

DISTRIBUSI UKURAN BUTIR DAN PERMITIVITAS RELATIF KERAMIK TiO₂ RUTIL

¹⁾Wilda Kusumaningtyas, ²⁾Frida U. Ermawati

¹⁾Prodi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, Email: wildakusumaningtyas.21007@mhs.unesa.ac.id

²⁾Prodi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, Email: frida.ermawati@unesa.ac.id

Abstrak

TiO₂ rutil adalah salah satu material fungsional yang mempunyai banyak potensi aplikasi, salah satunya adalah sebagai resonator dielektrik *microwave*. Agar dapat berfungsi sebagai resonator dielektrik, material ini harus memiliki permitivitas relatif yang unggul. Permitivitas relatif dipengaruhi oleh keberadaan fasa utama, fasa sekunder, ukuran butir, serta nilai densitas. Apabila material memiliki fasa tunggal dan densitas tinggi, maka faktor fasa sekunder dapat diabaikan sehingga menyisakan faktor ukuran butir. Tujuan dari makalah ini adalah melaporkan analisis ukuran butir dan permitivitas relatif dari keramik padat fasa tunggal TiO₂ rutil melalui uji XRD, SEM, dan VNA. Serbuk rutil disintesis dari pelarutan serbuk logam Ti dengan HCl. Serbuk hasil dikalsinasi pada 800 °C selama 4 jam. Serbuk kristalin dikompaksi menggunakan *cylindrical die press* berdiameter 12 mm dan *hydraulic hand press* pada tekanan 10 MPa menghasilkan pelet. Pelet disinter pada 1000 °C ditahan 4 jam sehingga menghasilkan keramik TiO₂ rutil. Hasil *refinement* XRD menunjukkan fasa tunggal TiO₂ rutil dengan parameter kisi dan vol. sel satuan yang konsisten terhadap TiO₂ rutil (PDF Nomor 21-1276). Hasil SEM memperlihatkan morfologi permukaan yang padat dengan distribusi ukuran butir yang memenuhi kurva normal pada rentang 0,30 - 2,60 µm dan rata-rata ukuran butir yaitu 1,00 ± 0,01 µm. Uji VNA menghasilkan permitivitas relatif sebesar 20,283 pada frekuensi 4-6 GHz.

Kata Kunci: keramik TiO₂ rutil; distribusi ukuran butir; permitivitas relatif; XRD; SEM; VNA

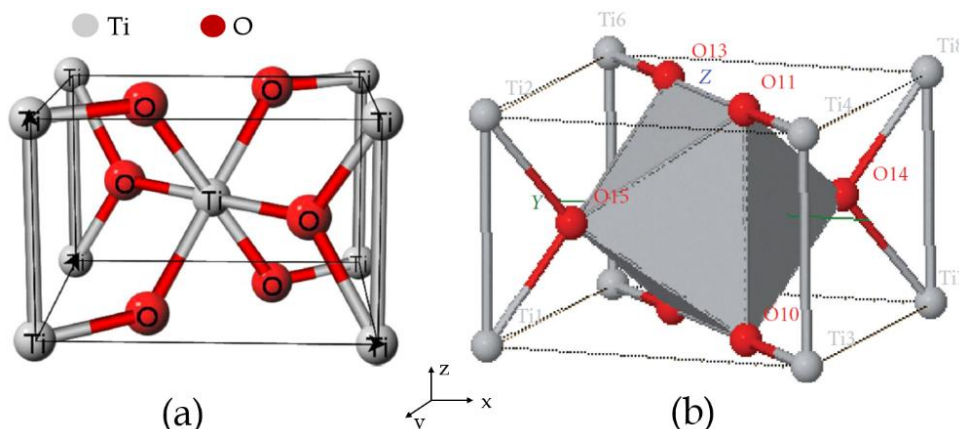
Abstract

Rutile TiO₂ exhibits versatile functionality with numerous potential applications, such as serving as a microwave dielectric resonator. To serve this purpose, the material must exhibit a high relative permittivity. The presence of a primary phase, secondary phases, as well as grain size and density, are key factors affecting this property. When the material achieves a single-phase structure with high density, the influence of secondary phases can be disregarded, leaving grain size as a critical factor. This study focuses on presenting the grain size characteristics and relative permittivity of dense single-phase rutile TiO₂ ceramics based on XRD, SEM, and VNA analyses. The synthesis of rutile powder involved dissolving metallic Ti powder in HCl and subsequently performing calcination at 800 °C for 4 h. Pellets were produced by compacting the crystalline powder with a 12 mm cylindrical die press and applying a pressure of 10 MPa using a hydraulic hand press. The pellet was sintered at 1000 °C with a 4h dwell, yielding a rutile TiO₂ ceramic. XRD refinement confirmed a single-phase rutile structure (PDF No. 21-1276) with consistent lattice parameters and unit cell volume. SEM observations showed a dense microstructure, with the grain size distribution fitting a normal curve, spanning from 0.30 – 2.60 micrometer and an average grain size of 1.00 ± 0.01 micrometer. VNA measurements indicated a relative permittivity of 20.283 in the 4–6 GHz frequency range.

