

KARAKTERISASI DIFRAKSI SERBUK YTRIA NANOPARTIKEL HASIL PENGGILINGAN

Erni Junita Sinaga
Institut Teknologi Nasional Malang
Jl. Bendungan Sigura-gura no 2 Malang
erni_junita@yahoo.com

ABSTRAK

Telah dilakukan karakterisasi difraksi sinar-x pada serbuk yttria nanopartikel dengan metode ball milling (penggilingan basah). Serbuk yttria diberi perlakuan mekanik menggunakan planetary ball milling dengan variasi waktu 0, 1, 5, 10, dan 20 jam dengan kecepatan penggilingan 100 rpm. Analisis kualitatif dilakukan melalui difraksi sinar-x pada serbuk asal dan serbuk setelah perlakuan penggilingan. Analisis lanjut data difraksi tersebut dilakukan menggunakan perangkat lunak MAUD untuk mengestimasi ukuran kristal (D_v) dan sebarannya serta regangan yang terjadi akibat penggilingan. Hasil analisis Rietveld menunjukkan regangannya semakin besar, ukuran kristal semakin mengecil dan sebaran ukuran kristalnya semakin menyempit akibat variasi waktu penggilingan.

Kata kunci : *yttria, difraksi, variasi waktu, penggilingan, analisis Rietveld*

PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi yang sangat pesat berperan penting pada pengembangan nanoteknologi, yaitu suatu rekayasa material dalam orde nanometer (10^{-9} m). Hal ini disebabkan karena semakin kecil ukuran kristal suatu material dalam orde nanometer mempunyai jarak atom yang sangat kecil yang artinya akan lebih memudahkan terjadi reaksi antar atom.

Teknologi pada dekade terakhir yang memanfaatkan aneka rekayasa serta karakteristik unggul pada skala nano, aplikasi material seperti teknologi chip, superkonduktor, material baru dan sebagainya. Keistimewaan nanomaterial dibandingkan material mikro, yaitu berkurangnya ukuran retakan. Ukuran retakan merupakan salah satu jenis cacat

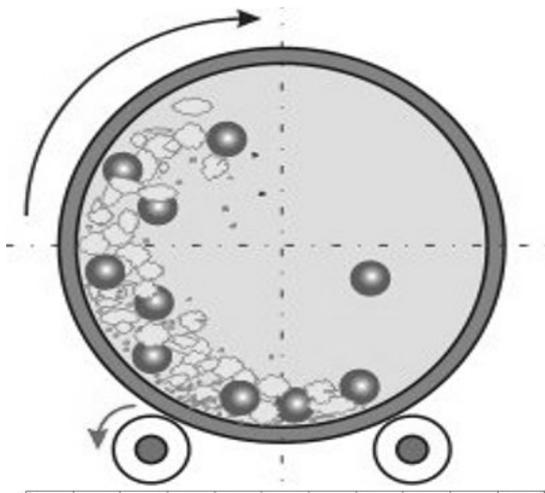
kristal pada material yang cukup merugikan karena dapat mengurangi sifat

dan kekuatan mekanik suatu material (Wetzel, 2004).

Salah satu cara untuk mendapatkan material nano yaitu : secara mekanis (*Top-down*) dengan "menghancurkan" (menggiling) materi masif sampai menjadi berukuran nanometer (<http://www.nano.gov>).

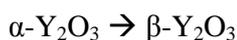
Dalam penelitian ini dilakukan proses penggilingan mekanis dengan metode *ball-mill* (BM) pada serbuk yttria (Y_2O_3). Teknologi ini mengadopsi teknologi penggilingan biasa dengan memasukkan bola-bola yang bergerak bebas di dalamnya untuk mempercepat proses penghancuran material seperti ditunjukkan pada gambar 1. Yttrium Oxide atau yttria (Y_2O_3) memiliki stabilitas termal yang tinggi, daya tahan

yang baik terhadap erosi dan kejutan panas serta transparansi yang baik untuk radiasi inframerah (keramik optik) juga digunakan untuk membuat bahan elektro-keramik, filter gelombang mikro, Y_2O_3 europium fosfor yang memberi warna merah pada tabung gambar televisi.



