

# KARAKTERISASI KERAMIK TERMISTOR $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$

## HASIL SINTER DAN PERLAKUAN PANAS

Dani Gustaman Syarif

Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri, BATAN  
email: [danigusta@yahoo.com](mailto:danigusta@yahoo.com)

**ABSTRACT :** This study was done to know the effect of  $\text{TiO}_2$  addition on the characteristics of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ceramics and the effect of a heat treatment at low temperature on the electrical characteristics of  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  ceramics including the mechanism of its change as well. The  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  ceramics were produced by sintering some green pellets from mixture of 99.9 mole %  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  and 1 mole %  $\text{TiO}_2$  at 1200°C for 1 hour in air. A heat treatment was carried out at 750°C in air with a cooling rate of 2°C/minute. Electrical resistivity of the ceramics was measured at different temperatures before and after heat treatment. X-ray diffraction (XRD) analysis was done to know the crystal structure of the ceramics and phases formed therein. It was known that the crystal structure of the  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  ceramics was the same i.e. that similar to hematite. The electrical characteristics showed that the room temperature resistivity ( $\rho_{SR}$ ) of the  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ceramics drastically decreased with 1 mole %  $\text{TiO}_2$  addition and showed that the ( $\rho_{SR}$ ) of the  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  ceramics increased significantly while the value of the thermistor constant (B) relatively did not change, after the heat treatment. The increase of ( $\rho_{SR}$ ) after the heat treatment was caused by less formation of oxygen vacancies which behave as the electron source for conduction band.

**Keywords :** thermistor, NTC,  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$ , heat treatment, electrical resistivity.

### PENDAHULUAN

Banyaknya impor produk dari luar negeri menjadikan Indonesia tidak dapat mandiri dan kehilangan banyak devisa setiap tahunnya. Hal ini perlu diatasi dengan berusaha melakukan swasembada produk. Salah satu produk yang selama ini masih diimpor dan perlu diswasembada adalah komponen elektronik termistor. Termistor khususnya jenis NTC (*Negative Thermal Coeficient*) adalah komponen elektronik yang aplikasinya cukup luas di antaranya dipakai sebagai sensor suhu, kompensator suhu dan laju alir fluida di berbagai bidang seperti kesehatan, nuklir, elektronik dan otomotif. Kemampuan seperti itu dimiliki termistor karena komponen ini mempunyai karakteristik yang khas yaitu tahanannya menurun ketika dipanaskan dan meningkat ketika didinginkan. Jika komponen ini diswasembada, maka setidaknya sebagian kecil dari devisa dapat dihemat. Namun swasembada harus juga berarti mampu membuat produk tertentu dari bahan dasar yang melimpah di Indonesia. Oleh

karena itu kemampuan memproduksi termistor secara mandiri dari bahan mineral merupakan juga langkah penambahan nilai tambah.

Usaha pembuatan keramik termistor NTC sebagai usaha ke arah pembuatan divais termistor telah dilakukan sejak tahun 2004 di Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri – Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTNBR-BATAN)<sup>1,2)</sup>. Pembuatan keramik termistor NTC dari bahan mineral yang banyak mengandung  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (Yarosit) telah dilakukan<sup>2)</sup>. Meski divais yang memenuhi syarat pasar belum dapat diproduksi, tetapi data-data awal yang diperoleh memperlihatkan bahwa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dari mineral berpotensi menjadi bahan dasar keramik termistor NTC. Penggunaan langsung  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebagai termistor tidak dapat dilakukan karena tahanan listrik pada suhu ruangnya ( $\rho_{SR}$ ) sangat tinggi dan tidak aplikabel. Agar dapat diaplikasikan sebagai termistor, maka tahanan listrik keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  harus diturunkan. Salah satu caranya adalah dengan penambahan aditif (*doping*). Kingery dkk.<sup>3)</sup> memperlihatkan bahwa resistivitas listrik

keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dapat diturunkan dengan doping  $\text{TiO}_2$ . Karena tahanan listriknya dapat diturunkan dengan doping  $\text{TiO}_2$ , maka secara teoritis keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dapat diaplikasikan sebagai termistor NTC. Pada studi ini karakteristik keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang ditambah dengan 1 % mol  $\text{TiO}_2$ , yang selanjutnya disebut keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$ , dipelajari sebagai termistor NTC. Pemilihan konsentrasi aditif  $\text{TiO}_2$  sebesar 1 % mol merupakan simulasi dari kemungkinan pemanfaatan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dari mineral yang telah mengandung  $\text{TiO}_2$  dengan konsentrasi cukup besar seperti Yarosit<sup>2)</sup>.

Karakteristik keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  sebagai termistor NTC secara teoritis dapat diubah dengan berbagai cara. Salah satunya adalah dengan perlakuan panas. Perlakuan panas secara teoritis dapat mengubah karakteristik termistor seperti tahanan jenis suhu ruang ( $\rho_{SR}$ ) dan konstanta termistor (B). Hal ini dimungkinkan karena pembawa muatan di dalam keramik sangat bergantung pada bagaimana lingkungan, khususnya oksigen, berinteraksi dengan keramik selama pemanasan. Akan tetapi langkah perlakuan panas harus kompatibel dengan proses pembuatan divais termistor agar ekonomis.

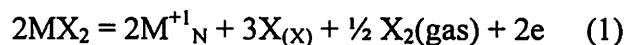
Langkah penting di dalam pembuatan divais termistor adalah pelapisan logam pada keramik termistor (metalisasi) yang diikuti dengan pemanasan. Suhu pemanasan yang diambil harus sesuai dengan karakteristik logam pelapis. Untuk logam pelapis pasta konduktif perak atau perak-paladium biasanya pemanasan dilakukan pada suhu maksimum 850°C<sup>4-6)</sup>. Oleh karena itu agar ekonomis, maka perlakuan panas harus dilakukan maksimum pada suhu tersebut. Suhu sebesar ini relatif rendah, sehingga jika perlakuan panas pada suhu sekitar ini dapat digunakan untuk mengubah karakteristik termistor, maka cara ini sangat ekonomis di dalam proses pembuatan termistor. Dengan demikian perlakuan panas dapat dilakukan bersamaan dengan langkah metalisasi. Oleh karena itu untuk melihat karakteristik keramik termistor hasil sinter dan pengaruh perlakuan panas terhadap karakteristik keramik termistor tersebut pada suhu pelapisan logam

(metalisasi), maka pada makalah ini dibahas karakteristik keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  hasil sinter dan perlakuan panas sebagai keramik termistor NTC.

