

**SINTESIS DAN PENENTUAN STRUKTUR SENYAWA OKSIDA LOGAM PIROKLOR
TIPE $Sr_2Nb_2O_7$ DAN $Ba_2Nb_2O_7$**

**Synthesis and Structure Characterization of Metal Oxide Pyrochlore
Type $Sr_2Nb_2O_7$ and $Ba_2Nb_2O_7$**

Edi Mikrianto S.Si,M.Si*; Dwi Rasy Mujiyanti.,S.Si, M.Si

*Program Studi Kimia, FMIPA Universitas Lambung Mangkurat
Jl. A. Yani 35,8 Banjarbaru Kalimantan Selatan
mikrianto@yahoo.co.uk*

ABSTRAK

Senyawa oksida piroklor $Sr_2Nb_2O_7$ dan $Ba_2Nb_2O_7$ telah disintesis dengan reaksi fasa padat. Tingkat kristalinitas yang tinggi untuk oksida piroklor $Sr_2Nb_2O_7$ dan $Ba_2Nb_2O_7$ didapatkan pada suhu sintesis 1000 °C dengan warna putih kekuningan. Setelah dibandingkan pada data base Powder Diffraction File (PDF) dengan program Phasax dapat diketahui bahwa struktur yang terbentuk adalah oksida logam piroklor. Kemudian dengan menggunakan program Rietica didapatkan bahwa oksida piroklor $Sr_2Nb_2O_7$ yang dihasilkan mempunyai indeks Miller 201, 300, 211, 220, 202, 123, 312, 421, 402, 511, 060, 313, 241, 303, 422, grup ruang Fd3m dengan sistem Kristal heksagonal dengan parameter sel $a = 4,465650 \text{ \AA}$, $b = 4,477450 \text{ \AA}$, $c = 5,787860 \text{ \AA}$. Sedangkan untuk oksida piroklor $Ba_2Nb_2O_7$ mempunyai indeks Miller 101, 111, 300, 220, 202, 321, 312, 421, 402, 511, 600, 313, 261, grup ruang Fd3m dengan sistem kristal heksagonal dengan parameter sel $a = 4,368727 \text{ \AA}$, $b = 4,368727 \text{ \AA}$, $c = 5,657380 \text{ \AA}$.

Kata kunci : Struktur, Oksida logam piroklor, reaksi fasa padat, difraksi sinar -X

ABSTRACT

Metal oxide pyrochlore $Sr_2Nb_2O_7$ and $Ba_2Nb_2O_7$ have been synthesized in a solid state reactions. A High crystallinity for $Sr_2Nb_2O_7$ and $Ba_2Nb_2O_7$ oxides was achieved at temperature 1000 °C. By comparing the diffractogram of the oxides with data base Powder Diffraction File (PDF) by Phasax program, the structure of pyrochlore metal oxides can be determined. Miller index of $Sr_2Nb_2O_7$, which were determined using Rientica programme are 201, 300, 211, 220, 202, 123, 312, 421, 402, 511, 060, 313, 241, 303, 422, Fd3m space group, hexagonal crystal system and cell parametres $a = 4,465650 \text{ \AA}$, $b = 4,477450 \text{ \AA}$, $c = 5,787860 \text{ \AA}$. Using the same programme, Miller index of $Ba_2Nb_2O_7$ are 101, 111, 300, 220, 202, 321, 312, 421, 402, 511, 600, 313, 261, Fd3m space group, hexagonal crystal system and cell parametres $a = 4,368727 \text{ \AA}$, $b = 4,368727 \text{ \AA}$, $c = 5,657380 \text{ \AA}$.

Keywords : structure, pyrochlore metal oxides, solid state reactions, X-ray diffractions