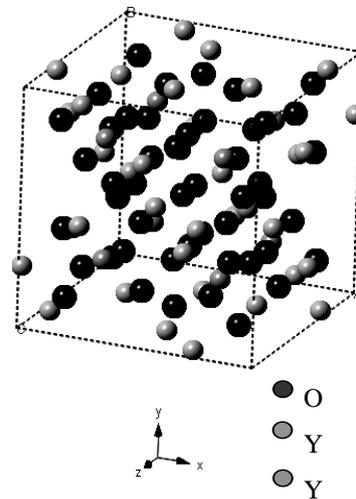
Gambar 1. Proses Penggilingan Mekanis dengan Metode Ball-Mill.

Yttria Y_2O_3 memiliki kekerasan 2,5 skala mosh. Struktur kristal yttria Y_2O_3 pada suhu ruang adalah kubik (α - Y_2O_3) dengan grup ruang Ia $\bar{3}$ seperti ditunjukkan pada Gambar 2. sampai dengan suhu 2600 K, kemudian bertransformasi menjadi β - Y_2O_3 yang diyakini banyak peneliti mempunyai struktur heksagonal dengan grup ruang $P\bar{3}m1$.



Untuk mengetahui pengaruh penggilingan terhadap estimasi ukuran serbuk, dikarakterisasi dengan metode difraksi sinar-x (XRD) dilanjutkan dengan

analisis Rietveld menggunakan perangkat lunak MAUD (*Materials Analysis Using Diffraction*).



Gambar 2. Struktur Kristal Yttria (Y_2O_3)

METODE PENELITIAN

Material yang digunakan adalah serbuk yttria Y_2O_3 99,99%. Serbuk tersebut dikenai perlakuan mekanik (penggilingan) dengan variasi waktu penggilingan yaitu 0, 1, 5, 10, 20 jam dengan kecepatan penggilingan 100 rpm.. Penggilingan dalam penelitian ini menggunakan *Planetary ball Milling Pulverisette* dengan bola penggiling zirconia berdiameter 0,33 mm dan massanya 20 gram. Media penggilingan adalah etanol (wet-milling). Pencampuran basah (wet milling) adalah pencampuran suatu bahan yang dilakukan dengan menggunakan pelarut polar atau non polar yang bertujuan agar pencampuran dengan penggilingan lebih homogen dan mengurangi aglomerasi (penggumpalan) pada serbuk Y_2O_3 .

Media pelarut yang digunakan adalah etanol. Etanol merupakan bahan yang mudah teroksidasi dan berguna untuk mengurangi udara luar penyebab oksidasi pada permukaan bahan Y_2O_3 . Untuk

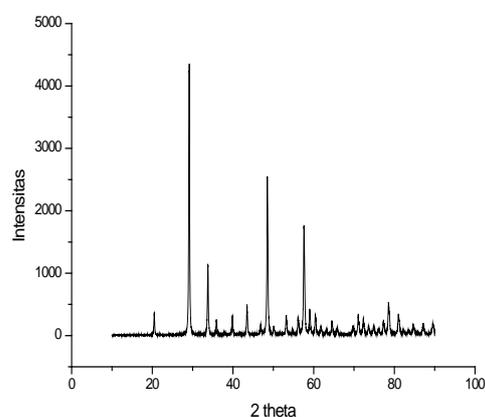
mengetahui estimasi ukuran serbuk, dikarakterisasi dengan metode difraksi sinar-x dilanjutkan dengan analisis Rietveld menggunakan perangkat lunak MAUD. Pada analisis Rietveld, model dibuat dari database kristalografi yang dipilih dengan menggunakan data ICSD dan ICSD yttria yaitu nomor 23811 serta PDF nomor 41-1105.

HASIL DAN PEMBAHASAN

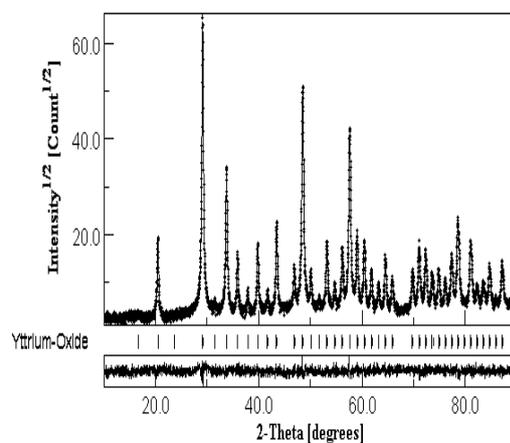
1. Karakterisasi Serbuk Yttria Nanopartikel

