

MICROSTRAIN PADA SERBUK $Mg(Ti_{0,95}Sn_{0,05})O_3$ HASIL SINTESIS DENGAN METODE PENCAMPURAN LARUTAN AKIBAT VARIASI WAKTU TAHAN KALSINASI

¹⁾Muhammad F. Z. Fardhany, ^{2)*}Frida U. Ermawati

^{1) 2)} Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya

*Corresponding Author, Email: frida.ermawati@unesa.ac.id

Abstrak

Serbuk magnesium titanat dengan struktur ilmenit merupakan salah satu material favorit yang diaplikasikan dalam sistem telekomunikasi gelombang mikro sebagai antena, filter, dan resonator. Pada penelitian ini, serbuk $Mg(Ti_{0,95}Sn_{0,05})O_3$ (disingkat MTS005) disintesis dengan metode pencampuran antara larutan $MgCl_2$, $TiCl_4$, dan $SnCl_4$. Serbuk amorf dikalsinasi pada suhu 800 °C selama 4, 6 dan 8 jam sehingga didapatkan serbuk kristalin. Uji *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk menganalisis data fasa kristalin dan *Full Width at Half Maximum* (FWHM). Didapatkan struktur kristal MTS005 pada ketiga waktu tahan kalsinasi tersebut terdiri dari $MgTiO_3$ sebagai fasa utama (87,00 – 93,98) % molar dan sisanya berupa fasa *impurity* TiO_2 . Penggunaan doping ion Sn^{4+} pada ion Ti^{4+} diduga menyebabkan terjadinya *microstrain* pada MTS005. *Microstrain* tersebut menyebabkan pelebaran puncak yang ditandai dengan perbedaan nilai FWHM pada orientasi (*hkl*) yang sama tiap waktu tahan kalsinasi. *Microstrain* mengalami tren menurun yang berbanding lurus dengan tren FWHM. Selain *Microstrain*, *defect* juga dikonfirmasi berkontribusi terhadap terjadinya pelebaran puncak.

Kata Kunci: MTS005, FWHM, pelebaran puncak, *microstrain*, *defect*

Abstract

Magnesium titanate powder with an ilmenite structure is one of the favorite materials used in microwave telecommunication systems as antennas, fillers and resonators. In this study, $Mg(Ti_{0,95}Sn_{0,05})O_3$ powder (abbreviated as MTS005) was synthesized by mixing $MgCl_2$, $TiCl_4$ and $SnCl_4$ liquid solutions. The amorphous powder was calcined at 800 °C for 4, 6 and 8 hours to obtain a crystalline powder. The X-Ray Diffraction (XRD) examination was used to analyze the crystalline phase and Full Width at Half Maximum (FWHM) data. The crystal structure of MTS005 at the three calcination holding times was obtained, consisting of $MgTiO_3$ as the main phase of (87.00 – 93.98) % molar, and the remaining molar fraction belongs to impurity TiO_2 phase. The use of Sn^{4+} ion doping on Ti^{4+} ion suspected of causing *microstrain* on MTS005. The *microstrain* causes a broadening of the peak which was characterized by a difference in the FWHM value at the same (*hkl*) orientation on each holding time. *Microstrain* experienced a downward trend which was directly proportional to the FWHM trend. Besides *microstrain*, *defects* was also confirmed to contribute to the peak broadening.

Keywords: $MgTiO_3$, FWHM, peak broadening, *microstrain*, *defect*

I. PENDAHULUAN

MgTiO₃ merupakan material berstruktur *ilménite* yang banyak digunakan pada sistem gelombang mikro seperti radar, filter, dan antena (Choi et al., 2011, Ferri et al., 2012, Ullah et al., 2015 and Jin et al., 2021). MgTiO₃ sendiri memiliki *space group* R-3 dan parameter kisi $a = b \neq c$ (Zhang et al., 2012). Telah banyak publikasi yang melaporkan sintesis MgTiO₃ dengan berbagai bahan awal dan metode yang berbeda untuk mendapatkan fasa *pure* MgTiO₃. (Bernard et al., 2008) mengatakan bahwa sintesis *pure* MgTiO₃ tanpa kehadiran fasa pengotor atau fasa intermediat berupa MgTi₂O₅ (*karroite*) dan Mg₂TiO₄ (*qandillite*) sangat sulit dilakukan sehingga menyebabkan ketidakmurnian. Fasa pengotor ini juga dapat memperlambat proses penyusutan (*delay in shrinkage process*) sehingga merugikan bagi industri (Tang et al., 2010).

Terdapat beberapa metode yang dapat digunakan untuk mensintesis MgTiO₃. *Pertama* adalah reaksi padatan (*solid state reaction*) karena serbuk yang dihasilkan banyak sehingga dapat memenuhi kebutuhan industri. (Kozawa et al., 2010) menggunakan bahan awal Mg₅(CO₃)₄(OH)₂·4H₂O dan TiO₂, serbuk amorf dikalsinasi pada suhu 1150 °C menghasilkan fasa MgTiO₃, MgTi₂O₅, MgO dan TiO₂. *Kedua* adalah metode *sol-gel*. Metode ini banyak digunakan karena suhu kalsinasi yang dipilih relatif lebih rendah. (Wang & Yan, 2021) menggunakan bahan awal Mg(NO₃)₂·6H₂O, TBOT, CH₃COOH dan C₂H₆O, serbuk amorf dikalsinasi pada suhu 650 °C menghasilkan fasa MgTiO₃, MgTi₂O₅, MgO. *Ketiga* adalah metode kopresipitasi (*co-precipitation*). (Nikzad et al., 2018) menggunakan bahan awal Mg(NO₃)₂·6H₂O, TiCl₄, NaOH, C₁₂H₂₈O₄Ti, serbuk amorf dikalsinasi pada suhu 800 °C menghasilkan fasa *pure* MgTiO₃. Dari kedua metode tersebut, metode kopresipitasi menghasilkan fasa MgTiO₃ tanpa disertai fasa intermediat berupa MgTi₂O₅ maupun Mg₂TiO₄, namun (Ajinkya et al., 2020) melaporkan bahwa ada beberapa kelemahan lain dari metode kopresipitasi, seperti distribusi ukuran partikel yang luas, kristalisasi yang buruk dan bentuk kristal yang tidak teratur.

