

PROSES SINTESIS INDIUM TIN OKSIDA NANO PARTIKEL DENGAN METODE SOL GEL SEBAGAI LAPISAN AKTIF PADA SENSOR GAS CO

Slamet Widodo

*Pusat Penelitian Elektronika dan Telekomunikasi,
Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (P2ET-LIPI)
Kampus LIPI Jl. Sangkuriang Bandung 40135*

Untuk korespondensi: Telp. 08156110870, E-mail: slametwidodo50@gmail.com

ABSTRAK

Teknik pembuatan Indium Tin Oxide (ITO) untuk lapisan aktif pada pembuatan sensor gas CO dengan metode sol gel, disertai mekanisme reaksi dan parameter-parameter proses yang mempengaruhinya. Dengan teknologi sol gel, senyawa ITO ini dapat disintesis untuk mendapatkan partikel-partikel dengan ukuran nanokristalin. Teknik sol gel mendapatkan banyak keuntungan diantaranya :ukuran nanopartikel, prosesnya lebih singkat, suhu rendah, dan hasil yang diperoleh murni. Dari pengamatan dengan SEM butiran-butiran Indium Tin Oksida(ITO) yang diperoleh dengan ukuran dibawah 100 nanometer.

Kata Kunci: *Sol gel, mekanisme proses, ITO, nanopartikel, devais sensor gas*

ABSTRACT

Technique of making Indium Tin Oxide (ITO) for active layer at fabrication of CO gas sensor with sol gel method, accompanied mechanism of reaction and process parameters influencing it. With this sol gel technology can be synthesized ITO of fine powder to get particles of the size nano crystalline. Sol gel technique gets many advantages between it : measure nano particle, its (the process is briefer, low temperature, and the result obtained is pure. From observation by using SEM for ITO grains that obtained of the size is under 100 nanometers.

Keywords: *Sol gel, process mechanism, ITO, nano particles, gas sensor devices*

PENDAHULUAN

Dengan perkembangan teknologi mikroelektronika atau *nanotechnology* saat ini, telah membuka peluang melakukan inovasi teknologi dalam pembuatan sistem sensor yang lebih *compact*, kecil dengan akurasi dan *performance* yang lebih baik. Komponen-komponen logam oksida (MOX) seperti: SnO₂, In₂O₃, WO₃, ZnO, TiO₂, ITO dan lain-lain, adalah sebagai bahan pembuat lapisan sensitif sensor gas. Logam oksida memiliki struktur non-stoikiometrik dan celah pita lebar khas tipe-n semikonduktor (3,6 eV) [1]. Ini adalah salah

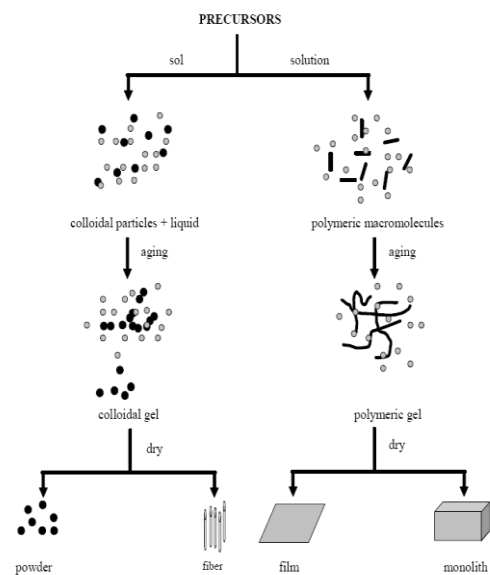
satu luas digunakan semikonduktor logam oksida karena kestabilan kimia dan mekanik. Berkaitan dengan elektronik, magnetik dan optik sifat unik, semikonduktor nano partikel *sized* partikel SnO₂ dapat menemukan aplikasi luas di berbagai bidang, seperti mikroelektronik, fotokatalisis, optik nonlinier, fotoelektron-kimia, ilmu pencitraan, dan *electrooptics* [2]. Hal ini diketahui bahwa timah oksida, dalam film tipis atau bentuk tebal [3] adalah bahan semikonduktor yang paling banyak digunakan untuk aplikasi penginderaan gas. Sifat SnO₂ yang mengontrol aplikasi potensinya tergantung pada fase yang