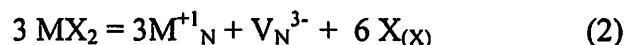
## TINJAUAN PUSTAKA

Secara teoritis karakteristik listrik keramik dapat diubah dengan berbagai cara. Salah satunya adalah dengan melakukan penambahan aditif. Aditif yang ditambahkan ke dalam keramik matriks dapat larut padat atau tidak. Larut padat artinya struktur kristal produk keramik akhir (setelah penambahan aditif) (disebut juga sebagai keramik larutan padat) akan sama dengan struktur kristal awal keramik matriks. Jika dilakukan analisis dengan difraksi sinar-X, maka pola difraksi keramik larutan padat akan sama dengan pola difraksi keramik matriks.

Jika aditif larut padat di dalam keramik matriks, maka salah satu kemungkinan yang akan terjadi adalah ion-ion aditif akan masuk secara substitusi menggantikan ion-ion keramik matriks. Kemungkinan ini semakin besar jika ukuran ion aditif hampir sama dengan ukuran ion keramik matriks. Secara umum, jika aditif berbentuk  $\text{MX}_2$  ditambahkan ke dalam keramik matriks  $\text{N}_2\text{X}_3$  dan larut padat di dalamnya, maka berdasarkan prinsip keseimbangan massa dan netralitas muatan, akomodasi ion  $\text{M}^{4+}$  dari aditif  $\text{MX}_2$  di dalam kristal  $\text{N}_2\text{X}_3$  secara subsitusi akan mengikuti persamaan reaksi cacat (*defect reaction*<sup>3,7)</sup>) (1) atau (2), yang ditulis mengikuti notasi Kroger Vink<sup>3,7)</sup>, berikut ini:



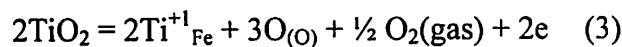
dengan,  $\text{M}^{+1}\text{N}$  adalah ion  $\text{M}^{4+}$  yang masuk ke subkisi N di dalam kisi  $\text{N}_2\text{X}_3$ ,  $\text{X}_{(\text{X})}$  adalah ion X dari  $\text{MX}_2$  yang masuk ke subkisi X di dalam kisi  $\text{N}_2\text{X}_3$ ,  $\text{X}_2$  adalah gas yang dilepaskan dan e adalah elektron.



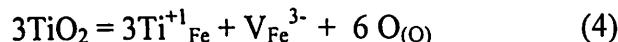
dengan,  $M^{+1}_N$  adalah ion  $M^{4+}$  yang masuk ke subkisi N di dalam kisi  $N_2X_3$ ,  $X_{(X)}$  adalah ion X dari  $MX_2$  yang masuk ke subkisi X di dalam kisi  $N_2X_3$  dan  $V_N^{3-}$  adalah cacat kekosongan N.

Reaksi cacat seperti persamaan (1) dan (2) berlaku juga untuk senyawa lain misalnya senyawa aditif berbentuk  $M_2X_3$  seperti  $Al_2O_3$ ,  $Mn_2O_3$  dan  $Sb_2O_3$  dan senyawa matriks berbentuk  $NX$  seperti  $ZnO$ ,  $NiO$  dan  $CoO$ .

Pada penelitian ini yang menggunakan  $TiO_2$  sebagai aditif dan  $Fe_2O_3$  sebagai matriks, jika  $TiO_2$  larut padat di dalam  $Fe_2O_3$ , maka akomodasi ion  $Ti^{4+}$  di dalam matriks  $Fe_2O_3$  dengan mensubsitusi ion  $Fe^{3+}$  akan mengikuti reaksi cacat persamaan (3) dan (4) berikut:



dengan,  $Ti^{+1}_{Fe}$  adalah ion  $Ti^{4+}$  yang masuk ke subkisi Fe di dalam kisi  $Fe_2O_3$ ,  $O_{(O)}$  adalah ion oksigen yang masuk ke subkisi oksigen di dalam kisi  $Fe_2O_3$ ,  $O_2$  adalah gas oksigen yang dilepaskan dan e adalah elektron.

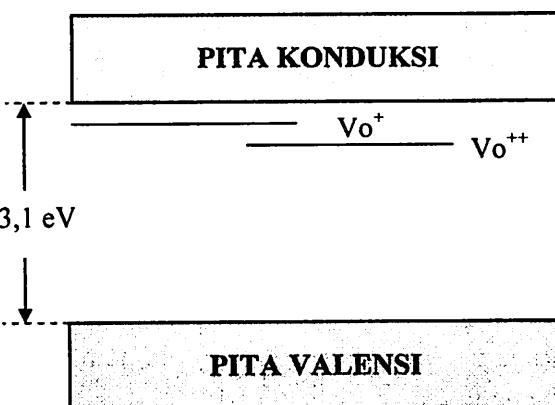


dengan,  $Ti^{+1}_{Fe}$  adalah ion  $Ti^{4+}$  yang masuk ke subkisi Fe di dalam kisi  $Fe_2O_3$ ,  $O_{(O)}$  adalah ion oksigen yang masuk ke subkisi oksigen di dalam kisi  $Fe_2O_3$  dan  $V_{Fe}^{3-}$  adalah cacat kekosongan Fe.

