

ANALISIS STRUKTUR DAN MIKROSTRUKTUR FASA TUNGGAL (Mg_{0,9}Zn_{0,1})TiO₃/Bi₂O₃

Dwi Ika Yulianti¹, Frida Ulfah Ermawati²

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya

Email: dwiylulianti@mhs.unesa.ac.id¹, frida.ermawati@unesa.ac.id²

Abstrak

Telah dilakukan sintesis serbuk (Mg_{0,9}Zn_{0,1})TiO₃ (disingkat MZT01) dengan metode pencampuran larutan, dengan bahan awal berupa serbuk logam Mg, Zn, dan Ti (Merck). Serbuk MZT01 dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 2 jam. Hasil uji XRD menunjukkan bahwa serbuk MZT01 mempunyai struktur yang terdiri dari fasa MgTiO₃ sebagai fasa utama dan MgO serta TiO₂ sebagai fasa sekunder. Telah dilakukan penambahan 2 wt % Bi₂O₃ ke dalam sampel MZT01 kemudian kedua bahan tersebut dicampur menggunakan *ball mill* dengan kecepatan 500 rpm selama 2 jam dan disinter pada suhu 1000 °C selama 2 jam, sedangkan untuk MgTiO₃ tanpa penambahan Bi₂O₃ disinter pada temperatur 1400 °C selama 4 jam. Analisis struktur dilakukan dengan uji XRD menggunakan alat *Bragg-Brentano Philips X'pert Diffractometer* dan hasilnya menunjukkan bahwa setelah ditambahkan 2 wt % Bi₂O₃, struktur sampel MZT01 tersebut dibangun oleh hanya fasa MgTiO₃ saja. Dengan kata lain, telah dihasilkan fasa tunggal MgTiO₃. Analisis mikrostruktur dilakukan pada sampel MZT01 + 2 wt % Bi₂O₃ dengan uji TEM menggunakan alat Hitachi 7700, diperoleh ukuran butir berkisar antara 25-40 nm. Dapat disimpulkan bahwa penambahan 2 wt % Bi₂O₃ dapat menurunkan suhu sinter dan tidak mempengaruhi struktur maupun mikrostruktur dari MgTiO₃, sehingga menghasilkan fasa tunggal MgTiO₃ dengan ukuran butir yang masih dalam orde nano.

Kata Kunci : metode pencampuran larutan, Struktur, Mikrostruktur, MZT01, MgTiO₃, Bi₂O₃.

Abstract

Synthesis of (Mg_{0,9}Zn_{0,1})TiO₃ (abbreviated MZT01) had been carried out by liquid mixing method from Mg, Zn, and Ti (Merck) metal powders. MZT0, MZT01 powders was calcined at 550 °C for 2 hours. The XRD results showed that MZT01 550 powders have the structure of MgTiO₃ as the major phase and MgO and TiO₂ as the minor phases. 2 wt % Bi₂O₃ was added into MZT01 sample and mixed using a ball mill with a speed of 500 rpm for 2 hours and sintered at a temperature of 1000 °C for 2 hours, while for MgTiO₃ without Bi₂O₃ addition was sintered at 1400 °C for 4 hours. Structural analysis had been carried out by XRD using the *Bragg-Brentano Philips X'pert Diffractometer* and the results showed that after the addition of 2 wt % Bi₂O₃, the structure of the sample was built by the MgTiO₃ phase. In other words, a single phase MgTiO₃ has been produced. Microstructure analysis had been carried out on MZT01 + 2 wt % Bi₂O₃ samples using *Transmission Electron Microscope* (Hitachi 7700). It was obtained that the grain size in the range of 25-40 nm. It can be concluded that the addition of 2 wt % Bi₂O₃ reduced the sintered temperature, but at the same time Bi₂O₃ presence does not affect the structure or microstructure of the sample, resulting in a single phase MgTiO₃ with grain size in the nano order.

Key Words: liquid mixing method, structure, microstructure, MZT01, MgTiO₃, Bi₂O₃.

PENDAHULUAN

Dalam beberapa dekade terakhir, teknologi dalam bidang komunikasi seluler berkembang dengan pesat. Bahan dielektrik keramik berbasis MgTiO₃ telah dikenal sebagai bahan yang potensial untuk aplikasi sistem komunikasi seluler dan satelit (ponsel, pemancar, filter, resonator, multilayer pada kapasitor tipe 1 dan *global positioning system* (GPS)) yang bekerja pada daerah frekuensi gelombang mikro (3 GHz – 300 GHz) (Wu et al., 2013). Atas dasar potensi tersebut, maka riset dan pengembangan fabrikasi bahan dielektrik keramik MgTiO₃ telah berkembang pesat guna menjawab kebutuhan dalam bidang telekomunikasi seluler. MgTiO₃ memiliki nama mineral *Geikelite* dan *space group* R-3 serta file difraksi serbuk (*Powder Diffraction File*, PDF) pada database dengan No. 6-494.

