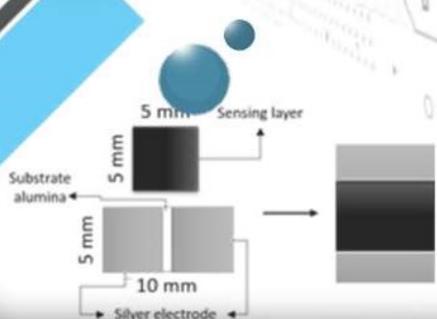
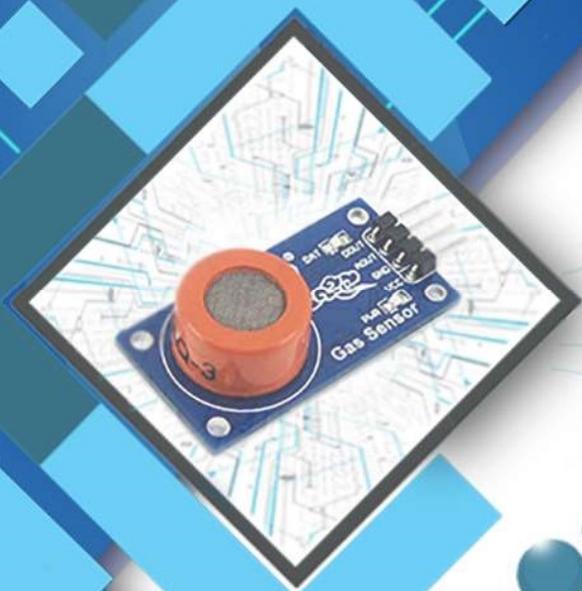


Dr. Hasniah Aliah, dkk

# Teknologi Film Tebal sebagai Detektor Formalin dan Etanol



PUSAT PENELITIAN DAN PENERBITAN  
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT  
UIN SUNAN GUNUNG DJATI BANDUNG  
2018

**Teknologi *Film Tebal***  
**sebagai Detektor Alkohol Dan Formalin**

Hak Cipta © 2018 dilindungi undang-undang

Hak cipta pada Penulis

---

Hasniah Aliah, dkk

---

Teknologi Film Tebal sebagai Detektor Formalin dan  
Etanol

Oleh Hasniah Aliah, dkk. Bandung.

e-mail: [hasniahaliah@uinsgd.ac.id](mailto:hasniahaliah@uinsgd.ac.id)

---

ISBN 978-602-582-326-8



# **Teknologi *Film Tebal* Sebagai Detektor Alkohol Dan Formalin**

## **Penulis**

Dr. Hasniah Aliah

Dr. Wahyudin Darmalaksana

Dr. Andhy Setiawan

Asti Sawitri, M.Si

Dr. Adam Malik

Ryan Nur Iman, S.Si

## **Penasehat Ahli**

Dr. Dani Gustaman Syarif, M.Eng

**PUSAT PENELITIAN DAN PENERBITAN  
LP2M-UIN SUNAN GUNUNG DJATI BANDUNG  
2018**

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala karuniaNya sehingga penulisan buku dengan judul “Teknologi Film Tebal Sebagai Detektor Formalin dan Etanol“ dapat diselesaikan dengan baik.

Indonesia merupakan negara dengan penduduk Muslim terbesar di dunia. Anjuran kepada umat Islam untuk mengkonsumsi makanan/minuman yang halal dan baik menjadi tantangan bagi para ilmuwan khususnya di bidang material untuk berinovasi dalam menciptakan sensor yang dapat mendeteksi kandungan gas dalam bahan konsumsi tersebut. Alkohol dan formalin merupakan dua sampel gas yang mungkin saja terkandung dalam bahan konsumsi masyarakat.

Materi yang disajikan dalam buku ini meliputi berbagai metode sintesis nanomaterial sebagai material aktif pada sensor gas. Selanjutnya, dibahas pula beberapa teknik fabrikasi keramik sensor. Dalam buku ini dijabarkan secara rinci mengenai sintesis nanomaterial  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  dengan menggunakan metode presipitasi. Lebih lanjut, fabrikasi nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  menggunakan teknik *screen*

*printing* diuraikan lebih khusus. Sifat-sifat fisis nanokeramik yang dihasilkan meliputi morfologi permukaan, ukuran butir, dan sifat listrik sensor diharapkan dapat menjadi landasan dalam tahapan aplikasi selanjutnya.

Buku ini ini tentunya tidak lepas dari segala kekurangan dan kelemahan. Untuk itu, penulis membuka diri atas segala kritik dan saran yang bersifat membangun. Semoga karya sederhana ini dapat bermanfaat untuk kemajuan ilmu fisika material dan masyarakat Muslim.

Bandung, 18 Oktober 2018

Penulis



|  |    |
|--|----|
| 3.2.1 Struktur Kristal dan Fase Reaksi.....  | 29 |
| 3.2.2 Karakteristik Morfologi .....  | 41 |
| 3.2.3 Karakteristik listrik nanokeramik<br>pada gas target alkohol dan<br>formalin ..... | 47 |
| Referensi .....  | 69 |
| Lampiran .....   | 76 |

## Daftar Gambar

|                   |   |    |
|-------------------|---|----|
| <b>Gambar 2.1</b> | Tiga tahap penting dalam proses presipitasi .....                         | 9  |
| <b>Gambar 2.2</b> | Ilustrasi proses milling menggunakan metode HEM [22] .....                | 10 |
| <b>Gambar 2.3</b> | Proses sintesis dengan metode sol-gel [22] .....                          | 11 |
| <b>Gambar 2.4</b> | Tahapan proses Hidrotermal [24] .....                                     | 14 |
| <b>Gambar 2.5</b> | Alat dan bahan yang digunakan .....                                       | 16 |
| <b>Gambar 2.6</b> | Diagram alir sintesis nanomaterial $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ .....            | 18 |
| <b>Gambar 2.7</b> | Serbuk $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0$ dan $0.1$ ) [19] .....             | 19 |
| <b>Gambar 3.1</b> | Proses deposisi lapisan menggunakan metode spin coating [25] .....        | 22 |
| <b>Gambar 3.2</b> | Mekanisme spray pada reaktor spray pyrolysis [27] .....                   | 24 |
| <b>Gambar 3.3</b> | Proses deposisi lapisan melalui PVD [29] .....                            | 25 |
| <b>Gambar 3.4</b> | Peralatan screen printing : a) screen berukuran 225 mesh, b) scooze ..... | 27 |

|                    |  |    |
|--------------------|--|----|
| <b>Gambar 3.5</b>  | Skema pembuatan sensor gas menggunakan metode <i>screen printing</i> ...   | 29 |
| <b>Gambar 3.6</b>  | Peralatan X-Ray Diffractometry [32] ....   | 30 |
| <b>Gambar 3.7</b>  | Model pantulan sinar-x dari kristal menurut Hukum Bragg [33] .....   | 32 |
| <b>Gambar 3.8</b>  | Profil dan hasil analisis XRD: (a) $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0$ ) $T = 800$ °C dan $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0,1$ ): b) $T = 800$ °C, (c) $T = 700$ °C, (d) $T = 600$ °C ..... | 33 |
| <b>Gambar 3.9</b>  | Elektron berenergi tinggi mengenai permukaan sampel [20] .....   | 42 |
| <b>Gambar 3.10</b> | Profil permukaan nanokeramik $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0,1$ mol) pada suhu pembakaran (a) $800$ °C, (b) $700$ °C dan (c) $600$ °C .....   | 43 |
| <b>Gambar 3.11</b> | Gambar penampang nanokeramik $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0,1$ mol) pada suhu pembakaran (a) $800$ °C, (b) $700$ °C dan (c) $600$ °C .....   | 47 |
| <b>Gambar 3.12</b> | Set alat uji listrik .....   | 48 |
| <b>Gambar 3.13</b> | Karakteristik sensor (a) $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0$ mol) dan $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0,1$  |    |

|                    |  |    |
|--------------------|--|----|
|                    | mol) pada suhu pembakaran: (b) 800 °C,<br>(c) 700 °C dan (d) 600 °C .....  | 51 |
| <b>Gambar 3.14</b> | a) Mekanisme adsorpsi molekul gas dan model potensial penghalang sensor tipe-P saat berinteraksi dengan molekul gas: a) Oksigen, b) alkohol [50] .....                     | 56 |
| <b>Gambar 3.15</b> | Respon sensor (a) $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0$ mol) dan $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0,1$ mol) 800 °C, (c) 700 °C dan (d) 600 °C .....                                  | 57 |
| <b>Gambar 3.16</b> | Nilai konstanta alfa (a) $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0$ mol) dan $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0,1$ mol) pada suhu pembakaran: (b) 800 °C, (c) 600 °C dan (d) 700 °C ..... | 62 |
| <b>Gambar 3.17</b> | a) Prilaku sensor, b) respon sensor, c) konstanta alfa dan d) energi aktivasi .....  | 66 |

## Daftar Tabel

|                  |   |    |
|------------------|---|----|
| <b>Tabel 3.1</b> | Posisi puncak-puncak difraksi nanokeramik $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0$ mol) yang dibakar pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$ .....   | 46 |
| <b>Tabel 3.2</b> | Posisi puncak-puncak difraksi nanokeramik $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0,1$ mol) yang dibakar pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$ ..... | 47 |
| <b>Tabel 3.3</b> | Posisi puncak-puncak difraksi nanokeramik $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0,1$ mol) yang dibakar pada suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ ..... | 48 |
| <b>Tabel 3.4</b> | Posisi puncak-puncak difraksi nanokeramik $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ ( $x = 0,1$ mol) yang dibakar pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ ..... | 49 |
| <b>Tabel 3.5</b> | Energi masing-masing nanokeramik pada setiap konsentrasi etanol dari 100-300 ppm .....  | 70 |

## Bab I Pendahuluan

Perdagangan pasar bebas merupakan salah satu efek dari era globalisasi. Akibatnya terjadi luapan lalu lintas perdagangan yang semakin tak terbandung. Hal ini seharusnya disertai dengan tingkat pengawasan distribusi produk. Namun, di lapangan tentu saja masih banyak kelalaian hingga masih ada produk yang mengandung alkohol bahkan yang belum mempunyai label halal dari Majelis Ulama Indonesia (MUI).

Dalam Al-Qur'an Allah SWT berfirman pada surat Al- Maidah ayat 87-88:

يَا أَيُّهَا الَّذِينَ آمَنُوا لَا تَحْرُمُوا لِأَتَحْرَمُوا مَوَاطِئَ مَا أَحَلَّ اللَّهُ لَكُمْ

وَلَا تَعْدُوا إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ الْمُعْتَدِينَ 87

وَكُلُوا مِمَّا رَزَقَكُمُ اللَّهُ حَلالًا طَيِّبًا تَقْوَالَهُ الذَّنَانِمَ بِهِ

مُؤْمِنُونَ 88

### **Artinya:**

*“Wahai orang-orang yang beriman, janganlah kamu haramkan apa yang baik yang telah dihalalkan Allah kepadamu, dan janganlah kamu melampaui batas.*

*Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang melampaui batas(87) Dan makanlah dari apa yang telah diberikan Allah kepadamu sebagai rezeki yang halal dan baik, dan bertakwalah kepada Allah yang kamu beriman kepada-Nya(88).” [1]*

Selain itu, larangan mengonsumsi *khamr* juga terdapat dalam hadist Nabi SAW:

كُلُّ مُسْكِرٍ خَمْرٌ ، وَكُلُّ خَمْرٍ حَرَامٌ

*Artinya:”Setiap yang memabukkan adalah khamr, dan setiap khamr adalah haram.” (H.R. Muslim). [2]*

Fatwa MUI tentang alkohol menyatakan bahwa makanan/minuman yang mengandung alkohol hukumnya haram untuk dikonsumsi [3]. Alkohol merupakan sumber adanya *khamr* yang dapat membuat penggunanya lupa diri akibat kehilangan akal. Oleh karena itu, dibutuhkan perangkat sensorik/detektor yang dapat menguji kandungan alkohol pada bahan-bahan konsumsi yang mencakup makanan dan minuman supaya tidak ada keraguan lagi dalam mengonsumsi.

Perangkat sensor yang ada saat ini sebagian besar merupakan barang impor sehingga berpengaruh pada

harga jualnya. Oleh karena itu dibutuhkan usaha untuk membuat detektor lokal dari bahan lokal Indonesia seperti mineral alam yarosit yang mengandung  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Upaya ke arah pemenuhan perangkat sensor gas berbasis bahan lokal memerlukan tahapan penelitian yang cukup panjang melalui berbagai eksperimen hingga dihasilkannya produk yang diterima pasar. Namun demikian penelitian tentang semikonduktor film tebal  $\text{Mn}_{(x)}\text{Zn}_{(2-x)}\text{FeO}_4$  ( $x=0$  dan  $0,1$ ) ini menjadi permulaan untuk dikembangkan di masa yang akan datang.

Sensor gas adalah suatu divais elektronik yang bekerja dengan cara mengubah interaksi kimia menjadi sinyal listrik [4, 5]. Devais ini dapat difabrikasi dari berbagai material [6, 7]. Salah satu kandidat yang sering digunakan ialah semikonduktor oksida logam (*metal oxide semocinductor* =MOS). Kelebihan material sensor berbasis MOS ialah memiliki luas area yang besar [4]. Beberapa paduan MOS yang sering digunakan sebagai material sensor gas diantaranya  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  [8, 9, 10, 11, 12, 13].

Penelitian tentang sensor gas berbasis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  telah dilakukan para peneliti [14, 7, 13, 14, 15]. Umumnya hasil

yang didapatkan memiliki suhu operasi yang tinggi dan stabilitas rendah meskipun memiliki sensitivitas, waktu respons dan waktu pulih yang baik. Ini menjadi tantangan peneliti untuk dapat membuat sensor gas berbasis MOS yang bersuhu rendah dan memiliki sensitivitas tinggi. Dalam penelitian sebelumnya doping MnO (Mangan [II] oksida) telah dilakukan terhadap Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Diperoleh suhu operasi pada 150 – 200 °C, namun kecenderungan sensitivitasnya terhadap peningkatan konsentrasi gas etanol yang diumpankan bersifat acak [16]. Oleh karena itu, dalam penelitian ini penambahan ZnO dan Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dilakukan pada material sensor gas berbasis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Beberapa peneliti melaporkan bahwa penambahan ZnO digunakan untuk memperbaiki permukaan sensor yang berpengaruh terhadap kecepatan waktu respon dan pulih terhadap gas target, [15], [17]. Sementara penambahan Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diharapkan efektif mensubstitusi Fe<sup>(3+)</sup> dan menjadi *host*. Sehingga diperoleh sensor gas dengan suhu operasi rendah dan respon yang tinggi.

Dalam penelitian ini serbuk Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diperoleh dari hasil pemurnian mineral Yarosit dan Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dibuat dari Manganit. Keduanya disintesis menggunakan metode

presepitasi. Serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZnO}$  dan  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  dicampur dan dicetak menjadi film tebal yang terdiri dari dua variasi. Film tebal difabrikasi dengan menggunakan teknik *screen printing* dengan suhu pembakaran  $800^\circ\text{C}$ . Studi awal penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  terhadap respons film tebal semikonduktor  $\text{Mn}_{(x)}\text{Zn}_{(2-x)}\text{FeO}_4$  ( $x = 0$  dan  $0,1$ ). Film tebal dikarakterisasi menggunakan set alat uji listrik untuk mengetahui sifat listrik sensor. Diperoleh respon yang cukup besar dengan suhu kerja yang rendah [18]. Hasil ini masih perlu dioptimasi dengan mengubah parameter suhu pembakaran. Pada penelitian lanjutan ini suhu pembakaran nanokeramik diturunkan menjadi  $700$  dan  $600^\circ\text{C}$ . Karakteristik sensor yang difabrikasi pada suhu ini dipelajari dan dibandingkan dengan hasil sebelumnya [16].

## **Bab II** **Sintesis Material**

Nanomaterial dalam satu dekade ini menjadi topik penelitian yang sedang gencar-gencarnya dilakukan oleh para peneliti. Melihat banyaknya keunggulan dari nanomaterial ini menjadi objek penelitian para peneliti kontemporal.

Secara terminologi nanomaterial terdiri dari dua kata yaitu, nano dan material. Nano memiliki arti ukuran seper miliar ( $1/1.000.000.000$ ) meter. Menurut Abdullah (2008), ukuran nanometer dapat dianalogikan seperti diameter kelereng dengan panjang pulau Jawa. Dengan menganggap satu nanometer merupakan diameter kelereng dan panjang pulau Jawa sebesar satu meter [19]. Ukuran tersebut jauh lebih kecil dari partikel dalam kajian Newton dan lebih besar dari partikel kuantum [20]. Dengan begitu nanomaterial berarti material yang memiliki ukuran berskala nanometer.

Nanomaterial telah banyak diproduksi dan dimanfaatkan fungsinya dalam berbagai bidang. Seperti pada teknologi tinta pengaman pada uang dengan mengamati sifat pendarannya saat disinari sinar UV.