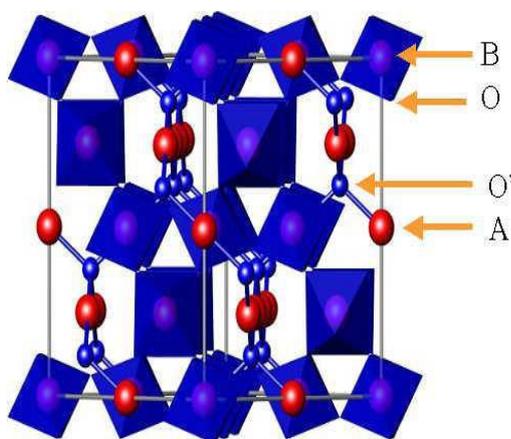
PENDAHULUAN

Senyawa berstruktur piroklor yang pertama kali ditemukan adalah $(\text{NaCa})_2\text{Nb}_2\text{O}_6(\text{OH},\text{F})$, sebagai mineral alam di daerah Fredriska dan Larvik, Norwegia. Nama piroklor (*pyrochlore*) sendiri berasal dari bahasa Yunani *pyr* – ‘api’ dan *chloros* – ‘hijau’, yaitu senyawa yang biladibakar mengeluarkan api berwarna hijau. Oksida piroklor merupakan salah satu jenis oksida logam dengan rumus umum $\text{A}_2\text{B}_2\text{O}_6\text{O}'$ atau $(\text{A}_2\text{B}_2\text{O}_7)$, dalam hal ini A dan B adalah logam (gambar 1). Senyawa piroklor berstruktur kubus, dengan grup ruang $Fd3m$ dan semua atom-atomnya menempati posisi khusus. Telah ditemukan lebih dari 150 senyawa berstruktur piroklor yang pada umumnya berbentuk kubus dan bersifat ionik (Ismunandar, 2006).

Kation A adalah logam-logam bervalensi +3 atau +2, sedangkan B

adalah kation -kation logam bervalensi +4 atau +5.

Pada umumnya struktur piroklor disusun oleh kation A yang memiliki jari-jari $\sim 1\text{ \AA}$ dan kation B yang memiliki jari-jari $\sim 0,6\text{ \AA}$. Penggunaan oksida piroklor diantaranya sebagai bahan-bahan elektronik yang berfungsi sebagai keramik permitivitas tinggi, termistor, resistor film tebal, bahan *switching*, elemen pemanas dan elektroda oksigen. Oksida piroklor juga digunakan dalam pengolahan limbah radioaktif, elektrolit padat dan sebagai bahan semikonduktor dalam konversi energi sinar matahari (Zanetti & Silva, 2007). Piroklor juga dapat disintesis dari logam tanah jarang yaitu Lantanida (Ln). Sintesis piroklor $\text{Ln}_2\text{ScNbO}_7$ telah berhasil dilakukan dengan Ln sebagai kation A yang merupakan logam tanah jarang berupa Pr, Eu, Gd dan Dy, sedangkan Sc -Nb sebagai kation B (Zouari *et al.*, 2008).



Gambar 1. Struktur piroklor berdasarkan jaringan saling sisip B_2O_6 dan $\text{A}_2\text{O}'$. (Ismunandar, 2006)

Melihat banyaknya fungsi dari senyawa yang berstruktur piroklor, maka perlu dilakukan eksplorasi dengan memperhatikan ukuran kation A dan B penyusun piroklor, karena pada umumnya yang menentukan struktur dari padatan ionik adalah besarnya ukuran, perbandingan stoikiometri dan sifat kimia ion-ion penyusunnya. Sr dan Ba merupakan unsur logam alkali tanah yang jari-jari atomnya semakin besar dengan semakin kebawahnya letak unsur tersebut dalam sistem periodik. Semakin besar jari-jari atom kation A, maka pergerakan kation B dan anion O juga akan semakin besar yang menghasilkan polarisasi yang besar pula.

BAHAN DAN METODE PENELITIAN

Bahan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik OHAUSS, difraktometer sinar-X serbuk merk PW1710 BASED, mortar dan alu, *furnace* merk CT. Moloney, desikator, cawan alumina, sudip, komputer dan *software* Phasax dan *Rietica*. Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah SrCO₃ (Aldrich, 99,99%), BaCO₃ (Aldrich, 99,99%), Nb₂O₅ (Aldrich, 99,99%) dan Aseton.

Sintesis oksida piroklor Sr₂Nb₂O₇

Menimbang 1,2483 g SrCO₃ dan 1,1238 g Nb₂O₅ menggunakan neraca analitik.

