

DOI: doi.org/10.21009/SPEKTRA.011.08

KARAKTERISASI STRUKTUR DAN SIFAT TERMAL SISTEM KACA $(70-x)P_2O_5-30MgO-xZnO$ DENGAN TEKNIK MELT QUENCHING

Fathyah Eliza R^{1,a)}, Esmar Budi¹, Mangasi A. Marpaung¹, Md. Rahim Sahar², Nurulhuda²

¹Prodi Fisika FMIPA UNJ, Jl. Pemuda No.10, Jakarta 13220

²Jabatan Fizik Fakult Sains Universiti Teknologi Malaysia, Skudai

Email: a)fathyarosyadi@gmail.com

Abstrak

Telah dibuat kaca dengan komposisi $(70 - x)P_2O_5 - 30MgO - xZnO$ dengan variasi konsentrasi ZnO dari 0 sampai 15 mol% menggunakan teknik melt-quenching. Sampel yang dibuat memiliki komposisi MgO tetap yaitu 30 mol%. Sifat termal dan struktur kaca diteliti dengan differential thermal analysis (DTA), X-Ray Diffraction (XRD), and Fourier-transformed infrared (FTIR). Hasil XRD menunjukkan bahwa kaca merupakan amorf. Didapatkan nilai stabilitas termal (ΔT) meningkat seiring dengan penambahan ZnO sampai 10 mol% kemudian menurun dengan penambahan mol %ZnO. Komposisi 5mol% dari ZnO memiliki nilai ΔT dan Hurby (H) tertinggi yang artinya paling stabil diantara seluruh sampel. Sedangkan, hasil FTIR menyatakan bahwa bilangan gelombang dari P-O-P meingkat dan P=O berkurang dengan penambahan ZnO. Dari informasi ini didapatkan nilai BO meningkat dan NBO berkurang seiring dengan peningkatan ZnO.

Kata-kata kunci: Kaca Fosfat, Melt-Quenching, Sifat Termal, Struktur Fosfat

Abstract

$(70 - x)P_2O_5 - 30MgO - xZnO$ glasses containing different concentrations of ZnO ranging from 0 to 15 mol% were prepared by the melt-quenching technique. The sample had a fixed MgO content of 30%. The thermal and structural properties of these glasses were investigated by means of differential thermal analysis (DTA), X-Ray Diffraction (XRD), and Fourier-transformed infrared (FTIR). Result from XRD show that the glass are amorphous. It has been found that the thermal stability (ΔT) increase as ZnO is added into the glass sample and decrease afterward. Composition of 5 % ZnO possesses the highest value of ΔT and Hurby's value (H) of all samples which mean that the sample is the most stable. Meanwhile, FTIR test demonstrate that the wavenumber of P-O-P increase and P=O reduces as the ZnO content increase. From this information, the number of BO increase and NBO decrease as the ZnO content increase.

Keywords: Phosphate glasses, Melt-Quenching, Thermal Properties, Phosphate Structure

1. PENDAHULUAN

Memiliki sifat menarik dan khas seperti koefisien ekspansi yang tinggi, temperatur leleh yang rendah, serta karakteristik optik dan transmisi UV-Vis yang baik [1,2]. Karena sifat-sifat istimewa yang dimiliki, kaca fosfat menjadi material yang ideal untuk banyak aplikasi antara lain host laser, gelombang padu frekuensi rendah, fotokonduktor, biomaterial, komposit kaca-polimer, sumber laser zat padat, semikonduktor amorf, dan serat optik [1,3]. Namun ketahanan kimia yang buruk menjadikan aplikasi kaca fosfat tidaklah luas [4]. Beberapa penelitian telah menunjukkan bahwa ketahanan kimia dari kaca fosfat dapat ditingkatkan dengan penambahanbagai oksida khususnya logam oksida valensi tinggi seperti SnO, PbO, ZnO, Cr₂O₃, dan Fe₂O₃ yang menghasilkan ikatan Sn-O-P, Pb-O-P, Zn-O-P, P-O-Cr, dan P-O-Fe [2,5,6].