berbeda dari sejarah fabrikasi, yaitu, *route* sintesis dan metode. Selain kimia dari materi, sifat morfologi serbuk mempengaruhi sifat fisik dan kimianya. SnO₂ dapat disintesis menggunakan berbagai teknik seperti metode hidrotermal [4], amorf rute sitrat [5], metode mekano-kimia [6], metode sol gel [7], mini busur plasma [8], sintesis *flame spray* [9] dan reaksi *solid-state* [10]. Dalam proses sol-gel larutan prekursor ditransformasikan menjadi anorganik padat oleh (a) dispersi dari partikel koloid dalam cairan (sol) dan (b) konversi sol ke fase kaku (gel) oleh hidrolisis dan kondensasi reaksi [11].

Olehkarenaitu, dalam penelitian ini metoda yang digunakan adalah metoda sol gel, dimana pemilihan metoda tersebut disebabkan karena prosesnya lebih singkat, temperatur yang digunakan lebih rendah, dapat menghasilkan serbuk metal oksida dengan ukuran nano partikel dan dapat menghasilkan karakteristik yang lebih baik dari pada proses metalurgi serbuk. Prekursor atau bahan awal dalam pembuatannya adalah alkoksida logam dan klorida logam, yang kemudian mengalami reaksi hidrolisis dan reaksi polikondensasi untuk membentuk koloid, yaitu suatu sistem yang terdiri dari partikel-partikel padat (ukuran partikel antara 1 nm sampai 1 µm) yang terdispersi dalam suatu pelarut. Prekursor 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 mensintesis bubuk baik butiran mikro maupun nano [12].

Dari beberapa tahapan proses sol-gel, terdapat dua tahapan umum dalam pembuatan metal oksida melalui proses sol-gel, yaitu hidrolisis dan polikondensasi seperti terlihat pada Gambar 1 berikutini. Pada tahap hidrolisis terjadi penyerangan molekul air.



Gambar 1. Skema umum proses pembuatan Sol Gel

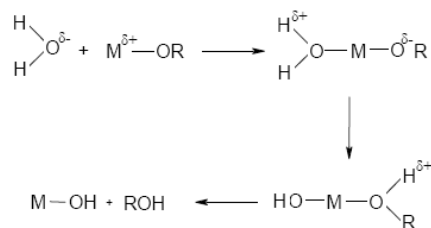
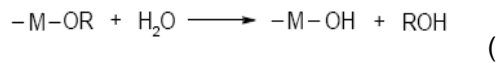
Kimia sol gel adalah didasarkan pada hidrolisis dan kondensasi dari prekursor. Umumnya pada sol gel ditunjukkan penggunaan alkoksida sebagai prekursor. Alkoksida memberikan suatu monomer yang dalam beberapa kasus yang terlarut dalam bermacam-macam pelarut khususnya alkohol. Alkohol membolehkan penambahan air untuk mulai reaksi, keuntungan lain alkoksida adalah untuk mengontrol hidrolisis dan kondensasi. Dengan alkoksida sebagai prekursor, kimia sol gel dapat

disederhanakan dengan persamaan reaksi berikut.

Reaksi Sol Gel

Ada dua tahapan reaksi dalam Sol Gel

■ (1) Hidrolisis logam alkoksida

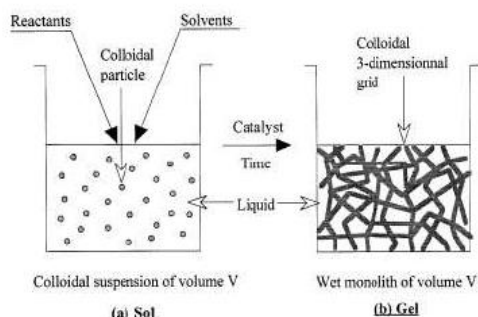


(2) Kondensasi



Menurut Iler [12], polimerisasi sol-gel terjadi dalam tiga tahap:

1. Polimerisasi monomer-monomer membentuk partikel
2. Penuhunan partikel
3. Pengikatan partikel membentuk rantai, kemudian jaringan yang terbentuk diperpanjang dalam medium cairan, mengental menjadi suatu gel, seperti ditunjukkan pada Gambar 2 berikut.



