

Pengaruh Suhu Pembakaran terhadap Karakteristik Listrik Keramik Film Tebal Berbasis Fe₂O₃–MnO– ZnO untuk Termistor NTC

Puspita Sari^{1*}, Dani Gustaman Syarif², Wiendartun¹

¹Departemen Pendidikan Fisika, Universitas Pendidikan Indonesia Jl. Dr. Setiabudhi No. 299 Bandung 40154 ²PSTNT-BATAN, Jl. Tamansari 71, Bandung

*Penulis Penanggungjawab Email: Puspitasari9695@gmail.com Telp/hp: 087877618000

ABSTRAK

Pembuatan keramik film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO untuk termistor NTC dari campuran Fe₂O₃ 50% mol, MnO 25% mol, dan ZnO 25% mol telah dilakukan. Campuran serbuk Fe₂O₃, MnO dan ZnO yang telah digerus dicampurkan dengan organic vehicle (OV) untuk membentuk pasta. Kemudian pasta dilapiskan di atas substrat alumina menggunakan teknik screen printing untuk membentuk film tebal. Film tebal mentah yang diperoleh, dibakar pada suhu yang berbeda yaitu 1000°C, 1100°C, dan 1200°C selama 2 jam. Sebelum dilakukan pengukuran resistansi, film tebal dilapisi perak terlebih dahulu sebagai kontak logam. Resistansi termistor diukur pada suhu 40°C-200 °C dengan beda suhu sebesar 5 °C. Analisis struktur kristal dan struktur mikro film tebal masing - masing dilakukan dengan menggunakan X - Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron *Microscopy* (SEM). Hasil analisis karakteristik listrik termistor yang dibakar pada suhu 1000 °C, 1100 °C, dan 1200 °C menghasilkan konstanta termistor berturut - turut sebesar 7700 K, 6995 K, dan 5701 K. Ketiga suhu pembakaran menghasilkan nilai konstanta termistor yang memenuhi kebutuhan pasar. Analisis struktur kristal menggunakan XRD menunjukkan bahwa keramik film tebal memiliki dua struktur yaitu struktur spinel kubik dan hematit heksagonal. Analisis struktur mikro menggunakan SEM menunjukkan bertambahnya ukuran butir sesuai dengan meningkatnya suhu pembakaran dengan ukuran butir film tebal yang dibakar pada suhu 1000 °C, 1100 °C, dan 1200 °C berturut – turut adalah 1.3 μm, 2.0 μm, dan 2.4 μm.

Kata kunci: Termistor NTC; Film tebal; Fe₂O₃; MnO; ZnO



Wahana Fisika, 1(2), 2016 http://ejournal.upi.edu/index.php/wafi

ABSTRACT

Fabrication of thick film based on Fe₂O₃-MnO-ZnO for NTC thermistor made from a mixture Fe₂O₃ 50% mol, MnO 25% mol, and ZnO 25% mol has been done. The powder mixture Fe₂O₃, MnO, and ZnO that has been grinded was mixed with organic vehicle (OV) to form a paste. Then the paste was coated on the alumina substrat using screen printing technique to form a thick film. The crude thick film were burned at different temperatures are 1000°C, 1100°C, and 1200°C for 2 hours. Before resistance was measurement, the thick films were coated with Ag as the metal contact. The thermistor resistance was measured at 40°C–200 °C with increasement temperature 5 °C. The analysis of crystal structure and microstructure of each thick film done using X – Ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM). According to the electrical resistant measurement data, the thermistors constant of the samples burned at 1000°C, 1100°C, and 1200°C were 7700 K, 6995 K, and 5701 K respectively. The thermistor constant of all samples met the market requirement. The crystal structure analysis data showed that the thick films possessed two crystal structure namely cubic spinel and hematite hexagonal. The microstructure analysis using SEM showed an increase in grain size following to the firing temperature increase. The grain size of the thick film that were burned at 1000 °C, 1100 °C, and 1200 °C were 1.3 µm, 2.0 µm, and 2.4 µm respectively.

