi dan level sinyal (daya luaran) nya.

Berdasarkan hasil penelusuran Penulis, sejauh ini belum ada publikasi yang melaporkan bagaimana potensi keramik berbasis MgTiO<sub>3</sub> untuk diaplikasikan sebagai material resonator DRO.Untuk itu dalam makalah ini Penulis bermaksud mengkaji karakterisik keramik (Mg<sub>0,8</sub>Zn<sub>0,2</sub>)TiO<sub>3</sub> +4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (disingkat MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sebagai material resonator DRO di dalam rangkaian DRO pada daerah gelombang mikro, serta karakterisasi struktur, mikrostruktur dan densitas *bulk*nya. Keramik tersebut disinter pada suhu 1100°C dengan variasi waktu tahan 4, 6 dan 8 jam.

## II. METODE

# 2.1 Fabrikasi Keramik

Fabrikasi keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dilakukan dengan mencampurkan serbuk kristalin MZT02 dengan 4wt% serbuk Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (*Merck*). Penambahan 4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tersebut dipilih karena pada penelitian Rettiningtyas dan Ermawati (2020) untuk sistem keramik (Mg<sub>0,8</sub>Zn<sub>0,2</sub>)TiO<sub>3</sub> hanya menambahkan 2wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Kedua serbuk tersebut di*milling* pada kecepatan 500 rpm selama 5 jam menggunakan *planetary ball mill* dengan *teflon jar* dan bola zirconia serta medium etanol. Larutan hasil milling kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 70°C selama 3 jam. Serbuk kering dikompaksi menggunakan *hydraulic-hand press* (BWS) & *cylindrical die press* dengan dua diameter yang berbeda, yaitu 10 dan 5 mm untuk menjadi pelet. Serbuk di dalam die press berdiameter 10 mm diberi tekanan 20 MPa, sedangkan serbuk di dalam die press berdiameter 5 mm diberi tekanan 2,5 MPa. Kedua tekanan tersebut diberikan selama 10 detik. Semua pelet disinter pada suhu 1100 °C selama 4, 6 dan 8 jam sehingga menjadi keramik. Keramik berdiameter 10 mm dipergunakan untuk karakterisasi struktur, mikrostruktur dan densitas bulk, sedangkan keramik berdiameter 5 mm dimaksudkan untuk uji frekuensi resonansi DRO, mengikuti anjuran pada Gambar 1 yaitu berdiameter 5 mm.

# 2.2 Teknik Pengumpulan dan Pengolahan Data

Data struktur diperoleh dari hasil uji XRD mengunakan *Bragg-Brentano Philips X'pert* Diffractometer, radiasi Cu-K*a*, sudut  $2\theta = 15-65^{\circ}$ , langkah detektor  $0,02^{\circ}$ /menit. Data XRD dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan *software Match!* untuk mengidentifikasi fasa-fasa kristalin yang terbentuk di dalam keramik uji. Analisis kuantitatif dilakukan menggunakan metode penghalusan (*refinement*) Rietvield dengan *software Rietica* untuk mengetahui komposisi dari fasa-fasa kristalin yang telah teridentifikasi tersebut (Ermawati, 2018). Data mikrostruktur diperoleh dari hasil uji FESEM menggunakan alat FEI model *Inspect* F50 pada tegangan pemercepat 20 kV. *Software ImageJ* digunakan untuk mengukur diameter rata-rata butir dan pori. Data frekuensi resonansi DRO diukur menggunakan *spectrum analsyer (Keysight MXA Signal Analyzer* N9020A) yang beroperasi pada mode TE<sub>(0,1)</sub> pada rentang frekuensi 3-12 GHz, tegangan 9-12 volt dan arus listrik 100-200 mA. Data densitas *bulk* ( $\rho$ ) diukur dengan *densitymeter (Balance Mettler Toledo* tipe ME 403 E dan *Density kit* ME-DNY-43) menggunakan metode Archimedes pada Pers. 2, Anugraha dan Widyastuti (2014) yaitu menimbang massa kering keramik (*m<sub>k</sub>*), massa basah (*m<sub>a</sub>*) dan massa Archimedes (*m<sub>b</sub>*). Perhitungan tersebut dilakukan melalui program *Hypertherminal* yang terintegrasi dengan alat ukur *densitymeter*.