Gambar 2. Tahapan pembentukan Sol (a), Tahapan pembentukan Gel (b) Keuntungan menggunakan metoda Sol Gel

1. Homogenitasnya lebih baik, Temperatur rendah, Kemurnian lebih baik, Hemat energi
2. Pencemaran rendah, Menghindari reaksi dengan container dan kemurnian tinggi.
3. Fase pemisahan cepat, Kristalisasi cepat, Padatan non kristalin keluar membentuk gelas
4. Pembentukan fase kristal baru dari padatan non kristal baru
5. Produk glass lebih baik ditentukan dengan sifat-sifat gel, Produk film spesial.

Kerugian menggunakan metoda Sol Gel

1. Material proses cukup mahal, Residu butir-butir halus, Residu hidroksil
2. Residu carbon, Waktu proses cukup lama

Tabel 1. Parameter Proses Sol Gel

Tahapan proses	Tujuan proses	Parameter proses
Larutan Kimia	Membentuk Gel	Tipe prekursor, Tipe pelarut, Kadar air, Konsentrasi prekursor, Temperatur, dan pH
Aging	Mendiamkan gel untuk mengubah sifat	Waktu, Temperatur, Komposisi cairan, Lingkungan aging
Pengeringan (Drying)	Menghilangkan air dari gel	Metoda pengeringan (ovaporative, supercritical,

		dan freeze drying), Temperatur, Tekanan, Waktu
Kalsinasi	Mengubah sifat-sifat fisik/kimia padatan, sering menghasilkan kristalisasi dan densifikasi	Temperatur, Waktu, Gas (inert atau reaktif)

Dari sisi ekonomi, sensor gas juga aplikasinya cukup luas untuk pengontrolan gas pencemar di lingkungan seperti gas-gas: CO, NO_x, SO_x, NH₃, H₂S dan lain-lain atau gas-gas yang dihasilkan di tempat-tempat tertentu seperti pabrik dan laboratorium serta rumah tinggal. Dari sisi kesehatan, sensor gas dapat membantu pemeliharaan lingkungan hidup untuk tetap sehat karena merupakan sarana pengontrolan gas-gas berbahaya yang ada di lingkungan. Adapun tipe metal oksida dan gas-gas yang terdeteksi dapat dilihat pada Tabel 2 dan untuk penambahan zat aditif pada gas-gas spesifik pada Tabel 3 berikut ini.

Tabel 2. Metal Oksida Semikonduktor untuk mendeteksi Gas-gas yang spesifik

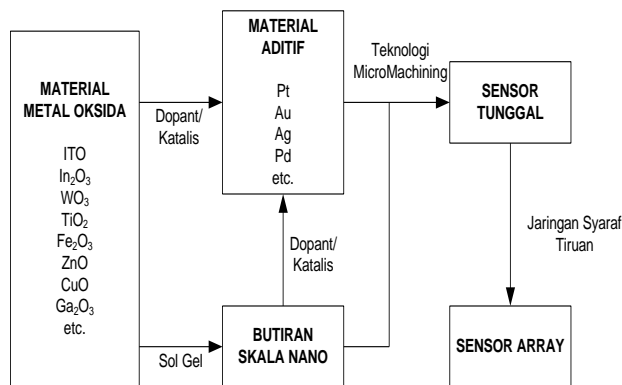
Tipe Oksida	Gas yang terdeteksi
SnO ₂	H ₂ , CO, NO ₂ , H ₂ S, CH ₄
In ₂ O ₃ , WO ₃	NO ₂ , NH ₃
TO ₂	H ₂ , O ₂ , C ₂ H ₅ OH
In ₂ O ₃	NO ₂ , O ₃
ITO, Fe ₂ O ₃	CO
LaFeO ₃	NO ₂ , NO _x
Cr _{1,8} Ti _{0,2} O ₃	NH ₃