MgTiO₃ dapat dihasilkan melalui proses sintesis dengan beberapa macam metode. Salah satu diantaranya adalah metode *hydrothermal mechanical-chemical complexation* seperti yang dilaporkan oleh Baek (1996). Baek mendeteksi fasa MgTiO₃ (PDF No. 6-494) sebagai fasa utama dan MgTi₂O₅ (PDF No. 0009836) sebagai

fasa sekunder setelah serbuk prekursor dikalsinasi pada suhu 900 °C. MgTiO₃ sebagai fase utama juga telah dihasilkan dari metode *solid state reaction* oleh (Sreedhar et al.,2002) , (Zhou et al.,2007) , (Belnou et al.,2008), dan (Zhang et al.,2010), masing-masing dengan suhu kalsinasi berturut – turut yaitu 1200 °C, 1100 °C, 1000 °C, dan 850 °C. Semua hasil penelitian di atas menunjukkan bahwa kalsinasi hingga suhu 1200 °C masih menyisakan fasa sekunder MgTi₂O₅ dalam sampel.

Berikutnya adalah metode sol-gel (Zhang et al., 2010) dan (Wu et al., 2013). Diperoleh bahwa fasa MgTiO₃ mulai terbentuk pada suhu kalsinasi 500 °C. Meskipun metode ini mampu menghasilkan fasa MgTiO₃ pada suhu kalsinasi yang rendah, namun demikian fasa sekunder MgTi₂O₅ masih terdeteksi. Keberadaan dari fasa sekunder MgTi₂O₅ tersebut *merugikan* karena dapat menurunkan karakteristik dielektrik konstan atau permitivitas sistem MgTiO₃ (ϵ_r).

Terdapat metode sintesis alternatif lain yang telah dilaporkan yang mampu menghasilkan fasa MgTiO₃ pada suhu kalsinasi yang rendah (550°C) tanpa adanya

kehadiran fasa sekunder MgTi₂O₅, yaitu metode pencampuran larutan. Metode tersebut telah dilaporkan oleh Pratapa dkk., (2012) yang mampu menghasilkan produk MgTiO₃ pada suhu kalsinasi 800°C tanpa adanya kehadiran fasa sekunder. Kemudian Ermawati et al., (2015) melaporkan hasil sintesis (Mg_{0,8}Zn_{0,2})TiO₃ dengan suhu kalsinasi 550°C tanpa adanya fasa sekunder.

Pada penelitian Ermawati et al., (2016), Zn digunakan sebagai *dopant* pada sistem (Mg_{1-x}Zn_x)TiO₃. Ternyata diperoleh hasil bahwa *dopant* Zn mampu menurunkan temperatur kalsinasi dari 700 °C pada sistem MgTiO₃ tanpa doping Zn menjadi 550 °C pada sistem (Mg_{1-x}Zn_x)TiO₃. Namun suhu sinter yang diperlukan untuk membentuk keramik (Mg_{1-x}Zn_x)TiO₃ masih tinggi yaitu 1400 °C.

Guna menurunkan suhu sinter yang masih tinggi pada proses fabrikasi bahan keramik MgTiO₃ seperti yang tersebut di atas, dibutuhkan zat atau *dopant* lain yang mempunyai titik leleh rendah sehingga ketika titik leleh bahan tersebut dicapai selama proses sinter berlangsung, maka bahan tersebut akan berubah menjadi fasa cair (liquid) dan fasa cair tersebut akan mengisi pori-pori yang ada di antara batas butir MgTiO₃. Terisinya pori dapat mempercepat proses pemadatan bahan MgTiO₃. Dengan demikian, proses pemadatan bahan MgTiO₃ dapat dipenuhi pada suhu yang lebih rendah akibat penambahan doping bahan yang memiliki titik leleh rendah.

