

KARAKTERISASI STRUKTUR MIKRO DAN STRUKTUR KRISTAL FILM TEBAL FeTiO_3 DARI BAHAN MINERAL INDONESIA

Yus Rama Denny¹, Andri Suherman¹, Dani Gustaman²
¹ Pendidikan Fisika, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa
² Pusat Teknologi Nuklir Bahan Dasar dan Radiometri-BATAN
Email : yusramadenny@gmail.com

Abstract

The first study of fabricating and processing thick film ceramics based on FeTiO_3 from minerals was investigated. Minerals yarosit were used for making NTC thermistor through mixing with material TiO_2 , organic compound and glass compound. NTC thermistor paste printed on surface of alumina substrat using screen printing method. Sample heated on temperature 500°C for 1 hours in the air, and then sintered using hidrogen on temperature 1100°C for 1 hours. Thick film termistor were evaluated using XRD and SEM. Addition of glass compound pursue growth of item of compound of FeTiO_3 resulting degradation of price of konstanta thermistor. From data of x ray diffraction shows that thermistor of NTC thick film which is sintered at temperature 1100°C have matrix of Fe_2O_3 owning structure of hexagonal.

Key Words : Mineral, thermistor, yarosit, X-ray diffraction, Mikro Structure

Abstrak

Telah dilakukan studi awal pembuatan dan pengolahan bahan mineral Indonesia sebagai bahan dasar pembuatan termistor NTC. Bahan mineral yarosit dari alam dimurnikan dengan larutan HCl, diendapkan dengan menggunakan NH_4OH dan dipanaskan pada suhu kalsinasi 700°C selama 2 jam. Pembuatan termistor NTC dilakukan dengan mencampurkan serbuk yarosit hasil pemurnian dan pengendapan dengan TiO_2 . Pasta termistor FeTiO_3 dicetak dipermukaan alumina substrat dengan metode *screen printing*, kemudian dilakukan pemanasan pada suhu 500°C selama 1 jam diruangan udara dilanjutkan disinter pada suhu 1100°C selama 1 jam diruangan hidrogen. Sifat listrik keramik film tebal hasil sinter diukur pada berbagai suhu. Struktur kristal dievaluasi dengan difraksi sinar x (XRD), dan struktur mikro dievaluasi dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Data analisis XRD memperlihatkan bahwa seluruh keramik film tebal berstruktur heksagonal (*Illiminite*). Data struktur mikro dan sifat listrik memperlihatkan bahwa termistor dari yarosit memenuhi kebutuhan pasar.

Kata kunci : bahan mineral, termistor, yarosit, difraksi sinar X, struktur mikro

PENDAHULUAN

Indonesia memiliki sumberdaya alam yang melimpah seperti hutan, minyak bumi, gas alam dan bahan tambang. Sumber daya alam tersebut sudah semestinya dimanfaatkan untuk menunjang pembangunan bangsa. Mineral yang mengandung oksida besi merupakan salah satu sumber daya alam yang banyak ditemukan. Selama ini, mineral tersebut pemanfaatannya hanya sebagai bahan mentah (*raw materials*) dan langsung dijual keluar negeri tanpa melalui proses pengolahan. Pemanfaatan ini tentu saja tidak efektif dan tidak optimal. Sebenarnya mineral tersebut karena mengandung oksida besi yang besar dapat dimanfaatkan untuk bahan industri, salah satunya adalah mineral yarosit.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan (Gustaman, D. et al., 2005) diketahui bahwa bahan mineral yarosit yang berasal dari Pd. Kerta Pertambangan kota Garut Jawa Barat hasil kopresipitasi (pelarutan dengan larutan asam diikuti dengan pengendapan dan kalsinasi) dapat dibuat menjadi termistor yang memenuhi standar komersil.

Termistor (*Thermally Sensitive Resistors*) merupakan komponen elektronika yang resistansinya

bergantung dari temperatur dan memiliki karakteristik sangat sensitif terhadap temperatur (Anonim_a, 2006). Piranti ini banyak digunakan dalam berbagai peralatan seperti dalam *electric cooker*, sebagai sensor temperatur yang sangat sensitif, sensor aliran gas, sensor kelembapan (*humidity*), sensor radiasi dan lain-lain.