Sebagai alternatif, beberapa Peneliti, yaitu Pratapa dkk. dan Ermawati dkk., mengadopsi metode pencampuran larutan dengan menggunakan bahan awal yang mudah diperoleh, suhu kalsinasi < 1000 °C dan mampu menghasilkan fasa MgTiO₃ tanpa disertai fasa intermediat berupa MgTi₂O₅ ataupun Mg₂TiO₄. Metode sintesis yang dimaksud adalah metode pencampuran larutan (*liquid mixing method*). (Pratapa et al., 2014) menggunakan serbuk Mg dan Ti dengan kemurnian tinggi (Merck > 99%), serbuk amorf dikalsinasi pada suhu 800 °C menghasilkan polifasa MgTiO₃; (Ermawati et al., 2015) mensintesis MgTiO₃ dengan mendoping ion Mg²⁺ dengan Zn²⁺ sebesar 0,8 : 0,2, berbahan awal serbuk Mg, Ti dan Zn, serbuk amorf disintesis pada suhu 550 °C mendapatkan polifasa MgTiO₃; (Ermawati et al., 2016) melakukan sintesis pada sistem Mg_{1-x}Zn_xTiO₃ dengan $x = 0 - 0,5$, serbuk amorf dikalsinasi pada suhu 550 °C menghasilkan polifasa MgTiO₃; (Ermawati, 2020) juga mensintesis Mg_{0,9}Zn_{0,1}TiO₃, serbuk amorf dikalsinasi pada suhu 600 °C menghasilkan polifasa MgTiO₃.

Material kristalin sejatinya mengandung cacat (*defect*), mulai dari pengotor yang bervariasi hingga atom atau ion yang hilang atau salah tempat (*Anonymous LibreTexts*, 2022). Sangat sulit mendapatkan zat apapun dalam bentuk murni 100%. Beberapa pengotor (*impurities*) selalu ada (Estreicher, 2003). Cacat pada kristal merupakan ketidaksempurnaan yang tidak dapat dihindari dalam kisi kristal periodik (Dropka & Gradwohl, 2022). Cacat tersebut dapat berupa kekosongan (*vacancy*), dislokasi dan susunan atom (Strunz et al., 2020). Adanya cacat menandakan terjadi *microstrain* pada kisi kristal. *Microstrain* menyatakan derajat distorsi yang ada dalam kisi kristal, dan *microstrain* menjadi salah satu faktor yang berkontribusi pada pelebaran puncak difraksi (*peak broadening*).

Microstrain broadening adalah strain kisi yang menyebabkan perpindahan sel satuan dari posisi normalnya (Dolabella et al., 2022). Beberapa hal yang berkontribusi dalam *microstrain broadening* (Leineweber & Mittemeijer, 2006), yaitu: *pertama*, adanya distorsi kisi yang tidak seragam. Hal tersebut menghasilkan distribusi jarak-*d* pada puncak yang teramati menjadi lebih luas (melebar). Distorsi kisi tersebut dimungkinkan terjadi karena tegangan permukaan nanokristal, morfologi bentuk kristal, dan pengotor interstitial (Speakman, 2023.). *Kedua* adalah *antiphase boundary* (APB) hasil dari pemecahan simetri yang terjadi selama proses *ordering*, yang dapat dimulai di lokasi berbeda dalam kisi yang tidak teratur (Howe, 2014). Sebuah APB terbentuk ketika dua daerah tersebut bersentuhan sehingga mereka menampilkan ikatan komposisi yang salah di seluruh antarmuka (Jun-Shan Zhang, 2010). Dislokasi dengan vektor Burgers yang bukan merupakan vektor translasi dari superlattice terurut juga dapat membuat APB saat bergerak melalui fase terurut. *Ketiga* adalah dislokasi. Dislokasi adalah alasan utama terjadinya *microstrain broadening*. Distribusi dislokasi acak secara statistik dan hubungan turunan untuk lebar integral dan koefisien Fourier. Lebar integral

sebanding dengan akar kuadrat kerapatan dislokasi dan apa yang disebut faktor orientasi yang menentukan ketergantungan-hkl.

Plot Williamson-Hall telah mengilustrasikan bahwa pelebaran garis pada dasarnya adalah isotropik karena kontribusi *microstrain* domain difraksi adalah isotropik (Prabhu et al., 2014). Parameter ukuran regangan dapat diperoleh dari "size-strain plot" (SSP) (Mohammed, 2021). Ini memiliki manfaat yang kurang penting diberikan pada data dari pantulan pada sudut tinggi. Dalam estimasi ini, diasumsikan bahwa profil diilustrasikan oleh "profil regangan" oleh fungsi Gaussian dan "ukuran kristal" oleh fungsi Lorentzian (Ayu Suci Kinasih dan Iis Nurhasanah, 2020). Profil fitting dilakukan untuk menyesuaikan data eksperimen secara empiris dengan serangkaian persamaan, biasanya pencocokan puncak difraksi menggunakan fungsi profil, untuk latar belakang biasanya sebagai linier segmen. Hal tersebut membantu memisahkan intensitas dalam puncak dari latar belakang. Fitting profil menghasilkan posisi puncak, lebar, tinggi, dan area dengan estimasi yang valid secara statistik (Speakman, 2023).