Reaksi seperti persamaan (3) menghasilkan cacat kekosongan oksigen bermuatan ganda ( $V_O^{++}$ ) atau bermuatan tunggal ( $V_O^+$ ). Jika elektron yang dilepaskan berpindah ke pita konduksi, maka resistivitas listrik matriks keramik  $Fe_2O_3$  mengecil. Artinya keramik menjadi lebih konduktif.

Suatu keramik berbasis  $Fe_2O_3$  yang di dalamnya mengandung ion  $Fe^{2+}$  sebagai impuritas di antara ion-ion utama  $Fe^{3+}$  secara teoritis mengandung cacat dan menjadi non-stoikiometri. Jika keberadaan ion-ion  $Fe^{2+}$  dikompensasi oleh pembentukan cacat kekosongan oksigen, maka di dalam keramik akan terdapat tambahan elektron. Elektron-electron ini dapat masuk ke pita konduksi, lalu

menyebabkan penurunan resistivitas listrik keramik. Posisi cacat kekosongan ( $V_o$ ) di dalam pita konduksi  $Fe_2O_3$  dengan lebar celah pita sebesar 3,1 eV <sup>7)</sup> secara skematis diperlihatkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Celah pita keramik  $Fe_2O_3$  non-stoikiometri <sup>3,7)</sup>.

Dalam kasus lain, jika aditif  $TiO_2$  yang ditambahkan ke dalam matriks  $Fe_2O_3$  tidak larut padat, maka aditif akan tersegregasi di batas butir. Selama penyinteran, aditif yang tersegregasi ini akan menghambat pertumbuhan butir keramik matriks. Akibatnya, keramik yang dihasilkan (larutan padat) akan memiliki struktur mikro dengan butir (grain) yang berukuran kecil. Dikaitkan dengan karakteristik listriknya, keramik dengan butir kecil (memiliki banyak batas butir) ini akan memiliki resistivitas listrik yang besar atau konduktivitas listrik yang kecil karena batas butir yang banyak akan mengurangi jalan bebas rata-rata pembawa muatan.

## METODOLOGI

Sebanyak 99 % mol serbuk  $Fe_2O_3$  (aldrich kemurnian > 99%) dan 1 % mol serbuk  $TiO_2$  (emerck kemurnian > 99%) dicampur secara homogen di dalam media etanol selama 3 jam. Setelah dikeringkan melalui pemanasan selama 24 jam pada suhu 80°C, serbuk campuran digerus dan diayak hingga lolos ayakan 38 mikron. Serbuk halus hasil pengayakan dipres dengan tekanan 4 ton/cm<sup>2</sup> untuk mendapatkan pelet (disk) mentah. Pelet mentah kemudian disinter pada

suhu  $1200^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam di dalam atmosfer udara dengan pola pemanasan Gambar 2. Selanjutnya keramik yang diperoleh dinamai keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:\text{1mTi}$ . Sebagai pembanding, keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  murni juga dibuat dengan cara yang sama. Pelet hasil sinter dianalisis difraksi sinar-X (XRD) untuk melihat struktur dan fase-fase yang terjadi. Analisis struktur mikro pelet sinter dilakukan setelah terlebih dahulu dilakukan langkah pengampelasan secara berjenjang dengan kertas ampelas nomor kecil hingga nomor besar (grit 400 – grit 2000), pengetsaan secara termal dan pemotretan dengan mikroskop optik. Kedua sisi pelet termistor hasil sinter dilapisi dengan pasta perak, lalu dipanaskan dengan pola pemanasan sesuai Gambar 3. Tahanan jenis keramik ini kemudian diukur pada berbagai suhu dari suhu ruang hingga  $100^{\circ}\text{C}$  untuk mendapatkan data konstanta termistor ( $B$ ), sensitivitas ( $\alpha$ ) dan tahanan jenis listrik suhu ruang ( $\rho_{SR}$ ) dengan bantuan persamaan (5)<sup>1,2,4-6,8,9</sup>.

$$\rho = \rho_0 \exp [B/T] \quad (5)$$

dengan,

$\rho$  : Resistivitas listrik pada suhu tertentu ( $T$ ),

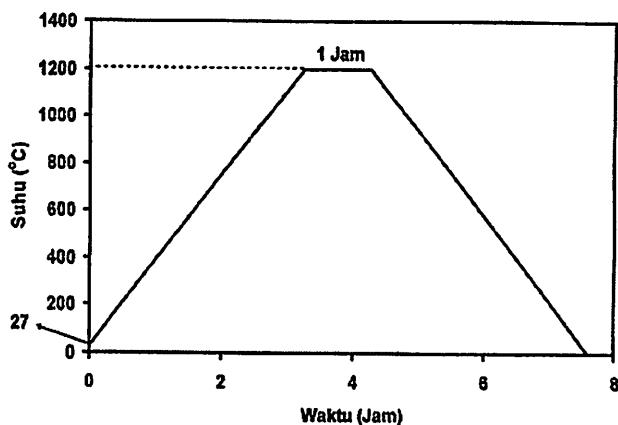
$\rho_0$  : Konstanta (Resistivitas listrik pada  $T$  tak hingga),

$B$  : Konstanta termistor dan

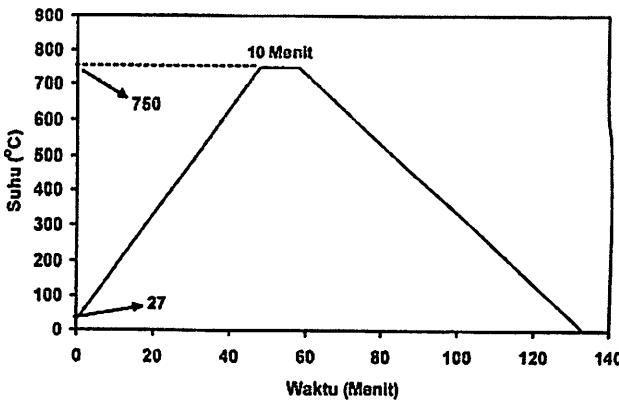
$T$  : Suhu dalam Kelvin.

