



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SINTESIS BAHAN KERAMIK $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$
SEBAGAI BAHAN DIELEKTRIK DENGAN METODE
PENCAMPURAN ATTRITOR**

SEFRILITA RISQI ADIKANING RANI
NRP 11 12 100 001

Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Suasmoro, DEA

JURUSAN FISIKA
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2016



FINAL PROJECT - SF 141501

***Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO₃ CERAMICS SYNTHESIZE AS
DIELECTRIC MATERIAL BY ATTRITOR MILL
MIXING METHODS***

SEFRILITA RISQI ADIKANING RANI
NRP 11 12 100 001

Advisor
Prof. Dr. Suasgoro, DEA

Department of Physics
Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2016

**SINTESIS BAHAN KERAMIK $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$
SEBAGAI BAHAN DIELEKTRIK DENGAN
METODE PENCAMPURAN ATTRITOR**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains

Pada

Jurusan Fisika

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

SEFRILITA RISQI ADIKANING RANI

NRP. 11 12 100 001

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir :

Prof. Dr. Suasmoro, DEA



(.....)

SURABAYA, JUNI 2016

SINTESIS BAHAN KERAMIK $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ SEBAGAI BAHAN DIELEKTRIK DENGAN METODE PENCAMPURAN ATTRITOR

Nama : Sefrilita Risqi Adikaning Rani
NRP : 1112100001
Jurusan : Fisika, FMIPA ITS
Pembimbing : Prof. Suasmoro, DEA

Abstrak

Sintesis material $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ (MZT) dengan menggunakan metode pencampuran *attritor* telah berhasil dilakukan dengan variasi waktu milling 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Pencampuran dengan *attritor mill* dapat menghasilkan serbuk dengan keseragaman tinggi membentuk ukuran serbuk submikronik. Keseragaman distribusi ukuran serbuk rata-rata sebesar 351,6 nm dengan lama waktu milling 6 jam. Keseragaman distribusi serbuk kalsinasi $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ (MZT) dengan penambahan Bi_2O_3 melalui proses milling 2 jam yaitu sebesar 482,8 nm. Fasa tunggal $(\text{Mg}/\text{Zn})\text{TiO}_3$ diperoleh melalui proses milling selama 6 jam dengan kecepatan 600 rpm dan kalsinasi pada temperatur 950°C selama 4 jam. Sintering MZT dengan penambahan 4mol% Bi_2O_3 pada temperatur 1100°C selama 4 jam dan 6 jam terbentuk fasa kristalin $(\text{Mg}/\text{Zn})\text{TiO}_3$ dan $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (XRD) dan fasa non kristalin (SEM). Sifat dielektrik dari sampel (MZTA) dengan sintering 4 jam memiliki sifat dielektrik yang lebih baik ditandai dengan transisi polarisasi *space charge* ke polarisasi dipol pada frekuensi 10Hz dibandingkan dengan sampel (MZTB) dengan sintering selama 6 jam yang transisinya pada 1 KHz. Material MZT telah memenuhi spesifikasi sebagai bahan dielektrik yang dapat diaplikasikan.

Kata Kunci : *Attritor milling*, waktu milling, kalsinasi, sintering.

**$Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$ CERAMICS SYNTHESIZE AS
DIELECTRIC MATERIAL BY ATTRITOR MILL
MIXING METHODS**

Name : Sefrilita Risqi Adikaning Rani
NRP : 1112100001
Major : Physics, FMIPA ITS
Advisor : Prof. Suasgoro, DEA

Abstract

$Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$ (MZT) material synthesis by using Attritor mill mixing method has been successfully performed by varying the milling time of 2 hours, 4 hours and 6 hours. Attritor mill mixing can give the resulting high uniformity submicron sized powder. Distribution uniformity of the powder size by an average is of 351.6 nm with milling time up to 6 hours. Calcination powder distribution uniformity $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$ with the addition of Bi_2O_3 through the milling process of 2 hours is equal to 482.8 nm. Single phase $(Mg/Zn)TiO_3$ is obtained by milling time of 6 hours at a speed of 600 rpm and calcination at a temperature of 950°C for 4 hours. MZT sintering with the addition of 4mol% Bi_2O_3 at the temperature of 1100°C for 4 hours and 6 hours forming crystalline phases of $(Mg/Zn)TiO_3$ and $Bi_4Ti_3O_{12}$ (XRD) and non-crystalline phase (SEM). Samples MZTA with sintering time of 4 hours giving a better dielectric properties given by transition space charge polarization to the polarization dipole at a frequency of 10Hz when compared with samples (MZTB) with sintering time of 6 hours transition at 1 KHz. MZT material has met the specifications as a dielectric material eligible for applications.

Keywords: Attritor milling, milling time, calcination, sintering.

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Cover page	ii
Lembar Pengesahan	iii
Abstrak	iv
Abstract	v
Kata Pengantar	vi
Daftar Isi	viii
Daftar Gambar	x
Daftar Tabel	xii
Daftar Lampiran	xiii

BAB I PENDAHULUAN1

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA5

2.1 Magnesium Titanat	5
2.2 Doping Zn^{2+} pada MgTiO_3	7
2.3 <i>Mechanical milling</i>	9
2.4 Solid state method sintering	12
2.5 Karakteristik dielektrik	13
2.6 Karakterisasi SEM	15

BAB III METODOLOGI17

3.1 Alat dan bahan	17
3.1.1 Alat	17
3.1.2 Bahan	17
3.2 Prosedur Eksperimental	17

3.2.1 Sintesis (Mg/Zn)TiO ₃	17
3.2.2 Karakterisasi X-Ray	18
3.2.3 Pengukuran densitas	18
3.2.4 Pengamatan struktur mikro.....	19
3.2.5 Karakterisasi sifat listrik Dielektrik.....	19
3.3.6 Pengujian PSA.....	19
3.2.7 Diagram alur penelitian	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Pencampuran (Mixing)	23
4.2 Kalsinasi	28
4.3 Karaktersasi sifat listrik	45
BAB V PENUTUP	51
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran	51
DAFTAR PUSTAKA	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 (a) Struktur MgTiO_3 (b) Struktur Mg_2TiO_4 (c) Struktur MgTi_2O_5	6
Gambar 2.2. Diagram fasa MgO-TiO_2	6
Gambar 2.3 Model struktur Hexagonal ZnO dengan koordinasi tetrahedral Zn-O	8
Gambar 2.4 Puncak XRD dari MgTiO_3 dan $\text{Mg}_{0,97}\text{M}_{0,03}\text{TiO}_2$ (M= Ni, Zn, Co, dan Mn) yang di sinter pada suhu 1275°C	9
Gambar 2.5 Pergerakan bola pada <i>Attritor mill</i>	10
Gambar 2.6 <i>Attritor mill</i>	11
Gambar 2.7 Skema yang terjadi pada sintering akibat pengurangan <i>excess energy</i> , (a) Pemadatan diikuti oleh pertumbuhan butir . Dalam hal ini , penyusutan kompak harus terjadi ,(b) reduksi dari total luas permukaan dengan peningkatan rata-rata ukuran partikel	12
Gambar 2.8 Variasi (a) konstanta dielektrik (ϵ) dan (b) dielektrik loss (ϵ') terhadap frekuensi	14
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian	21
Gambar 4.1 Hasil XRD bahan dasar (a) TiO_2 , (b) ZnO dan (c) MgO	24
Gambar 4.2 Distribusi Partikel $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ dengan perbedaan waktu <i>milling</i>	26
Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-x serbuk $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ (MZT2) kalsinasi pada 750°C dengan variasi waktu <i>milling</i> 2jam, 4jam dan 6jam.....	29
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-x $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ (MZT2) dengantemperatur kalsin 850°C dengan variasi waktu <i>milling</i> 2jam, 4jam dan 6jam.....	31
Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-x $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ (MZT2) temperatur kalsin 950°C dengan variasi waktu <i>milling</i> 2jam, 4jam dan 6jam	33
Gambar 4.6 Pola difraksi hasil Analisa Rietveld pada sampel	

MZT2 dengan <i>milling</i> 6 jam dan kalsinasi 950°C...	34
Gambar 4.7 Hubungan antara fraksi berat terhadap variasi temperatur kalsinasi	37
Gambar 4.8 Hubungan antara fraksi berat terhadap variasi waktu <i>milling</i>	38
Gambar 4.9 Kurva dilatometer dari sampel MZT2 dengan berbagai variasi zat aditif.....	40
Gambar 4.10 Distribusi Partikel $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3 + 4\%\text{wt Bi}_2\text{O}_3$ dengan waktu <i>milling</i> selama 2 jam.....	41
Gambar 4.11 Pola difraksi sinar-x $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ (MZT2) dengan penambahan Bi_2O_3 sinter 1100°C 4 jam dan 6 jam	42
Gambar 4.12 Hasil pengamatan struktur mikro menggunakan uji SEM untuk sampel (a)MZTA dan (b)MZTB.....	44
Gambar 4.13 Hubungan permitivitas real terhadap log frekuensi pada variasi waktu tahan sintering.....	46
Gambar 4.14 Grafik hubungan $\tan\delta$ terhadap log frekuensi pada variasi waktu tahan sintering	48
Gambar 4.15 Grafik hubungan $\log \sigma_{ac}$ terhadap log frekuensi pada variasi waktu tahan sintering.....	49
Gambar 4.16 Grafik hubungan $\log Q_{xf}$ (<i>Quality factor</i>) terhadap log frekuensi pada variasi waktu tahan sintering....	50

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik Zinc	8
Tabel 4.1 Rekap hasil analisa Rietveld untuk sampel MZT dengan <i>milling</i> 6 jam dan kalsinasi 950°C	35
Tabel 4.2 Rekapitulasi komposisi fasa berdasarkan analisis Rietveld pada berbagai variasi waktu <i>milling</i> dan temperatur kalsinasi	36
Tabel 4.3 Hasil pengukuran densitas Archimedes	43

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A DATA BASE SAMPLE	57
LAMPIRAN B DATA HASIL MATCH	63
LAMPIRAN C PERHITUNGAN	69
LAMPIRAN D HASIL REFINEMENT	71
LAMPIRAN E HASIL PSA.....	89

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan penelitian pada saat ini berkembang pesat dengan adanya banyak penemuan teknologi material baru. Hasil penemuan teknologi pada material baru tidak hanya penentuan komposisi kimianya saja, tetapi juga ditentukan oleh struktur dari material, fasa, fisik dan karakteristik mekaniknya. Sehingga diperlukan pengetahuan lebih lanjut untuk bisa menjadikan suatu material dapat diaplikasikan. Salah satu aplikasi teknologi yang dikembangkan saat ini adalah bidang teknologi komunikasi. Aplikasi teknologi komunikasi bekerja pada gelombang mikro. Contoh dari aplikasi gelombang mikro adalah pada sistem telepon seluler, radar, GPS, dan antena. Selain itu, juga diterapkan pada bahan elektronik seperti pada multilayer kapasitor (Saukani dan Suasmoro, 2015). Terdapat spesifikasi tertentu yang harus dipenuhi antara lain: memiliki nilai konstanta dielektrik (ϵ_r) yang tinggi sehingga mampu untuk diminiaturisasi komponennya, perangkat tersebut harus memiliki faktor kualitas (Q_{xf}) yang tinggi agar mampu meningkatkan rasio frekuensi terhadap *noise*, material yang digunakan harus memiliki nilai koefisien temperatur (τ_f) pada frekuensi resonansi rendah sebagai penentu stabilitas frekuensi transmisi. Material yang cocok untuk memenuhi spesifikasi secara keseluruhan yaitu material dielektrik (Zhang et al., 2012). Salah satu bahan yang dapat dijadikan sebagai bahan dielektrik adalah bahan keramik MgTiO_3 . Berdasarkan penelitian Ullah (2015), MgTiO_3 memiliki konstanta dielektrik $\epsilon_r \sim 17$, koefisien temperature $\tau_f = -55 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ dan mendekati nol, dan nilai factor quality $Q_{xf} \sim 160.000$. Sehingga MgTiO_3 dikatakan sudah dapat memenuhi spesifikasi bahan dielektrik (Ullah et al., 2015).

Bahan magnesium titanat (MgTiO_3) dapat disintesis dengan menggunakan berapa metode. Metode untuk sintesis MgTiO_3 diantaranya yaitu sol gel (Wu et al., 2012); (Surendran et al.,

2008), metode kopresipitasi (Cheng et al., 1997); (Parthasarathy dan Manorama, 2008), metode *wet chemical peroxide route* (Pfaff, 1994), *metode solid state* (Zhou et al., 2007); (Huang et al., 2015); dan pencampuran basah (*wet mixing*) (Sari dan Pratapa, 2012); (Angela dan Pratapa, 2012); (Saukani dan Suasgoro, 2015). Metode yang paling sering dan paling mudah digunakan adalah metode *solid state reaction*.

Bahan MgTiO_3 telah disintesis oleh Saukani (2015). MgTiO_3 disintesis dengan menggunakan metode *liquid phase sintering*. Penelitian tersebut dilakukan pada subjek perbaikan karakteristik sifat dielektrik pada bahan MgTiO_3 dan penurunan suhu sinter. Penurunan suhu sinter dilakukan dengan menggunakan bahan doping Zn^{2+} dengan pencampuran larutan. Pada penelitian ini metode yang digunakan adalah metode *solid state reaction* dengan perlakuan yang sama dengan penelitian Saukani yakni sintesis MgTiO_3 dengan doping Zn^{2+} . Namun, terdapat perbedaan alat milling yang digunakan pada proses sintesisnya.

Metode sintesis *solid state* memiliki kelebihan yaitu lebih mudah dalam sintesinya. Penelitian Houivet(2002) pencampuran dari ($\text{ZrO}_2+\text{TiO}_2+\text{SnO}_2$) dalam pembuatan resonator microwave lebih mudah dan tidak mahal selama mencampurkan dari oksida bahan jika dilakukan dengan metode *solid state*. Houviet juga mengungkapkan bahwa tujuan menggunakan metode *solid state* adalah membuat serbuk bereaksi dan membentuk fase baru yang disebabkan oleh kontak antar butir dan proses difusi selama siklus termal. Dengan demikian, campuran serbuk prekursor harus sangat homogen agar jalur untuk difusi dengan cepat lebih memungkinkan. Pencampuran juga dengan mudah dilakukan pada suhu yang rendah dan menghalangi pembentukan fase sekunder (Houivet et al., 2002).

Sintesis dilakukan melalui proses mekanik dalam pencampuran serbuk dari bahan yang akan disintesis. Untuk mencampurkan dilakukan dengan menggunakan mediator alat milling. Milling adalah sebuah alat yang digunakan untuk mereduksi ukuran partikel, pencampuran material dan mengubah

ukuran partikel. Berbagai macam jenis dari alat milling, seperti *Attritor mill*, high speed blender dan shakers, planetary mill dan ball mill (Soni, 2000). Setiap alat milling yang digunakan memiliki fungsi dan kelebihan masing-masing. Apabila dilihat dari dosis mill pada percobaan yang dilakukan Santhanam (2013) maka dari beberapa alat milling yang diteliti memiliki dosis mill yang berbeda-beda. Dosis mill adalah energi yang ditransfer dari alat milling pada serbuk. Dosis milling yang lebih tinggi ditunjukkan pada alat *attritor mill* jika dibandingkan dengan *shakers* dan *planetary mill*. Sehingga jika energi transfer sangat tinggi dapat mempengaruhi ukuran dan kehomogenitas dari serbuk yang di milling (Santhanam et al., 2013).

Mengingat kelebihan dari alat *attritor mill*, Sintesis pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan alat milling *attritor mill*. Penelitian ini dilakukan dalam pembuatan bahan keramik MgZnTiO_3 menggunakan metode pencampuran *attritor*. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui efektifitas metode pencampuran dengan *attritor mill* tanpa mengurangi sifat dan karakteristik dari MgZnTiO_3 . Diharapkan pada penelitian ini MgZnTiO_3 dapat dibuat dengan mudah dan lebih efektif.

1.2 Rumusan Masalah

Perumusan masalah dari penelitian tugas akhir ini adalah bagaimana efektivitas dari metode pencampuran dengan *attritor mill* tanpa mengurangi sifat dan karakteristik $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui efektivitas metode pencampuran dengan *attritor mill* tanpa mengurangi sifat dan karakteristik dari $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$.

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian tugas akhir ini bermanfaat bagi berbagai pihak yaitu penulis, pembaca, laboratorium, Institut dan

perkembangan ilmu pengetahuan. Penulis dapat mengembangkan kemampuannya dalam bekerja di laboratorium sehingga dapat menganalisa dan mencari alternatif suatu masalah, serta menghasilkan suatu penelitian. Bagi pembaca, penelitian ini memberikan wawasan baru mengenai material dielektrik $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$. Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang sintesis $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ sebagai bahan dielektrik dengan menggunakan metode *solid state*. Hasil dari penelitian ini diharapkan sebagai acuan untuk sintesis material lain yang disintesis dengan menggunakan metode *solid state* yang menggunakan *attritor mill*. Selain itu penelitian ini juga diharapkan dapat memberikan informasi tentang efektifitas dari metode pencampuran dengan *attritor mill*.

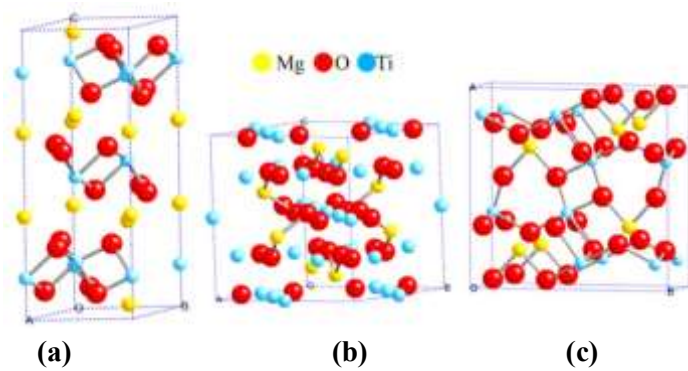
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

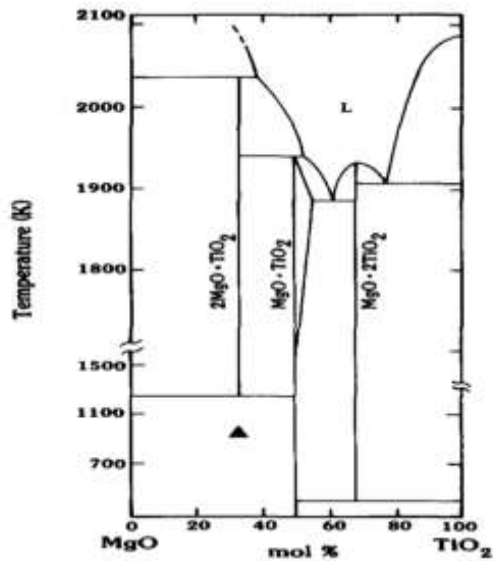
2.1 Magnesium Titanat

Magnesium titanat adalah bahan dengan struktur *ilmenite* yang tersusun dalam *Hexagonal Close Packing* (HCP) dilihat pada Gambar 2.1 (Jo et al., 2015). Bahan dengan rumus kimia MgTiO_3 adalah salah satu bahan keramik yang diaplikasikan dalam berbagai bidang. Aplikasi dari bahan keramik tersebut diantaranya yaitu sebagai kapasitor resonator, filter, antena, radar, dan GPS (*global positioning system*) pada operasi sistem microwave (Li et al., 2010). Agar dapat diaplikasikan material yang digunakan harus mempunyai karakteristik seperti (1) memiliki konstanta dielektrik (ϵ_r) yang tinggi untuk meminiatursasi perangkat, (2) Faktor kualitas (Qxf) yang diperlukan untuk mencapai selektifitas frekuensi tinggi dan penstabilan dalam hal pemancaran dan penerimaan pada komponen, (3) koefisien temperatur yang rendah atau mendekati nol pada saat terjadi frekuensi resonansi (τ_f) (Zhang et al., 2012). MgTiO_3 memiliki konstanta dielektrik $\epsilon_r \sim 17$, koefisien temperature $\tau_f = -55 \text{ ppm}^\circ\text{C}$ dan mendekati nol, dan nilai factor quality $Qxf \sim 160.000$ (Ullah et al., 2015).

Magnesium titanat (MgTiO_3) dengan nama mineral *geikielite* mempunyai space group R-3H. MgTiO_3 dengan sistem kristal trigonal (*hexagonal axes*), dan parameter kisi masing-masing $a = b = 5,0548 \text{ \AA}$, $c = 13,8992 \text{ \AA}$. Magnesium titanat memiliki berbagai macam fase stabil. Diantara fase stabil MgTiO_3 (*Geikelite*) yaitu fase MgTi_2O_5 (*Pseudobrookite*) dan Mg_2TiO_4 (*Spinel*) (gambar 2.1). (B. A. Wechsler dan R. B. Von Dreele, 1989). Fasa-fasa yang terbentuk ditunjukkan pada diagram fasa MgO-TiO_2 (gambar 2.2)



Gambar 2.1 (a) Struktur MgTiO_3 (b) Struktur Mg_2TiO_4 (c) Struktur MgTi_2O_5
 (Sumber: <http://www.crystallmaker.com>)



Gambar 2.2. Diagram fasa MgO-TiO_2 (Wechsler and Navrotsky, 1984)

Magnesium titanat (MgTiO_3) dapat disintesis dengan menggunakan berapa metode. Metode untuk sintesis MgTiO_3 diantaranya yaitu sol gel (Wu et al., 2012); (Surendran et al., 2008), metode kopresipitasi (Cheng et al., 1997); (Parthasarathy dan Manorama, 2008), metode *wet chemical peroxide route* (Pfaff, 1994), *metode solid state* (Zhou et al., 2007); (Huang et al., 2015); dan pencampuran basah (*wet mixing*) (Sari dan Pratapa, 2012); (Angela dan Pratapa, 2012); (Saukani dan Suasmoro, 2015).

