



ITS
Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

PENGARUH VARIASI pH DAN TEMPERATUR SINTERING TERHADAP NILAI SENSITIVITAS MATERIAL TiO_2 SEBAGAI SENSOR GAS CO

**Disusun Oleh:
Ika Silviana Widianti
2711 100 065**

**Dosen Pembimbing:
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si**

Metal oksida (MO_x)

- Peringatan *explosive gas*
- Pengembangan sebagai pendeteksi gas polutan
- Respon cepat

Titanium dioksida (TiO_2)

- Sifatnya
- Sebagai pendeteksi gas CO dan H_2

Metode pembuatan sensor MO_x

- Metode sol-gel

Sifat pendeteksi gas dari sensor (TiO_2)

- Pengontrolan struktur mikro
- Pengontrolan ukuran kristal dengan variasi pH
- Penyebab terjadinya semikonduktor (TiO_2) menjadi material konduktor

- 1 Bagaimana pengaruh variasi pH terhadap fase dan struktur mikro material keramik TiO_2
- 2 Bagaimana pengaruh temperatur sintering terhadap fase dan struktur mikro material keramik TiO_2
- 3 Bagaimana pengaruh variasi pH dan temperatur sintering terhadap nilai sensitivitas material keramik TiO_2 sebagai sensor gas CO

1

Menganalisa perubahan fase dan struktur mikro akibat variasi pH dan temperatur sintering pada material keramik TiO_2 yang dibuat dengan metode sol gel

2

Menganalisa hasil pengukuran sensitivitas material keramik TiO_2 yang diaplikasikan sebagai sensor gas CO

Fluktuasi temperatur pada saat proses stirring, diabaikan

Adanya pengotor, diabaikan.

Temperatur, tekanan, dan kelembapan, dianggap konstan

Fluktuasi tekanan kompaksi diabaikan

- 1 Mendapat pengembangan produk material keramik TiO_2 sebagai sensor gas
- 2 Mengetahui pengaruh variasi pH dan temperatur sintering terhadap nilai sensitivitas material keramik TiO_2 sebagai sensor gas CO, yang dibuat dengan metode sol gel

Ukuran

- < 100 nm

Sifat

- Lebih baik/berbeda dari material *bulk*

Contoh

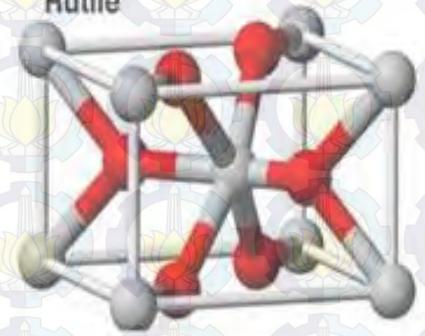
- Nanopartikel nikel oksida

TINJAUAN PUSTAKA

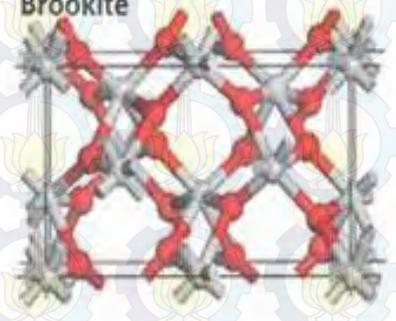
Titanium dioksida (TiO₂)

