



## PENGARUH DOPAN TiO<sub>2</sub> TERHADAP SIFAT FISIK DAN IDENTIFIKASI FASA KERAMIK ZnO-TiO<sub>2</sub>

Udin Chaerudin<sup>1</sup>, Budiarto<sup>2</sup>

<sup>1</sup> P3FT, LIPI, Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang, 15314

<sup>2</sup> P3IB, BATAN, Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang, 15314

### ABSTRAK

**PENGARUH DOPAN TiO<sub>2</sub> TERHADAP SIFAT FISIK DAN IDENTIFIKASI FASA KERAMIK ZnO-TiO<sub>2</sub>.** Pengaruh variasi penambahan TiO<sub>2</sub> pada matriks ZnO terhadap identifikasi fasa, densitas dan kekerasan pada pembuatan bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> telah dilakukan. Campuran 2 serbuk dengan variasi persen molekul ZnO : TiO<sub>2</sub> (95 : 5, 90 : 10, 85 : 15, 80 : 20, dan 75 : 25), dikompaksi dingin 4,5 ton/cm<sup>2</sup>, disinter pada temperatur 1250°C selama 1jam. Karakterisasi hasil pembuatan dilakukan terhadap densitas, kekerasan, dan identifikasi fasa. Hasil analisis difraktogram, menunjukkan bahwa fasa dominasi untuk bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> yang terbentuk adalah fasa β pseudokubik tetragonal ZnO. Hasil analisis sifat fisik menunjukkan bahwa nilai kekerasan dan densitas turun dengan bertambahnya TiO<sub>2</sub> pada matrik ZnO yaitu nilai kekerasan dari 745,7 – 408,6 Hv dan densitas dari 5,52 – 4,83 g/cm<sup>3</sup>.

### ABSTRACT

**THE EFFECT OF TiO<sub>2</sub> DOPANT PHYSIC ON PROPERTIES AND PHASE IDENTIFICATION OF ZnO-TiO<sub>2</sub> CERAMIC.** Study of the influence addition of TiO<sub>2</sub> into ZnO matrix in the fabrication of ZnO-TiO<sub>2</sub> ceramic material have been completed. Synthesis of ZnO-TiO<sub>2</sub> ceramic material was made by using powder metallurgy technique. Mixtures of ZnO-TiO<sub>2</sub> with ratio (95 : 5, 90 : 10, 85 : 15, 80 : 20, and 75 : 25) were pressed at 4,5 ton/cm<sup>2</sup>, sintered at 1250 °C during 1 hour. Characterization of ZnO-TiO<sub>2</sub> ceramic was made for its density, hardness, and the phase identification. Diffractogram analysis shows that pseudocubic tetragonal ZnO dominates the phase of ZnO-TiO<sub>2</sub> ceramic. Physical identity analysis shows that the hardness and density decreases proportionally to the increase of the addition dopant. The result of physically analysis show that hardness value and density decreased with added TiO<sub>2</sub> in ZnO matrix is from 745.7 – 408.6 Hv, and the density was decrease from 5.52 – 4.83 g/cm<sup>3</sup>.

### PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi selalu menuntut dikembangkannya material baru yang diharapkan dapat memenuhi kebutuhan yang ada. Bahan keramik kecerdasan pasif memiliki kemampuan merespon perubahan eksternal dengan cara yang bermanfaat tanpa bantuan perangkat tertentu. Dikatakan kecerdasan pasif karena mekanisme kerjanya antara lain dalam bentuk, swa-perkiraan, swa-pemulihan, swa-pengaturan, dan swa-perbaikan. Sebagai contoh keramik kecerdasan pasif yaitu ZnO. Seng oksida (ZnO) adalah divais elektronik yang fungsi utamanya menahan dan membatasi lonjakan tegangan tinggi akibat sambaran petir dan dapat digunakan berulang kali tanpa rusak. Ketika listrik tegangan tinggi petir menyambar, varistor ZnO akan kehilangan banyak hambatan listrik dan meneruskan arus ke tanah (*ground*). Perubahan hambatan listrik itu dapat bolak-balik dan berperilaku sebagai fenomena proteksi siaga. ZnO sebagai bahan varistor, karena mempunyai