Keywords: rutile TiO₂ ceramic; grain size distribution; relative permittivity; XRD; SEM; VNA

I. PENDAHULUAN

Titanium oksida (TiO_2) bersifat polimorf karena ditemukan dalam tiga fasa kristalin utama, yaitu brookite, anatase, dan rutil [1]. Rutil bersifat stabil karena fasa anatase dan brookite cenderung bertransformasi ke rutil saat mengalami pemanasan suhu tinggi [2]. TiO_2 rutil termasuk ke dalam sistem tetragonal dan *space group* adalah $P4_2/mnm$. TiO_2 rutil mempunyai parameter kisi $a = b = 4,584 \text{ \AA}$ dan $c = 2,953 \text{ \AA}$ serta $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$, berdasarkan data PDF (*Powder Diffraction File*) No. 12-2176. TiO_2 rutil tersusun dari unit TiO_6 oktahedral, dimana satu atom Titanium (Ti) dikelilingi enam atom Oksigen (O) [3], [4]. **Gambar 1** menunjukkan sel satuan TiO_2 rutil yang mengandung satu dipol oktahedral TiO_6 .



Gambar 1 (a) Sel satuan TiO_2 rutil dibangun dari ikatan antara satu kation Ti^{4+} dan enam anion O^{2-} , atau (b) sebuah dipol TiO_6 oktahedral berwarna abu-abu. Lingkaran abu-abu = Ti, lingkaran merah = O [5], [6]

TiO_2 rutil sebagai material fungsional berpotensi untuk diterapkan pada berbagai aplikasi teknologi, seperti, fotokatalis, pigmen warna putih, DSSC (*Dye Sensitized Solar Cell*), dan resonator dielektrik [7], [8], [9], [10]. Agar dapat berfungsi sebagai resonator dielektrik, material ini harus mempunyai sifat dielektrik yang unggul, salah satunya adalah permitivitas relatif (ϵ_r). Nilai permitivitas relatif ini dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu fasa tunggal, fasa sekunder, densitas material, dan ukuran butir [11], [12], [13]. Apabila material memiliki fasa tunggal dan densitas tinggi, maka faktor yang dominan terhadap permitivitas relatif adalah ukuran butir [13]. Ukuran butir dapat dianalisis melalui morfologi SEM (*Scanning Electron Microscope*) [14]. Pengukuran dilakukan dengan pengambilan data panjang atau diameter butir dan pendekatan menggunakan kurva Gaussian untuk memperoleh distribusi ukuran butirnya [14].

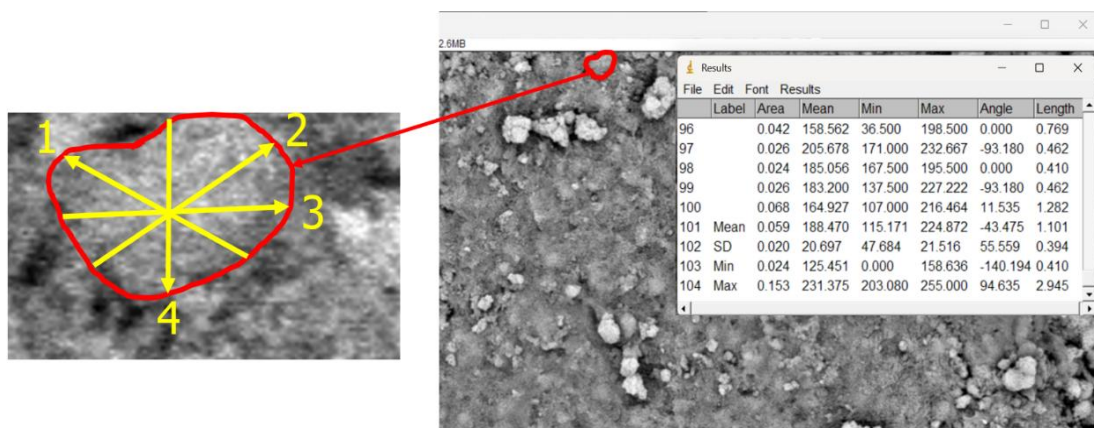
Keramik TiO_2 rutil yang mengandung fasa sekunder telah dilaporkan oleh beberapa peneliti. Referensi [15] melaporkan fabrikasi keramik TiO_2 rutil dengan bahan awal, yaitu serbuk TiO_2 komersil, disinter pada 700°C selama 12 jam dan diameter 10 mm. Keramik tersebut teridentifikasi mengandung fasa utama rutil (PDF No. 21-1276) dan fasa sekunder anatase (PDF No. 73-1764), memiliki nilai densitas sebesar $\sim 3,953 \text{ g/cm}^3$, dan rata-rata ukuran butirnya $\sim 0,15 \mu\text{m}$. Selain itu, nilai ϵ_r keramik tersebut menurun dari 133 pada 1 Hz ke 113 pada 1 kHz. Referensi [16] melaporkan fabrikasi keramik TiO_2 dengan dopan Nb^{5+} dan Si^{4+} pada sistem keramik $(\text{Nb}_{0,05}\text{Si}_{0,05}\text{Ti}_{0,9})\text{O}_2$ (disingkat NSTO), disinter pada 1500°C selama 10 jam. Keramik NSTO juga teridentifikasi mengandung fasa utama rutil (PDF No. 21-1276) dan fasa sekunder SiO_2 (PDF No. 47-718), ukuran butir rata-rata sebesar $9,4 \pm 1,6 \mu\text{m}$ dan permitivitas kolosal sebesar $5,3 \times 10^4$ pada 1,1 kHz. Permitivitas kolosal pada keramik NSTO disebabkan oleh mekanisme *Internal Barrier Layer Capacitance* (IBLC) akibat penambahan dopan Nb^{5+} dan Si^{4+} sehingga terjadi perbedaan konduktivitas antara butir dan batas butir [16]. Berdasarkan hasil *review* terhadap kedua publikasi [15] dan [16] tersebut, diperoleh fakta bahwa keberadaan fasa sekunder telah menyebabkan sifat dielektrik (permitivitas relatif) menjadi tidak stabil atau dipengaruhi oleh mekanisme tambahan yang tidak muncul pada material fasa tunggal. Berdasarkan uraian tersebut, pada

