

OBSERVATION PARTICLE SIZE OF $Mg_{0.8}Zn_{0.2}TiO_3$ BY LASER DIFFRACTION METHOD

Muhammad Saukani

Prodi Teknik Mesin

Fakultas Teknik, Universitas Islam Kalimantan Muhammad Arsyad Al Banjari

Jln. Adhyaksa (Kayutangi) No.2 Banjarmasin, 70123

Email ; muh.saukani@gmail.com

ABSTRACT

Observation of particle size in the sample $Mg_{0.8}Zn_{0.2}TiO_3$ (MZT) calcined at 550°C with various holding time 1 hour, 2 hours, 4 hours and 6 hours has been done. The results of X-ray diffraction analysis showed that the formed phase is geikelite ($MgTiO_3$) and rutile (TiO_2), which indicates that there had been reaction between Zn and Mg. This research aim to know size distribution of particles in colloidal using laser diffraction method based on principle dynamic light scattering. The average particle diameter measurable each sample ZMT is 310.1 nm, 313.9 nm, 334.2 nm and 365.4 nm which states that the longer the holding time resulted in increase grain size particles.

Keywords : Laser diffraction, Dynamic light scattering, $MgTiO_3$, MZT

INTRODUCTION

Magnesium Titanat ($MgTiO_3$ atau MT) merupakan material keramik yang memiliki struktur ilmenite [1] dimana, distribusi muatan antara pasangan Mg-Ti membentuk sebuah dipol elektrik secara alami [2]. MT memiliki konstanta dielektrik $\epsilon_r \sim 17$, koefisien temperatur yang mendekati nol (τ_f) nilai *quality factor* ($Q \times f$) ~ 160.000 pada 7 GHz [3]. Material dielektrik ini digunakan pada banyak aplikasi seperti *multilayer ceramic capacitors*, *cellular phone*, *global positioning system* dan *direct broadcasting satellite* [4].

Berbagai metode sintesis MT telah banyak dikembangkan. Metode tersebut diantaranya *co-precipitation* [5], *mixing/grinding* [6], *sol gel* [7] and *wet mixing* [8]. Salah satu aspek yang menarik untuk dipelajari dari material ini adalah pengamatan ukuran partikel. Berbagai metode yang dapat dilakukan untuk mengukur ukuran partikel adalah dengan *sieve analyzes*, *laser diffraction*, *sedimentation*, *micrographic analysis*, *submicron aerosol sizing and counting* [9].

Dalam paper ini akan dilaporkan pola difraksi sinar X dan distribusi ukuran partikel yang diukur menggunakan metode difraksi laser yang didasarkan pada prinsip *dynamic light scattering* (DLS) pada sampel $Mg_{0.8}Zn_{0.2}TiO_3$ (MZT02) yang disintesis dengan metode *wet mixing* dan dilaksinasi 550°C temperature dengan waktu tahan 1, 2, 4 dan 6 jam.

METODOLOGI

Pertama yang dilakukan dalam penelitian ini adalah melakukan sintesis MZT02 dengan prekursor titanium (>98%), zinc (>99%) dan Magnesium (>88%) dan HCl (37%) sebagai pelarut. Semua material disintesis menggunakan metode *wet mixing* seperti yang telah dilakukan Saukani & Suasmoro (2015) [8]. Sampel yang telah disintesis dikalsinasi pada suhu 550°C dengan waktu tahan 1, 2, 4 dan 6 jam, selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD Philips X'Pert MPD dengan sumber radiasi $Cu K\alpha$ (1.54058 Å). Data pola XRD kemudian dianalisa secara kualitatif menggunakan perangkat lunak Match 2 untuk menentukan fasa yang terkandung di dalam sampel dan selanjutnya ditentukan distribusi ukuran partikel.