mekanisme swa-perbaikan dimana hubungan non-linier arus - tegangan (I-V) dapat disimpan dengan memberikan pulsa tegangan berulang. Kenon-linieran varistor terjadi karena terbentuknya lapisan di batas butir yang berasal dari zat penambah/penguat<sup>[1-3]</sup>. Peningkatan faktor kenon-linieran varistor terjadi jika perbedaan konduktivitas antara butir dan batas butir semakin besar. Secara teoritis makin tinggi temperatur penyinteran, makin baik densitas dan makin besar ukuran butir ZnO, tetapi merugikan dari segi efisiensi. Penambahan TiO<sub>2</sub> kedalam matriks ZnO dapat menghasilkan tiga kondisi sebagai berikut, *Pertama*, TiO<sub>2</sub> masuk kedalam matriks ZnO dan membentuk larutan padat sempurna baik berupa larutan padat substitusi maupun interstisi; *Kedua*, TiO<sub>2</sub> masuk kedalam matriks ZnO dan tidak membentuk larutan padat sama sekali dengan TiO<sub>2</sub> kemudian tersegregasi di batas butir sebagai fasa kedua; *Ketiga*, TiO<sub>2</sub> masuk kedalam matriks

ZnO dan sebagian darinya membentuk larutan padat sementara sebagian lagi tersegregasi di batas butir sebagai fasa kedua [4]. Pada penelitian ini pembuatan bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> dilakukan dengan menggunakan teknik metalurgi serbuk, yang dimaksudkan agar dicapai pembentukan butir halus, meminimalkan kehilangan bahan, dan menjaga toleransi dimensi. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh penambahan dopan TiO<sub>2</sub> pada matriks ZnO dalam proses pembuatan bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> terhadap uji densitas, kekerasan, dan identifikasi fasa.

## METODOLOGI

### Bahan

Serbuk ZnO 99,9 %, serbuk TiO<sub>2</sub> 99 %, etil alkohol (merck).

### Alat

Hardness Tester (Matsuzawa tipe MXT-50), furnace (KLP600), Difraktometer sinar-x (XD610), Timbangan (Sartorius), Ball Mill, Alat Press dan Perlengkapannya.

### Tata Kerja

Sampel serbuk ZnO dicampur dengan serbuk TiO<sub>2</sub> dengan variasi persen molekul ZnO:TiO<sub>2</sub>, yaitu (95 : 5[ZT1], 90 : 10[ZT2], 85 : 15[ZT3], 80 : 20[ZT4], dan 75 : 25[ZT5]), dan diaduk didalam media etil alkohol selama 30 menit, untuk mengeringkan serbuk campuran kemudian dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 8 jam. Serbuk kedua campuran selanjutnya diaduk dan digerus di dalam cawan untuk menjamin kedua campuran tersebut homogen. Kemudian dikompaksi dengan tekanan 4,5 ton/cm<sup>2</sup> ditahan selama 5 menit masing-masing sampel dengan ukuran diameter 10mm dan tebal 2mm, selanjutnya dikompaksi dingin 4,5 ton/cm<sup>2</sup>, disinter pada temperatur 1250°C selama 1 jam serta didinginkan dengan udara. Sampel yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi terhadap uji kekerasan menggunakan metode Vicker, (ASTM E384-389. HVN= 1,854 P/ D<sup>2</sup>) pembebanan 0,2 Kg selama 40 detik dan uji densitas menggunakan metode Archimedes/ASTM C 20 - 92) dan identifikasi fasa dengan alat difraktometer sinar-x, radiasi CuKα, tegangan : 30 Kv, Arus : 30 mA, panjang gelombang (λ)= 1,505480 Å, metode pengukuran : *step-count*, *preset-time*: 1,0 detik, *scan mode*: *continyu*, *scan speed* : 4°/menit dan daerah sudut pengukuran 2θ = 20-90°. Pengukuran parameter kisi dengan bantuan hukum Bragg :

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda$$

dimana  $d_{hkl}$  adalah jarak antar bidang refleksi,  $\theta$  adalah sudut difraksi,  $n$  adalah orde refleksi dan  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-x. Hubungan antara  $d_{hkl}$  dengan parameter kisi untuk sistem heksagonal :

$$1/d_{hkl}^2 = 4/3 (h^2 + hk + k^2)/a^2 + 1/c^2$$

dimana  $a$ , dan  $c$ , adalah parameter kisi.