Keywords : NTC thermistor; Thick film; Fe₂O₃; MnO; ZnO

1. Pendahuluan

Indonesia merupakan suatu negara dengan kekayaan alam yang melimpah dan salah satunya adalah mineral besi. Sejauh ini pemanfaatan mineral kurang maksimal, hanya ditambang dan dijual dalam bentuk mentah saja, sehingga memiliki nilai jual yang rendah. Salah satu mineral yang berlimpah adalah yarosit atau batuan besi. Mineral yarosit banyak terdapat di Provinsi Jawa Barat, Sumatera Barat dan Kalimantan. Pada umumnya besi diperoleh dalam bentuk magnetit (Fe₃O₄), hematit (Fe₂O₃), geotit, limonit, atau siderite [4]. Mineral varosit alam masih memiliki 60 % kandungan Fe₂O₃ [10]. Oksida besi hematit (Fe₂O₃) telah diteliti secara luas untuk berbagai keperluan.

Salah satu cara untuk memanfaatkan yarosit sebagai sumber daya alam adalah dengan



Wahana Fisika, 1(2), 2016 http://ejournal.upi.edu/index.php/wafi

menggunakannya sebagai bahan untuk sebuah komponen elektronik atau divais sensor seperti termistor yang berguna untuk mengukur suhu. Termistor adalah resistor nilai yang resistansinya dipengaruhi oleh perubahan temperatur [9]. Berdasarkan respon suhu yang dihasilkan, termistor dibagi menjadi dua jenis, yaitu Positive Temperature Coefficients (PTC) dan Negative *Temperature Coefficients* (NTC). Negative Thermistor *Coefficient* (NTC) merupakan jenis termistor dimana ketika suhu meningkat maka hambatan termistor akan menurun [8]. Termistor NTC memiliki koefisien temperature sepuluh kali lipat lebih besar daripada sensor platinum dan memiliki beberapa keuntungan yaitu : sensitivitas tinggi, respon suhu yang cepat, bentuk dapat bervariasi, dan harganya murah [6]. Termistor NTC memiliki banyak aplikasi di dalam kehidupan masyarakat, yaitu digunakan pada *air – conditioner* (AC), perangkat elektronik,

pengukur suhu, pembatas arus listrik, sensor aliran air, dan sensor tekanan [7,12]. Termistor yang memiliki kualitas baik adalah termistor dengan respon yang cepat terhadap perubahan temperaturnya. Terdapat dua konstanta yang penting dalam termistor, yaitu konstanta termistor (B) dan sensitivitas termistor (a). Kedua konstanta tersebut merupakan konstanta menentukan yang kelayakan termistor agar dapat digunakan secara komersial. Besar nilai konstanta termistor (B) yang umum beredar secara komersial adalah ≥ 2000 Κ [3,7,12]. Termistor NTC biasanya dibuat dalam berbagai bentuk seperti piringan, CD, bulk atau pelet, dan juga film baik film film tebal atau film tipis.

Pada saat ini telah banyak penelitian mengenai termistor NTC untuk menghasilkan termistor dengan kualitas paling baik. Pembuatan termistor NTC dengan mineral besi sebagai bahan utama masih terus dikembangkan seperti pembuatan



film tebal berbasis CuFe₂O₄ [11] dan pembuatan pelet berbasis Fe₂TiO₅ yang didoping MnO₂ [12]. Fe₂O₃ lokal yang didoping CuO dengan menghasilkan struktur spinel CuFe₂O₄ dan memiliki konstanta termistor pada rentang nilai 2852 K - 4249 K. Nilai konstanta termistor yang dihasilkan masih cukup kecil sehingga aplikasi termistor terbatas yaitu hanya dapat digunakan pada lingkungan dengan jangkauan suhu yang rendah. Fe₂O₃ yang dicampur dengan TiO₅ kemudian diberikan doping MnO_2 menghasilkan konstanta termistor dalam rentang 6424 K - 6740 K. Nilai konstanta termistor yang dihasilkan sudah cukup baik.