makalah ini, Penulis bermaksud untuk melaporkan hasil fabrikasi keramik TiO₂ fasa tunggal rutil yang disinter pada suhu 1000 °C selama 4 jam, serta menganalisis distribusi ukuran butir dan mengkaji pengaruhnya terhadap nilai permitivitas relatif yang diukur pada rentang 4-6 GHz berdasarkan uji XRD, SEM, dan, VNA. Kebaruan (*novelty*) dari makalah ini adalah mengkaji pengaruh distribusi ukuran butir terhadap permitivitas relatif pada rentang frekuensi *microwave* (4–6 GHz) dari keramik TiO₂ rutil disinter pada suhu 1000 °C selama 4 jam.

II. METODE

Sintesis serbuk TiO₂ rutil menggunakan metode pelarutan serbuk logam Titanium (Sigma Aldrich, CAS No. 7440-32-6) kemurnian >98% dan pelarut HCl 12 M (37%). Serbuk *amorf* dikalsinasi pada 800 °C dengan waktu tahan 4 jam sehingga menjadi serbuk kristalin TiO₂ rutil. Serbuk hasil kalsinasi tersebut dikompaksi menggunakan *cylindrical die press* berdiameter 12 mm dan *hydraulic hand press* pada tekanan 10 MPa. Serbuk padat hasil kompaksi disinter pada suhu 1000 °C selama 4 jam sehingga menghasilkan keramik TiO₂ rutil.

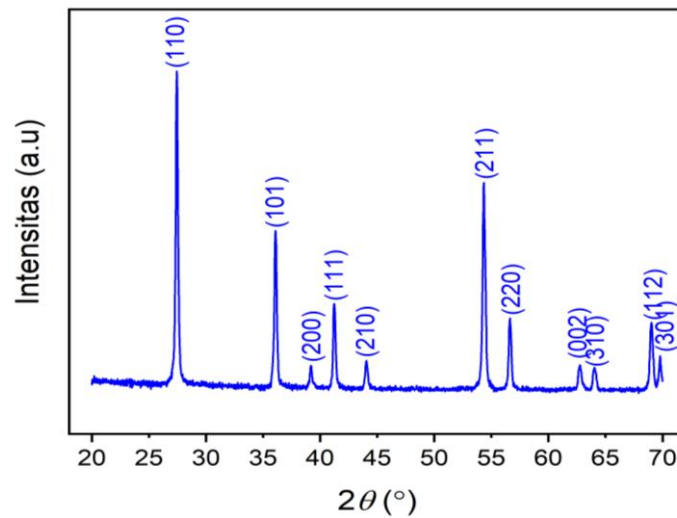
Keramik TiO₂ rutil dilakukan uji XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk analisis struktur dengan alat “PANalytical X’Pert Pro” radiasi Cu-Ka ($\lambda = 1,54056$), rentang sudut difraksi $2\theta = 20-70^\circ$, dan *step size detector* 0,017 °/menit. Analisis kualitatif pola XRD menggunakan perangkat lunak Match! untuk mengidentifikasi fasa. Analisis secara kuantitatif dilakukan menggunakan *software* Rietica dengan metode *refinement* Rietveld untuk memperoleh data komposisi dari fasa-fasa yang telah teridentifikasi tersebut, meliputi parameter kesesuaian (*FoM*), parameter kisi, vol. sel satuan, dan nilai densitas. Uji mikrostruktur (morfologi dan ukuran butir) dilakukan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) Thermo Science Phenom dengan perbesaran 10.000 kali. Distribusi ukuran butir dianalisis melalui morfologi SEM sebagaimana ditunjukkan oleh **Gambar 2** menggunakan Program ImageJ. Mengingat ukuran butir pada **Gambar 2** tersebut tidak simetris, maka pengukuran diameter butir harus dilakukan pada beberapa posisi berbeda (minimal pada empat posisi berbeda) untuk ditentukan diameter rata-ratanya. Pengukuran diameter butir tersebut dilakukan terhadap semua butir yang ada. Seluruh data tersebut selanjutnya dianalisis menggunakan fitting Gaussian untuk memperoleh distribusi ukuran butir. Uji S-parameter dilakukan menggunakan Anritsu MS46322A VNA (*Vector Network Analyzer*) dalam rentang frekuensi 4-6 GHz. Data permitivitas relatif diperoleh dengan mengkonversi data S-parameter tersebut menggunakan metode *Nicholson-Ross-Weir* (NRW).