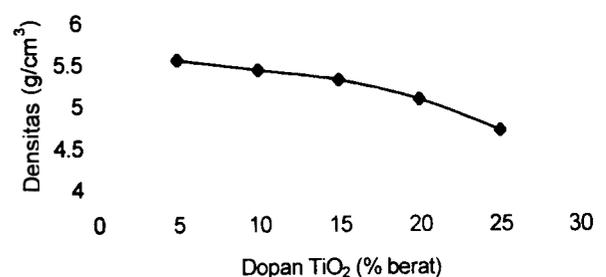
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisis Densitas

Dari pengujian densitas yang dilakukan dihasilkan (Tabel 1 dan Gambar 1). Dari Gambar 1, menunjukkan bahwa dengan penambahan dopan TiO<sub>2</sub> pada ZnO terjadi penurunan densitas, tetapi porositasnya meningkat. Secara umum temperatur sinter yang tinggi berarti akan makin besar pula energi aktivasi yang mendorong terjadinya transformasi massa selama sinter. Hal ini mengakibatkan penurunan tegangan pada interface ZnO-TiO<sub>2</sub> yang juga berarti penurunan tegangan sisa yang terbentuk serta mengakibatkan penyusutan yang terjadi makin kecil, penyusutan yang kecil menyebabkan densifikasi karena volume sampel membesar dan partikel menjadi kurang rapat. Juga disebabkan karena makin tinggi dopan TiO<sub>2</sub> ditambahkan dalam matriks ZnO, maka terjadi penyusutan volum yang makin kecil. Menurut peneliti terdahulu<sup>[5,7]</sup>, menyatakan bahwa penambahan dopan menurunkan konduktivitas listrik ZnO, karena pembawa muatan menjadi lebih sukar mengalir pada ZnO yang ditamahi dopan.

Tabel 1. Data densitas terhadap variasi dopan TiO<sub>2</sub> dari bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub>

Bahan keramik ZnO- TiO <sub>2</sub>	Densitas (g/cm <sup>3</sup> ) terhadap variasi dopan TiO <sub>2</sub> 1250°C	Porositas (%) terhadap variasi dopan TiO <sub>2</sub> 1250°C
ZT1	5,52	6,49
ZT2	5,40	7,11
ZT3	5,28	7,32
ZT4	5,05	7,75
ZT5	4,68	8,38



Gambar 1. Grafik hubungan dopan TiO<sub>2</sub> terhadap densitas dari bahan ZnO-TiO<sub>2</sub>

Hambatan bagi pembawa muatan (arus listrik) datang dari lapisan batas butir yang dibentuk oleh dopan. Lapisan ini terbentuk karena selama pemanasan, dopan tidak larut padat di dalam ZnO tetapi tersegregasi di batas butir dan meleleh. Penambahan dopan telah

meningkatkan harga faktor ke *nonlinearan* ( $\alpha$ ), berarti makin besar  $\alpha$ , semakin meningkatkan kinerja varistor.

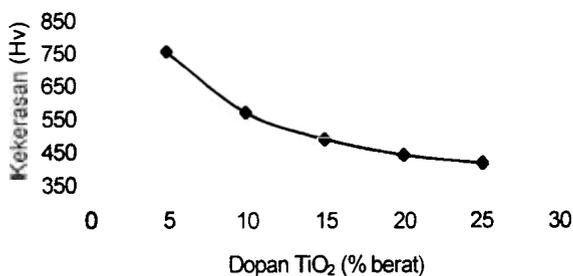
**Analisis Kekerasan**

Hasil pengukuran kekerasan terhadap variasi dopan TiO<sub>2</sub> dari bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> diperlihatkan pada Tabel 2 dan Gambar 2. Tabel 2 berikut ini menunjukkan hasil pengukuran kekerasan (Hv) sampel bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> yang disintering pada temperatur 1250°C dengan waktu 1 jam.

Tabel 2. Data kekerasan terhadap variasi dopan TiO<sub>2</sub> dari bahan keramik ZnO- TiO<sub>2</sub>

Bahan keramik ZnO-TiO <sub>2</sub>	Kekerasan (Hv) terhadap variasi dopan TiO <sub>2</sub> 1250°C
ZT1	745,7
ZT2	559,1
ZT3	478,4
ZT4	431,9
ZT5	408,6

Seperti terlihat Gambar 2, terdapat kecenderungan bahwa kekerasan menurun dengan bertambah dopan TiO<sub>2</sub>. Untuk logam yang tidak memiliki pori kekerasan berbanding terbalik dengan ukuran butir. Pada keramik hubungan ini tidak selalu nampak karena keramik mempunyai porositas. Tinggi rendahnya porositas ini tergantung pada cara sintesanya. Hal ini disebabkan ukuran butir bertambah dengan bertambahnya dopan TiO<sub>2</sub> sedangkan pertambahan butir umumnya diikuti oleh penurunan kekerasan. Menurut peneliti<sup>[6]</sup>, menyatakan bahwa tingkat kekuatan / kekerasan suatu bahan ditentukan oleh kemampuan atom-atom dalam kristal mengalami pengerasan ketika dibebani secara plastis, semakin besar energi yang diperlukan untuk menimbulkan pergeseran atom-atom (dislokasi) tersebut berarti semakin kuat bahan tersebut. Terbentuknya dislokasi serta kondisi pergerakannya didalam kristal dipengaruhi tidak hanya oleh tingkat kerapatan atom dalam kristal, tetapi juga oleh faktor rintangan (*barrier*) yang terjadi dalam kristal terutama pada batas kristal atau batas butir, sehingga pada daerah tersebut susunan atom-atomnya menjadi tidak teratur.