Nanomaterial juga diaplikasikan dalam teknik pengobatan kanker dimana partikel dapat langsung mendeteksi dan mengobati pada sel-sel kanker tersebut. Contoh lainnya adalah pada material sensor gas. Sensor gas dapat dibuat dengan menggunakan material MOS [6, 7], yaitu material semikonduktor yang terbuat dari bahan logam oksida. Material ini bekerja dengan prinsip-prinsip semikonduktor, dimana ketika diberikan perlakuan suhu maka karakteristik listriknya akan berubah. Sifat itulah yang menjadi prinsip dasar sensor gas berbasis MOS. Penggunaan nanomaterial CMOS sebagai devais sel surya juga banyak digunakan saat ini. Sel surya akan lebih efisien ketika ukuran materialnya lebih kecil karena berperan dalam proses eksitasi elektron. Sebagai fotokatalis, material yang berukuran kecil akan sangat reaktif dan berperan penting dalam mempercepat proses fotodegradasi. Penerapan lainnya pada partikel nanomagnetik, nanofluida sebagai pendingin reaktor/mesin, elektrolit padat dan dalam bidang lainnya.

## **2.1 Metode Sintesis Nanomaterial**

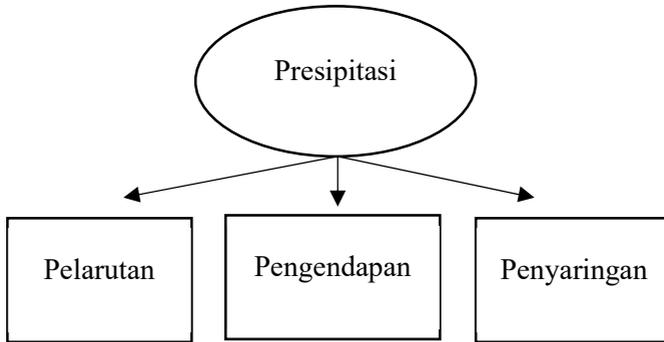
Nanomaterial dapat disintesis oleh peralatan baik yang canggih maupun yang masih konvensional. Dalam

penulisan buku ini penulis membatasi penulisan hanya fokus pada sintesis nanomaterial sensor gas.

Pada bagian ini akan diuraikan beberapa metode yang dapat digunakan untuk mensintesis nanomaterial sensor gas.

### **2.1.1 Presipitasi (Pengendapan)**

Presipitasi atau lebih akrab disebut dengan pengendapan merupakan salah satu metode kimia basah atau *Chemical Vapour Deposition (CVD)*. Metode ini sangat mudah, sederhana dan tidak memerlukan peralatan yang super canggih. Cukup dengan menggunakan *stirrer* yang dilengkapi pemanas. Karena pada metode ini hanya ada tiga tahap yang paling penting yaitu pelarutan, pengendapan dan penyaringan. Selibuhnya dilakukan menggunakan oven atau *furnace* untuk proses pengeringan. Untuk mendapatkan material dalam bentuk serbuk halus tinggal digerus menggunakan mortar. Gambar 2.1 menyajikan tiga tahap penting pada metode presipitasi.



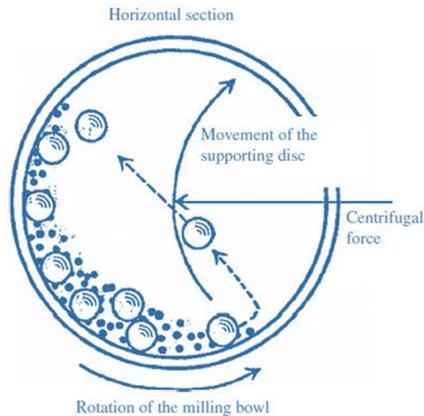
**Gambar 2. 1** Tiga tahap penting dalam proses presipitasi.

### **2.1.2 High Energy Milling (HEM)**

Metode ini pada prinsipnya hampir sama dengan metode sintesis sebelumnya. Hanya saja terdapat perbedaan dalam proses penggerusan/penggilingan material sampai berukuran nanometer. Proses penggilingan ini menggunakan sebuah tabung yang di dalamnya terdapat bola-bola besi. Bola besi inilah yang berfungsi sebagai penggerusnya.

Meskipun dengan metode ini kita dapat menghasilkan material dalam orde nano, namun terdapat beberapa kekurangan yang membatasi pemanfaatannya. Metode ini memerlukan waktu penggerusan yang relatif lama. Di samping itu, material yang dihasilkan

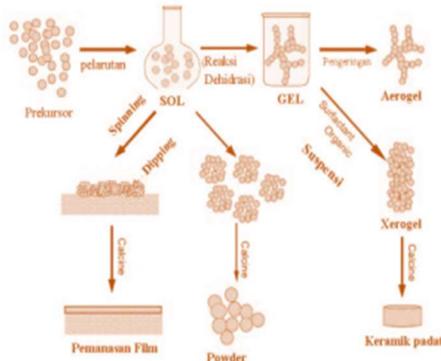
kemungkinan mengandung elemen pengotor dengan tingkat impuritas yang sangat tinggi. Karena pada saat penggerusan bola-bola besi itu saling bertumbukan dan dikhawatirkan ada molekul yang terputus ikatannya dalam sistem bola-bola tersebut. Sehingga bercampur dengan material yang sedang digerus. Ilustrasi proses milling menggunakan metode *HEM* nampak seperti pada Gambar 2.2.



**Gambar 2. 2** Ilustrasi proses milling menggunakan metode HEM [21].

### 2.1.3 Sol-Gel

Metode sol-gel merupakan metode yang melewati dua fasa, yaitu fasa sol (suspensi koloid) dan gel melalui reaksi dehidrasi.



**Gambar 2. 3** Proses sintesis dengan metode sol-gel [22]

Gambar 2.3 merepresentasikan sintesis nanomaterial menggunakan metode sol-gel. Mula-mula material dicampurkan dengan pelarut baik dengan air maupun larutan asam untuk membentuk campuran oksida. Proses tersebut akan menghasilkan fase sol. Untuk menghasilkan gel, maka air/cairan dalam bentuk sol di atas dihilangkan. Ukuran partikel dapat dikontrol pada saat transisi dari fase sol ke gel. Setelah itu gel dikalsinasi dan pada akhirnya didapatkan material dalam bentuk oksida.

Gambar 2.3 di atas menunjukkan tahapan sintesis nanomaterial dengan menggunakan metode sol-gel. Yang pertama (paling kiri), penumbuhan gel pada substrat untuk dijadikan lapisan melalui proses pemanasan. Dari yang

semula berbentuk gel setelah dipanaskan menjadi lapisan yang rata. Kedua (posisi tengah), dari fase sol kemudian menjadi material suspensi dan melalui kalsinasi berubah menjadi serbuk. Dan yang ketiga (paling kanan), setelah menjadi gel melalui reaksi dehidrasi dengan penambahan surfaktan organik yang banyak digunakan sebagai pencegah aglomerasi, gel berubah menjadi *xerogel* dan melalui kalsinasi produk yang dihasilkan berupa keramik padat [22].

#### ***2.1.4 Ionic Layer Adsorption and Reaction Method (ILDRM)***

Metode ini biasanya digunakan untuk membuat produk yang berstruktur komposit yang terdiri dari dua atau lebih material prekursor.

Misalkan akan disintesis komposit material A dan material B. Seperti yang telah dilakukan oleh Zhang *dkk* (2017) yang telah berhasil melaporkan sintesis komposit ZnO/ $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Material ZnO NRs (*nanorods*) yang diperoleh dari hasil sintesisnya dicelupkan ke dalam larutan Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> yang sebelumnya dilarutkan dengan pelarut sejenis etanol, pencelupan dilakukan pada suhu ruang. Selanjutnya setelah campuran tersebut terkumpul,

campuran dicuci menggunakan etanol absolut. Campuran kemudian ditambahkan larutan basa NaOH (natrium hidroksida). Setelah itu campuran dengan menggunakan *sentrifuge* dipisahkan sampai menjadi dua fasa (pelarut dan zat terlarut/endapan). Campuran dibasuh kembali menggunakan etanol, selanjutnya dikeringkan pada suhu 70 °C selama delapan jam dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 400 °C selama dua jam. Akhirnya didapatkan produk komposit ZnO/ $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [23].

### **2.1.5 Hidrotermal**

*Hidrotermal* berasal dari kata hidro yang berarti air dan termal yang berarti panas. Sehingga secara sederhana hidrotermal merupakan metode sintesis material yang menggunakan pemanasan air.



**Gambar 2. 4** Tahapan proses Hidrotermal [24].

Sampel yang berupa larutan dimasukkan ke dalam *autoclave* dan dipanaskan dengan suhu tertentu selama beberapa jam. Kemudian sampel didinginkan sampai mendekati suhu ruang dan dipisahkan hasil endapannya dan dikeringkan untuk mendapatkan material yang diinginkan [25]. Tahapan proses sintesis nanomaterial menggunakan metode hidrotermal seperti digambarkan pada Gambar 2.4.

## 2.2 Sintesis material $\text{Mn}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$

Dari beberapa metode yang diuraikan di atas, pada penelitian yang telah kami lakukan dibatasi dengan satu metode yaitu metode presipitasi. Pemilihan metode ini dikarenakan memiliki beberapa keunggulan diantaranya,

sederhana, mudah dilakukan, cepat dan tidak harus menggunakan peralatan yang mahal dan canggih seperti yang telah dijelaskan pada Sub Bab 2.1. Adapun tujuan dari sintesis nanomaterial ini yaitu untuk mendapatkan material  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  yang berstruktur *spinel*.

Pada penelitian yang telah kami lakukan ini, dalam sintesis nanomaterial  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  kami menggunakan beberapa material lokal Indonesia. Material lokal tersebut adalah mineral yarosit yang digunakan sebagai sumber  $Fe_2O_3$ , mineral manganit sebagai sumber  $Mn_2O_3$ . Sedangkan serbuk ZnO yang digunakan diperoleh secara komersil dengan merk dagang E-merck. Pada Gambar 2.5 nampak peralatan dan bahan yang digunakan dalam proses sintesis material ini. Bahan-bahan lainnya seperti HCl,  $NH_4OH$  dan air distilasi (akuades).



**Gambar 2. 5** Alat dan bahan yang digunakan.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah alat *screen printing* (Gambar 2.5h), satu set alat uji listrik (Gambar 2.5g), mikrometer sekrup (Gambar 2.5i). Adapun peralatan lainnya seperti *magnetic stirrer*, *furnace* berkapasitas panas 1000 °C, tungku pengering berkapasitas 200 °C, gelas beaker, pipet tetes, spatula, cawan dan peralatan lainnya.

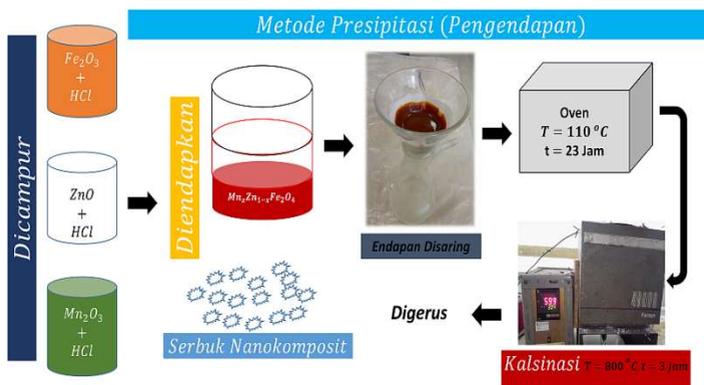
Dalam proses sintesis material ini, pertama sintesis  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dari mineral yarosit. Mineral yarosit sebanyak 20 gr dilarutkan menggunakan HCl 10M dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sampai homogen dengan

suhu 180 °C. Setelah homogen kemudian suhu pada *magnetic stirrer* diturunkan menjadi suhu ruang, lalu ditambahkan NH<sub>4</sub>OH sampai terbentuk endapan. Endapan disaring menggunakan kertas saring dan selanjutnya dikeringkan menggunakan suhu 110 °C selama 23 jam. Endapan yang telah kering kemudian dikalsinasi pada suhu 600 °C menggunakan *furnace* selama 3 jam.

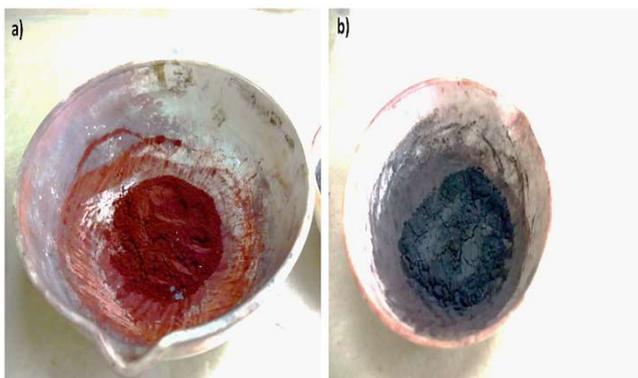
Selanjutnya, sintesis material Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Metode yang digunakan untuk mendapatkan material Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sama persis dengan metode yang digunakan pada proses sintesis Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hanya saja pada saat pelarutan manganit ditambahkan sedikit asam nitrat (HNO<sub>3</sub>). Penambahan asam nitrat ini dikarena tidak semua logam memiliki karakteristik kelarutan yang sama.

Setelah semua prekursor tersedia, selanjutnya masing-masing prekursor (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan ZnO) dilarutkan menggunakan HCl sampai homogen. Presentasi mol yang digunakan adalah 0% Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 50% ZnO : 50% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk sampel A. Sedangkan untuk sampel B presentase mol yang digunakan adalah 10% Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 40% ZnO : 50% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Berat total masing-masing sampel sebesar 4 gr. Ketiga larutan tersebut dicampur dan diaduk sampai homogen menggunakan *magnetic stirrer*

dengan suhu 80 °C. Setelah homogen selanjutnya diendapkan dengan NH<sub>4</sub>OH dan disaring. Hasil endapan dikeringkan menggunakan oven. Endapan yang kering dikalsinasi dengan suhu 800 °C selama 3 jam. Diagram alir proses sintesis nanomaterial Mn<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (x = 0 dan 0,1) ditunjukkan oleh Gambar 2.6 dan Gambar 2.7 menunjukkan material Mn<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang telah digerus menjadi serbuk halus.



**Gambar 2. 6** Diagram alir sintesis nanomaterial Mn<sub>x</sub>Zn<sub>1-x</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.



**Gambar 2. 7** Serbuk  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  : a)  $x = 0$  dan b)  $x = 0.1$  mol [18].

Dari Gambar 2.7 dapat dilihat bahwa penambahan  $Mn_2O_3$  secara fisik mempengaruhi warna serbuk yang terbentuk. Sampel dengan 0% mol  $Mn_2O_3$  memperlihatkan serbuk berwarna merah-bata sedikit keputih-putihan yang diperlihatkan oleh Gambar 2.7a. Sedangkan sampel dengan penambahan % mol  $Mn_2O_3$  yang cukup banyak yaitu sebesar 10%, serbuk memiliki warna hitam, seperti pada Gambar 2.7b.

Di samping itu, meskipun pada awalnya jumlah kposisi total sebanyak 4 gr. Namun setelah menjadi produk akhir kedua sampel memiliki berat sekitar 3,4 dan 3,25 gr. Kehilangan beberapa %berat ini diasusmsikan

terjadi kehilangan beberapa %mol dalam setiap tahapan proses sintesisnya. Dan bisa jadi dikarenakan masih terdapat impuritas pada prekursor, sehingga pada tahap pelarutan dan pengendapan, pengotor berhasil lolos dari proses penyaringan.

Metode sintesis material ini amat sangat sederhana. Dan dirasa untuk mempelajarinya juga tidak membutuhkan waktu yang panjang. Namun tetap kehati-hatian dan ketelitian dalam bereksperimen tidak boleh disepelekan. Dengan begitu maka dapat disimpulkan bahwa metode sintesis ini cukup efektif dalam membuat material sensor gas. Terkhusus dari apa yang telah kami lakukan dalam penelitian ini.

## **Bab III**

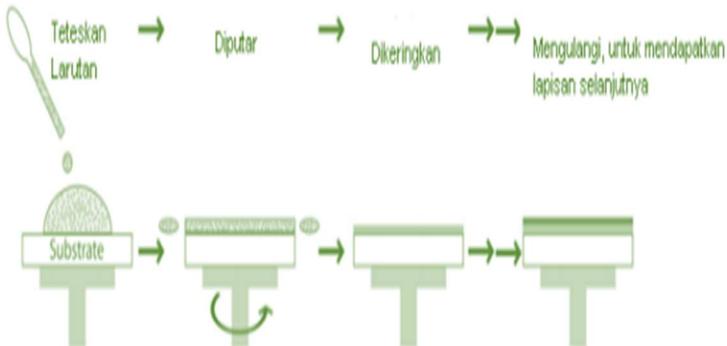
### **Fabrikasi dan Karakterisasi Nanokeramik**

#### **3.1 Fabrikasi sensor gas**

Dalam pembuatan sensor gas terdapat beberapa metode eksperimen yang dapat digunakan. Penggunaan metode eksperimen bergantung kepada dimensi produk akhir yang diinginkan. Ada yang berupa pellet, lapisan tipis (*thin film*) atau lapisan tebal (*thick film*) seperti penelitian ini. Beberapa metode fabrikasi sensor gas diuraikan di bawah ini.