Berdasar uraian di atas, pada makalah ini Peneliti melaporkan hasil sintesis serbuk $Mg(Ti_{0,95}Sn_{0,05})O_3$ (disingkat MTS005) menggunakan metode pencampuran larutan dengan memvariasi waktu tahan kalsinasi selama 4, 6 dan 8 jam pada suhu 800 °C. Tujuannya adalah untuk menganalisis indikasi terjadinya *microstrain* pada sampel MTS005 sebagai akibat variasi waktu tahan kalsinasi tersebut. Hasil identifikasi fasa dan penghalusan Rietveld juga disajikan pada makalah ini.

II. METODE

A. Material

Serbuk $Mg(Ti_{0,95}Sn_{0,05})O_3$ (selanjutnya disingkat MTS005) disintesis dengan metode pencampuran antara larutan $MgCl_2$, $TiCl_4$ dan $SnCl_4$. Ketiga larutan precursor tersebut diperoleh dari pelarutan serbuk logam Mg, Ti dan Sn (Merck) dengan kemurnian tinggi (>98 %) ke dalam HCl 12 M (37%). Masing-masing serbuk ditimbang sesuai dengan stokiometrinya.

B. Karakterisasi

Serbuk MTS005 hasil sintesis dan yang telah dikalsinasi pada suhu 800° C selama 4, 6, dan 8 jam diuji *x-ray diffraction* (XRD) dengan *PanAnalytical, Type X'pert Pro* menggunakan radiasi $CuK\alpha$, $\lambda = 1.5406\text{\AA}$ dengan rentang sudut difraksi (2θ) = 15-70°, dan langkah detektor 0,02 °/min untuk memperoleh pola XRD. Pola XRD yang dimaksud selanjutnya dianalisis kualitatif dengan Program "Match!-2" untuk mendeteksi fasa kristalin apa saja yang terbentuk pada sampel uji. Penghalusan Rietveld dilakukan untuk menentukan komposisi fasa-fasa yang teridentifikasi pada tiap waktu tahan kalsinasi. Puncak-puncak milik fasa $MgTiO_3$ yang telah teridentifikasi difitting dengan kurva Gaussian sehingga didapatkan nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM). Data FWHM pada semua posisi 2θ tersebut digunakan untuk menghitung nilai *microstrain* menggunakan Persamaan 4 (Debye-Scherrer) (Tamura & Gilbert, 2013).

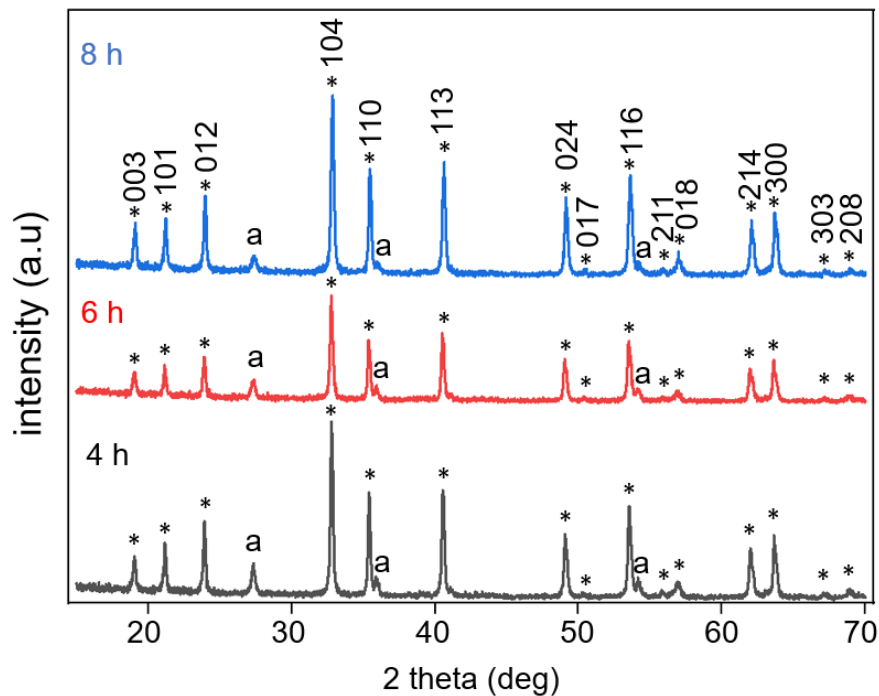
$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan \vartheta} \quad (1)$$

dengan ε = microstrains, β = FWHM, θ = sudut Bragg (°)