Sehingga pada penelitian ini, pembuatan termistor berbentuk film tebal dari bahan dasar Fe₂O₃ dengan campuran MnO dan ZnO dilakukan. Film tebal dihasilkan dengan menggunakan teknik *screen printing* dan dibakar pada suhu yang berbeda yaitu 1000°C, 1100°C, dan 1200°C. Suhu pembakaran yang berbeda akan mempengaruhi struktur mikro dari bahan, karena proses pembakaran menghasilkan partikel yang lebih padat sehingga pengaruh perubahan suhu pembakaran terhadap karakteristik keramik film tebal berbasis Fe₂O₃ - MnO - ZnO untuk termistor NTC dipelajari.

2. Bahan dan Metode

Bahan Utama yang digunakan pada penelitian ini adalah Fe₂O₃ dari yarosit hasil pemurnian, MnO dan ZnO merk Aldrich. Selain itu bahan tambahan yang digunakan dalam pembuatan sampel adalah Organic Vehicle (OV) yang berisi alpha terpineol dan ethyl cellulose. Serbuk Fe₂O₃ yang berasal dari mineral yarosit alam, MnO dan ZnO dengan komposisi: Fe₂O₃ 50% mol ; MnO 25% mol ; ZnO 25% mol seperti yang ditunjukkan Tabel 1. dicampurkan. Kemudian serbuk campuran Fe₂O₃, MnO dan ZnO digerus (grinding) selama 2 jam dan dicampurkan dengan organic vehicle (OV)dengan perbandingan antara OV dan serbuk campuran adalah 30% wt :



Wahana Fisika, 1(2), 2016 http://ejournal.upi.edu/index.php/wafi

70% wt sehingga didapatkan pasta Fe_2O_3 -MnO-ZnO yang siap digunakan setelah didiamkan selama \pm 24 jam. Kemudian pasta dicetak di atas substrat alumina dengan proses *screen printing* menggunakan *screen* dengan ketebalan 0,67 mm (T90) dan dibakar pada suhu 1000°C, 1100°C, dan 1200°C selama 2 jam sehingga didapatkan keramik film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO.

Bahan	% mol	% massa (gram)	% berat
MnO	25	0.601556	15.0389
ZnO	25	0.69	17.25001
Fe ₂ O ₃	50	2.708444	67.71109

Tabel 1. Massa bahan yang digunakan dalam pembuatan film tebal.

Pada tahap akhir dilakukan nalisis struktur kristal menggunakan X - Ray*Diffraction* (XRD) dengan radiasi K α pada tegangan 30 kV dan arus 35 mA dan analisis struktur mikro menggunakan *Scanning_Electron Microscopy* (SEM) dengan tegangan 15 kV. Karakterisasi listrik film tebal dilakukan dengan mengukur hambatan pada suhu 40°C sampai dengan 200°C dengan beda suhu 5°C menggunakan rangkaian listrik dan tungku pemanas. Sebelum dilakukan pengukuran hambatan film tebal dilapisi perak terlebih dahulu karena perak berfungsi sebagai kontak ohmik. Secara keseluruhan alir penelitian ditunjukkan oleh Gambar 1.



Gambar 1. Diagram alir pembuatan keramik film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO

Dari data hambatan dan suhu didapatkan data konstanta termistor yang merupakan ukuran kelayakan material untuk dapat digunakan sebagai termistor. Hambatan termistor akan berkurang secara eksponensial jika suhu termistor bertambah sehingga hambatan termistor dapat ditentukan menggunakan persamaan 1 [11]: $R = R_0 \exp\left(\frac{B}{T}\right)$ (1)

Konstanta termistor pada bahan juga dipengaruhi oleh energi aktivasi bahan itu sendiri, sehingga energi aktivasi dapat ditentukan menggunakan persamaan 2 [11]: $B = \frac{\varepsilon_A}{\kappa}$ (2)dengan ε_A adalah energi aktivasi (eV) dan Κ adalah konstanta boltzman (eV/K). Dari persamaan (1) dan (2) konstanta B dapat ditentukan oleh dua titik (R_T, T) dan (R_0, T) sesuai dengan

persamaan 3 [11]:
$$B = \frac{T \cdot T_0}{T - T_0} ln \frac{R_0}{R_T}$$
 (3)