2.2 Doping Zn^{2+} Pada MgTiO_3

Zinc Oksida (ZnO) merupakan bahan dengan struktur nano telah banyak dikembangkan dalam bidang elektronik, optik dan photonik sejak tahun 1960. Studi tentang bahan ini telah menjadi utama dalam bidang nanosains dan nanoteknologi. Manfaat ZnO tidak hanya untuk memahami fenomena mendasar dalam sistem dimensi rendah, tetapi juga mengembangkan generasi baru nanodevice dengan kinerja yang tinggi (Morkoç dan Özgür, 2008).

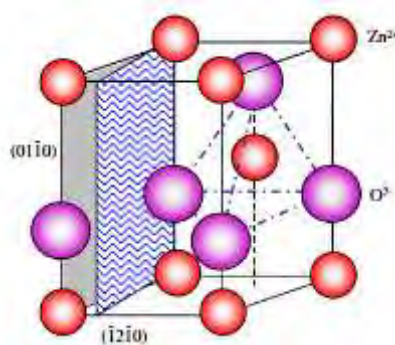
ZnO merupakan bahan yang utama dalam bidang teknologi. Dengan stuktur *hexagonal* (gambar 2.2) yang kurang simetri, ZnO dapat dikombinasikan dengan elektromekanis yang besar. Kombinasi tersebut menghasilkan piezoelektrik yang kuat dan sifat pieromagnetik. Selain hal itu ZnO juga memiliki bdan gap yang lebar yaitu sebesar 3.37eV. Karena itu ZnO merupakan senyawa semikonduktor yang cocok sebagai aplikasi optoelektronik dengan panjang gelombang pendek. ZnO sangat transparan terhadap cahaya tampak dan dibuat sangat konduktif dengan doping (Wang, 2004).

Zinc (Zn) merupakan logam transisi yang mempunyai sifat dan karakteristik tertentu. Zinc merupakan logam transisi. Karakteristik zinc ditunjukkan pada tabel 2.1

Tabel 2.1 Karakteristik Zinc

Karakteristik	Keterangan
Warna	Abu-abu kebiruan
Nomor atom	30
Massa relatif (gr)	65,38
Massa Jenis (gr/cm^3)	7,14
Titik leleh (^0C)	419,53
Titik didih (^0C)	907
Jari-jari ion (nm)	0,074

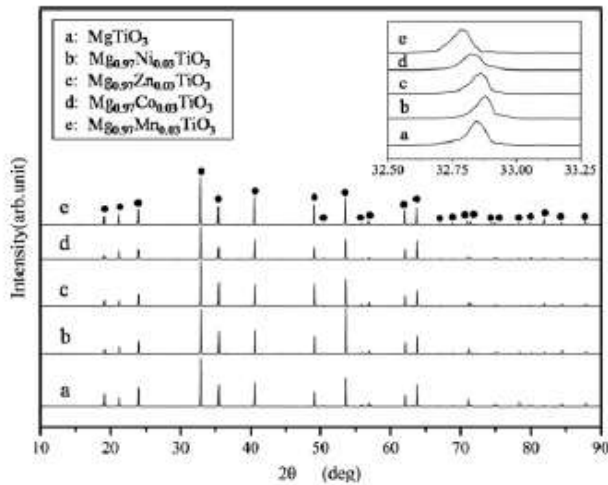
Sumber: <https://en.wikipedia.org/wiki/Zinc>



Gambar 2.3 Model struktur Hexagonal ZnO dengan koordinasi tetrahedral Zn-O. (Wang, 2004).

Berdasarkan jari-jari ion dari Zn^{2+} adalah 0,074 nm mirip dengan jari-jari Mg^{2+} 0,072 nm. Zn^{2+} dapat menggantikan posisi dari ion Mg^{2+} karena kemiripan besar jari-jari atomnya. Pada penelitian Huang, ion Zn^{2+} digunakan sebagai pendoping dari MgTiO_3 . Pada penelitian Huang ion Zn^{2+} membentuk komposisi $\text{Mg}_{1-x}\text{Zn}_x\text{TiO}_3$. Penambahan Zn^{2+} dapat mereduksi fasa intermediate (Huang et al., 2008). Pada penelitian Zhang dihasilkan bahwa pensubstitusian atom Zn^{2+} pada MgTiO_3 tidak mengakibatkan adanya penyimpangan posisi puncak ketika dilakukan karakterisasi (gambar 2.4) (Zhang et al., 2012) dan

Pembentukan MgTiO_3 lebih cepat hingga dibawah suhu 550°C (Chairatul Umamah dan Suminar Pratapa, 2012).



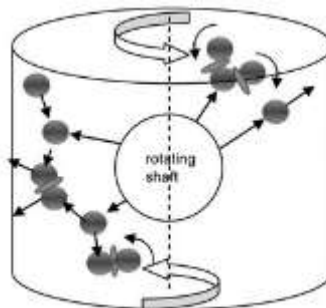
Gambar 2.4 Puncak XRD dari MgTiO_3 dan $\text{Mg}_{0.97}\text{M}_{0.03}\text{TiO}_2$ ($\text{M} = \text{Ni}, \text{Zn}, \text{Co}, \text{dan Mn}$) yang di sinter pada suhu 1275°C (Zhang et al., 2012).

2.3 Mechanical milling

Pengurangan ukuran dari suatu partikel padat atau padatan merupakan suatu proses penghancuran partikel menjadi partikel dengan ukuran yang lebih kecil. Namun, dalam proses penghancuran tersebut dilakukan tanpa mengurangi komponen penyusun dari padatan. Pengurangan ukuran partikel dilakukan dengan tujuan memperluas surface area contact permukaan sehingga distribusi permukaannya merata. Untuk mereduksi ukuran partikel maka digunakan alat pereduksi ukuran partikel. Umumnya alat yang digunakan menggunakan prinsip *compression, impact, attrition dan cutting* (Gavhane, 2009).

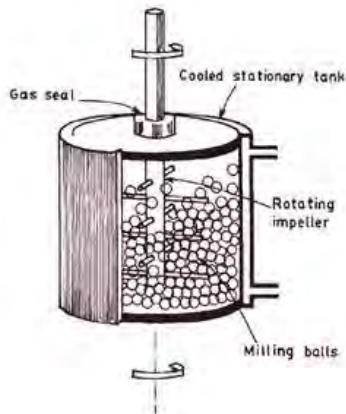
Alat yang umum digunakan untuk mereduksi ukuran partikel dengan proses mekanik salah satunya yaitu dengan milling.

Milling adalah sebuah alat yang digunakan untuk mereduksi ukuran partikel, pencampuran material dan mengubah ukuran partikel. Berbagai macam jenis dari alat milling, seperti *Attritor mill*, vibrator mill, high speed blender dan shakers, planetary mill dan ball mill (Soni, 2000). *Attritor mill* (gambar 2.6) merupakan sebuah produk dari vertical mill yang juga umum disebut dengan stirrer ball mill. *Attritor mill* bekerja dengan prinsip mekanik. Didalam alat attritor mill diisi dengan banyak bola kecil-kecil dengan diameter 0,6cm atau lebih kecil dari itu. *Attritor mill* merupakan alat pengaduk yang mempunyai kecepatan penggilingan dari range 100 rpm sampai 1500 rpm. Sehingga energi mekanik yang tinggi dapat dihasilkan dengan kecepatan yang tinggi dari alat *Attritor mill*. Namun, energi mekanik dari *Attritor mill* akan berkurang ketika volume yang tersedia untuk serbuk kecil dan silinder reaktor penuh dengan bola. Prinsip dasar *Attritor mill* adalah adanya energi mekanik yang diberikan pada bola sehingga timbul percepatan (gambar2.5). Percepatan dari bola akan menimbulkan gesekan antara bola bola dan juga bola dengan serbuk yang ada didalam. Karena bola dan serbuk terperangkap dalam ruang yang sempit maka akan timbul gerak relatif diantara patikel-partikel yang ada dalam ruang itu (Varin et al., 2009).



Gambar 2.5 Pergerakan bola pada *Attritor mill* (Varin et al., 2009)

Gambar 2.6 menggambarkan perputaran dari batang pemutar yang vertikal dengan menarik titik vertikal pada sumbu Y. Pada lengan yang horizontal membantu perputaran dari bola dan serbuk. Bola yang berputar akan saling bertumbukan dengan bola yang lain yang disertai tumbukan dengan serbuk yang ada didalamnya. Pergerakan tersebut dilakukan dengan cara perpindahan energi. Partikel serbuk akan terjebak diantara bola menjadikan subjek utama pada kecepatan perubahan yang tinggi pada proses milling (Varin et al., 2009).



Gambar 2.6 Attritor mill (Soni, 2000).

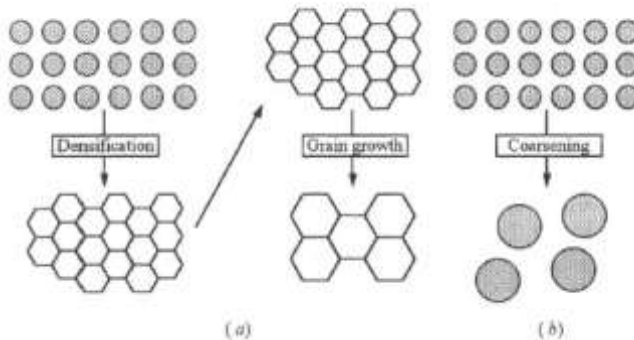
Ada perbedaan pergerakan diantara dan material ketika dalam proses mill. Perbedaan tersebut meningkatkan kontak permukaan (surface contact) antar partikel. Attritor mempunyai beberapa manfaat diantaranya

1. Proses milling berhasil karena adanya tumbukan dan gaya geser. Hal ini sangat intensif karena adanya gaya pemulih media kebawah adalah berat semua media diatasnya.
2. Energi tumbukan besar dengan menggunakan bola dengan diameter kecil dapat memproduksi serbuk dengan distribusi serbuk yang merata.

3. Jarak alat penggiling dari *Attritor mill* biasanya sebesar $\frac{2}{3}$ dari radius wadahnya, sehingga mengurangi kontaminasi dengan dinding wadahnya. Berkurangnya tingkat kontaminasi itu, memungkinkan *Attritor mill* bisa digunakan dalam jangka waktu yang lama (Soni, 2000).

2.4 Solid state sintering method

Pengurangan *excess energy* pada permukaan secara makroskopik terjadi akibat adanya *driving force* selama proses sintering. Proses sintering mengakibatkan terjadi reduksi dari total luas permukaan dengan peningkatan rata-rata ukuran partikel (gambar 2.7b.). Selain itu pada proses sintering juga terjadi eliminasi padatan dan menciptakan daerah batas butir yang diikuti pertumbuhan butir yang mengarah pada densifikasi material (gambar 2.7a.). (Barsoum dan Barsoum, 2002)



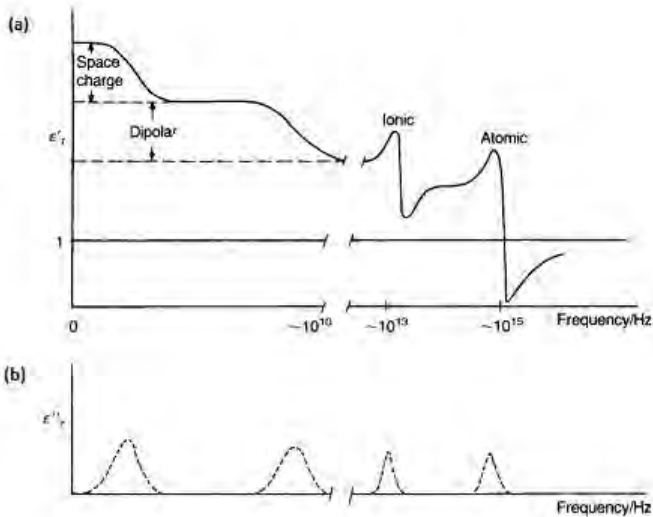
Gambar 2.7 Skema yang terjadi pada sintering akibat pengurangan *excess energy*, (a) Pemadatan diikuti oleh pertumbuhan butir. Dalam hal ini, penyusutan kompak harus terjadi, (b) reduksi dari total luas permukaan dengan peningkatan rata-rata ukuran partikel (Barsoum dan Barsoum, 2002).

Solid state reaction sangat dipentingkan dalam sintesis, struktur, properties dan aplikasi dari material padat. Prinsip umum dari *solid state reaction* biasanya digunakan pada metode preparasi dari polikristal padat yang secara langsung direaksikan. Padatan biasanya tidak direaksikan pada temperatur kamar melampaui skala waktu yang normal. Padatan membutuhkan suhu yang tinggi dengan range 1000°C sampai 1500°C untuk dapat bereaksi satu dengan yang lain. Hal yang paling penting pada *solid state reaction* adalah reaksi termodinamika dan faktor kinetik. Termodinamika dipertimbangkan untuk menunjukkan ada atau tidaknya reaksi partikel yang harus terjadi dengan pertimbangan perubahan pada energi bebas yang terlibat. Faktor kinetik dapat menentukan rate atau taksiran dari reaksi yang terjadi (West, 1987).

2.5 Karakteristik dielektrik

Bahan dielektrik pada material keramik ditinjau dari tingkat atom. Dimana pada atom memiliki elektron dan inti atom didalamnya. Elektron-elektron pada material yang tergolong bahan dielektrik cenderung mempunyai daya ikat sangat kuat sehingga meskipun diberikan medan listrik, elektron bebas tidak akan terbentuk sampai batas tertentu. Kemampuan inilah yang dinamakan sebagai permitivitas bahan dielektrik. Apabila material dikenai medan listrik dari luar maka akan terjadi pergeseran muatan negatif melawan arah medan listrik yang diberikan, begitu sebaliknya untuk muatan positif sehingga terbentuk dipol atau peristiwa polarisasi. Peristiwa polarisasi pada bahan dielektrik tergantung dengan besarnya frekuensi yang diterapkan kepadanya. Beberapa kemungkinan polarisasi yang terjadi adalah polarisasi atomik, polarisasi ionik, polarisasi dipolar, dan polarisasi muatan ruang (lihat Gambar 2.8). Pada gambar 2.8(a) menunjukkan suatu respon polarisasi yang terjadi pada bahan dielektrik yang bergantung dengan perubahan frekuensi. Gambar 2.8 (b) menunjukkan puncak-puncak debye

dengan berbagai frekuensi relaksasi untuk masing-masing polarisasi.



Gambar 2.8 Variasi (a) konstanta dielektrik (ϵ) dan (b) dielektrik loss (ϵ'') terhadap frekuensi (Moulson and Herbert, 2003)

Faktor disipasi (loss factor) merupakan kriteria yang penting dan berguna pada dielektrik yang digunakan sebagai material insulator. Faktor disipasi merupakan faktor yang mempengaruhi besarnya energi yang dapat diserap dari material pada frekuensi gelombang mikro. Apabila material dengan nilai factor disipasi yang tinggi maka sifat material itu semakin konduktif. Material dengan nilai faktor disipasi rendah, maka material itu sifatnya lebih resistif. Umumnya material dengan faktor disipasi rendah ini termasuk jenis material keramik dan polimer. Loss factor pada material dielektrik ditunjukkan dari persamaan berikut:

$$\tan \delta = \epsilon'' / \epsilon' \dots\dots\dots (2.1)$$

Energy yang hilang (energy loss) pada material keramik merupakan hasil perkalian antara konstanta dielektrik dan tangen dari δ . Sering digunakan invers dari $\tan \delta$, $Q = 1/\tan \delta$, disebut dengan factor Q (Kingery, 1976).

2.6 Karakterisasi SEM (*Scanning Electron Spectroscop*)

SEM (*Scanning Electron Spectroscop*) merupakan alat yang sejenis dengan mikroskop elektron. SEM ini digunakan dalam pemindaian gambar pada suatu sampel dengan memanfaatkan sinar elektron yang mempunyai energi tinggi. Mikroskop ini menggunakan hamburan elektron yang berinteraksi dengan atom-atom yang dibentuk oleh sampel. Interaksi elektron dengan sampel menghasilkan sinyal yang berisi tentang topografi permukaan sampel, komposisi dan sifat yang lain (Leng, 2009).

Prinsip utama dari SEM adalah hamburan elektron berenergi tinggi yang menumbuk sampel. Hamburan yang dihasilkan bias berupa hamburan elastik dan tak elastik. Pada hamburan elastik menghasilkan elektron backscattered (BSE) dimana elektron dihamburkan oleh atom sampel dan dibelokkan dalam sudut yang lebar. Hamburan yang tak elastik menghasilkan elektron sekunder (SE), dimana elektron keluar dari atom sampel dan dibelokkan dalam sudut yang kecil. Sinyal utama SE menunjukkan tingkat perbedaan topografi sedangkan BSE menunjukkan perbedaan komposisi elemen (Leng, 2009).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian yaitu neraca O'haus digital, spatula, gelas beker, saringan, Jar, Kursibel, Furnace *Carbolite 1400*, Difraktometer Sinar X Philips, SEM, Impedance Analyzer Solatron SI 1260, *Rotary* evaporator, *Attritor mill* (ELEKTRIM MOTORS MACHINERY PRE L50) dan bola zirconia diameter 0,2 mm.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu serbuk sintetik MgO, serbuk sintetik ZnO, serbuk sintetik TiO₂, serbuk Bi₂O₃, alkohol 96% dan aquades.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Sintesis MgZnTiO₃

Sintesis bahan Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO₃ dilakukan dengan menggunakan metode *solid state*. Metode *solid state* yakni metode dengan menggunakan reaksi padat. Langkah awal yang dilakukan dalam melakukan sintesis ini yakni dengan perhitungan stoikiometri untuk bahan dasar. Perhitungan stoikiometri dilakukan untuk mengetahui berapa besarnya bahan yang akan digunakan dalam proses sintesis dengan perbandingan mol.

Setelah didapatkan massa untuk setiap bahan, selanjutnya perlu dilakukan persiapan bahan. Bahan yang dipersiapkan yaitu MgO yang dipanaskan dengan suhu 600⁰C selama 15 menit. Serbuk TiO₂ yang dipanaskan pada suhu 100⁰C selama 15 menit. Selajutnya serbuk ZnO juga dipanaskan pada suhu 100⁰C selama 15 menit. Masing masing serbuk ditimbang dengan komposisi sebagai berikut: 3,22 gr MgO, 1,68 gr ZnO dan 7,98 gr. Komposisi tersebut didapatkan dari perkitungan stoikiometri untuk 0,1 mol. Selanjutnya, semua bahan dimasukkan kedalam jar.

Ditambahkan bola zirconia dengan diameter 0,2mm dan alkohol. Perbandingan massa untuk komposisi bahan, bola Zirconia, dan alkohol masing-masing adalah 1 : 5 : 5/3. Selanjutnya, dilakukan milling dengan menggunakan alat custom built *Attritor mill* (ELEKTRIM MOTORS MACHINERY PRE L50) dengan kecepatan 25 pada display yang setara dengan 600 rpm selama 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Langkah terakhir yaitu melakukan penguapan alkohol dengan menggunakan *rotary* evaporator selama 1 jam.

3.2.2 Karakterisasi X-Ray

Pada karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui fasa dari sampel yang sudah dibuat. Sampel yang dikarakterisasi menggunakan XRD dapat berupa serbuk. Serbuk yang dikarakterisasi dengan XRD dalam penelitian ini adalah sampel $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ hasil sintesis. Serbuk MZT2 yang telah dikalsinasi pada suhu 950°C , 850°C dan 750°C . Karakterisasi X-Ray juga dilakukan pada MZT2 yang sudah dibentuk disk dengan penambahan Bi_2O_3 dan disinterring dengan suhu 1100°C .

3.2.3 Pengukuran Densitas

Pengujian densitas pada sampel dilakukan setelah pengujian XRD. Pengujian densitas dilakukan dengan menggunakan metode Archimedes. Pertama, yang harus dilakukan yaitu sample dibentuk pellet disk. Pellet disk kemudian disinter. Setelah melalui proses sintering sample siap diuji densitasnya dengan menggunakan metode Archimedes. Langkah yang harus dilakukan yaitu memastikan bahwa permukaan sample rata. Sample yang rata kemudian ditimbang untuk mendapatkan massa kering dari sampel (m_{kering}). Pada tahap berikutnya sampel yang sudah diketahui massa keringnya dicelupkan kedalam air sampai tidak muncul gelembung air yang masuk pada sampel. Sampel yang telah dibasahi kemudian ditimbang untuk mengetahui massa basah sampel (m_{basah}). Sampel dimasukkan kedalam air sebagai massa dalam air

($m_{\text{archimedes}}$). Besarnya densitas dapat dihitung dengan persamaan berikut ini :

$$\rho = \frac{m_k}{m_b - m_a} \times \rho_a \quad (3.1)$$

Dimana, m_k (massa kering), m_b (massa basah) dan m_a (massa Archimedes).