Pada penelitian ini pembuatan termistor dilakukan dengan mencampurkan yarosit dan TiO_2 untuk membentuk FeTiO_3 (*Illminite*). Pembuatan termistor dari bahan mineral yarosit akan dibandingkan dengan termistor yang dibuat dari bahan Fe_2O_3 hasil impor bermerk dagang Aldrich dengan kemurnian yang lebih tinggi dari mineral yarosit hasil pemurnian-pengendapan.

METODE

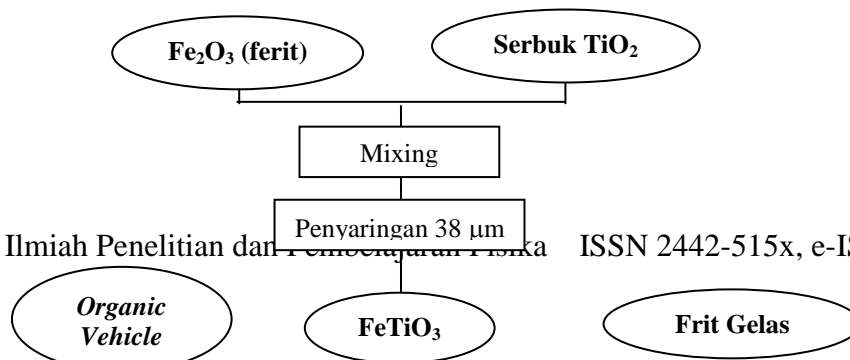
Serbuk mineral yarosit asli yang diperoleh dari PD. Kerta Pertambangan Bandung terlebih dahulu dipanaskan dengan suhu 700°C selama 4 jam. Serbuk mineral hasil pemanasan tersebut dilarutkan didalam HCl sehingga diperoleh larutan asam, kemudian disaring untuk memisahkan serbuk yang tidak larut. Larutan hasil penyaringan ditambahkan larutan

NH_4OH untuk mendapatkan endapan $\text{Fe}(\text{OH})_2$, kemudian endapan yang diperoleh dikalsinasi pada suhu 700°C selama 2 jam di atmosfer udara. Untuk melihat komposisi kimia serbuk mineral yarusit hasil kalsinasi dianalisis di Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara (P3TMB) Bandung.

