

Studi Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Terhadap Fasa $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$

Vicran Zharvan^{*1}, Nur Ichzan AS² dan Muhammad Saukani³

¹Jurusan Fisika, Universitas Negeri Makassar

²Jurusan Fisika, Universitas Muslim Maros

³Jurusan Teknik Mesin, Universitas Islam Kalimantan MAAB

*vicran.zharvan@unm.ac.id

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh pemberian temperatur kalsinasi terhadap fasa $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$. Komposisi bahan dasar yang meliputi Mg, Zn dan Ti ditimbang terlebih dahulu sesuai dengan komposisi yang diberikan kemudian semua bahan dasar tersebut dilarutkan dengan HCl dan distirer pada waktu dan temperatur tertentu. Bahan-bahan tersebut kemudian dicampurkan dan distirer kembali pada suhu konstan 110°C. Sampel kemudian digerus kemudian dikalsinasi dengan variasi temperatur kalsinasi 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C. Sampel selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa yang terkandung pada sampel sebagai akibat pemberian temperatur kalsinasi yang berbeda. Hasil menunjukkan bahwa terdapat 3 buah fasa yang terbentuk yakni $(Mg,Zn)TiO_3$, TiO_2 dan MgO. Pada temperatur kalsinasi 650°C sampel telah menjadi fasa tunggal.

Kata Kunci: fasa, kalsinasi, $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$, XRD.

ABSTRACT

This research has been conducted to determine the effect of calcination temperature on the $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$ phase. The composition of the base material which includes Mg, Zn and Ti is weighed in accordance with the given composition, then all the basic ingredients are dissolved with HCl and stirred at a certain time and temperature. The materials are then mixed and re-stirred at a constant temperature of 110°C. The sample was then crushed and then calcined with various calcination temperatures of 550°C, 600°C, 650°C and 700°C. The sample was then characterized using XRD to determine the phase contained in the sample as a result of giving different calcination temperatures. The results showed that there were 3 phases formed, namely $(Mg, Zn) TiO_3$, TiO_2 and MgO. At a calcination temperature of 650°C the sample has become a single phase.

Keywords: phase, calcination, $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$, XRD.

I. PENDAHULUAN

Magnesium titanate ($MgTiO_3$), yang memiliki struktur ilmenite, memiliki faktor kualitas yang baik, konstanta dielektrik yang tinggi dan koefisien temperatur di sekitar nol untuk frekuensi resonansinya (Li, Wang dan Xue, 2010). Sekarang ini, penelitian mengenai $MgTiO_3$ telah berkembang seperti melakukan penambahan doping ke dalam sampel $MgTiO_3$, salah satunya adalah menambahkan doping Zn berdasarkan rumus struktur $(Zn_{1-x},Mg_x)TiO_3$.

Banyak penelitian yang dilakukan mengenai karakteristik dari $(Zn_{1-x},Mg_x)TiO_3$ seperti mengetahui variasi nilai x , pengaruh temperatur sintering diatas 1000°C, serta sifat dielektriknya. Namun, penelitian tentang $(Zn_{1-x},Mg_x)TiO_3$ pada temperatur kalsinasi yang rendah masih sulit untuk ditemukan.

Dalam artikel ini, Zn ditambahkan pada $MgTiO_3$ membentuk $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$ yang selanjutnya akan dikalsinasi pada temperatur 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C yang selanjutnya akan dianalisis pengaruh pemberian temperatur kalsinasi terhadap fasa $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$ dengan menggunakan alat karakterisasi difraksi sinar-X.

II. METODE PENELITIAN

Bahan dasar yang terdiri dari Mg, Zn, dan Ti ditimbang terlebih dahulu menggunakan neraca analitik dengan komposisi seperti yang terlihat pada tabel 1 berikut:

Tabel 1. Komposisi sampel yang digunakan

No	Bahan Dasar	Massa (gram)
1	Mg	0.6472±0.001
2	Zn	0.2731±0.001
3	Ti	1.000±0.001

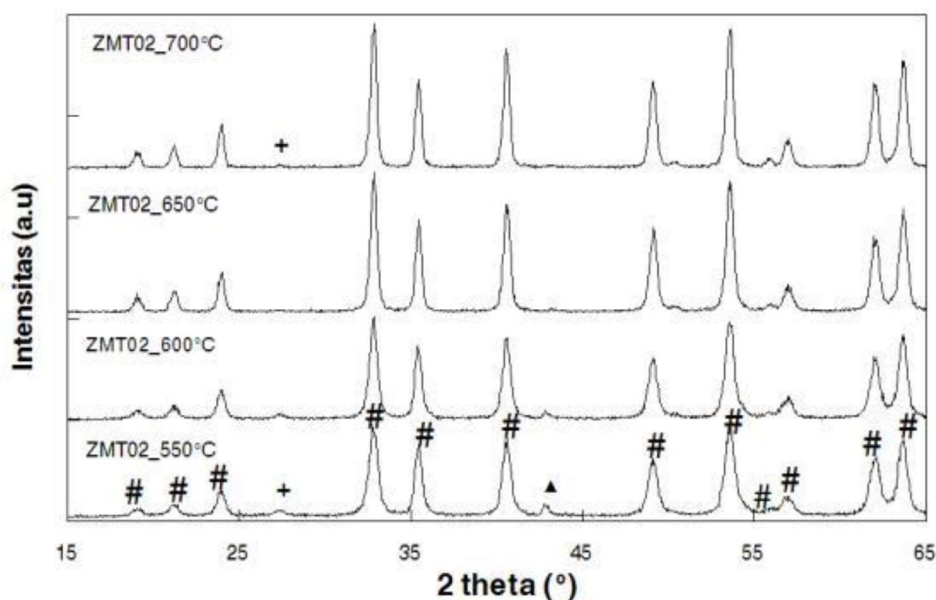
komposisi bahan dasar tersebut kemudian dilarutkan dengan HCl lalu distirer dengan perincian sebagai berikut: MgO dilarutkan dengan HCl sebanyak 17.2 mL kemudian distirer selama 1 jam pada suhu kamar, ZnO dilarutkan dengan HCl sebanyak 4.0 mL kemudian distirer selama 0.5 jam pada suhu kamar, TiO₂ dilarutkan dengan HCl sebanyak 32.0 mL kemudian distirer selama 2.5 jam pada suhu konstan 65°C.

Setelah semua bahan selesai distirer, bahan-bahan tersebut kemudian dicampurkan dan distirer pada suhu konstan 110°C hingga bahan tersebut menjadi homogen dan sampel berwarna putih. Ketika mengering, dalam keadaan hangat sampel kemudian digerus agar sampel homogen dan ukuran partikelnya merata.

Sampel kemudian dibagi atas 4 bagian yang selanjutnya akan dikalsinasi menggunakan *furnace Nabertherm* dengan variasi temperatur yang berbeda yakni 550°C, 600°C, 650°C dan 700°C dengan waktu penahanan (*holding time*) yang tetap selama 4 jam. Sampel (Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO₃) selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD (*Philips Xpert XRD*) untuk mengetahui fasa yang terkandung pada sampel sebagai fungsi variasi temperatur kalsinasi.

III. HASIL DAN DISKUSI

Gambar 1. menunjukkan hasil karakterisasi difraksi sinar-X dari sampel yang digunakan dalam penelitian ini sebagai fungsi variasi temperatur kalsinasi:

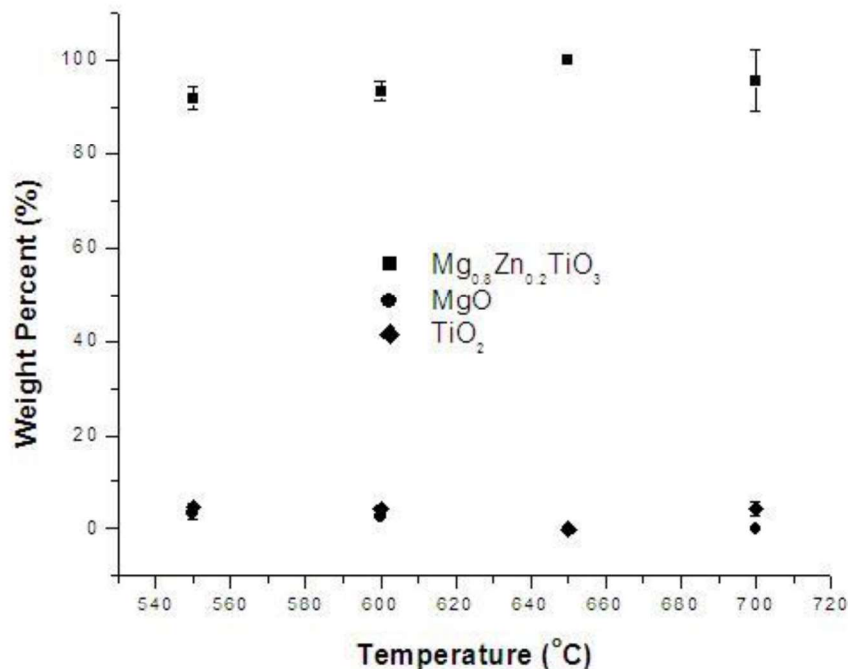


Gambar 1. Grafik hasil analisis XRD sampel Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO₃ pada temperatur kalsinasi yang berbeda. (# = (Mg,Zn)TiO₃, + = TiO₂ dan ▲ = MgO)

terlihat bahwa terdapat 3 (tiga) fasa yang terbentuk pada temperatur 550°C dan 600°C yakni $(\text{Mg,Zn})\text{TiO}_3$, TiO_2 (*rutile*) dan MgO (*periclase*). Munculnya fasa TiO_2 disebabkan oleh kurangnya reaksi yang terjadi antara MgO dengan oksida yang lain (Wang, Wang dan Lin, 2005)

Pada temperatur kalsinasi 650°C sampel hanya memiliki satu fasa yakni $(\text{Mg,Zn})\text{TiO}_3$, hal ini berarti pada temperatur kalsinasi 650°C sampel telah menjadi fasa tunggal. Hal yang serupa juga dilaporkan oleh Dandan Li dkk. (2010) bahwa pada temperatur kalsinasi 650°C diperoleh fasa tunggal MgTiO_3 (Li, Wang dan Xue, 2010). Hal yang berbeda dilaporkan oleh Ya-Mei Miao dkk. (2006) yang memperoleh fasa tunggal MgTiO_3 pada temperatur 1200°C (Miao dkk., 2006). Adanya perbedaan ini dikarenakan oleh penambahan Zn ke dalam sampel MgTiO_3 , keberadaan Zn dalam MgTiO_3 dapat menurunkan temperatur sintering (Huang dkk., 2008). sehingga fasa tunggal dapat ditemukan pada temperatur yang lebih rendah dari 1200°C.