3.2.4 Pengamatan Struktur Mikro

Pengamatan struktur mikro dilakukan dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Sampel yang amati struktur mikronya yaitu sampel MZT2 sinter 4 jam dan 6 jam. Sebelum sampel dikarakterisasi dengan SEM, permukaan sampel yang berbentuk disk dengan diameter 13 mm dan dengan ketebalan ~3mm dipreparasi dengan menggunakan metode *etched*. Sampel dipoles dan dipanaska pada suhu 1025°C. Setelah dipreparasi, sampel di *ultrasonic cleaner*. Karakterisasi SEM dilakukan dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) (merk EVO®MA10).

3.2.5 Karakterisasi Sifat Listrik Dielektrik

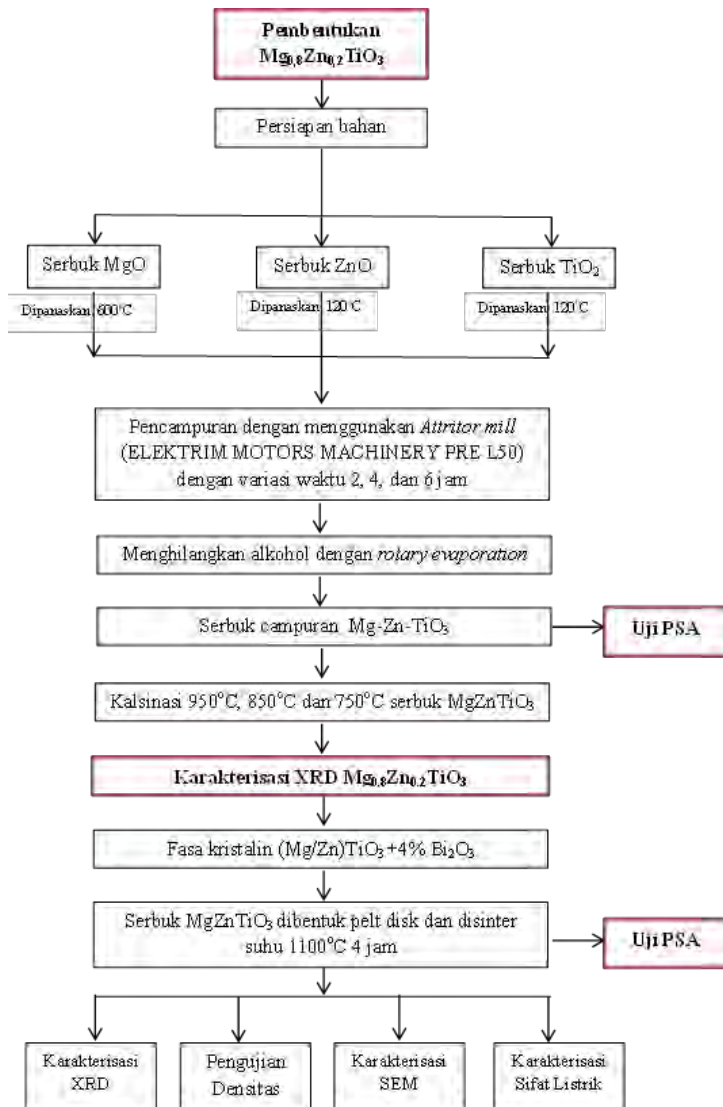
Karakterisaisi sifat listrik dilakukan pada sampel MZT yang disinter 4 jam dan 6 jam. Pada setiap permukaan sampel dilapisi dengan secara merata dengan *silver paste* yang telah dilarutkan menggunakan toluena, dikeringkan pada suhu 70°C kemudian ditempelkan elektroda. Untuk menghilangkan toluene, sampel yang telah ditempel dengan elektroda dipanaskan pada suhu 450 selama 15 menit. Kemudian dilakukan pengukuran menggunakan Impedance Analyzer Solatron SI 1260 dengan tegangan listrik bolak balik sebesar 0,5 V pada range frekuensi 1Hz hingga 32 MHz.

3.2.6 Pengujian PSA

Pengujian PSA dilakukan untuk mengetahui distribusi ukuran serbuk dari sampel hasil sintesis. Pengujian dilakukan dengan membuat sampel serbuk menjadi koloid. Komposisi yang

diperlukan dalam pembuatan koloid antara lain: (1) menimbang massa serbuk sebesar 0.01gr (2) mempersiapkan dispersan air sebanyak 50ml. Setelah itu serbuk dan air dicampur dan di ultrasonic selama 30 menit. Koloid siap diuji menggunakan instrument PSA *Malvern Master Size* (Malvern Instrument Ltd, Malvern).

3.2.7 Diagram Alur Penelitian



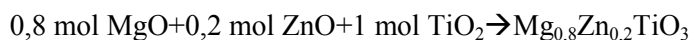
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pencampuran (*mixing*)

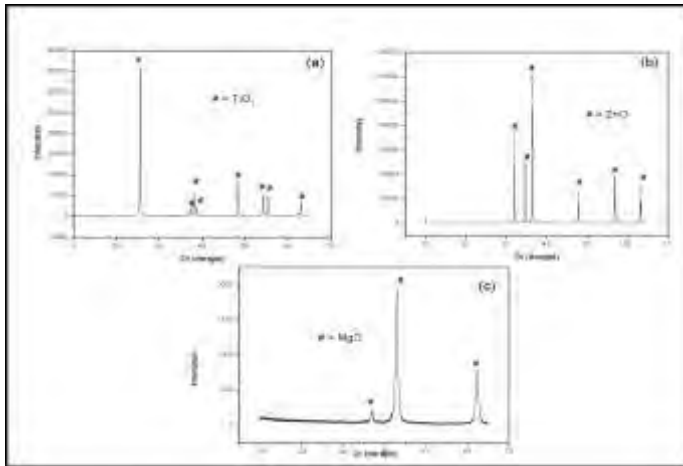
Material dielektrik $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ (MZT2) disintesis dengan menggunakan metode reaksi padat. Metode reaksi padat dilakukan dengan cara mencampurkan langsung dari oksida bahan. Bahan yang diperlukan pada sintesis ini antara lain; serbuk MgO , serbuk ZnO , serbuk TiO_2 dan alkohol 96%. Proses perhitungan dilakukan sebelum proses pencampuran. Perhitungan dilakukan untuk mencapai stoikiometri $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$. Setelah melalui proses perhitungan, Pengukuran massa bahan dilakukan dengan perbandingan sebagai berikut:



Perhitungan untuk mencapai stoikiometri telampir pada (lampiran C). Pengukuran massa yang dibutuhkan untuk masing-masing bahan antara lain: 3.22 gr MgO , 1,68 gr ZnO dan 7,98 gr. Komposisi tersebut didapatkan dari perkitungan stoikiometri untuk 0,1 mol. Perbadingan massa untuk komposisi bahan, bola Zirconia, dan alkohol masing-masing adalah 1 : 5 : 5/3. Alkohol dan bola zirconia masing-masing yang diperlukan dalam sintesis sebesar 21 ml dan 63gr.

Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam proses sintesis masing-masing diberi perlakuan tertentu. Bahan serbuk MgO sebelumnya harus dipanaskan dengan temperatur 600°C selama 2 jam. Pemanasan dengan temperatur 600°C dilakukan agar serbuk MgO tidak bereaksi dengan H_2O sehingga membentuk fasa baru $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Bahan serbuk ZnO dan serbuk TiO_2 dipanaskan dengan temperatur 100°C selama 15 menit. Pemanasan untuk serbuk ZnO dan TiO_2 bertujuan untuk memastikan bahwa serbuk itu benar-benar kering. Agar dipastikan bahwa bahan murni dan tidak tercampur oleh fasa lain, maka sebelum bahan disintesis perlu dikarakterisasi dengan menggunakan XRD. Hasil XRD untuk

bahan serbuk dasar dapat dipastikan bahan-bahan yang digunakan mempunyai fasa yang sesuai dengan bahan tersebut (gambar 4.1)



Gambar 4.1 Hasil XRD bahan dasar (a) TiO₂, (b) ZnO dan (c)MgO.

Hasil karakterisasi XRD yang ditunjukkan pada gambar 4.1 berguna untuk memastikan bahan yang akan disintesis dalam keadaan murni tanpa tercampur fasa apapun. Hasil karakterisasi XRD pada bahan dasar menunjukkan bahwa fasa dari bahan dasar. Fasa yang terbentuk antara lain MgO *periclase* dengan entry #000870653 untuk serbuk MgO. Pada serbuk TiO₂ fasa yang terbentuk adalah TiO₂ *anatase* dengan entry #000841285. Serbuk ZnO terbentuk fasa ZnO *zincite* dengan entry #000361451.

Ukuran butir dari masing-masing bahan serbuk biasanya tidak sama. Sehingga perlu dilakukan penggerusan agar ukuran butir serbuk sama. Penggerusan pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan alat *attritor mill*. Media penggerus dalam *attritor mill* adalah bola zirconia dengan diameter 0.2mm. Penggilingan dilakukan dengan menggunakan variasi waktu *milling*. Variasi waktu yang digunakan yaitu 2 jam, 4 jam dan 6

jam. Variasi waktu *milling* dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui keseragaman ukuran serbuk dengan menggunakan teknik *attritor milling*.

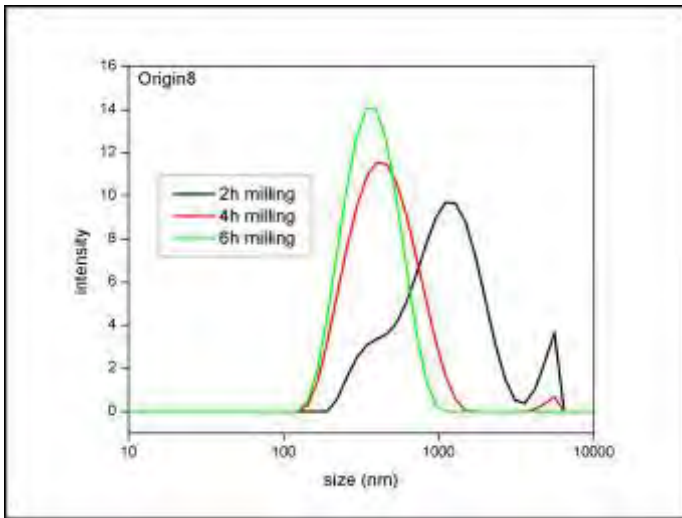
Bahan-bahan yang sudah dipersiapkan kemudian dimasukkan kedalam jar *attritor milling* dengan ditambahkan alkohol 21 ml dan juga bola-bola zirconia. Penggerusan dilakukan dengan menggunakan kecepatan *milling* yang konstan. Kecepatan yang digunakan dalam proses penggerusan dengan menggunakan *attritor mill* yaitu sebesar 600 rpm. Proses selanjutnya setelah melalui proses penggerusan yaitu menguapkan alkohol. Penguapan alkohol dilakukan dengan tujuan untuk menghasilkan serbuk hasil sintesis. Penguapan dilakukan dengan menggunakan *rotary evaporation*. Setelah diuapkan maka diperoleh serbuk hasil sintesis dari MZT2.

Proses selanjutnya yaitu pengukuran distribusi partikel. Pengujian dilakukan pada serbuk hasil sintesis dengan variasi waktu *milling* yang berbeda. Pengujian distribusi partikel dilakukan dengan pengujian PSA. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel terhadap pengaruh variasi waktu *milling*. Distribusi ukuran partikel dilakukan dengan menggunakan instrumen PSA *Malvern Master Size* (Malvern Instrument Ltd, Malvern). Pengujian PSA dilakukan karena dengan pengukuran ini memiliki beberapa kelebihan. Pertama, hasil yang didapat lebih akurat dalam pengukuran partikel. Keakuratan itu dikarenakan partikel dari sampel uji didispersikan kedalam sebuah media sehingga ukuran partikel yang terukur merupakan partikel tunggal. Kedua, hasil dari pengukuran berupa distribusi, sehingga dapat menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.

Preparasi yang diperlukan dalam pengujian PSA antara lain yaitu membuat serbuk sampel menjadi koloid. Cara pembuatan koloid yaitu dengan melarutkan serbuk kedalam media dispersan. Media dispersan yang digunakan dalam preparasi ini adalah aquades. Cara pengujiannya yaitu dengan memasukkan koloid MZT2 kedalam kuvet tertutup. Sampel yang akan diuji PSA harus

diketahui nilai absorbansi dan indeks bias dari sampel MZT. Nilai indeks bias MZT diperoleh dari referensi yaitu sebesar 2,310 (Wikipedia). Nilai absorbansi diketahui dari pengujian UV-vis.

Pengukuran sampel hasil sintesis MZT2 dengan waktu *milling* yang divariasikan menunjukkan hasil yang berbeda. Hasil pengujian PSA ditunjukkan dari gambar 4.2



Gambar 4.2 Distribusi Partikel $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ dengan perbedaan waktu *milling*

Hasil pengujian PSA menunjukkan bahwa sampel dengan waktu *milling* 2 jam belum menunjukkan keseragaman ukuran yang baik. Karena pada sampel yang *dimilling* selama 2 jam masih menunjukkan adanya tiga populasi berdasarkan gambar 4.2. Populasi pertama menunjukkan besarnya ukuran partikel yaitu sebesar 396,058nm. Populasi kedua dari sampel yang *dimilling* 2 jam yaitu sebesar 1106,435nm. Sedangkan pada populasi ketiga sebesar 5559,644nm. Hasil ini diambil dari puncak maksimum

dari ketiga populasi. Apabila diambil nilai rata-rata dari hasil dari software, sampel dengan waktu *milling* 2 jam memiliki dua distribusi ukuran partikel. Populasi pertama menunjukkan distribusi partikel yang lebih banyak. Populasi pertama yaitu dengan intensitas 92,7% dengan ukuran partikel 1112 nm. Distribusi kedua dengan intensitas 7,3% dengan ukuran partikel 5023nm. Karena ada beberapa populasi maka pada sampel yang *dimilling* selama 2 jam belum memenuhi syarat keseragaman. Sehingga perlu dilakukan *milling* yang lebih lama agar keseragaman distribusi partikel dapat terpenuhi keseragamannya dengan baik.

Waktu *milling* ditambah dari 2 jam menjadi 4 jam. Hasil dari sampel yang *dimilling* selama 4 jam memiliki dua populasi berdasarkan gambar 4.2. Sudah tampak lebih baik jika dibandingkan dengan sampel yang *dimilling* selama 2 jam. Populasi pertama menunjukkan besarnya ukuran partikel yaitu sebesar 396,06 nm. Populasi kedua dari sampel yang *dimilling* 2 jam yaitu sebesar 5559,64 nm. Hasil ini diambil dari puncak maksimum dari kedua populasi. Apabila diambil nilai rata-rata dari hasil dari software, sampel dengan waktu *milling* 4 jam memiliki dua populasi distribusi ukuran partikel. Populasi distribusi pertama mempunyai ukuran partikel sebesar 473,5nm dengan intensitas 98.8%. Populasi distribusi yang kedua yaitu sebesar 5190 dengan intensitas 1,2%. Berdasarkan hasil yang didapat, dari waktu 2 jam ditambah sampai 4 jam terjadi penurunan intensitas dari populasi distribusi ukuran partikel. Selanjutnya, pengukuran dilakukan pada sampel MZT2 dengan variasi waktu *milling* selama 6 jam. Serbuk MZT2 dengan waktu *milling* yang semakin lama yaitu dengan waktu 6 jam didapatkan hasil distribusi rata-rata ukuran partikel mencapai 351,6 nm dengan intensitas 100%. Artinya, partikel terdistribusi merata pada ukuran 351,6nm. Pada waktu 6 jam diperoleh kesegaman distribusi partikel yang ditunjukkan pada gambar 4.2. Jika melihat gambar secara keseluruhan reduksi ukuran yang paling optimum

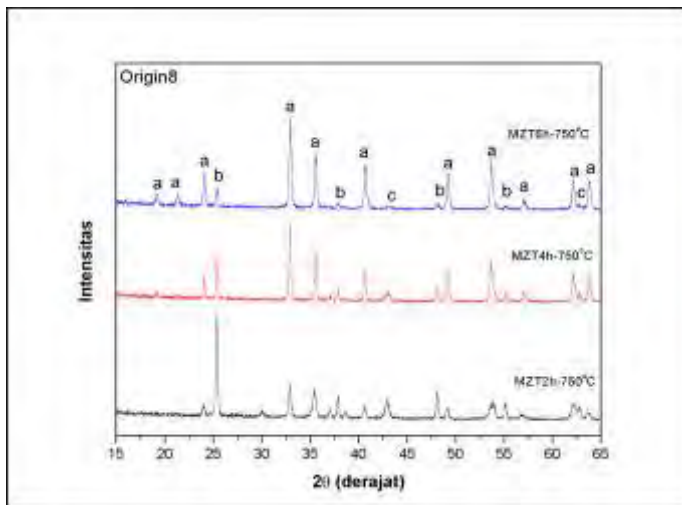
dalam membentuk keseragaman distribusi partikel yakni dengan waktu 6 jam.

Perbedaan distribusi ukuran partikel dipengaruhi oleh banyaknya energi mekanik yang diberikan pada bola-bola dalam *milling* sehingga timbul percepatan. Percepatan dari bola akan menimbulkan gesekan antara bola-bola dan juga bola dengan serbuk yang ada didalam. Karena bola dan serbuk terperangkap dalam ruang yang sempit maka akan timbul gerak relatif diantara partikel-partikel yang ada dalam ruang itu. Sehingga, semakin lama proses *milling* maka reduksi partikel berlangsung semakin lama. Jadi, dengan waktu *milling* yang semakin lama, keseragaman distribusi ukuran partikel akan semakin optimum terbentuk.

4.2 Kalsinasi

Sifat dari suatu material pada dasarnya dikendalikan oleh komposisi fasanya. Selain itu juga dipengaruhi oleh ukuran butir dan porositas atau juga bisa dipengaruhi oleh metode pembuatannya. Tahap yang paling utama dari proses keramik adalah pada proses kalsinasi dan sintering. Serbuk MZT2 hasil proses pencampuran merupakan serbuk yang memerlukan proses kalsinasi. Kalsinasi merupakan proses perlakuan panas yang diberikan pada serbuk hasil sintesis untuk membentuk fasa tertentu. Kalsinasi dilakukan pada serbuk hasil pencampuran. Diharapkan dari proses kalsinasi terbentuk fasa MgZnTiO_3 . Berdasarkan referensi temperatur kalsinasi untuk sampel MZT yang dilakukan yaitu pada rentang temperatur 750°C (Liu and Zuo, 2016) sampai 1000°C (Bernard et al., 2008). Berdasarkan referensi tersebut maka temperatur kalsinasi pada penelitian ini dicoba dari rentang temperatur terendah yaitu kalsinasi pada temperatur 750°C . Kalsinasi dengan temperatur 750°C dilakukan pada serbuk sampel hasil pencampuran dengan waktu *milling* 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Diharapkan pada temperatur kalsin 750°C material serbuk hasil penggerusan dapat membentuk fasa tunggal $(\text{Mg/Zn})\text{TiO}_3$.

Serbuk hasil penggerusan dikalsinasi pada temperatur 750°C waktu tahan 4 jam. Setelah melalui proses kalsinasi, Serbuk dikarakterisasi dengan menggunakan XRD. Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-x (XRD) dilakukan dengan tujuan untuk mengidentifikasi pola difraksi dari sampel. Puncak-puncak difraksi tersebut berisi tentang informasi fasa, struktur kristal dan lain-lain. Agar dapat mengidentifikasi fasa apa saja yang terbentuk pada sampel maka diperlukan sebuah *software* (perangkat lunak). Pengidentifikasi fasa dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *MacTh2*. Pola difraksi untuk sampel MZT dengan waktu *milling* yang divariasikan 2 jam, 4jam dan 6 jam yang dikalsin pada temperatur 750°C waktu tahan 4 jam dapat dilihat pada gambar 4.3



Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-x serbuk $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ (MZT2) kalsinasi pada 750°C dengan variasi waktu *milling* 2jam, 4jam dan 6jam. (keterangan: a= MgZnTiO_3 , b= $\text{TiO}_2(\text{anatase})$, c= MgO)

Keterangan:

MZT2h-750°C → Serbuk MZT2 yang *dimilling* selama 2 jam kemudian dikalsin pada temperatur 750°C.

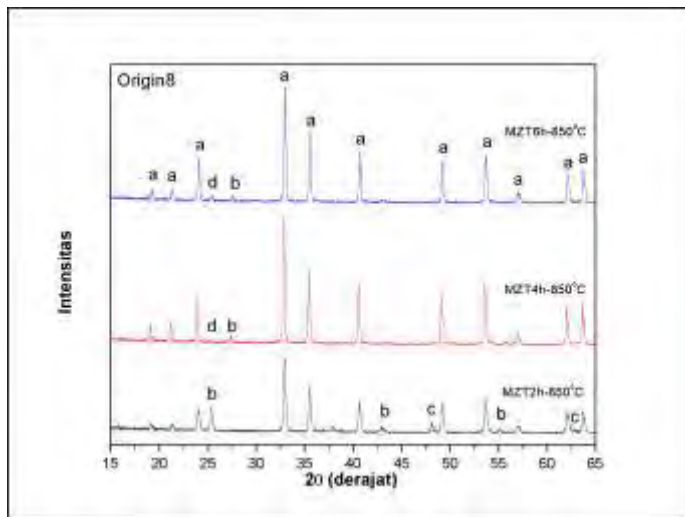
MZT4h-750°C → Serbuk MZT2 yang *dimilling* selama 4 jam kemudian dikalsin pada temperatur 750°C.