● O
● Ti

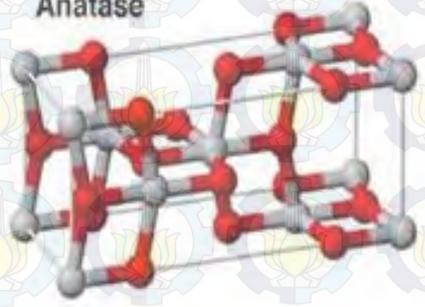
Rutile



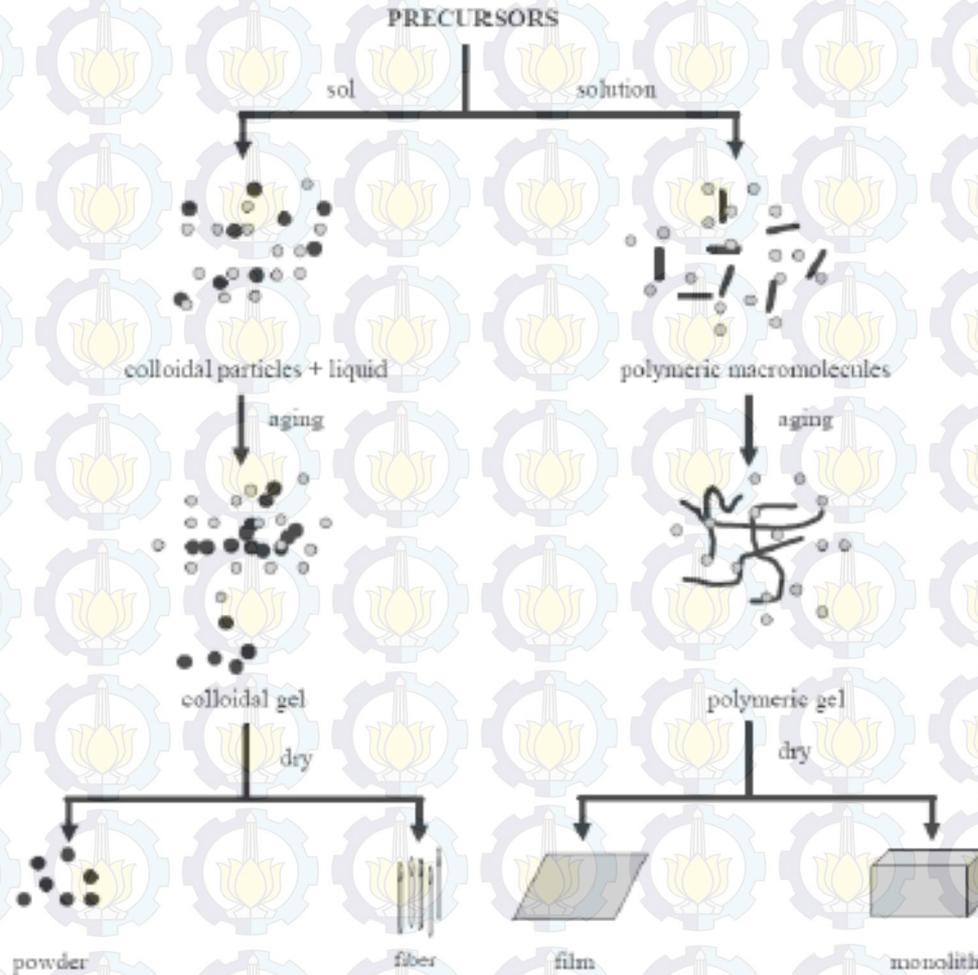
Brookite



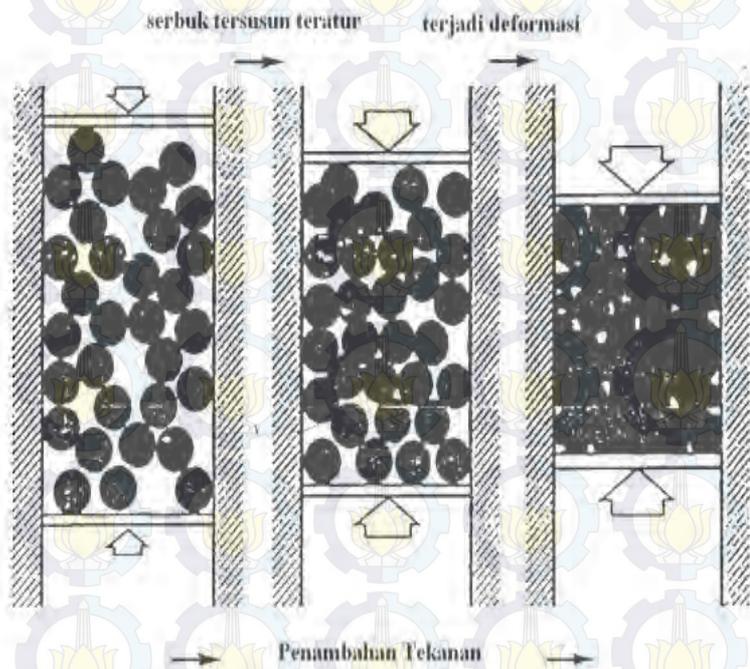
Anatase



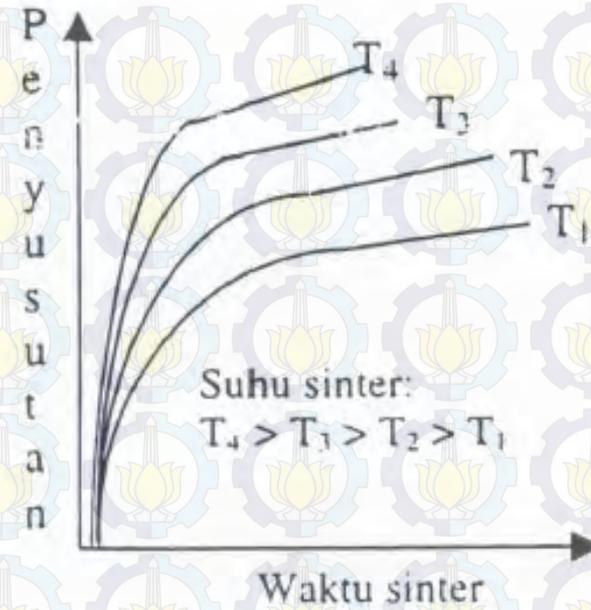
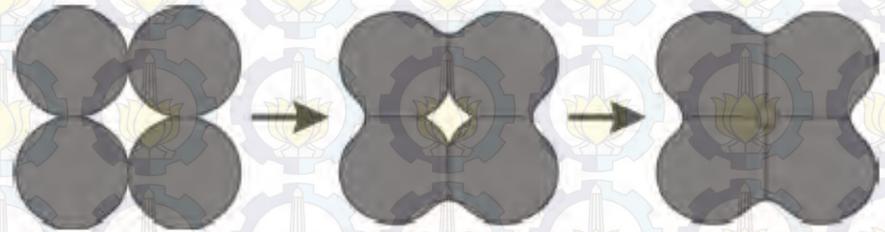
Institut Teknologi Sepuluh Nopember



Kompaksi



Sintering



Jumlah molekul teradsorpsi
= Karakteristik listrik material

Jenis serapan pada semikonduktor metal oksida:

1. **Serapan fisika** : karena gaya Van der Waals
2. **Serapan kimia** : pembentukan ikatan kimia antara molekul gas teradsorpsi dengan permukaan semikonduktor metal oksida

Mekanisme secara umum (kondisi udara normal):
Terbentuk lapisan pada permukaan semikonduktor, karena terserapnya oksigen

Penyerapan fisika → penyerapan kimia, menangkap elektron dari daerah dekat dengan permukaan semikonduktor



Nanomaterial

Penulis

Penelitian

Hong-Ming Lin, dkk.,
1997

Sensor gas dari *nanocrystal* (NC) TiO_2 dan NC Pt/ TiO_2 menggunakan metode kondensasi

Andreia Molea, dkk.,
2013

Pembentukan NC TiO_2 berukuran 20-50 nm dengan cara memvariasikan pH menjadi 3; 8.5; 10.5

Method

Penulis	Penelitian
Mohammadi, dkk., 2007	Menggunakan metode sol-gel namun pada penelitian ini ditambahkan <i>polymer fugitive agents</i> (PFA)
Martha Radecka, dkk., 2010	Sintesis material TiO ₂ menggunakan metode <i>flame spray synthesis</i> (FSS) dan dopant logam Cr untuk membentuk nanosensor TiO ₂
Ana M. Ruiz, dkk., 2004	Modifikasi struktural dari material TiO ₂ yang dibuat dengan metode hidrotermal

Method

Penulis

Penelitian

Timuda, dkk., 2010

TiO₂ nanokristalin diaplikasikan sebagai *dye sensitized solar cell* (DSSC) dengan metode sonokimia

Wei-Cheng Tian, dkk.,
2013

TiO₂ Diaplikasikan untuk sensor gas, namun berbentuk *wire*.
Proses pembuatannya menggunakan metode *electron beam lithiography*

Improvement

Penulis	Penelitian
Della, 2014	Sintesis TiO_2 menggunakan metode sol-gel, dengan memvariasikan kecepatan <i>stiring</i> dan temperatur sintering
T. Nenov & Z. Nenova, 2012	Diaplikasikan untuk keramik sensor kelembapan berbasis pada titanium dioksida (TiO_2) dengan dopan berupa PbO , Bi_2O_3 , $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
Choi, dkk., 2007	$\text{TiO}_2 + \text{HF}$ ditambah dengan NH_4OH dan mencapai pH 10-11. Kemudian larutan cair $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ditambahkan sebagai dopan.
Khaled Z. Yahya, 2010	Material keramik TiO_2 yang didoping dengan (Pt, Pd, Ag, dan Ni)

Gas Sensing

Penulis

Penelitian

G.C. Mather, dkk.,
1999

TiO₂ diaplikasikan sebagai sensor gas H₂ dengan *screen printing* untuk membentuk *thick film*



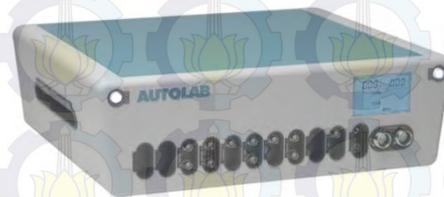
METODE PENELITIAN

ALAT & BAHAN

Bahan

1. TiO_2 serbuk, Merck
2. H_2SO_4 , SAP-Chemical
3. Akuades

Alat



METODE PENELITIAN

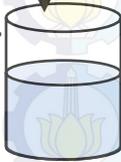
PROSEDUR PENELITIAN

H₂SO₄ diencerkan dengan akuades

- (i) 2,7 mL H₂SO₄ 18,4 M
- (ii) 10 mL H₂SO₄ 0,05 M
- (iii) 10 mL H₂SO₄ 0,0005 M



H₂SO₄ 24 ml



TiO₂ 4 gram



Di stirring 2,5 jam, 200 C, 700 rpm



Endapan dicuci dengan akuades



Sintering, 700, 800, & 900 C



Pengujian Karakterisasi (SEM, XRD, BET) & Pengukuran sensitivitas

KOMPAKSI

Kompaksi 20 MPa



Pellet, Ø=14 mm, t=2-3 mm



Pengujian Karakterisasi (SEM, XRD,)