Pembuatan sol murni metal oksida tanpa dan dengan doping, dan pembuatan serbuk nano material dengan teknologi sol gel ini dengan karakterisasi sistem sensor gas berbasis logam oksida yang diaplikasikan pada divais sensor gas dengan menggunakan teknologi thick film dan thin film dengan bahan sensitif seperti Fe₂O₃, In₂O₃, WO₃, ZnO, SnO₂ dan ITO [13-15]. Berbagai bahan aditif seperti Pt, Au, Pd, dan Ag akan digunakan sebagai *dopant* maupun katalis untuk meningkatkan sensitivitas dan selektivitas sensor, selain menerapkan sistem jaringan syaraf tiruan (*artificial neural network*) untuk divais multi sensor.

Tabel 3. Metal Oksida -aditif untuk mendeteksi Gas-gas yang spesifik

Gas yang terdeteksi	Metal aditif /SC
H ₂	Pt/SnO ₂ , Pd/SnO ₂ In ₂ O ₃ , Ag/Pt/SnO ₂
CO	Pt/SnO ₂ , Pd/SnO ₂ Cu/SnO ₂ , In ₂ O ₃ , ITO
H ₂ S	CuO/SnO ₂ , Ag/SnO ₂ WO ₃
NO ₂	CuO/SnO ₂ , SnO ₂ In ₂ O ₃ , WO ₃
CH ₄	Pd/SnO ₂
NH ₃	Mo/SnO ₂

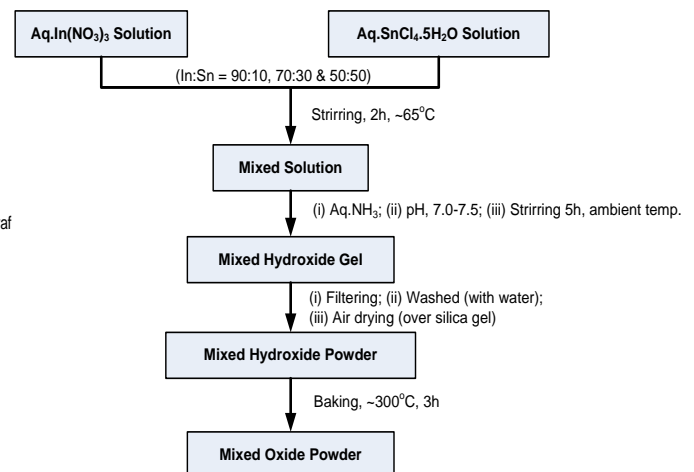
Dalam Gambar 3 dapat dilihat konsep rancang bangun sensor gas berbasis metal oksida seperti dalam Gambar 3.



Gambar 3. Konsep Rancang Bangun Sensor Gas berbasis Logam Oksida (ITO)

METODE

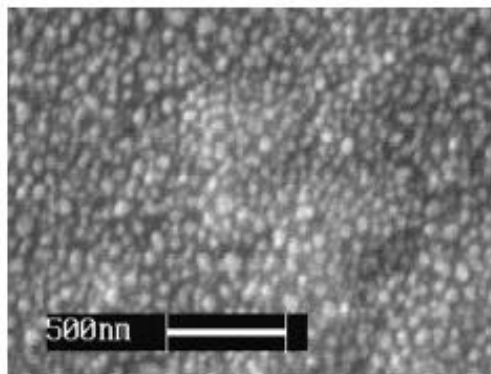
Bahan baku yang digunakan adalah garam Indium Nitrat $\text{In}(\text{CH}_3\text{COO})_3$, dan garam Timah (IV) klorida ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dicampur dan diaduk (*stirring*) selama 2 jam pada suhu sekitar 65°C , setelah kedua larutan garam tersebut tercampur homogen kemudian pH larutan diatur 7,0 – 7,5 dengan menambahkan larutan basa NH_4OH dan diaduk sampai rata (homogen) selama 5 jam pada suhu ruangan, akan terbentuk Gel Hidroksida (*Mixed Hydroxide Gel*). Setelah terbentuk Gel dilakukan penyaringan (*filtering*), pencucian dengan air bebas mineral (*De-ionized water*) dan pengeringan (*drying*) akan terbentuk silika gel (*mixed hydroxide powder*) kemudian dimasukkan kedalam Tungku (*Furnace*) untuk dilakukan pembakaran (*baking*) pada suhu sekitar 300°C selama 3 jam dan kemudian serbuk dibiarkan dingin, dan akan didapatkan serbuk nano partikel ITO yang akan dikarakterisasi dengan alat SEM. Adapun proses pembuatan Indium Tin Oxide (ITO) nano partikel dengan metode Sol Gel dapat dilihat pada Gambar 4 skema berikut ini.