Selang suhu dari suhu ruang hingga  $100^{\circ}\text{C}$  adalah selang suhu kerja termistor yang umum digunakan<sup>5,6)</sup>. Data yang diperoleh diplot kedalam kurva  $\ln \rho$  versus  $1/T$  dengan  $\rho$  adalah resistivitas listrik dan  $T$  adalah suhu dalam derajat kelvin. Setelah data ini diperoleh, kemudian dilakukan perlakuan panas (HT) pada keramik termistor di udara dengan pola sesuai Gambar 4. Pengukuran tahanan jenis listrik pada berbagai suhu dilakukan kembali setelah perlakuan panas. Untuk melihat lebih jelas mekanisme perubahan karakteristik listrik akibat perlakuan panas, pelet hasil perlakuan panas pertama

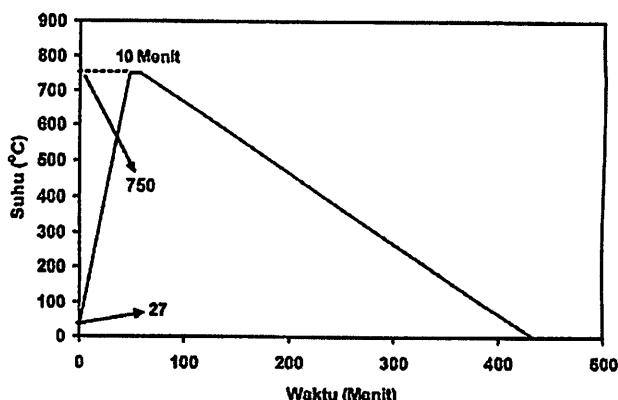
(HT1) dipanaskan pada suhu  $500^{\circ}\text{C}$  di dalam atmosfer gas reduktif yaitu  $\text{Ar}+7\%\text{H}_2$  selama 10 menit dengan kecepatan pendinginan sebesar  $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$  (HT2). Secara keseluruhan tata kerja diperlihatkan pada diagram alir tata kerja Gambar 5.



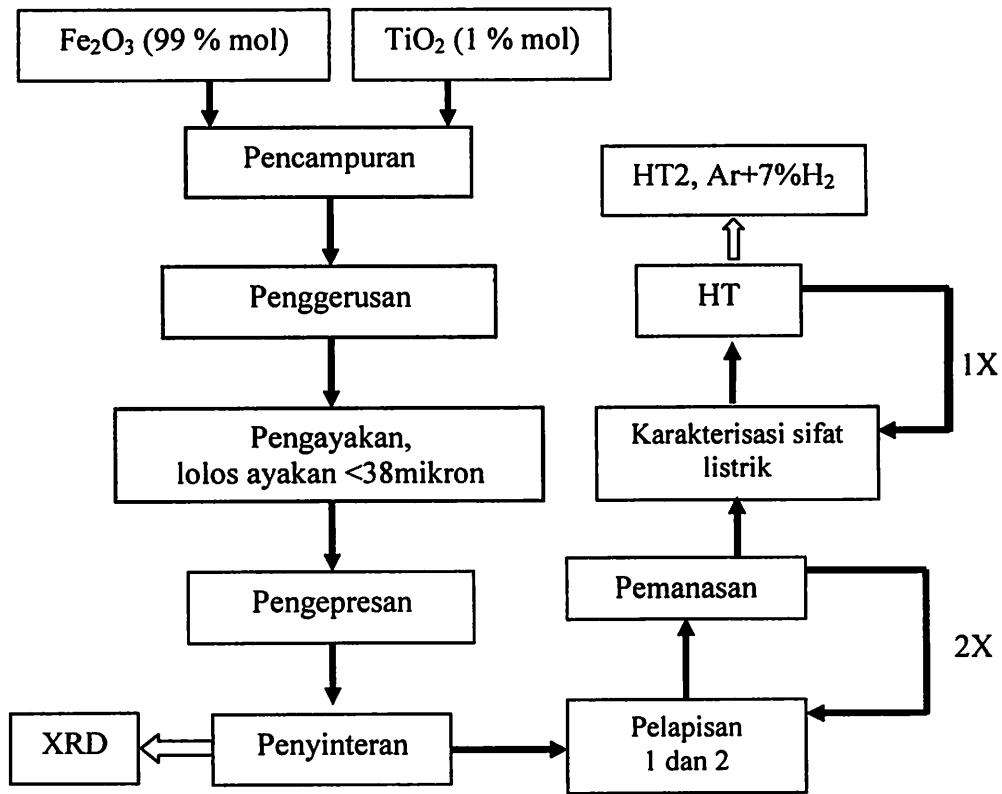
Gambar 2. Pola penyinteran.



Gambar 3. Pola pemanasan metalisasi.



Gambar 4. Pola perlakuan panas (HT1).



