

Film Tipis Timah (II) Oksida Sebagai Sensor Karbon Monoksida

Tin Dioxide Thin Films As Carbon Monoxide Sensor

Yati B.Yuliyati*; Rubianto A. Lubis; Atiek R. Noviyanti; Nia Kurniatin

Departemen Kimia, FMIPA, Unpad Jatinangor, Sumedang-Jawa Barat 45363

*Korespondensi: yatiyuliyati@yahoo.com

Abstrak: Penelitian ini bertujuan untuk membuat film tipis SnO₂ yang memiliki ukuran mikrometer hingga nanometer untuk mendeteksi gas CO. Metode penelitian yang digunakan adalah metode sol-gel dengan mencampurkan timah diklorida, akuades, etanol dan amonium fluorida 5%-10% (b/b) hingga terbentuk sistem koloid. Sistem koloid dengan penambahan paladium diendapkan pada substrat kaca. Substrat dipanaskan pada suhu 70°C dan 100°C. Kemudian ditentukan nilai resistansi dengan menggunakan avometer. Film tipis SnO₂ dikarakterisasi dengan SEM dan XRD. Hasil penelitian menunjukkan bahwa film tipis SnO₂ menunjukkan sensitivitas terbaik pada sistem koloid dengan penambahan amonium fluorida 10% (b/b). Dari hasil karakterisasi SEM dan XRD dapat disimpulkan bahwa film tipis SnO₂ dapat diperoleh dengan metode sol-gel dengan ukuran skala nanometer dan dapat merespon adanya gas CO.

Kata kunci: film tipis, karbon monoksida, metode sol-gel, oksida logam

Abstract: This research aims to create SnO₂ thin films that have the size of micrometers to nanometers for detecting CO gas. The method used in this research is a sol-gel method where all precursors such as tin dichloride, distilled water, ethanol, and ammonium fluoride 5%-10% (w/w) are mixed together to form a colloidal system. The colloidal systems with the addition of palladium are precipitated on a glass substrate. The substrate is heated at the temperature of 70°C and 100°C. Then the resistance value is determined using the avometer. The SnO₂ thin films are characterized by SEM and XRD. The result of this research is that SnO₂ thin films show the best sensitivity in colloidal systems with the addition of ammonium fluoride 10% (w/w). The result of the characterization of SEM and XRD concludes that SnO₂ thin films can be obtained by a sol-gel method with a nanometer-scale size and it can respond to the CO gas.

Keywords: carbon monoxide, metal oxides, sol-gel method, thin films

PENDAHULUAN

Karbon monoksida (CO) adalah gas beracun yang tidak berwarna, tidak berbau dan tidak berasa, banyak dihasilkan dari emisi gas kendaraan bermotor. Dampak dari CO bervariasi tergantung dari kadar CO yang terhirup, CO dapat menghalangi darah dalam mengangkut oksigen (O₂) sehingga darah kekurangan O₂ dan jantung bekerja lebih berat. Bila seseorang menghirup CO dalam kadar yang banyak dapat menyebabkan pingsan bahkan kematian. Oleh karena itu CO merupakan salah satu gas yang harus diperhatikan keberadaannya karena efek yang demikian berbahaya bagi kesehatan dan keselamatan manusia. Untuk mendeteksi keberadaan CO maka diperlukan sensor gas.

Semikonduktor oksida logam merupakan material yang kini banyak diteliti untuk digunakan sebagai sensor gas. Hal ini disebabkan ketersediaan yang melimpah, harga yang relatif murah dan respon yang cukup baik terhadap gas pereduksi (Morrison, 1994). Semikonduktor oksida logam yang digunakan pada penelitian ini adalah timah

(II) oksida (SnO₂) yang merupakan film tipis yang dapat digunakan sebagai perangkat sistem detektor gas karena memiliki beberapa keuntungan, di antaranya memiliki respon sensitivitas yang tinggi, tingkat pemulihan gas yang cepat dan aplikasi sensor gas yang luas (Haridas *et al.*, 2009).