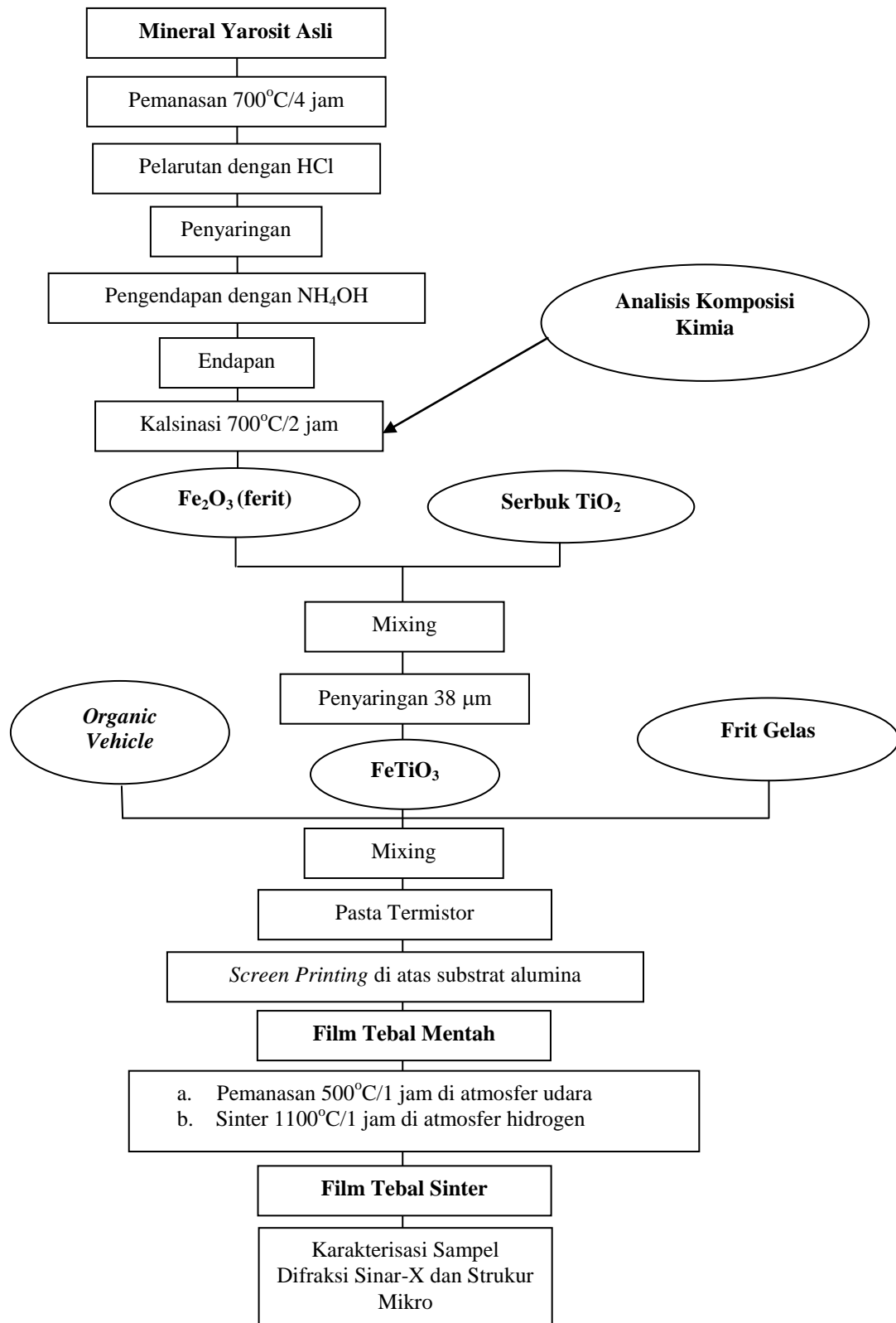
Film tebal termistor NTC dicetak diatas permukaan substrat alumina dengan metode penyablonan (*screen printing*). Untuk pembuatan pasta termistor dapat dilakukan dengan mencampurkan senyawa organik, FeTiO_3 , dan frit gelas (dapat dilihat pada tabel 1). Senyawa organik yang digunakan antara lain etil selulosa (10% berat) dan α -terpineol (90% berat), sedangkan untuk pembuatan frit gelas dengan mencampurkan serbuk PbO (30% berat), SiO_2 (20% berat), dan B_2O_3 (50% berat) kemudian dilakukan pendinginan cepat (*quenching*) dengan cara memasukkannya kedalam air secara cepat sehingga didapatkan bahan gelas. Bahan gelas tersebut digerus dan dilakukan penyaringan dengan ukuran 38 mikron sehingga didapatkan frit

gelas. Pada penelitian ini konsentrasi frit gelas yang ditambahkan 2 % berat.

Selanjutnya substrat alumina yang sudah dicetak dengan pasta termistor dilakukan pemanasan pada temperatur 500°C selama 1 jam di ruangan udara dilanjutkan dengan penyinteran pada temperatur 1100°C selama 1 jam di ruangan hidrogen dengan nilai kenaikan suhu (*heating rate*) dan penurunan suhu (*cooling rate*) sebesar $6^\circ\text{C}/\text{menit}$, sehingga didapatkan “film tebal sinter”. Analisis difraksi sinar-x dilakukan untuk melihat struktur kristal yang terjadi dan dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) struktur mikro film tebal sinter dievaluasi.