Ketika sampel dikalsinasi pada temperatur 700°C terdapat 2 (dua) fasa yang muncul yakni TiO_2 (*rutile*) dan $(\text{Mg,Zn})\text{TiO}_3$. Berdasarkan gambar 1 juga terlihat bahwa di atas temperatur 650°C, fasa MgO (*periclase*) telah menghilang secara sempurna.



Gambar 2. Persen berat dari sampel $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ sebagai fungsi dari temperatur kalsinasi.

Hasil mengenai nilai berat persen sampel terhadap variasi temperatur kalsinasi diperoleh dengan analisis *Rietveld* menggunakan perangkat lunak *Rietica* yang hasilnya terlihat pada gambar 2. Pada temperatur kalsinasi 550°C dan 600°C berat persen dari $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ mengalami peningkatan terhadap kenaikan temperatur kalsinasi yakni (92.03±2.29) wt% pada temperatur 550°C dan (93.40±2.02) wt% pada temperatur 600°C serta pada temperatur 650°C diperoleh berat persen dari $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ sebesar 100 wt%. Pada temperatur 700°C berat persen $\text{Mg}_{0.8}\text{Zn}_{0.2}\text{TiO}_3$ turun menjadi (95.67±6.52) wt% dikarenakan adanya fasa TiO_2 (*rutile*) sebesar (4.35±1.46) wt%.

Berdasarkan hasil analisis *Rietveld* terlihat terjadi perubahan parameter kisi seperti yang terlihat pada tabel 2 berikut:

Tabel 2. Nilai parameter kisi pada sampel $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$

Tanpa Doping Zn	Dengan Doping Zn			
	550 °C	600 °C	650 °C	750 °C
a=5.05500	a= 5.07519	a=5.06290	a=5.06589	a=5.06270
b=5.05500	b= 5.07519	b=5.06290	b=5.06589	b=5.06270
c=13.89900	c=13.96098	c=13.92655	c=13.93612	c=13.92552

pada tabel 2 terlihat parameter kisi dari $MgTiO_3$ mengalami pembesaran ketika diberikan doping Zn. Hal ini dikarenakan perbedaan jejari ionik Zn^{2+} dan Mg^{2+} dimana jejari ionik Zn^{2+} (0.083nm) lebih besar dari ion Mg^{2+} (0.078nm) sehingga menyebabkan adanya pergeseran parameter kisi (Huang *dkk.*, 2008). Dengan adanya pergeseran ini, menandakan bahwa proses doping Zn telah berhasil.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan studi yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa terdapat 3 (tiga) fasa yang terbentuk yakni $(Mg,Zn)TiO_3$, TiO_2 dan MgO dalam sampel $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$ sebagai variasi temperatur kalsinasi. Selanjutnya pada temperatur kalsinasi 650°C, sampel $Mg_{0,8}Zn_{0,2}TiO_3$ telah menjadi fasa tunggal $(Mg,Zn)TiO_3$.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Muhammad Saukani atas bantuannya mengarahkan penulis dalam melakukan sintesis sampel. Serta kepada Laboratorium Energi dan Rekayasa ITS yang membantu dalam karakterisasi difraksi sinar-X.

DAFTAR PUSTAKA

Huang, C. L. *dkk.* (2008) “Effect of ZnO additive on sintering behavior and microwave dielectric properties of 0.95MgTiO3-0.05CaTiO3 ceramics,” *Journal of Alloys and Compounds*, 450(1–2), hal. 359–363. doi: 10.1016/j.jallcom.2006.10.132.

Li, D., Wang, L. dan Xue, D. (2010) “Stearic acid gel derived MgTiO3 nanoparticles: A low temperature intermediate phase of Mg2TiO4,” *Journal of Alloys and Compounds*, 492(1–2), hal. 564–569. doi: 10.1016/j.jallcom.2009.11.181.

Miao, Y. M. *dkk.* (2006) “Low-temperature synthesis of nano-crystalline magnesium titanate materials by the sol-gel method,” *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology*, 128(1–3), hal. 103–106. doi: 10.1016/j.mseb.2005.11.019.

Wang, Y. R., Wang, S. F. dan Lin, Y. M. (2005) “Low temperature sintering of $(Zn_{1-x}, Mg_x)TiO_3$ microwave dielectrics,” *Ceramics International*, 31(7), hal. 905–909. doi: 10.1016/j.ceramint.2004.09.017.