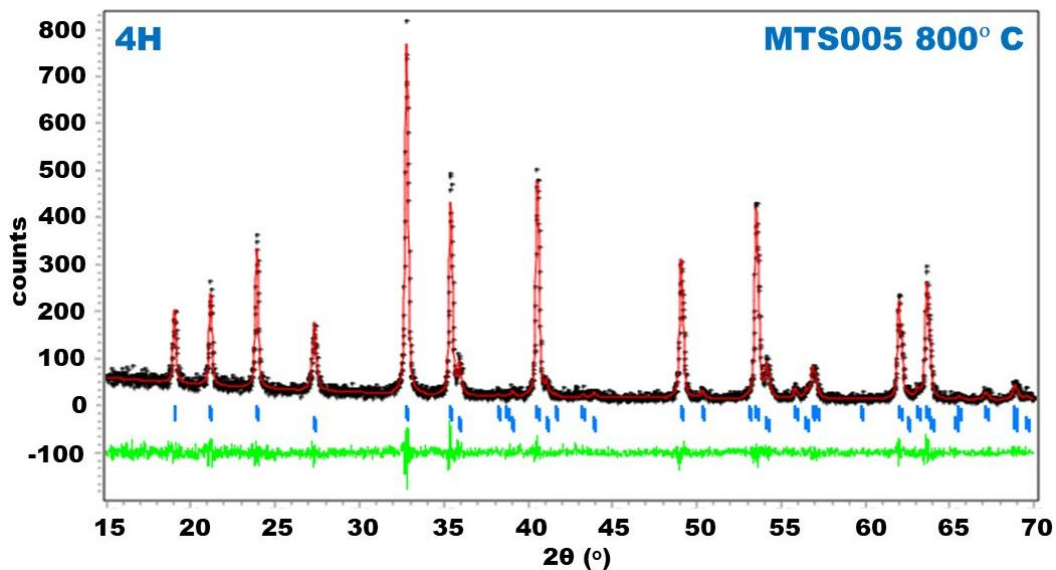
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil

Gambar 1 menampilkan hasil analisis kualitatif pola XRD serbuk MTS005 hasil kalsinasi pada suhu 800° C selama 4, 6 dan 8 jam. Sedangkan Gambar 2 menunjukkan hasil penghalusan pola XRD dengan waktu tahan 4 jam yang mewakili hasil penghalusan yang sama tetapi untuk kedua pola XRD dengan waktu tahan 6 dan 8 jam pada Gambar 1. Tabel 1 menyajikan parameter kesesuaian *Figures-of-Merit* (FoM) dan output hasil penghalusan ketiga pola XRD pada Gambar 2.



Gambar 1 Pola XRD serbuk MTS005 hasil kalsinasi pada suhu 800°C selama 4, 6 dan 8 jam. (*) = fasa $MgTiO_3$ (PDF no. 06-0494), (a) = fasa TiO_2 (PDF no. 21-1276)



Gambar 2 Penghalusan Rietveld pola XRD dengan waktu tahan 4 jam pada Gambar 1

Tabel 1 Parameter kesesuaian dan output dari penghalusan Rietveld pada Gambar 2

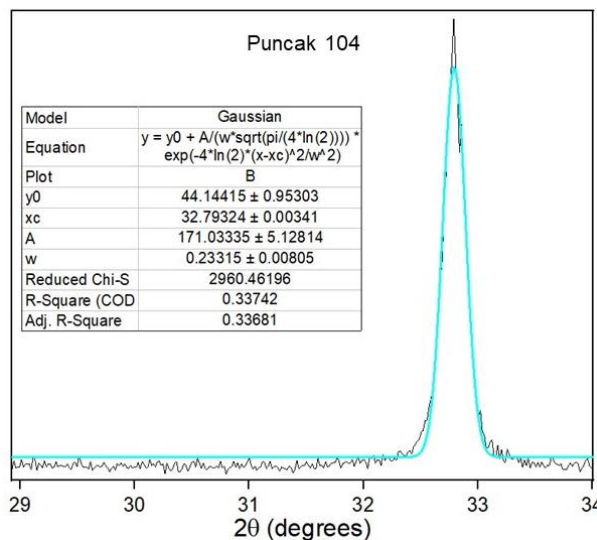
Waktu Tahan	Figure of Merit (FoM)	Fasa	% molar	Parameter Lattice (\AA)	Volume Sel Satuan (\AA^3)	
4	R_p	12,10	$MgTiO_3$	a=b	5,054	307,47
	R_{wp}	16,72		c	13,901	
	GoF	1,33	TiO_2	a=b	4,594	62,57
	R_{exp}	14,49		c	2,965	
6	R_p	13,10	$MgTiO_3$	a=b	5,057	308,06
	R_{wp}	18,32		c	13,912	
	GoF	1,26	TiO_2	a=b	4,600	62,73
	R_{exp}	16,28				

					c	2,964	
8	R _p	12,16	MgTiO ₃	93,98	a=b	5,054	307,56
	R _{wp}	16,88			c	13,901	
	GoF	1,27	TiO ₂	6,02	a=b	4,598	62,63
	R _{exp}	14,95			c	2,963	

Seperti terlihat pada Gambar 1, fasa yang teridentifikasi adalah MgTiO₃ sebagai fasa utama dan TiO₂ sebagai fasa *impurity*. Hal tersebut juga dapat dilihat pada Tabel 1 bahwa MgTiO₃ merupakan fasa utama dengan (87,00 - 93,98) %molar, dan sisanya berupa fasa *impurity* TiO₂. Selain itu, ketiga variasi waktu tahan kalsinasi juga menghasilkan fasa yang sama, yaitu MgTiO₃ dan TiO₂. Berdasarkan hasil tersebut dapat dikatakan bahwa variasi waktu tahan kalsinasi secara umum tidak berpengaruh terhadap pembentukan fasa, namun mempengaruhi jumlah fraksi molar dari kedua fasa yang dihasilkan. Data FoM pada Tabel 1 menunjukkan berhasilnya proses penghalusan Rietveld pada Gambar 2, dimana nilai parameter-parameter kesesuaian tersebut telah memenuhi syarat yang ditentukan oleh Kisi (Rietveld, 1969). Sedangkan perbedaan nilai parameter lattice menjadi konfirmasi terbentuknya larutan padat substitusi pada MTS005. Kemudian, sintesis serbuk MTS005 menggunakan metode pencampuran larutan ini lebih baik daripada metode *solid state reaction* yang sebelumnya telah dilaporkan oleh (Singh & Bahel, 2020) untuk fabrikasi sampel yang sama (MTS005). Lebih baik yang dimaksud tersebut adalah bahwa metode pencampuran larutan yang diadopsi dalam penelitian ini tidak menghasilkan fasa intermediat MgTi₂O₅ atau Mg₂TiO₄; sementara Singh & Bahel tersebut melaporkan adanya kedua fasa intermediat tersebut yang menyertai fasa utama MgTiO₃. Keberadaan fasa intermediat tersebut menyebabkan ketidakmurnian pada sampel uji.