Gambar 4. Skema Proses Sol Gel Sintesis ITO Nanomaterial

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatanserbuk ITO nano material denganmetoda Sol Gel dan karakterisasi sistem sensor gas berbasis metal oksida, yang diaplikasikan pada divais sensor gas denganmenggunakan teknologi *thick film* dan *thin film* dengan bahan sensitif seperti ITO. Berbagai bahan aditif seperti Pt, Au, Pd, dan Ag akan digunakan sebagai *dopant* maupun katalis untuk meningkatkan sensitivitas dan selektivitas sensor, selain menerapkan sistem jaringan syaraf tiruan (*artificial neural network*). Adapun morfologi butiran nano ITO dilihat dengan alat SEM dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Morfologi butiran nano ITO dilihat dengan alat SEM, Size: < 100 nm, perbesaran: 20.000x

KESIMPULAN

Untuk mengatasi permasalahan diatas dan mencapai sasaran yang tepat, maka metodologi yang diterapkan dalam penelitian ini adalah:

1. Modifikasi material metal oksida untuk meningkatkan sensitivitas sensor. Beberapa hasil penelitian saat ini menunjukkan bahwa penambahan aditif dari bahan logam mulia (Pt, Au, Ag) dapat meningkatkan sensitivitas material metal oksida terhadap gas-gas tertentu. Aditif ini bisa berupa *dopant* yang dicampurkan dengan material dasar, atau dalam bentuk katalis yang dilapiskan di permukaan material dasar. Selain itu, sensitivitas sensor juga akan meningkat dengan pengecilan ukuran butiran material metal oksida sampai ke skala nanometer.
2. Penggunaan sensor array untuk meningkatkan selektivitas sensor. Perbedaan temperatur pengoperasian dan komposisi bahan aditif menyebabkan perbedaan respon dari sensor terhadap gas yang sama. Dengan kata lain, sensor yang berbeda

akan memberikan respon yang berbeda pula. Maka bila sensor-sensor ini digabungkan menjadi satu kelompok, didapat satu sistem sensor yang mampu mendiskriminasi gas polutan yang berbeda-beda dengan bantuan jaringan syaraf tiruan.

3. Penggunaan teknologi sol gel disamping *thick film* atau *thin film* dan teknologi Micromachining untuk menghasilkan divais dengan konsumsi daya yang rendah.

Tahap pertama, divais-divais sensor yang dikembangkan akan difabrikasi dengan teknik *screen printing* untuk mendapatkan prototipe yang cepat dengan kinerja sesuai yang diharapkan. Tahap kedua adalah mewujudkan divais tersebut dengan teknologi MicroMachining dalam rangka proses miniaturisasi lebih lanjut. Semakin kecil sensor yang dibuat, akan semakin rendah pula konsumsinya.

