

# PROSES SINTESIS NANO PARTIKEL INDIUM OKSIDA ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) DENGAN METODE SOL GEL SEBAGAI LAPISAN AKTIF PADA SENSOR GAS

Slamet Widodo

*Pusat Penelitian Elektronika dan Telekomunikasi,  
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (PPET-LIPI)  
Kampus LIPI Jl. Sangkuriang Bandung 40135*

\* Untuk korespondensi: telp 08156110870, Email : [slametwidodo50@gmail.com](mailto:slametwidodo50@gmail.com)

## ABSTRAK

Sintesis Indium Oksida ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) berukuran nanometer melalui proses sol gel yang akan digunakan sebagai oksida logam yang merupakan bahan aktif pada sensor gas telah dilakukan. Untuk membentuk Indium Oksida, sebagai bahan dasar digunakan Indium Asetat/ $\text{In}(\text{CH}_3\text{COO})_3$  yang dilarutkan dalam dietilen glikol yang dipanaskan pada suhu  $130^\circ\text{C}$  sampai campuran menjadi homogen, dimana kemudian ditambahkan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) dan diaduk dengan cepat, dan selanjutnya dipanaskan pada suhu  $180^\circ\text{C}$  selama lima jam. Butiran halus Indium Oksida berwarna kuning diperoleh setelah dilakukan pengeringan pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama dua jam dan di-annealing pada suhu  $400^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$  dan  $600^\circ\text{C}$  selama satu jam. Karakterisasi struktur bahan dilakukan dengan menggunakan XRD dan topografi menggunakan SEM. Dari penelitian ini diperoleh senyawa  $\text{In}_2\text{O}_3$  yang memiliki ukuran butiran dibawah 30 nm, sehingga  $\text{In}_2\text{O}_3$  nano partikel sesuai sebagai lapisan aktif pada sensor gas.

**Kata kunci:** Bahan Aktif Indium Oksida ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ), kristal nano, sol gel, sensor gas

## ABSTRACT

*Synthesizing of indium oxide ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) nano particle using sol-gel process as an active sensing material of gas sensor has been carried out. As starting material, indium acetate/ $\text{In}(\text{CH}_3\text{COO})_3$  was dissolved in diethylene glycol and heated up at  $130^\circ\text{C}$  until homogeneity is achieved. Nitric acid ( $\text{HNO}_3$ ) was added under vigorous stirring where the resulting mixture was heated at  $180^\circ\text{C}$  for 5 hours. After drying at  $400^\circ\text{C}$  for 2 hours and annealing at  $400^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$  and  $600^\circ\text{C}$  for 1 hour, a yellow fine powder was obtained, which was identified by using XRD and SEM. From this study obtained  $\text{In}_2\text{O}_3$  compounds that the materials are in nano size range or smaller 30 nanometers, so  $\text{In}_2\text{O}_3$  nano particles is suitable as active layer on gas sensor.*

**Keywords:** Active material, Indium Oxide ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ), nano particles, sol gel, gas sensor

## PENDAHULUAN

Udara dapat dikatakan telah tercemar, apabila komposisi gas-gas di dalamnya telah melebihi ambang batas konsentrasi yang masih dapat diterima.

Untuk mengetahui pencemaran udara yang terjadi, diperlukan alat yang dapat mendeteksi konsentrasi gas suatu gas dalam udara yang dalam hal ini adalah

sensor gas. Jadi sensor gas adalah suatu alat yang berguna untuk mendeteksi suatu besaran, dalam hal ini adalah konsentrasi dari gas tersebut dan mengubahnya menjadi suatu besaran listrik sehingga dapat diukur. Sensor pada dasarnya harus memiliki keunggulan, antara lain biaya yang tidak mahal, pengerjaan yang sederhana dan sifat mobilitas untuk mendeteksi. Untuk tujuan mendeteksi ini, beberapa logam

oksida telah diteliti dan dapat digunakan sebagai bahan sensor gas adalah indium oksida ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ). Indium oksida ini sebagai bahan aktif yang sangat sensitif terhadap gas-gas polutan, salah satunya adalah gas  $\text{NO}_2$  [1-4].

Untuk meningkatkan sifat sensitif dari logam oksida, maka logam oksida dibuat dengan ukuran nanometer, sehingga luas permukaannya semakin meningkat. Salah satu metode yang handal untuk mensintesis logam oksida berukuran nanometer adalah dengan proses sol-gel.