##### **3.1.1 *Spin coating***

*Spin coating* adalah salah satu metode yang dapat digunakan sebagai pembentuk lapisan baik tebal maupun tipis. Material yang akan dilapiskan substrat diteteskan terlebih dahulu di atas substrat. Selanjutnya substrat yang menempel pada *spinner* diputar dalam waktu tertentu sesuai kebutuhan. Kemudian sampel dikeringkan. Jika ingin memiliki lapisan yang berlapis-lapis (*multilayer*), maka cukup dengan mengulangi prosesnya dari awal [26]. Gambar 3.1 merupakan proses pelapisan material yang akan dilapiskan pada substrat.



**Gambar 3. 1** Proses deposisi lapisan menggunakan metode spin coating [26].

Leitte dkk pada tahun 2006 telah melaporkan pengontrolan ketebalan lapisan tipis menggunakan material  $\text{SnO}_2$  dengan metode *spin coating*. Substrat silikon digunakan sebagai tempat untuk deposisi lapisan. Proses deposisi lapisan dilakukan menggunakan kecepatan *spinner* yang konstan pada suhu ruang [27, 26].

Etil selulosa dan terpineol alfa digunakan sebagai campuran untuk membuat *organic vehicle* (OV) yaitu pelarut dalam pembuatan pasta.

### 3.1.2 *Spray Pyrolysis*

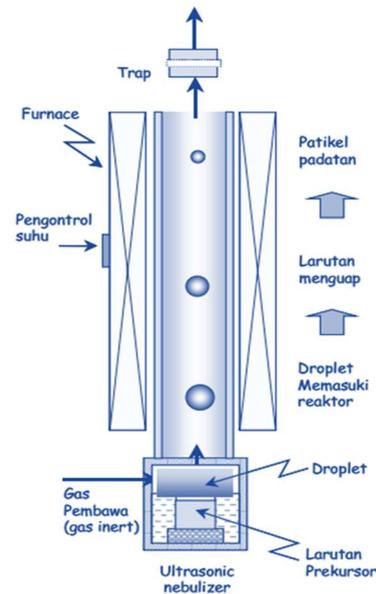
Kata *spray* tentunya sudah tak asing lagi di telinga kita. *Spray* sering digunakan dalam parfum, *hair spray*,

penyemprot untuk memandikan burung, obat anti nyamuk yang disemprot dan yang sejenisnya. *Spray* didefinisikan sebagai cara untuk membangkitkan droplet kecil yang berasal dari fase cair. Salah satu cara untuk menghasilkan droplet-droplet kecil yaitu dengan mengalirkan udara dengan kecepatan tinggi pada sebuah pipa dengan ukuran ujung lubang yang kecil dimana salah satu ujungnya terendam dalam medium cair.

*Spray* sering digunakan dalam pembuatan material berukuran mikro-nanometer. *Spray pyrolysis* merupakan salah satu metode *spray* yang dapat digunakan untuk membuat material dalam orde mikro hingga nanometer. Prinsip dasar *spray pyrolysis* yaitu proses penyemprotan menggunakan larutan yang dapat bereaksi pada suhu tinggi. Mekanisme *spray pyrolysis* dapat dilihat pada Gambar 3.2. Alat *spray pyrolysis* merupakan sebuah reaktor, terdiri dari *atomizer* dan tempat untuk menampung partikel. *Atomizer* ini berbentuk tabung yang berfungsi sebagai pembangkit droplet dan harus terbuat dari material yang memiliki titik leleh tinggi, sekitar 1000 °C, seperti *quartz*, *stainless steel* dan alumina [28].

Pada Gambar 3.2 dapat dilihat bagaimana mekanisme proses *spray* menggunakan reaktor *spray*

*pyrolysis*. Mula-mula ketika larutan prekursor dimasukkan, maka akan larutan akan dibawa oleh gas pembawa (*carrier gas*). Melewati droplet berukuran kecil, kemudian pelarut prekursor akan menguap karena suhu didalam reaktor sangat tinggi. Yang tersisa hanyalah padatan yang akan tetap mengalir bersama gas pembawa. Di dalam tabung bersuhu tinggi tersebut terjadi reaksi *pyrolysis*. Sebelum meninggalkan reaktor, partikel yang diharapkan telah terbentuk dan menempel pada medium pengumpul partikel (kolektor) [28].

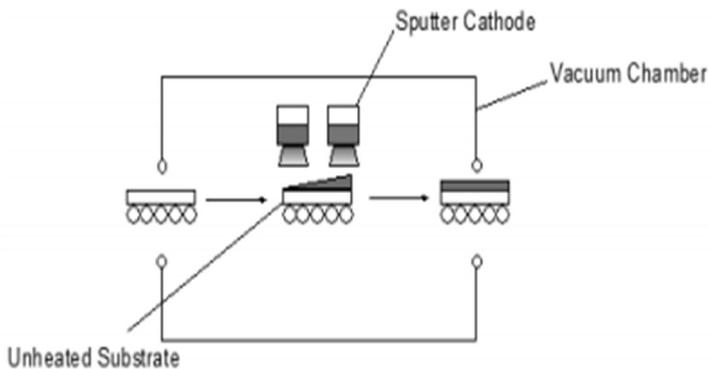


**Gambar 3. 2** Mekanisme spray pada reaktor spray pyrolysis [28].

Dalam fabrikasi film menggunakan reaktor *spray pyrolysis*, substrat ditempelkan pada kolektor partikel. Sehingga partikel yang dihasilkan dari proses *pyrolysis* akan menempel pada substrat dan membentuk film. Untuk pengaturan ketebalan, Korotcenkov dkk telah melaporkan bahwa ketebalan dapat diatur dengan laser ellipsometri [29, 26].

### 3.1.3 *Physical Vapour Deposition (PVD)*

Proses deposisi lapisan menggunakan metode PVD dapat dilihat pada Gambar 3.3.

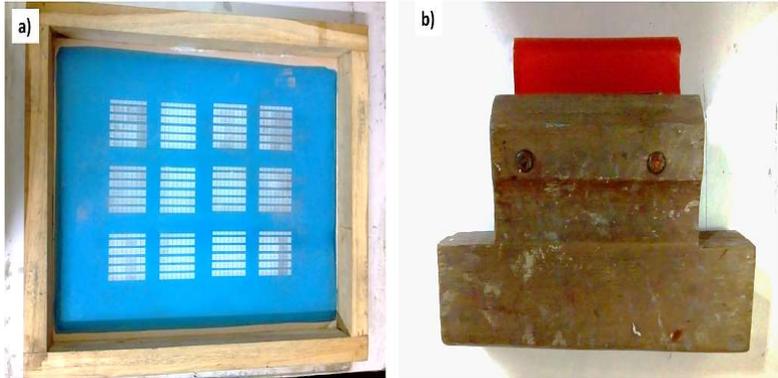


**Gambar 3. 3** Proses deposisi lapisan melalui PVD [30].

Proses deposisi menggunakan metode PVD mula-mula prekursor dideposisi ke dalam fase gas. Proses deposisi dari larutan ke gas dapat melalui salah satu dari 2 peristiwa berikut. Dapat melalui evaporasi akibat pemanasan atau *sputtering*. Ketika gas reaktif dimasukkan, maka akan terbentuk campuran akibat dari reaksi atom gas dengan logam. Kemudian campuran tersebut akan terdeposisi pada substrat untuk membentuk film [4, 31, 32].

#### **3.1.4 Screen Printing**

Merupakan salah satu metode untuk membuat lapisan tebal (*thick film*). Prinsipnya sama seperti teknik penyablonan pada baju/kaos. Ketebalan lapisan dapat diatur dengan mengontrol ukuran *screen* (*mesh*). Satu set lengkap peralatan *screen printing* seperti pada Gambar 3.4. Terdiri dari *screen* dan *scope*. Pada penelitian ini, *screen* yang digunakan berukuran T88 dan *scope* berperan sebagai penyapu pasta.

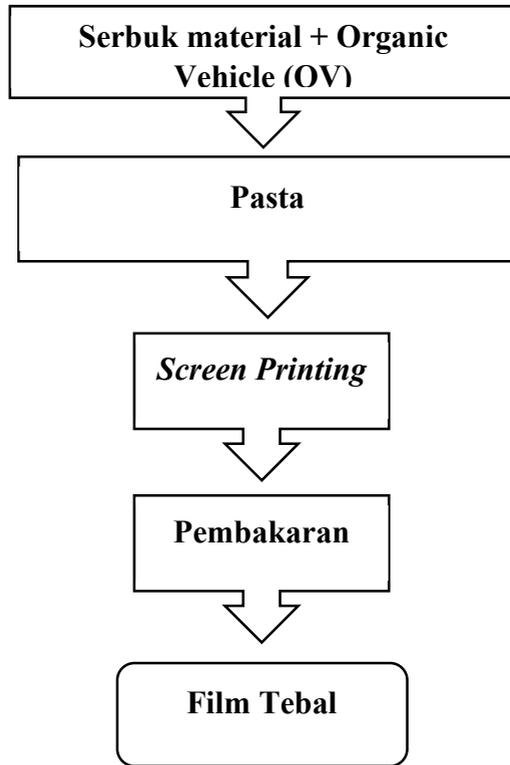


**Gambar 3. 4** Peralatan *screen printing* : a) screen berukuran 225 mesh, b) *scooze*.

Pemilihan metode fabrikasi dari penelitian yang telah kami lakukan dikarenakan metode ini memiliki banyak keunggulan yaitu, ekonomis, sederhana, mudah digunakan dan mudah untuk mengontrol ketebalan lapisannya.

Sebelum melakukan fabrikasi sensor menggunakan metode ini, terdapat beberapa hal yang perlu disiapkan terlebih dahulu. Material yang akan dilapiskan harus berbentuk pasta. Pembuatan pasta cukup mudah, hanya dengan mencampurkan material dengan OV. Dalam hal ini material yang digunakan adalah  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  (MZF) dengan x merupakan %mol yang digunakan,  $x = 0$  dan  $0,1$ .

Pada penelitian ini substrat yang digunakan berbahan alumina. Karena bahan alumina memiliki titik leleh yang tinggi mencapai 1200 °C. Sebelum pasta MZF dilapiskan pada substrat, substrat terlebih dahulu dilapisi perak, kemudian dibakar dengan suhu 600 °C selama 10 menit. Selanjutnya, pasta MZF dilapiskan pada substrat yang telah dilapisi perak kemudian dibakar pada suhu 600, 700 dan 800 °C selama 2 jam menggunakan *furnace*. Perbedaan perlakuan suhu pembakaran ditujukan untuk mengetahui variabel yang mendukung optimasi fabrikasi sensor ini. Skema pembuatan sensor gas menggunakan metode *screen printing* ditunjukkan oleh Gambar 3.5.



**Gambar 3. 5** Skema pembuatan sensor gas menggunakan metode *screen printing*.

## **3.2 Karakteristik Nanokeramik Sensor Gas**

### **3.2.1 Struktur Kristal dan Fase Reaksi Nanokeramik**

Untuk mengetahui karakteristik nanokeramik sensor, maka dilakukan uji *X-Ray Diffractometry* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal dan fase reaksi yang terjadi.



**Gambar 3. 6** Peralatan X-Ray Diffractometry [33].

Struktur kristal dan fase-fase yang terjadi pada nanokeramik diketahui dengan pengujian sampel menggunakan alat XRD Philips berjenis PW 1710 BASED bertegangan 40 kV dengan arus 35 mA. Sinar Cu dengan panjang gelombang 1,54056 Å digunakan sebagai sumber sinar pada alat XRD. Pengukuran sampel dilakukan pada interval posisi  $2\theta$  dari 5-101°. Alat XRD diperlihatkan oleh Gambar 3.6.

XRD bekerja dengan cara menembakkan sinar-x pada sampel yang berupa zat padat. Atom-atom zat padat akan menghamburkan cahaya sinar-X. Sinar-X yang mengenai kristal akan dipantulkan oleh bidang kristal ke

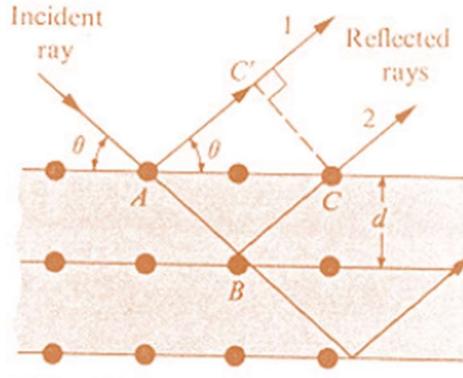
segala arah. Pembiasan ini menghasilkan superposisi dua atau lebih fase gelombang yang saling menguatkan atau saling melemahkan. Sinar-X yang dipantulkan akan ditangkap detektor dan diubah menjadi puncak difraksi. Intensitas yang tinggi dihasilkan oleh bidang kristal yang banyak.

Sinar datang dan sinar pantulan yang di atas merupakan interpretasi dari persamaan Bragg yang tertulis pada Persamaan 3.1.

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta \quad (3.1)$$

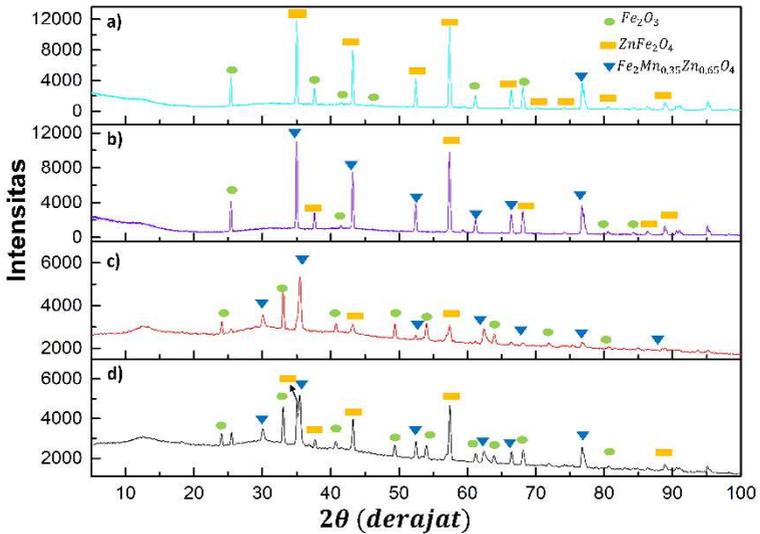
$n$  adalah bilangan bulat (orde refleksi),  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,  $d$  merupakan lebar celah/ jarak antara dua bidang kisi, dan  $\theta$  adalah sudut bentukan sinar datang dengan bidang normal [34].

Pola dan hasil analisis struktur dan fase reaksi nanokeramik dapat dilihat pada Gambar 3.8. Analisis pola XRD nanokeramik menggunakan *software HighScore X'pert Plus* versi 4.a. *Software* tersebut bekerja dengan prinsip komparasi dengan membandingkan pola XRD nanokeramik pada saat pengukuran dengan pola standar *COD (Crystallography Open Data Base)*.



**Gambar 3. 7** Model pantulan sinar-x dari kristal menurut Hukum Bragg [34].

Gambar 3.8(a) merupakan nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0$ ) yang dibakar pada suhu  $800\text{ }^\circ\text{C}$ . Puncak-puncak difraksi yang terbentuk disajikan pada Table 3.1. Pola XRD ini cocok dengan data base COD No. 96-900-6897 untuk  $ZnFe_2O_4$  dan COD No. 96-900-0140 untuk  $Fe_2O_3$ .



**Gambar 3. 8** Profil dan hasil analisis XRD: (a)  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0$ )  $T = 800$  °C dan  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$ ):  
 b)  $T = 800$  °C , (c)  $T = 600$  °C, (d)  $T = 700$  °C.

Profil XRD nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$ ) dengan suhu pembakaran berturut-turut 800, 700 dan 600 °C ditunjukkan oleh Gambar 3.8(b), (c) dan (d). Ketiga profil XRD sampel cocok dengan data base COD No. 96-200-9104 untuk  $Fe_2Mn_{0.35}Zn_{0.65}O_4$ , COD No. 96-900-6897 untuk  $ZnFe_2O_4$  dan COD No. 96-900-0140 untuk  $Fe_2O_3$ . Data posisi puncak difraksi dari masing-masing

sampel dituangkan pada Tabel 3.2, Tabel 3.3 dan Tabel 3.4.

Hasil analisis Gambar 3.8(a) dan Tabel 3.1 menunjukkan bahwa terdapat dua fase yang terbentuk yaitu, fase  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Fase  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  berstruktur *spinel* dan *hematite*  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Adanya fase  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dikarenakan campuran belum larut sempurna, penyebabnya diasumsikan karena masih adanya pengotor yang terkandung dalam Fe hasil pemurnian. Sehingga sebagian pengotor yang tidak diinginkan tersebut menjadi matriks pemisah dalam pembentukan *spinel*  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$ .

Penambahan  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  sebanyak 10% mol terhadap  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  menyebabkan perubahan fase reaksi yang terbentuk, seperti yang terlihat pada Gambar 3.8(b, c dan d) atau pada Tabel 3.2 sampai Tabel 3.4. Terdapat tiga fase reaksi yang terbentuk, hal ini menunjukkan penambahan  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  belum cukup mampu untuk membantu pembentukan struktur *spinel* yang sempurna.