Penambahan baik ZnO atau MgO dalam P₂O₅ menghasilkan perubahan sistematik struktur yang dapat dikaitkan dengan struktur jaringan fosfat. Struktur anionik fosfat dapat dijabarkan menggunakan terminologi Qⁿ dimana n menyatakan bilangan BO (*Bridging Oxygen*) dari fosfat tetrahedron. Sebagai contoh, perubahan tipe dari fosfat tertrahedron dengan penambahan MeO (dimana Me = Zn, Mg) dapat dijabarkan dengan reaksi [7] :



Kehadiran modifier seperti logam transisi dapat membentuk proses depolerimesasi struktur dan pembentukan NBO (*Non-Bridging Oxygen*) yang meningkatkan nilai ketahanan kimia [8]. Khor dkk menjabarkan karakteristik komposisi kaca seng magnesium-fosfat bahwa pergantian komposisi P₂O₅ dengan MgO mengurangi laju *dissolution* dari kaca seng-fosfat. Walaupun masih tidak diketahui peningkatan ketahanan kimia ini pengaruh pergantian ikatan P-O-Zn atau P-O-Mg, terhadap keseluruhan komposisi P₂O₅ [7]. Tujuan dari penelitian ini ialah mengetahui pengaruh penambahan ZnO terhadap struktur dan sifat termal sistem kaca (70-x) P₂O₅-30MgO-xZnO (x=0,5,10,15 mol%) dimana mol% dari MgO adalah konstan.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Persiapan Sampel

Material kaca yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, P₂O₅ (99%, Sigma-Aldrich), MgO (98%, Sigma-Aldrich) dan ZnO (99%, QRëC), sedangkan komposisi kimia kaca dalam mol% (70-x) P₂O₅-30MgO-xZnO dimana nilai x = 0,5,10,15 mol% dengan massa total 15 gram. Massa yang telah ditimbang di-*milling* selama 30 menit. Yang kemudian dilelehkan dalam alumina krusibel pada suhu 1100°C selama 30 menit. Setelah itu bahan di-*quenching* pada suhu ruang dan di-*annealing* pada suhu 300°C selama 3 jam.

2.2 Karakterisasi Sampel

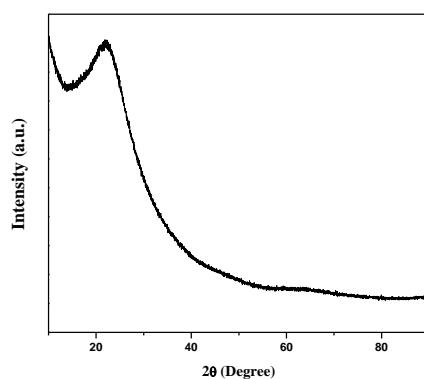
Untuk mengetahui sifat termal, sampel dibuat dalam bentuk serbuk sebanyak 10 mg tiap sampel dan diukur menggunakan Pyris Diamond TG/DTA (*Thermogravimetric/Differential Thermal Analyzer*) dengan referensi Al₂O₃. Temperatur proses yang digunakan ialah 50°-1000°C dengan laju 10°C/menit.

Struktur material dikarakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar-x dan spektra FTIR (Fourier Transformed Infrared). Sampel yang digunakan dibuat dalam bentuk serbuk. Alat difraksi sinar-x yang digunakan ialah AmartLab 3kW Rigaku dari Jepang dengan spektra yang dihasilkan dicatat dari 3° sampai 90°(2θ). Sedangkan analisis spektra infrared dilakukan menggunakan alat Parkir Elmer Spectrum Two FTIR Spectroscopy . Sampel yang digunakan dicampurkan dengan KBr yang dibuat dalam bentuk pallet menggunakan Hydraulic Press Specac dengan beban 12 ton dalam waktu 7 menit.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sampel kaca berhasil dibuat dengan komposisi seperti ditunjukkan pada tabel 1. Sedangkan nilai Temperatur transisi kaca (T_g), Temperatur kristalisasi (T_c), Temperatur leleh (T_m), Stabilitas kaca (ΔT) dan nilai Hurby dari sistem kaca diatas, juga ditunjukkan pada tabel 1.

