

**PENGHASILAN VARISTOR ZnO MELALUI
KAEDAH PENCAMPURAN KONVENSIONAL DAN
PENGELOMPOKAN INDUK**

NOOR AZIRA BINTI MOHD NOOR

UNIVERSITI MALAYSIA PERLIS



PENGHASILAN VARISTOR ZnO MELALUI KAEDAH
PENCAMPURAN KONVENSIONAL DAN
PENGELOMPOKAN INDUK

by

NOOR AZIRA BINTI MOHD NOOR
(0430410028)

A thesis submitted in fulfillment of the requirements for the degree of
Master of Science Materials Engineering

School of Materials Engineering
UNIVERSITI MALAYSIA PERLIS

2010

UNIVERSITI MALAYSIA PERLIS

DECLARATION OF THESIS

Author's full name : Noor Azira binti Mohd Noor
Date of birth : 7 February 1981
Title : Penghasilan Varistor Zno Melalui Kaedah Pencampuran
Konvensional Dan Pengelompokan Induk
Academic Session : 2010/2011

I hereby declare that the thesis becomes the property of Universiti Malaysia Perlis (UniMAP) and to be placed at the library of UniMAP. This thesis is classified as :

- CONFIDENTIAL** (Contains confidential information under the Official Secret Act 1972)
- RESTRICTED** (Contains restricted information as specified by the organization where research was done)
- OPEN ACCESS** I agree that my thesis is to be made immediately available as hard copy or on-line open access (full text)

I, the author, give permission to the UniMAP to reproduce this thesis in whole or in part for the purpose of research or academic exchange only (except during a period of _____ years, if so requested above).

Certified by:

SIGNATURE

SIGNATURE OF SUPERVISOR

(NEW IC NO. / PASSPORT NO.)

NAME OF SUPERVISOR

Date : _____

Date : _____

PENGHARGAAN

Alhamdulillah, segala pujian bagi Allah dengan izinNya dapat saya menyiapkan projek penyelidikan ini dengan jayanya.

Ucapan terima kasih yang tidak terhingga kepada penyelia utama projek ini Dr Nazree bin Derman dan Ir Professor Madya Mohabattul Zaman SNS Bukhari serta penyelia bersama En. Muhammad Asri bin Idris dan Dr Ho Li Ng yang telah banyak memberi bimbingan, tunjuk ajar, pandangan, idea-idea yang bernas dan juga kritikan yang amat membina kepada saya selama menjalankan projek penyelidikan ini. Mereka amat bermakna bagi saya dalam membina keyakinan diri dan memberi inspirasi utama untuk membina kejayaan di masa hadapan.

Saya juga berasa amat berbesar hati untuk merakamkan ucapan jutaan terima kasih saya di atas bantuan dan sokongan teknikal yang diberikan oleh kakitangan-kakitangan teknikal di PPK Bahan yang terdiri daripada En Hadzrul, En Azmi, En Zaidi, En Ku Hasrin dan lain-lain lagi. Tidak lupa juga pensyarah-pensyarah dan rakan sekerja di PPK Bahan yang telah banyak memberi tunjuk ajar kepada saya dalam menjalankan penyelidikan ini.

Penghargaan juga ditujukan kepada Universiti Malaysia Perlis, PPK Bahan, Pusat Pengajian Siswazah dan Unit Penyelidikan dan Pembangunan di atas segala kemudahan yang disediakan.

Akhir sekali, saya ingin merakamkan penghargaan kepada insan-insan tersayang iaitu suami tercinta En Izwan Nurli bin Mat Bistaman, anakanda tersayang Imran Ariq bin Izwan Nurli, allahyarham ayahanda Mohd Noor Deraof, bonda Hanisah Ishak dan adik-

beradik tersayang di atas segala dorongan, semangat dan pengorbanan yang telah diberikan untuk membolehkan saya menempah satu lagi kejayaan di dalam bidang pembelajaran. Untuk sahabat-sahabat di mana jua anda berada saya mengucapkan ribuan terima kasih di atas bantuan dan dorongan yang diberikan. Jasa kalian akan sentiasa dikenang dan diingati sehingga akhir hayat.

