

Sintesis MgTiO₃ dengan Variasi Temperatur Kalsinasi Menggunakan Metode Pencampuran Larutan

Riyan Angela dan Suminar Pratapa
Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111
E-mail: suminar_pratapa@physics.its.ac.id

Abstrak—Telah dilakukan sintesis MT (magnesium titanat) dengan metode pencampuran larutan. Prekursor dibuat dengan melarutkan serbuk logam ke dalam HCl 37% dan dikeringkan di udara pada temperatur 110°C dilanjutkan dengan kalsinasi. Dalam penelitian ini digunakan variasi temperatur kalsinasi yaitu 600°C, 700°C, 800°C dengan waktu tahan yaitu 1 jam untuk mengetahui pengaruhnya terhadap sintesis MT. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD (X-Ray Diffraction), kemudian dianalisis menggunakan software *rietica* dan *MAUD*. Hasil analisis menunjukkan bahwa temperatur dan waktu tahan kalsinasi mempengaruhi hasil dari sintesis. Berdasarkan metode Rietveld untuk fraksi berat relatif komposisi fase, pembentukan MT yang paling optimal adalah pada temperatur 800 °C, waktu tahan 1 jam dengan fraksi berat 95,1%. Dengan analisis menggunakan MAUD diperoleh nanokristal MgTiO₃ pada pemanasan 600°C dengan ukuran kristal 75nm.

Kata Kunci—magnesium titanat, metode pencampuran larutan, temperatur kalsinasi, waktu tahan, nanokristal

I. PENDAHULUAN

MT (Magnesium Titanat atau MgTiO₃) merupakan salah satu bahan keramik yang adalah polimorf banyak digunakan dalam berbagai aplikasi elektronik seperti resonator, multilayer kapasitor (MLCC) dan dapat dimanfaatkan sebagai transformator daya, generator [1]. Melihat banyaknya aplikasi-aplikasi tersebut, penelitian tentang MT perlu dilakukan. Untuk sintesis MT dapat menggunakan berbagai macam metode. Metode-metode yang sudah pernah dilakukan antara lain *optimizing mixing* [1], *sol gel* [2], *solid state reaction* [3], kopresipitasi [4], dan *stearic acid gel* (SAG) [5]. Salah satu alternatif metode sintesis yang menarik adalah dengan pencampuran larutan, yaitu dengan melarutkan serbuk-serbuk logam ke dalam larutan HCl seperti yang dilaporkan sebelumnya [6]. Metode ini dapat menghasilkan MT namun penelitian lanjut tentang pengaruh temperatur kalsinasi masih diperlukan. Karakterisasi material dilakukan dengan difraktometer sinar-x (XRD) yang meliputi identifikasi fasa dan analisis kuantitatif dengan perangkat lunak yaitu *Rietica* [7] dan *MAUD* [8].

II. METODE PENELITIAN

Dalam penelitian ini menggunakan metode pencampuran larutan. Bahan dasar Serbuk Mg dan Ti murni masing-masing

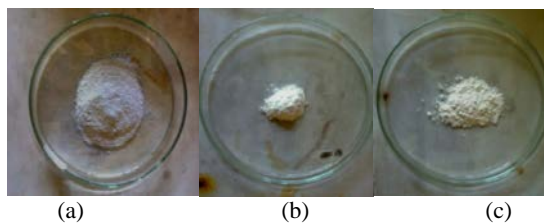
dilarutkan dengan HCl. Pelarutan TiCl₄ dilakukan dengan menambahkan HCl 37%. dan pengadukan dengan *magnetic stirrer* pada kecepatan konstan selama 2,5 jam serta temperatur dijaga antara 65°C – 70°C. Warna larutan yang terbentuk adalah ungu kehitam-hitaman. Pelarutan MgCl₂ dilakukan dengan menambahkan HCl 37% secara bertahap selama 1,5 jam dengan kecepatan konstan. Warna larutan yang dihasilkan adalah bening. Selanjutnya proses pencampuran larutan Mg dan Ti dilakukan selama 5 jam kemudian dikeringkan pada temperatur 110°C sampai mengering. Sampel yang sudah kering dan mengering digerus dengan menggunakan motar sampai diperoleh serbuk lembut. Setelah itu serbuk dikalsinasi dengan variasi temperatur 600°C, 700°C, 800°C dan waktu tahan 1jam. Sampel yang sudah selesai dikalsinasi selanjutnya akan dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-x untuk mendapatkan informasi jenis-jenis fasa yang terbentuk dan dilakukan analisis kuantitatif dengan menggunakan *Rietica* dan *MAUD*. Metode yang digunakan untuk menganalisis komposisi fasa adalah metode ‘ZMV’ relatif dengan menggunakan persamaan perhitungan fraksi berat relatif:

$$W_i = \frac{s_i (ZMV)_i}{\sum_{k=1}^n s_k (ZMV)_k} \quad (1)$$

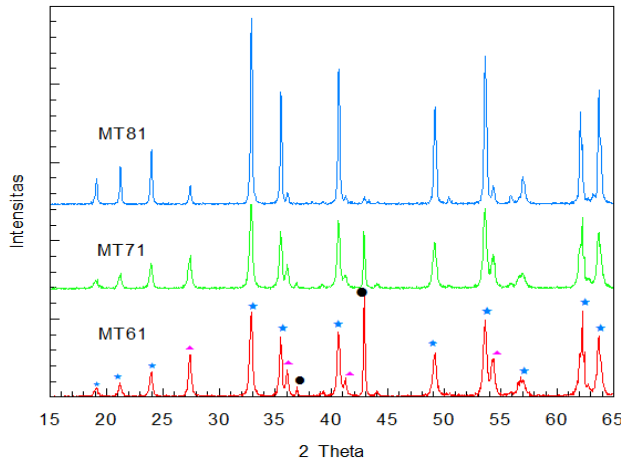
dengan W_i fraksi berat relatif fasa i (%), s faktor skala Rietveld, Z adalah jumlah rumus kimia dalam sel satuan, M adalah berat fasa dan V adalah volume sel satuan.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil kalsinasi sampel MT menghasilkan wujud fisik seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Serbuk MT hasil kalsinasi (a) MT61, (b) MT71 dan (c) MT81



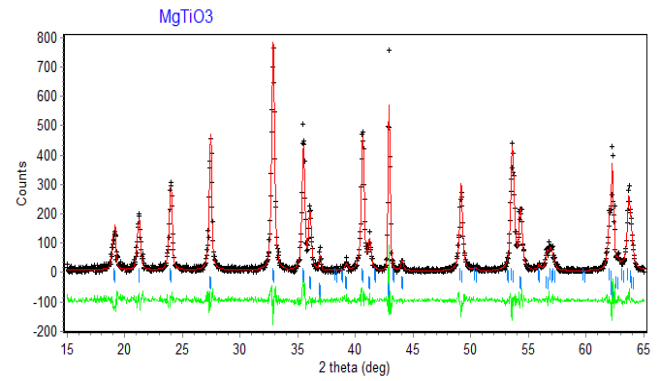
Gambar. 2. Pola difraksi sinar-x ($\text{CuK}\alpha = 1.5418\text{\AA}$) dari sampel MT61, MT71 dan MT81. Ket: ★ = MT, ▲ = rutil, ● = periklas

Berdasarkan Gambar 2 dapat diketahui bahwa terdapat 3 fasa pada sampel yaitu MT (PDF 06-0494), rutil (PDF 34-0180) dan periklas (PDF 45-0946). Puncak dominan adalah MT dan terdapat fasa lain yang merupakan impuritas, ditunjukkan dengan adanya puncak rutil dan periklas. Masih terdapat impuritas karena rutil dan periklas belum bereaksi sempurna membentuk MT. Reaksi pembentukan MT adalah sebagai berikut [6]:



Gambar 3 memperlihatkan kesesuaian data terhitung dengan model terukur cukup baik ditunjukkan dengan kesesuaian antara model terhitung dengan model terukur. Berdasarkan Tabel 1 dapat dikatakan penghalusan Rietveld dapat diterima menurut kriteria yang diisyaratkan Kisi yaitu $\text{GoF} < 4\%$ dan $R_{wp} < 20\%$ [8]. Tabel 2 adalah fraksi berat untuk masing-masing fasa, fraksi berat tertinggi dimiliki oleh MT81 yaitu 95,1%.