Berbagai macam metode telah digunakan untuk membuat film tipis SnO₂. Beberapa diantaranya yaitu metode *spray pyrolysis*, *chemical vapour deposition*, *sputtering*, hidrotermal, dan metode sol-gel (Patil *et al.*, 2009). Metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan, di antaranya memiliki tingkat homogenitas yang baik, suhu sistem yang rendah, kemurnian kristal yang tinggi, dan penggunaan energi yang rendah. Ditinjau dari segi proses pembuatannya, metode sol-gel memiliki beberapa keunggulan, di antaranya fase pemisahannya cepat, pembentukan kristal yang cepat, dan produk yang dihasilkan mudah ditentukan sifat-sifatnya (Widodo, 2010).

Dalam penelitian ini, telah dibuat film tipis SnO₂ dengan metode sol-gel. Sedangkan untuk meningkatkan sensitivitasnya digunakan dopan ammonium flourida dengan aktivator logam berupa paladium.

METODE

Bahan dan alat

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah ammonia p.a, amonium flourida p.a, asam klorida 37%, asam nitrat 65%, etanol p.a, paladium asbestos, timah (II) klorida p.a. Sedangkan alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, avometer, difraktometer sinar-X (XRD), mikroskop pemindai elektron (SEM), pemanas listrik, pengaduk magnet, sonikator, dan tanur.

Pembuatan film tipis timah (II) oksida

Sebanyak 0,5641 g timah (II) klorida dihidrat dilarutkan dalam 10mL akuades dan dihomogenkan selama 4 jam, kemudian ditambahkan 3mL etanol dan dihomogenkan kembali selama 15 jam hingga terbentuk sol SnO₂. Sol SnO₂ dipanaskan pada suhu 40°C selama 30 menit sambil tetap dihomogenkan di atas pengaduk magnet. Setelah itu ditambahkan prekursor dopan amonium flourida (sebagai % berat untuk timah (II) klorida) dengan variasi 5%, 6%, 7%, 8%, 9% dan 10% (b/b) dan dihomogenkan selama 30 menit hingga didapat gel SnO₂. Setelah itu, dihomogenkan kembali dengan alat sonikator dengan frekuensi 30 Hz selama 30 menit. Kemudian ditambahkan 0,001 g paladium oksida (PdO). Gel SnO₂ yang dihasilkan diendapkan pada substrat kaca dan dipanaskan pada suhu 70°C dan 100°C masing-masing selama 1 jam. Film tipis yang dihasilkan diukur nilai resistansinya.

Pembuatan paladium oksida

Sebanyak 0,25 g paladium asbestos ditambahkan ke dalam aqua regia (asam klorida : asam nitrat 3:1) dengan pipet tetes sambil dipanaskan sampai larutan berwarna kuning dan paladium asbestos larut. Kemudian ditambahkan akuades sebanyak 250 ml dan amonia dipipet sampai larutan berwarna putih. Larutan didiamkan selama 24 jam, lalu didekantasi dan dicuci dengan akuades sebanyak 3 kali. Kemudian disaring

dengan *membrane filter* lalu dipanaskan. Serbuk putih PdO yang didapatkan kemudian ditimbang.

Karakterisasi film tipis timah (II) oksida

Karakterisasi film tipis timah (II) oksida dilakukan dengan menggunakan XRD dan SEM.

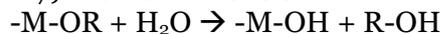
HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini, digunakan prekursor timah (II) klorida (SnCl₂) yang memiliki sifat tidak mudah larut dalam air, apabila dilarutkan dalam air menghasilkan sistem suspensi, dimana butir-butir SnCl₂ mengendap sehingga harus dilakukan proses pengadukan yang terus menerus dengan menggunakan pengaduk magnet. Penambahan etanol (C₂H₅OH) bertujuan agar mempermudah proses pelarutan dan menghasilkan senyawa logam alkoksida.

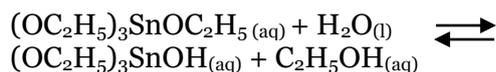
Tahapan metode sol-gel meliputi reaksi hidrolisis, reaksi kondensasi, dan pengeringan atau kalsinasi.