FWHM dan Pelebaran Puncak

Gambar 3 memperlihatkan hasil fitting dari salah satu puncak milik MgTiO₃ dengan waktu tahan kalsinasi 4 jam, yaitu pada orientasi (*hkl*) 104, terhadap kurva Gaussian. Sedangkan Tabel 2 menyajikan data posisi puncak (2θ) dan FWHM (β) hasil fitting untuk seluruh puncak fasa MgTiO₃ pada Gambar 1.



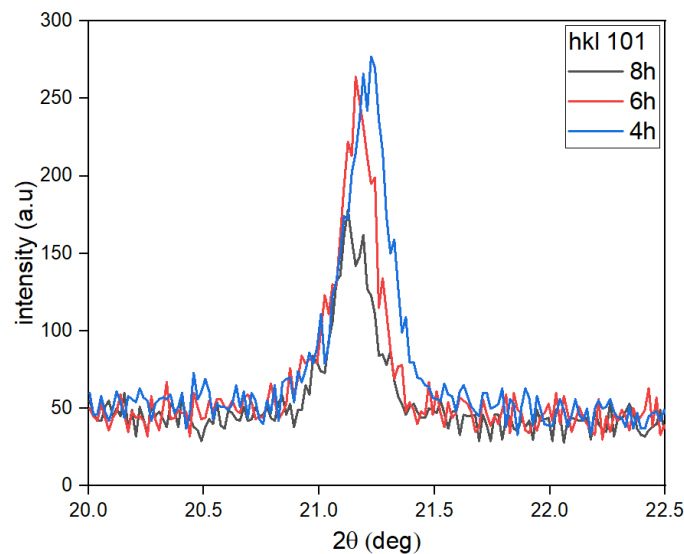
Gambar 3 Fitting puncak 104 pada pola XRD MTS005 untuk waktu tahan 4 jam (kurva hitam) terhadap kurva Gaussian (kurva biru). Inset: data hasil fitting puncak 104 tersebut, termasuk β = FWHM = 0,23315

Tabel 2 Hasil fitting pola XRD pada Gambar 1 dan Gambar 3 berupa β (FWHM) dan posisi 2θ

hkl	4 h		6 h		8 h	
	β (°)	2θ (°)	β (°)	2θ (°)	β (°)	2θ (°)
003	0,584	19,017	0,429	19,022	0,391	18,993
101	0,425	21,150	0,324	21,145	0,276	21,124
012	0,285	23,905	0,266	23,892	0,258	23,873
104	0,233	32,793	0,246	32,766	0,265	32,763
110	0,211	35,408	0,228	35,388	0,247	35,381
113	0,231	40,553	0,229	40,526	0,219	40,532

024	0,265	49,091	0,256	49,055	0,213	49,059
116	0,277	53,556	0,276	53,523	0,247	53,528
124	0,285	62,020	0,252	62,004	0,245	61,998
300	0,584	19,017	0,429	19,022	0,391	18,993

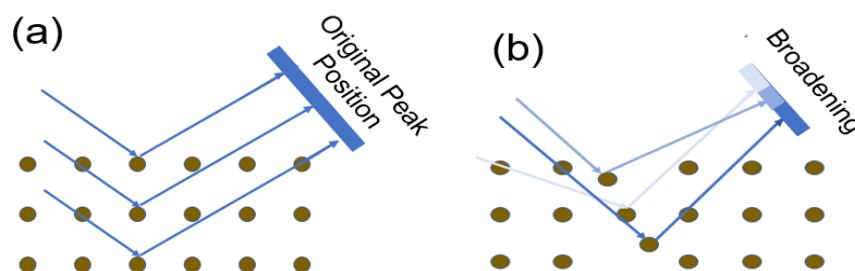
Seperti terlihat pada Gambar 3, garis berwarna hitam merupakan puncak hasil eksperimen, sedangkan garis berwarna biru merupakan puncak teori (kurva Gaussian). Data hasil fitting berupa FWHM pada posisi 2θ diberikan pada inset/tabel di dalam Gambar 3 tersebut. Data 2θ dan FWHM seluruh puncak $MgTiO_3$ pada Tabel 2 tersebut digunakan untuk analisis selanjutnya, yaitu menghitung nilai *microstrain* pada tiap orientasi (*hkl*). Terlihat pada Tabel 2 bahwa nilai seluruh FWHM pada orientasi (*hkl*) yang sama memiliki nilai yang berbeda untuk tiap waktu tahan kalsinasi. Sebagai contoh pada FWHM (β) dengan *hkl* (101) pada waktu tahan 4, 6 dan 8 jam masing-masing bernilai 0,425; 0,324 dan 0,276, yaitu terus berkurang seiring naiknya waktu tahan kalsinasi tersebut. Berkurangnya nilai FWHM bersamaan dengan naiknya waktu tahan kalsinasi tersebut menjadi indikasi bahwa pada serbuk MTS005 telah mengalami pelebaran puncak (*peak broadening*). Pelebaran puncak yang dimaksud (untuk *hkl* 101 yang mewakili pelebaran puncak pada *hkl-hkl* lainnya) tersebut dapat dilihat pada Gambar 4. Terlihat pada Gambar 4 bahwa ketiga puncak 101 untuk ketiga waktu tahan kalsinasi 4, 6 dan 8 jam memiliki lebar puncak yang berbeda (Tabel 2). Adanya pelebaran puncak ini menjadi indikasi terjadinya *microstrain*. Bahasan tentang pelebaran puncak dan *microstrain* ini akan diberikan lebih lanjut pada alenia berikut ini.