MZT6h-750°C → Serbuk MZT2 yang *dimilling* selama 2 jam kemudian dikalsin pada temperatur 750°C.

Identifikasi fasa pola difraksi sinar-x dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Match2* dengan data COD. Hasil yang diperoleh dari perangkat lunak *Match2* merupakan hasil analisa secara kualitatif. Fasa-fasa yang teridentifikasi pada sampel MZT hasil pencampuran dengan waktu *milling* bervariasi antara lain *Geikelite* (MgTiO_3) dengan entry #000790831, *anatase* TiO_2 dengan entry #000782486 *periclase* MgO dengan entry #000772364. Gambar 4.3 menunjukkan ada tiga fasa yang terbentuk ketika sampel MZT hasil pencampuran dan dikalsin pada temperatur 750°C dengan waktu tahan 4 jam. Walaupun fasa utama dari MgZnTiO_3 sudah terbentuk, namun masih ada fasa yang lain yaitu MgO dan TiO . Adanya sisa fasa yang belum terbentuk memungkinkan masih ada bahan yang belum bereaksi dalam pembentukan $(\text{Mg/Zn})\text{TiO}_3$. Perubahan yang signifikan dapat dilihat pada gambar 4.3. Perubahan waktu *milling* juga berpengaruh dalam pembentukan fasa. Sampel dengan waktu *milling* yang lebih lama diperkirakan lebih banyak terbentuk fasa $(\text{Mg/Zn})\text{TiO}_3$ dan berkurang fasa yang lain. Dugaan itu bisa dilihat dari gambar 4.3. Intensitas puncak tertinggi dari fasa utama MgZnTiO_3 semakin bertambah dengan bertambahnya waktu *milling*. Untuk mengetahui seberapa banyak fraksi berat dari fasa utama MgZnTiO_3 maka perlu dilakukan analisa Rietvied. Analisa Rietvied dilakukan untuk mencocokkan data terukur (dari penelitian) dengan data model. Hasil dari analisa Rietvied menginformasikan banyak hal mengenai sampel yang dianalisa. Serbuk MZT2 yang dikalsin dengan temperatur kalsin

750°C belum maksimum dalam pembentukan fasa utama (Mg/Zn)TiO₃ sehingga temperatur kalsinasi perlu ditingkatkan.

Pada penelitian selanjutnya, serbuk MZT2 dari hasil pencampuran dilakukan kalsinasi dengan temperatur yang lebih besar dari 750°C. Serbuk MZT dengan variasi waktu *milling* masing-masing dikalsin dengan temperatur 850°C. Diharapkan pada temperatur kalsin 850°C waktu tahan 4 jam material serbuk MZT hasil penggerusan dapat membentuk fasa tunggal (Mg/Zn)TiO₃ secara optimum. Serbuk yang telah melalui proses kalsinasi selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan XRD. Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-x (XRD) dilakukan dengan tujuan untuk mengidentifikasi pola difraksi (gambar 4.4) dari sampel serbuk MZT2 yang dikalsin dengan temperatur 850°C waktu tahan 4 jam.



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-x Mg_{0.8}Zn_{0.2}TiO₃ (MZT2) dengan temperatur kalsin 850°C dengan variasi waktu *milling* 2jam, 4jam dan 6jam. (keterangan: a=MgTiO₃, b=TiO_{2(rutile)} c=MgO, d= Mg₂TiO₅).

Keterangan:

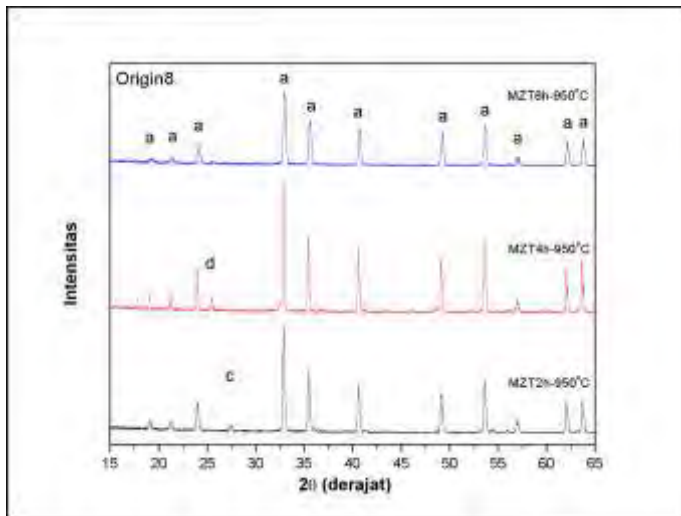
- MZT2h-850°C → Serbuk MZT2 yang *dimilling* selama 2 jam kemudian dikalsin pada temperatur 850°C.
 MZT4h-850°C → Serbuk MZT2 yang *dimilling* selama 4 jam kemudian dikalsin pada temperatur 850°C.
 MZT6h-850°C → Serbuk MZT2 yang *dimilling* selama 6 jam kemudian dikalsin pada temperatur 850°C.

Agar dapat mengidentifikasi fasa apa saja yang terbentuk pada sampel maka diperlukan sebuah *software* (perangkat lunak). Pengidentifikasi fasa menggunakan perangkat lunak *Match2*. Pola difraksi untuk sampel MZT dengan waktu *milling* yang divariasikan 2 jam, 4jam dan 6 jam yang dikalsin pada temperatur 850°C waktu tahan 4 jam dapat dilihat pada gambar 4.4

Analisa kualitatif dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Match2* untuk mengidentifikasi fasa. Berdasarkan gambar 4.4 ada beberapa fasa pembentukan serbuk yang dikalsinasi dengan temperatur 850°C. Fasa-fasa yang teridentifikasi pada hasil penelitian ini antara lain *Geikelite* (MgTiO_3) dengan entry #000790831, *rutile* TiO_2 dengan entry #000781509, *periclase* MgO dengan entry #000772364, dan MgTi_2O_5 dengan entry #000790833. Walaupun fasa utama dari $(\text{Mg/Zn})\text{TiO}_3$ sudah terbentuk, namun masih ada fasa yang lain yaitu MgO , TiO_2 dan fasa sekunder MgTi_2O_5 . Pada kalsin dengan temperatur 850°C waktu tahan 4 jam belum terbentuk fasa utama yang optimum. Pembentukan fasa MgZnTiO_3 yang optimum ditandai dengan munculnya satu fasa tunggal dari $(\text{Mg/Zn})\text{TiO}_3$. Sehingga dalam penelitian ini temperatur kalsinasi dari serbuk MZT2 ditambah dari 850°C menjadi 950°C. Dengan harapan dengan temperatur yang dinaikkan akan terbentuk fasa tunggal dari MgZnTiO_3 .

Kalsinasi dilakukan dengan temperatur kalsin sebesar 950°C waktu tahan 4 jam. Serbuk yang dikalsinasi dengan temperatur tersebut diantaranya serbuk yang dibuat dengan variasi waktu *milling* 2 jam, 4 jam dan 6 jam. Setelah melalui proses *milling*,

serbuk yang telah dikalsinasi dikarakterisasi dengan menggunakan XRD. Karakterisasi tersebut dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui fasa apa saja yang terbentuk pada serbuk sampel dengan waktu kalsin 950°C waktu tahan 4 jam. Pola difraksi yang terbentuk menggambarkan fasa dari sampel yang di karakterisasi XRD. Hasil dari analisa fasa yang terbentuk dapat dilihat pada gambar 4.5

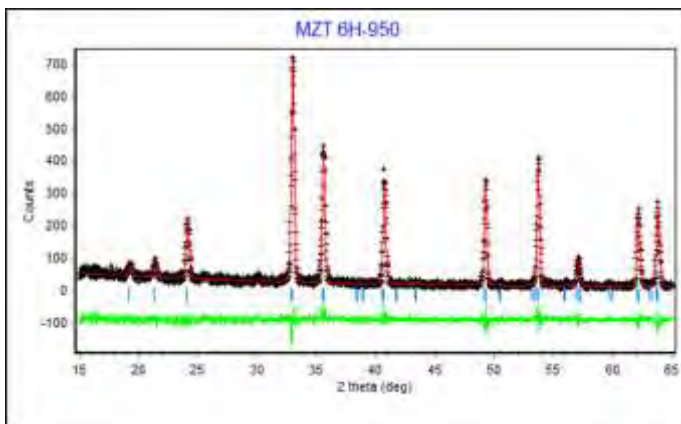


Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-x $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ (MZT2) temperatur kalsin 950°C dengan variasi waktu *milling* 2jam, 4jam dan 6jam. (keterangan: a= MgTiO_3 , c= TiO_2 (rutile), d= MgTi_2O_5).

Identifikasi fasa pola difraksi sinar-x dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Match2* dengan data COD. Hasil yang diperoleh dari perangkat lunak *Match2* merupakan hasil analisa secara kualitatif. Fasa-fasa yang teridentifikasi pada hasil analisa dari sampel yang dikalsin 950°C ini antara lain *Geikelite* (MgTiO_3) dengan entry #000790831, *rutile* TiO_2 dengan entry #000781509, dan MgTi_2O_5 dengan entry #000790833. Pada

sampel MZT2 yang *dimilling* dengan waktu 4 jam dan kalsin 950°C (gambar 4.5) mempunyai fasa utama MgTiO_3 dan fasa sekunder MgTi_2O_5 (*Pseudobrookite*). Hasil analisa menunjukkan terbentuk *single phase* pada sampel MZT2 dengan proses *milling* selama 6 jam dan kalsinasi dengan temperatur 950°C (gambar 4.5). Hasil ini menunjukkan hasil yang optimum dalam pembentuka fasa tunggal MgZnTiO_3 . Hasil yang diperoleh dari pengidentifikasian fasa ini merupakan hasil secara kualitatif. Hasil analisa secara kuantitatif dilakukan dengan menggunakan analisa Rietveld

Analisa *Rietveld* dilakukan setelah analisa fasa dengan menggunakan software *Match2*. Analisa *Rietveld* dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica*. Analisa Rietveld dilakukan untuk mencocokkan data pola fraksi terukur (hasil eksperimen) dan data terhitung (model). Analisa *Rietveld* dilakukan untuk semua sampel. Berikut merupakan salah satu hasil refinement dari sampel MZT2 yang membentuk satu fasa dapat ditunjukkan pada gambar 4.6.



Gambar 4.6 Pola difraksi hasil Analisa Rietveld pada sampel MZT2 dengan *milling* 6 jam dan kalsinasi 950°C.

Keterangan:

-  Data terukur (dari eksperimen)
 Data model
 Error

Berdasarkan gambar 4.6, analisa Rietveld dilakukan untuk mendapatkan data kuantitatif dari sampel. Data terukur dari penelitian yang dilakukan telah dicocokkan dengan data model. Informasi yang diperoleh dari hasil Refinement dapat dilihat pada tabel 4.1. Hasil yang diperoleh meliputi: besarnya parameter kisi, berat molekul, densitas dan lain-lain.

Tabel 4.1 Rekap hasil analisa Rietveld untuk sampel MZT dengan *milling* 6 jam dan kalsinasi 950°C

PHASE 1 (MgZnTiO ₃)						
Sampel	:	MZT6h-950°C				
Metode	:	Normal				
Parameter kisi (Å)	:	a	=	5.060186	±	0.00098
		b	=	5.060186	±	0.00098
		c	=	13.914227	±	0.00304
Volume sel (Å ³)	=	308.548 ± 0.108				
Densitas (gr/cm ³)	=	4.067				
Berat molekul	=	755.983				
Molar Percentage Of Phases	=	-				
Weight Percentage Of Phases	=	-				
Parameter Kecocokan						
GOF	=	1.373				
Rp	=	12.66				
Rwp	=	17.32				
Rexp	=	14.67				
R-Bragg Factor	=	3.18				

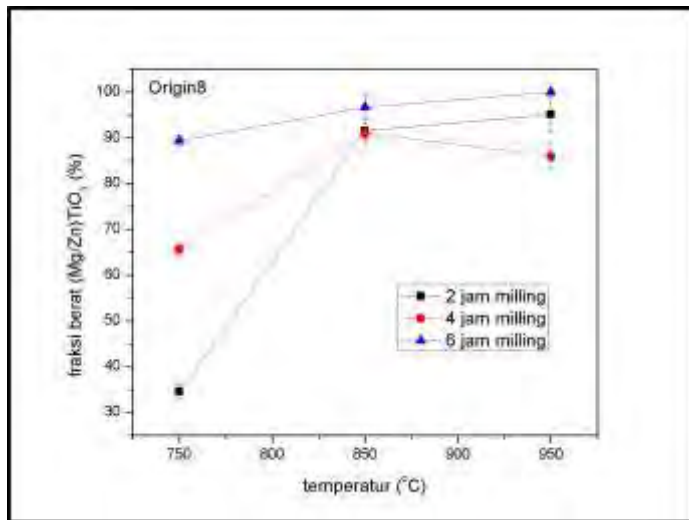
Output dari hasil analisa *Rietveld* pada semua sampel dapat dilihat pada lampiran E. Hasil analisa untuk fasa tunggal MZT2 yakni serbuk MZT2 yang dikalsin dengan temperatur 950°C dengan waktu tahan 4 jam, diketahui bahwa parameter kisi yang terukur adalah $a=b=5.060186 \text{ \AA}$ dan $c=13.914227 \text{ \AA}$. Perbedaan hasil yang dilaporkan oleh (Wechsler and Von Dreele, 1989) bahwa parameter kisi fasa *gierite* adalah $a=b= 5,0548 \text{ \AA}$ dan $c=13,8992 \text{ \AA}$. Perbedaan tersebut menunjukkan bahwa terbentuknya $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ dengan sumbu a dan b bertambah panjang $0,005386 \text{ \AA}$ dan sumbu c $0,015027 \text{ \AA}$ akibat substitusi 20% posisi Mg^{2+} berjejari atom $0,072 \text{ nm}$ digantikan Zn^{2+} berjejari $0,074 \text{ nm}$. Komposisi fasa secara lengkap diuraikan pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Rekapitulasi komposisi fasa berdasarkan analisis Rietveld pada berbagai variasi waktu *milling* dan temperatur kalsinasi

sampel kode	komposisi fasa (%)			
	MgTiO_3	TiO_2	MgO	MgTi_2O_5
MZT-2h-750°C	$34,6\pm1,62$	$40,39\pm1,07$	$25,01\pm1,82$	--
MZT-2h-850°C	$91,51\pm1,65$	$5,17\pm0,19$	$3,32\pm0,82$	--
MZT-2h-950°C	$95,09\pm3,76$	$4.91\pm0,36$	--	--
MZT-4h-750°C	$65,60\pm1,50$	$14,2\pm0,46$	$20,02\pm1,57$	--
MZT-4h-850°C	$90,73\pm3,50$	$3,68\pm0,47$	--	$5,59\pm1,30$
MZT-4h-950°C	85.96 ± 2.81	--	--	$14.04\pm1,77$
MZT-6h-750°C	$91,19\pm1,09$	$5,70\pm0,19$	$3,11\pm0,29$	

MZT-6h-850°C	96,7±2,67	1,56±0,30	--	1,73±0,43
MZT-6h-950°C	100	--	--	--

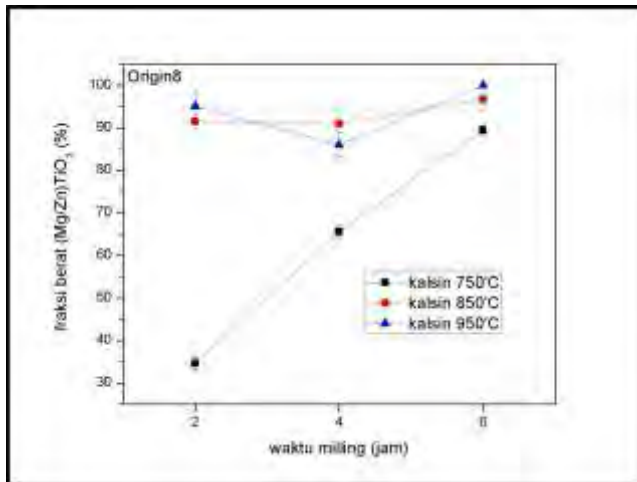
Analisa *Rietveld* menunjukkan data kuantitatif dari sampel. Data kualitatif yang didapat dari hasil analisa meliputi informasi kimiawi maupun struktur mikro dari sampel. Salah satunya yaitu fraksi berat relatif masing-masing fasa.



Gambar 4.7 Hubungan antara fraksi berat terhadap variasi temperatur kalsinasi

Hubungan fraksi berat MgTiO_3 yang terbentuk terhadap temperatur kalsinasi ditunjukkan pada gambar 4.7. Fraksi berat MgTiO_3 bertambah seiring dengan penambahan temperatur kalsin. Kecuali pada sampel MZT2 yang *dimilling* selama 4 jam dengan temperatur kalsin 950°C mengalami penurunan. Penurunan itu dikarenakan pada sampel tersebut terbentuk fasa

sekunder MgTi_2O_5 lebih banyak. Fasa sekunder MgTi_2O_5 terbentuk dari reaksi kimia $\text{MgTiO}_3 + \text{TiO}_2 \rightarrow \text{MgTi}_2\text{O}_5$. Apabila dilihat dari hubungan fraksi berat MgTiO_3 terhadap waktu *milling* pada gambar 4.8 menunjukkan hasil yang sama. Ketika waktu *milling* semakin lama maka pembentukan fraksi berat MZT2 juga semakin banyak. Peristiwa itu dipengaruhi karena semakin lama penggerusan, maka serbuk yang dihasilkan akan mempunyai keseragaman ukuran serbuk. Sehingga apabila diberikan perlakuan tertentu, maka serbuk yang seragam akan lebih mudah berubah. Seperti pada serbuk yang dikalsin pada suhu tertentu. Hasil yang ditunjukkan berbeda-beda dalam pembentukan fasa utamanya.



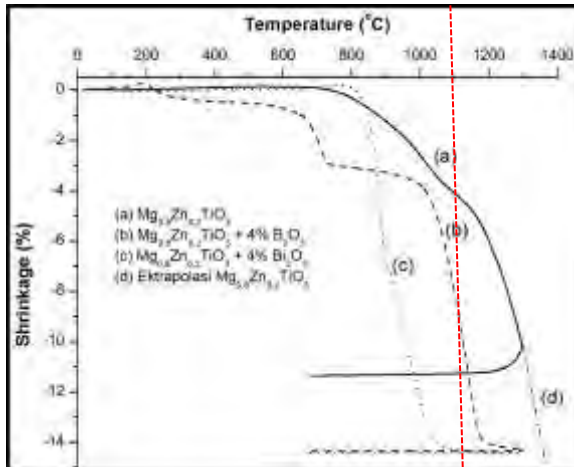
Gambar 4.8 Hubungan antara fraksi berat terhadap variasi waktu *milling*

Hasil analisa *Rietveld* pada sampel MZT2 yang membentuk fasa tunggal yakni pada sampel MZT2 dengan waktu *milling* 6 jam dengan kalsinasi 950°C. Sehingga, waktu *milling* dengan menggunakan *attritor mill* yang paling efektif dalam pembentukan fasa tunggal dari sampel MZT2 yaitu waktu *milling* 6 jam. Efektifitas tersebut juga ditunjukkan dengan hasil

pengujian PSA. Sampel dengan yang *dimilling* dengan waktu 6 jam mempunyai distribusi partikel yang kecil dan merata dengan satu distribusi yaitu sebesar 351,6nm (gambar 4.2).

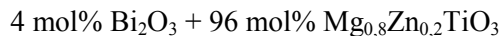
Hasil yang paling optimum dalam pembentukan fasa tunggal MZT2 selanjutnya akan diproses dengan penambahan 4 mol% Bi_2O_3 . Penambahan 4 mol% Bi_2O_3 dilakukan untuk mereduksi temperatur sintering dari material keramik MZT2. Berdasarkan penelitian (Saukani and Suasmoro, 2015), untuk mereduksi temperatur sinter terdapat tiga cara yang dapat dilakukan yaitu: (1) menambahkan dopan yang memiliki titik leleh yang lebih rendah ke dalam *host* (2) proses sintesis secara kimia yang dapat memperkecil ukuran partikel material (3) mencari material baru yang memiliki temperatur sintering rendah (normalnya di bawah 1000°C).