Di samping itu, dari perbedaan perlakuan suhu pembakaran nanokeramik memberikan informasi yang signifikan terhadap pembentukan struktur kristal. Semakin tinggi suhu pembakaran maka semakin banyak

struktur *spinel*  $\text{Fe}_2\text{Mn}_{0.35}\text{Zn}_{0.65}\text{O}_4$  yang terbentuk. Diperlihatkan oleh Gambar 3.8(b, c dan d). Suhu pembakaran juga berpengaruh terhadap intensitas sampel yang semakin tinggi seiring dengan meningkatnya suhu pembakaran. Hal ini mengindikasikan bahwa kristalinitas paling tinggi dimiliki oleh nanokeramik yang dibakar pada suhu 800 °C.

Ukuran kristalit diukur menggunakan persamaan Debye – Scherrer, seperti yang dituliskan pada Persamaan 3.2.

$$D \approx \frac{K\lambda}{B\cos\theta_B} \quad (3.2)$$

dengan  $D$  adalah ukuran kristalit,  $K$  adalah konstanta material dengan nilai 0,9 ,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar yang digunakan pada saat pengukuran sampel,  $B$  adalah sudut FWHM (*Full Width Height Maximum*) yang dipilih dan  $\theta_B$  adalah sudut *Bragg*.

Untuk sampling ukuran kristalit pada nanokeramik  $\text{Mn}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$  ( $x = 0$  mol) diambil pada posisi  $2\theta$  sekitar 35°. Dari perhitungan didapatkan ukuran kristalit  $\text{ZnF}_2\text{O}_4$  sebesar nm. Sedangkan untuk

nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol). Dari masing-masing ketiga sampel [ $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol)] perhitungan ukuran kristalit yang diukur pada posisi  $2\theta$  (35,01), (35,44) dan (35,48) $^\circ$  berturut-turut untuk suhu pembakaran 800, 700 dan 600  $^\circ C$  dengan ukuran kristalit sebesar 225, 126 dan 28 nm. Dari hasil pengukuran ukuran kristalit menunjukkan bahwa suhu pembakaran sangat berpengaruh terhadap ukuran kristalit. Semakin tinggi suhu maka semakin besar ukuran kristalitnya. Pada sampel penelitian yang kami kerjakan, ukuran kristalit di sini tidak dapat disamakan dengan ukuran partikel dikarenakan terdapat beberapa fase selain  $Fe_2Mn_{0.35}Zn_{0.65}O_4$ , sehingga diasumsikan sebagai polikristalit.

**Tabel 3.1** Posisi puncak-puncak difraksi nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0$  mol) yang dibakar pada suhu 800 °C.

| No | Posi[°2θ] | Fase   |
|----|-----------|--|
| 1  | 26.128    | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <i>Hematite</i>             |
| 2  | 35.588    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 3  | 35.612    | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <i>Hematite</i>             |
| 4  | 37.227    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 5  | 43.254    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 6  | 47.361    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 7  | 53.667    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 8  | 57.221    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 9  | 62.386    | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <i>Hematite</i>             |
| 10 | 66.065    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 11 | 69.5      | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <i>Hematite</i>             |
| 12 | 71.289    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 13 | 74.344    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 14 | 75.352    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 15 | 82.298    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |
| 16 | 84.317    | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <i>Hematite</i>             |
| 17 | 87.184    | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <i>Spinel (magnetite)</i> |

**Tabel 3.2** Posisi puncak-puncak difraksi nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol) yang dibakar pada suhu 800 °C.

| No. | Pos.<br>[°2θ] | Fase                        |                        |
|-----|---------------|-----------------------------|------------------------|
| 1   | 25,42         | $Fe_2O_3$                   | <i>Hematite</i>        |
| 2   | 35,00         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |
| 3   | 37,63         | $ZnFe_2O_4$                 | <i>Zinc iron oxide</i> |
| 4   | 41,54         | $Fe_2O_3$                   | <i>Hematite</i>        |
| 5   | 43,21         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |
| 6   | 52,43         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |
| 7   | 57,38         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |
| 8   | 61,18         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |
| 9   | 65,05         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |
| 10  | 66,42         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |
| 11  | 68,12         | $ZnFe_2O_4$                 | <i>Zinc iron oxide</i> |
| 12  | 70,30         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |
| 13  | 74,21         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |
| 14  | 76,83         | $Fe_2O_3$                   | <i>Hematite</i>        |
| 15  | 80,61         | $Fe_2O_3$                   | <i>Hematite</i>        |
| 16  | 84,29         | $Fe_2O_3$                   | <i>Hematite</i>        |
| 17  | 86,38         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |
| 18  | 88,92         | $Fe_2Mn_{0,35}Zn_{0,65}O_4$ | <i>Spinel</i>          |

**Tabel 3.2** Posisi puncak-puncak difraksi nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol) yang dibakar pada suhu 700 °C.

| No. | Pos.<br>[°2θ] | Fase   |                        |
|-----|---------------|--|------------------------|
| 1   | 24,10         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 2   | 30,08         | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 3   | 32,96         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 4   | 33,09         | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                                     | <i>Zinc iron oxide</i> |
| 5   | 35,09         | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 6   | 35,45         | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                                     | <i>Zinc iron oxide</i> |
| 7   | 37,71         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 8   | 43,31         | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                                     | <i>Zinc iron oxide</i> |
| 9   | 49,39         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 10  | 52,51         | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 11  | 54,00         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 12  | 57,44         | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                                     | <i>Zinc iron oxide</i> |
| 13  | 61,26         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 14  | 62,41         | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 15  | 63,89         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 16  | 66,45         | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 17  | 68,14         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 18  | 71,88         | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 19  | 76,77         | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                                     | <i>Zinc iron oxide</i> |
| 20  | 80,65         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 21  | 86,42         | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 22  | 88,88         | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |

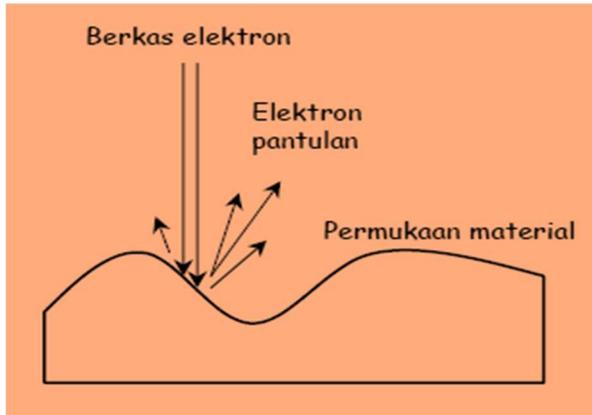
**Tabel 3.4** Posisi puncak-puncak difraksi nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol) yang dibakar pada suhu 600 °C.

| No. | Pos.[°2θ] | Fase   |                        |
|-----|-----------|--|------------------------|
| 1   | 24,0157   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 2   | 30,0736   | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 3   | 33,0900   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 4   | 35,4814   | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 5   | 40,7936   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 6   | 43,2866   | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                                     | <i>Zinc iron oxide</i> |
| 7   | 49,4178   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 8   | 52,4396   | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 9   | 54,0814   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 10  | 57,3982   | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                                     | <i>Zinc iron oxide</i> |
| 11  | 62,3716   | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 12  | 63,9221   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 13  | 66,4266   | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 14  | 68,1082   | ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>                                     | <i>Zinc iron oxide</i> |
| 15  | 71,9754   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 16  | 76,7320   | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 17  | 80,6938   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 18  | 88,8180   | Fe <sub>2</sub> Mn <sub>0,35</sub> Zn <sub>0,65</sub> O <sub>4</sub> | <i>Spinel</i>          |
| 19  | 93,7039   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |
| 20  | 95,2476   | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                                       | <i>Hematite</i>        |

### 3.2.2 Karakteristik Morfologi Nanokeramik

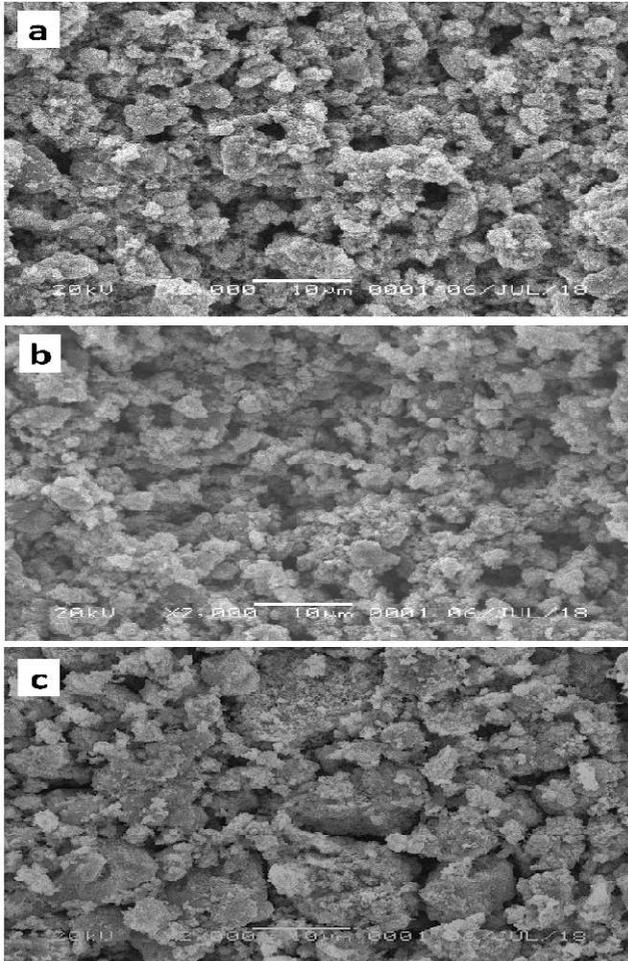
Morfologi nanokeramik diuji menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi nanokeramik sensor. SEM yang digunakan dalam penelitian adalah SEM dengan tipe JEOL JSM-6360LA yang berada di Laboratorium Pusat Survey Geologi, Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan (PPPGL), Bandung.

SEM adalah salah satu dari beberapa jenis mikroskop elektron yang canggih saat ini. Profil benda dihasilkan dari pantulan bekas-bekas elektron. SEM bekerja dengan cara menembakkan berkas elektron dengan energi tinggi ke permukaan sampel. Berkas-bekas elektron akan dipantulkan ke segala arah oleh sampel. Pantulan dengan intensitas yang tinggi akan dipantulkan ke satu arah. Kemudian detektor akan mendeteksi arah pantulan berkas dan menentukan lokasi pantulan berkas elektron yang berintensitas tinggi. Arah berkas-bekas elektron tersebut adalah informasi yang akan dikonversi menjadi karakteristik profil sampel. Gambar 3.8 memperlihatkan ilustrasi penembakkan elektron berenergi tinggi pada SEM.



**Gambar 3. 9** Elektron berenergi tinggi mengenai permukaan sampel [19].

Profil permukaan nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol) ditampilkan pada Gambar 3.10(a, b dan c). Masing-masing sampel memperlihatkan karakteristik yang berbeda. Gambar 3.10 (c) merupakan nanokeramik yang dibakar pada suhu  $600\text{ }^\circ\text{C}$  ( $T = 600\text{ }^\circ\text{C}$ ), menunjukkan porositas tinggi dan beberapa ukuran pori yang besar. Dapat dilihat pada gambar tersebut masih banyak gumpalan besar yang menunjukkan pembentukan butir belum sempurna. Ketebalan film nanokeramik  $T = 600\text{ }^\circ\text{C}$  diukur langsung pada saat karakterisasi morfologi sampel. Sehingga dapat diketahui langsung dengan melihat ketebalan penampangnya pada Gambar 3.10(c) dimana ketebalan yang terukur  $\sim 2,51\text{ }\mu\text{m}$ .



**Gambar 3. 10** Profil permukaan nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol) pada suhu pembakaran (a)  $800\text{ }^\circ\text{C}$ , (b)  $700\text{ }^\circ\text{C}$  dan (c)  $600\text{ }^\circ\text{C}$ .

Profil nanokeramik  $T = 700\text{ }^\circ\text{C}$  dapat dilihat pada Gambar 3.10(b). Pertumbuhan butir mulai terlihat dengan

ukuran dan distribusi yang hampir seragam serta posisi butir sedikit lebih rapat. Memiliki porositas yang tidak terlalu jauh berbeda dengan sampel  $T = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , namun ukuran porinya terlihat sedikit lebih kecil. Ketebalan film nanokeramik sebesar  $T = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$  ditunjukkan pada Gambar 3.11(b), sebesar  $\sim 12,71\text{ }\mu\text{m}$ .

Karakteristik morfologi nanokeramik dengan suhu pembakaran  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  dapat dilihat pada Gambar 3.12(a). Butir-butir yang tumbuh lebih besar daripada kedua sampel lainnya, dan lebih terlihat jelas beserta batas butir yang diapit di antara butir-butirnya. Butir-butir terlihat lebih mampat dalam membentuk struktur yang dapat dibuktikan dengan porositas yang terbentuk tidak terlalu tinggi namun ukuran pori-porinya lebih besar. Ketebalan lapisan hasil proses screen printing sebesar  $\sim 12,66\text{ }\mu\text{m}$ .

Hasil analisis dari data morfologi permukaan dan penampang ketiga sampel menunjukkan bahwa perbedaan suhu pembakaran mempengaruhi terhadap pembentukan butir, kerapatan, porositas, dan ukuran pori. Suhu pembakaran yang lebih tinggi menghasilkan ukuran butir, kerapatan (densitas) yang paling besar dibandingkan dengan dua sampel lain yang suhunya lebih rendah. Dapat

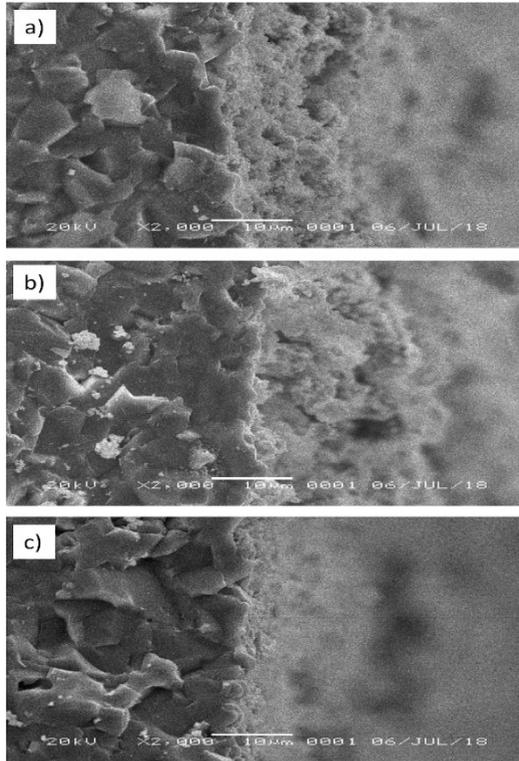
dilihat pada Gambar 3.10 bahwa semakin meningkat suhu pembakaran nanokeramik maka ukuran butir dan densitas yang terbentuk semakin tinggi. Hal ini mengindikasikan adanya kesesuaian antara eksperimen yang kami lakukan dengan teori yang menjelaskan tentang hubungan kerapatan dengan besaran suhu yang memiliki hubungan berbanding lurus [35, 36].

Dari perlakuan suhu yang diberikan mengakibatkan perubahan fisis melalui tahapan-tahapan berikut ini. Mula-mula terjadi pemerataan permukaan partikel. Batas butir tumbuh melalui leher antar partikel yang menyebabkan adanya gerakan partikel pada pori terbuka. Kemudian butir-butir akan tumbuh secara perlahan dan pori-pori akan mengecil. Sehingga terjadi penurunan porositas dan kenaikan densitas [37, 38, 39].

Dalam penelitian sebelumnya Arshak, *dkk* [40] dan Rahimah, *dkk* [41] memperoleh hasil yang mirip dengan hasil yang diperoleh dari penelitian kami. Mereka memperoleh struktur komposit *spinel-hematit* dari  $ZnFe_2O_4$ . Densitas nanokeramik yang mereka peroleh lebih tinggi dari apa yang kami peroleh. Hal ini disebabkan oleh perbedaan suhu pembakaran yang

digunakan dalam pembuatan sampel. Di samping hal tersebut, penambahan  $Mn_2O_3$  pada nanokeramik berbasis  $ZnFe_2O_4$  dan penggunaan suhu pembakaran pada 600, 700 dan 800 °C cukup efektif dalam menghasilkan material berpori tinggi.

Di sisi lain ada suatu keunikan dalam perolehan hasil ketika menggunakan metode sintesis yang berbeda. Fan, *dkk* [42] memperoleh bentuk morfologi *nanosheet* dari komposit  $ZnO/Fe_2O_3$  yang disintesis menggunakan metode *Atomic Layer Deposition (ALD)*. Pada tahun yang sama Zhang, *dkk* [23] dengan menggunakan metode *ionic layer adsorption and reaction* memperoleh struktur morfologi komposit  $ZnO/\alpha-Fe_2O_3$  mirip seperti bunga. Dari beberapa referensi di atas dapat disimpulkan bahwa perbedaan metode sintesis menghasilkan struktur yang berbeda meskipun bahan yang digunakan sama. Tentunya selain struktur morfologi yang berbeda, perbedaan metode sintesis juga akan berpengaruh terhadap tingkat respon sensor terhadap gas target yang akan diuraikan di bagian berikutnya.