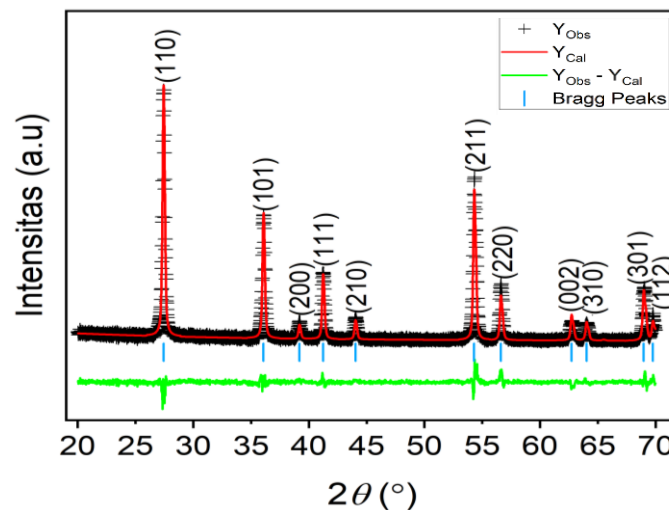
Gambar 2 Pengukuran diameter butir dengan bantuan *software* ImageJ

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 3 menampilkan pola XRD keramik TiO₂ rutil disinter pada temperatur 1000 °C selama 4 jam. Hasil analisis kuantitatif pola XRD **Gambar 3** menggunakan metode Rietveld ditunjukkan pada **Gambar 4**, sedangkan *output refinement*-nya ditampilkan pada **Tabel 1** berupa parameter kesesuaian (*FoM*), *space group* fasa teridentifikasi, parameter kisi, vol. sel satuan, dan nilai densitas.



Gambar 3 Pola XRD teridentifikasi fasa tunggal TiO₂ rutil. Puncak-puncak indeks Miller (*hkl*) ialah milik TiO₂ rutil PDF (Nomor 21-1276)



Gambar 4 Pola XRD hasil *refinement* Rietveld dari **Gambar 3** dengan puncak-puncak indeks Miller (*hkl*) ialah milik TiO₂ rutil PDF (Nomor 21-1276)

Tabel 1 Hasil *refinement* Rietveld: *FoM*, *space group* fasa teridentifikasi, parameter kisi, vol. sel satuan, dan nilai densitas dari **Gambar 4**

<i>FoM</i>	Fasa Teridentifikasi	<i>Space Group</i>	Sudut antar sumbu kristal (°)	Parameter Kisi (Å)	Volume sel satuan (Å ³)	Densitas (g/cm ³)
R_p	TiO ₂ rutil	P42/mmm	$a = b = \gamma$	$a=b$	62,283	4,194
R_{wp}				4,591		
R_{exp}				c		
R_B				2,955		
χ^2				90		

Pola XRD pada **Gambar 3** menunjukkan bahwa keramik mengandung fasa tunggal TiO₂ rutil berdasarkan pencocokan puncak-puncak XRD dengan data *hkl* pada kartu PDF (Nomor 21-1276). Proses