Semua bahan dicampur sehingga menjadi homogen, kemudian ditambah aseton dan digerus. Kemudian dipindahkan ke cawan alumina, lalu dibakar di *furnace* dalam beberapa tahapan suhu. Pada tahap pertama, bahan dibakar pada suhu 300 °C selama 24 jam. Setelah itu bahan didinginkan dan digerus. Cara kerja yang sama dilakukan pada suhu 400 – 1.000 °C sampai warna padatan berubah dan tekstur mengeras.

Sintesis oksida piroklor Ba₂Nb₂O₇

Menimbang 1,3788 g BaCO₃ dan 0,9287 g Nb₂O₅ menggunakan neraca analitik. Semua bahan dicampur sehingga menjadi homogen, kemudian ditambah aseton dan digerus. Kemudian dipindahkan ke cawan alumina, lalu dibakar di *furnace* dalam beberapa tahapan suhu. Pada tahap pertama, bahan dibakar pada suhu 300°C selama 24 jam. Setelah itu bahan didinginkan dan digerus. Cara kerja yang sama dilakukan pada suhu 400- 1000°C sampai warna padatan berubah dan tekstur mengeras.

2.4 Analisis Data

Oksida-oksida piroklor yang dihasilkan kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X (XRD). Karakterisasi senyawa piroklor dilakukan dengan Difraktometer sinar-X *Powder* dengan jangkauan

pengukuran 2θ : 10 - 80. Data hasil difraksi sinar -X (difraktogram) yang didapatkan kemudian dibandingkan dengan *data base Powder Diffraction File* (PDF) sehingga dapat diketahui apakah senyawa oksida logam piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ dan $\text{Ba}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ telah terbentuk. Kemudian dengan menggunakan program *Rietica* akan ditentukan Indeks Miller, grup ruang dan parameter sel dari oksida piroklor hasil sintesis.

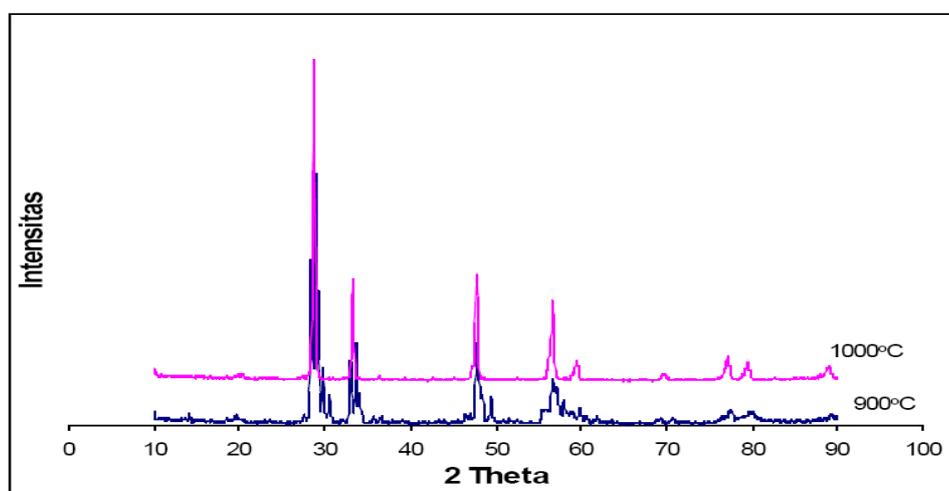
HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi XRD oksida piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$

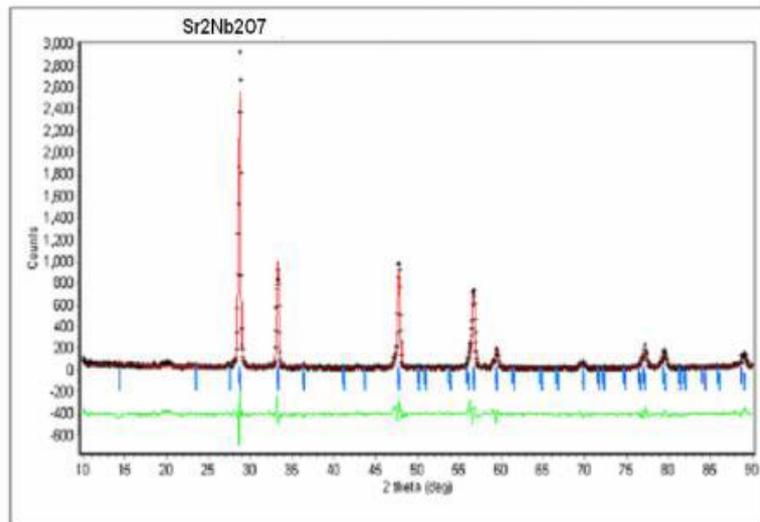
Pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa tingkat kristalinitas piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ yang dihasilkan pada pemanasan 1000 °C selama 24 jam lebih tinggi dibandingkan dengan pemanasan selama 900 °C selama 24 jam. Hal ini ditunjukkan dengan area dan *Full Width Of Half Maximum* (FWHM) pada