Bahan- bahan yang digunakan untuk menurunkan suhu sinter telah diuji coba oleh beberapa peneliti, antara lain oleh Belnou et al., (2005) yang menggunakan bahan Bi₂O₃-TiO₂ dengan titik leleh 622 °C untuk menurunkan suhu sinter MgTiO₃ dari 1350 °C menjadi 960 °C, namun terbentuk fasa baru Bi₄Ti₃O₁₂. Hsieh et al., (2005) melaporkan bahwa penambahan Bi₂O₃ dapat menurunkan suhu sinter pada sistem (Zn_xMg_{1-x})TiO₃ dari 1300 °C menjadi 1000 °C tanpa munculnya fasa impuritas. Kemudian Zhou et al., (2007) melaporkan bahwa penambahan ZnNb₂O₆ dapat menurunkan suhu sinter dari 1400 °C menjadi 1300 °C tanpa munculnya fasa baru, namun penggunaan ZnNb₂O₆ kurang efektif karena titik lelehnya tinggi yaitu 1100 °C. Fu Yang et al., (2007) melaporkan bahwa penambahan Bi₂O₃ (820 °C) dapat menurunkan suhu sinter SrBi₂Ta₂O₉ dari 1160 °C menjadi 1040 °C tanpa adanya fasa impuritas. Kemudian Wang et al., (2012) melaporkan bahwa suhu sinter MgTiO₃ dapat diturunkan menjadi 900 °C akibat penambahan B₂O₃ (450 °C), namun penambahan B₂O₃ menyebabkan munculnya fasa (MgTi)₂(BO₃)O. Ermawati et al., (2015) juga melaporkan bahwa penambahan V₂O₅ (690 °C) pada sistem (Mg_{0,8}Zn_{0,2})TiO₃ dapat menurunkan suhu sinter dari 1400 °C menjadi 1100 °C tanpa kehadiran fasa impuritas.

Berdasarkan uraian latar belakang di atas dan untuk menindaklanjuti hasil pekerjaan Ermawati et al., (2016), Penulis bermaksud untuk mempelajari pengaruh pemberian bahan Bi₂O₃ (*Bismuth Oxide*) dengan persen berat tertentu pada sistem (Mg_{1-x}Zn_x)TiO₃ untuk x = 0, 0,1 dan 0,3 terhadap struktur dan mikrostruktur sistem (Mg_{1-x}Zn_x)TiO₃. Bi₂O₃ digunakan karena jika dibandingkan dengan bahan-bahan lain dan dapat

menurunkan suhu sinter hingga 1000 °C tanpa adanya fasa impuritas yang terbentuk.

METODE

A. Material

Pada penelitian ini, bahan awal yang digunakan adalah serbuk logam Mg, Zn, dan Ti (*Merck*) dan HCl 37 % 12 M.

B. Preparasi Sampel

Serbuk MZT01 disintesis menggunakan metode pencampuran larutan (*liquid mixing method*). Serbuk logam Mg, Zn, dan Ti dilarutkan ke dalam pelarut HCl. Proses pelarutan serbuk logam dengan HCl menghasilkan larutan MgCl₂, ZnCl₂, dan TiCl₄ yang kemudian semuanya dicampur dan diaduk secara konstan selama 2 jam hingga homogen, kemudian dilakukan pengeringan di atas hot plate pada rentang suhu 100-110 °C hingga mengering (kering).

C. Karakterisasi Sampel

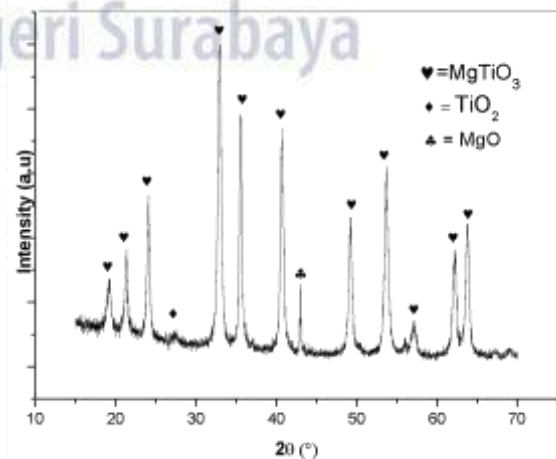
Serbuk MZT01 hasil sintesis dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 2 jam. Serbuk hasil kalsinasi ditambahkan 2 % wt Bi₂O₃ dan disinter pada suhu 1000 °C selama 2 jam. Dilakukan karakterisasi XRD pada MZT01 hasil kalsinasi dan sinter untuk mengetahui fasa-fasa yang teridentifikasi dalam sampel menggunakan alat *Bragg-Brentano Philips X'pert Diffractometer* dengan radiasi Cu-Kα dengan rentang sudut 15-70 ° dengan langkah 0,02 °/menit dan posisi *zero detector* 0,023. Uji TEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dan ukuran butir dari suatu sampel menggunakan alat *Hitachi 7700* dengan tegangan inut sebesar 100 kV, diameter cincin 3,05 mm, dan resolusi (kisi) sebesar 0,204 nm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Identifikasi Fasa Serbuk MZT01