Pengukuran distribusi ukuran partikel menggunakan Zetasizer Nano Particle Analyzer, yang sebelumnya terlebih dahulu sampel dilarutkan di dalam aquades dengan konsentrasi 0.1 mg/ml [10] lalu ditetarkan pada 1510 Branson Ultrasonic Cleaner selama 45 menit dengan 40 kHz. Setelah larutan terbentuk sampel didiamkan selama 18 hours hingga membentuk koloid.

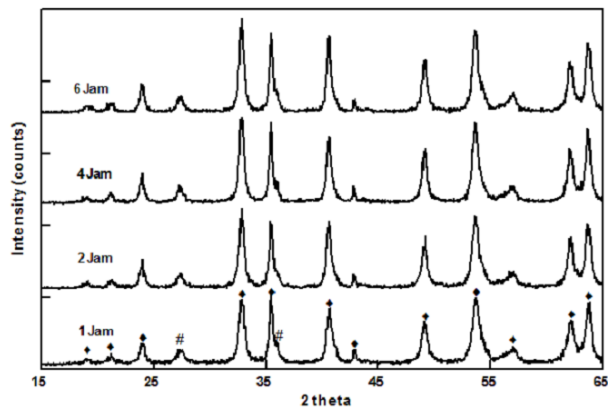
Setelah larutan koloid terbentuk, larutan dimasukkan kedalam *cuvette* dengan batas ketinggian 15 mm yang dimasukkan ke dalam Zetasizer Nano Particle Analyzer dengan 5 kali pengukuran per sampel. Semua sample

dikondisikan pada suhu 25° C dan viskositas 0.8872 cP

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Data Difraksi Sinar-X

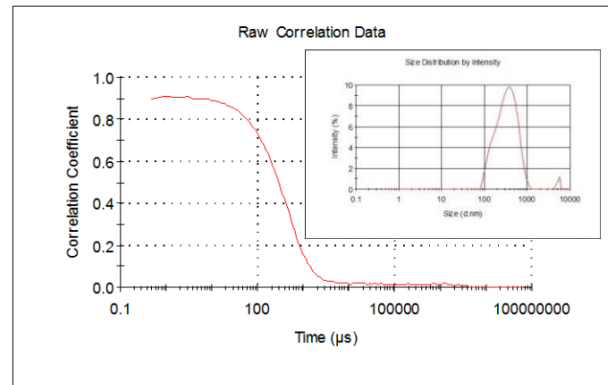
Gambar 1 menunjukkan data XRD untuk sampel MZT yang dikalsinasi pada temperatur 550°C dan ditahan dalam 1, 2, 4 dan 6 hours. Analisa secara kualitatif menunjukkan bahwa dalam sample MZT terkandung geikelite dan rutile (PDF No. 06-0494 and 34-0180). Hasil menunjukkan bahwa pada suhu 550°C telah terjadi *solid solution* antara Zn dan Mg, sehingga terbentuk $\text{Mg}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{TiO}_3$. Hasil ini pula terkonfirmasi dengan adanya pengembangan ukuran kisi dimana secara teoritis sebesar $307,6 \text{ \AA}^3$ menjadi $309,853 \text{ \AA}^3$. Hal ini diakibatkan jari-jari atom Zn lebih besar daripada jari-jari atom Mg.



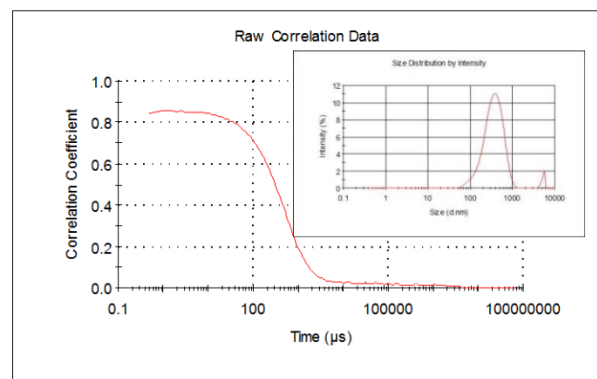
Gambar 1. Pola difraksi sinar X ($\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 1.5418 \text{ \AA}$) $\text{Zn}_{0,2}\text{Mg}_{0,8}\text{TiO}_3$ dengan waktu tahan 1 jam, 2 jam, 4 jam and 6 jam. (Where: ◆ = geikelite, # = rutile)