### Logam Oksida

Logam oksida merupakan senyawa oksida dengan karakter strukturnya berikatan kovalen. Banyak ragam dari logam oksida, contohnya timah dioksida ( $\text{SnO}_2$ ) [5], tungsten trioksida ( $\text{WO}_3$ ) [6], seng oksida ( $\text{ZnO}$ ) [7], *Indium Tin Oxide* (ITO) [8], indium oksida ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) [9], besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) [10], titan oksida ( $\text{TiO}_2$ ) [11], dan lain-lainnya. Akibat strukturnya yang berikatan kovalen, material oksida disebut dengan keramik. Dalam bentuk lapis tipis (*thin film*) logam oksida ini transparan terhadap cahaya. Khusus untuk seng oksida dan timah oksida, memiliki sifat semikonduktif, sehingga dapat diaplikasikan untuk *transparent conducting oxide* (TCO) pada layer LCD, LED, *electrichromic windows*.

Biasanya struktur logam oksida yang dibutuhkan adalah berbentuk kristal (kristalin).. Strukturnya berulang dalam periode tertentu dan dalam tiga dimensi. Untuk mengetahui kualitas material, dapat

digunakan difraktometer sinar-X (XRD) dan SEM.

## METODE PENELITIAN

### Proses Sol-Gel

Perkembangan proses sol-gel dimulai pada tahun 1880-an. Berbagai jenis membran mikrofiltrasi telah dikenal selama ini, yang berdasarkan logam atau karbon, tetapi aplikasinya terbatas terhadap ukuran dari pori-pori. Proses sol-gel terdiri atas beberapa tahapan, antara lain: hidrolisa, kondensasi, gelatasi, pematangan, pengeringan, densifikasi [12].

Proses sol-gel adalah suatu teknik kimia basah (deposisi larutan kimia) untuk pembuatan suatu material (khususnya logam oksida) dimulai dari suatu larutan kimia yaitu bagian sol, atau partikel koloidal (sol untuk partikel berukuran nano) sampai pembuatan suatu bagian gel. Prekursor atau bahan awal dalam pembuatannya adalah logam alkoksida logam dan logam klorida, yang kemudian mengalami reaksi hidrolisa dan reaksi polikondensasi untuk membentuk koloid, yaitu suatu sistem yang terdiri atas partikel-partikel padat (ukuran partikel antara 1 nm sampai 1  $\mu\text{m}$ ) yang terdispersi dalam suatu pelarut.

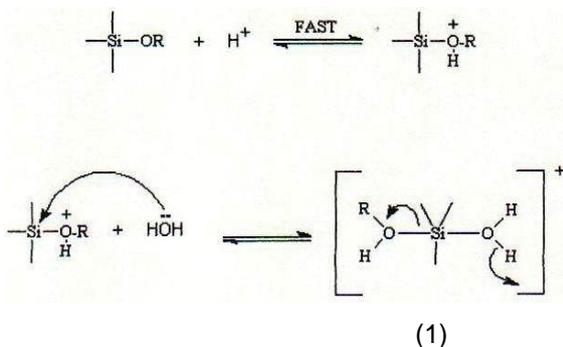
Bahan awal atau precursor juga dapat disimpan pada suatu substrat untuk membentuk film (seperti melalui *dip-coating* atau *spin-coating*), yang kemudian dimasukkan kedalam suatu *container* yang sesuai dengan bentuk yang diinginkan contohnya untuk menghasilkan suatu keramik monolitik, gelas, fiber atau serat, membran, aerogel, atau juga untuk

mensitesa bubuk baik butiran mikro maupun nano [13].

Dari beberapa tahapan proses sol-gel, terdapat dua tahapan umum dalam pembuatan logam oksida melalui proses sol-gel, yaitu hidrolisa dan polikondensasi. Pada tahap hidrolisa ini terjadi penyerangan molekul air (penyerangan nukleofilik), yaitu atom oksigen pada air, pada bagian atom yang menjadi pusat muatan positif, yang pada umumnya berupa logam [14].