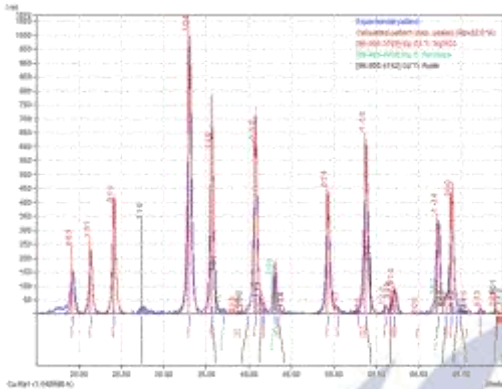
Identifikasi Fasa Serbuk MZT01 Hasil Kalsinasi 550 °C

Identifikasi fasa atau analisis kualitatif dilakukan menggunakan program *Match!* Gambar 1 menunjukkan pola XRD serbuk MZT01 kalsinasi pada suhu 550 °C yang telah diinput ke program *Match!*. Proses identifikasi fasa dilakukan dengan cara mencocokkan puncak-puncak difraksi yang sesuai yang ada pada *database Powder Diffraction File (PDF) Match!*



Gambar 1. Pola XRD serbuk MZT01 hasil kalsinasi pada suhu 550 °C.

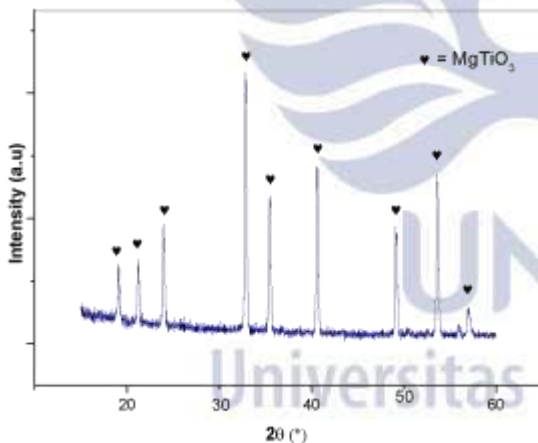
Gambar 1 menunjukkan pola XRD dari MZT01. Pada gambar tersebut, puncak difraksi dengan simbol ♥ menyatakan puncak-puncak difraksi milik $MgTiO_3$, sedangkan simbol ♣ menyatakan puncak-puncak difraksi milik MgO , dan simbol ♦ menyatakan puncak milik TiO_2 .



Gambar 2. Hasil identifikasi fasa untuk serbuk MZT01 hasil kalsinasi pada suhu 550 °C.

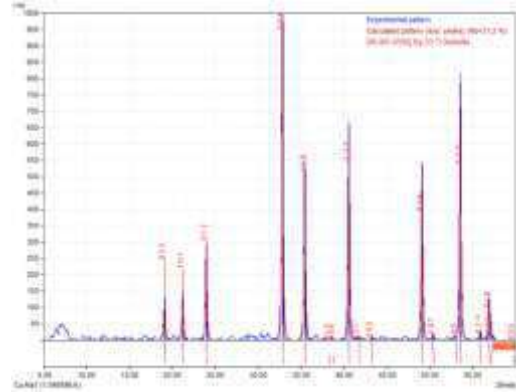
Gambar 2 menunjukkan hasil identifikasi fasa serbuk MZT01. Dapat dilihat pada gambar bahwa serbuk MZT01 strukturnya terdiri atas fasa utama $MgTiO_3$ (No. PDF 06-0494) dan MgO (No. PDF 45-0946) serta TiO_2 (No. PDF 448-453) sebagai fasa sekunder. Munculnya fasa sekunder MgO dan TiO_2 disebabkan karena reaksi pembentukan $MgTiO_3$ belum terjadi secara sempurna, sehingga masih menyisakan sedikit MgO dan TiO_2 .

Identifikasi Fasa Serbuk MZT01+ 2 %wt Bi_2O_3 Disinter Pada 1000 °C



Gambar 3. Pola XRD Serbuk MZT01 + 2 %wt Bi_2O_3 Disinter 1000 °C.

Gambar 3 menunjukkan pola XRD dari MZT01 + 2 %wt Bi_2O_3 . Pada gambar tersebut, puncak difraksi dengan simbol ♥ menyatakan puncak-puncak difraksi milik $MgTiO_3$. Dapat dilihat bahwa serbuk MZT01 + 2 %wt Bi_2O_3 tersusun atas fasa tunggal $MgTiO_3$. Hal ini mengindikasikan bahwa Bi_2O_3 yang berperan sebagai bahan *liquid additive agent* (LAA) telah mencair secara sempurna sehingga tidak terdeteksi pada pola XRD sampel MZT01 + 2 %wt Bi_2O_3 . Ini berarti bahwa penambahan Bi_2O_3 tidak berpengaruh terhadap struktur $MgTiO_3$ yang terbentuk.