pemanasan 1000 °C lebih kecil yaitu 0,2665 bila dibandingkan dengan pemanasan pada suhu 900 °C dengan nilai FWHM 0,3193. Semakin kecil nilai FWHM dan area maka semakin tinggi kristalinitas pada suatu padatan. Jadi sintesis piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ terbentuk pada suhu 1000 °C selama 24 jam karena kristalinitasnya yang tinggi.

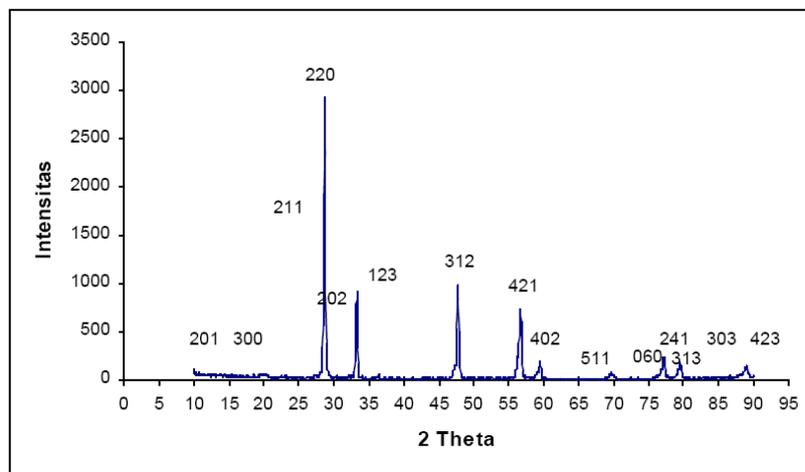
Setelah dilakukan pengolahan data dengan program *Phasax*, data-data tersebut kemudian diolah dengan metode Rietveld menggunakan program *Rietica* (Gambar 2) sehingga didapatkan nilai indeks Miller dari oksida piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ yang dihasilkan. Setelah dilakukan pengolahan data dengan program *Phasax*, data-data tersebut kemudian diolah dengan metode Rietveld menggunakan program *Rietica* (Gambar 3) sehingga didapatkan nilai indeks Miller dari oksida piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ yang dihasilkan.



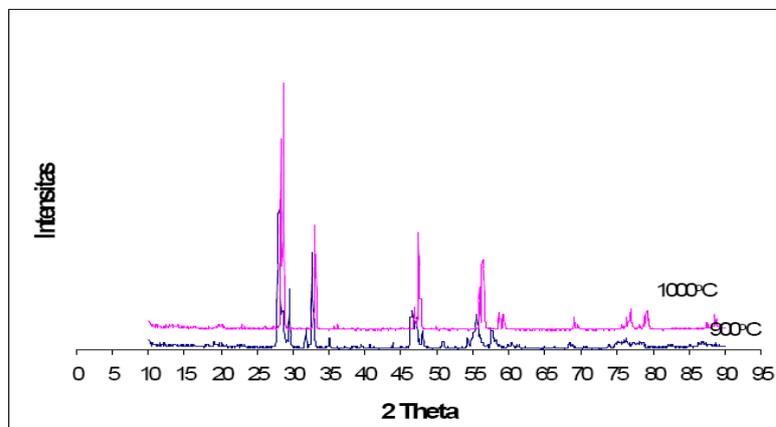
Gambar 2. Difraktogram Oksida logam Piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ hasil reaksi pada pemanasan 900 °C dan 1.000 °C selama 24 jam.