Noor Azira Mohd Noor

Februari 2010

© This item is protected by original copyright

SENARAI KANDUNGAN

| | |
|--|--------------|
| PENGHARGAAN | iii |
| JADUAL KANDUNGAN | v |
| SENARAI JADUAL | viii |
| SENARAI RAJAH | ix |
| SENARAI SIMBOL | xv |
| SENARAI PENERBITAN | xix |
| ABSTRAK | xxi |
| ABSTRACT | xxiii |
| BAB 1: PENGENALAN | |
| 1.1 Pendahuluan | 1 |
| 1.2 Pernyataan masalah | 2 |
| 1.3 Objektif Penyelidikan | 6 |
| 1.4 Pendekatan penyelidikan | 7 |
| BAB 2: KAJIAN PERSURATAN | |
| 2.1 Varistor | 10 |
| 2.2 Ciri-ciri Varistor Zink oksida | |
| 2.2.1 Ciri-ciri elektrik | 11 |
| 2.2.2 Mikrostruktur | 15 |
| 2.2.3 Mekanisme Pengaliran Elektron Dalam Varistor ZnO | 20 |
| 2.3 Aplikasi Varistor | 23 |
| 2.4 Zink oksida | 24 |
| 2.5 Bahan Tambah | 26 |
| 2.5.1 Bismut oksida | 27 |
| 2.5.2 Antimoni II oksida | 28 |
| 2.5.3 Mangan oksida | 28 |
| 2.5.4 Kromium oksida | 29 |
| 2.5.5 Kobalt II oksida | 29 |

| | | |
|-------|--|----|
| 2.6 | Pencirian dan Analisa Sifat-sifat varistor | |
| 2.6.1 | Analisa saiz partikel | 30 |
| 2.6.2 | Perubahan Fasa Hablur | 31 |
| 2.6.3 | Analisa Mikrostruktur | 32 |
| 2.6.4 | Ujian Arus-Voltan | 33 |
| 2.7 | Teknik Penghasilan varistor | 34 |
| 2.8 | Teknik Pencampuran | |
| 2.8.1 | Pencampuran Kaedah Konvensional | 35 |
| 2.8.2 | Pencampuran Pengelompokan Induk | 36 |
| 2.9 | Proses Pengisaran | 37 |

BAB 3: EKSPERIMEN

| | | |
|--------|--|----|
| 3.1 | Bahan mentah | 39 |
| 3.2 | Eksperimen | 40 |
| 3.3 | Pencirian Zink Oksida dan Bahan Tambah | 42 |
| 3.4 | Proses Pencampuran | 43 |
| 3.4.1 | Kaedah Konvensional | 43 |
| 3.4.2 | Kaedah Pengelompokan Induk | 44 |
| 3.5 | Pencirian serbuk varistor | 47 |
| 3.5.1 | Analisa saiz partikel | 47 |
| 3.5.2 | Luas permukaan tentu | 48 |
| 3.6 | Proses Penghomogenan | 49 |
| 3.7 | Proses Pengkalsinan | 50 |
| 3.8 | Proses Penekanan Kering | 50 |
| 3.9 | Proses Pensinteran | 51 |
| 3.10 | Pencirian sampel varistor | 51 |
| 3.10.1 | Analisa saiz partikel | 52 |
| 3.10.2 | Mikroskop Elektron Imbasan (SEM) | 52 |
| 3.10.3 | Ujian Arus-Voltan | 54 |

BAB 4: KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

| | | |
|-------|---|-----|
| 4.1 | Pencirian Zink Oksida dan Bahan Tambah | |
| 4.1.1 | Analisa Saiz Partikel Bahan Praproses | 56 |
| 4.1.2 | Analisa Luas Permukaan (BET) | 56 |
| 4.1.3 | Analisa Belauan Sinar-X (XRD) | 57 |
| 4.1.4 | Mikroskop Elektron Imbasan (SEM) | 61 |
| 4.2 | Pencirian serbuk varistor | |
| 4.2.1 | Analisa Saiz Partikel | 62 |
| 4.2.2 | Analisa Luas Permukaan (BET) | 64 |
| 4.2.3 | Analisa Belauan sinar-X (XRD) | 65 |
| 4.2.4 | Mikroskop Elektron Imbasan (SEM) | 68 |
| 4.3 | Pencirian Serbuk Varistor Selepas Proses Pengisaran | |
| 4.3.1 | Analisa Saiz Partikel | 70 |
| 4.3.2 | Analisa Luas Permukaan (BET) | 77 |
| 4.4 | Ujian ke atas Pelet Varistor | |
| 4.4.1 | Analisa Belauan Sinar-X (XRD) | 80 |
| 4.4.2 | Mikrostruktur | 84 |
| 4.4.3 | Ujian Arus-Voltan | 109 |

