

PROSES SINTESIS TIMAH OKSIDA (SnO_2) NANO PARTIKEL DIDOPING DENGAN PALADIUM (Pd) SEBAGAI MATERIAL SENSITIF 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, E-mail:slametwidodo50@gmail.com

ABSTRAK

Sintesis Timah Oksida (SnO_2) untuk lapisan aktif pada pembuatan sensor gas Carbon Monoksida (CO) dengan metode sol gel, disertai mekanis mereaksi dan parameter-parameter proses yang mempengaruhinya. SnO_2 nano-partikel didoping dengan Palladium (Pd) disintesis dengan proses sol-gel menggunakan timah- isopropoksida dan Pd bubuk sebagai bahan awal. Kristalinitas dan kemurnian serbuk dianalisis dengan difraksi sinar-X (XRD) dan ukuran dan distribusi SnO_2 didoping dengan Pd dipelajari dengan menggunakan scanning electron microscopy (SEM). Hasil penelitian menunjukkan bahwa Pd telah berhasil dimasukkan ke dalam kisi kristal SnO_2 dan konduktivitas listrik dari bahan diolah meningkat secara signifikan. Juga Teknik solgel mendapatkan banyak keuntungan diantaranya: ukuran nanopartikel, prosesnya lebih singkat, suhu rendah, dan hasil murni.

Kata Kunci: Solgel, mekanisme proses, timah oksida (SnO_2), doping Pd, nanopartikel, devais sensor gas

ABSTRACT

Synthesis of Tin Oxide (SnO_2) for the active layer in the manufacture of Carbon Monoxide (CO) gas sensor by sol-gel method, with the reaction mechanism and process parameters that influence it. The palladium (Pd) doped SnO_2 nano-particles were prepared by the sol-gel process using tin isopropoxide and Pd powders as the starting materials. The crystallinity and purity of the powders were analyzed by X-ray diffraction (XRD) and the size and distribution of Pd-doped SnO_2 grains were studied using scanning electron microscopy (SEM). The results show that Pd has been successfully incorporated into the SnO_2 crystal lattice and the electrical conductivity of the doped materials improves significantly. Also sol gel technique get many advantages such as: nano-size particles, shorter process, low temperature, and pure results.

Keywords: Sol gel, the mechanism of the process, tin oxide (SnO_2), Pd doping, nano particles, gas sensors devices

PENDAHULUAN

Gas Karbon monoksida yang dihasilkan oleh berbagai fasilitas pembakaran dan gas buang dari kendaraan bermotor yang dikenal sangat berbahaya bagi tubuh manusia [1, 2]. Sebuah sensor gas dari logam-oksida semikonduktor berbasis timah oksida (SnO_2) yang cocok untuk mendeteksi gas-gas seperti CO, CH_4 dan H_2 karena sifat khusus mereka, seperti

kimia dan stabilitas termal, alami non-stoikiometri, dan fase rutil stabil [3]. Namun, sifat sensor gas timah oksida murni mempunyai masalah seperti suhu operasi yang tinggi dan selektivitas yang kurang terhadap gas yang lain. Oleh karena itu, penambahan logam mulia seperti Pd dan Pt sebagai aditif katalitik sering dibutuhkan dalam rangka meningkatkan selektivitas dan sensitivitas sensor SnO_2 [4 -7]. Selain itu, pengurangan ukuran partikel skala nano

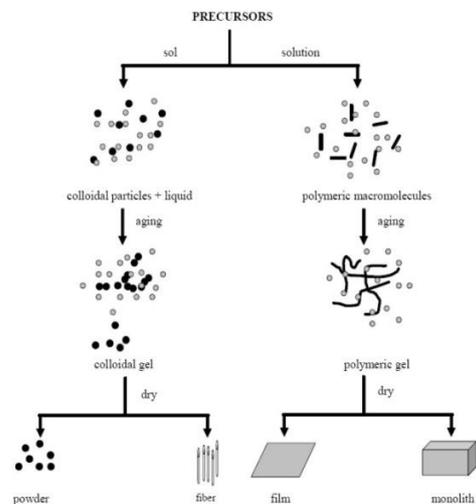
memungkinkan sensitivitas tinggi karena rasio spesifik volume ke permukaan meningkat. Banyak penelitian lingkungan telah melakukan secara aktif untuk mengembangkan sensor gas baru yang dapat memantau gas CO kelelahan dengan menggunakan teknologi canggih seperti bahan nano dan MEMS [8 -10]. Sensor gas berbasis MEMS dengan bahan semikonduktor, seperti SnO₂, ZnO dan WO₃, memiliki banyak keuntungan, yaitu sensitivitas tinggi terhadap gas beracun, waktu respon yang singkat, dan konsumsi daya rendah [11, 12]. Terutama, sintesis bahan gas sensor dengan menggunakan metode sol-gel. Dalam studi ini, desain, fabrikasi, dan karakterisasi co-planar-type sensor gas mikro dilakukan dengan menggunakan teknologi MEMS dan metode sol-gel untuk mensintesis bahan penginderaan. Sifat elektro-termal dari perangkat sensor gas MEMS dengan pemanas mikro Pt diselidiki. Bahan sensor berbasis SnO₂ untuk deteksi gas CO disintesis dengan menggunakan metode sol-gel diaplikasikan pada sensor gas dan devais MEMS.