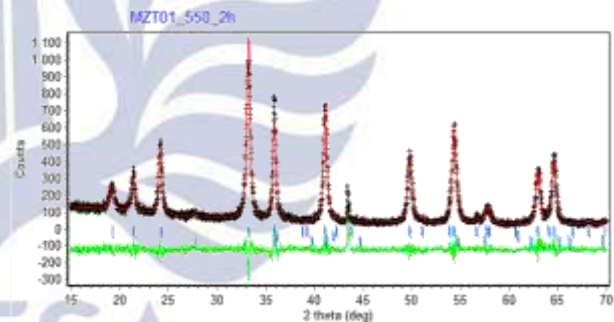
Gambar 4. Identifikasi fasa serbuk MZT01 + 2 % wt Bi_2O_3 hasil sinter pada suhu 1000 °C.

Gambar 4 menunjukkan hasil identifikasi fasa serbuk MZT01 + 2 %wt Bi_2O_3 . Dapat dilihat pada gambar bahwa serbuk MZT01+ 2 %wt Bi_2O_3 strukturnya terdiri atas fasa $MgTiO_3$ (No. PDF 06-0494) saja. Dapat disimpulkan bahwa penambahan Bi_2O_3 tidak mempengaruhi struktur dari $MgTiO_3$.

B. Analisis Komposisi Fasa Serbuk MZT01

Analisis komposisi fasa dilakukan untuk serbuk MZT01 hasil kalsinasi 550 °C dan serbuk MZT01 + 2 %wt Bi_2O_3 hasil sinter 1000 °C.

Analisis Komposisi Fasa Serbuk MZT01 Kalsinasi 550 °C



Gambar 5. Hasil penghalusan *Rietveld* dengan program *Rietica* untuk sampel MZT01 pada suhu kalsinasi 550 °C (FoM: $GoF=2,201$; $R_p= 10,155$; dan $R_{wp}= 13,825$; $R_{exp}= 9,32$).

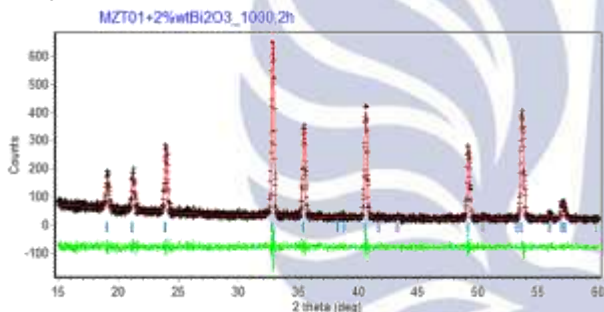
Seperti yang terlihat pada Gambar 5, simbol “+” menunjukkan pola difraksi terukur (eksperimen), sedangkan garis merah menunjukkan pola difraksi terhitung (model), garis hijau menunjukkan selisih intensitas antara pola difraksi terukur dengan pola difraksi terhitung. Garis- garis tegak kecil berwarna biru menunjukkan posisi puncak-puncak *Bragg* untuk semua fasa yang telah teridentifikasi berdasarkan program *Match!*. Tabel 1 menunjukkan rekapitulasi hasil penghalusan *Rietveld* untuk sampel MZT01 hasil kalsinasi 550 °C.

Tabel 1. Data komposisi fasa pada serbuk MZT01 550 °C

Parameter		Fasa Yang Teridentifikasi Pada Sampel		
		MgTiO ₃	MgO	TiO ₂
Parameter Kisi (Å)	a=b	4,992	-	4,524
	c	13,724	-	2,977
	a=b=c	-	4,295	-
Volume sel satuan (Å)		296,22 ± 0,04	79,27 ± 0,01	60,96 ± 0,01
% molar		99,50 ± 0,85	-0,66 ± 0,31	1,16 ± 0,34
Densitas (g.cm ⁻³)		4,041	3,376	4,351

Dapat dilihat pada Tabel 1 bahwa serbuk MZT01 550 tersusun atas fasa MgTiO₃, MgO, dan TiO₂. Adapun persentase molar untuk fasa MgTiO₃ adalah sebesar (99,50 ± 0,85) %, persentase molar untuk fasa MgO adalah sebesar (-0,66 ± 0,31) %, sedangkan persentase molar untuk fasa TiO₂ adalah sebesar (1,16 ± 0,34) %. Besarnya persentase molar fasa MgTiO₃ mengindikasikan bahwa pada suhu kalsinasi 550 °C telah mampu dihasilkan MgTiO₃ hampir tunggal.