Gambar 1. Diagram alir untuk FeTiO_3 dari bahan Aldrich



Gambar 2. Diagram alir untuk FeTiO₃ dari mineral yarosit

HASIL DAN PEMBAHASAN

Komposisi Kimia Serbuk Yarosit

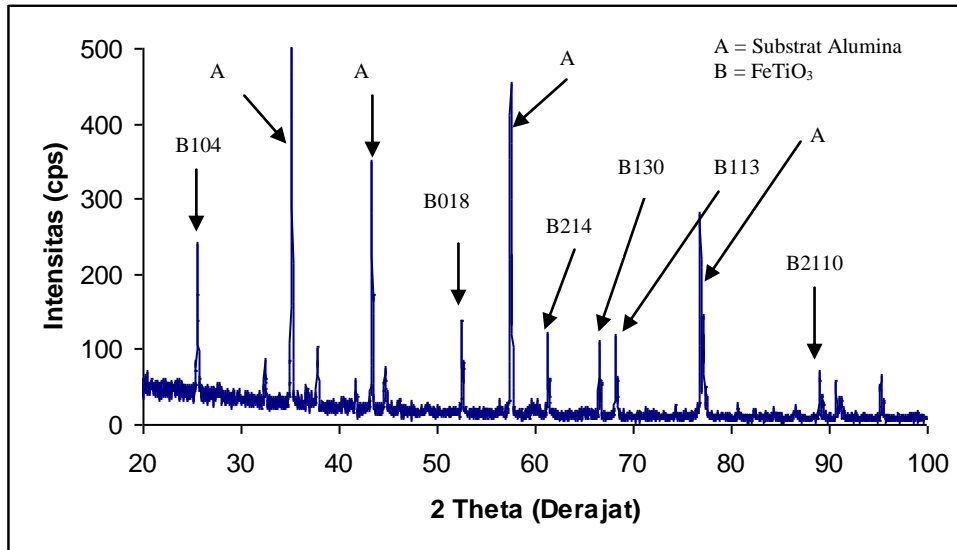
Dari hasil analisis kimia, bahwasanya serbuk yarosit hasil kopresipitasi selain mengandung material Fe_2O_3 juga terlihat beberapa material ikutan yaitu SiO_2 , K_2O , Na_2O dan MnO . Hasil analisis kimia dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Komposisi kimia serbuk yarosit hasil kopresipitasi

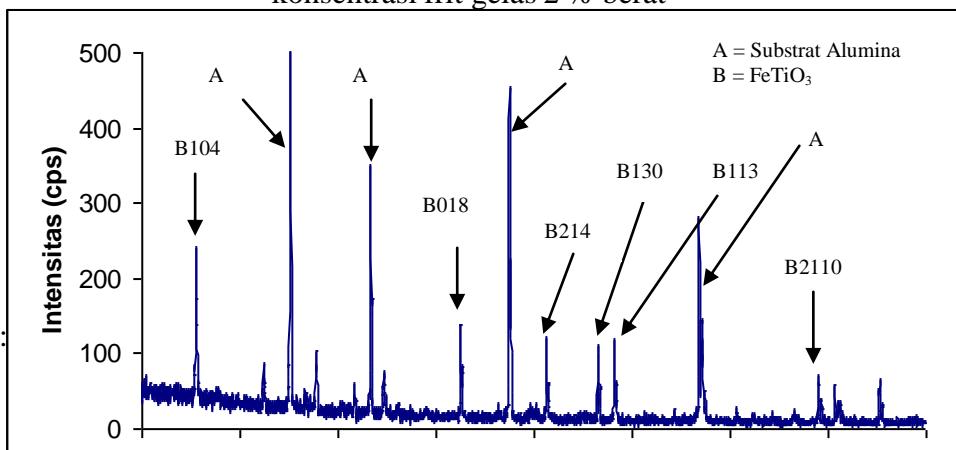
No.	Oksida	Kadar (%berat)
1.	Fe_2O_3	92,5
2.	SiO_2	2,26
3.	K_2O	0,036
4.	Na_2O	0,083
5.	MnO	0,094

Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

Pola difraksi sinar-x untuk keramik film tebal $FeTiO_3$ dengan konsentrasi frit gelas 2 % berat dari bahan yarosit ditunjukkan oleh Gambar 4.1. Untuk pola difaksi keramik film tebal $FeTiO_3$ dari bahan murni (Aldrich) dengan konsentrasi frit gelas 2 % berat dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Pola difraksi keramik film tebal $FeTiO_3$ untuk bahan yarosit dengan konsentrasi frit gelas 2 % berat



Gambar 4. Pola difraksi keramik film tebal FeTiO_3 untuk bahan Fe_2O_3 murni (Aldrich) dengan konsentrasi frit gelas 2 % berat

Dengan membandingkan data pola difraksi Gambar 3, 4, dan 5 dengan data pola difraksi standar untuk *illinite Iron Titanium Oxide*, FeTiO_3 (JCPDS-29-0733), diketahui bahwa termistor film tebal FeTiO_3 pada konsentrasi frit gelas 2 % berat dari bahan yarosit maupun dari bahan murni (Aldrich) memiliki struktur yang sama yaitu *illinite* (heksagonal). Hal ini menunjukkan bahwa penambahan frit gelas tidak merubah struktur kristal yang terbentuk. Jika dibandingkan dengan pola difraksi sinar x dengan bahan murni, pola difraksi yang dibentuk oleh serbuk mineral yarosit memiliki kesamaan, walaupun dari intensitasnya ada perbedaan tetapi tidak terlalu signifikan. Pada pola difraksi sinar x keramik film tebal FeTiO_3 ,