$$\rho = \frac{m_k}{m_b - m_a} \rho_a \tag{2}$$

dimana  $\rho$  adalah *bulk density* keramik uji (g/cm<sup>3</sup>),  $m_k$  adalah massa kering keramik (g),  $m_a$  adalah massa basah keramik (g),  $m_b$  adalah massa Archimedes (g) dan  $\rho_a$  adalah densitas aquades (g/cm<sup>3</sup>).

# III. HASIL DAN DISKUSI

## 3.1 Analisis Struktur (Analisis Kualitatif dan Kuantitatif)

Gambar 2 menunjukkan hasil analisis kualitatif berupa identifikasi fasa pola XRD milik ketiga keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sinter pada suhu 1100°C selama 4, 6 dan 8 jam dengan *software Match!*, sedangkan Gambar 3a-d menunjukkan hasil analisis kuantitatif berupa output penghalusan Rietveld terhadap ketiga pola XRD pada Gambar 2 tersebut, beserta *screenshot* salah satu bukti dari output tersebut, dalam hal ini berupa nilai-nilai *figures of merit* (FoM) dari penghalusan tersebut.



Gambar 2 Pola XRD keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> disinter pada suhu 1100°C selama 4, 6 dan 8 jam. Simbol  $* = MgTiO_3, \# = MgTi_2O_5, o = TiO_2$  rutil.

Pada Gambar 2, pola difraksi dengan waktu tahan sinter 4 dan 6 jam teridentifikasi mengandung 2 fasa, yaitu MgTiO<sub>3</sub> (PDF No.06-0494) sebagai fasa utama dan yang diharapkan, serta TiO<sub>2</sub> rutil (No. PDF No.21-1276) sebagai fasa impuritas, sedangkan untuk waktu tahan 8 jam, pola XRD mengandung 3 fasa, yaitu terdapat fasa ekstra MgTi<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (PDF No.35-0792) selain fasa utama MgTiO<sub>3</sub> dan fasa impuritas TiO<sub>2</sub> rutil. Rettiningtyas dan Ermawati (2020) juga melaporkan keberadaan ketiga fasa tersebut pada pola XRD keramik MZT02+2wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hasil sinter pada suhu 1100°C selama 4, 6 dan 8 jam.



 $\begin{array}{l} \textbf{Gambar 3a} \text{ Hasil } \textit{refinement} \text{ Rietveld pola XRD} \\ \text{keramik } MZT02+4wt\% \text{ Bi}_2\text{O}_3 \text{ dengan waktu tahan sinter} \\ \textbf{4 jam pada Gambar 2. (FoM: GoF = 2,078; R_p = 14,81; \\ R_{wp} = 22,35; R_{exp} = 15,29). \end{array}$ 



**Gambar 3b** Hasil *refinement* yang sama seperti pada Gambar 3a, tetapi untuk waktu tahan 6 jam. (FoM: GoF = 2,154; R<sub>p</sub> = 15,80; R<sub>wp</sub> = 22,57; R<sub>exp</sub> = 15,38).



**Gambar 3c** Hasil *refinement* yang sama seperti pada Gambar 3a-b, tetapi untuk waktu tahan 8 jam. (GoF = 3,860; R<sub>p</sub> = 20,66; R<sub>wp</sub> = 30,67; R<sub>exp</sub> = 15,61).