Gambar 4 adalah plot penghalusan Rietveld dengan MAUD [8]. Berdasarkan Tabel 4 tampak bahwa temperatur kalsinasi mempengaruhi ukuran kristal. Semakin tinggi temperatur kalsinasi, ukuran kristal akan semakin meningkat. Nanokristal MT hanya didapatkan pada suhu 600°C , namun pada sampel terkait fraksi beratnya hanya 65,1%. Nilai ini lebih besar dibandingkan dengan yang dihasilkan oleh Lestari [9] yang hanya mencapai 62,7%. Studi lebih lanjut (TA) menunjukkan bahwa nilai tersebut bisa mencapai 82,4% jika untuk waktu tahan kalsinasi dinaikkan menjadi 4 jam. Jelas bahwa untuk kalsinasi meningkatkan kandungan MT yang terbentuk, lamanya waktu tahan perlu diperhatikan karena semakin lama waktu penahanan, butir akan mengalami proses pemulihan untuk menyusun diri dan menghindari terbentuknya cacat kristal dengan membentuk struktur yang lebih rapat, batas-batas butir saling berdekatan dan tidak menutup kemungkinan untuk bersatu satu sama lain sehingga berpengaruh pada besar kecilnya ukuran kristal [10]. Gambar 5 memperlihatkan distribusi ukuran kristal luaran MAUD untuk sampel MT61, lebarnya kurva distribusi menunjukkan bahwa MT yang terbentuk memiliki ukuran 79nm namun kurang homogen.



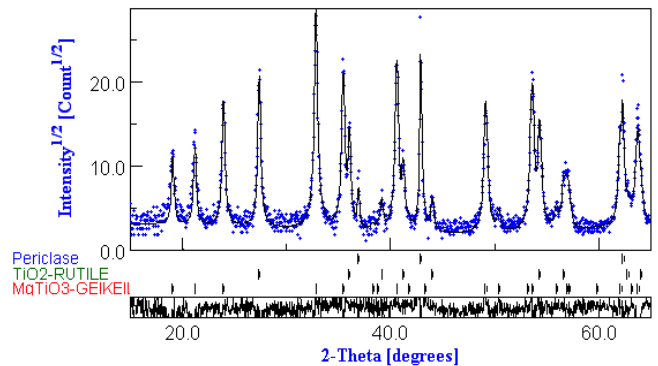
Gambar. 3. Contoh plot hasil penghalusan Rietveld data serbuk hasil pemanasan 600°C selama 1 jam.

Tabel 1. Tingkat kesesuaian (*figures-of-merit*) dari penghalusan Rietveld

MgTiO ₃	FoM (%)			
	R _p	R _{wp}	R _{exp}	GoF
MT61	13.5	20.2	13.9	2.1
MT71	11.6	19.1	14.0	1.9
MT81	13.1	19.9	15.5	1.6

Tabel 2. Fraksi berat masing-masing fasa pada sampel MT hasil analisis menggunakan *Rietica*

MgTiO ₃	Fraksi Berat (%)		
	MT	Rutil	Periklas
MT61	65.1(17)	17.2(6)	17.6(12)
MT71	74.68(22)	16.0(6)	9.3(7)
MT81	95.1(24)	3.9(2)	0.9(23)



Gambar. 4. Plot MAUD MT61. Pola difraksi terukur digambarkan dengan tanda (+) dan pola difraksi terhitung digambarkan dengan garis hitam