| | |
|---|------------|
| BAB 5: KESIMPULAN DAN CADANGAN KAJIAN LANJUTAN | 117 |
|---|------------|

| | |
|------------------------|------------|
| SENARAI RUJUKAN | 121 |
|------------------------|------------|

SENARAI JADUAL

| | | |
|--------|---|-----|
| Jadual | | |
| 2.1 | Ciri-ciri zink oksida | 25 |
| 2.2 | Peranan bahan tambah dalam varistor ZnO (Eda, K., et al., 1989) | 26 |
| 2.3 | Komposisi serbuk varistor berasaskan ZnO (Eda, K., 1989) | 34 |
| 3.1 | Senarai bahan mentah | 39 |
| 3.2 | Komposisi serbuk varistor berasaskan ZnO (Rubia et al., 2004) | 40 |
| 3.3 | Pengiraan stoikiometri kimia bagi kaedah konvensional | 44 |
| 3.4 | Pengiraan stoikiometri kimia bagi kaedah pengelompokan induk pada peringkat pertama | 46 |
| 4.1 | Purata saiz partikel bagi ZnO dan serbuk varistor | 63 |
| 4.2 | Purata luas permukaan tentu bagi ZnO dan serbuk varistor | 65 |
| 4.3 | Fasa yang wujud dalam serbuk varistor | 66 |
| 4.4 | Purata saiz partikel bagi setiap halaju pengisaran. | 76 |
| 4.5 | Analisa luas permukaan tentu bagi setiap halaju pengisaran | 79 |
| 4.6 | Saiz partikel dan voltan jatuh bagi setiap halaju pengisaran | 114 |

SENARAI RAJAH

| Rajah | | |
|-------|--|----|
| 1.1 | Cara pergerakan bola dalam jar (a) mesin pengisar planet dan (b) PBM | 6 |
| 1.2 | Carta alir penghasilan varistor ZnO. | 10 |
| 2.1 | Varistor yang biasa digunakan | 12 |
| 2.2 | Ciri-ciri tipikal arus-voltan varistor a) Plot lurus dan b) Plot log-log | 14 |
| 2.3 | Rajah menunjukkan (a) Lengkung I - V tipikal untuk varistor ZnO dan (b) Lengkung I-V skematik untuk nilai α yang berbeza (Eda, K, 1989) | 15 |
| 2.4 | Skematik mikrostruktur varistor ZnO yang terbahagi kepada 3 jenis | 23 |
| 2.5 | Sisa Bi ₂ O ₃ pada jasad yang disinter selama 2 jam pada setiap suhu yang dikaji [Eda, K., et al., 1989]. | 24 |
| 2.6 | Mikrostruktur varistor ZnO, Z: fasa ZnO, B: fasa kaya Bi ₂ O ₃ , S: fasa spinel jenis Zn ₇ Sb ₂ O ₁₂ , Y: fasa mengandungi Bi ₂ O ₃ [Bernik, S., et al., 2001] | 25 |
| 2.7 | Diagram tahap tenaga yang dicadangkan oleh Blatter dan Greuter. | 27 |
| 2.8 | Model untuk pelbagai sempadan ira (a) Struktur sempada ira varistor ZnO, (b) diagram tahap pengaliran pada sempadan ira. Tahap pengaliran dalam lapisan antara butir kaya Bi ₂ O ₃ tidak jelas. Halangan schottky terbentuk pada simpang dan (c) Litar persamaan bagi struktur sempadan ira. | 28 |
| 2.9 | Ciri-ciri I-V tipikal bagi varistor ZnO [Eda, K., 1989] | 40 |
| 3.1 | Aliran kerja proses penghasilan varistor ZnO. | 47 |
| 3.2 | Carta alir pencirian zink oksida. | 48 |
| 3.3 | Parameter yang digunakan dalam proses penghomogenan | 55 |
| 3.4 | Proses pengkalsinan | 56 |

| | | |
|------|--|----|
| 3.5 | Proses pensinteran | 57 |
| 3.6 | Proses punaran haba ke atas sampel varistor | 59 |
| 3.7 | Litar bagi ujian arus-voltan | 61 |
| 4.1 | Graf menunjukkan purata saiz partikel zink oksida, ZnO | 56 |
| 4.2 | Graf bagi analisa XRD bagi ZnO | 58 |
| 4.3 | Graf bagi analisa XRD bagi bahan tambah | 60 |
| 4.4 | Morfologi serbuk ZnO. | 61 |
| 4.5 | Analisa EDAX bagi zink oksida | 61 |
| 4.6 | Graf menunjukkan purata saiz partikel bagi serbuk varistor ZnO yang dicampur menggunakan kaedah (a) konvensional dan (b) pengelompokan induk | 62 |
| 4.7 | Analisa pembelauan sinar-x, XRD bagi serbuk varistor kaedah pencampuran a) konvensional dan b) pengelompokan induk | 67 |
| 4.8 | Morfologi bagi serbuk varistor yang dicampur menggunakan kaedah pencampuran (a) konvensional dan (b) pengelompokan induk. | 69 |
| 4.9 | Analisa EDAX bagi kaedah pencampuran konvensional dan pengelompokan induk. | 70 |
| 4.10 | Graf menunjukkan purata saiz partikel bagi serbuk varistor ZnO yang dicampur menggunakan teknik konvensional bagi kelajuan pengisaran (a) 200 ppm, (b) 300 ppm, (c) 400 ppm dan (d) 500 ppm | 72 |
| 4.11 | Graf menunjukkan purata saiz partikel bagi serbuk varistor ZnO yang dicampur menggunakan teknik pengelompokan induk bagi kelajuan pengisaran (a) 200 ppm, (b) 300 ppm, (c) 400 ppm dan (d) 500 ppm | 75 |
| 4.12 | Graf purata saiz ira selepas proses pengisaran melawan halaju pengisaran bagi teknik pencampuran konvensional dan pengelompokan induk | 77 |
| 4.13 | Graf luas permukaan tentu melawan halaju pengisaran bagi kaedah pencampuran konvensional dan pengelompokan induk | 79 |