Gambar 4 Pelebaran puncak *hkl* 101 untuk tiga waktu tahan kalsinasi 4, 6 dan 8 jam

Pelebaran Puncak dan *Microstrain*

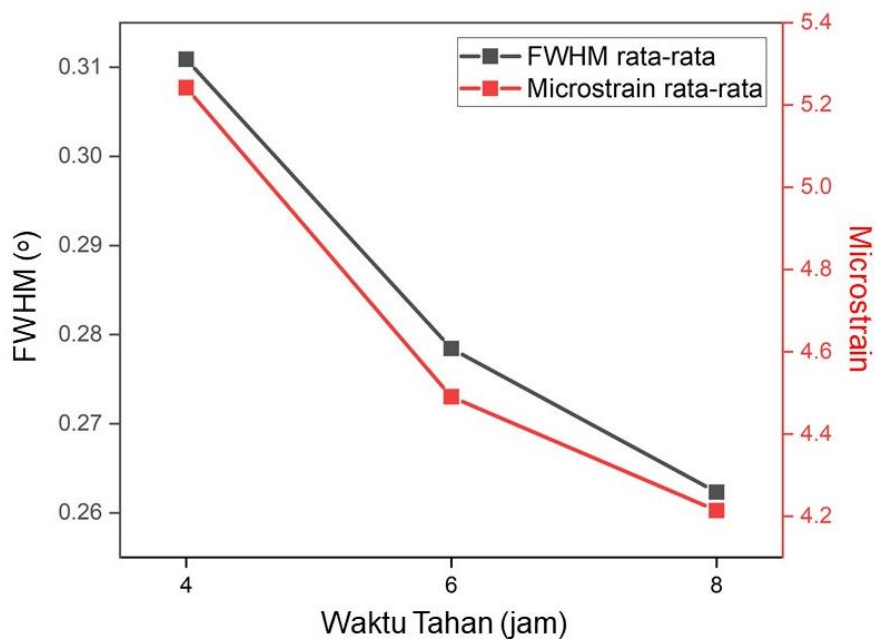
Gambar 5a mengilustrasikan peristiwa difraksi sinar-x oleh hamparan atom-atom yang teratur dan reguler sebuah material kristalin (kondisi ideal), sedangkan Gambar 5b merepresentasikan peristiwa difraksi yang sama tetapi oleh atom-atom material kristalin yang telah mengalami *defect* atau *microstrain* (kondisi riil). Sedangkan Tabel 3 menyajikan nilai *microstrain* tiap orientasi (*hkl*) untuk ketiga waktu tahan kalsinasi yang dihitung menggunakan Persamaan 1 dengan data 2θ dan FWHM pada Tabel 2. Hubungan antara data FWHM rata-rata tiap waktu tahan kalsinasi dengan data *microstrain* rata-rata pada Table 3 diplot pada Gambar 6.



Gambar 5 Peristiwa difraksi sinar-X oleh atom-atom penghambur: (a) ideal, yaitu reguler dan teratur (tidak mengandung cacat kristal), b) atom terhambur yang mengalami cacat/defect sehingga mengakibatkan peak broadening

Tabel 3 Microstrain tiap orientasi (*hkl*) puncak-puncak difraksi milik fasa $MgTiO_3$ pada Gambar 1 dihitung dengan Persamaan 1

hkl	Microstrain untuk waktu tahan kalsinasi		
	4 jam	6 jam	8 jam
003	15,225	11,172	10,219
101	9,942	7,580	6,480
012	5,884	5,505	5,327
104	3,487	3,651	3,946
110	2,890	3,119	3,391
113	2,739	2,713	2,595
024	2,533	2,451	2,045
116	2,403	2,395	2,138
124	2,073	1,831	1,783
300	2,035	1,962	1,629



Gambar 6 Hubungan nilai FWHM rata-rata dan nilai *microstrain* rata-rata pada puncak-puncak (*hkl*) milik fasa $MgTiO_3$ sebagai fungsi dari waktu tahan kalsinasi

(Muhammed Shafi & Chandra Bose, 2015) melaporkan pelebaran puncak suatu puncak difraksi dapat dipengaruhi oleh 3 faktor, yaitu ukuran kristalit, faktor instrumen dan *microstrain*. Pada penelitian ini faktor ukuran kristalit sudah dibahas dan *microstrain* sedang dibahas, sedangkan faktor instrumen tidak dibahas karena bukan fokus pada penelitian ini. Seperti yang telah disampaikan sebelumnya bahwa *peak broadening* terjadi akibat adanya *microstrain*. Adanya *microstrain* tersebut juga menandakan terjadinya *defect* atau cacat pada struktur kristal ini. Cacat yang dimaksud diduga disebabkan oleh penggunaan ion Sn^{4+} sebagai dopan terhadap ion Ti^{4+} ; cacat (berupa vakansi) tersebut dituliskan dalam notasi Kröger Vink pada Persamaan 2.