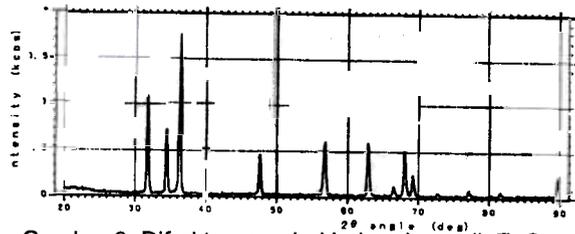


Gambar 2. Hubungan temperatur terhadap kekerasan dari bahan ZnO-TiO<sub>2</sub>

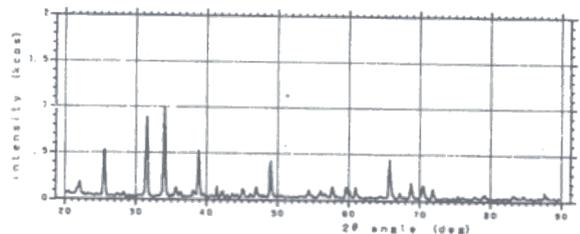
Akibatnya atom-atom pada batas kristal mempunyai mobilitas yang tinggi dibandingkan dengan atom-atom dalam kristalnya. Karena itu bila terjadi deformasi plastis maka dislokasi pada umumnya terjadi dari batas kristal dan kemudian bergerak didalam dan akhirnya berhenti pada batas kristal berikutnya.

**Analisis Identifikasi fasa**

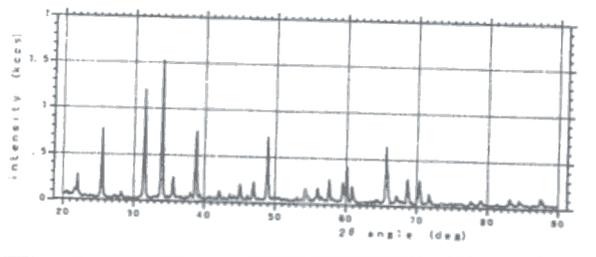
Hasil pengukuran identifikasi fasa dengan difraktometer sinar-x, untuk pola difraksi bahan ZnO, bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> penambahan dopan TiO<sub>2</sub> 5 % mol, dan bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> dan penambahan TiO<sub>2</sub> 25%mol., pada temperatur sinter 1250°C, dapat dilihat pada Gambar 3, 4, dan 5, serta Tabel 3.



Gambar 3. Difraktogram dari bahan keramik ZnO



Gambar 4. Difraktogram dari bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> dopan TiO<sub>2</sub> 5%.



Gambar 5. Difraktogram dari bahan keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> , dopan TiO<sub>2</sub> 25%.

Memfaatkan data standar dari JCPDS <sup>[8,9]</sup>, hasil pengukuran bahan ZnO, mempunyai parameter kisi: a = 3,249858 Å, dan c = 5,205619 Å, dimana ZnO sama sekali tidak mengalami transformasi fasa walaupun walaupun diberikan perlakuan.

Gambar 3, menunjukkan bahwa terdapat beberapa puncak difraksi dari bahan ZnO sebagai matrik. Dari Gambar 4, dan 5, menunjukkan bahwa terdapat beberapa puncak difraksi yang sama, namun beda intensitas puncak difraksinya, serta terdapat empat puncak difraksi yang beda terhadap matrik bahan ZnO yaitu pada sudut 2 θ = 22, 26, 39, dan 49 °. Hal ini disebabkan jumlah atom yang memantulkan sinar-x arah

bidang itu besar, *mozaic spread* dan faktor *preferred orientation* yang kuat [7]. Menurut referensi bahan TiO<sub>2</sub> [8,9], mempunyai parameter kisi: a = 5,139447 Å, dan c = 13,659326 Å, karena jari-jari atom ZnO lebih kecil dari jari-jari atom TiO<sub>2</sub> maka penambahan TiO<sub>2</sub> ke dalam ZnO melalui proses sinter, ternyata tidak menyebabkan berubahnya parameter kisi sehingga hanya terjadi intertisi. Fasa β-TiO<sub>2</sub> memiliki struktur pseudokubik tetragonal dan stabil pada temperatur di atas 1000 °C.