| | | |
|------|---|----|
| 4.14 | Analisa XRD untuk setiap sampel proses pencampuran kaedah konvensional bagi halaju pengisaran a) 200 ppm, b)300 ppm, c) 400 ppm dan d) 500 ppm | 81 |
| 4.15 | Analisa XRD selepas proses pengisaran untuk proses pencampuran kaedah pengelompokan induk bagi halaju pengisaran a) 200 ppm, b)300 ppm, c) 400 ppm dan d) 500 ppm | 83 |
| 4.16 | Mikrostruktur bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 200 ppm pada pembesaran 3 000X | 84 |
| 4.17 | Analisa saiz ira bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 200 ppm pada pembesaran 5 000X | 85 |
| 4.18 | Analisa EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 200 ppm | 86 |
| 4.19 | Spektra EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 200 ppm bagi a) ira ZnO, b) kawasan spinel, c) ira Sb dan d) kawasan kaya Bi | 86 |
| 4.20 | Mikrostruktur bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 300 ppm pada pembesaran 3 000X | 87 |
| 4.21 | Analisa saiz ira bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 300 ppm pada pembesaran 5 000X | 87 |
| 4.22 | Analisa EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 300 ppm. | 88 |
| 4.23 | Spektra EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 300 ppm a) ira ZnO, b) kawasan spinel, c) ira ZnO dan d) kawasan kaya Cr. | 89 |
| 4.24 | Mikrostruktur bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 400 ppm pada pembesaran 3 000X | 90 |
| 4.25 | Analisa saiz ira bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 400 ppm pada pembesaran 5 000X | 90 |
| 4.26 | Analisa EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 400 ppm | 91 |

| | | |
|------|---|----|
| 4.27 | Spektra EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 400 ppm a) ira ZnO, b) ira ZnO, c) Cr dan d) ira Sb. | 91 |
| 4.28 | Mikrostruktur bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 500 ppm pada pembesaran 3 000X | 92 |
| 4.29 | Mikrostruktur bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 500 ppm pada pembesaran 5 000X | 92 |
| 4.30 | Analisa EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 500 ppm pada pembesaran 5 000X | 93 |
| 4.31 | Spektra EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 500 ppm a) ira ZnO, b) Cr, c) Sb dan d) ira ZnO. | 93 |
| 4.32 | Mikrostruktur bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran pengelompokan induk pada halaju pengisaran 200 ppm pada pembesaran 3 000X | 94 |
| 4.33 | Analisa saiz ira bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran pengelompokan induk pada halaju pengisaran 200 ppm pada pembesaran 5 000X | 95 |
| 4.34 | Analisa EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 200 ppm pada pembesaran 5 000X | 95 |
| 4.35 | Spektra EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran pengelompokan induk pada halaju pengisaran 200 ppm a) ira ZnO, b) ira Sb, c) Sb dan d) ira Sb. | 96 |
| 4.36 | Mikrostruktur bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran pengelompokan induk pada halaju pengisaran 300 ppm pada pembesaran 2 000X | 97 |
| 4.37 | Analisa saiz ira bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran pengelompokan induk pada halaju pengisaran 300 ppm pada pembesaran 2 000X | 97 |
| 4.38 | Analisa EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 300 ppm pada pembesaran 5 000X | 98 |
| 4.39 | Spektra EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 300 ppm a) Mn, b) Cr, c) Zn dan d) ira Zn. | 98 |