Seperti terlihat pada Persamaan 2, ion Sn mendoping ion Ti yang memiliki muatan 4+ (\cdots) dan menyebabkan *vacancy* (V) pada Ti sehingga muatannya menjadi 4- ($\prime\prime\prime$), sedangkan ion Cl netral (x). (Kuganathan et al., 2019) melaporkan bahwa pada sistem $MgTiO_3$ terjadi *defect anti-site (cluster)*, yaitu *defect* yang memiliki energi aktivasi terendah sebesar 0,42 eV. Sedangkan ion Sn^{4+} yang dilaporkan pada publikasi tersebut memiliki energi aktivasi sebesar 0,88 eV. Akan tetapi pada penelitian ini belum dapat dipastikan *defect* (V) apa yang terjadi pada serbuk MTS005, namun berdasarkan notasi Kröger Vink dan publikasi (Kuganathan et al., 2019) tersebut, terdapat kekosongan (*vacancy*) serta energi aktivasi ion Sn^{4+} yang bermiripan dengan energi aktivasi

anti-site defect sehingga dapat dikonfirmasi terjadi *defect* dalam sampel MTS005 ini. Konfirmasi tersebut juga didukung oleh terjadinya peristiwa pelebaran puncak. Ketika sinar-x mengenai kisi kristal yang mengandung *defect*, maka berkas-berkas sinar-x yang terdifraksi tidak lagi sejajar satu sama lain seperti pada Gambar 5a, melainkan seperti pada Gambar 5b, yaitu menghasilkan *peak broadening*. Karena terjadi pelebaran puncak, maka *microstrain* diindikasikan telah terjadi pada sampel MTS005. Selanjutnya, data-data *microstrain* pada Tabel 3, serta FWHM pada Tabel 2 menunjukkan *trend* yang menurun seiring naiknya waktu tahan kalsinasi (Gambar 6). Temuan tersebut sesuai dengan Persamaan 1, dimana nilai *microstrain* berbanding lurus dengan nilai FWHM. Dengan demikian turunnya nilai FWHM pada Tabel 2 dan *microstrain* pada Tabel 3 telah bersesuaian dengan teori (Persamaan 1).

IV. PENUTUP

A. Simpulan

Metode pencampuran larutan yang digunakan untuk mensintesis serbuk $Mg(Ti_{0,95}Sn_{0,05})O_3$ terbukti dapat menghasilkan fasa $MgTiO_3$ sebagai fasa utama tanpa disertai fasa intermediet Mg_2TiO_4 maupun $MgTi_2O_5$. Penggunaan doping ion Sn menyebabkan terjadinya *microstrain*. Adanya *microstrain* menyebabkan terjadinya pelebaran puncak yang ditandai dengan perubahan nilai FWHM pada orientasi (*hkl*) yang sama tiap waktu tahan kalsinasi. Selain *microstrain*, *defect* juga berkontribusi dalam peristiwa pelebaran puncak. *Microstrain* memiliki *trend* yang sama seperti FWHM dimana hal tersebut sesuai dengan teori.

DAFTAR PUSTAKA

- Ajinkya, N., Yu, X., Kaithal, P., Luo, H., Somani, P., & Ramakrishna, S. (2020). Magnetic iron oxide nanoparticle (Ionp) synthesis to applications: Present and future. In *Materials* (Vol. 13, Issue 20, pp. 1–35). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/ma13204644>
- Anonymous LibreTexts. (2022). <https://LibreTexts.org> (Access date: 23-07-2023)
- Ayu Suci Kinasih dan Iis Nurhasanah, D. (2020). *ESTIMASI UKURAN KRISTAL DAN PARAMETER ELASTISITAS NANOKRISTAL ZnO:Ce MENGGUNAKAN METODE SIZE-STRAIN PLOT* (Vol. 23, Issue 2).
- Bernard, J., Belnou, F., Houivet, D., & Haussonne, J.-M. (2008). Synthesis of pure $MgTiO_3$ by optimizing mixing/grinding condition of $MgO+TiO_2$ powders. *Journal of Materials Processing Technology*, 199(1–3), 150–155. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.07.044>
- Choi, E. S., Lee, M. W., Lee, S. H., Kang, G. H., Kang, G. S., & Lee, Y. H. (2011). Microwave dielectric properties of Ti-Te system ceramics for triplexer filter. *Journal of Electrical Engineering and Technology*, 6(2), 263–269. <https://doi.org/10.5370/JEET.2011.6.2.263>
- Dolabella, S., Borzi, A., Dommann, A., & Neels, A. (2022). Lattice Strain and Defects Analysis in Nanostructured Semiconductor Materials and Devices by High-Resolution X-Ray Diffraction: Theoretical and Practical Aspects. *Small Methods*, 6(2), 2100932. <https://doi.org/10.1002/smtd.202100932>
- Dropka, N., & Gradwohl, K.-P. (2022). Crystal growth, bulk: Theory and models. In *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-90800-9.00108-6>
- Ermawati, F. U. (2020). The Use of Liquid Mixing Method to Prepare Ilmenite Structure-Based Ceramic Powders. *Journal of Physics: Conference Series*, 1491, 012004. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1491/1/012004>
- Ermawati, F. U., Pratapa, S., Suasmoro, S., Hübert, T., & Banach, U. (2016). Preparation and structural study of $Mg_{1-x}Zn_xTiO_3$ ceramics and their dielectric properties from 1 Hz to 7.7 GHz. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 27(7), 6637–6645. <https://doi.org/10.1007/s10854-016-4610-6>
- Ermawati, F. U., Suasmoro, S., & Pratapa, S. (2015). A Simple Dissolved Metals Mixing Route to Prepare Nanostructured $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$ Solid Solution. *Advanced Materials Research*, 1112, 47–52. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.1112.47>
- Estreicher, S. K. (2003). Defect theory: elusive state-of-the-art. *Materials Today*, 6(6), 26–35. [https://doi.org/10.1016/S1369-7021\(03\)00631-X](https://doi.org/10.1016/S1369-7021(03)00631-X)
- Ferri, E. A. V., Mazzo, T. M., Longo, V. M., Moraes, E., Pizani, P. S., Li, M. S., Espinosa, J. W. M., Varela, J. A., & Longo, E. (2012). Very Intense Distinct Blue and Red Photoluminescence Emission in $MgTiO_3$ Thin