Analisis Komposisi Fasa Serbuk MZT01 + 2 %wt Bi₂O₃ Disinter 1000 °C



Gambar 6. Hasil penghalusan Rietveld dengan program Rietica untuk sampel MZT01+2 %wt Bi₂O₃ yang disinter pada 1000 °C (FoM: GoF= 1,262; R_p= 11,728; dan R_{wp}= 15,976; R_{exp}= 14,23).

Gambar 6 menunjukkan hasil penghalusan Rietveld untuk serbuk MZT01+ 2 %wt Bi₂O₃. Rekapitulasi hasil penghalusan Rietveld untuk sampel tersebut di atas, ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil penghalusan Rietveld untuk sampel MZT01+ 2 %wt Bi₂O₃ (1000 °C).

Parameter		Fasa Yang Teridentifikasi Pada Sampel
		MgTiO ₃
Parameter Kisi (Å)	a=b	5,054
	c	13,896
Volume sel satuan (Å)		307,42 ± 0,12
% molar		100
Densitas (g.cm ⁻³)		3,705

Berdasarkan Tabel 2 di atas, diperoleh informasi bahwa serbuk MZT01 + 2 %wt Bi₂O₃ memiliki struktur

yang dibangun oleh fasa MgTiO₃ saja. Hal ini dapat dilihat dari nilai persen molar sampel di atas yaitu sebesar 100 % MgTiO₃.

Tidak adanya fasa yang mengandung Bi₂O₃ pada sampel setelah serbuk MZT01 ditambahkan 2 % wt Bi₂O₃, mengindikasikan bahwa selama proses sinter berlangsung bahan Bi₂O₃ yang berperan sebagai bahan liquid additive agent (LAA) telah berubah menjadi fasa cair ketika titik leleh bahan Bi₂O₃ telah dicapai yaitu pada 820 °C. Fasa cair tersebut masuk ke dalam pori-pori yang ada di antara batas butir MgTiO₃. Terisinya pori oleh fasa cair menyebabkan proses pemadatan bahan MgTiO₃ terjadi lebih cepat dengan suhu sinter yang lebih rendah yaitu 1000 °C jika dibandingkan dengan proses pemadatan dan temperatur sinter bahan MgTiO₃ tanpa penambahan bahan Bi₂O₃ yaitu 1400 °C pada penelitian Ermawati et al., (2015). Dan penambahan Bi₂O₃ tidak menyebabkan perubahan terhadap struktur MgTiO₃.

C. Analisis Mikrostruktur

Analisis mikrostruktur dilakukan dengan menggunakan uji TEM yang bertujuan untuk mengetahui morfologi dan ukuran butir sampel dalam hal ini MgTiO₃. Adapun hasil dari karakterisasi uji TEM ditunjukkan oleh Gambar 7.



Gambar 7. Hasil uji TEM sampel MZT01 + 2 %wt Bi₂O₃ yang disinter pada suhu 1000 °C.

Gambar 7 menunjukkan bahwa pada sampel ini masih mengalami aglomerasi, ukuran butir sampel dapat dihitung dengan memilih butir A seperti yang ditunjuk pada Gambar 7 dimana butir tersebut berbentuk bulat dan transparan yang mengindikasikan bahwa butir tersebut tunggal. Dengan menggunakan software imageJ, diperoleh ukuran butir A adalah berkisar antara 25-40 nm. Ukuran butir pada sampel MZT01 + 2 %wt Bi₂O₃ masih berukuran nano, hal ini karena suhu sinter yang rendah sehingga butir-butir MgTiO₃ belum mengalami peristiwa grain growth secara signifikan.

PENUTUP

Simpulan

1. Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa sintesis serbuk MZT01 dengan metode pencampuran larutan dapat menghasilkan fasa MgTiO₃. Struktur serbuk MZT01 yang dikalsinasi pada suhu 550 °C dibangun oleh MgTiO₃ sebagai fasa utama dan sisanya MgO serta TiO₂. Fasa MgTiO₃ terbentuk dengan persentase molar sebesar 99,50 ± 0,85 %. Setelah serbuk MZT0,

MZT01, dan MZT03 ditambahkan 2 %wt Bi₂O₃ kemudian disinter pada suhu 1000 °C, diperoleh hasil bahwa struktur dari serbuk MZT01 tersusun atas fasa tunggal MgTiO₃. Tidak muncul senyawa baru Bi₂O₃ setelah proses sinter mengindikasikan bahwa semua Bi₂O₃ telah berubah menjadi fasa cair dan membantu proses pemadatan MgTiO₃, sehingga dapat dikatakan bahwa penambahan Bi₂O₃ tidak mempengaruhi struktur MgTiO₃.