| | | |
|------|---|-----|
| 4.40 | Mikrostruktur bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran pengelompokan induk pada halaju pengisaran 400 ppm pada pembesaran 3 000X | 99 |
| 4.41 | Analisa saiz ira bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran pengelompokan induk pada halaju pengisaran 400 ppm pada pembesaran 5 000X | 99 |
| 4.42 | Analisa EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 400 ppm pada pembesaran 5 000X. | 100 |
| 4.43 | Spektra EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 400 ppm a) elemen Zn , b) Cr, c) elemen Zn dan d) ira Zn. | 101 |
| 4.44 | Mikrostruktur bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran pengelompokan induk pada halaju pengisaran 500 ppm pada pembesaran 3 000X. | 102 |
| 4.45 | Analisa saiz ira bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran pengelompokan induk pada halaju pengisaran 500 ppm pada pembesaran 5 000X | 102 |
| 4.46 | Analisa EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 400 ppm pada pembesaran 5 000X | 103 |
| 4.47 | Spektra EDX bagi varistor ZnO yang dihasilkan melalui kaedah pencampuran konvensional pada halaju pengisaran 500 ppm a) elemen Zn , b) elemen Zn, c) elemen Zn dan d) sempadan ira Zn dan Sb. | 103 |
| 4.48 | Graf purata saiz ira melawan halaju pengisaran bagi teknik pencampuran konvensional dan pengelompokan induk. | 105 |
| 4.49 | Graf voltan melawan arus bagi teknik pencampuran konvensional | 110 |
| 4.50 | Lengkung I-V bagi teknik percampuran pengelompokan induk | 111 |
| 4.51 | Nilai pekali taklelurus, α bagi kaedah pencampuran konvensional dan pengelompokan induk. | 112 |
| 4.52 | Nilai voltan jatuh bagi kaedah pencampuran konvensional dan pengelompokan induk | 114 |

SENARAI SIMBOL

| | |
|-------------------------|---|
| I | arus |
| V | voltan |
| I – V | arus-voltan |
| ZnO | zink oksida |
| SPD | peranti pelindung kejutan |
| α | pekali taklelurus |
| Bi_2O_3 | bismut (III) oksida |
| Sb_2O_3 | argentum oksida |
| MnO_2 | mangan oksida |
| Cr_2O_3 | kromium oksida |
| CoO | kobalt oksida |
| ppm | putaran per minit |
| SEM | mikroskop imbasan electron |
| EDX | serakan tenaga X-ray |
| XRD | pembelauan sinar-X |
| BET | Brunauer, Emmett dan Teller |
| DSC | kalorimeter pengimbas pembezaaan |
| V_b | voltan pecah tebat |
| K | pemalar yang bergantung pada geometri varistor dan teknologi yang digunakan |
| cm | sentimeter |
| A | ampere |
| cm^2 | sentimeter per segi |
| ∞ | infiniti |

| | |
|---|-------------------------------------|
| SiC | silika karbida |
| mA | miliampere |
| DSB | halangan Schottky dua |
| V/cm | volt per sentimeter |
| Ω .cm | ohm sentimeter |
| Zn ₇ Sb ₂ O ₁₂ | Zink antimoniate |
| Zn ₂ Bi ₃ Sb ₃ O ₁₄ | zink bismut antimoniate |
| CoCrO ₄ | kobalt kromiun |
| Å | angstrom |
| Bi | bismut |
| Co | kobalt |
| eV | elektron valen |
| nm | nanometer |
| $\mu\text{C}/\text{m}^2 \cdot \text{K}$ | mikro celcius per meter padu Kelvin |
| g/mol | gram per mol |
| CAS | Chemical Abstracts Service |
| g/cm ³ | gram per sentimeter padu |
| kJ/mol | kilo joule per mol |
| J.K ⁻¹ .mol ⁻¹ | joule.per Kelvin mol |
| Bi | bismut |
| Ba | barium |
| Pb | litium |
| Mn | mangan |
| Sb | antimoni |
| Ag | argentum |

| | |
|--------------------|--|
| Ni | nikel |
| Cr | kromiun |
| Al | aluminium |
| Ga | gallium |
| F | fluorin |
| Si | silika |
| Be | berilium |
| Ti | titanium |
| Sn | stanum |
| g | gram |
| cm ³ | sentimeter padu |
| ΔH | entalpi peralihan |
| K | pemalar kalorimeter |
| A | luas |
| T _g | suhu peralihan kaca |
| T _m | suhu peleburan |
| T _c | suhu penghabluran |
| DC | arus terus |
| mA/cm ² | miliAmpere per sentimeter padu |
| μs | mikro saat |
| A/cm ² | ampere per sentimeter padu |
| Li | litium |
| mm | milimeter |
| °C | darjah celcius |
| °C/jam | darjah celcius per jam |
| ASTM | American Society for Testing and Materials |