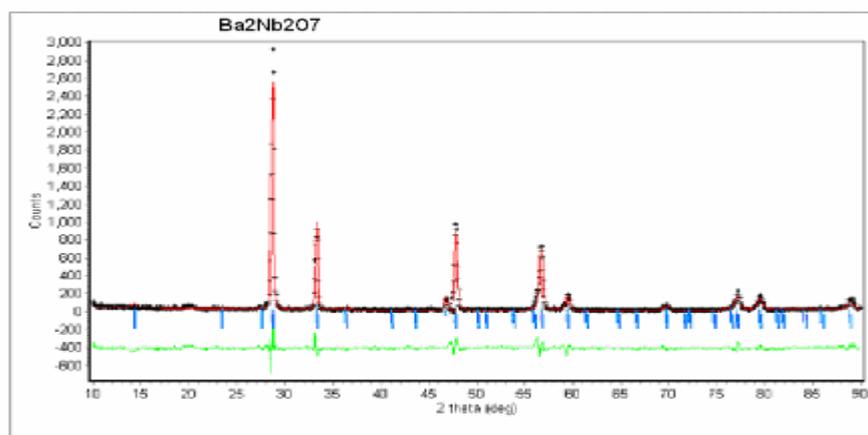
Gambar 3. Hasil pengolahan data refinemen struktur oksida Piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$



Gambar 4. Difragtogram Oksida logam Piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ suhu sintesis 1.000 °C dengan indeks Millernya.



Gambar 5. Difragtogram Oksida logam Piroklor $\text{Ba}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ hasil reaksi pada pemanasan 900 °C dan 1.000 °C selama 24 jam.



Gambar 6. Hasil pengolahan data refinemen struktur oksida Piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$

Data indeks Miller senyawa oksida piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ hasil pengolahan program *Rietica* dapat dilihat pada Gambar 4.

Dengan menggunakan program *Rietica* analisis Le Baile didapatkan struktur Oksida logam Piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ suhu sintesis $1.000\text{ }^\circ\text{C}$ parameter sel, grup ruang dan bentuk geometri disajikan pada Tabel 1.

Karakterisasi XRD oksida piroklor $\text{Ba}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$

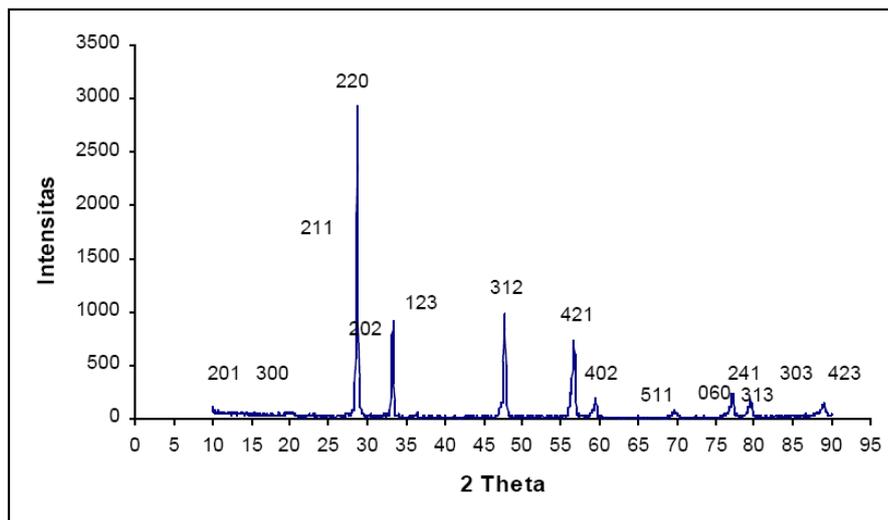
Pada Gambar 5. dapat dilihat bahwa tingkat kristalinitas piroklor $\text{Ba}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ yang dihasilkan pada pemanasan $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam lebih tinggi dibandingkan dengan pemanasan

selama $900\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam. Hal ini ditunjukkan dengan area dan FWHM pada pemanasan $1000\text{ }^\circ\text{C}$ lebih kecil yaitu 0,1402 bila dibandingkan dengan pemanasan pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ dengan nilai FWHM 0,3526. Semakin kecil nilai FWHM dan area maka semakin tinggi kristalinitas pada suatu padatan. Jadi sintesis piroklor $\text{Ba}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ terbentuk pada suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam karena kristalinitasnya yang tinggi.