Drying, 350 C 2 jam

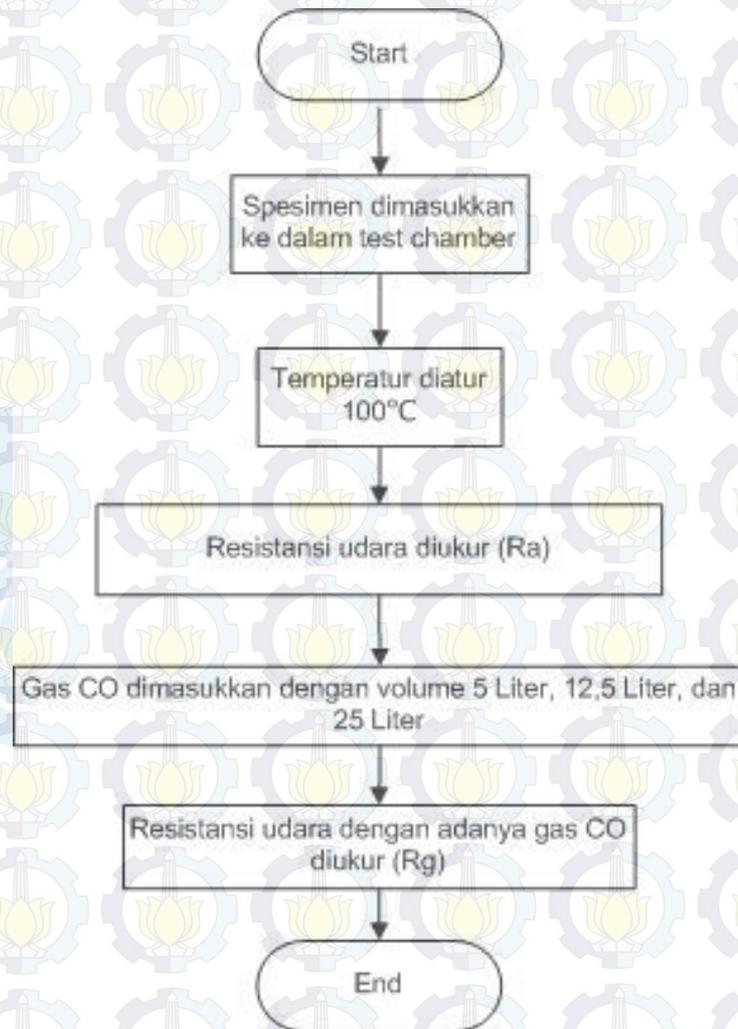


Analisa data



Kesimpulan

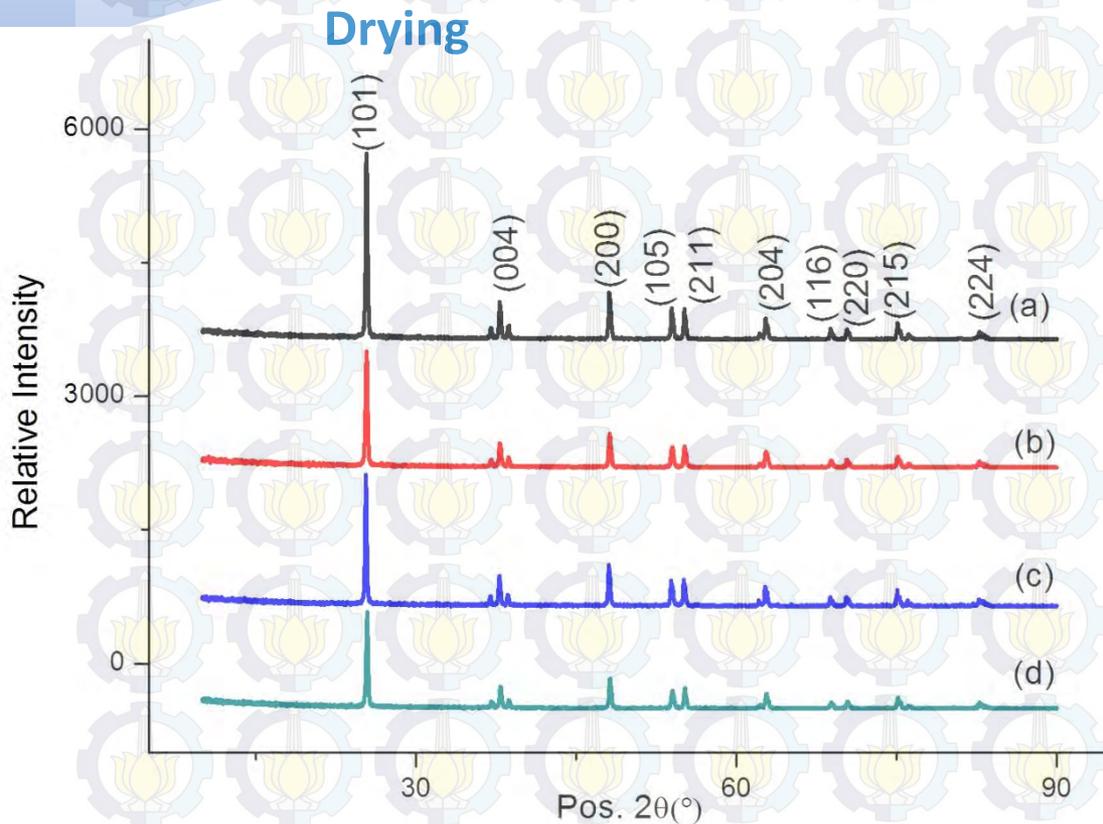




METODE PENELITIAN

RANCANGAN PENELITIAN

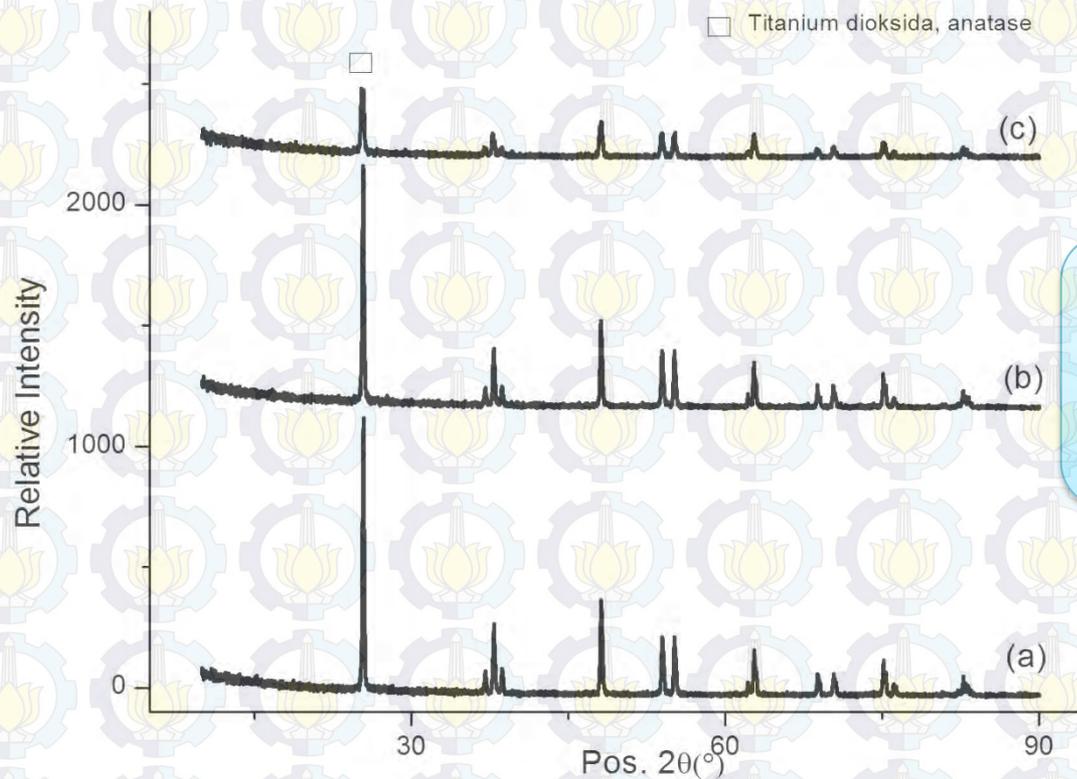
Spesi- men	pH	Tempe- ratur Sinteri- ng (°C)	Pengujian					
			SEM	XRD	BET	Sensitivitas (T= 100 °C) Gas CO		
						5L	12,5L	25L
1	1	700	v	v				
2		800	v	v				
3		900	v	v	v	v	v	v
4	3	700	v	v	v	v	v	v
5		800	v	v	v	v	v	v
6		900	v	v	v	v	v	v
7	5	700	v	v				
8		800	v	v				
9		900	v	v	v	v	v	v