### Gambar 5. Diagram alir tata kerja.

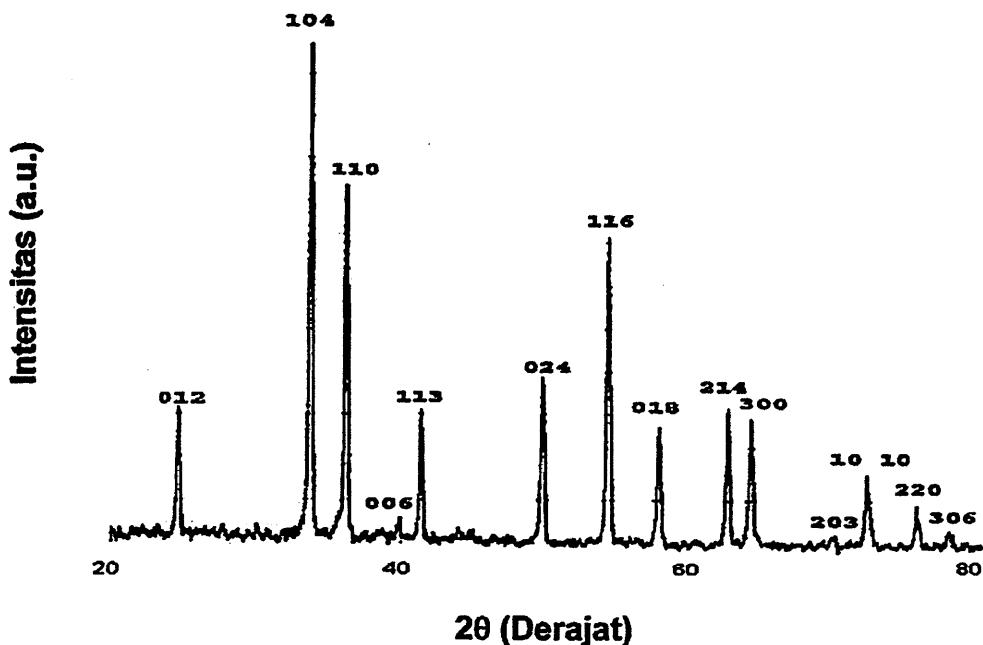
## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

## **Analisis difraksi sinar-X (XRD)**

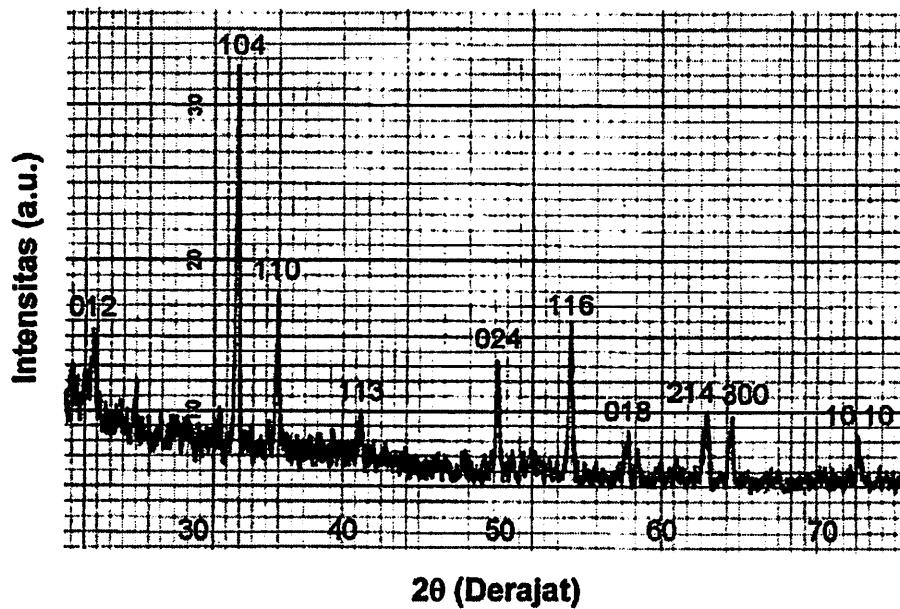
Sintesis sampel keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan aditif  $\text{TiO}_2$  sebanyak 1 % mol yang selanjutnya disebut keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ :1mTi dan keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  murni sebagai pembanding telah dilakukan dengan baik. Pola difraksinya diperlihatkan pada Gambar 6 dan 7. Pola difraksi ini bersesuaian dengan pola difraksi hematit dari JCPDS no. 33-0664<sup>10)</sup>. Seperti tampak pada Gambar 7, tidak terdapat puncak dari  $\text{TiO}_2$ . Semua puncak Gambar 7 bersesuaian dengan puncak-puncak Gambar 6 untuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  murni. Kemungkinan  $\text{TiO}_2$  sebagian atau seluruhnya telah larut padat di dalam  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Jika hanya sebagian  $\text{TiO}_2$  yang larut, maka karena jumlah  $\text{TiO}_2$  yang tidak larut lebih kecil dari pada ketelitian alat, maka keberadaannya tidak terdeteksi. Untuk memastikan apakah  $\text{TiO}_2$  larut seluruhnya atau sebagian diperlukan data dari struktur mikro dan karakteristik listrik. Kedua data ini dapat digunakan untuk mengkonfirmasi hal tersebut secara tidak langsung.

**Struktur Mikro**

Struktur mikro dari keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  murni (tanpa  $\text{TiO}_2$ ) diperlihatkan pada Gambar 8a dan dari keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  pada Gambar 8b. Ukuran butir keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  tampak beragam dengan distribusi ukuran yang lebar di mana terdapat ukuran butir yang sangat besar dan sangat kecil secara bersamaan. Sementara ukuran butir keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  cenderung lebih kecil dengan distribusi ukuran butir yang sempit di mana perbedaan ukuran antara satu butir dan butir lainnya kecil. Karena kedua keramik ini disinter pada suhu dan waktu yang sama, maka penyebab perbedaan ukuran dan distribusi ini adalah aditif  $\text{TiO}_2$ . Secara teoritis jika seluruh aditif  $\text{TiO}_2$  yang ditambahkan larut padat di dalam  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan membentuk cacat kekosongan oksigen sesuai persamaan (3), maka seharusnya tidak terdapat perubahan ukuran butir. Di lain pihak, bila seluruh aditif  $\text{TiO}_2$  larut padat dan membentuk cacat kekosongan  $\text{Fe}$  ( $V_{\text{Fe}}$ ), maka seharusnya ukuran butir keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  lebih besar dari pada ukuran butir keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  murni.



Gambar 6. Pola difraksi keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang disinter pada suhu  $1200^\circ\text{C}$  selama 1 jam di udara.



Gambar 7. Pola difraksi keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  (1% mol  $\text{TiO}_2$ ) yang disinter pada suhu  $1200^\circ\text{C}$  selama 1 Jam di udara.