+ 	list		Rp		Rwp		Rexp	Durbin Unwght	Durbin	Wght	:	N-P
	1		15.80		22.57	I	15.38	1.051	1	.260		1220
5	SUMYD	IF	<mark> </mark> Su	MYO	BS	SU	MYCALC	SUMWYOBSSQ	GOF		CON	DITION
0.	.8151	E+0	4  0.5	158	E+05	0.4	892E+05	0.5158E+05  0	.2154E+	01  (	9.14	85E+18

**Gambar 3d** Screenshot output refinement Rietveld berupa nilai-nilai FoM untuk keramik dengan waktu tahan 6 jam (Gambar 3b), yaitu GoF = 2,154;  $R_p = 15,80$ ;  $R_{wp} = 22,57$ ;  $R_{exp} = 15,38$ 

Pada Gambar 3a-c, simbol "+" menyatakan pola difraksi eksperimen (terukur), garis warna merah menyatakan pola difraksi model (terhitung), garis tegak kecil berwarna biru menyatakan posisi puncak-puncak *Bragg* milik semua fasa yang telah teridentifikasi, yakni puncak *Bragg* milik fasa MgTiO<sub>3</sub>, MgTi<sub>2</sub>O<sub>5</sub> danTiO<sub>2</sub>. Garis warna hijau menunjukkan selisih tinggi intensitas antara pola difraksi eksperimen dan pola difraksi model. *Figures of merit* (FoM) menyatakan nilai-nilai kesesuaian hasil *refinement*, terdiri dari *goodness of fit* (GoF), faktor profil (R<sub>p</sub>), faktor profil terbobot (R<sub>wp</sub>) dan faktor eksperimen (R<sub>exp</sub>) (Ermawati, 2018) yang diperoleh dari Gambar 3d. Output *refinement* tersebut berupa % molar (Gambar 4a), parameter kisi (Gambar 4b) dan volume sel satuan (Gambar 4c), sedangkan *screenshot* bukti darimana ketiga output tersebut diperoleh, ditunjukkan pada Gambar 4d.



**Gambar 4a** % Molar ketiga fasa yang teridentifikasi pada keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan waktu tahan sinter 4, 6 dan 8 jam. Data tersebut diperoleh dari output *refinement* Rietveld pada Gambar 3d.



**Gambar 4c** Volume sel satuan fasa MgTiO<sub>3</sub> pada keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Data tersebut diperoleh dari output *refinement* Rietveld pada Gambar 3a-c.



**Gambar 4b** Parameter kisi fasa MgTiO<sub>3</sub> pada keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan waktu tahan sinter 4, 6 dan 8 jam. Data tersebut diperoleh dari output *refinement* Rietveld pada Gambar 3a-c.

Keramik MZT02-4-20_4 Jam								
D	_	Fasa yang teridentifikasi pada sampel						
Paramete	1	MgTiO <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>					
Parameter kisi a = b (Å)		5.057 ± 0.000	$4.591 \pm 0.001$					
	с	13.911 ± 0.001	$2.959 \pm 0.001$					
Volume sel sat	uan(Å)	308.199 ± 0.055	$62.411 \pm 0.025$					
% mola		97.87 ± 8.24	$2.13 \pm 0.18$					

**Gambar 4d** *Screenshot* output refinement berupa % molar, parameter kisi dan volume sel satuan fasa MgTiO<sub>3</sub> untuk keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan waktu tahan 4 jam pada Gambar 4a-c. Pada Gambar 4a, keramik dengan waktu tahan sinter 4 jam mengandung fasa MgTiO<sub>3</sub> sebesar (97,87±8,24) % molar dan sisanya (2,13±0,18) % molar fasa TiO<sub>2</sub>. Keramik dengan waktu tahan 6 jam mengandung fasa MgTiO<sub>3</sub> sebesar (99,61±4,41) % molar dan sisanya (00,38±00,02) % molar fasa TiO<sub>2</sub>, sedangkan keramik dengan waktu tahan 8 jam mengandung fasa MgTiO<sub>3</sub> sebesar (98,44±2,07) % molar, fasa MgTi<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sebesar (1,49±0,30) % molar dan sisanya (0,07±0,02) % molar fasa TiO<sub>2</sub>. Rettiningtyas dan Ermawati (2020) melaporkan data % molar fasa MgTiO<sub>3</sub> pada sistem keramik (Mg<sub>0,8</sub>Zn<sub>0,2</sub>)TiO<sub>3</sub>+2wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan waktu tahan 4 dan 6 jam sebesar (92-95) % molar dan fasa MgTiO<sub>3</sub> sebesar 7,72 % molar untuk waktu tahan 8 jam. Dengan demikian % molar fasa MgTiO<sub>3</sub> yang diperoleh pada penelitian ini jauh lebih baik, yaitu (97-99) % dan sisanya untuk fasa MgTi<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dan TiO<sub>2</sub>. Pembentukan fasa MgTi<sub>2</sub>O<sub>5</sub> tersebut diperkirakan berasal dari reaksi antara MgTiO<sub>3</sub>+TiO<sub>2</sub>→MgTi<sub>2</sub>O<sub>5</sub> seperti yang dilaporkan oleh Adikaning dan Suasmoro (2016) akibat penambahan waktu tahan sinter dari 4 dan 6 jam menjadi 8 jam.