Sehingga konstanta B ini dapat ditentukan menggunakan kemiringan dari grafik hubungan antara ln R dengan 1/T. Kemudian konstanta sensitivitas termistor (α) dapat ditentukan menggunakan persamaan 4 [11]:

$$\alpha = -\frac{B}{T^2} \times 100\% \tag{4}$$

3. Hasil dan Pembahasan



Gambar 2. Keramik film tebal berbasis Fe₂O₃–MnO–ZnO (a) sebelum dibakar (b) setelah dibakar pada suhu 1000°C (c) yang sudah dilapisi perak

Keramik film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO yang dibakar pada suhu 1000°C, 1100°C, dan 1200°C memiliki tampilan visual sebelum dan sesudah dibakar yang berbeda seperti yang ditunjukkan pada Gambar (a) dan Gambar (b). Penampilan visual cukup baik, hal ini menunjukkan bahwa parameter pembakaran yang digunakan sudah sesuai untuk membuat keramik yang baik. Sebelum dibakar film tebal memiliki tampilan visual berwarna coklat karena komposisi Fe₂O₃ paling

besar dan setelah dibakar film tebal berubah menjadi berwarna hitam. Sebelum dilakukan pengukuran hambatan untuk karakterisasi sifat listrik, keramik film tebal yang sudah dibakar dilapisi terlebih dahulu oleh perak guna memberikan kontak logam seperti yang ditunjukkan pada Gambar (c). Hasil analisis XRD keramik film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO yang dibakar pada suhu 1000°C, 1100°C, dan 1200°C yang ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 3. Grafik XRD gabungan keramik film tebal berbasis Fe₂O₃–MnO–ZnO dengan suhu pembakaran berbeda.

Hasil analisis pada Gambar 3 menunjukkan bahwa terdapat dua struktur yang sama yaitu struktur hematit heksagonal dan spinel kubik Mn_xZn_yFe_{3-x-y}O₄. Namun puncak struktur spinel kubik yang muncul lebih sedikit dari puncak struktur hematit heksagonal atau dengan kata lain struktur spinel yang terbentuk belum sempurna. Hal ini diakibatkan oleh suhu pembakaran yang kurang tinggi, waktu pembakaran yang kurang lama dan ukuran partikel ketiga bahan yang kurang kecil. Sehingga dapat dilakukan metode secara kimia atau fisika yaitu menggunakan *sol gel* atau *High Energy Milling* (HEM) untuk medapatkan ukuran partikel yang kecil. Namun membuat partikel nano secara kimia memberikan hasil yang lebih baik karena adanya reaksi kimia yang terlibat.

Hasil analisis SEM keramik film tebal berbasis Fe₂O₃–MnO–ZnO yang dibakar pada suhu 1000°C, 1100°C, dan 1200°C yang ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Foto SEM keramik film tebal berbasis Fe₂O₃–MnO–ZnO yang dibakar selama 2 jam pada suhu (a) 1000°C (b) 1100°C (c) 1200°C.

Jika pori merupakan ruang atau daerah yang hitam pada foto maka berdasarkan hasil analisis pada Gambar 4 menunjukkan morfologi keramik film tebal berbasis Fe₂O₃--MnO--ZnO sangat poros dan memiliki pori yang reltif besar. Pada Gambar (a) ukuran butir kecil dan banyak pori yang terbentuk. Hal ini dapat terjadi karena pada suhu 1000°C butir masih kecil. Pada Gambar (b) terlihat ukuran butir membesar dan pori yang terbentuk berkurang karena partikel – partikel yang saling berdekatan sudah bergabung dengan proses difusi massa (*sintering*). Pada Gambar (c) ukuran butir besar dan pori yang terbentuk sedikit. Semakin besar suhu pembakaran maka semakin besar ukuran butir dan semakin sedikit pori yang dihasilkan. Ukuran butir film tebal berbasis Fe₂O₃– MnO–ZnO dihitung menggunakan metode *linear intercept* [ASTM, 2004] dengan ukuran butir pada msing – pada Tabel 2. masing suhu pembakaran ditunjukkan

Ukuran butir		
(µm)		
1,3		
2,0		
2,4		

Tabel. 2. Ukuran butir film tebal berbasisFe₂O₃–MnO–ZnO yang dibakar pada suhu 1000°C, 1100°C, dan 1200°C.