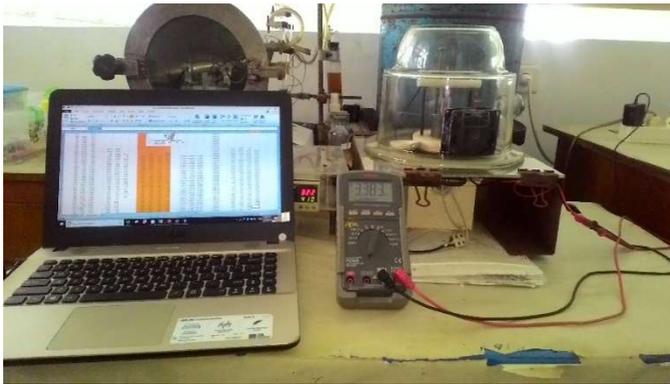


**Gambar 3. 11** Gambar penampang nanokeramik  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol) pada suhu pembakaran (a) 800 °C, (b) 700 °C dan (c) 600 °C.

### **3.2.3 Karakteristik listrik nanokeramik pada gas target alkohol dan formalin**

Dalam nanokeramik sensor, karakteristik paling penting adalah mengenai responnya terhadap terhadap keberadaan gas asing. Karakteristik ini dapat diketahui dengan melakukan pengujian listrik pada sampel. Selan

untuk mengetahui respon sensor terhadap gas asing, pengujian listrik juga dapat melihat karakteristik lain seperti energi aktivasi dan konstanta alfa dari sensor. Pengujian ini dilakukan menggunakan alat set uji listrik seperti pada Gambar 3.12.



**Gambar 3. 12** Set alat uji listrik.

Alat uji listrik ini bekerja sesuai dengan prinsip semikonduktor dengan fungsi resistansi terhadap suhu ( $R - T$ ) yang dioperasikan pada sistem tertutup. Alat ini memiliki spesifikasi khusus dengan suhu maksimum 410 °C, daya 300 watt. Komponen-komponen alat ini terdiri dari *chamber 5L*, *heater*, *multimeter*, *thermostat* dan *heater*. *Thermostat* berfungsi sebagai pengontrol dan

pengukur suhu di dalam sistem. *Chamber* berkapasitas volume 5L (air) berfungsi sebagai penutup untuk membentuk sistem tertutup. Multimeter digunakan sebagai pengukur nilai resistansi yang terukur pada nanokeramik baik sebelum diberi gas target maupun pada saat diberi gas target. Kawat *heater* terbuat dari bahan nikel berfungsi sebagai sumber pemanas dan tabung berbahan *stainless steel* sebagai media untuk merambatkan panas dari kawat nikel. Tabung juga berfungsi sebagai media untuk meletakkan sensor pada saat pengukuran respon.

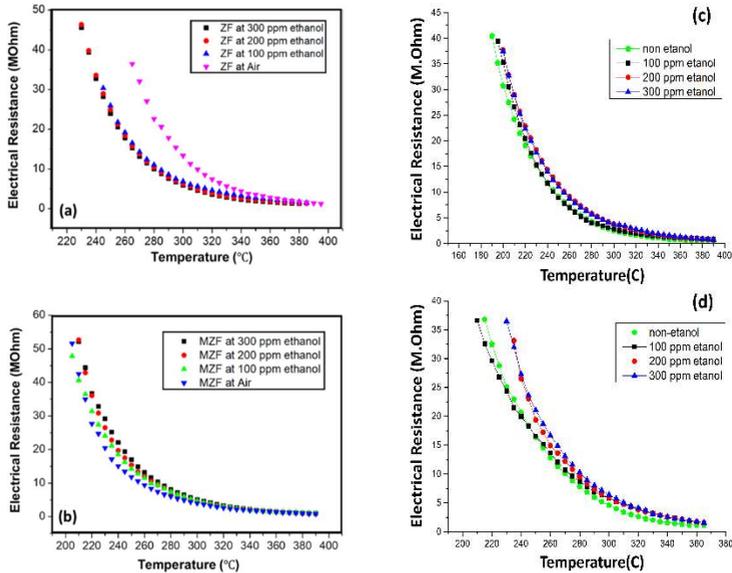
Alat ini bekerja ketika stop kontak terhubung kepada sumber tegangan. Ketika kontak berstatus *on* maka akan ada arus masuk pada rangkaian alat set uji listrik mengakibatkan peningkatan pada suhu *heater*, termostat akan membaca suhu yang terdeteksi pada *heater* dan menginterpretasikannya dalam bentuk digital. Nanokeramik yang berada di atas tabung *heater* mengalami peningkatan suhu yang diakibatkan oleh rambatan panas dari tabung. Dua buah elektroda tembaga yang terhubung pada elektroda keramik akan meneruskan respon dari keramik terhadap molekul gas yang terdeteksi dan akan dikonversi oleh multimeter menjadi nilai digital.

Nilai yang terukur pada multimeter merupakan nilai resistansi pada keadaan suhu tertentu. Nilai yang terukur pada termostat dan multimeter digunakan sebagai data karakteristik dari respon sensor terhadap molekul gas.

Langkah-langkah pengukuran karakteristik listrik nanokeramik sensor. Pertama, nanokeramik sensor diletakkan di atas permukaan tabung *heater*. Kedua, dua elektroda tembaga disentuhkan pada masing-masing elektroda nanokeramik. Jadi, satu elektroda tembaga hanya menyentuh satu kolom elektroda nanokeramik sensor. *Chamber* ditempatkan untuk menutupi sistem pemanas, sehingga nanokeramik sensor hanya dapat mengadsorpsi gas yang ada di dalam *chamber*. Stop kontak dihubungkan pada sumber tegangan dan saklar dipindahkan menjadi mode *on*.

Pada pengukuran karakteristik listrik ini, data diukur dalam interval suhu 30 - 400 °C. Pengukuran karakteristik listrik dilakukan pada dua lingkungan yaitu pada lingkungan *ambient*/ tanpa gas etanol dan saat diinjeksi etanol ke dalam sistem. Data yang terukur kemudian dicatat dan diplot dengan *software* dan selanjutnya dianalisis. *Software* yang digunakan adalah *software* khusus *plotting* yang sering digunakan oleh para

pengguna data *Origin Pro.9*. Analisis data resistansi terhadap suhu dapat mengetahui respon, suhu optimum/kerja, konstanta alfa dan energi aktivasi.



**Gambar 3. 13** Karakteristik sensor (a)  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0$  mol) dan  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol) pada suhu pembakaran: (b) 800 °C, (c) 700 °C dan (d) 600 °C.

Prilaku sensor terhadap *ambient* dan gas target dapat dilihat pada Gambar 3.13. Prilaku ini dapat diketahui dengan *plotting* data resistansi listrik terhadap suhu. Semua sensor berperilaku sama, semakin tinggi suhu operasi maka semakin kecil nilai resistansinya. Ini

mencerminkan bahwa sensor yang dibuat memenuhi kaidah/sesuai dengan karakteristik semikonduktor [43].

Dari Gambar 3.13(a) pada suhu yang sama, nilai resistansi listrik setelah diberi gas target lebih kecil dibandingkan dengan *ambient*. Yang menunjukkan bahwa material semikonduktor sensor  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$  bertipe-N. Hasil sesuai dengan yang telah dilakukan oleh Y. Chen, *dkk* [44] yang memperoleh karakteristik yang sama, dimana nilai resistansi listrik sensor di lingkungan gas etanol lebih kecil dibandingkan ketika berada di lingkungan non gas etanol.

Namun, perilaku yang sebaliknya ditunjukkan oleh sensor  $\text{Mn}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$  ( $x = 0,1$  mol) baik pada suhu pembakaran 800, 700 maupun 600 °C. Dapat dilihat pada Gambar 3.13(b-d), nilai resistansi listrik ketika di lingkungan gas etanol lebih besar dibanding di lingkungan non gas etanol. Perilaku ini mencerminkan bahwa material semikonduktor sebagai prekursor dalam pembuatan sensor ini adalah tipe-P. Untuk mengetahui jenis material semikonduktor yang dibuat dapat dikonfirmasi juga pada laporan berikut [45, 4]. Indikasi tipe-P dari material sensor ini diasumsikan bahwa ion  $\text{Mn}^{3+}$  berhasil menukarkan posisi  $\text{Zn}^{2+}$  pada  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$ . Hasil substitusi

ion logam ini mengakibatkan reaksi akhir membentuk fase  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$ , sehingga mengakibatkan satu *hole* yang tersisa. *Hole* ini akan menjadi muatan pembawa dan menurut teori semikonduktor bahwa semikonduktor dengan muatan pembawa *hole* merupakan semikonduktor bertipe-P [46].

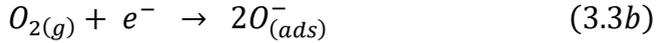
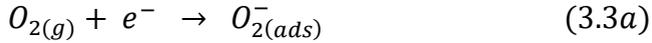
Mekanisme sensor dalam merespon molekul gas yang terdeteksi seperti uraian di bawah ini. Dalam penelitian ini gas target yang digunakan adalah etanol. Indikasi adanya respon sensor terhadap molekul gas adalah dengan memberikan sinyal listrik yang berbeda dalam hal ini adalah besaran resistansi listriknya.

Ketika berada di lingkungan *ambient* (tanpa etanol), permukaan sensor mengadsorpsi oksigen. *Heater* menyebabkan elektron bergetar hingga lepas pada ikatannya dan elektron-elektron mulai bebas bergerak. Pada lapisan deplesi terjadi ikatan antara oksigen yang teradsorpsi pada permukaan sensor dengan elektron bebas untuk membentuk ion oksigen yang berupa  $O^-$ ,  $O_2^-$  atau  $O^{2-}$ . Dalam peristiwa tersebut terbentuk potensial halangan dengan tinggi tertentu yang diinterpretasikan sebagai nilai resistansi awal sensor.

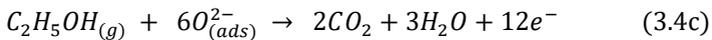
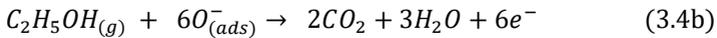
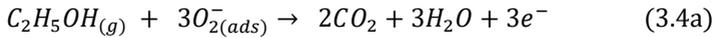
Kemudian, setelah diinjeksi gas etanol sejumlah konsentrasi tertentu, sensor akan mengadsorpsi molekul gas etanol yang diikuti dengan terbentuknya ikatan molekul gas etanol dengan ion oksigen hasil reduksi dengan elektron yang berada pada permukaan sensor. Pada sensor  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0$  mol) karena bertipe-N, maka interaksi antara ion oksigen dengan molekul gas etanol akan meningkatkan konduktifitas sensor dikarenakan muatan pembawanya adalah elektron. Sehingga nilai resistansi ketika di lingkungan yang mengandung molekul gas lebih kecil dibandingkan dengan *ambient*.

Akan tetapi, pada sensor bertipe-P yakni  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol), interaksi molekul etanol dengan ion oksigen akan mengekstrak elektron. Elektron hasil ekstraksi ini akan beranihilasi dengan *hole* kisi keramik yang menghasilkan sejumlah energi. Akibatnya terjadi pembentukan potensial halangan yang lebih tinggi yang menyebabkan aliran elektron terhambat oleh potensial halangan, sehingga konduktifitas sensor turun dalam artian resistansi listriknya naik [47, 17]. Mekanisme adsorpsi molekul gas melalui tahapan berikut [48]. Pertama, material sensor mengadsorpsi oksigen sehingga

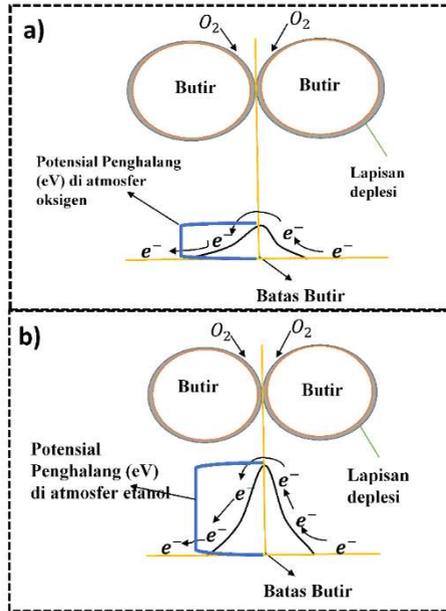
terjadi proses oksidasi dan terbentuk produk berupa ion oksigen. Tahapan ini merujuk ke Persamaan 3.3(a), (b) dan (c):



Kedua, ketika adanya gas target yang terdeteksi, di permukaan sensor terjadi reaksi antara ion oksigen dengan molekul gas target yang menyebabkan elektron yang berikatan dengan oksigen terlepas [49, 50]. Reaksi tersebut menuruti persamaan reaksi 3.4(a), (b) dan (c).

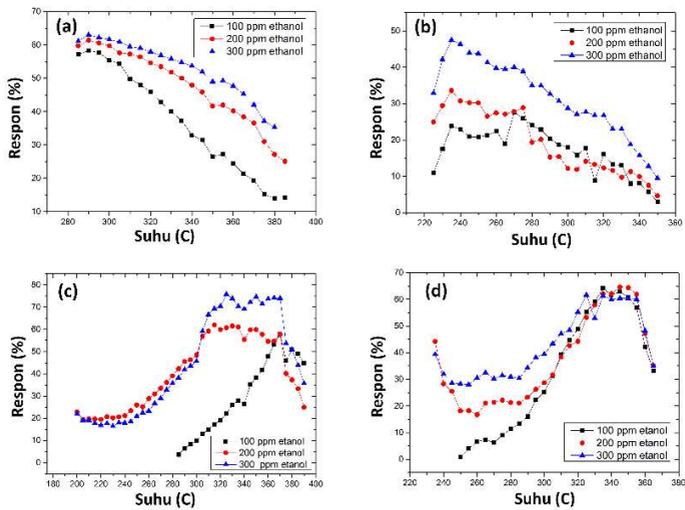


Ilustrasi proses adsorpsi gas dan model potensial penghalang yang terbentuk seperti pada Gambar 3.14(a), (b) dan (c).



**Gambar 3. 14** a) Mekanisme adsorpsi molekul gas dan model potensial penghalang sensor tipe-P saat berinteraksi dengan molekul gas: a) Oksigen, b) alkohol [51].

Sensitivitas sensor diketahui dengan melakukan *plotting* respon (%) terhadap suhu, dimana respon sensor dihitung menggunakan Persamaan 3.5(a) dan(b) [52, 53]. Dengan  $S_N$  adalah respon sensor tipe-N,  $SP$  adalah respon sensor tipe-P,  $R_a$  adalah resistansi pada lingkungan *ambient* (MOhm) dan  $R_g$  adalah nilai resistansi pada lingkungan gas (MOhm).



**Gambar 3. 15** Respon sensor (a)  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0$  mol) dan  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol) 800 °C, (c) 700 °C dan (d) 600 °C.

Persamaan 3.5(a) dan (b) digunakan untuk menghitung respon sensor

$$S_N = \frac{R_a - R_g}{R_a} \times 100\% \quad (3.5a)$$

$$S_P = \frac{R_g - R_a}{R_a} \times 100\% \quad (3.5b)$$

Gambar 3.15(a) memperlihatkan performa sensor  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0$ ) terhadap gas etanol dari

konsentrasi 100 – 300 ppm. Suhu optimum untuk semua konsentrasi gas etanol yang diumpankan berada pada rentang 285 – 300 °C dimana titik maksimumnya berada pada suhu 290 °C dengan %respon sebesar 84% pada konsentrasi gas etanol 300 ppm. Titik maksimum mengindikasikan bahwa proses adsorpsi paling baik berada di titik tersebut.

Penambahan  $Mn_2O_3$  menyebabkan sensor memiliki karakteristik yang berbeda, terlihat pada Gambar 3.15(b). Baik dari respon maupun suhu kerja optimumnya. Suhu optimum nanokeramik ini berada pada interval 205 – 305 °C untuk 100 ppm etanol dimana titik maksimum terdapat pada suhu 270 °C dengan %respon sebesar 27%. Sedangkan pada konsentrasi etanol 200 dan 300 ppm berada pada suhu kerja 225 - 280 °C dengan titik maksimum pada suhu 235 °C, dimana masing-masing %respon pada kedua konsentrasi etanol tersebut berturut-turut sebesar 34 dan 47%. Suhu kerja optimum ini lebih rendah jika dibandingkan dengan keramik tanpa doping  $Mn_2O_3$ , baik dari penelitian yang telah kami lakukan maupun dari laporan hasil peneliti lain [14]. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan  $Mn_2O_3$  mampu menurunkan suhu kerja sensor. Sehingga konsumsi daya

pada sensor gas berbasis Fe, Zn, Mn tidak memerlukan daya yang terlalu tinggi.