Data struktur mikro menunjukkan bahwa ukuran butir keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  lebih kecil dari pada ukuran butir keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  murni. Maka kemungkinan penyebab dari keadaan ini adalah pertama, aditif  $\text{TiO}_2$  seluruhnya tidak larut padat di dalam  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan tersegregasi di batas butir tetapi tidak terdeteksi oleh difraksi

sinar-X, lalu menghalangi pertumbuhan butir keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan menyebabkan ukuran butir keramik ini menjadi lebih kecil. Kedua, sebagian dari aditif  $\text{TiO}_2$  larut padat mengikuti reaksi persamaan (3) dan sebagian lagi tidak larut padat dan tersegregasi di batas butir, lalu menghalangi pertumbuhan butir dan

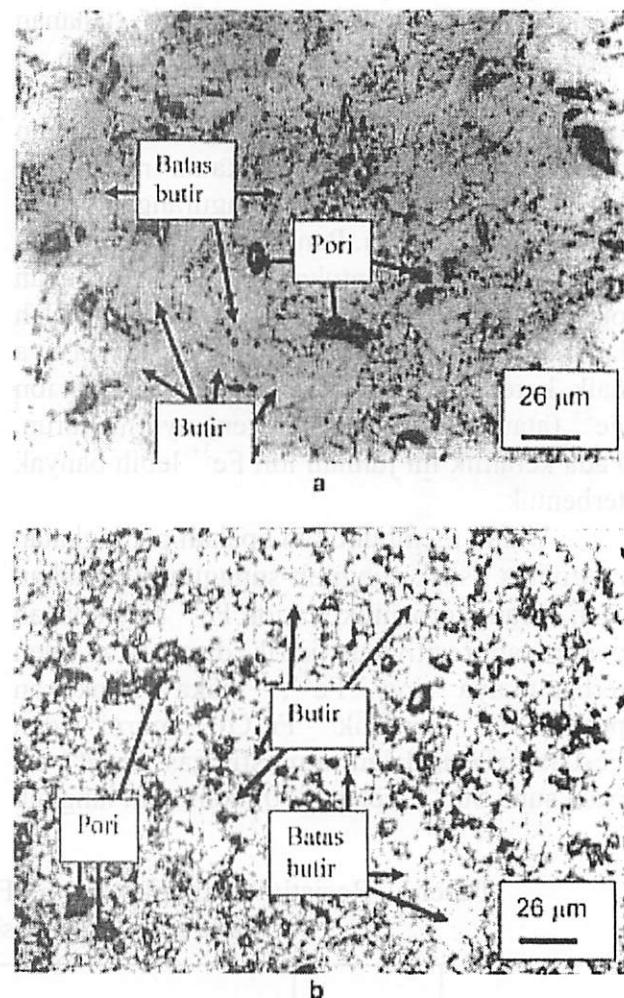
menghasilkan keramik dengan ukuran butir yang lebih kecil. Ketiga, sebagian dari aditif  $TiO_2$  larut padat mengikuti reaksi persamaan (4) dan sebagian lagi tidak larut padat dan tersegregasi di batas butir, lalu menghalangi pertumbuhan butir dan menghasilkan keramik dengan ukuran butir yang lebih kecil.

Konsekuensi dari kemungkinan pertama adalah bahwa ukuran butir keramik menjadi lebih kecil dan tahanan listrik dari keramik ini relatif tidak berubah atau menjadi lebih besar. Sementara konsekuensi dari kemungkinan kedua adalah, keramik ini akan mempunyai ukuran butir yang lebih kecil, tetapi tahanan listrik keramik ini menjadi lebih kecil (lebih konduktif) karena terbentuknya elektron yang menambah jumlah elektron di pita konduksi. Konsekuensi dari kemungkinan ketiga adalah keramik ini akan mempunyai ukuran butir yang sama, lebih besar atau lebih kecil, tergantung pada pengaruh cacat kekosongan Fe ( $V_{Fe}$ ) dan  $TiO_2$  yang tersegregasi di batas butir terhadap pertumbuhan butir. Jika pengaruh  $V_{Fe}$  lebih besar, maka ukuran butir keramik  $Fe_2O_3:1mTi$  akan lebih besar dan sebaliknya jika pengaruh  $TiO_2$  yang tersegregasi lebih besar, maka ukuran butir keramik  $Fe_2O_3:1mTi$  akan lebih kecil dengan catatan kedua kondisi tersebut tidak menghasilkan keramik yang tahanan listriknya lebih kecil karena tidak terdapat pertambahan elektron pita konduksi. Data karakteristik listrik yang akan dibahas akan mengkonfirmasi kemungkinan mana yang paling sesuai untuk kasus yang terjadi pada penelitian ini.

### Karakteristik Listrik

Harga resistivitas listrik suhu ruang keramik  $Fe_2O_3$  murni dan keramik  $Fe_2O_3$  dengan penambahan aditif  $TiO_2$  sebesar 1% mol ( $Fe_2O_3:1mTi$ ) diperlihatkan pada Tabel 1. Dapat dilihat pada Tabel 1 bahwa resistivitas listrik suhu ruang keramik  $Fe_2O_3$  menurun secara drastis dengan penambahan aditif  $TiO_2$  sebesar 1 % mol. Perbedaan resistivitas listrik di antara kedua keramik tersebut ( $Fe_2O_3$  murni dan  $Fe_2O_3:1mTi$ ) sangat kontras. Sebagian atau seluruh dari aditif  $TiO_2$  yang ditambahkan telah larut padat di dalam keramik  $Fe_2O_3$ .

Penurunan resistivitas listrik menjadi indikasi adanya penambahan elektron sebagai pembawa muatan setelah penambahan  $TiO_2$ . Konsekuensinya adalah bahwa masuknya  $TiO_2$  ke dalam kisi  $Fe_2O_3$  akan mengikuti persamaan (3) yang menghasilkan elektron bebas untuk pita konduksi dan tidak mengikuti persamaan (4) yang tidak menghasilkan elektron bebas. Elektron ini dilepaskan oleh cacat kekosongan oksigen ( $V_O$ ) baik yang bermuatan tunggal ( $V_O^+$ ) maupun ganda ( $V_O^{++}$ ) seperti terlihat pada Gambar 1. Cacat-cacat ini merupakan donor bagi  $Fe_2O_3$  di mana posisinya dekat dengan pita konduksi.