Reduksi temperatur sintering dilakukan untuk memperbaiki sifat dan karakteristik dari material. Reduksi temperatur sinter pada penelitian ini yakni dengan menambahkan material dopan Zn^{2+} kedalam material MgTiO_3 dan juga penambahan fasa cair ke dalam *host* material yakni material Bi_2O_3 . Penelitian ini sama dengan penelitian yang pernah dilakukan oleh Saukani(2015). Berdasarkan kajian pengujian dilatometri yang telah dilakukan oleh Saukani (2015) penambahan 4 mol% Bi_2O_3 (gambar 4.9) mampu mereduksi temperatur sinter MZT dari 1350°C menjadi 1100°C . Pada gambar 4.9 menunjukkan kurva penyusutan terhadap temperatur yang diukur pada temperatur ruang hingga temperatur 1400°C . Penyusutan maksimal yaitu terjadi pada sampel MZT2+4 mol% Bi_2O_3 . Untuk mencapai penyusutan tersebut minimal disinter temperatur 1350°C . Mempertimbangkan adanya daerah-daerah penyusutan maksimum sebesar 14% untuk material MZT yang ditambah dnegan 4 mol% Bi_2O_3 maka temperatur sintering ditetapkan pada temperatur 1100°C dengan waktu tahan 4 jam dan 6 jam.



Gambar 4.9 Kurva dilatometer dari sampel MZT2 dengan berbagai variasi zat aditif (Saukani dan Suasmoro, 2015).

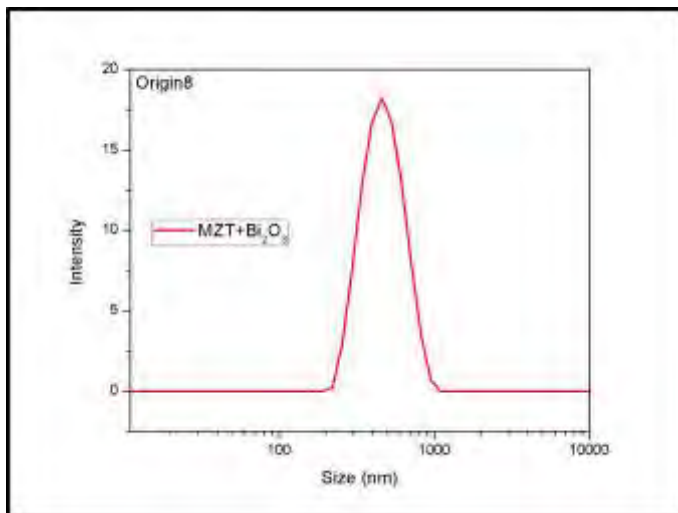
Sampel MZT yang paling optimum dari proses sintesis dicampur dengan 4 mol% Bi_2O_3 . Sebelum pencampuran, hal yang dilakukan adalah melakukan perhitungan stoikiometri dengan komposisi



Perhitungan dilakukan dengan maksud untuk mengetahui massa yang dicampurkan dari masing-masing bahan. Pengukuran massa yang dibutuhkan terlampir pada lampiran B. Setelah melalui proses pengukuran massa dari masing-masing bahan. Dari masing-masing bahan tentunya mempunyai ukuran butir yang tidak merata. Sehingga diperlukan proses penggerusan. Penggerusan dilakukan dengan menggunakan *attritor milling*. Penggerusan dilakukan dengan waktu 2 jam dengan kecepatan *milling* 600 rpm. Proses selanjutnya setelah melalui proses penggerusan yaitu menguapkan alkohol. Penguapan alkohol dilakukan dengan tujuan untuk menghasilkan serbuk hasil

sintesis. Penguapan dilakukan dengan menggunakan *rotary evaporation*. Setelah diuapkan maka diperoleh serbuk hasil sintesis dari MZT2.

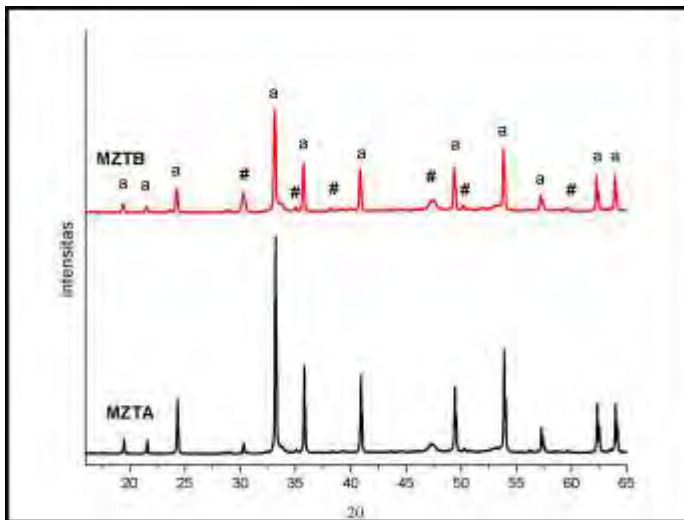
Proses selanjutnya adalah pengukuran distribusi partikel hasil sintesis dengan pengujian PSA. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel terhadap pengaruh variasi waktu *milling*. Distribusi ukuran partikel dilakukan dengan menggunakan instrumen PSA *Malvern Master Size* (Malvern Instrument Ltd, Malvern). Sebelum dilakukan pengujian PSA sampel dipreparasi menjadi koloid. Distribusi ukuran partikel hasil pengujian dapat dilihat pada gambar 4.10



Gambar 4.10 Distribusi Partikel $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3 + 4\% \text{wt Bi}_2\text{O}_3$ dengan waktu *milling* selama 2 jam.

Hasil pengujian PSA menunjukkan bahwa sampel MZT yang ditambahkan 4 mol% Bi_2O_3 mempunyai satu distribusi ukuran. Satu populasi itu menunjukkan keseragaman dari sampel. Keseragaman distribusi yang ditunjukkan oleh sampel campuran yaitu dengandistribusi sebesar 482,8nm dengan intensitas

distribusi sebesar 100%. Sampel yang sudah memenuhi keseragaman distribusi ukuran partikel dilakukan pencetakan. Pencetakan dilakukan dengan membentuk serbuk menjadi pellet silinder dengan ukuran diameter 13mm dengan tekanan 75Mpa. Selanjutnya, pellet silinder disinter dengan temperatur 1100°C dengan variasi waktu tahan 4 jam dan 6 jam. Selanjutnya dikarakterisasi XRD untuk mengetahui fasa apa saja yang terbentuk. Pola hasil difraksi sinar-x dapat dilihat pada gambar 4.11



Gambar 4.11 Pola difraksi sinar-x $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ (MZT2) dengan penambahan Bi_2O_3 sinter 1100°C 4 jam (MZTA) dan 6 jam (MZTB). (keterangan: a= MgTiO_3 , # $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$).

Gambar 4.11 menunjukkan pola difraksi sampel MZT2 dengan penambahan 4% Bi_2O_3 waktu sinter 4 jam dan 6 jam. Hasil identifikasi fasa menunjukkan fasa-fasa yang terbentuk hasil sinter ini adalah MZT2 dan *Bismuth titanate* ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) dengan

nomor entry #000470398. Terbentuknya fasa *Bismuth titanate* ($\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$) diidentifikasi bismuth bereaksi dengan MZT2.

Seluruh sampel yang telah disinter dilakukan pengukuran densitas menggunakan metode archimedes dan dihitung dengan menggunakan persamaan 3.1. Hasil pengukuran densitas dengan menggunakan metode archimedes ditunjukkan pada tabel 4.3

Tabel 4.3 Hasil pengukuran densitas Archimedes

Kode sampel	Sampel	Densitas Archimedes (gr/cm^3)
MZTA	MZT+4%wt Bi_2O_3 sinter 4 jam	3.927
MZTB	MZT+4%wt Bi_2O_3 sinter 6 jam	3.865

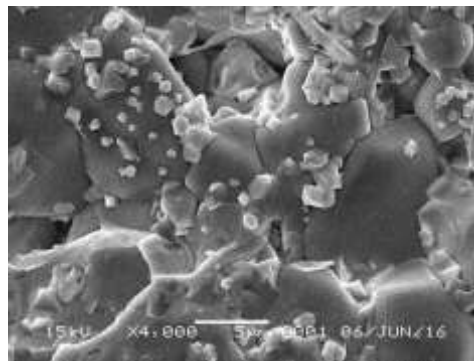
Pada pengukuran densitas Archimedes diketahui bahwa densitas untuk sampel MZTA lebih besar dibandingkan dengan densitas sampel MZTB. Apabila dilihat dari hasil karakterisasi pola difraksi sinar-x, sampel MZTA memiliki pola difraksi dengan puncak berintensitas tinggi (gambar 4.6). Untuk lebih mengetahui secara lebih detail dari perkembangan mikrostruktur dijelaskan dengan pengujian SEM.

Karakterisasi struktur mikro dilakukan untuk mengamati morfologi permukaan pada sampel MZTA dan MZTB. Pengujian ini dilakukan untuk membandingkan morfologi sampel yang divariasi waktu sinternya. Berdasarkan gambar 4.12 terlihat gambar morfologi kedua sampel hampir sama. Morfologi pada sampel MZTA (gambar 12(a)) terlihat ada beberapa populasi jenis butir. Populasi butiran yang paling besar diduga menunjukkan fasa kristalin MgZnTiO_3 . Populasi butiran kecil yang mengelilingi MgZnTiO_3 diduga adalah fasa kristalin $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$. Pada daerah batas butir terdapat fasa non kristal. Adanya fasa non kristal tersebut, diduga akibat peristiwa mencairnya kristal Bi_2O_3 ketika disinter pada temperatur 1100°C . Diketahui bahwa titik lebur dari Bi_2O_3 yaitu pada temperatur

820°C(Wu et al., 2010). Sehingga, menyebabkan Kristal Bi_2O_3 berubah menjadi fasa cair ketika dipanaskan pada temperatur diatas 820°C. Sehingga fasa yang terbentuk diantara batas butir kristal adalah endapan fasa cair Bi_2O_3 . Pada sampel MZTB juga menunjukkan hasil yang sama (gambar12(b)).



(a)



(b)

Gambar 4.12 Hasil pengamatan struktur mikro menggunakan uji SEM untuk sampel (a) MZTA dan (b) MZTB

Namun, apabila dilihat dari banyaknya populasi butir kecil jumlahnya lebih banyak. Butir kecil yang menunjukkan banyaknya fasa bismuth titanat. Hasil itu didukung dari pola difraksi yang dihasilkan dari sampel MZTB. Pada sampel MZTB intensitas untuk fasa kristalin $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ lebih tinggi apabila dibandingkan dengan sampel MZTA (gambar 4.11). Selain itu mengingat prosentase fasa utama dari MgZnTiO_3 dari sampel MZTA sebesar 92,6% dan sampel MZTB sebesar 88,3%. Hasil itu diperoleh dari hasil analisis dengan perangkat lunak Match2. Karena diperoleh dari hasil Match, maka data tersebut sifatnya semikuantitatif.

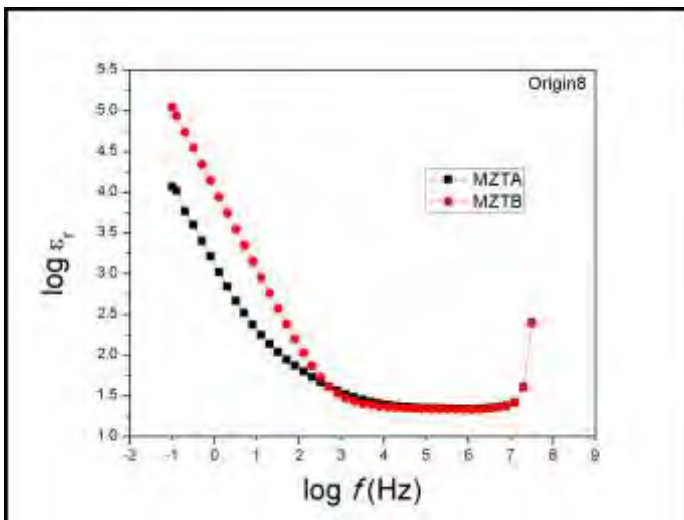
4.3 Karakteristik sifat listrik

$(\text{Mg/Zn})\text{TiO}_3$ merupakan material dielektrik yang bekerja pada gelombang mikro. Pada beberapa penelitian, material ini diberikan respon frekuensi dengan orde GHz. Pada orde frekuensi tersebut merupakan daerah terjadinya polarisasi dipolar. Pada material MZT2, polarisasi dipolar diakibatkan oleh adanya atom Mg dan Ti yang memiliki muatan yang berbeda. Perbedaan muatan itu yang menyebabkan timbulnya dipol-dipol. Pengujian listrik pada penelitian ini dilakukan pada rentang frekuensi 0,1Hz–32MHz. Pada rentang frekuensi tersebut akan diamati perubahan polarisasinya.

Pada penelitian ini ada dua sampel yang akan dikarakterisasi sifat dielektriknya. Pertama, sampel MZT dengan penambahan Bi_2O_3 disinter selama 4 jam (MZTA). Kedua, sampel MZT dengan penambahan Bi_2O_3 disinter selama 6 jam (MZTB). Pengukuran sifat dielektrik dilakukan dengan menggunakan *Impedance Analyzer Solatron* SI 1260 dengan tegangan listrik bolak balik sebesar 1V pada range frekuensi 0,1Hz hingga 32 MHz. Berikut disajikan beberapa grafik hasil karakterisasi sifat listrik dari masing-masing sampel.

Berdasarkan tabel 4.3 sampel MZTA memiliki densitas yang lebih tinggi apabila dibandingkan dengan sampel MZTB. Suatu material yang mempunyai densitas yang lebih tinggi berarti

mempunyai tingkat porositas yang rendah. Sampel MZTA memiliki nilai densitas yang lebih tinggi, sehingga ketika diberikan tegangan dari luar dengan frekuensi tertentu, material ini lebih lambat mengalami perubahan polarisasi *space charge*. Material yang memiliki nilai densitas yang rendah akan lebih mudah mengalami polarisasi *space charge* daripada mengalami polarisasi dipolar. Berdasarkan gambar 4.13 sampel MZTA dengan densitasnya yang lebih besar, memiliki nilai log permitivitas listrik yang tinggi. Permitivitas listrik menyatakan kemampuan suatu bahan dalam proses polarisasi dan menyimpan energi listrik. Pada sampel MZTB mempunyai densitas yang cenderung lebih kecil daripada sampel MZTA, gambar 4.13 menunjukkan sampel MZTB memiliki nilai log permitivitas yang lebih rendah jika dibandingkan dengan sampel MZTA.

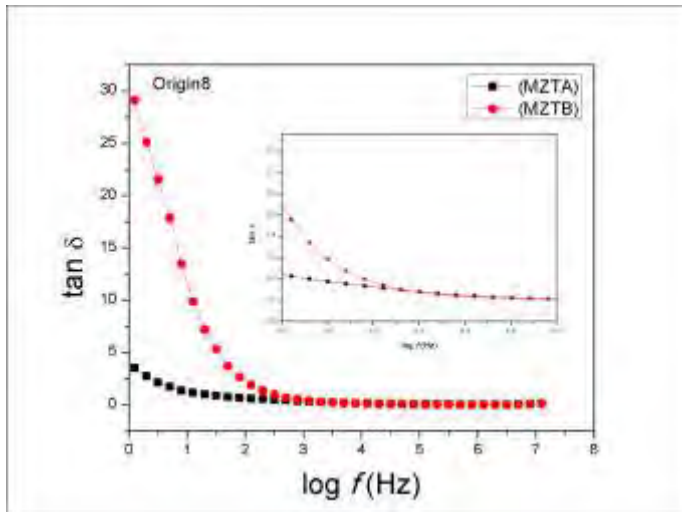


Gambar 4.13 Hubungan permitivitas real terhadap log frekuensi pada variasi waktu tahan sintering.

Pada penelitian ini, data dari permitivitas real (ϵ_r) akan dianalisa dengan dua mekanisme polarisasi. Polarisasi *space charge* untuk daerah frekuensi yang rendah dan polarisasi dipol untuk daerah dengan frekuensi tinggi. Daerah polarisasi dipol diasumsikan terjadi ketika nilai $\log \epsilon_r$ stabil. Daerah polarisasi *space charge* pada range frekuensi sebelum nilai $\log \epsilon_r$ stabil. Diasumsikan bahwa, daerah transisi didasarkan pada kurva $\log \sigma_{ac}$ terhadap $\log f$ yang ditunjukkan pada gambar 4.15. Nilai minimum dari $\log \sigma_{ac}$ merupakan wilayah transisi diantara kedua polarisasi. Range frekuensi dari polarisasi *space charge* turun hingga frekuensi 0,1Hz. Polarisasi *space charge* mulai terjadi dari frekuensi 0,1 Hz sampai kira-kira 8 KHz untuk sampel MZTA. Sebelum stabil pada frekuensi 12 KHz yang merupakan daerah transisi. Pada daerah frekuensi 20 KHz sampai 3.2MHz mekanisme polarisasi dipol dimulai secara dominan dengan ditandai dengan nilai permitivitas relatifnya (ϵ_r) yang stabil sebesar 22.38 . Pada sampel MZTB, polarisasi *space charge* mulai terjadi dari frekuensi 0,1 Hz sampai 3,2 KHz. Pada sampel MZTB polarisasi dipolar terjadi pada frekuensi 50 KHz sampai 3.2MHz dengan nilai permitivitas relatifnya sebesar 21.59. Respon nilai permitivitas (gambar 4.13) berpengaruh pada nilai $\tan \delta$. $\tan \delta$ menunjukkan nilai factor disipasi dari material. Gambar 4.14 tampak bahwa nilai $\tan \delta$ dari sampel MZTA lebih kecil dari pada MZTB pada frekuensi 1 KHz. Semakin kecil nilai dari factor disipasi material, maka material bersifat lebih resistif. Artinya material lebih sedikit menyerap energi.

Karakteristik sifat dielektrik dari suatu material MZTA dan MZTB ditentukan dari karakteristik dari bahan itu sendiri. Berdasarkan hasil identifikasi fasa, pada sampel MZTA dan MZTA terdapat fase sekunder. Fasa sekunder itu sangat mempengaruhi nilai permitivitas (ϵ_r) dan juga nilai dari $\tan \delta$ pada sampel terutama pada nilai dari pada daerah polarisasi *space charge*. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pada daerah *space charge* polarisasi, nilai (ϵ_r) dari sampel MZTA lebih besar jika

dibandingkan dengan sampel MZTB seperti yang terlihat pada gambar 4.13 dan gambar 4.14



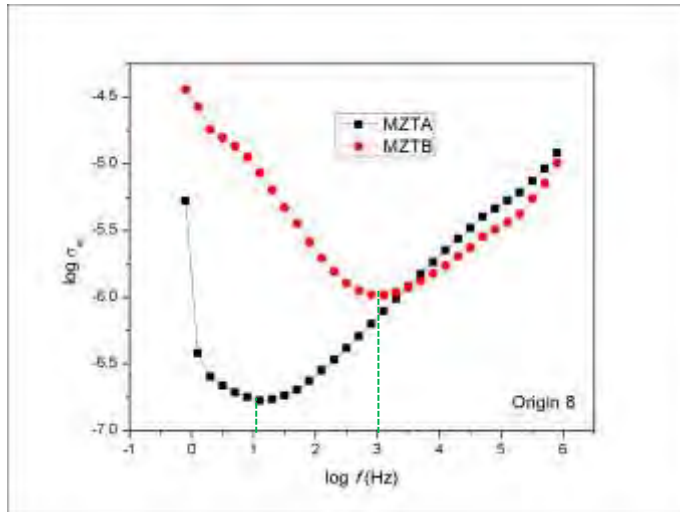
Gambar 4.14 Grafik hubungan $\tan \delta$ terhadap log frekuensi pada variasi waktu tahan sintering

Konduktivitas dari material dielektrik pada sampel dievaluasi dengan menggunakan persamaan

$$\sigma_{ac} = \omega \epsilon_0 \epsilon_r \tan \delta$$

Dimana, $\omega = 2\pi f$ dan ϵ_0 = permitivitas ruang hampa.

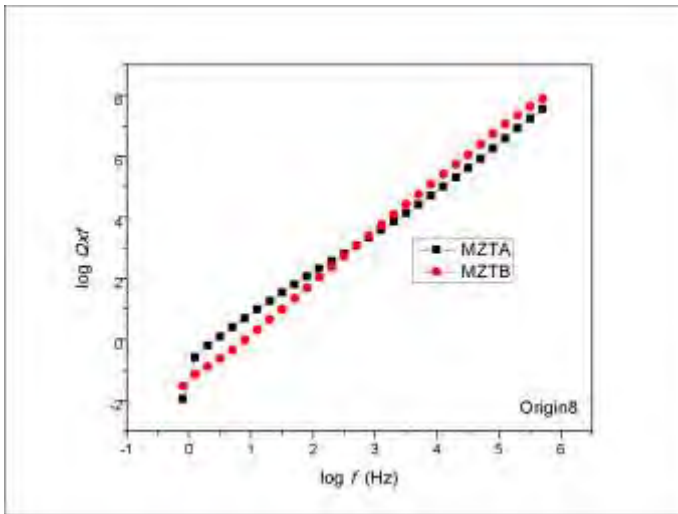
Variasi nilai σ_{ac} dari frekuensi 0.1Hz sampai 32MHz untuk material MZTA dan MZTB ditunjukkan pada gambar 4.15.