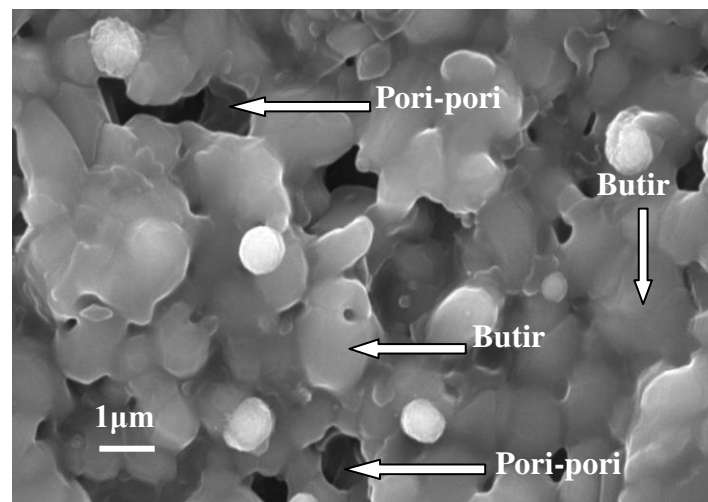
puncak Fe_2O_3 dan puncak TiO_2 tidak tampak (dianalisis dengan pola difraksi standar Fe_2O_3 JCPDS 13-05345 dan TiO_2 JCPDS 21-1276). Hal ini mengindikasikan bahwa selama proses sintering senyawa TiO_2 masuk kedalam matriks Fe_2O_3 . Puncak tambahan yang berasal dari material ikutan seperti SiO_2 , K_2O , Na_2O , MnO maupun yang berasal dari senyawa gelas tidak teridentifikasi dengan XRD karena konsentrasinya yang sangat kecil.

Struktur Mikro

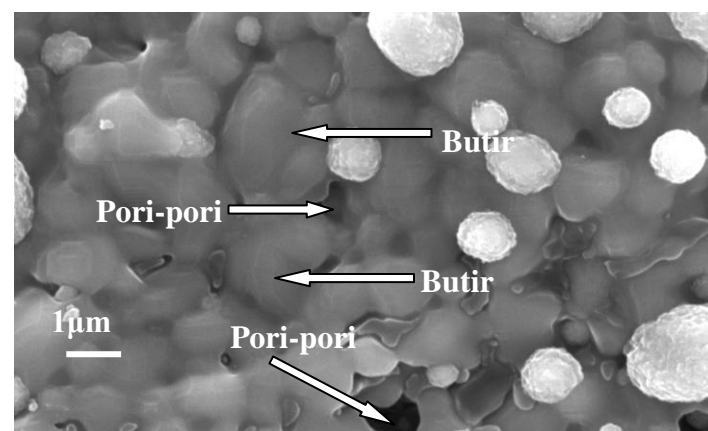
Hasil foto struktur mikro untuk sampel keramik film tebal FeTiO_3 dari mineral yarosit dan bahan murni bermerk dagang Aldrich dapat dilihat pada Gambar 5 dan 6.

Bila dibandingkan dengan struktur mikro keramik film tebal FeTiO_3 bahan murni dengan konsentrasi frit gelas 2 % berat diketahui ukuran butir lebih besar dan pertumbuhan butiran lebih baik dibandingkan dari bahan yarosit.

mengikat dibandingkan dengan bahan yarosit. Dari gambar juga dapat dilihat bahwa pori-pori dari bahan murni tampak lebih kecil dan sedikit, diduga karena pori-pori pada bahan yarosit terbentuk oleh adanya material ikutan



(a)



(b)

Akibatnya kontak antar butir menjadi baik, dan antar butir juga saling

yang meleleh pada suhu 1100°C .

Gambar 5. Foto SEM dilihat dari permukaan (*surface*) termistor film tebal dengan (a) konsentrasi frit gelas sebesar 2 % berat dari bahan yarosit, (b) konsentrasi frit gelas sebesar 2 % berat dari bahan murni