Pada Gambar 4b, nilai parameter kisi a=b fasa MgTiO<sub>3</sub> relatif sama untuk ketiga variasi waktu tahan sinter, yaitu (5,057±0,000) Å, namun parameter kisi c mengalami sedikit penurunan untuk waktu tahan 8 jam, yakni masing-masing sebesar (13,911±0,001); (13,911±0,001) dan (13,909±0,002) Å. Pada Gambar 4c, nilai volume sel satuan fasa MgTiO<sub>3</sub> untuk ketiga variasi waktu tahan sinter terlihat turun landai, yaitu dari (308,199±0,055); (308,182±0,052) menjadi (308,166±0,075)Å<sup>3</sup>. Turunnya volume sel satuan tersebut sejalan dengan penurunan parameter kisi c tersebut di atas, mengingat volume sel satuan kristal dibangun dari parameter kisi a=b dan c. Rettiningtyas dan Ermawati (2020) melaporkan nilai volume sel satuan fasa MgTiO<sub>3</sub> pada keramik (Mg<sub>0,8</sub>Zn<sub>0,2</sub>)TiO<sub>3</sub>+2wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk ketiga waktu tahan sinter yang sama adalah relatif lebih besar dari yang diperoleh pada penelitian ini, yaitu masing-masing sebesar (308,545±0,027), (308,426±0,022) Å<sup>3</sup> dan (308,466±0,017) Å<sup>3</sup>.

## 3.2 Analisis Mikrostuktur dan Densitas bulk

Gambar 5a-c menunjukkan data mikrostruktur dari permukaan patah (fractured surface) keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan waktu tahan sinter 4, 6 dan 8 jam. Gambar 5d menunjukkan densitas bulk ketiga keramik tersebut. Pada Gambar 5a-c, pori-pori ditunjukkan oleh warna hitam (di dalam lingkaran hijau), sedangkan butir ditunjukkan oleh warna abu-abu dan putih. Seperti terlihat, morfologi permukaan keramik tersebut berupa butiran yang sangat kecil dengan ukuran yang hampir seragam, yaitu 0,2-0,7 µm (di dalam lingkaran warna biru). Butir-butir tersebut terlihat menggumpal dengan ukuran 0,3-1,2 µm (di dalam lingkaran warna merah). Gumpalan tersebut belum dapat dijelaskan apa penyebabnya, mengingat secara teori penambahan Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bertujuan untuk mempercepat proses pemadatan karena titik leleh Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terletak di bawah suhu sinter yang dituju (1100°C), yaitu ~860 °C. Pada saat suhu sinter mencapai titik leleh Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tersebut, maka Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan berubah menjadi fasa cair, mengisi pori-pori yang ada diantara butiran keramik yang terbentuk sehingga keberadaan fasa cair Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tersebut berpotensi untuk memadatkan keramik lebih cepat. Pengaruh penambahan Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk mempercepat proses pemadatan keramik berbasis MgTiO<sub>3</sub> tersebut juga telah dilaporkan oleh (Ermawati dkk., 2020c) yang menyatakan bahwa butir terbentuk dan tidak menggumpal seperti yang diperoleh pada eksperimen ini. Hasil yang sama juga dilaporkan oleh Rettiningtyas dan Ermawati, (2020) pada sistem keramik (Mg<sub>0.8</sub>Zn<sub>0.2</sub>)TiO<sub>3</sub>+2wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan waktu tahan sinter 4 jam, dimana butir terbentuk dalam skala nm dan tidak menggumpal.