Gambar 4.15 Grafik hubungan $\log \sigma_{ac}$ terhadap $\log$ frekuensi pada variasi waktu tahan sintering

Nilai minimum dari $\log \sigma_{ac}$ pada setiap material seharusnya cocok pada batas transisi daerah antara polarisasi *space charge* dan polarisasi dipol. Batas minimum untuk MZTA yaitu pada frekuensi 12 Hz dengan nilai σ_{ac} sebesar $2,02 \times 10^{-7} \text{ Sm}^{-1}$. Untuk sampel MZTB batas minimumnya yaitu pada frekuensi 1 KHz dengan nilai σ_{ac} sebesar $6,3 \times 10^{-7} \text{ Sm}^{-1}$. Pada sampel MZTA pada frekuensi 10 Hz mengalami transisi perubahan dari polarisasi *space charge* ke polarisasi dipolar. Sedangkan pada sampel MZTB mengalami transisi pada frekuensi 1 KHz. Apabila dibandingkan dari besarnya nilai $\log \sigma_{ac}$ pada daerah transisi, nilai $\log \sigma_{ac}$ sampel MZTA lebih kecil dibandingkan dengan MZTB. Jika nilai konduktivitas bahan lebih kecil berarti bahan dikatakan lebih resistif. Bahan dengan nilai konduktivitas dielektrik kecil sangat cocok jika digunakan sebagai bahan dielektrik. Karena syarat suatu bahan dapat dijadikan bahan dielektrik yaitu memiliki konstanta dielektrik yang tinggi dan

sifatnya non konduktif atau isolator. Kedua bahan memenuhi syarat, namun untuk MZTA lebih bagus kualitasnya sebagai bahan dielektrik. Faktor kualitas dari bahan dielektrik dapat dibandingkan dari grafik hubungan $\log Q_{xf}$ terhadap frekuensi (gambar 4.16)



Gambar 4.16 Grafik hubungan $\log Q_{xf}$ (*Quality factor*) terhadap $\log$ frekuensi pada variasi waktu tahan sintering

Faktor kualitas (Q_{xf}) untuk semua bahan ditunjukkan pada gambar 4.16. Berdasarkan gambar 4.16 sampel MZTA nilai factor kualitas bertambah dari frekuensi 0,1 Hz sampai 1KHz. Sedangkan untuk sampel MZTB, nilai factor kualitas bertambah dari frekuensi 1KHz sampai dengan 1MHz. Dari pernyataan itu maka sampel MZTA lebih baik diaplikasikan pada frekuensi yang rendah. Karena factor kualitas (Q_{xf}) pada komposisi MZTA lebih baik apabila dibandingkan dengan MZTB jika pada frekuensi rendah dibawah 1KHz.

LAMPIRAN A DATA BASE SAMPLE

• Data ICSD untuk MgTiO₃

Data ICSD untuk MgTiO₃

COL ICSD Collection Code 65794

DATE Recorded Dec 27, 1990; updated Jun 26, 1998

NAME Magnesium titanium oxide

MINR Geikielite

MINR Corundum group

FORM Mg Ti O₃

= Mg O₃ Ti

TITL Structure refinements of Mg₂ Ti O₄, Mg Ti O₃ and Mg Ti₂ O₅ by time-

of-flight neutron powder diffraction

REF ASBSD 45 (1989) 542-549

AUT Wechsler B A, Dreele R B, Von

CELL a=5.055(0) b=5.055(0) c=13.899(1) a=90.0 a=90.0 c=120.0
V=307.6 D=4.05 Z=6

SGR R -3 H (148) - trigonal

CLAS -3 (Hermann-Mauguin) - C_{3i} (Schoenflies)

PRS hR30

ANX ABX3

PARM Atom__No OxStat Wyck -----X-----Y-----Z-----

- -SOF-

Mg	1	2.000	6c	0.	0.	0.35570(5)
Ti	1	4.000	6c	0.	0.	0.14510(7)
O	1	-2.000	18f	0.31591(8)	0.02146(8)	0.24635(3)

WYCK f c2

ŷ

TF	Atom	U(1,1)	U(2,2)	U(3,3)	U(1,2)	U(1,3)	U(2,3)
Mg	1	0.0050	0.0050	0.0055	0.0025	0.0000	0.0000
		(2)	(2)	(1)			
Ti	1	0.0035	0.0035	0.0042	0.0018	0.0000	0.0000
		(2)	(3)	(1)			
O	1	0.0040	0.0041	0.0059	0.0016	0.0010	0.0013
		(2)	(2)	(1)	(1)	(1)	

REM NDP (neutron diffraction from a powder)

REM RVP

REM M PDF 6-494

RVAL 0.026

TEST Calculated density unusual but tolerable. (Code 23)

• **Data ICSD untuk TiO₂ rutile**

Data ICSD untuk TiO₂ rutile

COL ICSD Collection Code 33838

DATE Recorded Jul 10, 1991; updated Jan 19, 1999

NAME Titanium oxide

MINR Rutile - synthetic

MINR Rutile group

FORM Ti O2

= O2 Ti

TITL The crystal structure of rutile as a function
of temperature up to
1600 degrees C

REF Zeitschrift fuer Kristallographie (149,1979-)
ZEKRD 194 (1991) 305-313

AUT Sugiyama K, Takeuchi Y

CELL a=4.600(0) b=4.600(0) c=2.965(0) α =90.0
 β =90.0 γ =90.0

V=62.8 Z=2

SGR P 42/m n m (136) - tetragonal

CLAS 4/mmm (Hermann-Mauguin) - D4h (Schoenflies)

PRS tP6

ANX AX2

PARM Atom No OxStat Wyck -----X----- -----Y-----

-----Z----- -SOF-

Ti 1 4.000 2a 0. 0.

O 1 -2.000 4f 0.3053(3) 0.3053(3)

0.

WYCK f a

γ

TF Atom $\alpha(1,1)$ $\alpha(2,2)$ $\alpha(3,3)$ $\alpha(1,2)$ $\alpha(1,3)$
 $\alpha(2,3)$

Ti 1 0.0127 0.0127 0.0182 0.0001
0.0000 0.0000

(5) (5) (11) (1)
O 1 0.0109 0.0109 0.0154 -0.0028
0.0000 0.0000

(6) (6) (15) (4)

REM TEM 523

RVAL 0.052

- **Data ICSD untuk MgO periclase**

Data ICSD untuk MgO periclase

COL ICSD Collection Code 64930

DATE Recorded Jun 26, 1998

NAME Magnesium oxide

MINR Periclase

MINR Halite group

FORM Mg O

= Mg O

TITL Crystal Structure

REF Zeitschrift fuer Kristallographie,

Kristallgeometrie,

Kristallphysik, Kristallchemie (-144,1977)

ZEKGA 56 (1927) 430

AUT Schiebold E

CELL a=4.200 b=4.200 c=4.200 à=90.0 á=90.0 ç=90.0

V=74.1 D=3.56 Z=4

SGR F m -3 m (225) - cubic

CLAS m-3m (Hermann-Mauguin) - Oh (Schoenflies)

PRS cF8

ANX AX

PARM Atom No OxStat Wyck -----X-----Y-----

-Z-----SOF-

Mg	1	2.000	4a	0.	0.	0.
O	1	-2.000	4b	1/2	1/2	1/2

WYCK b a

REM M PDF 45-946

TEST Calculated density unusual but tolerable. (Code 23)

TEST No R value given in the paper. (Code 51)

TEST At least one temperature factor missing in the paper. (Code 53)

- **Data ICSD untuk TiO₂ anatase**

Data ICSD untuk TiO₂ Anatase

```

COL  ICSD Collection Code 202243
DATE Recorded Dec 19, 1988; updated Nov 10, 1997
NAME Titanium dioxide
MINR Anatase - synthetic
FORM Ti O2
    = O2 Ti
TITL Structural-electronic relationships in
inorganic solids: Powder
    neutron diffraction studies of the rutile and
anatase polymorphs
    of titanium dioxide at 15 and 295K
REF  Journal of the American Chemical Society
    JACSA 109 (1987) 3639-3646
AUT  Burdett J K, HughbanksŸT, MillerŸGŸJ,
RichardsonŸJŸW, SmithŸJŸV
CELL a=3.782(0) b=3.782(0) c=9.502(0) à=90.0 á=90.0
ç=90.0
    V=135.9 Z=4
SGR  I 41/a m d Z (141) - tetragonal
CLAS 4/mmm (Hermann-Mauguin) - D4h (Schoenflies)
PRS  tI12
ANX  AX2
PARM Atom__No OxStat Wyck -----X-----Y-----
-----Z----- -SOF-
    Ti 1 4.000 4b 0. 1/4
3/8
    O 1 -2.000 8e 0. 1/4
0.16675(4)
WYCK e b
Ÿ
TF Atom U(1,1) U(2,2) U(3,3) U(1,2) U(1,3)
U(2,3)
    Ti 1 0.0009 0.0009 0.0009 0.0000 0.0000
0.0000
        (1) (1) (1)
    O 1 0.0023 0.0048 0.0033 0.0000 0.0000
0.0000
        (1) (2) (1)
REM NDP (neutron diffraction from a powder)
REM TEM 15
REM M PDF 21-1272
RVAL 0.031
TEST At least one temperature factor is implausible
or meaningless but
    agrees with the value given in the paper.
(Code 52)

```

- **Data COD untuk MgTi_2O_5**

```

Data COD untuk MgTi2O5
data_9002014
loop_
  _publ_author_name
  'Yang, H.'
  'Hazen, R. M.'
  _publ_section_title;
  Comparative high-pressure crystal chemistry of
  karrooite, MgTi2O5, with
  different ordering states
  Sample P600, x(Ti) in M1 = .070, P = 3.22 GPa;
  _journal_name_full
  'American
  Mineralogist'
  _journal_page_first
  130
  _journal_page_last
  137
  _journal_volume
  84
  _journal_year
  1999
  _chemical_formula_sum
  'Mg O5 Ti2'
  _chemical_name_mineral
  Pseudobrookite
  _space_group_IT_number
  63
  _symmetry_space_group_name_Hall
  '-B 2 2b'
  _symmetry_space_group_name_H-M
  'B b m m'
  _cell_angle_alpha
  90
  _cell_angle_beta
  90
  _cell_angle_gamma
  90
  _cell_length_a
  9.6540
  _cell_length_b
  9.9387
  _cell_length_c
  3.7218
  _cell_volume
  357.100
  _diffrn_ambient_pressure
  3.22e+06
  _exptl_crystal_density_diffrn
  3.721
  _cod_original_formula_sum
  '(Mg Ti2) O5'
  _cod_database_code
  9002014
  _
  _
  _

```

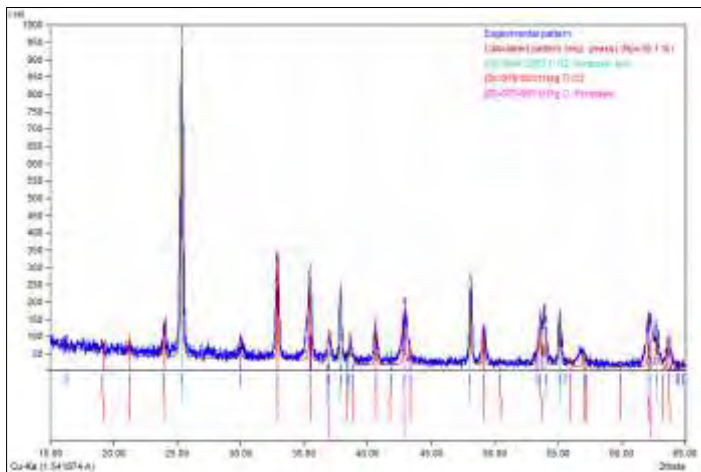
```

_symmetry_equiv_pos_as_xyz
x,y,z
1/2+x,y,1/2+z
-x,1/2+y,z
1/2-x,1/2+y,1/2+z
x,1/2-y,-z
1/2+x,1/2-y,1/2-z
x,y,-z
1/2+x,y,1/2-z
-x,-y,z
1/2-x,-y,1/2+z
x,1/2-y,z
1/2+x,1/2-y,1/2+z
-x,1/2+y,-z
1/2-x,1/2+y,1/2-z
-x,-y,-z
1/2-x,-y,1/2-z
loop_
_atom_site_label
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_occupancy
_atom_site_U_iso_or_equiv
Mg1 0.80450 0.25000 0.00000 0.93000 0.00633
Ti1 0.80450 0.25000 0.00000 0.07000 0.00633
Ti2 0.13350 0.43330 0.00000 0.96500 0.00469
Mg2 0.13350 0.43330 0.00000 0.03500 0.00469
O1 0.21970 0.25000 0.00000 1.00000 0.00709
O2 0.04610 0.88580 0.00000 1.00000 0.00925
O3 0.31410 0.93770 0.00000 1.00000 0.00697

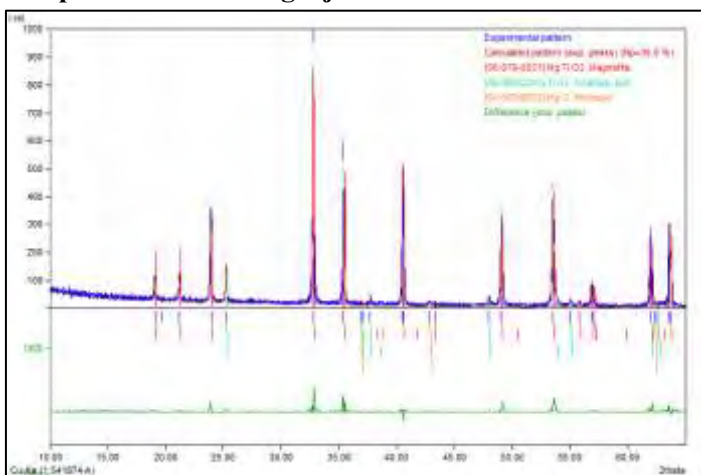
```

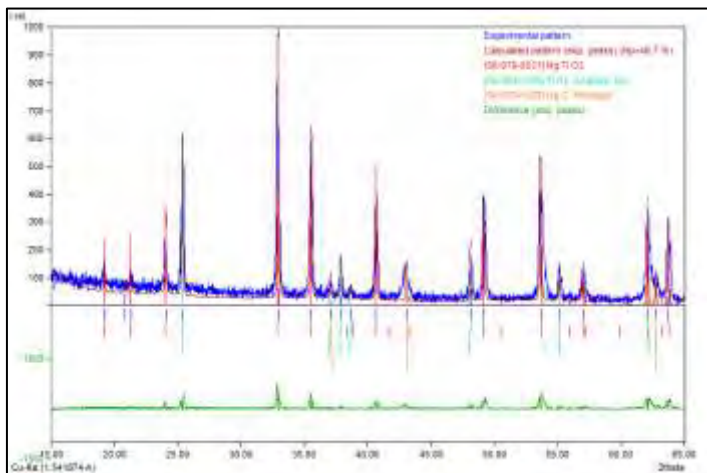
LAMPIRAN B DATA HASIL MATCH

a. Sampel MZT02 milling 2 jam kalsinasi 750°C

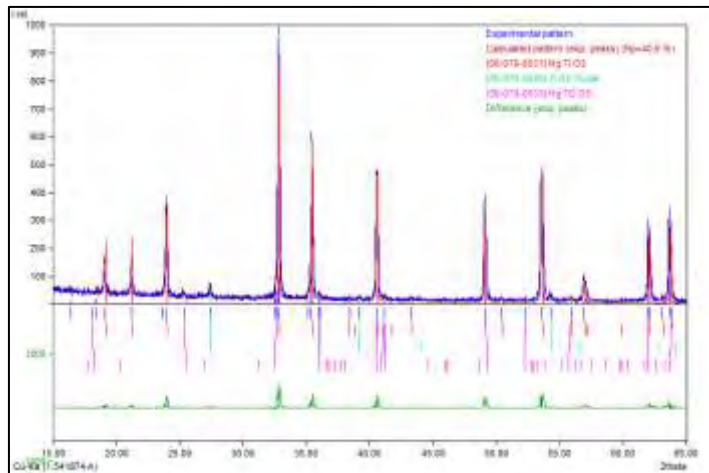


b. Sampel MZT02 milling 2 jam kalsinasi 850°C

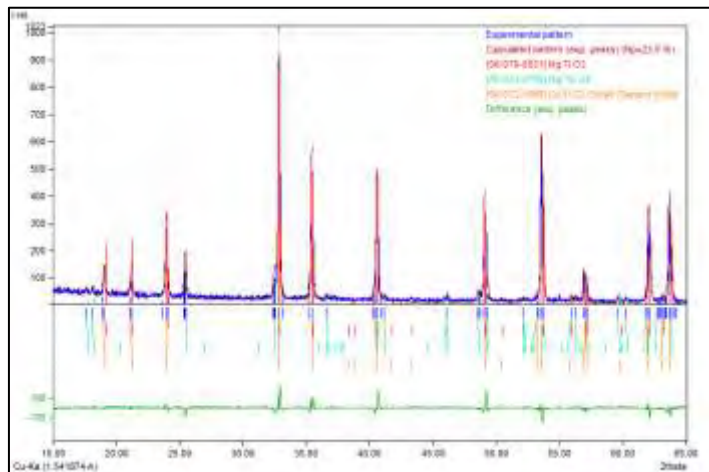




e. Sampel MZT02 milling 4 jam kalsinasi 850°C

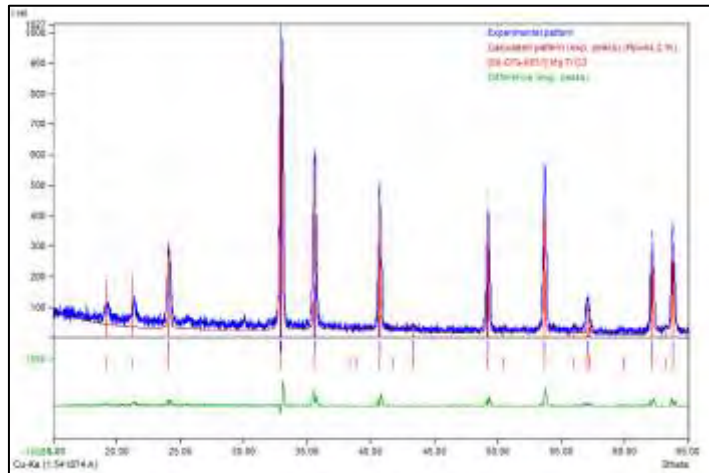


f. Sampel MZT02 milling 4 jam kalsinasi 950°C

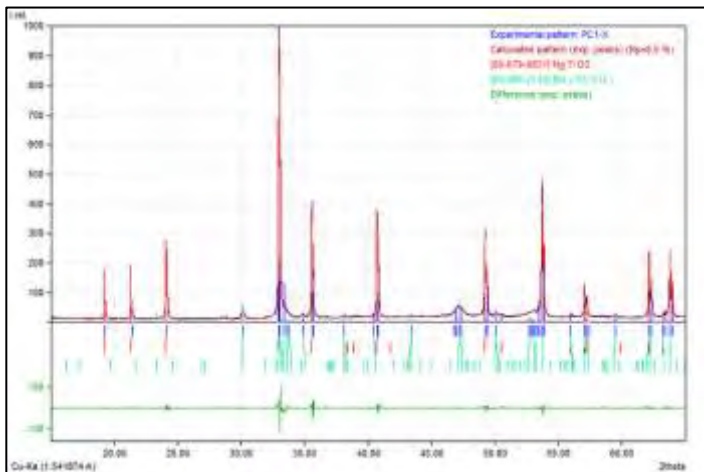


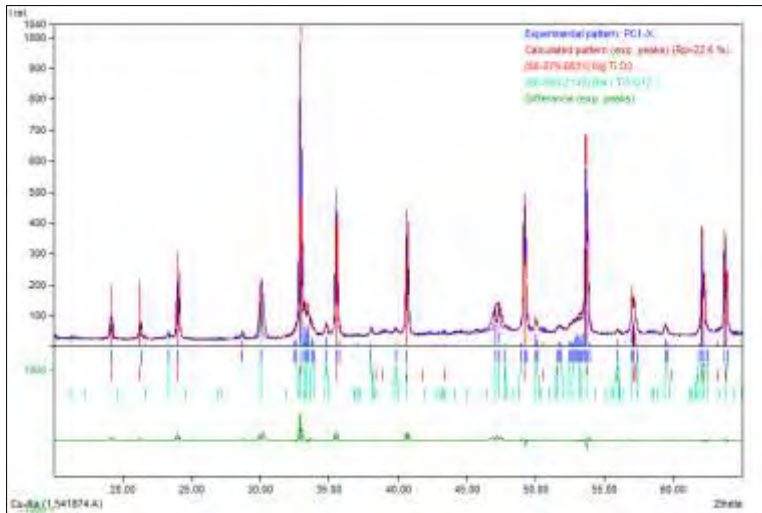


i. Sampel MZT02 milling 6 jam kalsinasi 950°C



j. Sampel MZT + 4mol%Bi₂O₃ sinter 4 jam



k. Sampel MZT + 4mol%Bi₂O₃ sinter 6 jam

LAMPIRAN C PERHITUNGAN

❖ Perhitungan sintesis $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$

Diketahui :