Hidrolisis

Hidrolisis merupakan reaksi penguraian garam oleh air atau reaksi ion-ion garam dengan air. Pada penguraian garam ini, dapat terjadi beberapa kemungkinan, yaitu: ion garam bereaksi dengan air menghasilkan ion H⁺ sehingga menyebabkan [H⁺] dalam air bertambah dan akibatnya [H⁺] lebih besar dari [OH⁻] maka larutan bersifat asam; ion garam tersebut tidak bereaksi dengan air, sehingga [H⁺] dalam air akan tetap sama dengan [OH⁻], maka air akan tetap netral (pH = 7). Reaksi hidrolisis:



Pada tahap pertama prekursor SnCl₂ dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi netral selama 4 jam, kemudian homogenisasi selama 15 jam menghasilkan sol koloid. Pada reaksi hidrolisis terjadi penempelan ion hidroksil pada atom logam dengan pemutusan pada salah satu ikatan logam alkoksida atau garam anorganik. Proses ini berlangsung lama karena SnCl₂ berbeda kepolaran dengan air sehingga membutuhkan waktu yang lama untuk menghasilkan fase sol. Lama pengadukan dan suhu sangat mempengaruhi kestabilan koloid. Reaksi hidrolisis berlangsung melalui persamaan reaksi:



Peningkatan rasio air atau prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat.

Kondensasi

Pada tahap ini terjadi proses transisi sol menjadigel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan -M-O-M.

Dalam penelitian ini, reaksi kondensasi berlangsung dengan bantuan pemanasan pada suhu 40°C selama 30 menit yang kemudian dihomogenisasi dengan alat sonikator. Molekul yang telah terhidrolisis dapat bergabung membentuk hasil reaksi kondensasi, dimana dua logam digabungkan melalui rantai oksigen. Polimer-polimer besar terbentuk saat reaksi hidrolisis dan kondensasi berlanjut, yang akhirnya menghubungkan polimer-polimer tersebut ke dalam bentuk gel.

Logam oksida yang diharapkan dalam penelitian ini adalah SnO₂ dapat terbentuk melalui *drying* atau *firing* yaitu tahap lanjutan dalam metode sol-gel. Pemberian dopan dapat menyebabkan munculnya tingkat energi baru dalam energi *gap* sehingga dapat mempengaruhi sifat-sifat listrik seperti nilai konduktivitas dan resistansi dari bahan semikonduktor tersebut.

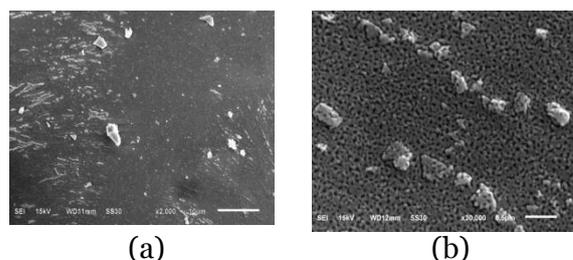
Paladium merupakan aktivator yang digunakan untuk meningkatkan sensitivitas dari sensor. Penambahan paladium dapat menghasilkan berbagai jenis ionik oksigen pada permukaan film tipis dalam proses adsorpsi dan desorpsi saat film tipis diberikan respon gas sehingga sifat sensitivitas sensor akan meningkat.

Paladium yang ditambahkan ke dalam SnO₂ harus diubah sifatnya menjadi nanopartikel paladium oksida (PdO) yang dibuat dari paladium asbestos dilarutkan dengan aqua regia (asam klorida : asam nitrat dengan perbandingan 3:1) untuk menghasilkan paladium klorida (PdCl), kemudian ion klorida harus dihilangkan terlebih dahulu dengan menambahkan amonia dilanjutkan dengan proses dekantasi, pencucian dan penyaringan lalu didapat serbuk PdO.

Sifat Film Tipis Timah (II) Oksida

Y.B.Yuliyati dkk.