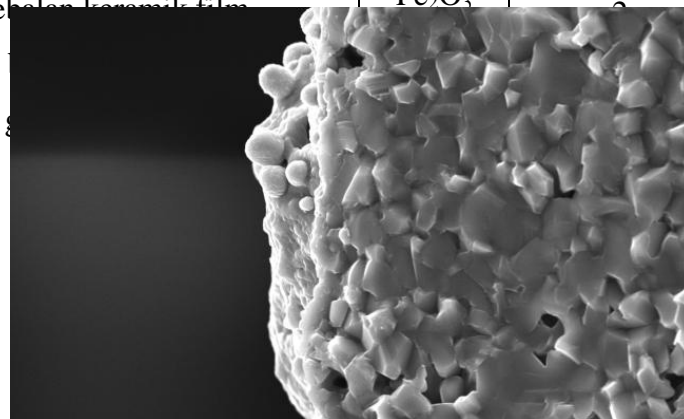
Dari hasil SEM pada sisi samping (*Cross Section*) dapat diukur ketebalan

termistor film tebal. Ketebalannya tampak berbeda akan tetapi tidak

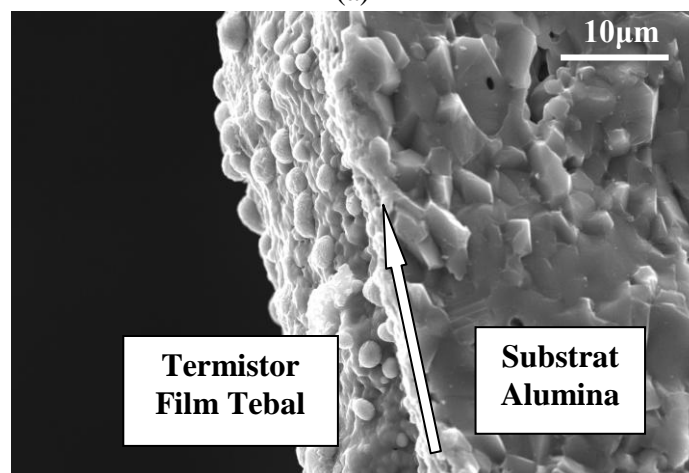
signifikan karena hanya beda beberapa mikron saja. Hasil pengukurannya dapat dilihat pada Tabel 2.

Bahan	Satuan (% berat)	Ketebalan (μm)
Fe ₂ O ₃ asal yarosit	2	5,9 ± 0,0
Fe ₂ O ₃	2	9,9 ± 0,1

Tabel 2 Data ketebalan keramik film tebal FeTiO₃ untuk frit gelas



(a)



(b)

Gambar 6. Foto SEM dilihat dari sisi samping (*cross section*) termistor film tebal dengan (a) konsentrasi frit gelas sebesar 2 % berat dari bahan yarosit, (b) konsentrasi frit gelas sebesar 2 % berat dari bahan murni

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Berdasarkan hasil analisis data yang diperoleh dapat diambil beberapa kesimpulan, yaitu hasil struktur mikro menunjukkan senyawa gelas yang

masuk kedalam termistor film tebal FeTiO₃ tidak hanya terdapat di daerah batas substrat saja akan tetapi senyawa gelas tersebut juga masuk kedalam batas butir. Bila dibandingkan dengan struktur mikro keramik film tebal

FeTiO₃ bahan murni dengan konsentrasi frit gelas 2 % berat diketahui ukuran butir lebih besar dan pertumbuhan butiran lebih baik dibandingkan dari bahan yarosit. Akibatnya kontak antar butir menjadi baik, dan antar butir juga saling mengikat dibandingkan dengan bahan yarosit.

Saran

Penelitian ini dilakukan investigasi hubungan antara struktur mikro, ukuran butiran, dan pertumbuhan butiran dengan berbagai konsentrasi frit gelas. Akan tetapi penelitian ini belum mencakup pengaruh frit gelas dengan sifat listrik dan hubungannya dengan struktur mikro. Untuk penelitian berikutnya pengaruh bagaimana konsentrasi frit gelas dapat merubah sifat listrik dari film tebal FeTiO₃ dan hubungannya dengan struktur mikro.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Dr. Dani Gustaman dari PTNBR-BATAN yang telah memberikan fasilitas dan arahnya terkait pelaksanaan penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim . 2006, *Thermistor Temperature Sensors*. [Online]. Tersedia :<http://www.temperature.com>. (30 Oktober 2016)
- Gustaman, D. et al. (2005). *Pembuatan Keramik Termistor NTC Berbahan Dasar Mineral Yarosit dan Evaluasi Karakterisasinya*. Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknik Nuklir. P3TKN-BATAN Bandung.
- Gustaman, D. (2005). *Komunikasi Pribadi*. P3TKN-BATAN Bandung.