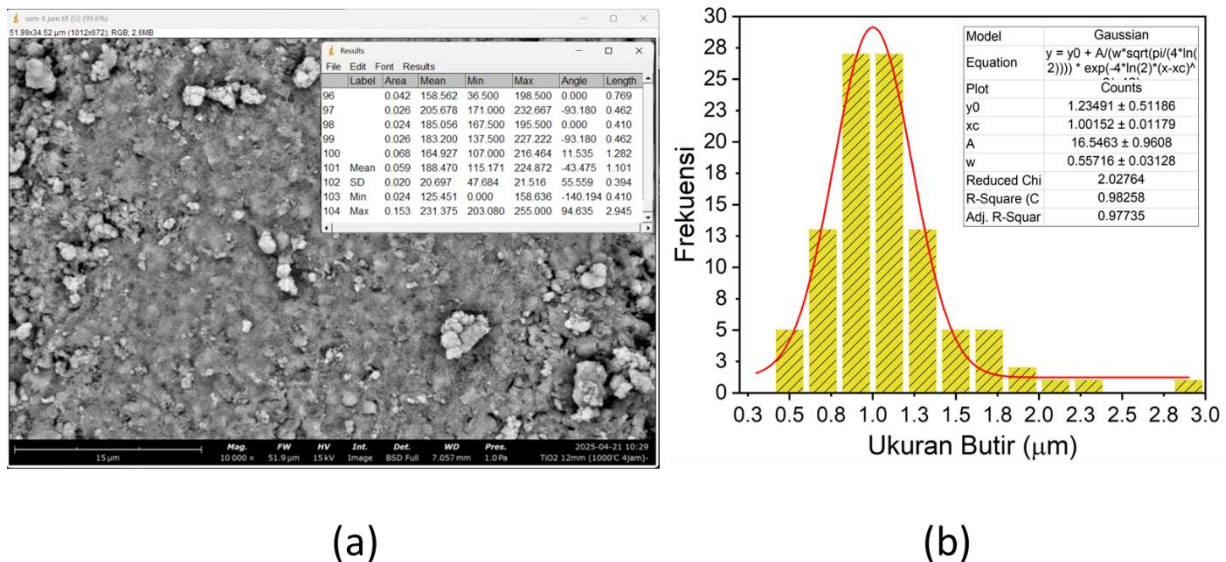
refinement Rietveld pada **Gambar 4** dinyatakan berhasil dengan indikasi antara tinggi intensitas puncak difraksi terhitung dan terukur adalah sama (ditunjukkan pada kurva warna hijau **Gambar 4**). Selain itu, secara kuantitatif, indikasi keberhasilan juga dapat dilihat dari nilai-nilai parameter kesesuaian (*FoM*), yaitu R_p , R_{wp} , dan $R_{exp} < 20\%$, $\chi^2 < 4\%$, dan $R_B < 10\%$ [17], [18]. Nilai-nilai parameter kesesuaian pada **Tabel 1** tersebut menunjukkan bahwa hasil *refinement* Rietveld pada **Gambar 4** telah memenuhi kriteria kesesuaian yang direkomendasikan. Dengan demikian, hasil *refinement* pada **Gambar 4** telah berhasil sehingga data luarannya (**Tabel 1**) dapat digunakan untuk analisis selanjutnya.

Tabel 1 juga memperlihatkan bahwa keramik TiO₂ rutil memiliki *Space Group* P4₂/mmn dengan sistem tetragonal dan parameter kisi $a = b$ dan c serta $a = \beta = \gamma = 90^\circ$. Nilai parameter kisi dan vol. sel satuan dari keramik TiO₂ rutil memiliki nilai yang mendekati nilai pada basis data fasa TiO₂ rutil pada PDF No. 21-1276, yaitu parameter kisi $a = b = 4,584 \text{ \AA}$ dan $c = 2,953 \text{ \AA}$ serta vol. sel satuannya sebesar $62,43 \text{ \AA}^3$. Selisih antara parameter kisi dan vol. sel satuan dari penelitian ini dengan TiO₂ rutil (PDF No. 21-1276) kecil, yaitu $\Delta a = \Delta b = 0,002 \text{ \AA}$ dan $\Delta c = 0,004 \text{ \AA}$ dan $\Delta \text{vol. sel satuan} = 0,147 \text{ \AA}^3$. Selisih yang kecil tersebut membuktikan bahwa struktur kristal yang terbentuk berupa fasa tunggal rutil tanpa adanya kontaminasi fasa lainnya. Selain itu, nilai densitas yang diperoleh sebesar $4,194 \text{ g/cm}^3$ juga menunjukkan bahwa sampel mendekati nilai densitas TiO₂ rutil (PDF No. 21-1276) yaitu $4,249 \text{ g/cm}^3$. Nilai densitas tersebut diperoleh dari hasil *refinement* Rietveld yang dihitung berdasarkan parameter kisi, jumlah atom per sel satuan, massa atom, dan volume sel kisi. Nilai densitas ini berbeda dengan densitas bulk yang dihitung berdasarkan massa sampel yang dipengaruhi oleh massa kering dan massa basah berdasarkan persamaan densitas bulk dengan metode Archimedes (**Persamaan 3.1**) [19] [20].

$$\rho = \frac{m_k}{m_k - m_b} \rho_a \quad (1)$$

dengan ρ = densitas *bulk* keramik (g/cm^3), m_k = massa kering, m_b = massa basah, , dan ρ_a = massa jenis aquades (g/cm^3) sebagai medium.