Hasil karakteristik listrik keramik film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO yang dibakar pada suhu 1000°C, 1100°C, dan 1200°C yang ditunjukkan pada Tabel 3 dan grafik ln R terhadap 1/T pada masing-masing suhu pembakaran ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Perbandingan grafik ln R terhadap 1/T film tebal berbasis Fe₂O₃–MnO–ZnO dengan suhu pembakaran yang berbeda.

Berdasarkan Gambar 7 didapatkan perbandingan grafik ln R terhadap 1/T keramik film tebal berbasis Fe₂O₃– MnO–ZnO dengan suhu pembakaran 1000°C, 1100°C dan 1200°C sehingga karakterisitik listrik keramik film tebal yang dihitung menggunakan persamaan (1) sampai persamaan (4) ditunjukkan oleh Tabel 3.

Suhu pembakaran (°C)	B (K)	$\alpha_{\rm RT}(\%)$	R_{RT} (M Ω)	ϵ_A (eV)
1000	7700	8,5	44289	0,7
1100	6995	7,7	8680	0,6
1200	5701	6,3	918	0,5

Tabel 3. Konstanta termistor dan sensitivitas film tebal berbasis Fe₂O₃–MnO–ZnO.

Data Tabel 3 menunjukkan konstanta termistor (B) yang dihasilkan memenuhi kebutuhan pasar (B ≥ 2000 K) dan nilainya semakin menurun sesuai dengan meningkatnya suhu pembakaran. Sifat listrik film tebal dipengaruhi oleh struktur mikro yang dimilikinya. Semakin besar suhu pembakaran maka semakin besar ukuran butir vang dihasilkan sehingga semakin kecil resistansi, sensitivitas thermistor, dan energi aktivasi yang dihasilkan. Hal ini dapat terjadi karena seluruh partikel pada film tebal yang dibakar pada suhu 1000°C belum menyatu sempurna menjadi butir-butir dengan partikel terdekatnya dan batas butir yang dihasilkan banyak. Sehingga hambatan elektron untuk bergerak pun semakin besar karena banyak hamburan yang dialami elektron akibatnya mobilitas elektron di dalam film tebal pun semakin kecil. Sedangkan partikel pada film tebal yang dibakar pada suhu 1100°C dan 1200°C sudah mulai menyatu dengan sempurna sehingga membentuk butir dengan ukuran yang lebih besar dan batas butir yang dihasilkan sedikit sehingga hambatan elektron untuk bergerak pun semakin kecil karena kecil karena sedikit hamburan yang dialami elektron akibatnya mobilitas elektron di dalam film tebal pun semakin besar.

Film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO yang dibakar pada suhu 1000°C memiliki sensitivitas yang paling baik besar karena semakin sensitivitas termistor maka semakin baik respon termistor terhadap perubahan suhu lingkungannya. Film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO yang dibakar pada suhu 1000°C dan 1100°C memiliki resistansi pada suhu ruang yang besar sehingga untuk penggunaannya membutuhkan daya yang besar. Namun penggunaan pada daya yang besar mengakibatkan adanya self – heating sehingga dapat mempengaruhi keakuratan termistor film tebal [11]. Sedangkan untuk film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO yang dibakar pada suhu 1200°C memiliki resistansi pada suhu ruang yang kecil sehingga untuk penggunaannya membutuhkan daya yang kecil dan dapat digunakan pada rangkaian dengan arus yang lebih kecil

4. Simpulan

Keramik film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO memiliki dua struktur yaitu spinel kubik dan hematit heksagonal serta memiliki struktur mikro yang poros dengan ukuran pori yang relative besar. Konstanta termistor yang dihasilkan keramik film tebal berbasis Fe₂O₃-MnO-ZnO yang dibakar pada suhu 1000°C, 1100°C, dan 1200°C dari pengukuran antara suhu 40°C-200°C dengan beda suhu 5°C masing-masing sebesar 7700 K, 6955 K, dan 5701 K sehingga