PROSES SOL GEL

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. 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, membrane, aerogel, atau juga untuk mensintesis bubuk baik butiran mikromaupun nano.

Dari beberapa tahapan proses sol-gel, terdapat dua tahapan umum dalam pembuatan metaloksida melalui proses sol-gel, yaitu hidrolisis dan polikondensasi seperti terlihat pada Gambar 1 berikut ini. Pada tahap hidrolisis terjadi penyerangan molekular.



Gambar 1. Tahapan proses Sol Gel

1. Kimia Sol Gel

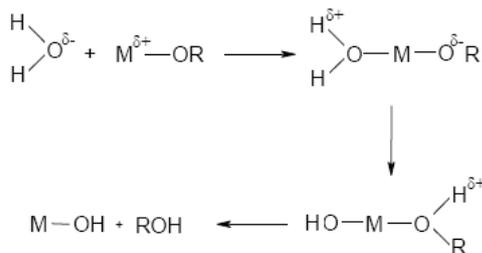
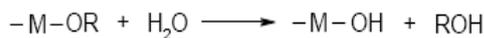
Kimia solgel adalah didasarkan pada hidrolisis dan kondensasi dari precursors. Umumnya pada sol gel ditunjukkan penggunaan alkoksida sebagai precursor. Alkoksida memberikan suatu monomer yang

dalam beberapa kasus yang terlarut dalam berbagai macam pelarut khususnya alkohol. Alkohol membolehkan penambahan air untuk memulai reaksi, keuntungan lain alkoksida adalah untuk mengontrol hidrolisis dan kondensasi. Dengan alkoksida sebagai prekursor, kimia sol-gel dapat disederhanakan dengan persamaan reaksi berikut.

Reaksi SolGel

Ada dua tahapan reaksi dalam SolGel :

(1) Hidrolisis metal alkoksida

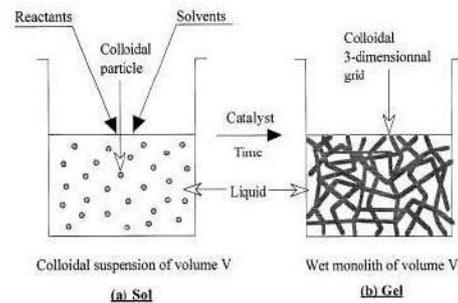


(2) Kondensasi



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

1. Polimerisasi monomer-monomer membentuk partikel
2. Penumbuhan 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.a) Tahapan pembentukan Sol dan b) Tahapan pembentukan Gel

2.2 Keuntungan menggunakan metoda Sol Gel

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

2.3. Kerugian menggunakan metoda Sol Gel

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

Tabel 1. Parameter Proses Sol Gel

Tahapan Proses	Tujuan Proses	Parameter Proses
Larutan Kimia	Membentuk Gel	Tipe precursor, Tipe pelarut, Kadar air, Konsentrasi precursor, Temperatur, dan
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 kristal sidan de nsifikasi	Temperatur, Waktu, Gas (inert atau reaktif)

2.4. Material Metal Oksida (MOX)

2.4.1 Devais Sensor Gas Polutan

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

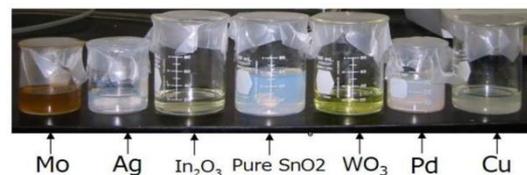
tabel 2 dan untuk penambahan zat aditif pada gas-gas spesifik pada tabel 3 berikut ini.