- (a) TiO₂ raw material
- (b) TiO₂ pH 1
- (c) TiO₂ pH 3
- (d) TiO₂ pH 5

PDF # 00-021-1272

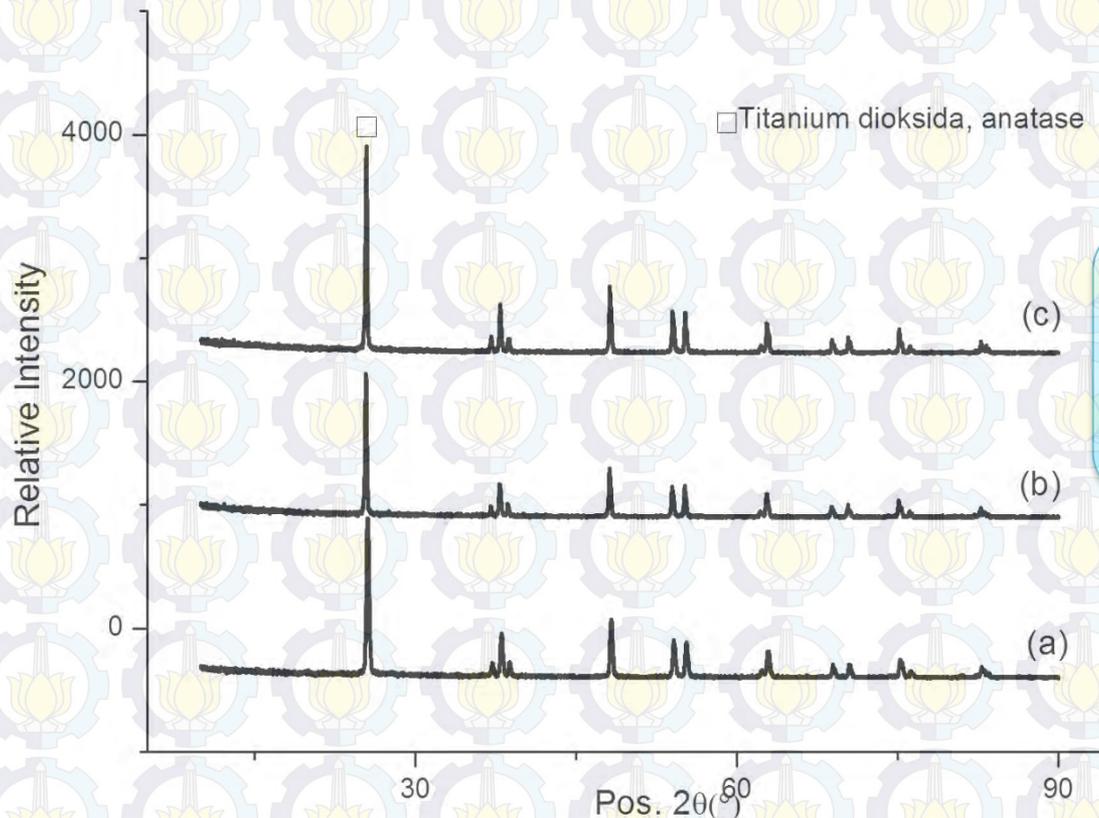
TiO₂ Variasi pH 1



PDF # 00-021-1272

Variasi	Fase	2θ	FWHM	B (rad)	D (nm)	z (10 ⁻³)
700°C	anatase	25.45	0.159	0.00099	143.5237	1.096
800°C	anatase	25.43	0.157	0.000962	147.7362	1.066
900°C	anatase	25.26	0.244	0.001896	74.9438	2.115

TiO₂ Variasi pH 3



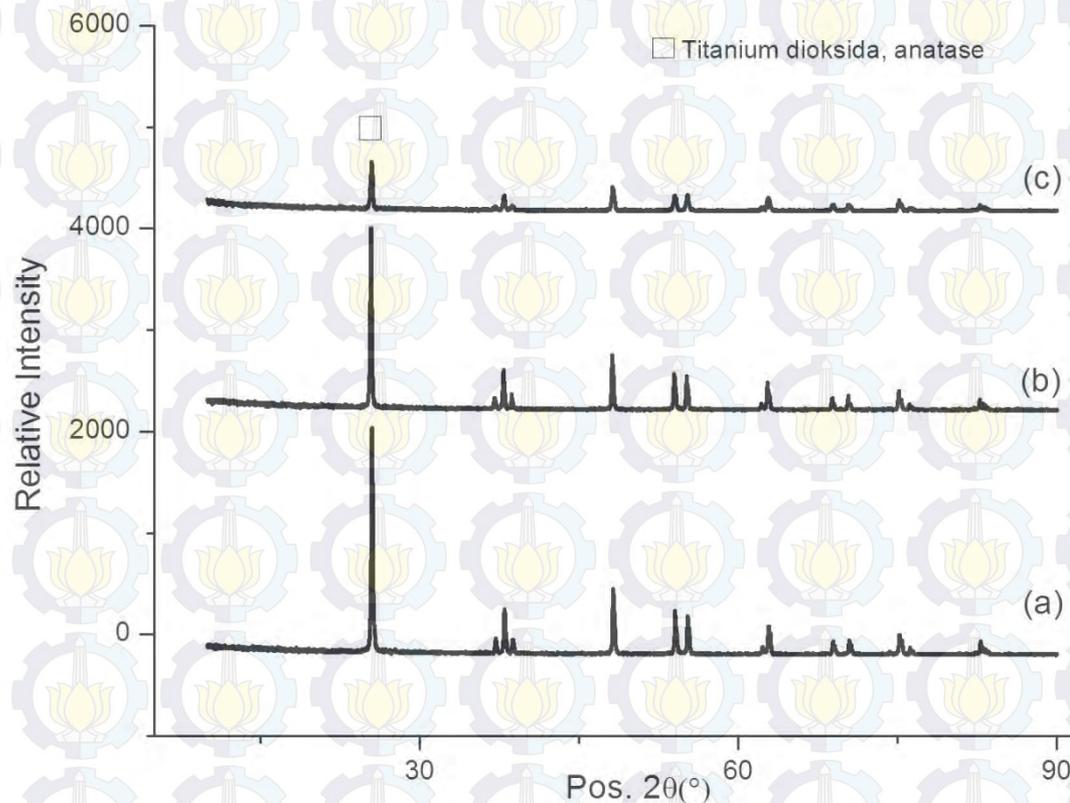
PDF # 00-021-1272

Variasi	Fase	2θ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ε (10 ⁻³)
700°C	anatase	25.48	0.259	0.002038	69.7450	2.253
800°C	anatase	25.37	0.134	0.000644	220.7320	0.715
900°C	anatase	25.29	0.167	0.001086	130.8367	1.210