4. Pemilihan jenis material dan metoda proses yang belum banyak dieksplorasi penggunaannya dalam rancang bangun sensor gas akan memberikan aspek orisinalitas. Oleh karena itu, penelitian ini akan difokuskan pada penggunaan material Indium Tin Oksida (ITO) tersebut dan modifikasinya agar peluang mendapatkan konsep-konsep ilmiah baru bisa lebih mudah.
5. Dengan teknologi Sol Gel didapatkan hasil yang efektif dan efisien seperti mendapatkan butiran kristal nano sehingga devais yang dihasilkan menjadi lebih sensitif dan kinerjanya menjadi lebih tinggi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Semua pihak yang memberikan kontribusi pada penelitian yang dilakukan dituliskan pada bagian ini.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] J. Robertson, "Electronic structure of SnO₂, GeO₂, PbO₂, TeO₂, and MgF₂", *Journal of Physics C: Solid State Physics*, vol. 12, pp. 4767-4777, 1979.
- [2] F. Gu, S. F. Wang, M. K. Lu¹, G. J. Zhou, D. Xu, and D. R. Yuan "Photoluminescence Properties of SnO₂ Nanoparticles Synthesized by Sol-Gel Method", *J. Phys. Chem. B*, vol. 108, pp. 8119-8123, 2004.
- [3] K. D. Schierbaum, U. Weimar and W. Gijpel, "Comparison of ceramic, thick-film and thin-film chemical sensors based upon SnO", *Sensors and Actuators B*, vol. 7, pp. 709-716, 1992.
- [4] S. Fujihara, T. Maeda, H. Ohgi, E. Hosono, H. Imai, S.-H. Kim, "Hydrothermal routes to prepare nanocrystalline mesoporous SnO₂ having high thermal stability", *A. Chem. Society*, vol. 20, pp. 6476-6481, 2004.
- [5] M. Bhagwat, P. Shah, V. Ramaswamy, "Synthesis of nanocrystalline SnO₂ powder by amorphous citrate route", *Materials Letters*, vol. 57, pp.1604-1611, 2003.
- [6] H. Yang, Yuehua Hu, Aidong Tang, Shengming Jin, Guanzhou Qiu, "Synthesis of tin oxide nanoparticles by mechanochemical reaction", *J. Alloys and Compounds*, vol. 363, pp. 271-274, 2004.
- [7] J. Zhang, and L. Gao, "Synthesis and characterization of nanocrystalline tin oxide by sol-gel method", *J. Solid State Chemistry*, vol. 177, pp. 1425-1430, 2004.
- [8] G. Lu, K. L. Huebner, L. E. Ocola, M. G. Josifovska, and J. Chen, "Gas Sensors Based on Tin Oxide Nanoparticles Synthesized from a Mini-Arc Plasma Source", *J. Nanomaterials*, vol. 2006, pp. 1-7, 2006.
- [9] T. Sahn, L. Mädler, A. Gurlo, N. Barsan, S.E. Pratsinis, U. Weimar, "Flame spray synthesis of tin dioxide nanoparticles for gas sensing", *Sens. Actuators B*, vol. 98 148-153, 2004.
- [10] F. Li, J. Xu, X. Yu, L. Chen, J. Zhu, Z. Yang, X. Xin, "One-step solid state reaction synthesis and gas sensing property of tin oxide nanoparticles", *Sens. Actuators B*, vol. 81, pp.165-169, 2002.
- [11] L. L. Hench and J. K. West, "The Sol-Gel Process", *Chem. Rev.*, vol. 90. pp. 33-72, 1990.
- [12] Iler, R.K., *The Chemistry of Silica*, *John Wiley*, New York, 1979.
- [13] Widodo, Slamet, *Teknologi SolGel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas*, Prosiding Seminar Nasional Rekayasa Kimiadan Proses, Jurusan Teknik Kimia Universitas Diponegoro (UNDIP) Semarang, 4-5-Agustus 2010.
- [14] Widodo, Slamet, "Review Sensor Gas Berbasis Metal Oksida Semikonduktor Untuk Mendeteksi Gas Polutan Yang Selektif Dan Sensitif", *Jurnal Techno-Socio Ekonomika*, Volume 12-Nomor 2 Oktober 2019, ISSN 1979-4835, Hal.92-112.
- [15] 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.71-8