Morfologi permukaan SEM keramik TiO₂ rutil dengan perbesaran 10.000 kali ditampilkan pada **Gambar 5a**. Sementara itu, **Gambar 5b** menampilkan distribusi dan rata-rata ukuran butir.

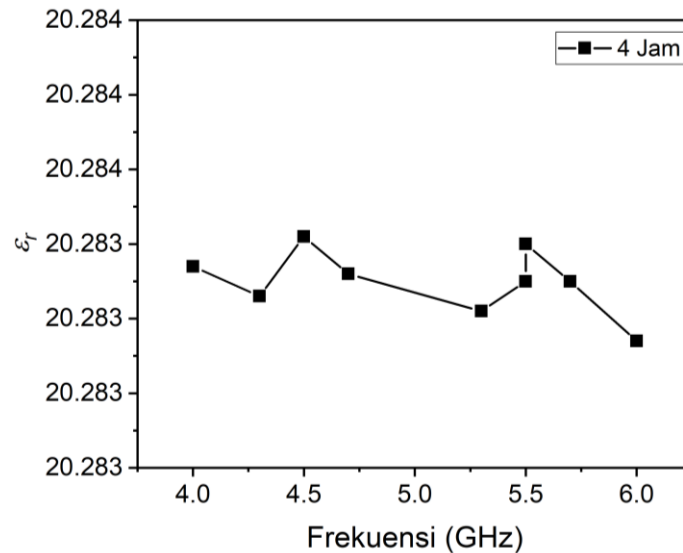


Gambar 5 (a) Morfologi permukaan keramik TiO₂ rutil dan **(b)** Distribusi ukuran butir keramik tersebut

Gambar 5a menunjukkan bahwa permukaan keramik TiO₂ rutil padat. Berdasarkan pengukuran ukuran butir yang telah dijelaskan pada Gambar 2, di mana ukuran butir diperoleh dari pengukuran diameter setiap butir dan diolah menggunakan fitting Gaussian, maka diperoleh distribusi ukuran butir yaitu memenuhi kurva normal pada rentang $0,30\text{--}2,60 \text{ μm}$ (**Gambar 5b**). Rata-rata ukuran butir yang didapatkan yaitu $1,00 \pm 0,01 \text{ μm}$ berdasarkan data x_c pada **Gambar 5b**. Selain itu, nilai *R-Square* sebesar 0,98 menandakan

bahwa model Gaussian ideal untuk merepresentasikan distribusi ukuran butir dan ditandai dengan terdistribusi normal karena nilai *R-Square* mendekati 1. Kurva normal membuktikan bahwa ukuran butir tersebar secara homogen [21].

Gambar 6 menunjukkan nilai ϵ_r keramik TiO₂ rutil yang diukur pada rentang frekuensi 4-6 GHz. **Tabel 2** memuat komparasi hasil karakterisasi (XRD, SEM, dan VNA keramik TiO₂ rutil yang diperoleh dari penelitian ini dengan hasil yang dilaporkan pada referensi [15]. Referensi [15] dipilih karena membahas fabrikasi keramik TiO₂ rutil tanpa disertai dopan dan karakterisasi yang sama, meliputi identifikasi fasa, densitas, ukuran butir, dan nilai ϵ_r .



Gambar 6 Nilai ϵ_r keramik TiO₂ rutil pada penelitian ini diukur pada rentang 4-6 GHz menggunakan VNA

Tabel 2 Perbandingan hasil karakterisasi XRD, SEM, dan VNA keramik TiO₂ rutil penelitian ini dengan makalah [15]

	Sampel	Fasa Teridentifikasi	Densitas (g/cm ³)	Ukuran Butir (μm)	ϵ_r
Hasil Penelitian ini	TiO ₂ (Ø = 12 mm), 1000 °C 4 jam)	Rutil	4,194	1,00 ± 0,01	20,283 pada 4-6 GHz
Referensi [15]	TiO ₂ (Ø = 10 mm), 700 °C 12 jam)	Rutil dan Anatase	3,953	0,15	133 pada 1 Hz 113 pada 1 kHz