B. Distribusi ukuran partikel

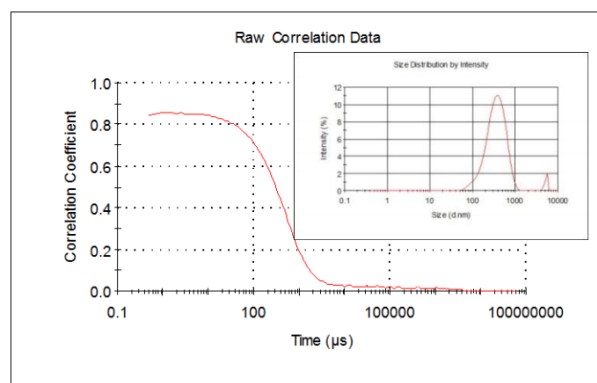
Distribusi ukuran partikel ditentukan menggunakan prinsip DLS untuk menggambarkan fluktuasi hamburan intensitas cahaya akibat gerak Brownian partikel [10]. Hasil pengukuran distribusi partikel ditunjukkan pada gambar 2, 3, 4 dan 5. Hasil ini mengindikasikan bahwa distribusi ukuran partikel yang terbentuk adalah distribusi bimodal, hal ini disebabkan oleh ketidakkontinuan pertumbuhan partikel yang terjadi yaitu beberapa partikel lebih besar dari partikel rata-rata [2]. Distribusi ini dikategorikan dalam a mid-range polydispersity indicated oleh Polydispersity Index (PDI) yaitu 0.08 to 0.7 [10]. Peningkatan diameter rata-rata partikel juga mengikuti durasi waktu penahanan dalam proses kalsinasi. Secara lebih detail disajikan dalam tabel 1.



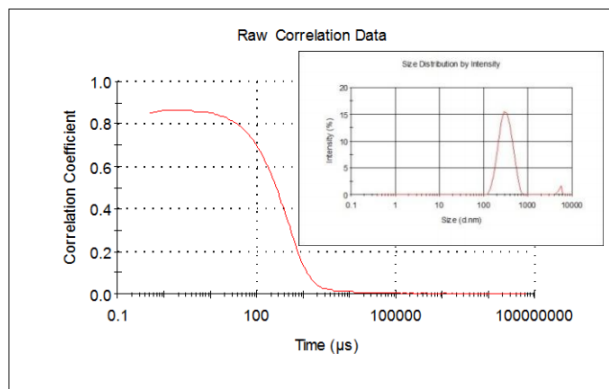
Gambar 2. Grafik raw correlation data and distribusi ukuran $\text{Zn}_{0,2}\text{Mg}_{0,8}\text{TiO}_3$ yang dikalsinasi pada temperatur 550°C dan waktu tahan 1 jam.



Gambar 3. Grafik raw correlation data and distribusi ukuran $\text{Zn}_{0,2}\text{Mg}_{0,8}\text{TiO}_3$ yang dikalsinasi pada temperatur 550°C dan waktu tahan 2 jam.



Gambar 4. Grafik raw correlation data and distribusi ukuran $\text{Zn}_{0,2}\text{Mg}_{0,8}\text{TiO}_3$ yang dikalsinasi pada temperatur 550°C dan waktu tahan 4 jam.



Gambar 5. Grafik raw correlation data and distribusi ukuran $\text{Zn}_{0,2}\text{Mg}_{0,8}\text{TiO}_3$ yang dikalsinasi pada temperatur 550°C dan waktu tahan 6 jam.