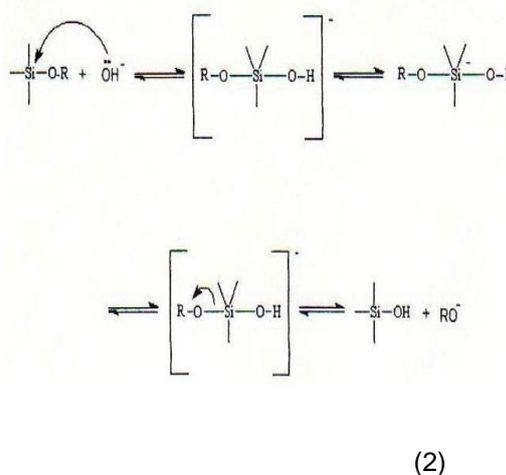
Adapun mekanisme reaksi sol-gel dapat dilihat pada Gambar 1 dengan katalis asam dan Gambar 2 dengan katalis basa. Proses hidrolisa ini dapat dikatalis dengan suatu asam atau basa agar laju reaksi menjadi lebih cepat. Bagian sol atau partikel koloidal akan terbentuk setelah dilakukannya reaksi hidrolisa. Bagian sol ini merupakan koloid berupa zat dalam fase padat terdispersi dalam fase air. Gugus hidroksi akan terbentuk pada precursor yang mengalami hidrolisa, baik dengan katalis asam maupun katalis basa. Sebagai contoh precursor yang digunakan adalah senyawa silikon.

Katalis Asam :



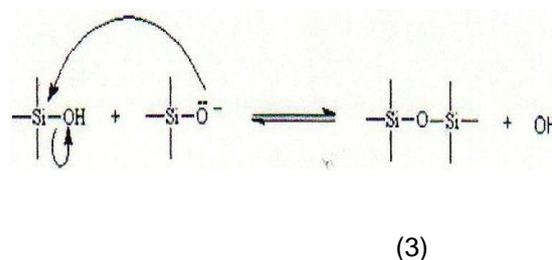
Gambar 1: Mekanisme reaksi sol-gel dengan katalis Asam

Katalis Basa:



Gambar 2 : Mekanisme reaksi sol-gel dengan katalis Basa

Gugus hidroksi yang terbentuk akan melakukan penyerangan terhadap precursor atau reaktan yang lain yang dikenal sebagai reaksi Kondensasi (Gambar 3).



Gambar 3: Mekanisme reaksi Kondensasi pada sol-gel

Meningkatnya viskositas dari larutan menandakan bahwa proses polimerisasi atau kondensasi telah terjadi. Melalui perubahan muatan pada permukaan dari partikel (potensial zeta) atau peningkatan konsentrasi partikel yang kemudian diikuti oleh proses aglomerasi, maka bagian gel akan terbentuk [12].

Proses sol-gel sangat menguntungkan dan menarik karena biaya

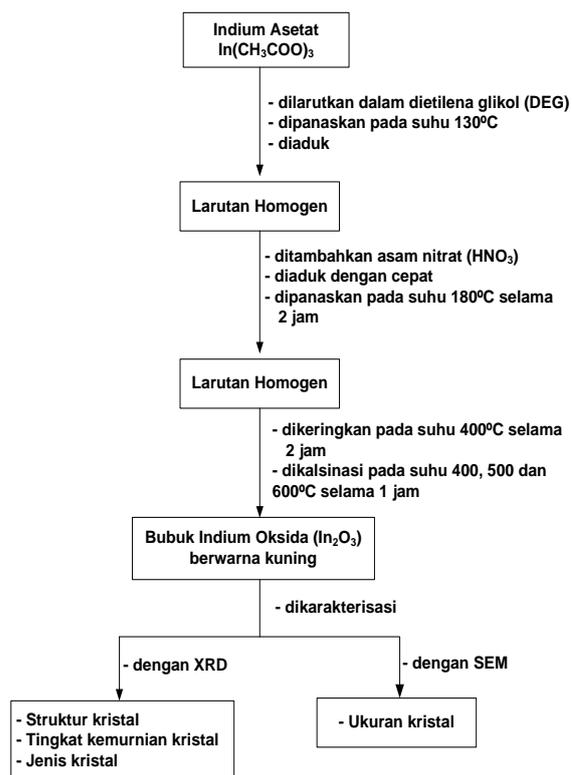
yang murah dan menggunakan suhu yang rendah sehingga cukup aman dalam prosesnya, serta dapat dengan mudah untuk mengontrol dalam penentuan komposisi produk kimia yang diinginkan.