Nilai rata-rata ϵ_r pada **Gambar 6** sebesar 20,283 pada rentang 4-6 GHz. Nilai ϵ_r didukung oleh keberadaan fasa tunggal rutil dengan densitas sebesar 4,194 g/cm³ dan ukuran butir sebesar 1,00 ± 0,01 μm (tertera pada **Tabel 2**). Sedangkan, sampel pada [15] mengandung fasa utama rutil dan fasa sekunder anatase dengan densitas dan ukuran butir yang lebih rendah yaitu 3,953 g/cm³ dan 0,15 μm. Sampel makalah [15] tersebut mampu menghasilkan nilai ϵ_r yang tinggi, yaitu 133 pada 1 Hz turun ke 113 pada 1 kHz. Menurut [15], nilai ϵ_r tidak stabil ketika frekuensi dinaikkan dari 1 Hz ke 1 kHz. Ketidakstabilan nilai ϵ_r keramik [15] disebabkan oleh sifat konduktivitas DC keramik [15] yang tinggi akibat adanya fasa sekunder, serta densitas keramik [15] yang lebih rendah dibanding densitas TiO₂ rutil 4,25 g/cm³ (PDF No. 21-1276) [15]. Nilai ϵ_r penelitian ini lebih stabil daripada [15] yang erat kaitannya dengan keberadaan fasa tunggal rutil dan densitasnya mendekati densitas TiO₂ rutil (PDF No. 21-1276). Namun, nilai ϵ_r penelitian ini lebih kecil daripada milik [15]. Hal ini disebabkan oleh rentang frekuensi pengukuran ϵ_r yang berbeda. Pada frekuensi *microwave* (orde GHz), energi medan listrik cukup besar sehingga berpotensi mengganggu gerakan osilasi dipol-dipol TiO₆ yaitu mengurangi kecepatan polarisasinya. Akibatnya, nilai permitivitas relatif TiO₂ pada

frekuensi *microwave* menjadi berkurang (lebih rendah) dibandingkan dengan nilai permittivitas pada frekuensi yang lebih rendah (orde Hz – kHz seperti pada referensi [15]) [22].

IV. PENUTUP

A. Simpulan

Fabrikasi keramik TiO₂ rutil pada suhu sinter 1000 °C selama 4 jam berhasil dilakukan. Hasil dari uji XRD menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk ialah fasa tunggal TiO₂ rutil. Hasil *refinement* Rietveld menunjukkan bahwa nilai *FoM* sesuai kriteria yang direkomendasikan, serta *output refinement* yaitu parameter kisi, vol. sel satuan, dan nilai densitas juga memiliki nilai yang mendekati TiO₂ rutil (PDF No. 21-1276). Hasil karakterisasi mikrostruktur SEM didapatkan permukaan keramik TiO₂ rutil padat. Selain itu, distribusi ukuran butir yang diperoleh yaitu rentang 0,30–2,60 µm dan rata-rata ukuran butir yaitu 1,00 ± 0,01 µm. Distribusi ukuran butir tersebar secara homogen (seragam) ditandai dengan kurva terdistribusi normal. Permittivitas relatif memperoleh nilai sebesar 20,283 pada rentang frekuensi 4–6 GHz.

B. Saran

Perlu dilakukan karakterisasi nilai τ_f dan *quality factor* (*Qf*) yang bertujuan untuk mengetahui sifat dielektrik keramik lebih detail.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] T. T. Widodo and C. S. Ayu M, "The Effect of Photocatalyst Effect of Titanium Dioxide Anatase on Heat Polymerized Acrylic Resin Plate Towards The Growth of Candida Albicans Colonies," *Makassar Dental Journal*, vol. 11, no. 1, pp. 105–109, Apr. 2022, doi: 10.35856/mdj.v11i1.521.
- [2] H. P. Setyawan and O. Suryani, "Modified Titanium Oxide with Metal Doping as Photocatalyst in Photochemical Water Splitting," *Jurnal Sains Natural*, vol. 14, no. 1, pp. 1–12, 2024.
- [3] S. I. Sadia *et al.*, "Crystallographic Biography on Nanocrystalline Phase of Polymorphs Titanium Dioxide (TiO₂): A Perspective Static Review," *S Afr J Chem Eng*, vol. 50, pp. 51–64, Oct. 2024, doi: 10.1016/j.sajce.2024.07.005.
- [4] B. Trujillo-Navarrete *et al.*, "Effect of Nd³⁺ Doping on Structure, Microstructure, Lattice Distortion and Electronic Properties Of TiO₂ Nanoparticles," *Journal of Rare Earths*, vol. 35, no. 3, pp. 259–270, Mar. 2017, doi: 10.1016/S1002-0721(17)60909-8.
- [5] K. B. Chetry, H. Sims, W. H. Butler, and A. Gupta, "A Comparison of The Growth Modes of (100)- And (110)-Oriented CrO₂ Films Through The Calculation of Surface and Interface Energies," *J Appl Phys*, vol. 110, no. 11, Dec. 2011, doi: 10.1063/1.3664768.
- [6] G. Narejo and W. F. Perger, "First Principles Computations of Second-Order Elastic Constants (SOEC) And Equations Of State Of Rutile TiO₂," *Physics Research International*, 2011, doi: 10.1155/2011/536183.
- [7] H. Eidsvåg, S. Bentouba, P. Vajeeston, S. Yohi, and D. Velauthapillai, "TiO₂ As a Photocatalyst for Water Splitting—An Experimental and Theoretical Review," 2021, MDPI AG. doi: 10.3390/molecules26061687.
- [8] M. M. I. Megat Hasnan *et al.*, "Improvement of Facile Hydrothermal TiO₂ Rutile Nanorod-Flower Using Second Hipims Deposition for DSSC Performance Enhancement," *Opt Mater (Amst)*, vol. 117, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.optmat.2021.111149.
- [9] P. Oruç, N. Turan, S. Cavdar, N. Tuğluoğlu, and H. Koralay, "Investigation of Dielectric Properties of Amorphous, Anatase, And Rutile TiO₂ Structures," *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 34, no. 6, Feb. 2023, doi: 10.1007/s10854-023-09924-4.
- [10] C. Tian, "Effects of Structural Factors of Hydrated TiO₂ on Rutile TiO₂ Pigment Preparation via Short Sulfate Process," *Sci Rep*, vol. 10, no. 1, Dec. 2020, doi: 10.1038/s41598-020-64976-4.
- [11] Y. Song *et al.*, "Origin of Colossal Dielectric Permittivity of Rutile Ti_{0.9}In_{0.05}Nb_{0.05}O₂: Single Crystal and Polycrystalline," *Sci Rep*, vol. 6, Feb. 2016, doi: 10.1038/srep21478.