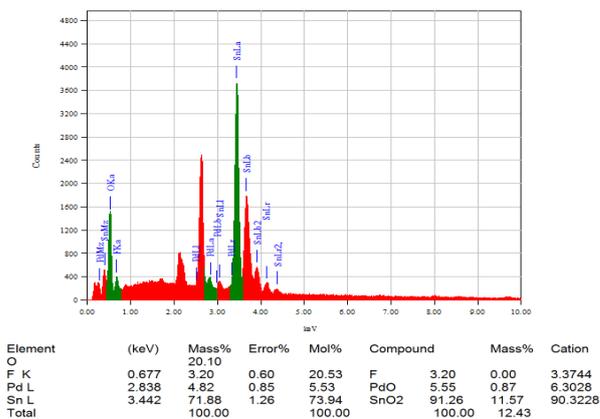
Morfologi permukaan dari film tipis timah (II) oksida (SnO₂) dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil karakterisasi SEM pada Gambar 1(a) memperlihatkan struktur morfologi SnO₂ dengan penambahan dopan amonium flourida 9%, pembesaran 2.000x dan hasil SEM pada perbesaran 30.000x yang ditunjukkan pada Gambar 1(b) terlihat banyaknya pori.



Gambar 1. (a) Morfologi permukaan pembesaran 2.000x, (b) ukuran kristal pembesaran 30.000x.

Gambar 1 menunjukkan bahwa ukuran kristal film tipis SnO₂ bervariasi antara 84nm -149nm. Berdasarkan skala bar yang dihasilkan, dapat diprediksi ukuran pori rata-rata adalah 84 nm. Untuk sensor gas, semakin banyak pori akan semakin meningkatkan sensitivitas sensor. Pori-pori tersebut akan menangkap oksigen sehingga oksigen terjebak didalam pori-pori yang dapat menyebabkan konduktivitas semakin besar dan nilai resistensi semakin menurun.

Komposisi dari material yang terbentuk dilakukan pengujian dengan *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) (Gambar 2).

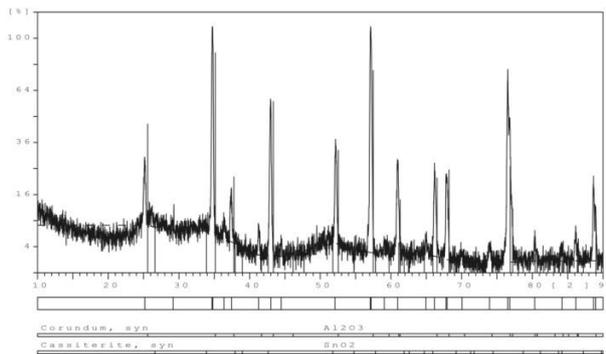


Gambar 2. Komposisi dari material SnO₂ dengan EDS.

Hasil EDS menunjukkan bahwa material yang digunakan mengandung SnO₂ dan PdO.

Ini berarti dengan metode sol-gel didapatkan kristal SnO₂ dengan elemen-elemen penyusunnya yaitu oksigen dengan persen massa 20,10%, flour dengan persen massa 3,20%, paladium dengan persen masa 4,82%, stanum dengan persen massa 71,88%. Puncak stanum dapat diketahui pada energi sebesar 3,442. Komposisi ini mendekati perbandingan massa reaktan yang pada proses sintesisnya.

Karakterisasi struktur film tipis SnO₂ dilakukan dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) (Gambar 3).



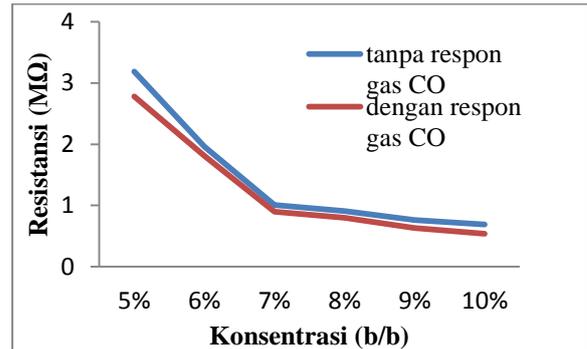
Gambar 3. Pola difraksi sinar-x film tipis SnO₂ dengan penambahan dopan NH₄F 9%.

Gambar 3 memperlihatkan bahwa sampel uji mengandung adanya Kristal SnO₂ berdasarkan posisi 2 θ yang puncak sampel yang mirip dengan 2 θ standar SnO₂. Puncak-puncak khas SnO₂ diantaranya pada 2 θ 26,1, 34,9, 43,0, 52,2, 61,0, dan 77,1. Puncak-puncak yang agak melebar sesuai dengan hasil morfologinya berdasarkan pengukuran SEM dihasilkan partikel dan membentuk pori dalam skala nanometer.