Analisis Difraksi yttria Y_2O_3 nanopartikel dilakukan dengan perangkat lunak MAUD yang digunakan untuk mengetahui ukuran kristal, regangan, dan sebaran ukuran kristal. Hasil analisis Rietveld dengan menggunakan software MAUD dengan memanfaatkan hasil-hasil parameter dari *refinement* yang diperoleh untuk mengetahui perbedaan ukuran kristal, regangan, dan sebaran ukuran kristal yang dihasilkan sebelum dan sesudah perlakuan penggilingan. Pola difraksi sinar-X yang didapatkan secara kualitatif kemudian dicocokkan dengan pola dan posisi puncak dengan pola yang terdapat pada data base Y_2O_3 yang terdapat dalam PCPDFWIN JCPDS-*International Centre for Diffraction Data* 1997 dan dilakukan *search-match* dengan menggunakan perangkat lunak *Philips X'Pert Graphics and Identify*. Hasil yang diperoleh dari pencocokan pola difraksi tersebut menunjukkan bahwa terdapat puncak difraksi yang menunjukkan fasenya adalah kristalin (Gambar 3). Puncak fasa tersebut cocok dengan PDF no. 41-1105 atas nama fasa yttria Y_2O_3 . Hasil analisis dari difraksi sinar-X yttria Y_2O_3 sebelum diberi perlakuan mekanik (penggilingan) dan plot hasil penghalusan

pada yttria Y_2O_3 terhadap data terukur yttria Y_2O_3 dengan perangkat lunak MAUD disajikan pada Gambar 4. Dari hasil penghalusan (*refinement*), ukuran kristal yttria Y_2O_3 sebelum penggilingan diperoleh sebesar 90,8(5) nm. Tingkat kesesuaian (*figures-of-merit*) dari penghalusan sampel menunjukkan nilai GoF sebesar 1,24, $R_w = 12,84$. Hal ini sesuai kriteria yang disyaratkan Kisi (1994) yaitu $GoF < 4\%$ dan $R_w < 20\%$.

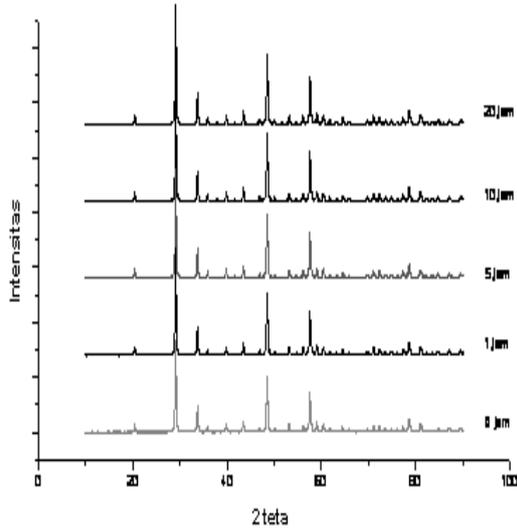


Gambar 3. Pola difraksi serbuk yttria Y_2O_3 sebelum dikenai perlakuan mekanik (penggilingan)



Gambar 4. Plot hasil penghalusan ($\lambda_{CuK\alpha}$ terbobot = 1,54056 Å dengan perangkat

lunak MAUD pada yttria Y_2O_3 sebelum penggilingan dengan pada jangkauan $15 - 90^\circ$.



Gambar 5. Pola difraksi serbuk yttria nanopartikel variasi waktu penggilingan yaitu 0, 1, 5, 10, 20 jam

Tujuan penggilingan adalah memproduksi partikel nano dengan memperbesar reaktivitas permukaan. Hasil penggilingan dianalisis kualitatif dengan XRD seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5. Pola-pola difraksi yang diperoleh dari XRD tersebut kemudian dianalisis kuantitatif dengan metode Rietveld menggunakan perangkat lunak MAUD untuk mengetahui mikrostrukturnya yang meliputi ukuran kristal (D_v) dan regangan (Lutterotti, 2008).

Tingkat kesesuaian (*figures-of-merit*) dari penghalusan Rietveld sampel dengan menggunakan MAUD ditunjukkan dalam Tabel 1. GoF Sampel sebelum dan setelah diberi variasi waktu penggilingan antara 1,29 – 1,25 %, sedangkan besar R_w sekitar 12,82 – 13,92 %.