## METODE PERCOBAAN

Alat-alat yang digunakan pada eksperimen yaitu alat-alat gelas, crucible, pemanas listrik (hot plate), dan oven. Sedangkan alat uji karakteristik kristal atau bubuk yang disintesa adalah mikroskop (SEM) dan Diffraktometer sinar-X (XRD). Bahan-bahan yang digunakan terdiri atas Indium Asetat (Aldrich 99,99%), Dietilen Glikol (DEG), Asam Nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), dan Air bebas mineral (*De-Ionized  $\text{H}_2\text{O}$* ).

Adapun proses pembuatan Indium Oksida ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) dapat dilihat pada Gambar 4 (bagan alir eksperimen).

Mula-mula dengan menimbang sebanyak 0,6695 gram Indium Asetat/ $\text{In}(\text{CH}_3\text{COO})_3$  dilarutkan dalam dietilen glikol (DEG). Kemudian campuran tersebut dipanaskan pada temperatur  $130^\circ\text{C}$  sampai didapat larutan yang homogen. Setelah itu ditambahkan 2 ml 3N Asam Nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) ke dalam larutan tersebut dan diaduk dengan cepat. Hasil dari pengadukan kemudian dipanaskan pada suhu  $180^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Butiran halus Indium Oksida ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) berwarna kuning didapat setelah dilakukan pengeringan pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 2 jam dan dikalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 1 jam.



Gambar 4: Bagan alir eksperimen pembuatan  $\text{In}_2\text{O}_3$

Material hasil sintesa yang berupa bubuk atau kristal diuji karakteristiknya berupa struktur kristal, tingkat kemurnian kristal dan jenis kristal dikarakterisasi dengan menggunakan difraktometer sinar-X (XRD), sedangkan ukuran kristal dikarakterisasi dengan menggunakan mikroskop elektron (SEM).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Sintesis Indium Oksida ( $\text{In}_2\text{O}_3$ )

Proses sol-gel merupakan salah satu metode yang mengalami perkembangan di bidangnya untuk menghasilkan suatu logam oksida yang berukuran nanometer dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Proses sol-gel sering digunakan untuk menghasilkan logam oksida yang

berukuran nanometer, ditambah dengan pengerjaan sol-gel yang cukup sederhana, cepat, dan tidak memerlukan biaya yang mahal.

Bubuk  $\text{In}_2\text{O}_3$  berukuran nanometer disintesa dengan menggunakan proses sol-gel, sebagai precursor dalam sintesa bubuk  $\text{In}_2\text{O}_3$  digunakan Indium Asetat /  $\text{In}(\text{CH}_3\text{COO})_3$ , dan Dietilen Glikol (DEG) sebagai pelarut. Kedua bahan ini kemudian dicampur dan hasil campurannya dipanaskan pada suhu  $130^\circ\text{C}$ . Selama pemanasan, dilakukan pengadukan sampai didapat indium asetat terlarut sempurna. Hal ini bertujuan untuk meningkatkan kelarutan indium asetat didalam pelarut Dietilen Glikol dikarenakan kelarutan Indium Asetat didalam Dietilen Glikol tersebut kecil, sehingga diperlukan pemanasan dan pengadukan untuk meningkatkan kelarutannya. Setelah itu, ditambahkan Asam Nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) 3N, kedalam hasil campuran tersebut dan dipanaskan pada suhu  $180^\circ\text{C}$  kemudian diaduk dengan cepat selama 5 jam. Tahap ini merupakan hidrolisa dan polimerisasi awal dengan asam nitrat berperan sebagai katalisator asam dan menghasilkan suatu sistem koloid yang disebut Sol.

Setelah pemanasan dan pengadukan selama 5 jam, hasil koloid yang diperoleh dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu  $400^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Tahap ini merupakan tahap pengeringan untuk menghilangkan sebagian besar pelarut dan katalis asam yang ada dan sekaligus terjadi proses polimerisasi lanjutan dari sistem Koloid Sol dan kemudian menghasilkan sistem Koloid Gel yang disebut Xerogel.

Setelah dikeringkan selama 2 jam, kemudian dilakukan tahap akhir, yaitu tahap kalsinasi pada suhu  $400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$ ,  $550^\circ\text{C}$  dan  $600^\circ\text{C}$  selama 1 jam.