Gambar 5a Mikrostruktur keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan waktu tahan 4 jam



Gambar 5b Mikrostruktur keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan waktu tahan 6 jam

Nilawati dan Ermawati: Karakterisasi Keramik (Mg<sub>0.8</sub>Zn<sub>0.2</sub>)TiO<sub>2</sub>+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebagai Material *Dielectric Resonator Oscillator*, Strukur, Mikrostruktur dan Densitasnya



Gambar 5c Mikrostruktur keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan waktu tahan 8 jam



Gambar 5d Densitas *bulk* dan diameter rata-rata pori dan ketiga keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Pada Gambar 5d, nilai densitas *bulk* menurun seiring bertambahnya waktu tahan sinter, yaitu dari 2,792 menjadi 2,776 dan 2,745 g/cm<sup>3</sup>. Keramik dengan waktu tahan sinter 4 jam mempunyai nilai densitas paling tinggi dibandingkan dengan densitas kedua sampel lainnya. Data tersebut dikonfirmasi oleh ukuran diameter rata-rata dari pori yang dimiliki oleh keramik tersebut paling kecil. Penurunan nilai densitas *bulk* tersebut mungkin berkaitan dengan lamanya waktu tahan sinter (8 jam), seperti yang dilaporkan oleh Johan dan Ramlan (2008) untuk keramik Na- $\beta$ "-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bahwa semakin lama waktu tahan sinter, nilai densitas semakin turun karena ikatan antar atom satu dengan yang lainnya semakin melemah akibat terlepasnya gas. Namun penyebab penurunan nilai densitas pada keramik Na- $\beta$ "-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tersebut apakah juga berlaku untuk keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> atau tidak? belum dapat dikonfirmasi dalam penelitian ini. Rettiningtyas dan Ermawati (2020) melaporkan nilai densitas *bulk* keramik (Mg<sub>0,8</sub>Zn<sub>0,2</sub>)TiO<sub>3</sub>+2wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> meningkat seiring bertambahnya waktu tahan sinter, yaitu dari 3,382 menjadi 3,582 dan 3,667 g/cm<sup>3</sup>.

#### 3.3 Karakterisasi Frekuensi Resonansi DRO

Gambar 6 menunjukkan hasil pengukuran frekuensi resonansi dari ketiga keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> saat keramik tersebut dipasang pada rangkaian DRO pada mode TE<sub>(0,1)</sub>.



**Gambar 6** Frekuensi resonansi keramik MZT02+ 4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan variasi waktu tahan sinter 4, 6 dan 8 jam sebagai resonator pada rangkaian DRO

Pada Gambar 6, frekuensi resonansi dari ketiga keramik uji dengan ketiga variasi waktu tahan sinter tersebut berada pada posisi frekuensi gelombang mikro yang sama, yaitu pada 5,12 GHz, masing-masing dengan output power -1,20, -1,42 dan -2,61 dBm. Hasil tersebut menyarankan dua hal, *pertama*, ketiga keramik uji tersebut terbukti dapat diaplikasikan sebagai resonator pada rangkaian DRO yang bekerja pada frekuensi gelombang mikro. *Kedua*, variasi waktu tahan sinter ternyata tidak mempengaruhi posisi frekuensi resonansi DRO karena ketiga variasi waktu tahan sinter merespon frekuensi resonansi DRO pada posisi yang sama. Sinyal resonansi DRO yang ideal dari sebuah material dielektrik keramik adalah tajam dengan lebar frekuensi yang sempit. Namun mengingat sangat sulit untuk memfabrikasi keramik yang ideal, yaitu keramik yang hanya mengandung fasa yang

diharapkan saja (fasa tunggal), tanpa disertai adanya cacat, baik berupa keberadaan pori-pori maupun fasa lain, maka sinyal resonansi yang ideal pun juga sulit diperoleh. Hasil pada Gambar 6 tersebut bersesuaian dengan data pada Gambar 5d dan Gambar 4a.