ANALISA DATA & PEMBAHASAN

PENGUJIAN XRD

TiO₂ Variasi pH 5



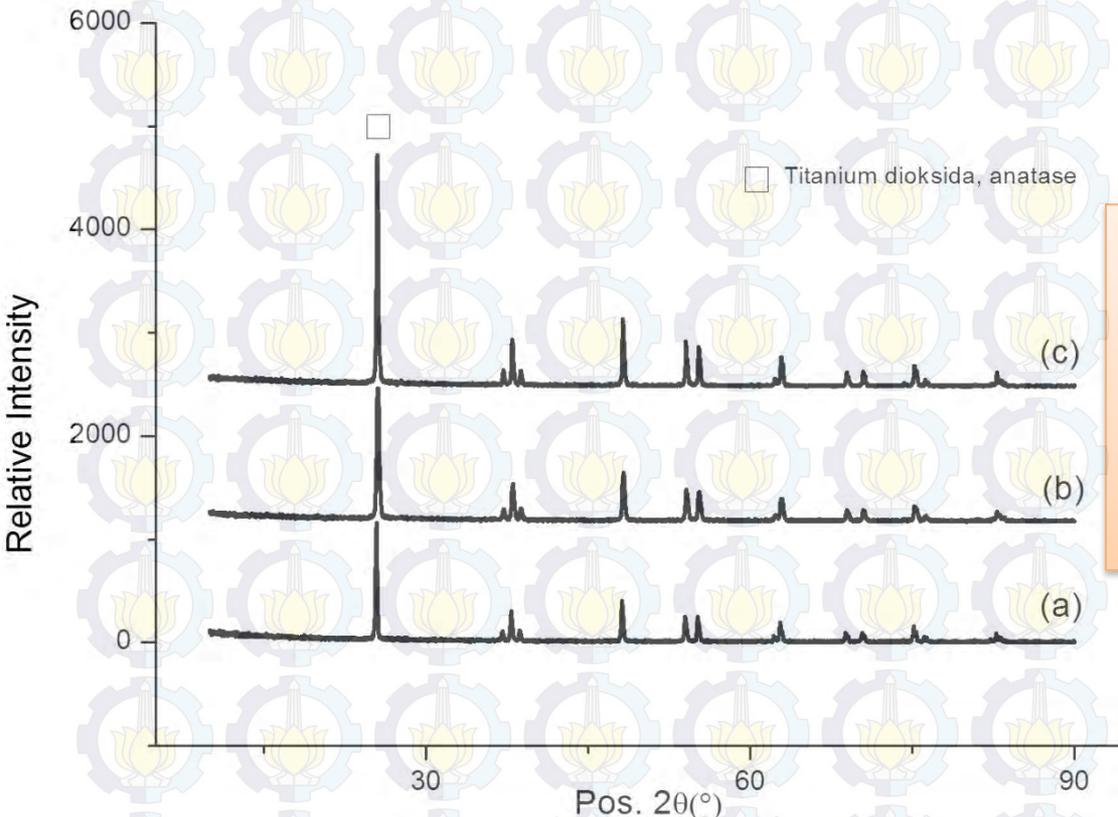
PDF # 00-021-1272

Variasi	Fase	2θ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ε (10 ⁻³)
700°C	Anatase	25.5	0.137	0.000695	204.6455	0.768
800°C	Anatase	25.42	0.143	0.000784	181.2602	0.869
900°C	Anatase	25.44	0.201	0.001454	97.7404	1.610

ANALISA DATA & PEMBAHASAN

PENGUJIAN XRD

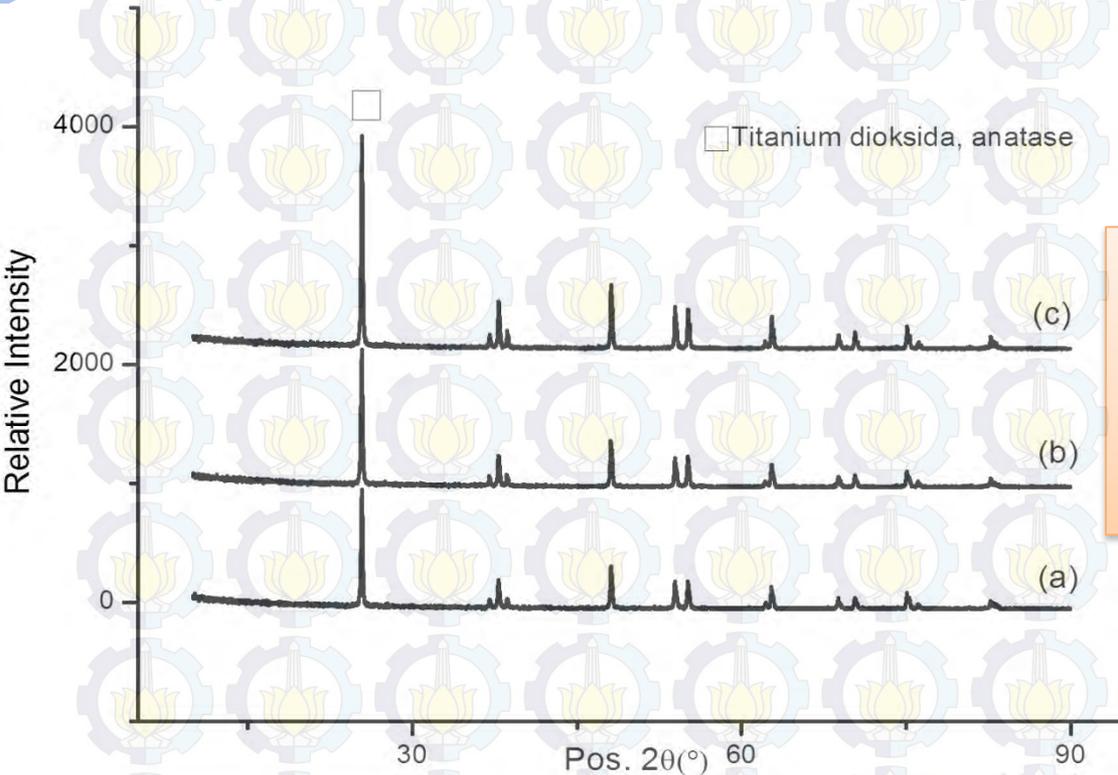
Pengaruh Variasi Temperatur Sintering 700°C



TiO₂ variasi pH 5 memiliki ukuran kristal yang besar. Nilai ukuran kristal yang besar juga dialami oleh TiO₂ variasi pH 1. Sedangkan TiO₂ variasi pH 3 memiliki ukuran kristal yang paling kecil.

Variasi	Fase	2θ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ε (10 ⁻³)
pH 1	anatase	25.45	0.159	0.00099	143.7362	1.096
pH 3	anatase	25.48	0.259	0.00204	69.7450	2.253
pH 5	anatase	25.5	0.137	0.00069	204.6455	0.768

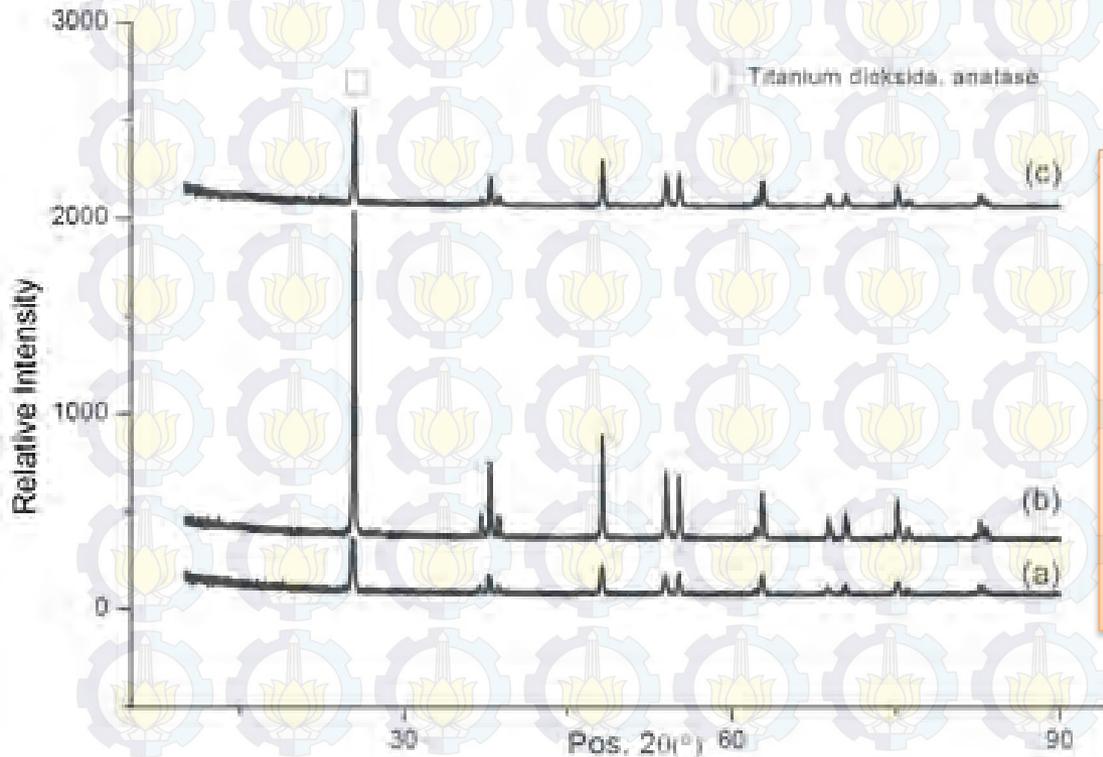
Pengaruh Variasi Temperatur Sintering 800°C



TiO₂ variasi pH 1 dan 3, mengalami penambahan ukuran kristal sedangkan variasi pH 5 mengalami penurunan ukuran kristal semakin kecil..