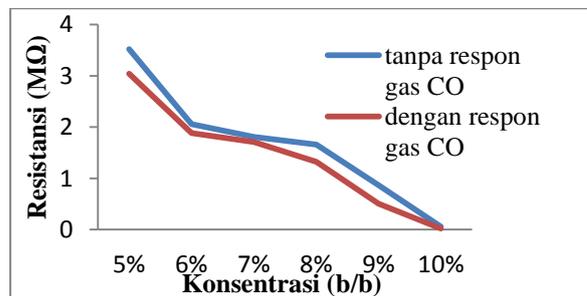
Pengukuran nilai resistansi dilakukan terhadap koloid gel yang telah ditambahkan NH₄F 5%, 6%, 7%, 8%, 9% dan 10% kemudian diukur pada saat tidak direspon dan direspon dengan gas CO. Perlakuan dilakukan pada suhu pemanasan 70°C dan 100°C yang ditunjukkan pada Gambar 4 dan Gambar 5.

Sifat sensor gas suatu oksida semi-konduktor dapat terjadi pada interaksi permukaan dan interaksi fasa ruahnya. Besarnya perbandingan permukaan terhadap volume struktur-nano film tipis SnO₂ sangat dipengaruhi oleh interaksi NH₄F-SnO₂ di permukaan. Semakin besar kandungan dopan NH₄F semakin kecil nilai resistensinya. Penurunan resistensi juga terjadi pada proses

pengujian pada 100 °C. Namun terlihat sedikit perbedaan pola penurunan resistensinya pada suhu 70°C penurunan resistensi melambat mulai penambahan NH₄F 7%, sedangkan pada suhu 100 °C pada penambahan NH₄F 6-8 % terlihat lambat dan penurunan resistansi tajam kembali terjadi pada 8% penambahan NH₄F. Sangat dimungkinkan perbedaan pola penurunan resistensi dikarenakan perbedaan kuatnya interaksi NH₄F-SnO₂ berbeda seiring dengan perbedaan suhu.



Gambar 4. Nilai resistansi film tipis SnO₂ dengan penambahan NH₄F dengan suhu pemanasan 70 °C.



Gambar 5. Nilai resistansi film tipis SnO₂ dengan penambahan NH₄F dengan suhu pemanasan 100 °C.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian, diperoleh kesimpulan: (1) film tipis SnO₂ yang dihasilkan memiliki ukuran sekitar 84 nm sampai 149nm dengan hasil terbaik pada penambahan dopan amonium flourida 10% (b/b) baik pada suhu pemanasan 70°C dan 100 °C; dan (2) film tipis SnO₂ yang dihasilkan dapat digunakan sebagai media sensor gas karbon monoksida (CO) yang dibuktikan dari penurunan nilai resistansi bila direspon dengan gas CO. Sensitivitas terbaik yaitu pada

film tipis SnO₂ penambahan dopan amonium flourida 10% (b/b) baik pada suhu pemanasan 70 °C dan 100 °C.

Ucapan Terima Kasih

Ungkapan rasa terima kasih kepada Prof. Dr. Wesly Hutabarat, M.Sc. yang telah menelaah draft makalah penelitian (manuscript) yang dibuat secara ringkas.

DAFTAR PUSTAKA

Haridas, D., V.Gupta., & K.Sreenivas. (2009). Enhanced Catalytic Activity Of Nanoscale Platinum Islands Loaded Onto SnO₂ Thin Film For Sensitive LPG Gas Sensors. *Bull. Mater.Sci. Indian Academy of Sciences*, Vol. 31.

Morrison, S.R. (1994). *Chemical Sensors: Semiconductor Sensors*. SM Sze (Editor). John Wiley & Sons, Inc. New York.

Patil, G.E., D.D. Kajale., D.N. Chavan., N.K. Pawar., P.T. Ahire., S.D. Shinde., V.B. Gaikwad., & G.H. Jain. (2009). *Synthesis, Characterization and Gas Sensing Performance of SnO₂ Thin Films Prepared by Spray Pyrolysis*. Commerce and Science College. India.

Widodo, S. (2010). *Teknologi Sol Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas*. Prosiding seminar rekayasa kimia dan proses 2010. ISSN: 1411-4216.