- nanopartikel Fe₂TiO₅ dengan metode mechanical alloying. *Artikel Institut Teknologi Sepuluh Nopember*, Surabaya.
- ASTM Standard, Designation E 112

 96. (2004). Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. American Society for Testing Material, Philadelpia.
- Taufik, D. Syarif, G. D., Karim, S. (2007). Karakteristik keramik termistor NTC dari pasir yarosit yang berstruktur hematit dengan penambahan oksida mangan. *Prosiding Seminar Nasional Sains*

dari arus yang dibutuhkan oleh film tebal berbasis Fe₂O₃–MnO–ZnO yang dibakar pada suhu 1000°C dan 1100°C.

konstanta termistor yang dihasilkan memenuhi kebutuhan pasar (B ≥ 2000 K).

5. Ucapan Terimakasih

PSTNT-BATAN Bandung yang telah membantu dalam menyelesaikan penelitian ini dan Bapak Yamin yang telah membantu dalam proses karakterisasi.

6. Referensi

- Adrienne K. R., Rindang F. (2015). Pengaruh komposisi doping Fe₂O₃ dan temperature sintering terhadap pembentukan *dan Teknologi Nuklir*, PTNBR-BATAN Bandung, 17-18 juli 2007.
- 4. Firnando, H. G., Astuti. (2015). Pengaruh suhu pada proses sonikasi terhadap morfologi partikel dan kristalinitas nanopartikel Fe₃O₄. *Jurnal Fisika Unand*, 4 (1), terbit: 1 Januari 2015 ISSN : 2302 – 8491, Universitas Andalas, Padang.
- Fuad, A. dkk. (2010). Sintesa dan karakterisasi sifat struktur nano partikel Fe_{3-x}Mn_xO₄ dengan metode kopresipitasi. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXIV Jateng & DIY*, 139-

145, 10 April 2010, Universitas Negeri Malang, Malang.

- Kim, J. dkk. (2013). Input impedance calibration of buffer-less thermistor temperature measurement system. *International Journal of Control and Automatic*, 6 (6): 413 – 422, Hallym University, Korea.
- 7. Kohli, P. S., Devi, Pooja & Reddy, P. (2012). Synthesis and electrical behavior study of Mn_3O_4 nanoceramic powder for low temperature NTC thermistor. Jurnal Material Science, 23: 1891 – 1897, 2012. 21 Maret DOI 10.1007/S10854 - 012 - 0680 - 2, Central Scientific Instruments Organization, India.
- Luo, Ying. dkk. (2009). NTCR behavior of La – doped BaBiO₃ ceramics. Research Article Advances in Materials Science and Engineering, Hindawi Publishing corporation.
- Syarif, G. D. dkk. (2007).
 Pembuatan keramik dari bahan manganit dan karakterisasi listriknya sebelum dan sesudah

iradiasi gamma. *Prosiding Seminar Nasionak Sains dan Teknologi Nuklir,* PTNBR-BATAN Bandung, 17-18 Juli 2007.

- 10. yarif, G. D., Guntur, D. S. & Yamin, M. (2005). Pembuatan keramik termistor NTC berbahan dasar yarosit dan evaluasi karakteristiknya. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknik Nuklir*, P3TkN – BATAN, Bandung.
- 11. Wiendartun. dkk. (2008).
 Pembuatan dan karakterisasi keramik CuFe₂O₄ untuk termistor NTC dengan menggunakan Fe₂O₃ dari mineral yarosit asli. Artikel Balai Keramik No. 8, Terbit : 23 Juli 2008.
- 12. Wiendartun, Waslaluddin, & Syarif,
 D. G. 2013. Effect of MnO₂ addition on characteristics of Fe₂TiO₅ ceramics for NTC thermistors utilizing commercial and local iron oxide. *Journal of The Australian Ceramic Society*, 49 (2): 141-147, Education of Indonesian University, Bandung.