Figures-of-merit sampel sebelum dan setelah diberi variasi waktu penggilingan sesudah dihaluskan (*refinement*) dengan

MAUD tersebut sesuai dengan kriteria yang disyaratkan Kisi (1994) yaitu $GoF < 4\%$ dan $R_w < 20\%$ Sehingga hasil yang diperoleh dapat diekstrak dan dianalisis lebih lanjut.

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

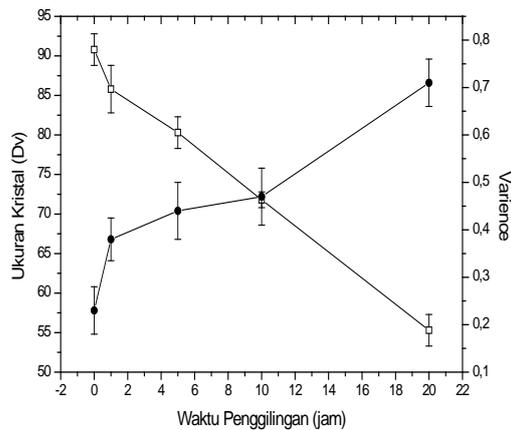
Sampel	GoF	R_w
0 jam	1,24	13,14
1 jam	1,23	13,03
5 jam	1,25	13,11
10 jam	1,29	12,82
20 jam	1,23	13,92

2. Analisis Mikrostruktur

Analisis mikrostruktur yang meliputi ukuran kristal dan regangan serta sebaran ukuran kristal dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak MAUD. Perangkat lunak ini digunakan untuk *refinement* (memperhalus) data hasil analisis kualitatif dengan menggunakan fungsi *Pseudo-Voigt*.

Adapun urutan parameter-parameter yang dihaluskan adalah *background 0*, *background 1*, intensitas, parameter kisi, parameter termal isotropis untuk Y1, Y2 dan O, ukuran kristal (D_v), *r.m.s. microstrain*, decay eksponen, *background 2*, *background 3*, dan sampel *disaplement*.

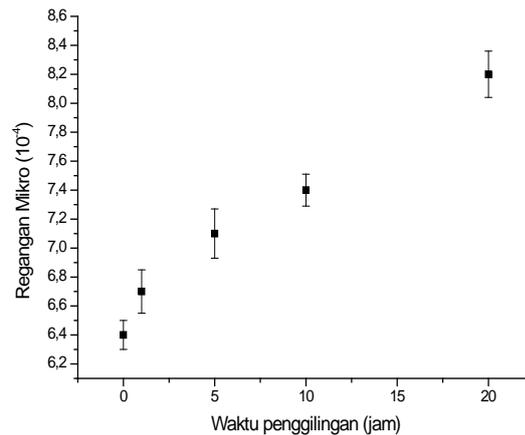
Hasil penghalusan terhadap data terukur yttria Y_2O_3 dengan perangkat lunak MAUD, variasi waktu penggilingan terhadap ukuran kristal (D_v) dan sebaran ukuran kristal disajikan pada Gambar 6. dan menunjukkan bahwa ukuran kristal (D_v) yttria Y_2O_3 sebelum penggilingan $90,8(5)$ nm sedangkan parameter sebaran ukuran kristalnya $0,23(5)$.



Gambar 6. Hubungan variasi waktu penggilingan dengan ukuran kristal (D_v) dan sebaran ukuran kristal.

Setelah adanya perlakuan penggilingan dengan variasi waktu mulai 1, 5, 10, 20 jam, maka ukuran kristal sedikit demi sedikit mulai mengecil. Nilainya berturut-turut adalah 85,8(3) nm; 80,3(2) nm; 71,8(1) nm dan 55,3(2). Sedangkan sebaran ukuran kristalnya berturut-turut adalah 0.38(4); 0.44(6); 0.47(6); 0.71(5). Dari analisis mikrostruktur dengan variasi waktu penggilingan dihasilkan bahwa dengan semakin lama waktu penggilingan, maka ukuran kristalnya semakin kecil dan sebaran kristalnya meningkat. Selain itu regangan yang terjadi akibat lamanya waktu penggilingan semakin besar. Hal ini didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Gesenhues (2003) bahwa pada suatu bahan rutil berbentuk kristal, apabila dikenai perlakuan penggilingan maka partikelnya akan pecah menjadi partikel yang ukurannya lebih kecil. Demikian juga yang dilakukan pada sampel TiO_2-ZrO_2 bahwa ukuran partikel dari semua fase berkurang dengan bertambahnya waktu penggilingan (Malik, 2003).