2. Karakterisasi TEM dilakukan pada sampel MZT01 + 2 %wt Bi₂O₃, diperoleh ukuran butir pada sampel tersebut berkisar antara 25 – 40 nm.
3. Penambahan Bi₂O₃ ke dalam serbuk MZT01 setelah dikalsinasi, dapat menurunkan suhu sinter MgTiO₃ dari 1400 °C jika tanpa penambahan Bi₂O₃ menjadi 1000 °C tanpa adanya fasa impuritas Bi₂O₃ dan tanpa pertumbuhan butir yang signifikan.

Saran

Perlu dilakukan pengujian densitas pada sampel MZT01 yang telah ditambahkan Bi₂O₃ dan disinter pada suhu 1000 °C untuk mengetahui pengaruh pemberian Bi₂O₃ terhadap densitas sampel MZT01, sehingga nilai densitasnya dapat dibandingkan dengan nilai densitas yang dihitung menggunakan program *Rietica*.

DAFTAR PUSTAKA

- Baek, Jong-Gab, Isobe, Tetsuhiko, and Senna, Mamoru. 1996. Mechanochemical effects on the precursor formation and microwave dielectric characteristics of MgTiO₃. *Solid State Ionic*, **90**, 269-279.
- Belnou, Florent, Bernard, Jerome, Houviet, David, Marie Haussonne, Jean. 2005. Low temperature sintering of MgTiO₃ with bismuth oxide based additions. *Journal of the European Ceramic Society*, **25**, 2785-2789.
- Belnou, Florent, Bernard, Jerome, Houviet, David, Marie Haussonne, Jean. 2008. Synthesis of Pure MgTiO₃ by optimizing mixing/grinding condition of MgO+TiO₂ powders. *J. Mater. Process.Technol.*, **199**, 150-155.
- B. Hunter, Rietica. 1998. A Visual Rietveld Program Newsletter of International Union of Crystallography, Commission on Powder Diffraction, 21.
- Bhuyan, Ranjan K, Thatikonda, S. Kumar, Dobbidi, Pamu, and Ajit, R. James. 2013. "Structural and Microwave Dielectric Properties of Mg₂TiO₄ Ceramics Synthesized by Mechanical Method". *International Journal of Applied Ceramic Technology* 10 (September): E18–24. <https://doi.org/10.1111/j.1744-7402.2012.02823.x>.
- Callister, William D. 2007. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 7th ed. New York: John Wiley & Sons.
- Ce, Shen Guo, Hua, Su, Wu, Zhang Huai, Lan, Jing Yu, and Tanf Xiao Li. 2013. The low-temperature sintering and microwave dielectric properties of (Zn_{0,7}Mg_{0,3})TiO₃ ceramics with H₃BO₃. *Chin. Phys. B*, **22**(8) 087801.
- Chiang, Y-M. 1997. *Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering*. New York: Canada John Wiley & Sons, Inc, Toronto.
- Ermawati, Frida U., Suasmoro, S., Suminar Pratapa. 2015. A simple dissolved metals mixing route to prepare nanostructured Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO₃ solid solution. *Advanced Materials Research*, **1112**, 47-52.
- Ermawati, Frida U., Pratapa, Suminar, Suasmoro, Suasmoro, Hubert, Thomas, and Ulrich Banach. 2016. Preparation and structural study of Mg_{1-x}Zn_xTiO₃ ceramics and their dielectric properties from 1 Hz to 7,7 GHz. *J. Mater Sci: Mater Electron*, **27**, 6637-6645.
- Ermawati, Frida U. 2017. *Fisika Bahan Keramik*. Surabaya: Unipress Surabaya.
- Ermawati, Frida U., and S. Suasmoro. 2017. Dilatometric shrinkage study on magnesium titanate-based ceramic systems. *Journal of Physics: Conference Series*, **997**, 012005.
- Ermawati, Frida U. 2018. *Difraksi Sinar-X.Surabaya: Teori dan Analisis Data Eksperimen*: Unipress Surabaya.
- Ferreira,V.M., and Baptista,J.L. 1994. Preparation and microwave dielectric properties of pure and doped magnesium titanate ceramics. *Material Research Bulletin*, **29**(10), 1017-1023.
- Fu Yang, Cheng, Jung Huang, Chien, Chen Dino, Chien, Hua Chung, Ho, Shou Cheng, Ping, Yuan Kung, Cheng. 2007. Effect of excess Bi₂O₃ on the sintering and dielectric properties of SrBi₂Ta₂O₉ ceramics. *Journal Material and Science*.
- German, R.M., P.Suri, and S.J. Park. 2009. Review: Liquid phase sintering. *Journal of Material Science*, **44**(1), 1-39.
- Liang Hsieh, Ming, Shan Chen, Lih, Ming Wang, Shu, Hao Sun, Chian, Hung Weng, Min, Phon Houng, Mau, and Li Fu, Shen. 2005. Low-Temperature Sintering of Microwave Dielectrics (Zn,Mg)TiO₃. *Japanese Journal of Applied Physics*, **44**(7A), 5045-5048.
- Imamah, Nur Azizah, Ermawati, Frida Ulfah. 2018. Analisis Struktur dan Komposisi Fasa Serta Distribusi Ukuran Partikel Serbuk ZnTiO₃ Hasil Preparasi Dengan Metode Pencampuran Larutan. *Jurnal Inovasi Fisika (IFI)*, **07**(02), 83-86.
- Kiran, S. Roopas, Sreenivasulu, G., Murthy, V.R.K, Subraiman, V., and Murty, B.S. 2012. Effect of Grain Size on the Microwave Dielectric