Variasi	Fase	2θ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ε (10 ⁻³)
pH 1	anatase	25.43	0.157	0.00096	147.7362	1.066
pH 3	anatase	25.37	0.134	0.00064	220.7320	0.715
pH 5	anatase	25.42	0.143	0.00078	181.2602	0.869

Pengaruh Variasi Temperatur Sintering 900°C



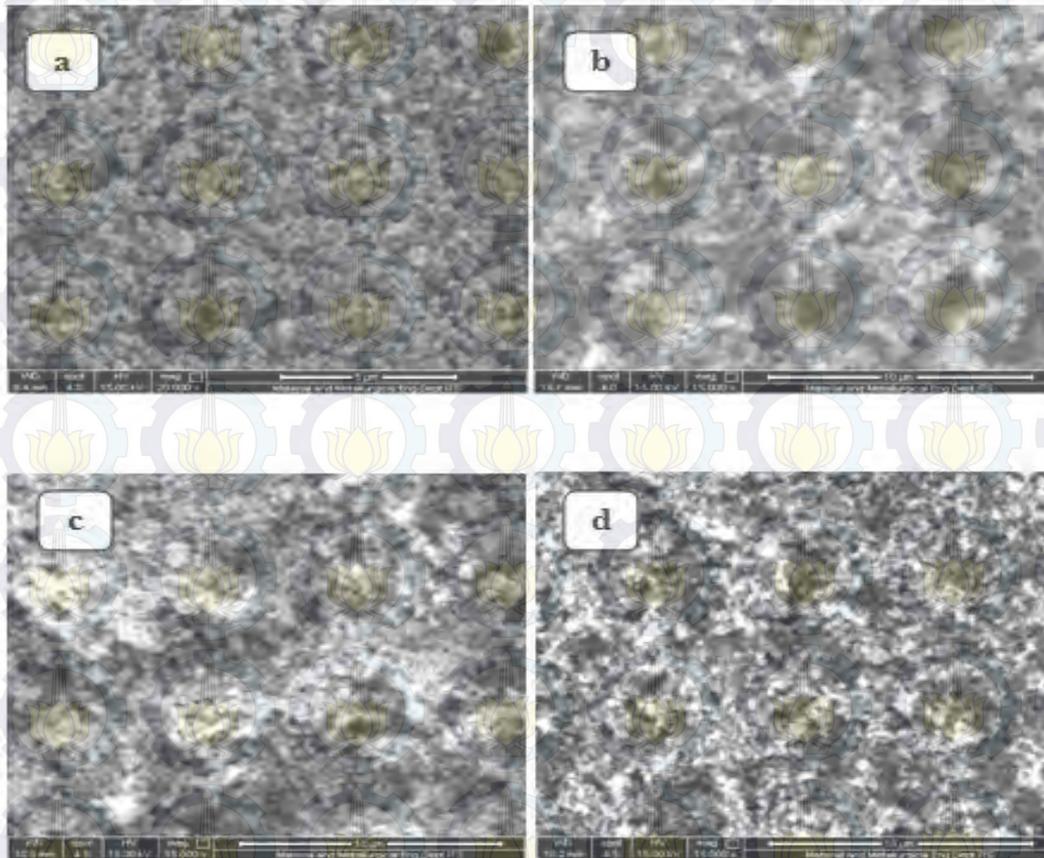
Penurunan ukuran kristal pada ketiga variasi pH tersebut. Apabila dibandingkan dengan penggunaan temperatur sintering 700°C dan 800°C, nilai ukuran kristal yang dicapai dengan menggunakan temperatur ini lebih optimal karena terbentuk kristal berukuran <140 nm.

Variasi	Fase	2θ	FWHM	B (rad)	D (nm)	ϵ (10^{-3})
pH 1	anatase	25.26	0.244	0.0019	74.9438	2.12
pH 3	anatase	25.29	0.167	0.00109	130.8367	1.21
pH 5	anatase	25.44	0.201	0.004004	97.7404	1.61

ANALISA DATA & PEMBAHASAN

PENGUJIAN SEM

Drying

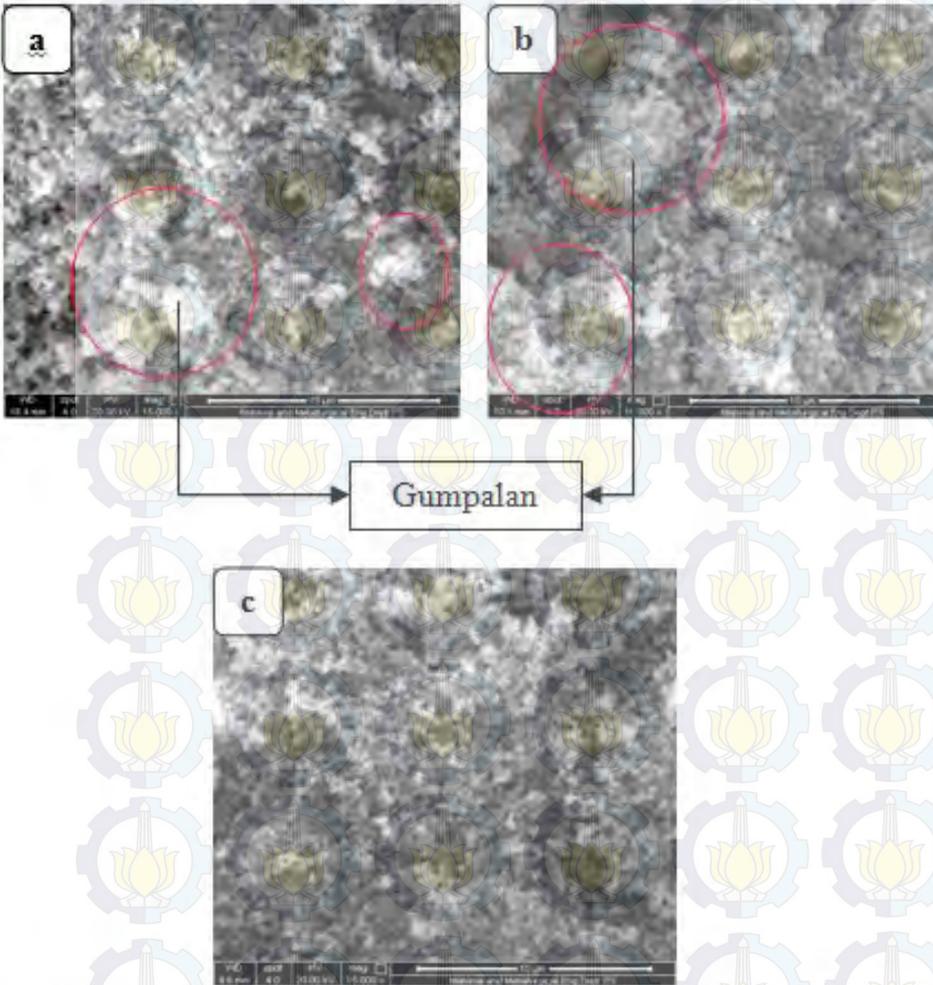


- TiO₂ *raw material* memiliki butiran-butiran halus yang berbentuk bulat (*spherical*).
- Distribusi partikel tersebar dan penggumpalan (*aglomerasi*) yang berukuran cukup besar terlihat pada variasi pH 1 (gambar 4.5(b)) dan pH 3 (gambar 4.5(c)).