# IV. KESIMPULAN

Pekerjaan fabrikasi keramik MZT02+4wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang diperoleh dengan cara *ball milling* antara serbuk hasil sintesis MZT02 dengan serbuk Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, karakterisasi struktur, mikrostruktur dan densitas *bulk* serta frekuensi resonansi DRO pada daerah gelombang mikro telah tuntas dilakukan. Berdasarkan pada serangkaian hasil yang telah dipaparkan di atas, dapat disimpulkan bahwa ketiga keramik tersebut mengandung fasa utama yang diharapkan, yaitu MgTiO<sub>3</sub> dengan % molar > 97 %. Ketiga keramik tersebut ternyata juga telah mendemonstrasikan kemampuannya untuk diaplikasikan sebagai resonator DRO yang bekerja pada frekuensi gelombang mikro, khususnya pada frekuensi 5,12 GHz. Variasi waktu tahan sinter tidak merubah struktur, mikrostruktur dan densitas *bulk*.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adikaning, Sefrilita., dan Suasmoro, S. 2016, 'Mg<sub>0,8</sub>Zn<sub>0,2</sub>TiO<sub>3</sub> Ceramics Synthesize as Dielectric Material by Attritor Mill Mixing Methods', *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol. 1, No. 1, hal. 1-4.
- Anugraha, V. G., dan 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.
- Chiu, T., 2003, 'Dielectric constant measurement technique for a dielectric strip using a rectangular waveguide', IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, 52(5), pp. 1501–1508. doi: 10.1109/TIM.2003.817904.
- Ermawati, F.U., Y. Wahyu, T. Kristiantoro dan Dedi, 2020a, Blok Diagram Sirkuit DRO dan Blok Diagram Pengukuran Frekuensi Respon dan Daya Luaran DRO Pada C-Band untuk Keramik Dielektrik (Mg<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>)TiO<sub>3</sub>', Sertifikat Hak Cipta Republik Indonesia, No. Pencatatan 000203671, 2020.
- Ermawati, F.U., Y. Wahyu, T. Kristiantoro dan Dedi, 2020b, Metode Fabrikasi Keramik Dielektrik (Mg<sub>1-x</sub>Zn<sub>x</sub>)TiO<sub>3</sub> sebagai Dielektrik Resonator Osilator yang bekerja pada Pita C', Paten Indonesia, No. Permohonan P00202006498, 04 Sept. 2020.
- Ermawati, F.U., 2020c, 'The Response of (Mg<sub>0,6</sub>Zn<sub>0,4</sub>)TiO<sub>3</sub> Ceramic System as A Dielectric Resonator Oscillator at C-Band', *Makalah: Seminar Nasional Fisika* 2020, 17 Okt. 2020.
- Ermawati, F.U., Pratapa, S., Suasmoro, S., Hübert, T., and 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., 2018, *Difraksi Sinar X: Teori dan Analisis Data Eksperimen*, Surabaya: Unipress UNESA Surabaya, Sertifikat Hak Cipta Republik Indonesia, No.Pencatatan 000139628 Thn 2019.
- Huang, J. B., Yang, B., Yu, C. Y., Zhang, G. F., Xue, H., Xiong, Z. X., Viola, G., Donnan, R., Yan, H. X., & Reece, M. J., 2015, 'Microwave and terahertz dielectric properties of MgTiO<sub>3</sub>–CaTiO<sub>3</sub> ceramics', *Materials Letters*, Vol. 138, 1 January 2015, pp. 225–227. https://doi.org/10.1016/j.matlet.09.122.
- Johan, A., & J. dan Ramlan, 2008, 'Karakterisasi Konduktivitas, Porositas dan Densitas Bahan Keramik Na-β"-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari Komposisi Na<sub>2</sub>O 13% dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 87% dengan Variasi Waktu Penahanan', *Jurnal Penelitian Sains*, Vol. 11, No. 3, pp. 544–511.
- Kang, H., Wang, L., Xue, D., Li, K., and Liu, C., 2008, 'Synthesis of Tetragonal Flake-like Magnesium Titanate Nanocrystallites', *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 460(1–2), pp. 160–163. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.06.054.
- Kim, J., Choi, E., Ryu, K., Bae, S., and Lee, Y., 2009, 'Microwave dielectric properties of Mg<sub>4</sub>Ta<sub>2</sub>O<sub>9</sub> ceramics with TiO<sub>2</sub> additions for dielectric resonator oscillator', Vol. 162, pp. 87–91. https://doi.org/10.1016/j.mseb.2009.03.025.