Dari hasil yang didapatkan penambahan ZnO sebesar 5 mol% meningkatkan nilai stabilitas kaca (ΔT) yang didapatkan dari selisih nilai temperatur kristalisasi dan temperatur transisi kaca (T_c-T_g). Peningkatan nilai stabilitas kaca ini mengindikasi meningkatnya kepadatan dalam kaca. Namun, pada penambahan ZnO selanjutnya, stabilitas kaca berkurang, kepadatan dalam kaca berkurang. Sampel dengan komposisi ZnO 5 mol% memiliki nilai ΔT dan nilai Hurby tertinggi yang artinya sampel ini yang paling stabil. Dari hasil yang didapatkan penambahan ZnO sebesar 5 mol% meningkatkan nilai stabilitas kaca (ΔT) yang didapatkan dari selisih nilai temperatur kristalisasi dan temperatur transisi kaca (T_c-T_g). Peningkatan nilai stabilitas kaca ini mengindikasi meningkatnya kepadatan dalam kaca. Namun, pada penambahan ZnO selanjutnya, stabilitas kaca berkurang, kepadatan dalam kaca berkurang. Sampel dengan komposisi ZnO 5 mol% memiliki nilai ΔT dan nilai Hurby tertinggi yang artinya sampel ini yang paling stabil [9].

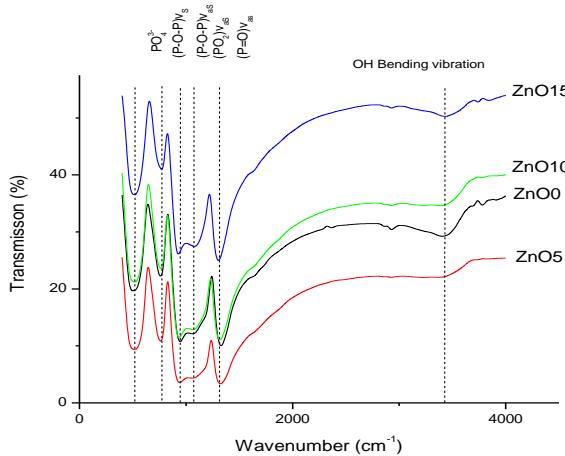


GAMBAR 1. Pola XRD sampel (70P₂O₅-30MgO).

Difraktogram difraksi sinar-x serbuk kaca dapat dilihat pada Gambar 1. Dari grafik yang dihasilkan dapat dilihat terdapat board hump pada 15-35°, board hump menunjukkan bahwa material kaca memiliki karakteristik *short range order* atau keteraturan hanya pada jarak yang pendek dari susunan struktur. Dimana dapat diambil kesimpulan struktur yang dihasilkan bersifat amorf atau non-kristal.

TABEL 1. Komposisi dan Parameter termal yang diukur dari sistem kaca (70-x)P₂O₅-30MgO-xZnO

Sampel	mol %			T _g (°C)	T _c (°C)	T _m (°C)	ΔT (°C)	H
	MgO	ZnO	P ₂ O ₅					
Sampel 1	30	0	70	344	394	510	50	0.431
Sampel 2	30	5	65	263	389	483	126	1.340
Sampel 3	30	10	60	348	405	452	57	1.212
Sampel 4	30	15	55	370	394	442	24	0.500



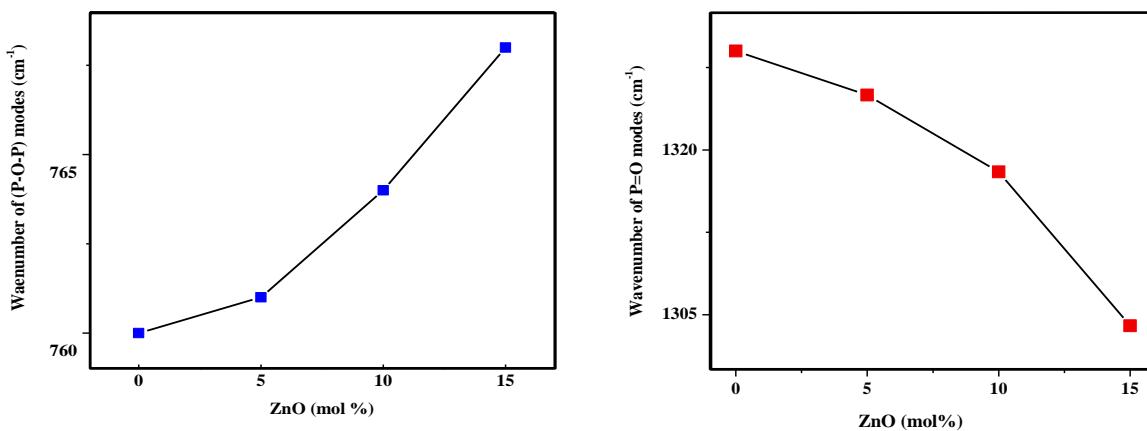
GAMBAR 2. Grafik Spektra absorpsi FTIR dari sampel (70-x) P2O5-30MgO-xZnO