Gambar 4.5 Serbuk TiO₂ (a) raw material dan setelah drying (b) pH 1, (c) pH 3, (d) pH 5 perbesaran 15000x

ANALISA DATA & PEMBAHASAN

TiO₂ Variasi pH 1



PENGUJIAN SEM

Sample	Range Ukuran Butir (nm)
(a)	151,6 – 240,3
(b)	174,8 – 256,6
(c)	129 – 256,4

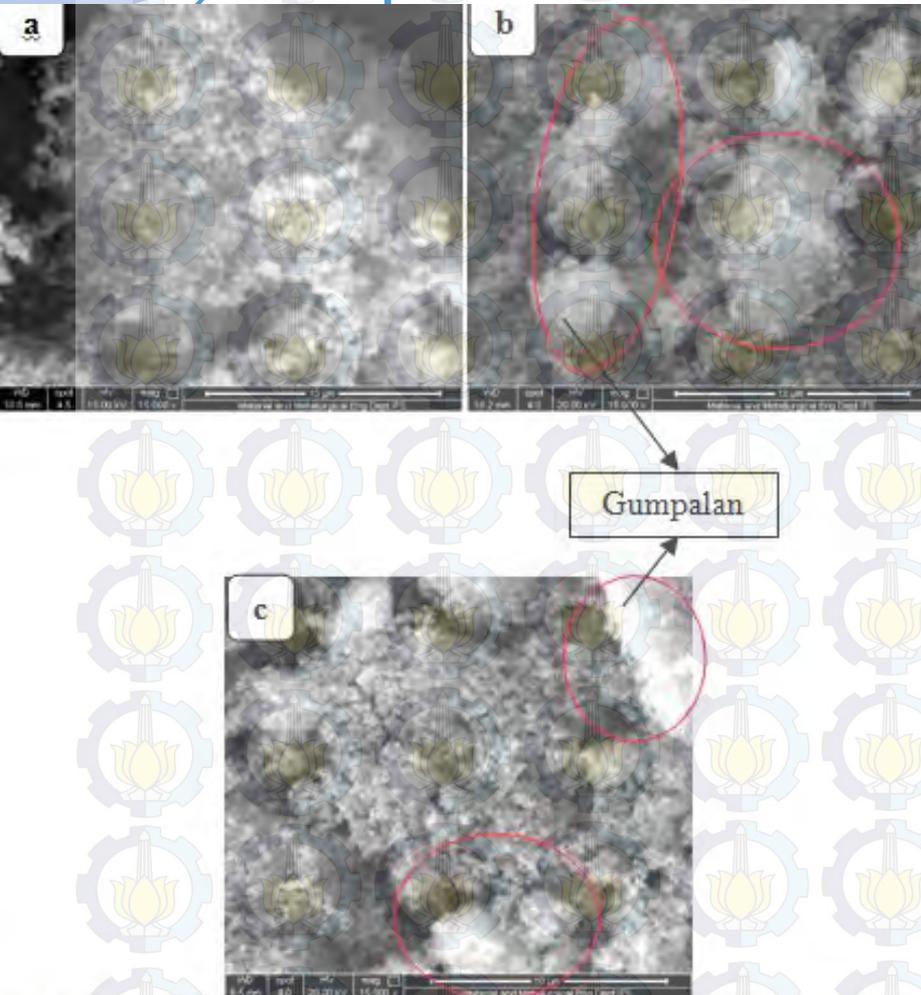
- Penggumpalan terbentuk pada TiO₂ pH 1 yang disinter dengan temperatur 700°C (4.6(a)) dan 800°C (4.6(b)), aglomerasi terbentuk namun dengan ukuran yang lebih besar dan distribusi butiran yang kurang merata seperti pada penggunaan temperatur sintering 700°C.
- Ketika digunakan temperatur 900°C (4.6(c)) butiran lebih halus dan terdistribusi secara teratur dengan sedikit kecenderungan penggumpalan.

Gambar 4.6 Hasil SEM pellet TiO₂ variasi pH 1 dengan variasi temperatur sintering (a) 700°C, (b) 800°C, dan (c) 900°C perbesaran 15000x

ANALISA DATA & PEMBAHASAN

PENGUJIAN SEM

TiO₂, Variasi pH 3



Sample	Range Ukuran Butir (nm)
(a)	91,04 – 175,2
(b)	82,42 – 256,7
(c)	67,97 – 271,9

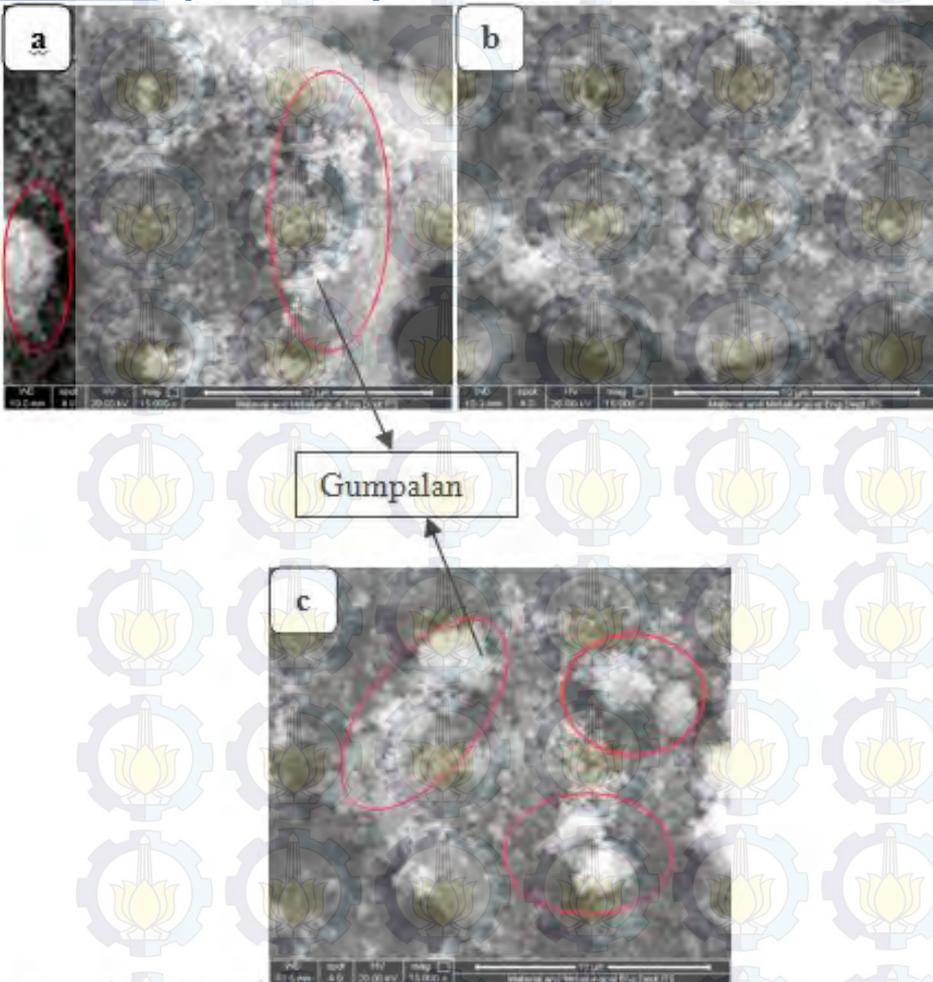
- Dengan temperatur sintering 700°C (4.7(a)) partikel memiliki ukuran yang cenderung halus.
- Aglomerasi pada hasil sintering dengan T=800°C dan T=900°C

Gambar 4.7 Hasil SEM pellet TiO₂ variasi pH 3 dengan variasi temperatur sintering (a)700°C, (b)800°C, dan (c) 900°C perbesaran 15000x

ANALISA DATA & PEMBAHASAN

PENGUJIAN SEM

TiO₂, Variasi pH 5



Sample	Range Ukuran Butir (nm)
(a)	140,8 – 283,6
(b)	162,4 – 229,6
(c)	151,6 – 410,6

- variasi temperatur *sintering* 700°C (4.8(a)) dan variasi temperatur *sintering* 900°C (4.8(c)) butiran-butiran partikel yang berkelompok membentuk aglomerasi.
- Sementara TiO₂ pH 5 dengan temperatur *sintering* 800°C (4.8(b)), aglomerasi pada spesimen terlihat seperti bola-bola (*spherical*) berukuran kecil dan tersebar secara merata.