Parameter keluaran hasil analisis *MAUD* yaitu *r.m.s microstrain* digunakan untuk menganalisis mikrostruktur yang berhubungan dengan regangan. Adapun analisis regangan akibat perlakuan penggilingan ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 7. Hubungan variasi waktu penggilingan 0, 1, 5, 10 dan 20 jam dengan regangan hasil analisis dengan perangkat lunak *MAUD*.

Gambar 7. menunjukkan bahwa regangan yttria Y_2O_3 sebelum penggilingan sebesar $6,4(1) \times 10^{-4}$. Setelah perlakuan penggilingan dengan variasi waktu 1, 5, 10, 20 jam tampak bahwa semakin lama waktu penggilingan maka regangan yang terjadi antara bola giling zirconia dan butir-butir serbuk yttria Y_2O_3 semakin besar. Nilai regangan mikro (rms microstrain) pada waktu 1 jam penggilingan sebesar $6,7 \times 10^{-4}$ (1) dan meningkat menjadi $7,1 \times 10^{-4}$ (1) pada waktu 5 jam, selanjutnya pada waktu 20 jam sebesar $8,2 \times 10^{-4}$ (1). Hal ini disebabkan oleh bola-bola zirconia yang bergerak cepat karena pengaruh penggilingan menumbuk serbuk yttria Y_2O_3 menyebabkan partikel-partikelnya menjadi pecah sehingga ukurannya menjadi lebih

kecil, sedangkan regangan mikro semakin meningkat dengan bertambahnya waktu penggilingan.

KESIMPULAN

1. Metode penggilingan merupakan metode yang sangat efektif untuk menghasilkan yttria Y_2O_3 berukuran nano.
2. Hasil analisis Rietveld menggunakan perangkat lunak MAUD terhadap serbuk yttria Y_2O_3 sebelum dan sesudah penggilingan mengakibatkan ukuran kristal semakin mengecil, sehingga dengan semakin mengecilnya ukuran menyebabkan sebaran ukuran kristalnya semakin menyempit. Sedangkan regangan yang terjadi akibat variasi waktu penggilingan semakin besar.

DAFTAR PUSTAKA

1. Chen, Ying., dkk (1999), "Nanoporous Carbon Produced by Milling ". *Aplied Physics Letter*. Volume 74. Number 19.
2. Cullity BD. (1978). "Elements of x-ray diffraction", 2nd edn. Addison-Wesley, publishing Company, Inc, Notre Dame.
3. Chavan, S, V., P.U. Sastry and A.K. Tyagia (2006), "Deagglomeration and fractal behavior of Y_2O_3 nano-phase powders", *Scripta Materialia* 55 569–572
4. Kisi EH. (1994). "Rietveld Analysis of Powder Diffraction Pattern", *Materials Forum*, 18, 135-153.
5. Pratapa, S. (2008), " Analisis Rietveld", Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.
6. Smallman, R. E dan R. J. Bishop (2000)," *Metalurgy Fisik Modern dan Rekayasa Material* ". Jakarta: Erlangga.
7. Ting-ting, T., Li-xi, W., Qi-tu, Z. (2009), "Study on composite and properties of Y_2O_3 - TiO_2 microwave dielectric ceramic", *Journal of Alloy and Coumpounds*, vol 486, hal 606-609.
8. Ting-ting, T., Li-xi, W., Qi-tu, Z. (2009), "Study on composite and properties of Y_2O_3 - TiO_2 microwave dielectric ceramic", *Journal of Alloy and Coumpounds*, vol 486, hal 606-609.
9. Wetzel, K (2004), "Nano Crystallin Ceramics Product By Sintering", Max Planck Institute For Metals Research, University Of Stuttgart.
10. Young, R.A. (1993), "Introduction to the rietveld method" in the Rietveld method, ed. Young, R.A., Oxford University Press, Oxford, hal 1-38.
11. Zawrah M, F., H. Hamaad, S. Meky. *Synthesis ang Characterization of Nano $MgAl_2O_4$ Spinel*, *Journal of the European Ceramic Society* 27 (2007).969-978.
12. [http://en.wikipedia.org/wiki/nano material.c](http://en.wikipedia.org/wiki/nano_material.c)