KESIMPULAN

Kesimpulan dari penelitian ini adalah dengan temperatur kalsinasi 550°C telah terbentuk $\text{Zn}_{0,2}\text{Mg}_{0,8}\text{TiO}_3$. Pada suhu kalsinasi ini sample distribusi bimodal yang diakibatkan oleh beberapa partikel berukuran lebih besar daripada rata-rata partikel. Berdasarkan data PDI, sampel diklasifikasikan dalam a *mid-range poly-dispersity*.

Tabel 1. Hasil pengukuran diameter rata-rata partikel

Waktu tahan	PDI (m)	Peak 1(d.nm)		Peak 2 (d.nm)		Z-Average (d.nm)
		Size	Width	Size	Width	
1 jam	0.317	369.8	193.6	5369	329.3	310.1
2 jam	0.275	328.8	112.0	5364	331.8	313.9
4 jam	0.407	329.6	130.0	5195	477.9	334.2
6 jam	0.345	392.6	189.1	5371	327.9	365.4

DAFTAR PUSTAKA

- [1] E. A. V. Ferri, J. C. Sczancoski, L. S. Cavalcante, E. C. Paris, J. W. M. Espinosa, A. T. de Figueiredo, P. S. Pizani, V. R. Mastelaro, J. A. Varela, and E. Longo, "Photoluminescence behavior in MgTiO_3 powders with vacancy/distorted clusters and octahedral tilting," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 117, no. 1, pp. 192–198, Sep. 2009.
- [2] Y. M. Chiang, D. P. Birnie, and W. D. Kingery, *Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering*, 1st ed. Wiley, 1996.
- [3] C. L. Huang, J. L. Hou, C. L. Pan, C. Y. Huang, C. W. Peng, C.-H. Wei, and Y.-H. Huang, "Effect of ZnO additive on sintering behavior and microwave dielectric properties of $0.95\text{MgTiO}_3\text{-}0.05\text{CaTiO}_3$ ceramics," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 450, no. 1–2, pp. 359–363, Feb. 2008.
- [4] Y. F. Deng, S. D. Tang, L. Q. Lao, and S. Z. Zhan, "Synthesis of magnesium titanate nanocrystallites from a cheap and water-soluble single source precursor," *Inorganica Chimica Acta*, vol. 363, no. 4, pp. 827–829, Mar. 2010.
- [5] A. B. Gaikwad, S. C. Navale, V. Samuel, A. V. Murugan, and V. Ravi, "A co-precipitation technique to prepare BiNbO_4 , MgTiO_3 and $\text{Mg}_4\text{Ta}_2\text{O}_9$ powders," *Materials Research Bulletin*, vol. 41, no. 2, pp. 347–353, Feb. 2006.
- [6] J. Bernard, F. Belnou, D. Houivet, and J.-M. Haussonne, "Synthesis of pure MgTiO_3 by optimizing mixing/grinding condition of $\text{MgO} + \text{TiO}_2$ powders," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 199, no. 1–3, pp. 150–155, Apr. 2008.
- [7] Y.-M. Miao, Q.-L. Zhang, H. Yang, and H.-P. Wang, "Low-temperature synthesis of nano-crystalline magnesium titanate materials by the sol-gel method," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 128, no. 1–3, pp. 103–106, Mar. 2006.
- [8] M. Saukani, S. Suasmoro, "Characterization of $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ Prepared via Liquid Phase Sintering," *Advance Material Research*. Vol. 1112, pp. 11-14, Feb. 2015.
- [9] L. Lusi, "Cara mengetahui ukuran suatu partikel," *Nanotech Indonesia*. 28-Feb-2011.
- [10] U. M. Perkasa, "Zetasizer Nano ZS Training Course," 20-Dec-2011.
- [11] E. Budianto, N. Nizardo, and T. Utari, "Pengaruh teknik polimerisasi emulsi terhadap ukuran partikel kopoli

(Stirena/Butil Akrilat/Metil Metakrilat),”
Makara, Sains, vol. 12, no. 1, pp. 15–22, Apr.
2008.

[12] A. Einstein, *Investigations on the Theory of the
Brownian Movement*. BN Publishing, 2011.