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

Tipe Oksida	Gasyang terdetek
SnO ₂	H ₂ , CO, NO ₂ , H ₂ S, CH ₄
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
Fe ₂ O ₃	CO
LaFeO ₃	NO ₂ , NO _x
Cr _{1,8} Ti _{0,2} O ₃	NH ₃

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

Gasyang 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
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

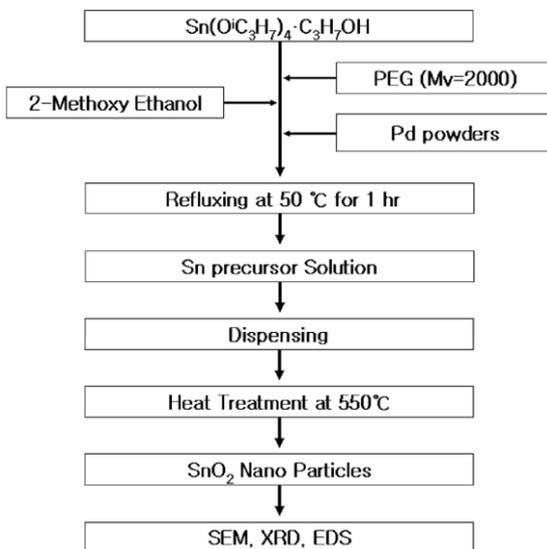


Gambar 3. Pembuatan sol murni metal oksida tanpa dan dengan doping

Gambar 3 sebagai ilustrasi pembuatan sol murni metal oksida tanpa dan dengan doping, sedang pembuatan

serbuk nano material dengan teknologi solgel ini dengan karakterisasi stem sensor gas berbasis metaloksida, yang diaplikasikan pada divais sensor gas dengan menggunakan teknologi thick film dan thin film [13-15] dengan bahan sensitif seperti Fe_2O_3 , In_2O_3 , WO_3 , ZnO , SnO_2 . Berbagai bahan aditif seperti Pt, Au, Pd, dan Ag

EKSPERIMEN

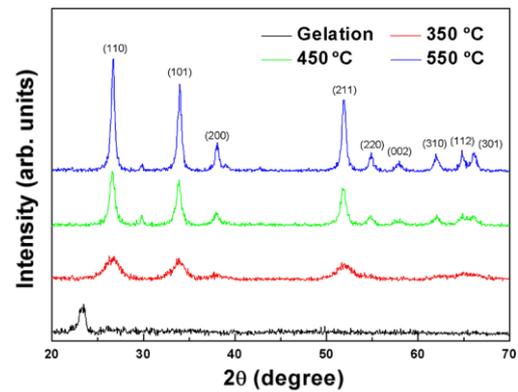


Gambar 4. Diagram alur untuk sintesis SnO_2 bahan aktif Sensor Gas CO

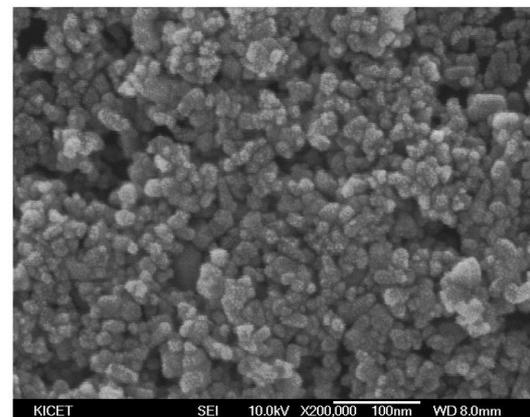
Gambar 4 menunjukkan diagram alir untuk sintesis dari bahan berbasis SnO_2 dengan menggunakan proses sol-gel. Tin isopropoksida ($\text{Sn}[\text{O}(\text{iC}_3\text{H}_7)]_4 \cdot \text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$, 98%, Alfa Asar) dan poli etilen glikol ($M_v = 2000$, PEG2000) dicampur dan gelisah dalam 2 metoksi-etanol (2me) pada 50°C selama 1 jam untuk mensintesis sol Sn [16]. Untuk sensitivitas gas yang lebih baik untuk gas CO, 1% berat bubuk Pd (Aldrich, 99%) ditambahkan ke sol Sn.

HASIL DAN PEMBAHASAN

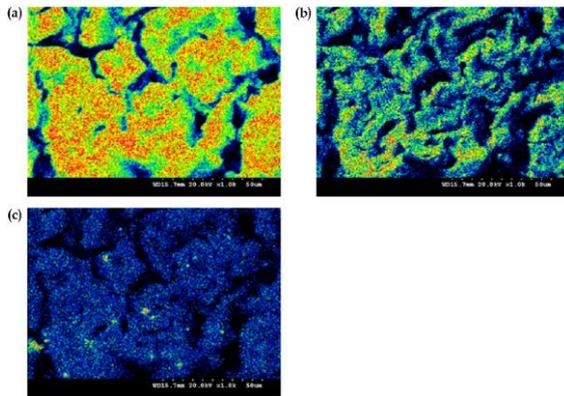
Pembuatan serbuk SnO_2 nano partikel dengan metoda SolGel dan karakterisasi sistem sensor gas berbasis metaloksida, yang diaplikasikan pada divais sensor gas dengan menggunakan teknologi thick film dan thin film dengan bahan aditif seperti palladium (Pd) digunakan sebagai *dopant* maupun katalis untuk meningkatkan sensitivitas dan selektivitas sensor.