Spektra Infra merah dari sistem kaca $x \text{ ZnO} - 30 \text{ MgO} - (70 - x) \text{ P}_2\text{O}_5$ digambarkan pada Gambar2. Secara umum terdapat enam pita utama yang diamati yaitu pada $503-517 \text{ cm}^{-1}$, $760-768 \text{ cm}^{-1}$, $928-944 \text{ cm}^{-1}$, $1059-1076 \text{ cm}^{-1}$, $1304-1329 \text{ cm}^{-1}$, dan $3422-3438 \text{ cm}^{-1}$, yang ditandai sebagai PO_4^{3-} , (P-O-P) vibrasi simetris, (P-O-P) vibrasi asimetris, (PO_2) vibrasi asimetris, (P=O) vibrasi asimetris dan OH⁻ bending vibration [1,2,7].

Pita (P-O-P) vibrasi simetris yang didapatkan menyatakan besarnya BO (Bridging Oxygen) dimana BO meningkat dengan pertambahan mol%ZnO, sedangkan pita P=O menyatakan BO (Non Bridging Oxygen) dimana NBO berkurang seiring dengan pertambahan mol%ZnO. Didapatkan pita (P-O-P) vibrasi simetris berbanding terbalik dengan pita P=O.

4. SIMPULAN

Sifat termal dan struktur dari sistem kaca (70-x)P2O5-30MgO-xZnO telah diteliti. Pada komposisi ZnO sebesar 5 mol% memiliki nilai stabilitas termal dan Hurby terbesar yang merupakan sampel yang paling stabil. Sedangkan hasil spektra IR menampakan peningkatan bilangan BO.



GAMBAR 2. Grafik hubungan kenaikan mol % ZnO dengan (P-O-P) (atas) dan (P=O) (bawah).

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kepada pihak pemberi dana penelitian, Universiti Teknologi Malaysia (UTM) dan berbagai dukungan dari dosen ataupun mentor yang telah membantu jalanya penelitian.

DAFTAR ACUAN

- [1] P. Petru, B. Gheorge, J. Nicolaie, V.S. Ioan, V. Dan, and C. Eugen, “The structural role of manganese ions in some zinc phosphate glasses and glass ceramics”, Journal of Alloys and Compounds. 504,2010, pp. 479-483
- [2] I.H. Sang, H.N. Young, J.K. Nam, H.K. Dong, W.H. Cha, K.R. Bong, “Structure and properties of zinc bismuth phosphate glass”, Thin Solid Film. 518,2010, pp. 46-49.
- [3] O.O. Refka, K. Saida, J.V. Jean, K. Ismail, E.J. Abdelaziz, J. Mohamed, “Structural and thermochemical study of $\text{Na}_2\text{O}-\text{ZnO}-\text{P}_2\text{O}_5$ ”, Journal of Non-Crystalline Solids. 390,2014, pp.5-12.
- [4] L. Sheng, H. Sanxi, W. Fengnian, Y. Yunlong, “Structure and properties of zinc aluminophosphate glasses and those doped with zirconium dioxide”, Journal of Non-Crystalline Solids. 419,2015, pp.45-50.
- [5] T. Babita, D. Anupam, G.P. Kothiyal, P. Mukesh, K.D. Sudip, “Preparation and characterization of phosphate glasses containing titanium”, Barc Newsletter. 285,2007, pp.167-172.
- [6] M. Youssef, A. Said, H.S. El, “Study of Sodium-Chromium-Iron-Phosphate Glass” by XRD, IR, chemical durability and SEM, Journal of Materials Science Engineering, 2013, pp.1-6.
- [7] E.S. Charmayne, K.B. Ricard, “The properties and structure of zinc magnesium phosphate glasses”, Journal of Non-Crystalline Solids. 390,2014, pp.51-58.
- [8] H.H Ahmed, A.M. Abdelghany, “Optical and structural investigations of zinc phosphate glasses containing vanadium ions”, Journal of Non-Crystalline Solid. 433,2016, pp.14-19.
- [9] M.R. Sahar, K. Sulhadi, M.S. Rohani, “The preparation and structural studies in the (80-x) $\text{TeO}_2-20\text{ZnO}-x\text{Er}_2\text{O}_3$ glass system”, Journal of Non-Crystalline Solid. 354,2008, pp.1179-1181.