°C/min darjah celcius per minit

MPa mega pascal

JCPDS Joint Committee of Power Diffraction Standards

PdZn204 palladium zink oksida

MSDS material safety data sheets

TG thermogravimetric

Penerbitan A Masterbatching Mixing Technique For Fabrication Of Zno Varistor

15th Scientific Conference of Electron Microscopy Society of Malaysia
(EMSM 2006)

4 – 6hb Disember 2006

DTA analisa pembezaan terma

© This item is protected by original copyright

SENARAI PENERBITAN

- Penerbitan B The Effect Of Planetary Milling Speed On Zno Powders As Varistor Materials

Pembentangan pelajar siswazah PPK Bahan,
8hb November 2006
- Penerbitan C The Effect Of Planetary Milling Speed On Zno Powders As Varistor Materials

Conference On Advancement of Materials and Nanotechnology 2007
(ICAMN 2007)
29hb Mei – 1^{hb} Jun 2007
- Penerbitan D Characterization Of Zno Powders As Varistor Materials

The International Conference of Sustainable Materials (ICoSM 2007)
12 – 18 Ogos 2007
- Penerbitan E The Effect Of Planetary Milling Speed On Zno Powders As Varistor Materials

15th Scientific Conference of Electron Microscopy Society of Malaysia
(EMSM 2008)
- Penerbitan F Fabrication Of Zno Varistor Using Conventional Route

Conference on X-Rays & Related Techniques in Research & Industry
ICXRI 2008,
Disember 2008
- Penerbitan H A Comparative Study Between The Conventional And Masterbatching
Mixed-Oxide Method On Electrical And Microstructural Properties For
A Zno Varistor

15th Scientific Conference of Electron Microscopy Society of Malaysia
(EMSM 2009)
- Penerbitan I Analysis of particle size and XRD in ZnO-based varistor

© This item is protected by original copyright

ABSTRAK

Varistor berasaskan zink oksida, ZnO telah difabrikasikan menggunakan teknik percampuran konvensional dan pengelompokan induk (PI). Kesan halaju pengisaran mesin pengisar bola planet (PBM) semasa proses penghomogenan dalam penghasilan varistor berasaskan ZnO dikaji. Varistor berasaskan ZnO digunakan secara meluas dalam

litar elektronik dan sistem kuasa untuk melindungi peralatan dari rosak dengan cara bertindak sebagai penangkap-kejutan apabila beban arus yang tinggi melaluinya. Varistor berasaskan ZnO adalah bahan seramik yang bergantung kepada saiz partikel dan penyerakan ira disepanjang mikrostrukturnya. Bahan tambah yang dicampur dalam varistor ZnO adalah Bi_2O_3 , Sb_2O_3 , CoO , MnO_2 dan Cr_2O_3 dihasilkan menggunakan dua teknik pencampuran oksida iaitu kaedah konvensional dan pengelompokan induk (PI). Dalam penyelidikan ini, serbuk varistor dikisar pada halaju pengisaran 200, 300, 400 dan 500 ppm selama 2 jam. Serbuk varistor dikalsinkan pada suhu 7500°C selama 2 jam dan ditekan kepada bentuk pellet menggunakan mesin penekan pada tekanan 80 MPa. Kemudian sampel disinter pada 1100°C selama 2 jam. Serbuk varistor pada setiap peringkat pemprosesan ini dicirikan menggunakan analisa partikel, analisa pembelauan sinar-X (XRD), analisa permukaan tentu (BET) dan mikroskop imbasan elektron (SEM) untuk memantau kesan proses pengisaran ke atas serbuk varistor tersebut. Perbandingan dilakukan pada sifat elektrik dan mikrostruktur sampel bagi kedua-dua teknik percampuran menggunakan XRD, SEM dan ujian I-V. Serbuk varistor dengan penyerakan bahan-bahan tambah yang homogen dapat dicapai dengan mengisar serbuk varistor ini menggunakan PBM. Analisa saiz partikel menunjukkan taburan saiz partikel yang lebih sempit pada PI berbanding teknik percampuran konvensional. Purata saiz partikel untuk serbuk varistor yang dicampurkan menggunakan teknik percampuran konvensional ialah $2.22\ \mu\text{m}$ dan pencampuran menggunakan teknik percampuran PI ialah $3.43\ \mu\text{m}$. Keputusan luas permukaan juga tidak menunjukkan perubahan yang ketara di mana untuk ZnO ialah $4.55\ \text{m}^2/\text{g}$, serbuk varistor yang dicampur menggunakan kaedah konvensional adalah $6.18\ \text{m}^2/\text{g}$ dan PI adalah $4.24\ \text{m}^2/\text{g}$. Maka bahan tambah tidak mempengaruhi luas permukaan. Dari analisa XRD, kedua-dua serbuk varistor menunjukkan fasa yang sama iaitu ZnO dan CoCrO_4 . Oleh itu, halaju pengisaran tidak memberi kesan terhadap komposisi kimia serbuk varistor. Penyediaan serbuk varistor perlu dikawal kerana saiz ira dan mempengaruhi akan mempengaruhi sifat-sifat elektrik varistor. Selepas sampel varistor disinter, analisa XRD menunjukkan fasa baru iaitu ZnO, $\text{Mn}_{1.5}\text{Cr}_{1.25}\text{Sb}_{0.25}\text{O}_4$, $\text{CrMn}_{1.5}\text{O}_4$, CoCr_2O_4 dan BiMnO_3 untuk kedua-dua kaedah pencampuran. Sampel yang dihasilkan menggunakan PBM semasa proses penghomogenan menunjukkan mikrostruktur yang seragam. Keputusan terbaik ditunjukkan oleh sampel yang dihasilkan menggunakan kaedah pencampuran PI pada halaju pengisaran 500 ppm bagi kedua-dua teknik percampuran kerana mikrostruktur yang terhasil tertabur secara homogen dan saiz ira yang seragam. Sampel varistor yang dihasilkan melalui teknik percampuran PI pada 500 ppm, nilai pekali taklelurus, α yang diperolehi adalah 44 dan voltan jatuh pada 1.4 kV manakala bagi kaedah konvensional adalah 6 untuk nilai α dan voltan jatuh, 1.4 kV. Dapat disimpulkan, nilai pekali taklelurus menurun dengan kenaikan halaju pengisaran bagi pencampuran konvensional manakala pencampuran secara PI, nilai pekali taklelurus meningkat dengan peningkatan halaju pengisaran.