- Films Prepared by the Polymeric Precursor Method: An Experimental and Theoretical Approach. *The Journal of Physical Chemistry C*, 116(29), 15557–15567. <https://doi.org/10.1021/jp3021535>
- Ginsburg, A., Darling, J., Battersby, C., Zeiger, B., & Bally, J. (2011). Galactic H₂CO Densitometry I: Pilot survey of Ultracompact HII regions and methodology. <https://doi.org/10.1088/0004-637X/736/2/149> (Access date: 23-07-2023)
- Howe, J. M. (2014). Structure, Composition and Energy of Solid–Solid Interfaces. In *Physical Metallurgy* (pp. 1317–1451). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53770-6.00014-9>
- Jin, Y., Xing, W., Zhao, S., Gu, X., Chi, L., Yuan, M., Xu, F., & Wang, S. (2021). Synthesis and Characterization of Polyaniline/MgTiO₃ Composite with Excellent Thermal and Electrochemical Performance. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 36(5), 730–736. <https://doi.org/10.1007/s11595-021-2466-y>
- Jun-Shan Zhang. (2010). Creep of Second Phase Particles Strengthened Materials. In *High Temperature Deformation and Fracture of Materials* (pp. 83–101). Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9780857090805.1.83>
- Kozawa, T., Onda, A., & Yanagisawa, K. (2010). Preparation of alkaline-earth titanates by accelerated solid-state reaction in water vapor atmosphere. *Journal of the European Ceramic Society*, 30(16), 3435–3443. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2010.07.027>
- Kuganathan, N., Iyngaran, P., Vovk, R., & Chroneos, A. (2019). Defects, dopants and Mg diffusion in MgTiO₃. *Scientific Reports*, 9(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-019-40878-y>
- Leineweber, A., & Mittemeijer, E. J. (2006). Anisotropic microstrain broadening due to compositional inhomogeneities and its parametrisation. In *Ninth European Powder Diffraction Conference* (pp. 117–122). OLDENBOURG WISSENSCHAFTSVERLAG. <https://doi.org/10.1524/9783486992526-022>
- Mohammed, E. A. (2021). A comparative study of the method of Williamson Hall and the pattern of cadmium oxide nanoparticles for X-rays. *Turkish Journal of Computer and Mathematics Education (TURCOMAT)*, 12(4), 881–889. <https://doi.org/10.17762/turcomat.v12i4.576>
- Muhammed Shafi, P., & Chandra Bose, A. (2015). Impact of crystalline defects and size on X-ray line broadening: A phenomenological approach for tetragonal SnO₂ nanocrystals. *AIP Advances*, 5(5), 057137. <https://doi.org/10.1063/1.4921452>
- Nikzad, L., Majidian, H., Ghofrani, S., & Ebadzadeh, T. (2018). Synthesis of MgTiO₃ Powder Via Co-Precipitation Method and Investigation of Sintering Behavior. In *ACERP* (Vol. 4, Issue 1).
- Prabhu, Y. T., Rao, K. V., Kumar, V. S. S., & Kumari, B. S. (2014). X-Ray Analysis by Williamson-Hall and Size-Strain Plot Methods of ZnO Nanoparticles with Fuel Variation. *World Journal of Nano Science and Engineering*, 04(01), 21–28. <https://doi.org/10.4236/wjnse.2014.41004>
- Pratapa, S., Baqiya, M. A., Istianah, Lestari, R., & Angela, R. (2014). A simple dissolved metals mixing method to produce high-purity MgTiO₃ nanocrystals. 39–42. <https://doi.org/10.1063/1.4866726>
- Rietveld, H. M. (1969). A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, 2(2), 65–71. <https://doi.org/10.1107/S0021889869006558>
- Singh, J., & Bahel, S. (2020). Synthesis of single phase MgTiO₃ and influence of Sn⁴⁺ substitution on its structural, dielectric and electrical properties. *Journal of Alloys and Compounds*, 816, 152679. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152679>
- Speakman, S. A. (2023). Estimating Crystallite Size Using XRD. <http://prism.mit.edu/xray> (Access date: 23-07-2023)
- Strunz, P., Kunčická, L., Beran, P., Kocich, R., & Hervoches, C. (2020). Correlating Microstrain and Activated Slip Systems with Mechanical Properties within Rotary Swaged WNiCo Pseudoalloy. *Materials*, 13(1), 208. <https://doi.org/10.3390/ma13010208>
- Tamura, N., & Gilbert, P. U. P. A. (2013). X-Ray Microdiffraction of Biominerals (pp. 501–531). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-416617-2.00021-7>
- Tang, B., Zhang, S., Zhou, X., Deng, C., & Yu, S. (2010). Preparation of pure MgTiO₃ powders and the effect of the ZnNb₂O₆-dope onto the property of MgTiO₃-based ceramics. *Journal of Alloys and Compounds*, 492(1–2), 461–465. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.11.140>
- Ullah, U., Ali, W. F. F. W., Ain, M. F., Mahyuddin, N. M., & Ahmad, Z. A. (2015). Design of a novel dielectric resonator antenna using MgTiO₃-CoTiO₃ for wideband applications. *Materials & Design*, 85, 396–403. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.07.026>
- Wang, M., & Yan, D. (2021). Improved crystalline structure and sintering characteristics of nonstoichiometric MgTiO₃ ceramics by sol-gel method. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 97(2), 365–372. <https://doi.org/10.1007/s10971-020-05458-x>

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. *Journal of Alloys and Compounds*, 537, 76–79.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.05.026>