Tabel 3. FoM penghalusan Rietveld sampel MT dengan MAUD

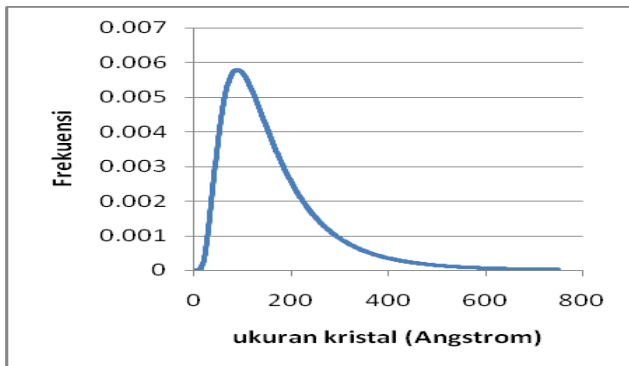
MgTiO ₃	FoM (%)			
	R _w	R _{wnb}	R _b	Sig
MT61	23.3	24.3	16.3	1.6
MT71	23.1	25.1	15.4	1.7
MT81	23.4	21.9	13.7	1.5

Tabel 4.

Ukuran kristal pada pemanasan selama 1 jam dengan menggunakan MAUD

Sampel	Ukuran Kristal (nm)	
	MT	Rutil
MT61	79(30)	104(123)
MT71	452(3)	284(2)
MT81	377(1)	145(58)

- [7] E.H. Kisi, " Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patern," *Materials Forum*, Vol. 18 (1994) 135-153.
- [8] L. Lutteroti. *MAUD: Material Analysis using Diffraction*. 2006 [cited 2009, 5 March 2009]; Available from: <http://www.ing.unitn.it/~maud>.
- [9] R. Lestari, "Sintesis Magnesium Titanat ($MgTiO_3$) dengan metode pencampuran larutan dari serbuk magnesium dan titanium terlarut dalam HCl." Tugas Akhir, Jurusan Fisika, ITS, Surabaya (2011).
- [10] C. B. Carter, *Ceramic Materials Science and Engineering*, New York: Springer Science+Business Media. LLC (2007) 71-80.



Gambar. 5. Distribusi ukuran kristal MT61

IV. KESIMPULAN

Dari penelitian ini dapat diambil kesimpulan bahwa semakin tinggi temperatur kalsinasi ukuran kristal MT yang diperoleh semakin besar. Fraksi berat terbanyak dimiliki oleh MT81 dengan fraksi berat 95,1% dan nanokristal MT pada MT61 dengan ukuran kristal 79nm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Malik Anjelh Baqiya yang telah memulai penelitian seputar MT dan memberikan dukungan penyediaan bahan-bahan dasar melalui Hibah Penelitian PHKI tema B Tahun anggaran 2010 dengan kontrak kegiatan No. 06922/II38/B/PL/2010.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] F. Belnou, J. Bernard, D. Houivet, and J. M. Haussonne, "Low temperature sintering of $MgTiO_3$ with bismuth oxide based additions," *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 25, No 12 (2005) 2785-2789.
- [2] I. R. Abothu, A.V. Prasada Rao, and S. Komarneni, "Nanocomposite and monophasic synthesis routes to magnesium titanate," *Original Research Article Materials Letters*, Vol. 38, No 3 (2003, Feb.) 186-189.
- [3] J. Bernard, F. Belnou, D. Houvit, and J. Marie, "Synthesis of pure $MgTiO_3$ by optimizing mixing/grinding condition of $MgO + TiO_2$ powders," *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 99 (2008) 150-155.
- [4] G. Parthasarathy and S. V. Manorama, "A novel method for synthesizing nano-crystalline $MgTiO_3$ geikielite", *Indian Academy of Sciences*, Vol. 30 (2007) 19-21.
- [5] K. Hongmin, L. Wang, D. Xuea and C. Liu, "Synthesis of tetragonal flake-like magnesium titanate nanocrystallites," *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 460, No. 1-2 (2008) 160-163.
- [6] Istianah, "Studi Struktur Mikro Serbuk Larutan Padat $MxMg_{1-x}TiO_3$ (M=Zn, Ni) Hasil Pencampuran Basah," Tesis, Jurusan Fisika, ITS, Surabaya (2011).