Setelah dilakukan pengolahan data dengan program *Phasax*, data-data tersebut kemudiandiolah dengan metode Rietveld menggunakan program *Rietica* (Gambar 6) sehingga didapatkan nilai indeks Miller dari oksida piroklor $\text{Ba}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ yang dihasilkan.

Tabel 1. Parameter sel, grup ruang dan sistem kristal senyawa oksida piroklor $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ berdasarkan hasil program *Rietica*

Parameter		
Sistem Kristal	Grup Ruang	Parameter sel
Heksagonal	Fd3m	a = 4,465650
$\alpha = \beta = 90^\circ$		b = 4,477450
$\gamma = 120^\circ$		c = 5,787860



Gambar 7. Difraktogram Oksida logam Piroklor $Ba_2Nb_2O_7$ suhu sintesis $1.000\text{ }^\circ\text{C}$ dengan indeks Millernya.

Tabel 2. Parameter sel, grup ruang dan sistem kristal senyawa oksida piroklor $Ba_2Nb_2O_7$ hasil program *Rietica*.

Parameter		
Sistem Kristal	Grup Ruang	Parameter sel
Heksagonal	Fd3m	a = 4,368727
$\alpha = \beta = 90^\circ$		b = 4,368727
$\gamma = 120^\circ$		c = 5,657380

Data indeks Miller senyawa oksida piroklor $Ba_2Nb_2O_7$ hasil pengolahan program *Rietica* dapat dilihat pada Gambar 7. Selain itu, dengan menggunakan program *Rietica* juga didapatkan nilai parameter sel, grup ruang dan sistem kristal dari oksida piroklor yang dihasilkan seperti yang terlihat pada Tabel 2.

KESIMPULAN

Suhu sintesis dengan tingkat kristalinitas yang tinggi dari oksida

piroklor $Sr_2Nb_2O_7$ dan $Ba_2Nb_2O_7$ masing-masing adalah pada suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$. Nilai indeks Miller untuk oksida piroklor $Sr_2Nb_2O_7$ adalah 201, 300, 211, 220, 202, 123, 312, 421, 402, 511, 060, 313, 241, 303, 422, sedangkan untuk $Ba_2Nb_2O_7$ adalah 101, 111, 300, 220, 202, 321, 312, 421, 402, 511, 600, 313, 261.

Kedua oksida piroklor tersebut mempunyai grup ruang *Fd3m* dengan sistem kristal heksagonal.

Parameter sel untuk $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ adalah $a = 4,465650 \text{ \AA}$, $b = 4,477450 \text{ \AA}$, $c = 5,787860 \text{ \AA}$ sedangkan untuk $\text{Ba}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ adalah $a = 4,368727 \text{ \AA}$, $b = 4,368727 \text{ \AA}$, $c = 5,657380 \text{ \AA}$.

DAFTAR PUSTAKA

- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam :Struktur, Sintesis Dan Sifat-Sifatnya*. ITB, Bandung.
- Zanetti, S. M & Silva, S. A. 2007. Synthesis and Characterization of Bismuth Zinc Niobate Pyrochlore Nanopowders . *Material Research*. Vol. 10. No. 3, 261- 262.
- Zouari, S., Ballou, R & Cheikh. R. A. 2008. Synthesis And Structure Of New Pyrochlore-Type Oxides $\text{Ln}_2\text{ScNbO}_7$ (Ln = Pr, Nd, Eu, Gd, Dy).”*Materials Letters* 62 (2008) 3767”. Version 1-15 Dec 2008
- Ismunandar dan Edi Mikrianto (2004), Structure Rifenement of Five Layers Coumpound $\text{Ba}_4\text{Bi}_2\text{Nb}_2\text{Ti}_3\text{O}_{18}$, *Proceedings ITB on Engineering Science*, Vol. 36 B No. 1 hal 57 - 62.
- Kato, H., Kudo, A. (2001). Energi Structure And Photocatalytic For Water Splitting Of $\text{Sr}_2(\text{Ta}_{1-x}\text{Nb}_x)_2\text{O}_7$ Solid Solution. Elsevier : *Journal Of Photochemistry and Photobiology : Chemistry* 145 : 129-133.
- Subramanian, M.A., Aravamudan, G. & Subba Rao, G.V. 1983. Oxide pyrochlores - a review. *Progressive Solid State Chemistry*. 15: 55-142