Gambar 8. Struktur mikro pelet keramik hasil penyinteran pada suhu  $1200^\circ C$ .  
a.  $Fe_2O_3$  murni, b.  $Fe_2O_3:1mTi$ .

Kurva pada Gambar 9 memperlihatkan bahwa resistivitas listrik keramik  $Fe_2O_3:1mTi$  baik awal (hasil sinter) maupun hasil

perlakuan panas (HT) memenuhi persamaan termistor (persamaan (5)) di mana titik-titik data berimpit dengan garis fit (fitting curve) yang diambil dari persamaan (5). Dari data Gambar 9 dan Tabel 2, dapat dilihat bahwa resistivitas listrik keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  hasil perlakuan panas (HT1) lebih besar dari pada resistivitas suhu ruang keramik yang sama hasil sinter (awal) meski besarnya masih jauh di bawah resistivitas listrik keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  murni. Sementara itu harga konstanta termistor dan sensitivitasnya relatif tetap. Hal ini memperlihatkan bahwa perlakuan panas yaitu pemanasan pada suhu  $750^\circ\text{C}$  dengan pendinginan yang lambat ( $2^\circ\text{C}$  permenit) menghasilkan keramik yang resistif (tahanan listrik membesar). Jika pembawa muatan di dalam keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  adalah elektron yang berasal dari terbentuknya cacat kekosongan oksigen ( $V_o$ ), maka peningkatan resistivitas listrik disebabkan oleh pengurangan cacat kekosongan oksigen. Pendinginan yang lambat mengurangi pembentukan cacat kekosongan oksigen atau pembentukan ion  $\text{Fe}^{2+}$ . Oleh karena itu pada keramik yang resistivitasnya naik karena pendinginan lambat, jumlah ion  $\text{Fe}^{2+}$  (atau kekosongan oksigen) nya menurun. Pada keramik ini jumlah ion  $\text{Fe}^{3+}$  lebih banyak terbentuk.

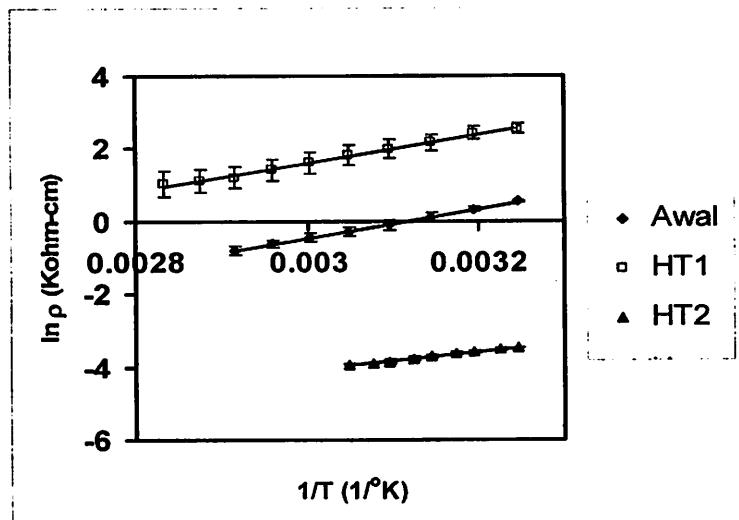
Untuk membuktikan apakah peningkatan resistivitas listrik sungguh-sungguh disebabkan oleh kurang terbentuknya ion  $\text{Fe}^{2+}$  atau apakah penurunan resistivitas listrik disebabkan oleh terbentuknya ion  $\text{Fe}^{2+}$ , maka dilakukan pemanasan keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  murni dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  di dalam atmosfir gas  $\text{Ar}+7\% \text{ H}_2$  pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 10 menit dan langkah

ini disebut HT2. Sebagaimana dapat dilihat pada Tabel 2, harga resistivitas listrik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  murni jauh menurun setelah langkah HT2. Hal ini membuktikan bahwa pembentukan ion  $\text{Fe}^{2+}$  berbanding lurus dengan penambahan jumlah pembawa muatan, dalam hal ini elektron. Makin banyak ion  $\text{Fe}^{2+}$  terbentuk, maka makin banyak elektron terbentuk. Sebaliknya, makin sedikit ion  $\text{Fe}^{2+}$  terbentuk, maka makin sedikit pula elektron terbentuk. Jika cacat kekosongan oksigen telah terbentuk yang secara teoritis berarti telah dihasilkan elektron, maka penurunan resistivitas keramik ini setelah perlakuan panas di dalam gas reduktif dapat disebabkan oleh telepasnya elektron yang terikat oleh ion kisi (lattice ion) ke pita konduksi.

Berdasarkan data karakteristik listrik di atas dan dikaitkan dengan pembentukan struktur mikro Gambar 8, maka pembentukan struktur mikro  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  mengikuti kemungkinan kedua (dibahas di sub judul Struktur Mikro) yaitu sebagian aditif  $\text{TiO}_2$  larut padat di dalam  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan sebagian lagi tersegregasi di batas butir. Aditif  $\text{TiO}_2$  yang arut padat menghasilkan cacat kekosongan oksigen dan elektron, dan sebagian  $\text{TiO}_2$  yang tersegregasi (tidak terdeteksi oleh difraksi sinar-X) telah menghambat pertumbuhan butir. Hasilnya, keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  memiliki resistivitas listrik dan ukuran butir yang lebih kecil jika dibandingkan dengan keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  murni seperti diperlihatkan oleh data-data pada penelitian ini.