Gambar 5. Difraksi sinar-X untuk SnO_2 nano partikel dengan suhu bervariasi (350°C , 450°C dan 550°C)



Gambar 6. Butiran SnO_2 yang didoping dengan palladium (Pd) dilihat dengan SEM



Gambar 7. EDS pemetaan permukaan SnO₂ nanopartikel dengan doping Pd (a) timah, (b) oksigen dan (c) paladium. Berwarna kuningm enunjukkan setiap elemen

Sol Sn beberapa kali pada devais MEMS, kemudian bahan sensitif dipanaskan pada 350 °C, 450 °C dan 550 °C. Data XRD mengkonfirmasi bahwa kristalisasi SnO₂ akan terjadipada suhu di atas 450 °C, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5. Dengan demikian, temperatur perlakuan panas akhir itu tetap pada 550 °C karena yang memberikan peningkatan yang cukup dalam puncak (110) karena *plane* pilihan untuk gas CO adsorpsi [17,18]. Diameter rata-rata partikel nano SnO₂ dihitung sebagai 40 nm dengan menggunakan persamaan Scherrer [19]; ukuran partikel rata-rata terkandung dengan menggunakan citra SEM (Gambar 6) adalah sekitar 10 nm ≈ 50 nm, yang hampir sama dengan yang dihitung. Partikel Pd tidak ditemukan dalam gambar SEM,

tetapi dikonfirmasi dengan menggunakan pemetaan EDS, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7.

KESIMPULAN

Telah disintesis timah oksida (SnO₂) nanopartikel (dibawah 100 nm) dengan doping palladium (Pd) 1% berat dengan metode sol gel. Penelitian ini mencapai sasaran yang tepat, karena metodologi yang diterapkan dalam penelitian ini adalah:modifikasi material metaloksida (SnO₂) untuk meningkatkan sensitivitas sensor, dengan penambahan aditif (doping) dari bahan logam palladium (Pd) dapat meningkatkan sensitivitas dan selektivitas material SnO₂ terhadap gas-Carbon Monoksida (CO).

Dengan teknologi SolGel 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] P. G. Su, R.-J. Wu and F.-P. Nieh, *Talanta* 59, 667, (2003).
- [2] W.-Y. Chung and S.-C. Lee, *J. Korean Phys. Soc.* 49, 1087 (2006).
- [3] G. Korotcenkov, *Sens. and Actuators B* 107, 209 (2005).
- [4] J. C. Belmonte, J. Manzano, J. Arbiol, A. Cirera, J. Puigcorbe, A. Vila, N. Sabate, I. Gracia, C. Cane and J. R. Morante, *Sens. and Actuators B* 114, 881 (2006).
- [5] N. Yamazoe, Y. Kurokawa and T. Seiyama, *Sens. And Actuators* 4, 283 (1983).
- [6] A. Cabot, J. Arbiol, J. R. Morante, U. Weimar, N. Barsan and W. Gopel, *Sens. and Actuators B* 70, 87 (2000).
- [7] O. V. Safonova, G. Delabouglise, B. Chenevier, A. M. Gaskov and M. Labeau, *Mater. Sci. Eng. C* 21, 105 (2002).
- [8] D.-D. Lee and D.-S. Lee, *J. IEEE Sensors* 1, 214 (2001).
- [9] P. Tsai, I.-C. Chen and C.-J. Ho, *Sens. and Actuators B* 76, 380 (2001).
- [10] P. Frau, M. Sauvan, S. Trautweiler, C. Nayral, L. Erades, A. Maisonnat and B. Chaudret, *Sens. and Actuators B* 78, 83 (2001).
- [11] E.-K. Kim, H. Y. Lee, J. Park, S. J. Park, J. H. Kwak, S. E. Moon, S. Moeng, K. H. Park, S. W. Kim, H. J. Ji and G. T. Kim, *J. Korean Phys. Soc.* 51, S170 (2007).
- [12] I. S. Hwang, Y. J. Choi, J. H. Park, J. G. Park, K. W. Kim and J. H. Lee, *J. Korean Phys. Soc.* 49, 1229 (2006).
- [13] Widodo, Slamet, *Teknologi Sol Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas*, Prosiding Seminar Nasional Rekayasa Kimia dan 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.71-80.
- [16] M. Shoyama and N. Hashimoto, *Sens. and Actuators B* 93, 585 (2003).
- [17] Z. A. Ansari, S. G. Ansari, T. Ko and J.-H. Oh, *Sens and Actuators B* 87, 105 (2002).
- [18] A. Ahmad, J. Walsh and T. A. Wheat, *Sens. and Actuators B* 93, 538 (2003).
- [19] P. Menini, F. Parret, M. Guerrero, K. Soulantica, L. Erades, A. Maisonna and B. Chaudret, *Sens. and Actuators B* 103, 111 (2004).