Selain material yang digunakan, perlakuan suhu pembakaran nanokeramik sensor juga memiliki pengaruh yang cukup signifikan dalam peningkatan karakteristik sensor. Gambar 3.15(c) dan (d) keduanya memiliki karakteristik yang berbeda dibandingkan dengan nanokeramik sensor  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol) yang dibakar pada suhu 800 °C. Penurunan suhu pembakaran nanokeramik mengakibatkan suhu operasi sensor menurun dan meningkatkan %respon sensor. Namun, terjadi peningkatan suhu kerja sensor dari 235 °C ke 325 °C baik untuk suhu pembakaran nanokeramik 600 °C maupun 700 °C. %respon pada konsentrasi gas etanol 300 ppm untuk 600 °C sebesar 63% dan 76% untuk nanokeramik sensor dengan suhu bakar 700 °C, %respon akan terus meningkat seiring dengan peningkatan gas target yang diberikan.

Suhu pembakaran yang lebih rendah memungkinkan memiliki luas permukaan yang lebih besar. Sehingga kemungkinan sensor memiliki respon yang lebih tinggi dibandingkan dengan sampel yang

dibakar pada suhu yang lebih tinggi. Namun, perlu diketahui bahwa dalam sensor bukan hanya tentang seberapa kecil ukuran kristalit/partikelnya, tapi seberapa baik butir-butir yang berdekatan menghasilkan kontak. Meskipun ukuran partikel sangat kecil tapi jarak-jaraknya berjauhan, maka kontak yang dihasilkannya akan kecil dalam artian aliran elektron bersifat lemah. Sehingga sensor memiliki respon yang tidak terlalu tinggi. Analisis tersebut dapat menjawab perbedaan respon pada Gambar 3.15(c) dan Gambar 3.15(d). Hal ini juga dapat dibuktikan dengan melihat struktur morfologi nanokeramik pada Gambar 3.10.

Ketika sensor mulai bekerja dan mengadsorpsi molekul gas lingkungannya, akan ada energi minimum yang harus ditempuh. Energi ini berfungsi sebagai penggetar elektron agar elektron yang berikatan lepas menjadi elektron-elektron bebas dan mampu menyeberang dari pita valensi ke pita konduksi untuk menghasilkan arus listrik. Energi minimum ini disebut dengan energi aktivasi. Energi aktivasi dihitung menggunakan Persamaan 3.6.

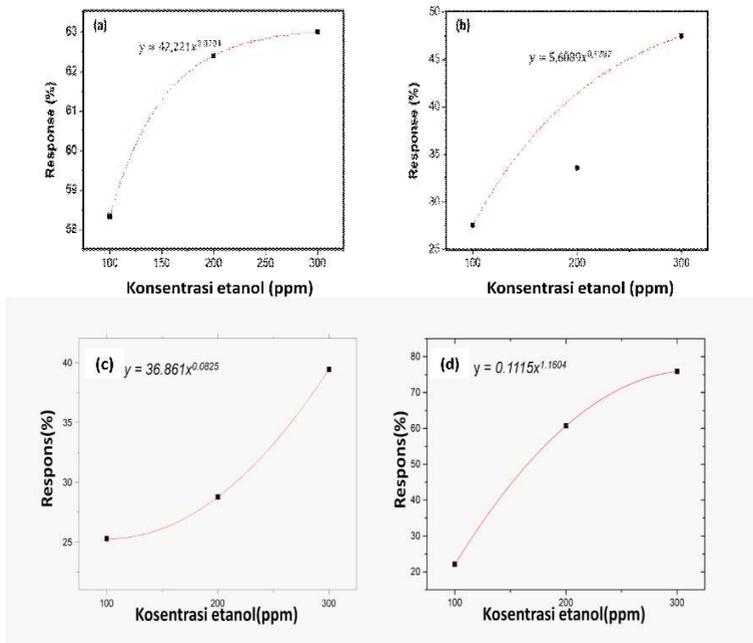
$$\ln R = \frac{E_a}{T} K_B - \ln C \quad (3.6)$$

Dengan  $R$  adalah resistansi pada suhu tertentu,  $E_a$  adalah energi aktivasi (eV),  $T$  adalah suhu dalam satuan Kelvin dan  $K_B$  adalah konstanta Boltzman sebesar  $8,617 \times 10^{-5}$  (eV/K).

**Tabel 3.2** Energi masing-masing nanokeramik pada setiap konsentrasi etanol dari 100-300 ppm.

| Energi Aktivasi (eV) |         |         |         |       |
|----------------------|---------|---------|---------|-------|
| Sampel               | 100 ppm | 200 ppm | 300 ppm | Mean  |
| ZF, T= 800 °C        | 0,566   | 0,626   | 0,654   | 0,615 |
| MZF, T= 800 °C       | 0,59    | 0,622   | 0,624   | 0,612 |
| MZF, T= 700 °C       | 0,139   | 0,144   | 0,139   | 0,143 |
| MZF, T= 600 °C       | 0,136   | 0,169   | 0,171   | 0,159 |

\*ZF =  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0$  mol), MZF =  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol)



**Gambar 3. 16** Nilai konstanta alfa (a)  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0$  mol) dan  $Mn_xZn_{1-x}Fe_2O_4$  ( $x = 0,1$  mol) pada suhu pembakaran: (b)  $800^\circ C$ , (c)  $600^\circ C$  dan (d)  $700^\circ C$ .

Energi aktivasi yang dibutuhkan untuk dapat beroperasi dari masing-masing sampel disajikan pada Tabel 3.5. Terlihat bahwa nanokeramik MZF memiliki energi lebih kecil dibandingkan dengan nanokeramik ZF. Dari hasil ini dapat diketahui bahwa penambahan Mn cukup mempengaruhi tingkat energi aktivasi yang dibutuhkan dalam setiap adsorpsi konsentrasi molekul gas

etanol yang berbeda. Meninjau pada Persamaan 3.6 bahwa energi aktivasi berbanding lurus dengan  $\ln R$  dalam artian semakin kecil energi aktivasi yang dibutuhkan oleh nanokeramik sensor, semakin kecil resistivitas sensor. Karena resistivitas memiliki hubungan keterbalikan dengan konduktifitas, sehingga nanokeramik sensor dengan energi aktivasi kecil memiliki konduktifitas yang tinggi.

Dalam sensor gas komersial, konstanta alfa merupakan tetapan nilai yang dapat dijadikan indikator kelayakan sensor gas yang dipasarkan. Konstanta alfa merupakan ukuran kemampuan sensor dalam mendeteksi keberadaan gas target. Sensor gas komersial pada umumnya memiliki nilai konstanta alfa  $\sim 1$ .

Nilai konstanta alfa didapatkan melalui *plotting* respon sensor pada suhu kerja optimum masing-masing nanokeramik sensor terhadap setiap konsentrasi etanol yang diukur. Nilai konstanta alfa dapat dilihat dari derajat  $x$  pada Gambar 3.17. Nilai konstanta ini untuk ZF  $\alpha_{280} = 0,07$ , MZF suhu pembakaran  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$   $\alpha_{235} = 0,43$ , MZF suhu pembakaran  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$   $\alpha_{325} = 1,16$ , MZF suhu pembakaran  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$   $\alpha_{325} = 0,08$ . Dari tetapan/konstanta

alfa ini dapat diketahui bahwa nanokeramik MZF yang dibakar pada suhu 700 °C memiliki nilai konstanta alfa yang paling tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa nanokeramik dengan variabel tersebut sangat berpotensi untuk diproduksi secara komersial.

Setelah dianalisis dari berbagai parameter bahwa hasil fabrikasi keramik nano sensor mulai terlihat optimum ketika dibuat pada suhu pembakaran 700 °C dengan nilai konstanta alfa paling tinggi dan energi aktivasi paling rendah. Argumen ini juga didukung dengan *gap* respon dari setiap konsentrasi etanol yang diberikan cukup jauh, semisal *gap* respon pada etanol 100 ppm dengan 200 ppm atau dengan 300 ppm. Ini menunjukkan tingkat respon yang dimiliki nanokeramik sensor cukup tinggi dan dapat membedakan konsentrasi etanol meskipun dalam satuan yang kecil.

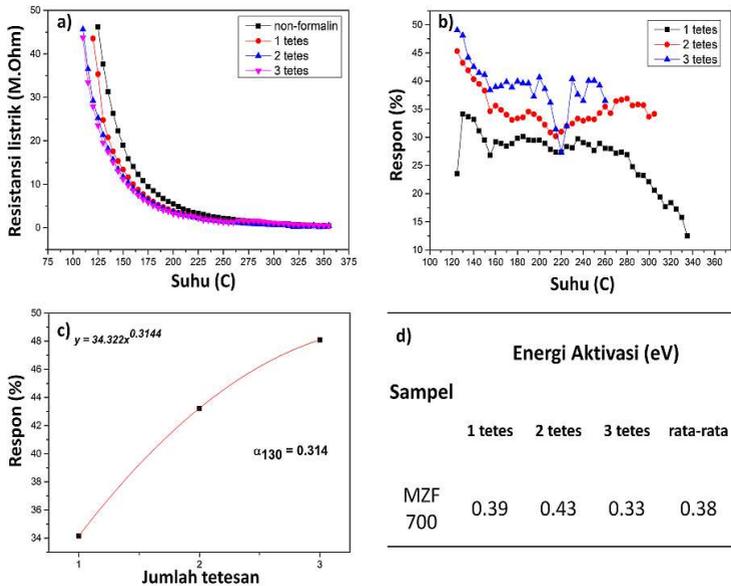
Perbandingan tingkat respon sensor diuji dengan melakukan pengukuran di gas lain, salah satunya dengan menggunakan formaldehida/ formalin. Respon sensor diuji dalam rentang satu, dua dan tiga tetes formalin. Karakteristik dan respon sensor dapat dilihat pada Gambar 3.17.

Gambar 3.17a) menunjukkan perilaku nilai resistansi listrik keramik film tebal yang dibakar pada suhu 700 °C selama dua jam yang memiliki respon pada setiap rentang kenaikan suhu lima derajat celsius dari 110 – 355 °C, dengan interpretasi pada Gambar 3.17b).

Sensor yang dibuat memiliki karakteristik material semikonduktor tipe-P, ini ditunjukkan oleh nilai resistansi listrik sensor ketika berada di lingkungan yang mengandung formalin lebih kecil dibandingkan pada saat sensor berada di lingkungan nonformalin. Dimana formalin merupakan salah satu jenis gas pereduksi.

Titik optimum sensor berada pada suhu 130 °C dengan respon sebesar 49,04% pada konsentrasi formalin sebanyak 3 tetes.

Konstanta alfa dan energi aktivasi keramik sensor yang dibakar pada suhu 700 °C selama dua jam masing-masing ditunjukkan oleh Gambar 3.17c) dan d). Nilai konstanta alfa sebesar 0.314 dan energi aktivasi rata-ratanya sebesar 0.38 eV.



**Gambar 3. 17** a) Prilaku sensor, b) respon sensor, c) konstanta alfa dan d) energi aktivasi.

Jika dibandingkan sensitivitas keramik sensor terhadap gas target alkohol dan formalin, sensor lebih sensitif terhadap adanya gas alkohol, hal ini ditunjukkan dari besar nilai respon yang dimiliki oleh masing-masing sensor. Namun di sisi lain, sensor memiliki temperatur operasi yang lebih rendah terhadap gas target formalin dengan suhu optimum pada 130 °C dibandingkan terhadap gas target alkohol. Hal ini menunjukkan bahwa keramik

sensor yang telah peneliti buat dengan menggunakan teknologi film tebal memiliki selektivitas yang sangat tinggi. Dimana parameter selektivitas menjadi ukuran penting terhadap kualitas sensor.

Tinjauan lain dapat dilakukan dengan melihat konstanta alfa yang menjadi salah satu parameter kelayakan sensor agar bisa dikomersialkan. Dari data-data di atas nampak bahwa sensor yang diberi gas target memiliki konstanta alfa yang lebih tinggi. Sedangkan energi aktivasi yang dimiliki tidak memiliki perbedaan yang cukup jauh.

Dilihat dari komparasi perkembangan sensor dari tahun ke tahun, ternyata sensor berbasis mineral lokal memiliki suhu optimum yang relatif rendah dengan %respon yang tinggi. Hal ini mengindikasikan bahwa sensor berbasis mineral lokal Indonesia dapat bersaing dengan kapasitas sensor yang berbahan impor. Lebih jauh lagi ini memberi kesempatan bahwa sensor berbasis material lokal dapat diaplikasikan sebagai detektor halal pada makanan/minuman yang mengandung alkohol.

## Referensi

- [1] Al-Qur'an Surat Al- Maidah ayat 87-88, Cordoba, 2003, p. 122.
- [2] “Hadist Nabi SAW tentang Khamr (H.R Muslim : 3/1587)”.
- [3] LPPOM MUI, 14 Agustus 2014. [Online]. Available: [http://www.halalmui.org/mui14/index.php/main/detil\\_page\\_/48/2242](http://www.halalmui.org/mui14/index.php/main/detil_page_/48/2242). [Diakses Selasa April 2018].
- [4] G. Fine, L. Cavanagh, A. Afonja dan R. and Binions, “Metal Oxide Semi-Conductor Gas Sensors in Environmental Monitoring,” *sensors*, pp. 5469-5502, 2010.
- [5] A. K. Yadav dan R. S. d. P. Singh, “Fabrication of Lanthanum Ferrite Based Liquefied Petroleum Gas Sensor,” *Sensor and Actuators B*, vol. 229, pp. 25-30, 2016.
- [6] H. Bai dan G. Shi, “Gas Sensors based on conducting polymers,” *Sensors*, vol. 7, pp. 267-307, 2007.
- [7] A. Mirzaei, B. Hashemi dan d. K. Janghorban, “a-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> based nanomaterials as gas sensors,” *J Mater Sci: Mater Electron*, vol. 27, p. 3109–3144, 2016.
- [8] A. Rayees, U. Sharief dan d. S. Mohd, “Synthesis and Characterization of Screen Printed Zn<sub>0.97</sub>Cu<sub>0.03</sub>O Thick Film for Semiconductor Device Applications,” *Journal of Nanomaterials*, pp. 1-5, 24 November 2014.
- [9] Y. Shengsheng, H. Song, J. Qian, Y.-l. Sun dan a. X.-h. Jia, “Controlled Synthesis of Hierarchically Assembled Porous

ZnO Microspheres with Enhanced Gas-Sensing Properties,” *Journal of nanomaterials*, pp. 1-9, 2015.

- [10] I. D. P. Hermida, G. Wiranto, Hiskia dan d. R. Nopriyanti, “Fabrication of SnO<sub>2</sub> based CO gas sensor device using thick film technology,” dalam *8th International Conference on Physics and its Applications (ICOPIA)*, 2016.
- [11] N. Izu, N. Oh-hori, M. Itou, W. Shin, I. Matsubara dan d. N. Murayama, “Resistive oxygen gas sensors based on Ce<sub>1-x</sub>Zr<sub>x</sub>O<sub>2</sub> nano powder prepared using new precipitation method,” *Sensors and Actuators B Chemical*, January 2005.
- [12] S. Ansari, P. Borojerdian, S. Sainkar, R. Karekar, R. Aiyer dan d. S. Kulkarni, “Grain size effects on H<sub>2</sub> gas sensitivity of thick film resistor using SnO<sub>2</sub> nanoparticles,” *Thin Solid Films*, vol. 295, pp. 271-276, 1997.
- [13] X.-R. CHEN, Z.-M. CHEN dan d. X.-J. LIU, “Au/ $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposites as Selective NO<sub>2</sub> Gas Sensors,” dalam *SMAE 2016*, 2016.
- [14] H. Yan, X. Su, C. Yang, J. Wang dan d. C. Niu, “Improved photocatalytic and gas sensing properties of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles derived from  $\beta$ -FeOOH nanospindles,” *Ceram*, pp. 1729-1733, 2014.
- [15] J. Gröttrup, V. Postica, N. Ababii, O. Lupan, C. Zamponi, D. Meyners, Y. K. Mishra, V. Sontea, I. Tiginyanu dan d. R. Adelung, “Size-dependent UV and gas sensing response of individual Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZnO:Fe micro- and nanowire based devices,” *J. Alloys Comp*, vol. 2017, pp. 920-925, 2017.

- [16] H. Aliah, D. Syarif, N. Iman, A. Sawitri, S. M.WS., M. Subkhi dan P. Pitriana, "Semiconductor Ceramic  $Mn_xFe_{2-x}O_3-Fe_2O_3$  from Natural Minerals as Ethanol Gas Sensors," dalam *ICAMST*, Makassar, 2018.
- [17] D. S. Pratiwi, "Pembuatan Sensor Etanol Film Tebal  $LaFeO_3$  dan  $LaZn_{0,125}Fe_{0,875}O_3$  melalui metode Sol-gel dari Besi bekas dan Sari Lemon," Unpublished, Bandung, 2017.
- [18] H. Aliah, D. G. Syarif, R. N. Iman, W. Darmalaksana, A. Setiawan dan A. Sawitri, "Preliminary Studies of  $[Mn]_{(x)} [Zn]_{(2-x)} FeO_4$  ( $x=0$  dan  $0.1$ ) Thick Film Semiconductors as An Ethanol Gas Sensor," dalam *AASEC 2018*, Bandung, 2018.
- [19] M. Abdullah, Pengantar Nanosains, Bandung: ITB Press, 2008.
- [20] A. Suhandi, "<http://www.nano.lipi.go.id>," P2F Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong, 2005. [Online]. Available: [www.nano.lipi.go.id/utama.cgi?cetakartikel&1113183484](http://www.nano.lipi.go.id/utama.cgi?cetakartikel&1113183484) . [Diakses 20 September 2018].
- [21] W. Cao, "UnderstandingNano.com," Skypspring Nanomaterials, Inc, [Online]. Available: [www.understandingnano.com/nanomaterials-synthesis-ball-milling.html](http://www.understandingnano.com/nanomaterials-synthesis-ball-milling.html). [Diakses 18 Oktober 2018].
- [22] E. Mahen, "Sintesis Nanomaterial," dalam *Pengantar Nanoteknologi*, M. Abdullah, Penyunt., Bandung, 2012, pp. 479-482.