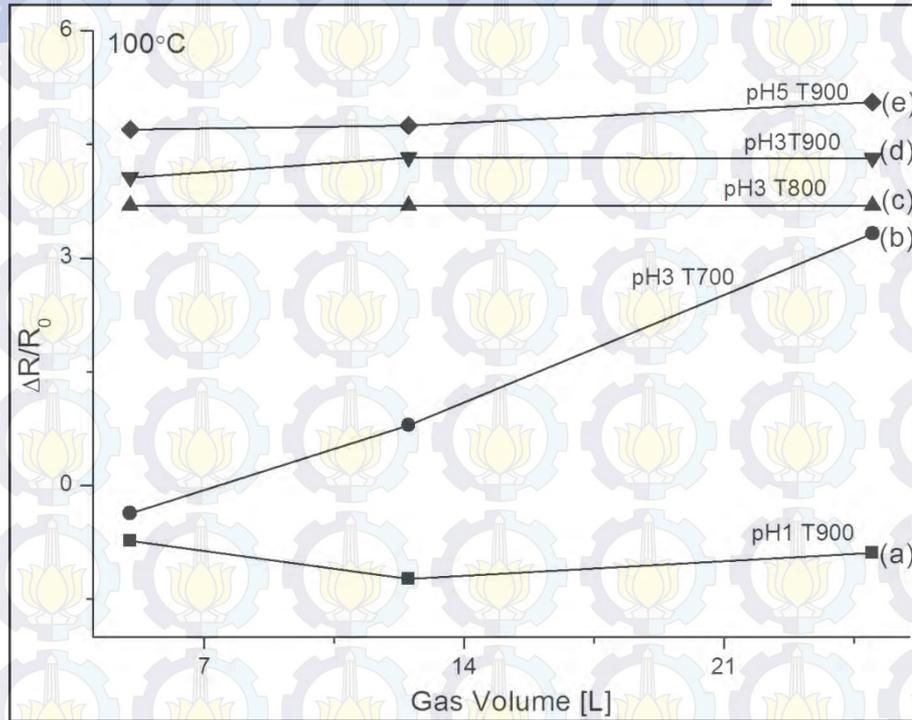
Gambar 4.8 Hasil SEM pellet TiO₂ variasi pH 5 dengan variasi temperatur *sintering* (a)700°C, (b)800°C, dan (c) 900°C perbesaran 15000x

Spesimen (pH;Tsinter)	Luas permukaan aktif SSA (m ² /g)	Ukuran pori Dv(r) nm
1;900	0,345	2,90
3;700	8,763	45,20
3;800	10,883	1,72
3;900	9,022	50,83
5;900	8,006	1,54

- Luas permukaan terbesar dihasilkan oleh spesimen TiO₂ pH 3; Tsinter 800C, TiO₂ pH 3;Tsinter 900C, dan TiO₂ pH 3;Tsinter 700C
- Ukuran pori terbesar dihasilkan oleh spesimen TiO₂ pH 3;Tsinter 900C dan TiO₂ pH 3;Tsinter 700C
- Besarnya ukuran pori mempengaruhi jumlah molekul gas yang diserap oleh permukaan.

ANALISA DATA & PEMBAHASAN

HASIL PENGUKURAN SENSITIVITAS



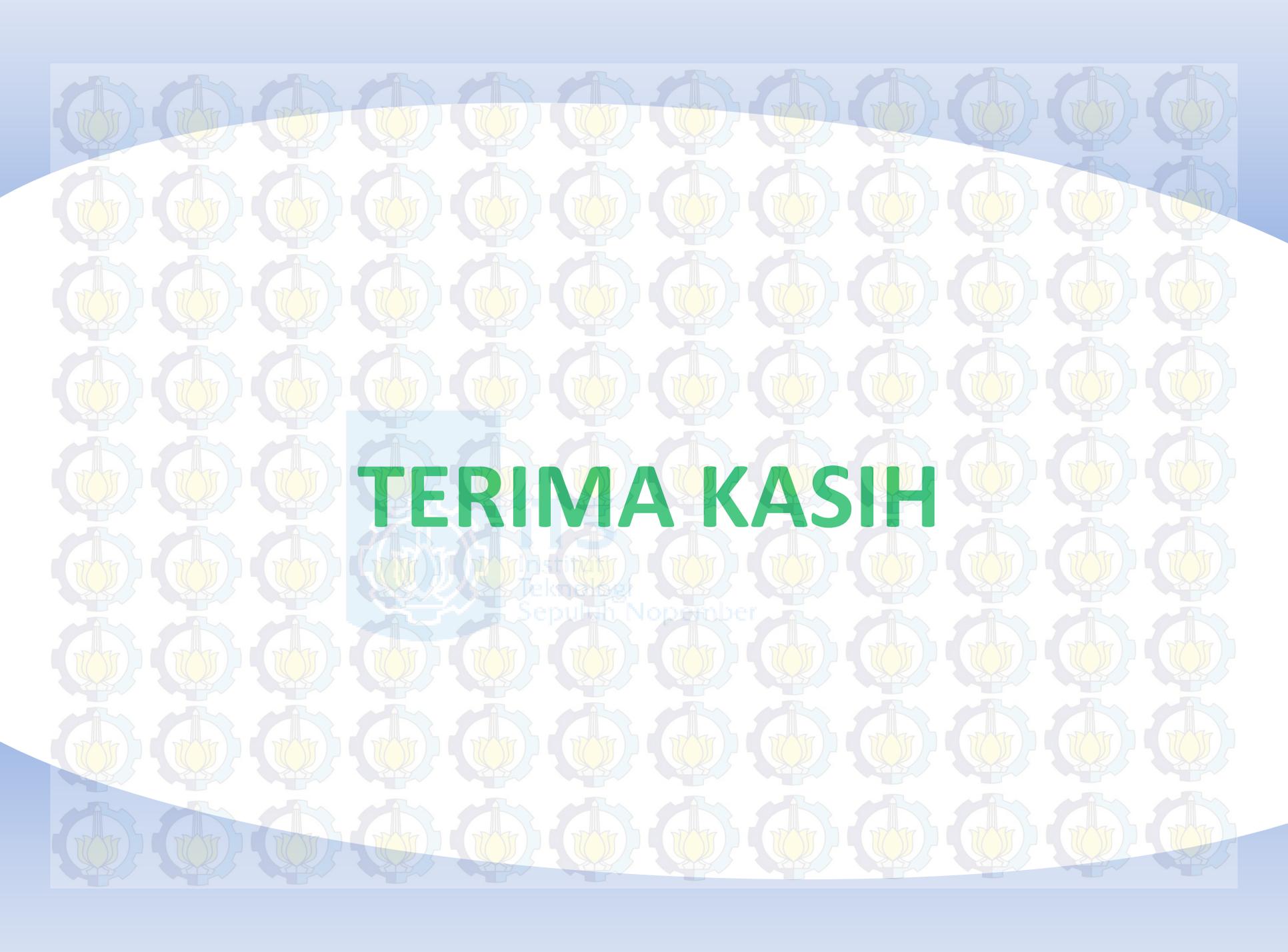
- Setelah dilakukan pengujian ini, dapat disimpulkan bahwa spesimen yang memiliki sensitivitas bagus ketika dipapar dengan gas CO adalah TiO_2 pH 3;Tsinter 900°C .
- Pada material TiO_2 pH 3;Tsinter 900°C , ketika disinter dengan temperatur yang tinggi akan menghasilkan banyak *defect* yang mana membuat material TiO_2 mengalami kehilangan kation maupun anion. Karena vakansi anion berbanding terbalik dengan tekanan parsial O_2 (PO_2) maka dengan berkurangnya PO_2 vakansi/kehilangan anion O^{2-} akan bertambah. Vakansi anion juga berbanding lurus dengan temperatur.

KESIMPULAN

KESIMPULAN

- Metode sol-gel pada material TiO_2 yang dilarutkan dengan H_2SO_4 dengan variasi pH 1, 3, dan 5 menghasilkan struktur mikro berbentuk bulat kecil (*spherical*) dan fase stabil anatase.
- Perlakuan *sintering* dengan variasi temperatur 700C, 800C, dan 900C menghasilkan fase stabil anatase.
- Metode sol-gel pada TiO_2 dengan variasi pH 3 dan temperatur *sintering* 900C memiliki respon yang baik pada aplikasinya sebagai sensor gas CO dengan pengujian sensitivitas pada temperatur 100C dan variasi volume gas CO 5L, 12,5L, dan 25L.

- Membuat TiO_2 dengan *interconnected porous* untuk memaksimalkan aplikasinya sebagai sensor gas.
- Membuat *thin film* TiO_2 sebagai aplikasi untuk pendeteksi gas selain gas CO.



TERIMA KASIH