Tahap Kalsinasi merupakan suatu proses perlakuan dengan menggunakan termal. Pada proses Kalsinasi ini terjadi beberapa reaksi, yaitu Dekomposisi Termal dengan dihasilkannya senyawa  $\text{In}_2\text{O}_3$ , transisi fase dari cairan menjadi padat dan penghilangan fraksi *volatile* atau pelarut yang masih tersisa dan senyawa lain yang dihasilkan melalui reaksi samping, seperti gas Karbon Dioksida dan Asam Asetat,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ .

Selama proses sintesa  $\text{In}_2\text{O}_3$ , hasil campuran yang diperoleh mengalami perubahan warna dari putih menjadi coklat muda hasil hidrolisa dan polimerisasi, dan mengalami perubahan warna selanjutnya menjadi kuning dari hasil proses kalsinasi dan didapat rendemen dari kristal  $\text{In}_2\text{O}_3$  sebanyak 0,5145 g dengan rendemen sebesar 76,8%.

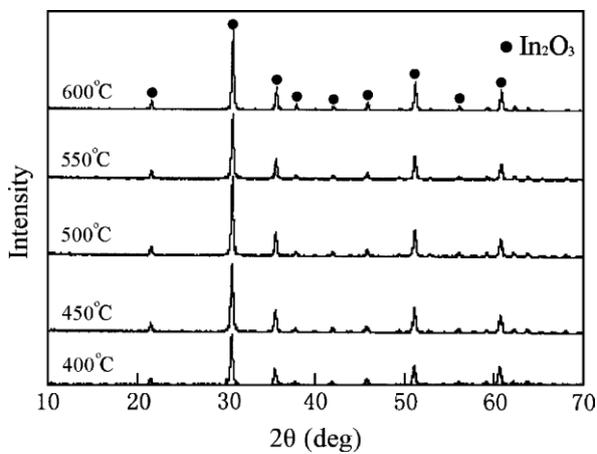
Pola XRD serbuk setelah dikalsinasi selama 1 jam pada suhu berbeda ( $400^\circ$ ,  $450^\circ$ ,  $500^\circ$ ,  $550^\circ$ ,  $600^\circ\text{C}$ ) ditunjukkan pada Gambar. 5. Intensitas puncak difraksi meningkat dengan meningkatnya suhu. Gambar. 6 menunjukkan variasi XRD ukuran kristal nanopartikel  $\text{In}_2\text{O}_3$  dengan berbagai suhu ditentukan dari lebar puncak. Ukuran kristal meningkat dari sekitar 25,3 nm pada  $400^\circ\text{C}$  hingga 28,2 nm pada  $600^\circ\text{C}$ .

Gambar. 7 menunjukkan gambar SEM dari nanopartikel  $\text{In}_2\text{O}_3$  setelah kalsinasi pada  $500^\circ\text{C}$ . Ukuran partikel yang

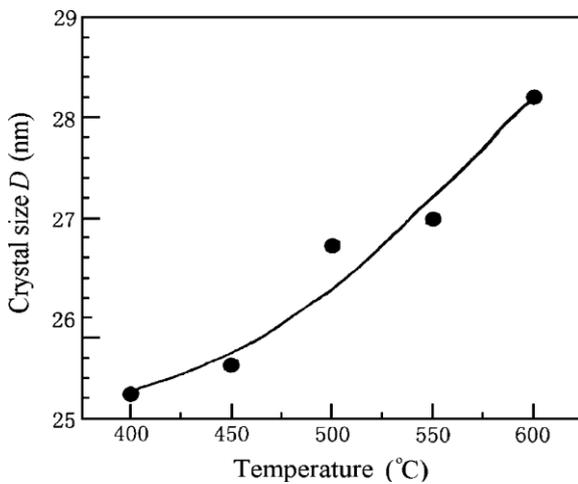
baik dengan evaluasi XRD dan partikel nampak cukup diaglomerasi.