Tabel 1. Resistivitas listrik keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  hasil penyinteran pada suhu  $1200^\circ\text{C}$  selama 1 jam di udara.

No.	Keramik	Resistivitas listrik suhu ruang ( $\rho_{SR}$ ) (Kohm-cm)
1.	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$(27,00 \pm 7,60) \times 10^6$
2.	$\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$	$18,37 \pm 2,13$



Gambar 9. Hubungan antara  $\ln \rho$  dan  $1/T$  keramik termistor  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  untuk tiga kondisi yang berbeda (Awal, HT1 dan HT2).

Tabel 2. Data konstanta termistor (B), sensitivitas ( $\alpha$ ) dan tahanan jenis listrik ( $\rho_{SR}$ ) keramik termistor  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  hasil sinter (awal) dan hasil perlakuan panas (HT1 dan HT2).

No.	Kondisi	B ( $^{\circ}\text{K}$ )	$\alpha$ ( $\%/\text{ }^{\circ}\text{K}$ )	$\rho_{SR}$ (Kohm-cm)
1.	Awal	$4032 \pm 226$	$4,48 \pm 0,25$	$2,40 \pm 0,10$
2.	HT1	$3932 \pm 493$	$4,37 \pm 0,55$	$18,37 \pm 2,13$
3.	HT2	$2511 \pm 52$	$2,83 \pm 0,06$	$0,04 \pm 0,00$
4.	Keramik $\text{Fe}_2\text{O}_3$ murni hasil proses HT2			$148750,00 \pm 350,00$

## KESIMPULAN

Penambahan  $\text{TiO}_2$  sebanyak 1 % mol telah menyebabkan keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  hasil sinter mengalami penurunan resistivitas listrik yang drastis karena ion  $\text{Ti}^{4+}$  dari  $\text{TiO}_2$  telah masuk ke subkisi Fe di dalam kisi  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan menghasilkan tambahan elektron di pita konduksinya. Sebagian  $\text{TiO}_2$  tersegregasi dan menghambat pertumbuhan butir sehingga keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  memiliki ukuran butir yang lebih kecil dari pada keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Perlakuan panas yaitu dengan memanaskan keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  hasil sinter pada suhu  $750^{\circ}\text{C}$ , lalu menurunkan suhunya dengan kecepatan  $2^{\circ}\text{C}$  permenit ke suhu ruang menyebabkan peningkatan resistivitas listrik suhu ruang ( $\rho_{SR}$ ) keramik tersebut, namun pengaruh perlakuan panas ini terhadap konstanta termistor (B) tidak terlihat secara

signifikan. Peningkatan harga resistivitas listrik tersebut disebabkan oleh kurang terbentuknya ion  $\text{Fe}^{2+}$  (sebanding dengan kekosongan oksigen) di dalam keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  hasil perlakuan panas akibat kecepatan pendinginan yang sangat lambat, padahal kekosongan oksigen adalah sumber elektron bagi pita konduksi. Di sisi lain perlakuan panas di dalam gas reduktif pada suhu relatif rendah dapat menurunkan resistivitas listrik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  karena akibat perlakuan ini di dalam keramik  $\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{mTi}$  banyak terbentuk ion  $\text{Fe}^{2+}$  dan banyak elektron terlepas ke pita konduksi.

Pemanasan pada suhu  $750^{\circ}\text{C}$  di udara dengan pendinginan lambat dapat digunakan sebagai cara untuk menaikkan resistivitas listrik dan pemanasan pada suhu  $500^{\circ}\text{C}$  di dalam atmosfer reduktif (gas  $\text{Ar}+\text{H}_2$ ) dapat

menjadi cara untuk menurunkan tahanan listrik keramik  $Fe_2O_3:1mTi$  di dalam proses pembuatannya.

### Ucapan Terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada Sdr. Yudi Setiadi dan Sdr. M. Yamin dari Kelompok Fisika Bahan PTNBR-BATAN yang telah membantu masing-masing dalam pengambilan data difraksi sinar-X (XRD) dan dalam pengepresan sampel.

### DAFTAR PUSTAKA

1. Syarif D. G., Guntur, D. S., Sukirman Engkir, Yamin, M., Karakterisasi Termistor NTC yang Dibuat dari Serbuk Hasil Proses Kopresipitasi Magnetit Asal Garut, Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia, 2004, Vol.V, No.2, BATAN.
2. Syarif D.G., Guntur, D. S., Yamin, M., Pembuatan Keramik Termistor NTC Berbahan Dasar Mineral Yarosit dan Evaluasi Karakteristiknya, Juni 2005, Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknik Nuklir, P3TkN-BATAN Bandung.
3. Kingery, W.D., Bowen, H.K., Uhlmann, D.R., "Introduction to Ceramics", 1976, John Wiley&Sons, NY.
4. Jung Hyung J., Metal Oxide Group Thermistor Material, US Patent No.5246628.
5. Park, K., Han, I. H., Effect of  $Al_2O_3$  Addition on the Microstructure and Electrical Properties of  $(Mn_{0.37}Ni_{0.3}Co_{0.33-x}Al_xO_4)$  NTC Thermistor, 2005, Materials Science and Engineering B 119, 55.
6. Na Eun Sang, Gyu Paik Un, Choi Sung Churi, The Effect of a Sintered Microstructure on the Electrical Properties of a Mn-Co-Ni-O Thermistor, Journal of Ceramic Processing Research 2001, Vol.2 No.1.
7. Barsoum Michel, "Fundamentals of Ceramics", 1997, McGraw-Hill.
8. Moulson, A. J., Herbert, J. M., "Electro Ceramics", 1990, Chapman & Hall, N.Y.
9. Park. K., Bang, D. Y., Electrical Properties of Ni-Mn-Co-Fe Oxide Thick-Film NTC Thermistors Prepared by Acreen printing, Journal of Materials Science : Materials in Electronics 14, 2003.
10. Anonymous, Standard Diffraction Profile for Hematite, JCPDS No. 33-0664.