Ar Mg = 24,305

* Mr MgO = 40,299

Ar Zn = 65,409

* Mr ZnO = 81,403

Ar Ti = 47,867

* Mr TiO_2 = 79,855

Ar O = 15,99

Perhitungan komposisi untuk 1 mol

$\text{MgO} = 0,8 \times 40,299 = 32,23 \text{ gr}$

$\text{ZnO} = 0,2 \times 81,403 = 16,28 \text{ gr}$

$\text{TiO}_2 = 1 \times 79,855 = 79,85 \text{ gr}$

Perhitungan komposisi untuk 0,1 mol

$\text{MgO} = 3,223 \text{ gr}$

$\text{ZnO} = 1,628 \text{ gr}$

$\text{TiO}_2 = 7,985 \text{ gr}$

Total komposisi Bahan = 12,8374 gr

Perbandingan massa → bahan : bola : Alkohol

$$1 : 5 : \frac{5}{3}$$

Bola yang dibutuhkan = 63 gr

Alkohol yang diperlukan = 21,2 ml

❖ Perhitungan sintesis 96mol% $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ + 4mol% Bi_2O_3

Diketahui:

Mr MgZnTiO_3 = 185,581 gr

Mr Bi_2O_3 = 465,96 gr

4% Bi_2O_3 + 96% MgZnTiO_3

Perhitungan untuk 1 mol

4% Bi_2O_3 = 0,04 x 465,96

= 18,6384 gr

96% MgZnTiO_3 = 0,96 x 185,581

= 178,15776 gr

Perhitungan untuk 0,05 mol

4% Bi_2O_3 = 0,05x 18,6384

= 0,93 gram

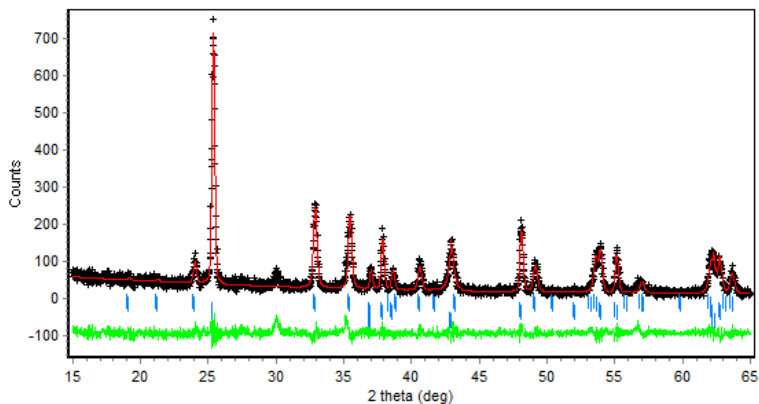
96% MgZnTiO_3 = 0,05x 178,15776

= 8,91 gram

LAMPIRAN D HASIL REFINEMENT

a. Sampel MZT02 milling 2 jam kalsinasi 750°C

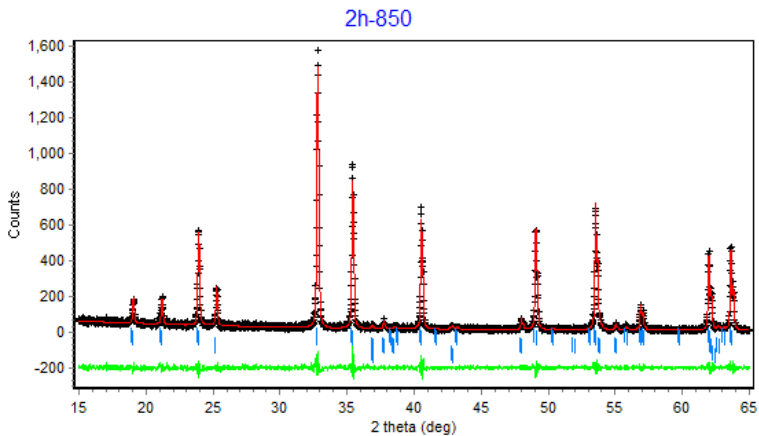
MZT 2h-750



PHASE 1 (MZT)		
Sampel	:	MZT2h-750°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 5.062857 ± 0.000897 b= 5.062857 ± 0.000897 c= 13.906493 ± 0.003145
Volume sel (Å ³)	=	308.702026 ± 0.104164
Densitas (gr/cm ³)	=	5.199
Berat molekul	=	966.889
Molar Percentage Of Phases (%)	=	14.30 ± 0.79
Weight Percentage Of Phases (%)	=	34.60 ± 1.62
PHASE 2 (TiO ₂)		
Sampel	:	MZT2h-750°C
Metode	:	Normal

Parameter kisi ($\text{\AA}$)	:	a= 3.783010 $\pm$ 0.000631 b= 3.783010 $\pm$ 0.000631 c= 9.509123 $\pm$ 0.001766
Volume sel ($\text{\AA}^3$)	=	136.086624 $\pm$ 0.040845
Densitas (gr/cm^3)	=	3.898
Berat molekul	=	319.600
Molar Percentage Of Phases (%)	=	33.66 $\pm$ 1.31
Weight Percentage Of Phases (%)	=	40.39 $\pm$ 1.07
PHASE 3 (MgO)		
Sampel	:	MZT2h-750°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi ($\text{\AA}$)	:	a= 4.211578 $\pm$ 0.000935 b= 4.211578 $\pm$ 0.000935 c= 4.211578 $\pm$ 0.000935
Volume sel ($\text{\AA}^3$)	=	74.702415 $\pm$ 0.028721
Densitas (gr/cm^3)	=	2.844
Berat molekul	=	127.995
Molar Percentage Of Phases (%)	=	52.04 $\pm$ 4.08
Weight Percentage Of Phases (%)	=	25.01 $\pm$ 1.82
Parameter Kecocokan		
GOF	=	1.387
Rp	=	13.30
Rwp	=	18.41
Rexp	=	14.60
R-Bragg Factor 1	=	3.41
R-Bragg Factor 1	=	2.40
R-Bragg Factor 1	=	1.89

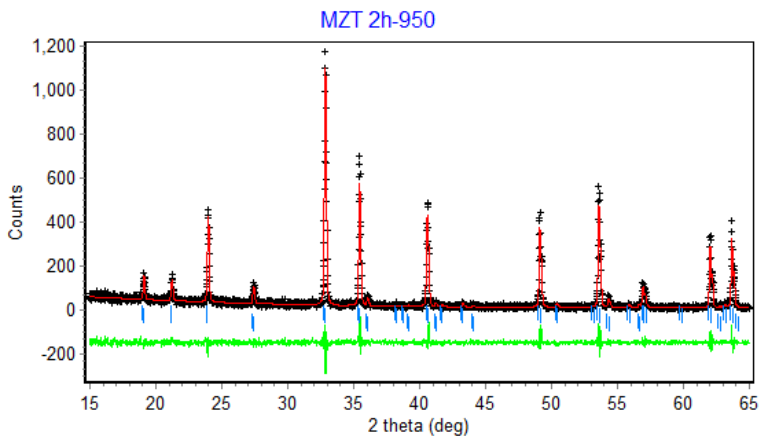
b. Sampel MZT02 milling 2 jam kalsinasi 850°C



PHASE 1 (MZT)		
Sampel	:	MZT2h-850°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 5.056978 ± 0.000323 b= 5.056978 ± 0.000323 c= 13.903739 ± 0.001043
Volume sel (Å ³)	=	307.924561 ± 0.036189
Densitas (gr/cm ³)	=	3.819
Berat molekul	=	708.446
Molar Percentage Of Phases (%)	=	82.15 ± 2.57
Weight Percentage Of Phases (%)	=	91.51 ± 1.65
PHASE 2 (TiO ₂)		
Sampel	:	MZT2h-850°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 3.782046 ± 0.000442 b= 3.782046 ± 0.000442 c= 9.511635 ± 0.001478

Volume sel ($\text{\AA}^3$)	=	136.053177 $\pm$ 0.030858
Densitas (gr/cm^3)	=	3.899
Berat molekul	=	319.600
Molar Percentage Of Phases (%)	=	6.86 $\pm$ 0.31
Weight Percentage Of Phases (%)	=	5.17 $\pm$ 0.19
PHASE 3 (MgO)		
Sampel	:	MZT2h-850°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi ($\text{\AA}$)	:	a= 4.204193 $\pm$ 0.002501 b= 4.204193 $\pm$ 0.002501 c= 4.204193 $\pm$ 0.002501
Volume sel ($\text{\AA}^3$)	=	74.310097 $\pm$ 0.076581
Densitas (gr/cm^3)	=	2.859
Berat molekul	=	127.980
Molar Percentage Of Phases (%)	=	10.99 $\pm$ 2.73
Weight Percentage Of Phases (%)	=	3.32 $\pm$ 0.82
Parameter Kecocokan		
GOF	=	1.343
Rp	=	10.88
Rwp	=	15.24
Rexp	=	13.15
R-Bragg Factor 1	=	1.93
R-Bragg Factor 1	=	3.10
R-Bragg Factor 1	=	2.08

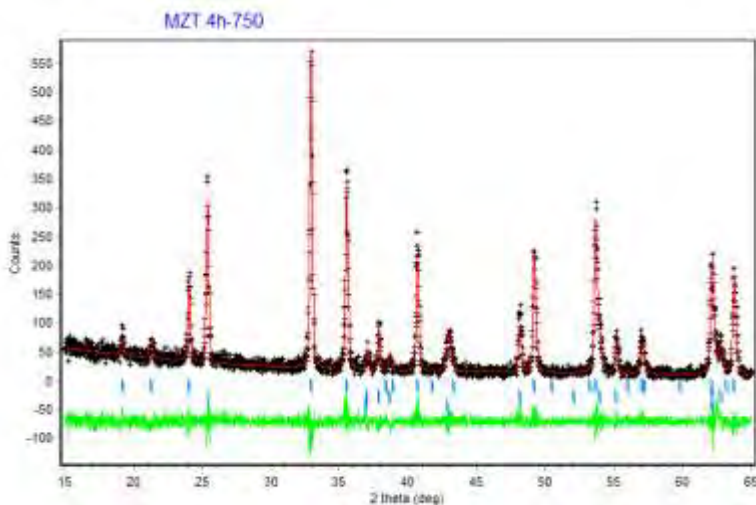
c. Sampel MZT02 milling 2 jam kalsinasi 950°C



PHASE 1 (MZT)		
Sampel	:	MZT2h-950°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 5.056997 ± 0.000469 b= 5.056997 ± 0.000469 c= 13.901342 ± 0.001515
Volume sel (Å ³)	=	307.873810±0.052475
Densitas (gr/cm ³)	=	2.578
Berat molekul	=	478.203
Molar Percentage Of Phases (%)	=	94.65 ± 3.74
Weight Percentage Of Phases (%)	=	95.09 ± 3.76
PHASE 2 (TiO ₂)		
Sampel	:	MZT2h-950°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 4.590892 ± 0.001024 b= 4.590892 ± 0.001024 c= 2.958254 ± 0.000749

Volume sel ($\text{\AA}^3$)	=	308.547943 $\pm$ 0.108173
Densitas (gr/cm^3)	=	3.879
Berat molekul	=	145.693
Molar Percentage Of Phases (%)	=	5.35 $\pm$ 0.39
Weight Percentage Of Phases (%)	=	4.91 $\pm$ 0.36
Parameter Kecocokan		
GOF	=	1.541
Rp	=	13.71
Rwp	=	18.39
Rexp	=	14.82
R-Bragg Factor 1	=	3.32
R-Bragg Factor 2	=	4.21

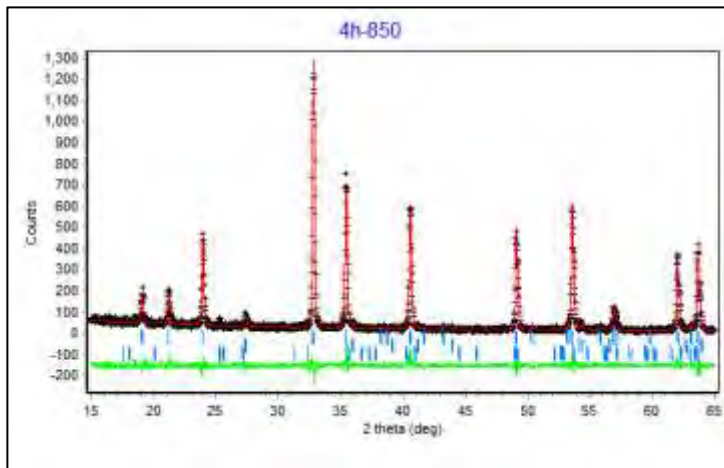
d. Sampel MZT02 milling 4 jam kalsinasi 750°C



PHASE 1 (MZT)		
Sampel	:	MZT4h-750°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 5.063797 ± 0.000343 b= 5.063797 ± 0.000343 c= 13.922544 ± 0.001351
Volume sel (Å ³)	=	309.173187 ± 0.042156
Densitas (gr/cm ³)	=	3.921
Berat molekul	=	730.394
Molar Percentage Of Phases (%)	=	39.38 ± 1.54
Weight Percentage Of Phases (%)	=	65.60 ± 1.50
PHASE 2 (TiO ₂)		
Sampel	:	MZT4h-750°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 3.787018 ± 0.000384

		b= 3.787018 ± 0.000384 c= 9.523665 ± 0.001209
Volume sel (Å³)	=	136.583710 ± 0.026143
Densitas (gr/cm³)	=	3.884
Berat molekul	=	319.600
Molar Percentage Of Phases (%)	=	13.19 ± 0.59
Weight Percentage Of Phases (%)	=	14.20 ± 0.46
PHASE 3 (MgO)		
Sampel	:	MZT4h-750°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 4.228456 ± 0.000270 b= 4.228456 ± 0.000270 c= 4.228456 ± 0.000270
Volume sel (Å³)	=	75.604118 ± 0.008365
Densitas (gr/cm³)	=	2.810
Berat molekul	=	127.995
Molar Percentage Of Phases (%)	=	39.98 ± 1.54
Weight Percentage Of Phases (%)	=	65.60 ± 1.50
Parameter Kecocokan		
GOF	=	1.378
Rp	=	13.54
Rwp	=	18.08
Rexp	=	15.40
R-Bragg Factor 1	=	4.10
R-Bragg Factor 1	=	4.38
R-Bragg Factor 1	=	3.83

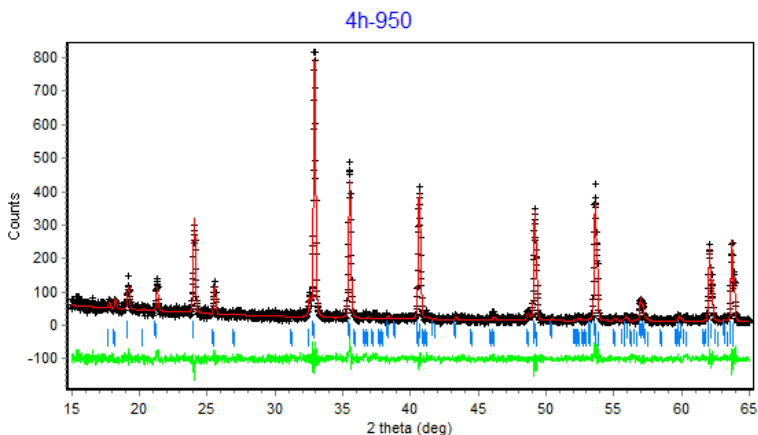
e. Sampel MZT02 milling 4 jam kalsinasi 850°C



PHASE 1 (MZT)		
Sampel	:	MZT4h-850°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 5.059285 ± 0.000203 b= 5.059285 ± 0.000203 c= 13.911743 ± 0.00791
Volume sel (Å ³)	=	308.382996 ± 0.024740
Densitas (gr/cm ³)	=	2.713
Berat molekul	=	504.097
Molar Percentage Of Phases (%)	=	94.08 ± 3.51
Weight Percentage Of Phases (%)	=	90.73 ± 3.50
PHASE 2 (TiO ₂)		
Sampel	:	MZT4h-850°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 4.595600 ± 0.001517 b= 4.595600 ± 0.001517 c= 2.961923 ± 0.001316

Volume sel ($\text{\AA}^3$)	=	62.554455 $\pm$ 0.040308
Densitas (gr/cm^3)	=	4.423
Berat molekul	=	166.703
Molar Percentage Of Phases (%)	=	3.85 $\pm$ 0.49
Weight Percentage Of Phases (%)	=	3.68 $\pm$ 0.47
PHASE 3 (MgTi_2O_5)		
Sampel	:	MZT4h-850°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi ($\text{\AA}$)	:	a= 9.783186 $\pm$ 0.001971 b= 10.039409 $\pm$ 0.001698 c= 3.701321 $\pm$ 0.000407
Volume sel ($\text{\AA}^3$)	=	363.534119 $\pm$ 0.103660
Densitas (gr/cm^3)	=	4.300
Berat molekul	=	941.812
Molar Percentage Of Phases (%)	=	2.07 $\pm$ 0.48
Weight Percentage Of Phases (%)	=	5.59 $\pm$ 1.30
Parameter Kecocokan		
GOF	=	1.403
Rp	=	11.55
Rwp	=	16.03
Rexp	=	13.53
R-Bragg Factor 1	=	3.43
R-Bragg Factor 1	=	3.25
R-Bragg Factor 1	=	5.19

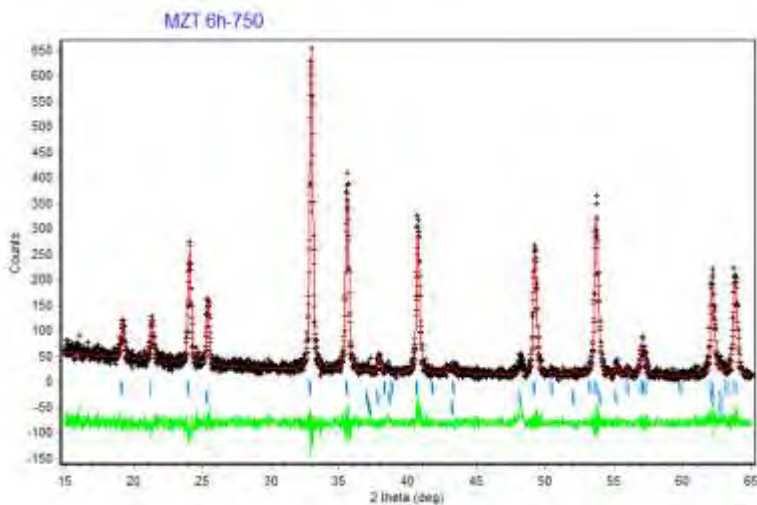
f. Sampel MZT02 milling 4 jam kalsinasi 950°C



PHASE 1		(MZT)
Sampel	:	MZT4h-950°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 5.056993 ± 0.000419 b= 5.056993 ± 0.000419 c= 13.904732 ± 0.001417
Volume sel (Å ³)	=	307.948395 ± 0.047800
Densitas (gr/cm ³)	=	3.175
Berat molekul	=	589.022
Molar Percentage Of Phases (%)	=	94.73 ± 2.81
Weight Percentage Of Phases (%)	=	85.96 ± 2.81
PHASE 2		(MgTi ₂ O ₅)
Sampel	:	MZT4h-950°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 9.746937 ± 0.004976 b= 10.000385 ± 0.003484 c= 3.741700 ± 0.001059

Volume sel ($\text{\AA}^3$)	=	364.715179 $\pm$ 0.247917
Densitas (gr/cm^3)	=	5.243
Berat molekul	=	1152.000
Molar Percentage Of Phases (%)	=	5.27 $\pm$ 0.66
Weight Percentage Of Phases (%)	=	14.04 $\pm$ 1.77
Parameter Kecocokan		
GOF	=	1.411
Rp	=	13.39
Rwp	=	18.46
Rexp	=	15.54
R-Bragg Factor 1	=	3.67
R-Bragg Factor 2	=	4.74

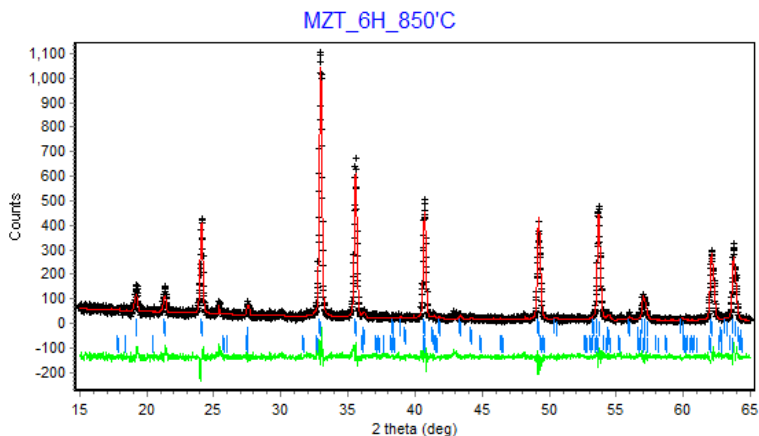
g. Sampel MZT02 milling 6 jam kalsinasi 750°C