- [23] B. Zhang, W. Fu, X. Meng, A. Ruan, P. Su dan a. H. Yang, "Synthesis and enhanced gas sensing properties of flowerlike ZnO/ $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> core-shell nanorods," *Ceramics International*, 2017.
- [24] C. Ru, M. Lei, C. Haoliang, N. Eiji, L. Chengyan, A. Toru, I. Yuji, T. Masaki dan S. Tanemura, *Journal of Materials Chemistry A*, vol. 3, p. 3726–3738, 2015.
- [25] A. Yu, J. Qian, H. Pan, Y. Cui, M. Xu, L. Tu, Q. Chai dan d. X. Zhou, "Micro-lotus constructed by Fe-doped ZnO hierarchically porous nanosheets: Preparation, characterization and gas sensing property," *Sensors and Actuators B*, vol. 158, pp. 9-16, 2011.
- [26] H. Pujiarti, "SnO<sub>2</sub> untuk Aplikasi Sensor Gas," dalam *Pengantar Nanoteknologi*, A. Mikrajuddin, Penyunt., Bandung, 2010, pp. 142-154.
- [27] E. d. Leitte, "Controlled Thickness Deposition of Ultrathin Ceramic Films by Spin Coating," *Journal of American Ceramic Society*, vol. 89, pp. 2016-2020, 2006.
- [28] M. Abdullah, Y. Virgus, Nirmin dan d. Khairurrijal, "Review : Sintesis Nanomaterial," *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, vol. 1 No.2, pp. 33-57, Juli 2008.
- [29] G. Korotcenkov dan dkk, " Peculiarities of SnO<sub>2</sub> Thin Film Deposition by Spray Pyrolysis for Gas Sensor Application," *Sensor and Actuators B*, vol. 77, pp. 244-252, 2001.
- [30] R. Binions dan S. Kanu, "Thin films for solar control applications," dalam *Proc. Royal Soc. Lon. A.*, 2010.

- [31] I. Alhomoudi dan G. dan Newaz, "Residual stresses and Raman shift relation in anatase TiO<sub>2</sub> thin film," *Thin Solid Films*, vol. 517, pp. 4372-4378, 2009.
- [32] R. Boulmani, M. Bendahan, C. Lambert-Mauriat, M. Gillet dan K. Aguir, "Correlation between rf-sputtering parameters and WO<sub>3</sub> sensor response towards ozone," *Sensors and Actuators B- Chemistry*, vol. 125, pp. 622-627, 2007.
- [33] M. S. University, "X-Ray Powder Diffraction (XRD)," 05 Agustus 2018. [Online]. Available: <https://serc.carleton.edu/details/images/8416.html>. [Diakses Juli 2018].
- [34] Parno, "Difraksi Kisi Kristal," dalam *Fisika Zat Padat*, Malang, 2006, pp. 18-24.
- [35] M. Lukman., W. Y. dan a. H. , "Artikel Sintesis biomaterial Komposit CaO-SiO<sub>2</sub> Berbasis Material Alam (Batuan Kapur dan Pasir Kuarsa) dengan Variasi Suhu Pemanasan dan Pengaruhnya Terhadap Porositas Kekerasan dan Mikrostruktur," 2012.
- [36] K. Akhmad, N. Muchammad, R. Muhammad, B. Redy dan S. Woro, "Studi Pengaruh Variasi Suhu Kalsinasi Terhadap Kekerasan Bentuk Morfologi, Dan Analisis Porositas Nanokomposit Cao/Sio<sub>2</sub> Untuk Aplikasi Bahan Biomaterial," *Jurnal Pendidikan Fisika dan Aplikasinya (JPFA)*, vol. 4 No.2, pp. 22-26, 2014.
- [37] R. Ramlan, "Pengaruh MgO dan Suhu Sintering Terhadap Mikrostruktur dan Sifat Fisis Keramik Beta Alumina (B" - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)", 2001.

- [38] J. Reed, Introduction to the principle of Ceramic Processing, John Willey & Son, 1995, pp. 583-598.
- [39] R. Ramlan dan A. A. Bama, "Pengaruh Suhu dan Waktu Sintering terhadap Sifat Bahan Porselen untuk Bahan Elektrolit Padat (Komponen Elektronik)," *Jurnal Penelitian Sains*, vol. 14 Nomer 3 (B) 14305, pp. 14305-22-14305-25, 2011.
- [40] K. Arshak dan I. and Gaidan, "Gas sensing properties of ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/ZnO screen-printed thick films," *Sensors and Actuators B Chemical*, Vol. %1 dari %2111-112, pp. 58-62, 3 August 2005.
- [41] S. Rahimah, D. G. S. dan a. E. S. , "Sintesis dan Karakterisasi Film Tebal Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:10% mol ZnO untuk Sensor Gas Etanol," dalam *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir*, 2011.
- [42] K. Fan, J. Guo, L. Cha, Q. Chen dan a. J. Ma, "Atomic layer deposition of ZnO onto Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoplates for enhanced H<sub>2</sub>S sensing," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 698, pp. 336-340, 2017.
- [43] Parno, "Semikonduktor," dalam *Fisika Zat Padat*, Malang, 2006, pp. 140-149.
- [44] Y. Chen, H. Li, Q. Ma, Q. Che, J. Wang dan G. W. a. P. Yang, "ZIF-8 derived hexagonallike  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZnO/Au nanoplates with tunable surface heterostructures for superior ethanol gas-sensing performance," *Applied Surface Science*, pp. 1-34, 2018.

- [45] N. d. Pinna, "Nonaqueous Synthesis of Nanocrystalline Semiconducting Metal Oxides for Gas Sensing," *Angew. Chem. Int.*, vol. 43, p. 4345 – 4349, 2004.
- [46] S. R. Rio dan M. dan Iida, "Teori Latar Belakang," dalam *Fisika dan Teknologi Semikonduktor*, Jakarta, PT Pradnya Paramita, 1999, pp. 13-14.
- [47] X. Liu, B. C. J. H. dan a. H. Qin, "Theoretical Calculation of Ethanol Molecule Adsorption on LaFeO<sub>3</sub> (010) Surface," *Comp. Mater. Sci.*, vol. 68, pp. 90-94, 2013.
- [48] C. M. Hung, N. D. Hoa, N. V. Duy, N. V. Toan, D. T. T. Le dan a. N. V. Hieu, "Synthesis and gas-sensing characteristics of a-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hollow balls," *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, pp. 45-50, 2016.
- [49] L. Wang, T. Fei, Z. Lou dan d. T. Zhang, "Three-dimensional hierarchical flowerlike a-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanostructures: synthesis and ethanol-sensing properties," *ACS Appl.Mater*, pp. 4689-4694, 2011.
- [50] R. Srivastava, "R. Srivastava, Investigation on temperature sensing of nanostructured zinc oxide synthesized via oxalate route," *J. Sens. Technol*, pp. 8-12, 2012 .
- [51] E. Scotter, Development of a thick film gas sensor for oxygen detection at trace levels, Universitas Rovira I Virgili. Tarragona, 2006.
- [52] Umar, K. Rajesh, O. Al-Dossary, K. Girish dan d. Ahmad, "Zinc Oxide Nanostructures for NO<sub>2</sub> Gas-Sensor Applications: AReview," *Nano- Micro Letter*, pp. 97-120, 2015.

- [53] E. Oh, H.-Y. Choi, S.-H. Jung, S. Cho, J. Kim, K.-H. Lee, S.-W. Kang, J. Kim, J.-Y. Yun dan d. S. Jeong, "High-performance NO<sub>2</sub> gas sensor based on ZnO nanorod grown by ultrasonic irradiation," *Sens. Actuators B*, vol. 141, pp. 239-243, 2009.
- [54] S. Si, C. Li, X. Wang, Q. Peng dan Y. and Li, "Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZnO core-shell nanorods for gas sensors," *Sensors and Actuators B*, vol. 119, pp. 52-56, 2006.
- [55] X. Fu, B. Zhang, H. Liu, B. Zong, L. Huang, H. Bala dan a. Z. Zhang, "Synthesis and improved gas sensing properties of ZnO/a-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> microflowers assembled with nanosheets," *Materials Letters*, vol. 196, pp. 149-152, 2017.
- [56] [www.robotshop.com/en/gas-sensors.html](http://www.robotshop.com/en/gas-sensors.html). 2018. Gambar pada cover.

## Lampiran

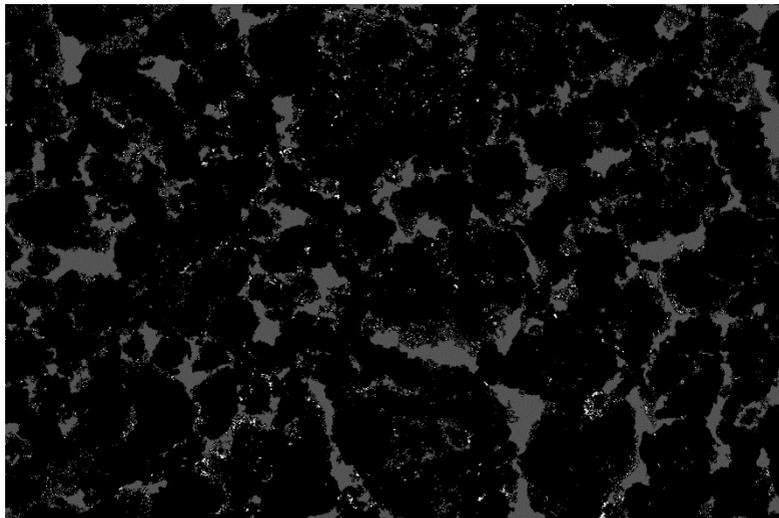
*Lampiran 1 Perhitungan ukuran kristal nanokomposit  $T = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$*

| N<br>o. | Pos.[ $^{\circ}2\theta$ ] | lambda | cos<br>tetha | K   | B      | FWHM<br>Pusat<br>[ $^{\circ}2\theta$ ] | Ukuran<br>Kristal<br>[nm] |
|---------|---------------------------|--------|--------------|-----|--------|--|---------------------------|
| 1       | 24,01                     | 0,154  | 0,913        | 0,9 | 0,003  | 0,375                                  | 46,4                      |
| 2       | 25,41                     | 0,154  | 0,903        | 0,9 | 0,005  | 0,618                                  | 28,5                      |
| 3       | 30,07                     | 0,154  | 0,865        | 0,9 | 0,006  | 0,638                                  | 28,8                      |
| 4       | 33,09                     | 0,154  | 0,837        | 0,9 | 0,003  | 0,302                                  | 62,9                      |
| 5       | 35,48                     | 0,154  | 0,814        | 0,9 | 0,006  | 0,705                                  | 27,7                      |
| 6       | 40,79                     | 0,154  | 0,75         | 0,9 | 0,007  | 0,752                                  | 28,2                      |
| 7       | 43,2                      | 0,154  | 0,72         | 0,9 | 0,011  | 1,306                                  | 16,9                      |
| 8       | 49,41                     | 0,154  | 0,65         | 0,9 | 0,009  | 1,068                                  | 22,9                      |
| 9       | 52,4                      | 0,154  | 0,609        | 0,9 | 0,013  | 1,483                                  | 17,6                      |
| 10      | 54,08                     | 0,154  | 0,586        | 0,9 | 0,011  | 1,286                                  | 21,1                      |
| 11      | 57,39                     | 0,154  | 0,538        | 0,9 | 0,014  | 1,642                                  | 18,0                      |
| 12      | 62,37                     | 0,154  | 0,463        | 0,9 | 0,016  | 1,856                                  | 18,5                      |
| 13      | 63,92                     | 0,154  | 0,439        | 0,9 | 0,017  | 1,947                                  | 18,6                      |
| 14      | 66,42                     | 0,154  | 0,4          | 0,9 | 0,021  | 2,438                                  | 16,3                      |
| 15      | 68,10                     | 0,154  | 0,372        | 0,9 | 0,035  | 4,070                                  | 10,5                      |
| 16      | 71,97                     | 0,154  | 0,309        | 0,9 | 0,042  | 4,763                                  | 10,8                      |
| 17      | 76,73                     | 0,154  | 0,229        | 0,9 | 0,054  | 6,198                                  | 11,2                      |
| 18      | 80,69                     | 0,154  | 0,161        | 0,9 | 0,075  | 8,586                                  | 11,5                      |
| 19      | 88,81                     | 0,154  | 0,2          | 0,9 | 0,012  | 1,347                                  | 59                        |
| 20      | 93,70                     | 0,154  | -0,064       | 0,9 | -0,167 | -19,11                                 | 13,0                      |
| 21      | 95,24                     | 0,154  | -0,091       | 0,9 | -0,115 | -13,23                                 | 13,2                      |

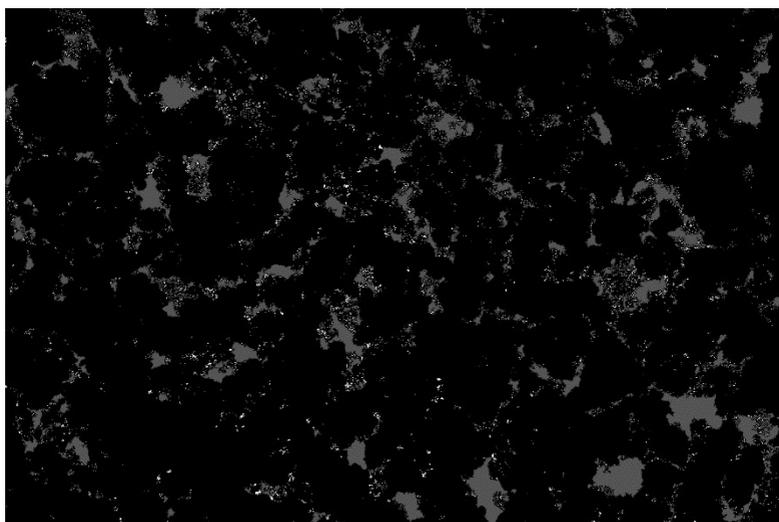
*Lampiran 2 Perhitungan ukuran kristal keramik nanokomposit  $T= 700\text{ }^{\circ}\text{C}$*

| <b>N o</b> | <b>Pos. [°2<math>\theta</math>]</b> | <b>Lambda</b> | <b>cos tetha</b> | <b>k</b> | <b>B</b> | <b>FWHM [°2<math>\theta</math>]</b> | <b>Ukuran Kristal [nm]</b> |
|------------|-------------------------------------|---------------|------------------|----------|----------|-------------------------------------|----------------------------|
| 1          | 24,10                               | 0,154         | 0,91             | 0,9      | 0,0013   | 0,143                               | 121,8                      |
| 2          | 25,55                               | 0,154         | 0,90             | 0,9      | 0,0013   | 0,14                                | 122,0                      |
| 3          | 30,08                               | 0,154         | 0,86             | 0,9      | 0,0013   | 0,14                                | 124,4                      |
| 4          | 32,95                               | 0,154         | 0,83             | 0,9      | 0,0008   | 0,096                               | 197,3                      |
| 5          | 33,09                               | 0,154         | 0,83             | 0,9      | 0,0013   | 0,151                               | 125,1                      |
| 6          | 35,09                               | 0,154         | 0,81             | 0,9      | 0,0014   | 0,154                               | 125,9                      |
| 7          | 35,44                               | 0,154         | 0,81             | 0,9      | 0,0014   | 0,154                               | 125,9                      |
| 8          | 37,71                               | 0,154         | 0,79             | 0,9      | 0,0014   | 0,158                               | 127,0                      |
| 9          | 40,79                               | 0,154         | 0,75             | 0,9      | 0,0014   | 0,163                               | 128,5                      |
| 10         | 43,31                               | 0,154         | 0,72             | 0,9      | 0,005    | 0,694                               | 128,9                      |
| 11         | 49,38                               | 0,154         | 0,65             | 0,9      | 0,002    | 0,185                               | 131,8                      |
| 12         | 52,51                               | 0,154         | 0,60             | 0,9      | 0,002    | 0,197                               | 132,1                      |
| 13         | 54,00                               | 0,154         | 0,58             | 0,9      | 0,0018   | 0,203                               | 133,1                      |
| 14         | 57,44                               | 0,154         | 0,53             | 0,9      | 0,002    | 0,220                               | 134,0                      |
| 15         | 61,26                               | 0,154         | 0,48             | 0,9      | 0,002    | 0,244                               | 135,0                      |
| 16         | 62,41                               | 0,154         | 0,46             | 0,9      | 0,0022   | 0,252                               | 135,8                      |
| 17         | 63,89                               | 0,154         | 0,4              | 0,9      | 0,0023   | 0,265                               | 136,1                      |
| 18         | 66,44                               | 0,154         | 0,4              | 0,9      | 0,0026   | 0,292                               | 136,1                      |
| 19         | 68,13                               | 0,154         | 0,37             | 0,9      | 0,003    | 0,31305                             | 136,5                      |
| 20         | 71,87                               | 0,154         | 0,31             | 0,9      | 0,003    | 0,36905                             | 138,5                      |
| 21         | 76,77                               | 0,154         | 0,23             | 0,9      | 0,00638  | 0,73137                             | 94,5                       |
| 23         | 80,65                               | 0,154         | 0,162            | 0,9      | 0,02951  | 3,38367                             | 29,0                       |
| 24         | 86,42                               | 0,154         | 0,062            | 0,9      | 0,07285  | 8,35164                             | 30,7                       |
| 25         | 88,88                               | 0,154         | 0,02             | 0,9      | 0,06257  | 7,17351                             | 110,8                      |