### KESIMPULAN

Dari analisa dapat disimpulkan bahwa, pengaruh temperatur sinter terhadap nilai Kekerasan dan densitas jauh lebih efektif dari pada penambahan TiO<sub>2</sub> ke dalam matriks ZnO. Identifikasi fasa menunjukkan bahwa fasa dominasi untuk keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> yang terbentuk adalah fasa β pseudokubik tetragonal ZnO dan fasa minoritas TiO<sub>2</sub>.

### DAFTAR PUSTAKA

[1]. TATA SURDIA, SHINROKU SAITO, *Pengetahuan Bahan Teknik*, Pradnya Paramita, hal 368-372.  
 [2]. MATSUKO M, *Japane Journal of Applied Physics*, June 1971, 10(6), 736.  
 [3]. DANI GUSTAMAN, BAMBANG A., ENKIR S., *Studi Pengaruh Temperatur penyinteran Terhadap Struktur mikro varistor ZnO-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*

*Menggunakan SEM*, Journal Mikroskopi dan Mikroanalisis, !SSN 1410-5594, 1998, hal.161-165.  
 [4]. DANI GUSTAMAN SYARIF, *Struktur mikro dan sifat mekanik pelet sinter UO<sub>2</sub> murni dan didoping TiO<sub>2</sub>*, Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi 1997, !SSN 1410-2897, 1997, hal.1-5.  
 [5]. DANI GUSTAMAN SYARIF, SAEFUL H., ENKIR S., ARI H., *Pengaruh parameter penyinteran terhadap karakteristik E-J ZnO dan varistor ZnO-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*, Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi III , !SSN 1410-2897, 1998, hal.175-179.  
 [6]. GERMAN R.M., *Sintering Theory and Practice*, Singapore : John Wiley & Sons Inc., 1996.  
 [7]. ENKIR SUKIRMAN DAN DANI GUSTAMAN, *Studi Difraksi sinar-x pada Varistor ZnO yang didoping Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan disinter pada berbagai suhu*, Prosiding Pertemuan Ilmiah Sains Materi III , !SSN 1410-2897, 1998, hal.243-245  
 [8]. MORRIS, M. C., *Powder diffraction Data*, Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS), USA, 1976.  
 [9]. HELEIN, D.H, Etal, *Powder diffraction File Alphabetical Indexes, Inorganic Phases*, Set 1-45, ICDD, Pennsylvania 19073- 3273, USA  
 [10]. GERMAN R.M., *Sintering Theory and Practice*, Singapore : John Wiley & Sons Inc., 1996.  
 [11]. ENKIR SUKIRMAN DAN DANI GUSTAMAN, *Studi Kristalografi Varistor ZnO yang didoping Oksida Bi, Al, Nb, dan Mn*, Journal Sains Materi Indonesia, Vol.1, N0.1, Oktober 1999, hal.29-35.

Tabel 3. Data hasil pengukuran dengan difraksi sinar-x pada variasi dopan TiO<sub>2</sub> pada bahan keramik ZnO- TiO<sub>2</sub>

Bahan keramik ZnO			Penambahan TiO <sub>2</sub> (5%)			Penambahan TiO <sub>2</sub> (25%)		
2θ	d (Å)	h k l	2θ	d (Å)	h k l	2θ	d (Å)	h k l
36,296	2,518	(104)	36,341	2,509	(104)	36,285	2,511	(104)
33,952	2,638	(002)	33,960	2,632	(002)	33,895	2,608	(002)
31,567	2,831	(100)	31,567	2,833	(100)	31,583	2,811	(100)
25,495	3,490	(012)	25,495	3,489	(012)	25,463	3,370	(012)

### TANYA - JAWAB

Penanya : Mohammad Ramlan (UPT-LSDE, BPPT)

Aplikasi bahan yang dibuat pada penelitian ini.?

2. Penelitian ini akan mengembangkan keahlian dibidang kimia elektronik, apakah ada rencana untuk pengembangan bidang diatas.? Bagaimana sosialisasi produk bahan ini.?

Jawaban

Aplikasi dari bahan Keramik ZnO-TiO<sub>2</sub> adalah sebagai bahan dasar varistor. Varistor adalah salah satu komponen yang dapat digunakan untuk melindungi alat elektronik maupun listrik dari bahaya tegangan berlebihan (*Over voltage*) dan petir, dan untuk keperluan stabilisasi tegangan.

2. Ada. Sosialisasi produk ini, baru dalam seminar ini.