FABRICATION OF ZnO BASED VARISTOR USING CONVENTIONAL AND MASTERBATCHING MIXING TECHNIQUE

ABSTRACT

Zinc oksida based varistor was fabricated using conventional and masterbatching mixing technique. The varistor powder was milling using planetary ball mill. The effects of planetary ball mill's milling speed on fabrication of ZnO based varistor during homogenous process have been studied. ZnO varistor had extensively been used in electronics circuit and power system for protection purpose in which it will act as surge-arrestor in the case of higher current load in order to avoid failure in the electronics circuit and power system. The ZnO varistor is a ceramic in which highly dependent on the particle size and its distribution across the bulk varistor materials. ZnO varistors doped with Bi_2O_3 , Sb_2O_3 , CoO , MnO_2 and Cr_2O_3 were prepared separately by two mixing processes: conventional and masterbatching mixed-oxide process method. These varistor powders were milled at 200, 300, 400 and 500 rpm for 2 hours. The varistor powder were calcined at 750°C for 2 hours and pressed into pellet using pressing machine at 80 MPa. The pellet samples were sintered at 1100°C for 2 hours. The varistors powders at each stage were characterized by particle analysis, Brunauer-Emmet-Teller analysis, X-ray powder diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM) to observe the effect of milling process on varistor powder. A comparison on the electrical and microstructural properties of the samples obtained by both methods was made using XRD, SEM and I-V test. A homogeneous distribution of various additives in the mixed powder has been achieved by milling process using planetary ball mill. For particle analysis, the varistor powder mixed using conventional mixing route show a narrow distribution compare to the varistor powder mixed using masterbatching mixing route. The average size of particle size for varistor powder mixed using conventional mixing route is $2.22\ \mu\text{m}$ and masterbatching mixing route is $3.43\ \mu\text{m}$. BET result for varistor powder not much different which is for ZnO powder is $4.55\ \text{m}^2/\text{g}$, varistor powder mixed using conventional mixing route is $6.18\ \text{m}^2/\text{g}$ and for masterbatching mixing route is $4.24\ \text{m}^2/\text{g}$. Therefore the additives not affect the surface area. From XRD analysis showed the same phase for conventional and masterbatching mixing route which are ZnO and CoCrO_4 so the milling speed not affect the chemical's composition of varistor power. It is important to control the preparation of varistor powder because the grain size and microstructure influence the electrical properties. After the varistor samples were sintered, the XRD analysis traced new phase which are ZnO, $\text{Mn}_{1.5}\text{Cr}_{1.25}\text{Sb}_{0.25}\text{O}_4$, $\text{CrMn}_{1.5}\text{O}_4$, CoCr_2O_4 and BiMnO_3 for both mixing technique. The samples synthesized by planetary ball mill during homogenous process exhibited homogeneous microstructures. The best results on electrics characteristics were achieved for both mixing routes at 500 ppm during homogenous process because of the microstructure distribution were homogenous and the grain size was uniform. The sample fabricated through the masterbatching mixing route at 500 rpm obtaining a nonlinear coefficient, α of 44 and breakdown voltage of 1.49 kV and for conventional mixing route at 500 rpm, a nonlinear coefficient, α value is 6 and breakdown voltage of 1.4 kV. For conventional mixing route the value of nonlinear coefficient, α decrease as the milling speed increase and for masterbatching mixing route the value of nonlinear coefficient, α increase as the milling speed increase.