*Lampiran 3 Perhitungan luas pori  $T = 600\text{ C}$*



*Lampiran 4 Perhitungan luas pori  $T = 700\text{ C}$*



## ***Lampiran 5 Data base Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>***

### **Name and formula**

|                   |  |
|-------------------|--|
| Reference code:   | 96-900-0140                            |
| Mineral name:     | Hematite                               |
| Compound name:    | Hematite                               |
| Common name:      | Hematite                               |
| Chemical formula: | Fe <sub>12.00</sub> O <sub>18.00</sub> |

### **Crystallographic parameters**

|  |           |
|--|-----------|
| Crystal system:                                    | Hexagonal |
| Space group:                                       | R -3 c    |
| Space group number:                                | 167       |
| a (Å):   | 5.0380    |
| b (Å):   | 5.0380    |
| c (Å):   | 13.7720   |
| Alpha (°):   | 90.0000   |
| Beta (°):  | 90.0000   |
| Gamma (°):   | 120.0000  |
| Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):           | 5.26      |
| Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ): | 302.72    |
| RIR:   | 3.32      |

### **Subfiles and quality**

|           |                              |
|-----------|------------------------------|
| Subfiles: | User Inorganic, User Mineral |
| Quality:  | User From Structure (=)      |

### **Comments**

|                    |                                      |
|--------------------|--------------------------------------|
| Creation Date:     | 25/10/2014 18.49.36                  |
| Modification Date: | 25/10/2014 18.49.36                  |
| Cross-References:  | ICDD:96-900-0140                     |
| Publication title: | Refinement of the hematite structure |
| COD database code: | 9000139                              |

### **References**

Structure: Blake, R. L., Hessevick, R. E., Zoltai, T., Finger, L. W., *American*

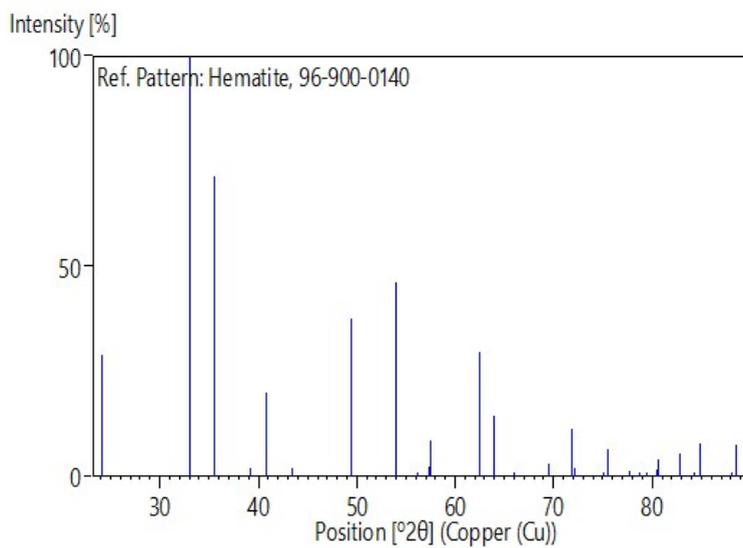
### **Peak list**

| No. | h | k | l  | d [Å]   | 2 $\theta$ [°] | I [%] |
|-----|---|---|----|---------|----------------|-------|
| 1   | 0 | 1 | 2  | 3.68552 | 24.128         | 29.0  |
| 2   | 1 | 0 | 4  | 2.70280 | 33.118         | 100.0 |
| 3   | 1 | 1 | 0  | 2.51900 | 35.612         | 71.3  |
| 4   | 0 | 0 | 6  | 2.29533 | 39.217         | 2.0   |
| 5   | 1 | 1 | 3  | 2.20838 | 40.829         | 20.0  |
| 6   | 2 | 0 | 2  | 2.07965 | 43.480         | 1.9   |
| 7   | 0 | 2 | 4  | 1.84276 | 49.419         | 37.7  |
| 8   | 1 | 1 | 6  | 1.69662 | 54.004         | 46.1  |
| 9   | 2 | 1 | 1  | 1.63738 | 56.127         | 0.6   |
| 10  | 1 | 2 | 2  | 1.60373 | 57.412         | 2.2   |
| 11  | 0 | 1 | 8  | 1.60136 | 57.505         | 8.7   |
| 12  | 2 | 1 | 4  | 1.48728 | 62.386         | 29.8  |
| 13  | 0 | 3 | 0  | 1.45435 | 63.964         | 14.4  |
| 14  | 1 | 2 | 5  | 1.41488 | 65.971         | 0.2   |
| 15  | 2 | 0 | 8  | 1.35140 | 69.500         | 3.1   |
| 16  | 1 | 0 | 10 | 1.31333 | 71.822         | 11.4  |
| 17  | 1 | 1 | 9  | 1.30782 | 72.171         | 2.0   |
| 18  | 2 | 1 | 7  | 1.26383 | 75.106         | 0.2   |
| 19  | 2 | 2 | 0  | 1.25950 | 75.409         | 6.4   |
| 20  | 0 | 3 | 6  | 1.22851 | 77.661         | 1.2   |
| 21  | 2 | 2 | 3  | 1.21461 | 78.720         | 1.1   |
| 22  | 1 | 3 | 1  | 1.20544 | 79.437         | 0.1   |
| 23  | 3 | 1 | 2  | 1.19183 | 80.529         | 1.5   |
| 24  | 1 | 2 | 8  | 1.19085 | 80.609         | 4.2   |
| 25  | 0 | 2 | 10 | 1.16455 | 82.822         | 5.6   |
| 26  | 0 | 0 | 12 | 1.14767 | 84.317         | 0.2   |
| 27  | 1 | 3 | 4  | 1.14163 | 84.867         | 8.0   |
| 28  | 3 | 1 | 5  | 1.10789 | 88.100         | 0.0   |
| 29  | 2 | 2 | 6  | 1.10419 | 88.472         | 7.7   |

### **Structure**

| No. | Name | Element | X       | Y       | Z       | Biso   | sof    | Wyck. |
|-----|------|---------|---------|---------|---------|--------|--------|-------|
| 1   | Fe   | Fe      | 0.00000 | 0.00000 | 0.14470 | 0.5000 | 1.0000 | 12c   |
| 2   | O    | O       | 0.30590 | 0.00000 | 0.25000 | 0.5000 | 1.0000 | 18e   |

### **Stick Pattern**



## *Lampiran 6 Data base ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>*

### **Name and formula**

|                   |   |
|-------------------|---|
| Reference code:   | 96-900-6897   |
| Mineral name:     | Franklinite   |
| Compound name:    | Franklinite   |
| Common name:      | Franklinite   |
| Chemical formula: | Zn <sub>8.00</sub> Fe <sub>16.00</sub> O <sub>32.00</sub> |

### **Crystallographic parameters**

|  |          |
|--|----------|
| Crystal system:                                    | Cubic    |
| Space group:                                       | F d -3 m |
| Space group number:                                | 227      |
| a (Å):   | 8.3600   |
| b (Å):   | 8.3600   |
| c (Å):   | 8.3600   |
| Alpha (°):   | 90.0000  |
| Beta (°):  | 90.0000  |
| Gamma (°):   | 90.0000  |
| Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):           | 5.48     |
| Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ): | 584.28   |
| RIR:   | 5.76     |

### **Subfiles and quality**

|           |                              |
|-----------|------------------------------|
| Subfiles: | User Inorganic, User Mineral |
| Quality:  | User From Structure (=)      |

### **Comments**

|                    |   |
|--------------------|---|
| Creation Date:     | 25/10/2014 19.02.19   |
| Modification Date: | 25/10/2014 19.02.19   |
| Cross-References:  | ICDD:96-900-6897  |
| Structure TIDY:    | TRANS Origin 1/2 1/2 1/2  |
| Publication title: | Phase transition of synthetic zinc ferrite spinel (ZnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ) at high pressure, from synchrotron X-ray powder diffraction Sample: P = 5.5 GPa |

COD database code: 9006896

## References

Structure: Levy, D., Pavese, A., Hanfland, M., *Physics and Chemistry of Minerals*, 27, 638 - 644, (2000)

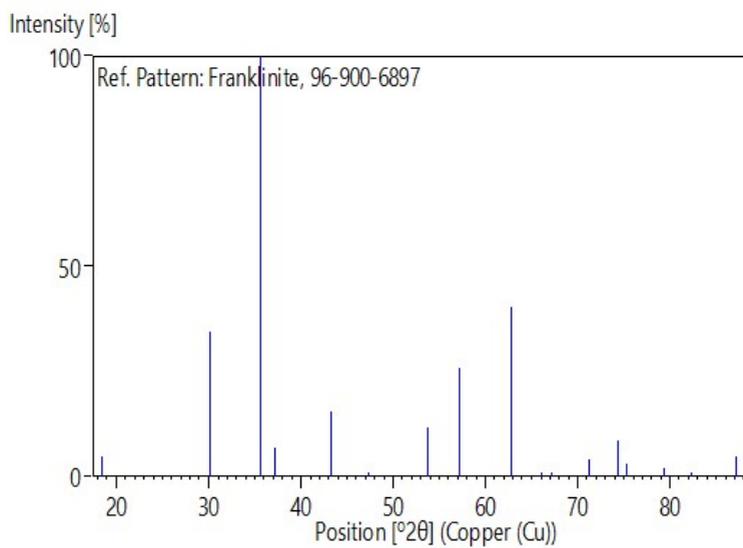
## Peak list

| No. | h | k | l | d [Å]   | 2 $\theta$ [°] | I [%] |
|-----|---|---|---|---------|----------------|-------|
| 1   | 1 | 1 | 1 | 4.82665 | 18.367         | 4.6   |
| 2   | 0 | 2 | 2 | 2.95571 | 30.213         | 34.4  |
| 3   | 1 | 1 | 3 | 2.52063 | 35.588         | 100.0 |
| 4   | 2 | 2 | 2 | 2.41332 | 37.227         | 6.8   |
| 5   | 0 | 0 | 4 | 2.09000 | 43.254         | 15.4  |
| 6   | 1 | 3 | 3 | 1.91792 | 47.361         | 0.3   |
| 7   | 2 | 2 | 4 | 1.70648 | 53.667         | 11.7  |
| 8   | 1 | 1 | 5 | 1.60888 | 57.211         | 26.0  |
| 9   | 0 | 4 | 4 | 1.47785 | 62.829         | 40.4  |
| 10  | 1 | 3 | 5 | 1.41310 | 66.065         | 0.5   |
| 11  | 2 | 4 | 4 | 1.39333 | 67.125         | 0.0   |
| 12  | 0 | 2 | 6 | 1.32183 | 71.289         | 4.2   |
| 13  | 3 | 3 | 5 | 1.27489 | 74.344         | 8.6   |
| 14  | 2 | 2 | 6 | 1.26032 | 75.352         | 3.2   |
| 15  | 4 | 4 | 4 | 1.20666 | 79.341         | 1.9   |
| 16  | 1 | 5 | 5 | 1.17063 | 82.298         | 0.3   |
| 17  | 2 | 4 | 6 | 1.11715 | 87.184         | 4.7   |

## Structure

| No. | Name | Element | X       | Y       | Z       | Biso   | sof    | Wyck. |
|-----|------|---------|---------|---------|---------|--------|--------|-------|
| 1   | ZnT  | Zn      | 0.37500 | 0.37500 | 0.37500 | 0.5000 | 1.0000 | 8b    |
| 2   | FeM  | Fe      | 0.00000 | 0.00000 | 0.00000 | 0.5000 | 1.0000 | 16c   |
| 3   | O    | O       | 0.24330 | 0.24330 | 0.24330 | 0.5000 | 1.0000 | 32e   |

## Stick Pattern



## *Lampiran 7 Data base Fe<sub>16,00</sub>Mn<sub>2,80</sub>Zn<sub>5,20</sub>O<sub>32,00</sub>*

### **Name and formula**

|                   |  |
|-------------------|--|
| Reference code:   | 96-200-9104  |
| Compound name:    | Zinc Iron Oxide  |
| Common name:      | Zinc Iron Oxide  |
| Chemical formula: | Fe <sub>16,00</sub> Mn <sub>2,80</sub> Zn <sub>5,20</sub> O <sub>32,00</sub> |

### **Crystallographic parameters**

|  |          |
|--|----------|
| Crystal system:                                    | Cubic    |
| Space group:                                       | F d -3 m |
| Space group number:                                | 227      |
| a (Å):   | 8.4550   |
| b (Å):   | 8.4550   |
| c (Å):   | 8.4550   |
| Alpha (°):   | 90.0000  |
| Beta (°):  | 90.0000  |
| Gamma (°):   | 90.0000  |
| Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):           | 5.22     |
| Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ): | 604.42   |
| RIR:   | 5.47     |

### **Subfiles and quality**

|           |                         |
|-----------|-------------------------|
| Subfiles: | User Inorganic          |
| Quality:  | User From Structure (=) |

### **Comments**

|                    |                                      |
|--------------------|--------------------------------------|
| Creation Date:     | 24/10/2014 19.52.23                  |
| Modification Date: | 24/10/2014 19.52.23                  |
| Cross-References:  | ICDD:96-200-9104                     |
| Structure TIDY:    | TRANS Origin 1/2 1/2 1/2             |
| Publication title: | Manganese-rich natural Franklinitite |
| COD database code: | 2009103                              |

### **References**

Structure: Doriguetto, Ant<sup>o</sup>nio C., Fernandes, Nelson G. , *Acta Crystallographica Section C*, **55**, 1751 - 1753, (1999)

### Peak list

| No. | h | k | L | d [Å]   | 2θ [°] | I [%] |
|-----|---|---|---|---------|--------|-------|
| 1   | 1 | 1 | 1 | 4.88150 | 18.158 | 8.3   |
| 2   | 0 | 2 | 2 | 2.98929 | 29.866 | 33.2  |
| 3   | 1 | 1 | 3 | 2.54928 | 35.175 | 100.0 |
| 4   | 2 | 2 | 2 | 2.44075 | 36.794 | 7.7   |
| 5   | 0 | 0 | 4 | 2.11375 | 42.744 | 17.6  |
| 6   | 1 | 3 | 3 | 1.93971 | 46.797 | 0.2   |
| 7   | 2 | 2 | 4 | 1.72587 | 53.016 | 10.9  |
| 8   | 1 | 1 | 5 | 1.62717 | 56.510 | 29.5  |
| 9   | 0 | 4 | 4 | 1.49465 | 62.045 | 41.9  |
| 10  | 1 | 3 | 5 | 1.42916 | 65.230 | 0.9   |
| 11  | 2 | 4 | 4 | 1.40917 | 66.273 | 0.0   |
| 12  | 0 | 2 | 6 | 1.33685 | 70.368 | 3.8   |
| 13  | 3 | 3 | 5 | 1.28938 | 73.371 | 9.0   |
| 14  | 2 | 2 | 6 | 1.27464 | 74.361 | 3.9   |
| 15  | 4 | 4 | 4 | 1.22037 | 78.277 | 2.2   |
| 16  | 1 | 5 | 5 | 1.18394 | 81.177 | 0.6   |
| 17  | 2 | 4 | 6 | 1.12985 | 85.965 | 4.7   |
| 18  | 1 | 3 | 7 | 1.10075 | 88.821 | 7.5   |

### Structure

| No. | Name | Element | X       | Y       | Z       | Biso   | sof    | Wyck. |
|-----|------|---------|---------|---------|---------|--------|--------|-------|
| 1   | Fe   | Fe      | 0.00000 | 0.00000 | 0.00000 | 0.4043 | 1.0000 | 16c   |
| 2   | Mn   | Mn      | 0.37500 | 0.37500 | 0.37500 | 0.4295 | 0.3500 | 8b    |
| 3   | Zn   | Zn      | 0.37500 | 0.37500 | 0.37500 | 0.4295 | 0.6500 | 8b    |
| 4   | O    | O       | 0.23897 | 0.23897 | 0.23897 | 0.4319 | 1.0000 | 32e   |

### Stick Pattern