- Moulson, A. J., dan Hebert, J. M., 2003, *Electrocramics: Materials, Properties, Applications*, 2nd Ed. Chichester John Wiley & Sons, Ltd: ISBN 0471497479.
- Rettiningtyas, N., dan Ermawati, F.U., 2020, 'Sintesis dan Fabrikasi Keramik (Mg<sub>0.8</sub>Zn<sub>0.2</sub>)TiO<sub>3</sub>+2 wt% Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Sebagai Bahan Dielektrik Serta Karakterisasi Struktur dan Densitasnya Akibat Variasi Waktu Tahan Sinter', *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, Vol.9, No. 02, hal 25-33.
- Sánchez, L., Lechago, S., & Sanchis, P., 2015, 'Ultra-compact TE and TM pass polarizers based on vanadium dioxide on silicon', Vol. 40, No. 7, pp. 1452-1455.
- Sharon Samyuktha, V., A. Guru Sampath Kumar, T. Subba Rao, and R. Padma Suvarna, 2016, 'Synthesis, Structural and Dielectric Properties of Magnesium Calcium Titanate (1-x)MgTiO<sub>3</sub>-x CaTiO<sub>3</sub> (x=0, 0.1, 0.2 and 0.3)', Materials Today: Proceedings 3 (6):1768-71.
- Sheen, J., 2008, 'A dielectric resonator method of measuring dielectric properties of low loss materials in the microwave region', Measurement Science and Technology, 19(5). doi: 10.1088/0957-0233/19/5/055701.
- Skyworks., 2017, 'Properties, Test Methods, and Mounting of Dielectric Resonators', https://cmsitecore.skyworksinc.com/-/media/SkyWorks/Documents/Products/2501-2600/Properties\_and\_Mounting\_of\_Dielectric\_Resonators\_202803B.pdf. Retrieved February 11, 2020.
- Surendran, K. P., Wu, A., Vilarinho, P. M., and Ferreira, V. M., 2008, 'Sol-Gel Synthesis of Low-Loss MgTiO<sub>3</sub> Thin Films by a Non-Methoxyethanol Route', Vol. 10, pp. 4260-4267.https://en.m.wikipedia.org/wiki/Transverse\_mode.
- Wu, H.T, Jiang, Y.S, Cui, Y.J., Zhang, X.H., Jia, X., Yue,Y.L., 2013, 'Improvements in the sintering behaviour and microwave dielectric properties of geikelite-type MgTiO<sub>3</sub> ceramics', *Journal of Electronic Materials*, Vol. 42, No. 3.doi:10.1007/s11664- 012-2349-2.
- Xue, X., Yu, H., Xu. G., 2013, 'Phase composition and microwave dielectric properties of Mg-excess MgTiO<sub>3</sub> ceramics', *J. Mater*, Vol. 24, pp. 1287-1291.doi: 10.1007/s10854-012-0921-4.s.
- Yang, Y., Huang, Y., Member, S., and Chen, Q., 2007, 'Comparison of Q -Factors Between TE and TM Modes in 3-D Microsquares by FDTD Simulation', Vol. 19, No. 22, pp. 1831-1833.
- Zhang, J., Zhenxing Y., Yu L. and Longtu L., 2018, 'MgTiO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>/MgTiO<sub>3</sub>: An ultrahigh-Q and temperature-stable microwave dielectric ceramic through cofired trilayer architecture', Ceramics International, 44(17), pp. 21000–21003. doi: 10.1016/j.ceramint.2018.08.135.