PHASE 1 (MZT)		
Sampel	:	MZT6h-750°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 5.062026 ± 0.000341 b= 5.062026 ± 0.000341 c= 13.921849 ± 0.001326
Volume sel (Å ³)	=	308.941498 ± 0.041618
Densitas (gr/cm ³)	=	3.481
Berat molekul	=	647.879
Molar Percentage Of Phases (%)	=	88.22 ± 1.20
Weight Percentage Of Phases (%)	=	91.19 ± 1.09
PHASE 2 (TiO ₂)		
Sampel	:	MZT6h-750°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 3.786503 ± 0.000993

		b= 3.786503 ± 0.000993 c= 9.526857 ± 0.002489
Volume sel (Å³)	=	136.592346 ± 0.061957
Densitas (gr/cm³)	=	7.767
Berat molekul	=	639.200
Molar Percentage Of Phases (%)	=	3.73 ± 0.13
Weight Percentage Of Phases (%)	=	5.70 ± 0.19
PHASE 3 (MgO)		
Sampel	:	MZT6h-750°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 4.188594 ± 0.000255 b= 4.188594 ± 0.000255 c= 4.188594 ± 0.000255
Volume sel (Å³)	=	73.486053 ± 0.007735
Densitas (gr/cm³)	=	3.641
Berat molekul	=	161.214
Molar Percentage Of Phases (%)	=	8.06 ± 0.76
Weight Percentage Of Phases (%)	=	3.11 ± 0.29
Parameter Kecocokan		
GOF	=	1.523
Rp	=	13.03
Rwp	=	18.24
Rexp	=	14.78
R-Bragg Factor 1	=	3.11
R-Bragg Factor 2	=	4.08
R-Bragg Factor 3	=	2.62

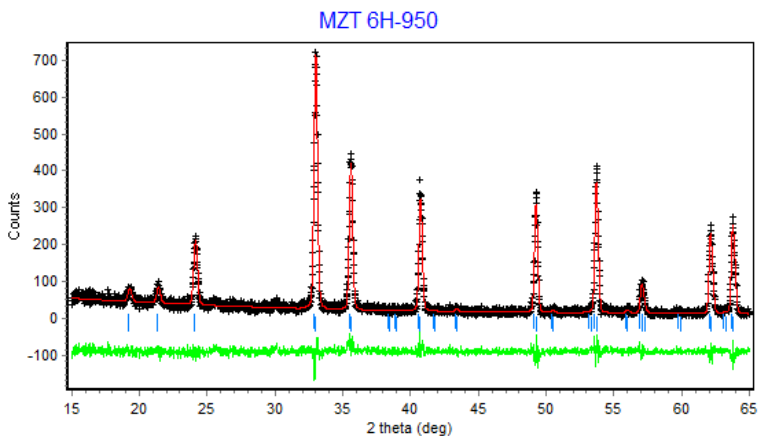
h. Sampel MZT02 milling 6 jam kalsinasi 850°C



PHASE 1 (MZT)		
Sampel	:	MZT6h-850°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 5.062903 ± 0.000224 b= 5.062903 ± 0.000224 c= 13.921402 ± 0.00889
Volume sel (Å ³)	=	309.038666 ± 0.027637
Densitas (gr/cm ³)	=	2.888
Berat molekul	=	537.778
Molar Percentage Of Phases (%)	=	97.68 ± 2.68
Weight Percentage Of Phases (%)	=	96.70 ± 2.67
PHASE 2 (TiO ₂)		
Sampel	:	MZT6h-850°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi (Å)	:	a= 4.595727 ± 0.002430 b= 4.595727 ± 0.002430 c= 2.961763 ± 0.001767

Volume sel ($\text{\AA}^3$)	=	62.554531 $\pm$ 0.059837
Densitas (gr/cm^3)	=	4.240
Berat molekul	=	159.800
Molar Percentage Of Phases (%)	=	1.77 $\pm$ 0.34
Weight Percentage Of Phases (%)	=	1.56 $\pm$ 0.30
PHASE 3 (MgTi_2O_5)		
Sampel	:	MZT6h-850°C
Metode	:	Normal
Parameter kisi ($\text{\AA}$)	:	a= 9.670837 $\pm$ 0.000615 b= 9.993190 $\pm$ 0.000784 c= 3.682333 $\pm$ 0.000185
Volume sel ($\text{\AA}^3$)	=	355.869965 $\pm$ 0.040140
Densitas (gr/cm^3)	=	5.373
Berat molekul	=	1152.000
Molar Percentage Of Phases (%)	=	0.54 $\pm$ 0.14
Weight Percentage Of Phases (%)	=	1.73 $\pm$ 0.43
Parameter Kecocokan		
GOF	=	1.725
Rp	=	13.29
Rwp	=	18.25
Rexp	=	13.90
R-Bragg Factor 1	=	5.53
R-Bragg Factor 1	=	6.19
R-Bragg Factor 1	=	10.12

i. Sampel MZT02 milling 6 jam kalsinasi 950°C



PHASE 1						(MZT)	
Sampel	:	MZT6h-950°C					
Metode	:	Normal					
Parameter kisi (Å)	:	a	=	5.060186	±	0.000981	
		b	=	5.060186	±	0.000981	
		c	=	13.914227	±	0.003042	
Volume sel (Å ³)	=	308.547943 ± 0.108173					
Densitas (gr/cm ³)	=	4.067					
Berat molekul	=	755.983					
Molar Percentage Of Phases	=	-					
Weight Percentage Of Phases	=	-					
Parameter Kecocokan							
GOF	=	1.373					
Rp	=	12.66					

Rwp	=	17.32
Rexp	=	14.67
R-Bragg Factor	=	3.18

LAMPIRAN E HASIL UJI PSA

1. MZT dimiliing 2 jam

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: MZT 3

SCP Name: mmsd10001000

General Notes:

File Name: Run April 2016.dts

Dispersant Name: Water

Record Number: 43

Dispersant RI: 1.320

Material RI: 3.30

Viscosity (cP): 0.6972

Material Absorbition: 1.000

Measurement Date and Time: Thursday, April 14, 2016 1

System

Temperature (°C): 26.9

Duration Used (s): 60

Count Rate (kcp/s): 226.0

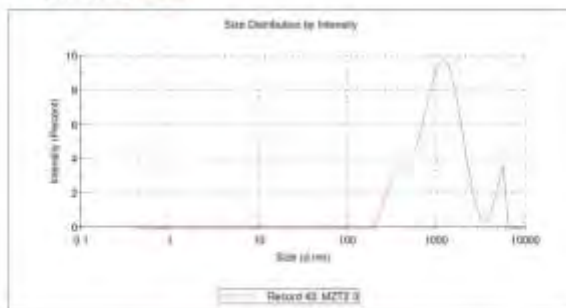
Measurement Position (mm): 0.38

Cell Description: Dispersions along cuvette

Attenuation: 4

Results

	Size (d.nm)	% Intensity	St Dev (d.nm)
$\bar{Z}$ -Average (d.nm): 1006	Peak 1: 1112	82.7	661.3
μ ₀ : 0.096	Peak 2: 5023	7.3	612.2
Intercept: 0.782	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality: Good			



2. MZT dimiliing 4 jam

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: MZT4 3

SOP Name: Runnings.pptx

General Notes:

File Name: Run April 2016.doc

Dispersant Name: Water

Record Number: 49

Dispersant RI: 1.330

Material RI: 1.33

Viscosity (cP): 0.0072

Material Absorption: 0.041

Measurement Date and Time: Thursday, April 14, 2016 8:...

System

Temperature (°C): 25.0

Duration Used (s): 70

Count Rate (kcps): 193.5

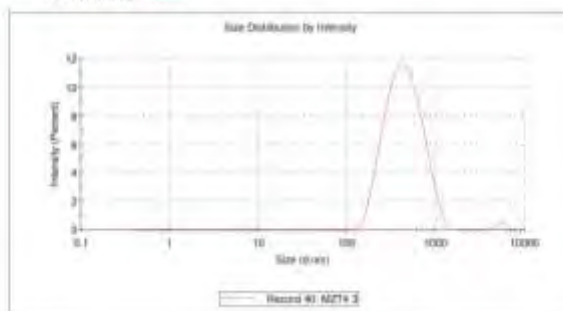
Measurement Position (mm): 1.0E

Cell Description: Disposable sizing cuvette

Attenuator: 5

Results

	Size (d.nm)	% Intensity	Std Dev (d.nm)
Z-Average (d.nm):	408.9		
Peak 1:	473.5	96.6	220.3
Peak 2:	5195	1.2	480.3
Peak 3:	6.000	0.0	0.000

Result quality **Good**

3. MZT dimiliing 6 jam

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: MZTS-2

SDP Name: MZTS-2 (Sample)

General Notes:

File Name: Raw April 2016.dts

Dispersant Name: Water

Record Number: 33

Dispersant RI: 1.330

Material RI: 2.02

Viscosity (cP): 0.0072

Material Absorbance: 0.060

Measurement Date and Time: Wednesday, April 13, 2016

System

Temperature (°C): 25.0

Duration Used (s): 70

Count Rate (kcps): 217.5

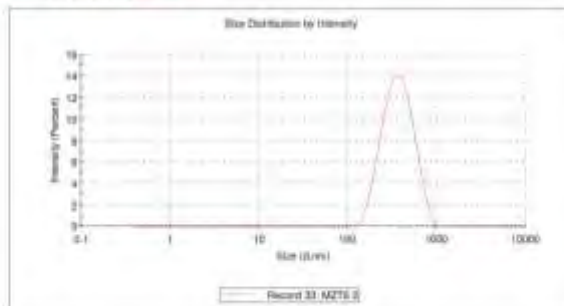
Measurement Position (mm): 1.35

Cell Description: Disposable acrylic cuvette

Attenuator: 5

Results

	Size (d.nm)	% Intensity	St Dev (d.nm)
Z-Average (d.nm):	388.6		
Peak 1:	388.6	100.0	148.5
Peak 2:	0.000	0.0	0.000
Peak 3:	0.000	0.0	0.000
Intercept:	0.058		
Result quality:	Good		



4. MZT +4wt% Bi₂O₃

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: MZT.2

SOP Name: Measurements And

General Notes:

File Name: Run1 April 2016.DS

Dispersant Name: Water

Record Number: 45

Dispersant RI: 1.330

Material RI: 3.32

Viscosity (cP): 0.8872

Material Absorbance: 0.277

Measurement Date and Time: Thursday, April 28, 2016 2...

System

Temperature (°C): 25.0

Duration Used (s): 80

Count Rate (kcps): 175.2

Measurement Position (mm): 1.00

Cell Description: Disposable sizing cassette

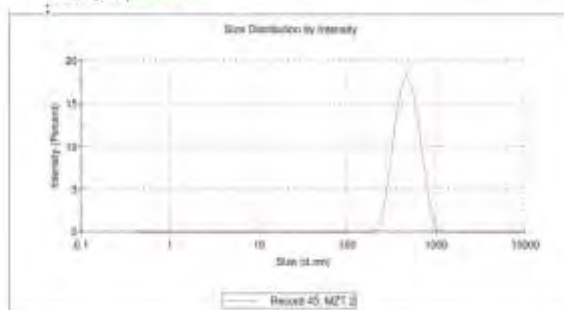
Attenuator: 5

Results

	Size (d.nm)	% Intensity	St Dev (d.nm)
Z-Average (d.nm):	531.5		
Peak 1:	482.8	100.0	143.0
Peak 2:	0.000	0.0	0.000
Peak 3:	0.000	0.0	0.000

Intercept: 0.617

Result quality: Good



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini antara lain:

1. Pencampuran dengan *attritor mill* dapat menghasilkan serbuk dengan keseragaman tinggi membentuk ukuran serbuk submikronik. Keseragaman distribusi ukuran serbuk rata-rata sebesar 351,6 nm dengan lama waktu milling 6 jam dengan kecepatan 600 rpm. Keseragaman distribusi serbuk kalsinasi $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$ dengan penambahan Bi_2O_3 melalui proses milling 2 jam yaitu sebesar 482,8 nm.
2. Fasa tunggal MgZnTiO_3 diperoleh melalui proses milling selama 6 jam dan kalsinasi pada temperatur 950°C selama 4 jam.
3. Sintering MZT dengan penambahan 4wt% Bi_2O_3 pada temperatur 1100°C selama 4 jam dan 6 jam terbentuk fasa kristalin MgZnTiO_3 , $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (XRD) dan fasa non kristalin (SEM).
4. Sifat dielektrik dari sampel (MZTA) dengan sintering 4 jam memiliki sifat dielektrik yang lebih baik ditandai dengan transisi polarisasi space charge ke polarisasi dipol pada frekuensi 10Hz dibandingkan dengan sampel (MZTB) dengan sintering selama 6 jam yang transisinya pada 1 KHz.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lagi dengan membandingkan *Attritor milling* dengan alat milling yang lain dalam sintesis material uji.
2. Perlu dilakukan karakterisasi listrik dengan fungsi temperatur untuk mendapatkan nilai konstanta temperatur τ_f pada material uji

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Angela, R., Pratapa, S., 2012. Sintesis MgTiO_3 dengan Variasi Temperatur Kalsinasi Menggunakan Metode Pencampuran Larutan. *J. Sains Dan Seni ITS* 1, B73–B75.
- B. A. Wechsler and R. B. Von Dreele, 1989. *Structure refinements of Mg_2TiO_4 , MgTiO_3 and MgTi_2O_5 by time-of-flight neutron powder diffraction*. *Acta Crystallogr* 542–549.
- Barsoum, M., Barsoum, M.W., 2002. *Fundamentals of Ceramics*. CRC Press.
- Bernard, J., Belnou, F., Houivet, D., Haussonne, J.-M., 2008. *Synthesis of pure MgTiO_3 by optimizing mixing/grinding condition of $\text{MgO} + \text{TiO}_2$ powders*. *J. Mater. Process. Technol.* 199, 150–155.
doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.07.044
- Callister, W.D., Rethwisch, D.G., 2010. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. John Wiley & Sons Canada, Limited.
- Chairatul Umamah and Suminar Pratapa, 2012. Sintesis $\text{Zn}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{TiO}_3$ Pada Temperatur 510°C dan 800°C Menggunakan Metode Pencampuran Larutan. *J. Sains Dan Seni ITS* B60–B62.
- Cheng, H., Xu, B., Ma, J., 1997. *Preparation of MgTiO_3 by an improved chemical co-precipitation method*. *J. Mater. Sci. Lett.* 16, 1570–1572. doi:10.1023/A:1018560116485
- Gavhane, K.A., 2009. *Unit Operations-i Fluid Flow and Mechanical Operations*. Nirali Prakashan.
- Houivet, D., El Fallah, J., Haussonne, J.-M., 2002. *Dispersion and Grinding of Oxide Powders into an Aqueous Slurry*. *J. Am. Ceram. Soc.* 85, 321–328. doi:10.1111/j.1151-2916.2002.tb00091.x
- Huang, C.-L., Hou, J.L., Pan, C.-L., Huang, C.-Y., Peng, C.-W., Wei, C.-H., Huang, Y.-H., 2008. *Effect of ZnO additive*

- on sintering behavior and microwave dielectric properties of 0.95MgTiO₃–0.05CaTiO₃ ceramics.* J. Alloys Compd. 450, 359–363. doi:10.1016/j.jallcom.2006.10.132
- 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 MgTiO₃–CaTiO₃ ceramics.* Mater. Lett. 138, 225–227. doi:10.1016/j.matlet.2014.09.122
- Jo, H.J., Kim, J.S., Kim, E.S., 2015. *Microwave dielectric properties of MgTiO₃-based ceramics.* Ceram. Int., The 9th Asian Meeting on Electroceramics (AMEC-9) 41, Supplement 1, S530–S536. doi:10.1016/j.ceramint.2015.03.142
- Kingery, W.D., 1976. *Introduction to Ceramics*, 2nd Edition, 2 edition. ed. Wiley-Interscience, New York.
- Leng, Y., 2009. *Materials Characterization: Introduction to Microscopic and Spectroscopic Methods.* John Wiley & Sons.
- Li, D., Wang, L., Xue, D., 2010. *Stearic acid gel derived MgTiO₃ nanoparticles: A low temperature intermediate phase of Mg₂TiO₄.* J. Alloys Compd. 492, 564–569. doi:10.1016/j.jallcom.2009.11.181
- Liu, X., Zuo, C., 2016. *Effect of copper vanadate sintering aid on the microstructure and dielectric properties of (Zn, Mg)TiO₃ ceramics.* J. Mater. Sci. Mater. Electron. 27, 5462–5467. doi:10.1007/s10854-016-4450-4
- Morkoç, H., Özgür, Ü., 2008. *Zinc Oxide: Fundamentals, Materials and Device Technology.* John Wiley & Sons.
- Moulson, A.J., Herbert, J.M., 2003. *Electroceramics: Materials, Properties, Applications.* John Wiley & Sons.
- Parthasarathy, G., Manorama, S.V., 2008. *A novel method for synthesizing nano-crystalline MgTiO₃ geikielite.* Bull. Mater. Sci. 30, 19–21. doi:10.1007/s12034-007-0004-y

- Pfaff, G., 1994. *Peroxide route for synthesis of magnesium titanate powders of various compositions*. Ceram. Int. 20, 111–116. doi:10.1016/0272-8842(94)90067-1
- Santhanam, P.R., Ermoline, A., Dreizin, E.L., 2013. *Discrete element model for an attritor mill with impeller responding to interactions with milling balls*. Chem. Eng. Sci. 101, 366–373. doi:10.1016/j.ces.2013.06.048
- Sari, L.D.K., Pratapa, S., 2012. Sintesis $\text{MgTiO}_3\text{-CaTiO}_3$ (MT-CT) dengan Memanfaatkan Kapur Alam dan Metode Pencampuran Larutan. J. Sains Dan Seni ITS 1, B66–B69.
- Saukani, M., Suasmoro, S., 2015. *Characterization of $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ Prepared via Liquid Phase Sintering*, in: Advanced Materials Research. Trans Tech Publ, pp. 11–14.
- Soni, P.R., 2000. *Mechanical Alloying: Fundamentals and Applications*. Cambridge Int Science Publishing.
- Surendran, K.P., Wu, A., Vilarinho, P.M., Ferreira, V.M., 2008. *Sol–Gel Synthesis of Low-Loss MgTiO_3 Thin Films by a Non-Methoxyethanol Route*. Chem. Mater. 20, 4260–4267. doi:10.1021/cm703088m
- Ullah, A., Iqbal, Y., Mahmood, T., Mahmood, A., Naeem, A., Hamayun, M., 2015. *Kinetic analysis on the synthesis of $\text{Mg}_{0.95}\text{Zn}_{0.05}\text{TiO}_3$ microwave dielectric ceramic by polymeric precursor method*. Ceram. Int. 41, 15089–15096. doi:10.1016/j.ceramint.2015.08.075
- Varin, R.A., Czujko, T., Wronski, Z.S., 2009. *Nanomaterials for Solid State Hydrogen Storage*. Springer Science & Business Media.
- Wang, Z.L., 2004. *Zinc oxide nanostructures: growth, properties and applications*. J. Phys. Condens. Matter 16, R829. doi:10.1088/0953-8984/16/25/R01
- Wechsler, B.A., Navrotsky, A., 1984. *Thermodynamics and structural chemistry of compounds in the system MgO-TiO_2* . J. Solid State Chem. 55, 165–180. doi:10.1016/0022-4596(84)90262-7

- West, A.R., 1987. *Solid State Chemistry and Its Applications*. John Wiley & Sons.
- Wechsler, B.A., Von Dreele, R.B., 1989. *Structure refinements of Mg_2TiO_4 , $MgTiO_3$ and $MgTi_2O_5$ by time-of-flight neutron powder diffraction*. Acta Crystallogr. B 45, 542–549. doi:10.1107/S010876818900786X
- Wu, S., Wei, X., Wang, X., Yang, H., Gao, S., 2010. Effect of Bi_2O_3 Additive on the Microstructure and Dielectric Properties of $BaTiO_3$ -Based Ceramics Sintered at Lower Temperature. J. Mater. Sci. Technol. 26, 472–476. doi:10.1016/S1005-0302(10)60075-8
- Wu, H.T., Jiang, Y.S., Cui, Y.J., Zhang, X.H., Jia, X., Yue, Y.L., 2012. *Improvements in the Sintering Behavior and Microwave Dielectric Properties of Geikielite-Type $MgTiO_3$ Ceramics*. J. Electron. Mater. 42, 445–451. doi:10.1007/s11664-012-2349-2
- Zhang, M., Li, L., Xia, W., Liao, Q., 2012. *Structure and properties analysis for $MgTiO_3$ and $(Mg_{0.97}M_{0.03})TiO_3$ ($M = Ni, Zn, Co$ and Mn) microwave dielectric materials*. J. AlloysCompd. 537, 76–79. doi:10.1016/j.jallcom.2012.05.026
- Zhou, X., Yuan, Y., Xiang, L., Huang, Y., 2007. *Synthesis of $MgTiO_3$ by solid state reaction and characteristics with addition*. J. Mater. Sci. 42, 6628–6632. doi:10.1007/s10853-007-1510-4

BIODATA PENULIS



Sefrilita Risqi Adikaning Rani. Lahir di Kediri, 11 April 1994, anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Hadi Siswanto dan Siti Badrikah. Penulis menempuh pendidikan formal di TK Mutiara PG Merican Kediri (1999-2000), SDN Mojokerep (2000-2006), MTsN Model Pare Kediri (2006-2009), SMAN 2 Pare Kediri (2009-2012) kemudian penulis diterima di Perguruan Tinggi ITS jurusan Fisika melalui jalur SNMPTN

Undangan. Penulis aktif dalam Himpunan Mahasiswa Fisika ITS (HIMASIKA ITS) menjabat sebagai kepala Departemen Sosial Masyarakat (2013-2014). Penulis merupakan asisten laboratorium Fisika Laboratorium (2015), Fisika Modern dan Gelombang (2014-2016). Penulis mengharapkan kritik dan saran mengenai tugas akhir ini melalui email sefrilita.risqi@gmail.com.