Sebuah garis lurus dari  $\ln D$  terhadap  $1/T$  diplot pada Gambar. 8 menurut persamaan Scott diberikan di bawah kondisi pertumbuhan homogen *nanocrystallite* [15], yang kira-kira menggambarkan pertumbuhan *nanocrystallite* selama *thermal treatment* (perawatan termal):

$$D = C \exp (- E/RT) \tag{4}$$



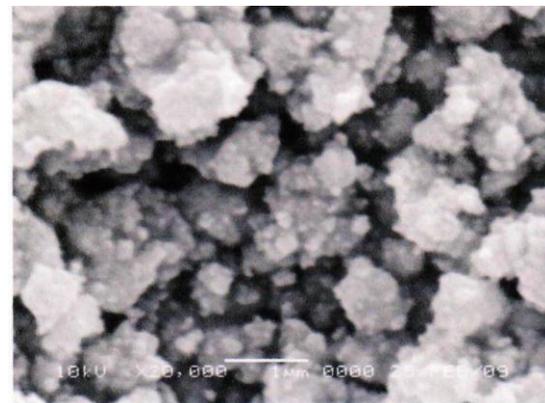
Gambar. 5. Pola XRD dari  $\text{In}_2\text{O}_3$  nano partikel setelah dikalsinasi pada suhu antara  $400^\circ - 600^\circ\text{C}$  selama 1 jam.



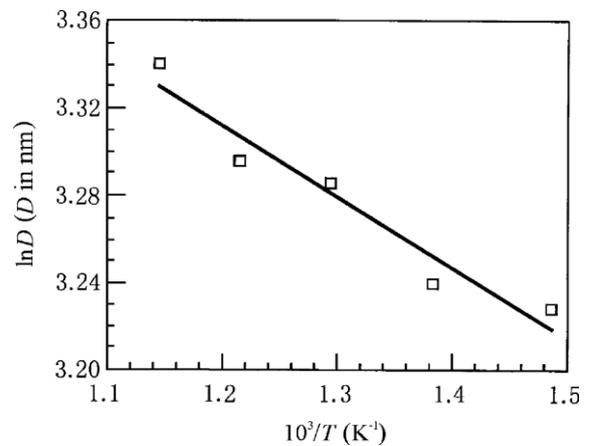
Gambar. 6. Variasi ukuran kristal XRD (D) dengan berbagai suhu dari  $400^\circ\text{C}$

sampai  $600^\circ\text{C}$

Gambar 7 merupakan hasil karakterisasi dengan menggunakan SEM yang memperlihatkan struktur morfologi bubuk  $\text{In}_2\text{O}_3$ . Hasil pemetaan dari SEM, dengan perbesaran 20.000x mengindikasikan bahwa bubuk  $\text{In}_2\text{O}_3$  yang diperoleh memiliki ukuran partikel mencapai skala nanometer, tepatnya yaitu diantara 25,3 nm sampai 28,2 nm dan bersifat homogen atau merata.



Gambar 7. Hasil SEM untuk bubuk  $\text{In}_2\text{O}_3$  nano partikel dikalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$  dengan perbesaran 20.000x



Gambar. 8. Plot  $\ln D$  sebagai fungsi  $1/T$

selama 1 jam kalsinasi. di mana D adalah ukuran *nanocrystallite* rata-rata, C adalah konstanta, E adalah energi aktivasi untuk pertumbuhan *nanocrystallite*, R adalah konstanta gas ideal dan T adalah suhu absolut. Energi aktivasi dihitung dari kemiringan garis ( $E = 2,82 \text{ kJ/mol}$ ). Hal ini dapat dianggap bahwa kristal tumbuh terutama melalui reaksi antarmuka.

## KESIMPULAN

Bubuk Indium Oksida ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) telah dapat disintesis melalui proses Sol-Gel dengan menggunakan bahan Indium Asetat /  $\text{In}(\text{CH}_3\text{COO})_3$ , Dietilen Glikol (DEG) dan Asam Nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) dan Air bebas mineral (*De-Ionized water*).

Dengan kenaikan suhu kalsinasi  $400^\circ\text{C}$  ukuran partikel  $25,3 \text{ nm}$  menjadi  $28,2 \text{ nm}$  pada suhu kalsinasi  $600^\circ\text{C}$  sehingga ukuran partikel juga naik secara linear.

Bubuk Indium Oksida yang diperoleh melalui proses Sol-Gel memiliki ukuran mencapai skala nanometer, sintesis bubuk Indium Oksida ini siap digunakan sebagai bahan / lapisan aktif sensor gas. Dengan hasil butiran nano partikel maka luas permukaannya menjadi lebih besar sehingga sensor gas akan lebih sensitif.