- Characteristics of High-Energy Ball-Milled Zinc Magnesium Titanate Ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, **95**(6), 1973-1979.
- Kim, Eung Soo, and Seock No Seo. 2010. Evaluation of microwave dielectric properties of MgO-TiO₂ system by dielectric mixing rules. *Journal of the Korean Ceramic Society*, **47**(2), 163-168.
- Liang Hsieh, Ming, Shan Chen, Lih, Chen Hsu, Hsiang, Wang, Shuming, Phon Houn, Mau, Li Fu, Shen. 2008. Effect of oxide additives on the low temperature sintering of dielectrics (Zn,Mg)TiO₃. *Materials Research Bulletin*, **43**, 3122-3129.
- Min, Mi Ra, Kim, Jae Hoon, and Eun Kyu Kim. 2006. Electrical Properties of V₂O₅ (Vanadium Pentoxide) Nanowires. *Journal of the Korean Physical Society*, **49**(3), 1097-1100.
- Pratapa, Suminar. 2008. *Analisis Rietveld*. Bahan kuliah dan pelatihan analisis data difraksi dengan metode Rietveld. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS).
- Pratapa, Suminar dan Angela, Riyan. 2012. Sintesis MgTiO₃ dengan variasi temperatur kalsinasi menggunakan metode pencampuran larutan. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, **1**(1), ISSN: 2301-928X.
- Rahaman, M.N. 2003. *Ceramic Processing and Sintering*. Second Edition. New York: CRC Press, Taylor & Francis Group.
- Sreedhar, K., Pavvarska. 2002. Synthesis of MgTiO₃ and Mg₄Nb₂O₉ using stoichiometrically excess MgO. *Mater. Lett.*, **53**, 452.
- Shin, Hyunho, Kyun Shin, Hee, Suk Jung, Hyun, Yong Cho, Seo, and Kug Sun Hong. 2005. Phase evolution and dielectric properties of MgTi₂O₅ ceramic sintered with lithium borosilicate glass. *Material Research Bulletin*, **40**, 2021-2028.
- Silvestroni, L.M. 2009. Development and Characterization of Non-Oxide Ceramic Composites for Mechanical and Tribological Applications. *Doctorate Dissertation*: University of Bologna.
- Wang, Huanping, Yang, Qinghua, Li, Denghao, Huang, Lihui, Zhao, Shilong, and Xu, Shiqing. 2012. Sintering Behavior and Microwave Dielectric Properties of MgTiO₃ Ceramics Doped with B₂O₃ by Sol-Gel Method. *J. Mater. Sci. Technol.*, **28**(8), 751-755.
- 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 MgTiO₃ ceramics. *Journal of Electronic Materials*, **42**(3), doi:10.1007/s11664-012-2349-2.
- Wu, Shunhua, Wei, Xuesong, Wang, Xiaoyong, Yang, Hongxing, and Shunqi Gao. 2010. Effect Bi₂O₃ additive on the microstructure and dielectric properties of BaTiO₃-based ceramics sintered. *J. Mater. Sci. Technol.*, **26**(5), 472-476.
- Zahro, Sakinatus, Ermawati, Frida U.. 2018. Analisis struktur dan komposisi fasa serbuk Mg₂TiO₄. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, **07**(02), 63-66.
- Zhang, Shuren, Tang, Bin, Zhou, Xiaohua, Deng, Chao, and Shengquan Yu.. 2010. Preparation of pure MgTiO₃ powders and the effect of the ZnNb₂O₆-dope onto the property of MgTiO₃-based ceramics. *Journal Alloy and Compound*, **492**, 461.
- Zhou, Xiaohua, Yuan, Ying, Xiang, Longcheng, and Yong Huang. 2007. Synthesis of MgTiO₃ by solid state reaction and characteristics with addition. *Journal*