- [12] S. Marinel, D. H. Choi, R. Heuguet, D. Agrawal, and M. Lanagan, "Broadband Dielectric Characterization of TiO₂ Ceramics Sintered Through Microwave and Conventional Processes," *Ceram Int*, vol. 39, no. 1, pp. 299–306, Jan. 2013, doi: 10.1016/j.ceramint.2012.06.025.
- [13] A. E. Freitas *et al.*, "Development and Characterization of Titanium Dioxide Ceramic Substrates with High Dielectric Permittivities," *Materials*, vol. 13, no. 2, Jan. 2020, doi: 10.3390/ma13020386.
- [14] M. Sumadiyasa and I. B. S. Manuaba, "Determining Crystallite Size Using Scherrer Formula," *Buletin Fisika*, vol. 19, no. 1, pp. 28–35, 2018.
- [15] S. Chao, V. Petrovsky, and F. Dogan, "Effects of Sintering Temperature on The Microstructure and Dielectric Properties of Titanium Dioxide Ceramics," *J Mater Sci*, vol. 45, no. 24, pp. 6685–6693, Dec. 2010, doi: 10.1007/s10853-010-4761-4.
- [16] H. M. Kotb, A. Alshoaibi, J. Mazher, N. M. Shaalan, and M. M. Ahmad, "Colossal Permittivity Characteristics of (Nb, Si) Co-Doped TiO₂ Ceramics," *Materials*, vol. 15, no. 13, Jul. 2022, doi: 10.3390/ma15134701.
- [17] S. A. Hermadianti and F. U. Ermawati, "Pengaruh Waktu Tahan Kalsinasi Terhadap Komposisi Fasa dan Ukuran Kristalit Serbuk Mg(Ti_{0,99}Sn_{0,01})O₃," *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, vol. 12, pp. 1–9, 2023.
- [18] L. B. Mccusker, R. B. Von Dreele, D. E. Cox, D. Loue, and P. Scardi, "Rietveld Refinement Guidelines," *International Union of Crystallography Journal of Applied Crystallography J. Appl. Cryst*, vol. 32, pp. 36–50, 1999, [Online]. Available: <http://www.iucr.org/iucr-top/comm/>
- [19] Putri, V. O., & Ermawati, F. U, "Fabrikasi Dan Karakterisasi Keramik Dielektrik Mg(Ti_{0,94}Cr_{0,06})O₃," *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, 13(02), 100–109, 2024.
- [20] A. Vasilenko, S. Koynov, B. J. Glasser, and F. J. Muzzio, "Role of Consolidation State in The Measurement of Bulk Density and Cohesion," *Powder Technol*, vol. 239, pp. 366–373, 2013, doi: 10.1016/j.powtec.2013.02.011.
- [21] N. A. Imamah and F. U. Ermawati, "Analisis Struktur dan Komposisi Fasa Serta Distribusi Ukuran Partikel Serbuk ZnTiO₃ Hasil Preparasi Dengan Metode Pencampuran Larutan," *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, vol. 07, no. 02, pp. 83–86, 2018.
- [22] K. Kanehara, S. Urata, S. Yasuhara, T. Tsurumi, and T. Hoshina, "Dielectric Response and Polarization Mechanism of Alkali Silicate Glasses in Gigahertz to Terahertz Frequency Range," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 106, no. 9, pp. 5341–5350, Sep. 2023, doi: 10.1111/jace.19189.