## DAFTAR RUJUKAN

- [1] K. Soulantica, L. Erades, M. Sauvan, F.Senocq, A. Maisonnat, B. Chaudret, Synthesis of indium and indium oxide nanoparticles from indium cyclopentadienyl precursor and their application for gas sensing, *Advanced Functional Materials* 13, 553-557 (2003); doi: 10.1002/adfm.200304291
- [2] M.W.K. Nomani, D. Kersey, J. James, D. Diwan, T. Vogt, R.A. Webb, G. Koley, Highly sensitive and multidimensional detection of  $\text{NO}_2$  2-October 2019, ISSN 1979-4835, Hal. 92-112. using  $\text{In}_2\text{O}_3$  thin films, *Sensors and Actuators B: Chemical* 160, 251-259 (2011); doi: 10.1016/j.snb.2011.07.044
- [3] S.S. Kim, J.Y. Park, S.-W. Choi, H.G. Na, J.C. Yang, H.W. Kim, Enhanced  $\text{NO}_2$  sensing characteristics of Pd-functionalized networked  $\text{In}_2\text{O}_3$  nanowires, *Journal of Alloys and Compounds* 509, 9171-9177 (2011); doi: 10.1016/j.jallcom.2011.06.104
- [4] D. Zhang, Z. Liu, C. Li, T. Tang, X. Liu, S. Han, B. Lei, C. Zhou, Detection of  $\text{NO}_2$  down to ppb Levels Using Individual and Multiple  $\text{In}_2\text{O}_3$  Nanowire Devices, *Nano Letters* 4 1919-1924 (2004); doi: 10.1021/nl0489283.
- [5] Widodo, Slamet, Studi Sintesis Timah Oksida ( $\text{SnO}_2$ ) Nano Partikel Dengan Metode Sol Gel Sebagai Bahan Aktif Pada Sensor Gas, Prosiding Seminar Nasional Tjipto Utomo, ITENAS Bandung, 2012.
- [6] Kil Dong Lee, Influence of Film Thickness on the Chemical Stability of Electrochromic Tungsten Oxide Film, *Journal of the Korean Physical Society*, Vol. 38, No. 1, Januray 2001, pp. 33-37.
- [7] S. Shishiyana, L. Chowb, O. Lupana, and T. Shishiyana, Synthesis and Characterization of Functional Nanostructured Zinc Oxide Thin Films, *ECS Transactions*, 3 (9) 65-71 (2006).

- [8] Sung-Jei Hong and Jeong-In Han, Fabrication of Indium Tin Oxide (ITO) Thin Film with Pre-Treated Sol Coating, *Journal of the Korean Physical Society*, Vol. 45, No. 3, September 2004, pp. 634-637.
- [9] J.F.Q. Rey, T.S. Plivelic, R.A. Rocha, S.K. Tadokoro, I. Torriani and E.N.S. Muccillo, Synthesis of  $\text{In}_2\text{O}_3$  nanoparticles by thermal decomposition of a citrate gel precursor, *Journal of Nanoparticle Research* (2005) 7: 203–208 – Springer 2005.
- [10] S. F. Hasany, I. Ahmed, Rajan J, Rehman, Systematic Review of the Preparation Techniques of Iron Oxide Magnetic Nanoparticles, *Nanoscience and Nanotechnology* 2012, 2(6): 148-158.
- [11] Mahtab Gholami et al., The preparation of  $\text{TiO}_2$  nanoparticles and investigation of its electrical properties as  $\text{CO}_2$  gas sensor at room temperature, *Elixir Chem. Phys. Letter* 48 (2012) 9626-9628.
- [12] Mulder, M., 1996, *Basic Principles of Membrane Technology*, Springer, New York.
- [13] Hench, L.L. & J.K. West, 1990, *The Sol-Gel Process Chem.* Vol. 90, pp. 33-72.
- [14] Iler, R.K., 1979, *The Chemistry of Silica*, John Wiley, New York, 1979.
- [15] Scott MG. *Amorphous metallic alloys*. London: Butter-Worths Co. Ltd.; 1983. p. 151
- [16] Widodo, Slamet, "Review Sensor Gas Berbasis Metal Oksida Semikonduktor Untuk Mendeteksi Gas Polutan Yang Selektif Dan Sensitif", *Jurnal Techno-Socio Ekonomika*, Volume 12-Nomor
- [17] Widodo, Slamet, "Kajian Perkembangan Teknologi Sensor Gas Untuk Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor", *Jurnal Techno-Socio Ekonomika*, Volume 13-Nomor 1 April 2020, ISSN 1979-4835, e-ISSN: 2721-2335, Hal. 71-80.