BAB 1

PENGENALAN

1.1 Pendahuluan

Varistor merupakan peranti elektronik yang digunakan secara meluas dalam bidang elektrik dan elektronik. Dalam bidang elektrik, varistor digunakan di dalam perkakasan elektrik rumah dan suis utama rumah untuk mengawal arus yang berlebihan contohnya semasa berlakunya kilat. Dalam bidang elektronik pula, varistor adalah salah satu komponen yang penting dalam sesebuah litar terkamil atau "ic package". Varistor berperanan mengawal arus yang berlebihan pada sesuatu litar dengan bertindak memutuskan litar dan menghalang pengaliran arus dalam litar tersebut. Dengan cara ini, perkakasan rumah atau komponen elektronik dapat dilindungi dari terbakar yang disebabkan oleh arus lampau. Oleh itu, varistor berperanan sebagai pelindung dan penyingkir yang menghalang arus atau voltan yang tinggi daripada merosakkan peralatan elektrik dan elektronik.

Varistor adalah satu perintang elektronik yang bergantung kepada nilai voltan. Varistor juga merupakan perintang yang mempunyai sifat arus-voltan yang tak lurus, 'non-linear' yang tinggi. Varistor dihasilkan menggunakan oksida logam yang berkeupayaan untuk mengalirkan elektron atau bertindak sebagai galangan. Zink oksida (ZnO) yang tergolong dalam kumpulan seramik merupakan bahan mentah utama yang biasanya digunakan dalam penghasilan varistor. Varistor ZnO ini bertindak sebagai penghalang pengalir separa dan memberikan ciri-ciri tak lurus voltan-arus (I-V).

Varistor merupakan peranti pelindung kejutan ("*short protection device*", SPD) apabila terdapat gelombang voltan yang tinggi dalam peralatan elektronik, litar dan sistem kuasa elektrik seperti talian agihan, talian penghantaran dan kemudahan elektrik. SPD

adalah peranti yang bertindak sebagai penebat apabila terdapat galangan yang besar pada voltan varistor dipanggil voltan jatuh dan voltan akan dialirkan semula apabila galangan pada litar kembali rendah (Nahm, 2003). Varistor berasaskan ZnO boleh bertindak sebagai alat pelindung kejutan disebabkan oleh ciri-ciri ketaklurusan yang terdapat padanya. Kelakuan ketaklurusan I-V berlaku disebabkan fenomena halangan Schottky pada sempadan ira mikrostruktur varistor berasaskan ZnO (Anastasiou et al., 2004). Fenomena halangan Schottky berlaku kerana pada keadaan awal, wujud kawasan sempadan ira yang berpenambat yang dibentuk oleh sejumlah cas yang bebas terperangkap di sekitarnya. Keadaan ini akan menghasilkan keupayaan rintangan yang bertindak sebagai galangan yang mengawal aliran voltan atau arus.

Prestasi atau kecekapan sesuatu varistor dinilai berpandukan ciri-ciri ketaklurusan arus-voltan (I-V). Nilai tersebut diberikan oleh nilai pekali taklelurus, α . Menurut kajian Anastasiou et al., (2004), varistor yang baik mempunyai nilai α di antara 40 – 50. Nilai α ini dipengaruhi oleh mikrostruktur varistor kerana saiz ira memainkan peranan utama dalam menghasilkan keupayaan rintangan. Varistor yang baik adalah varistor yang mempunyai voltan jatuh yang tinggi serta perubahan dari sifat lurus kepada sifat taklelurus berlaku dengan cepat. Oleh itu, perkara yang perlu diberi perhatian adalah mengawal saiz ira kerana saiz ira akan menentukan keupayaan rintangan yang merentasi sampel. Keadaan ini dapat dicapai dengan cara mengawal penyediaan sampel agar campuran bersifat homogen dari segi kandungan (Banerjee et al., 2001).

1.2 Pernyataan masalah

Sejak tahun 1970an lagi, penyelidikan mengenai varistor giat dijalankan. Pelbagai teknik fabrikasi digunakan dalam penghasilan varistor. Kebanyakan penyelidikan menjurus kepada pengoptimuman parameter pemprosesan bagi setiap teknik fabrikasi dikaji. Teknik