

Tungsten Trioxide Application As Result Sol Gel And Calcination Method As Material Sensor For Carbon Monoxide Gas By Spin Coating Method

Student's name : A. A Gede Pradnyana Diputra
NRP : 2707 100 057
Department : Material and Metallurgical department
Advisor : Diah Susanti, ST, MT, Ph.D
: Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si

Abstract

CO gas is a poisonous gas that is harmful to human health. To prevent any adverse effects of toxic gases CO required a sensor that has a high sensitivity to changes in the concentration of CO gas. Steps used in this final project is to synthesis tungsten trioxide (WO_3) from tungsten heksaklorida precursor (WCl_6) using the method of sol - gel and used as thin film and spin coating method followed calcination process. The characterization test of sample used the XRD analysis, SEM and BET. In testing the sensitivity, the sensor is inserted into a chamber to determine the change resistance which occurs when samples are in the air and also when the sample exposed to CO gas. From the test results obtained that the optimum sensitivity the sensor material of tungsten trioxide thin films obtained at calcination temperature of $500^\circ C$, with a temperature sensor at $200^\circ C$ and concentration of 200 ppm CO. This is influenced by the structur and the surface area and also size of the crystals at a temperature of $500^\circ C$ based on the results of DTA / TGA.

Key words : *Tungsten trioksida (WO_3), precursor, sol – gel, spin coating, Calcination*



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**APLIKASI TUNGSTEN TRIOKSIDA THIN FILM
SEBAGAI HASIL PROSES SOL GEL DAN KALSINASI
SEBAGAI MATERIAL SENSOR GAS KARBON
MONOKSIDA DENGAN METODE SPIN COATING**

Nama : A. A Gede Pradnyana Diputra
NRP : 2707 100 057
Jurusan : Teknik Material dan Metalurgi
Dosen Pembimbing : Diah Susanti, ST, MT, Ph.D
: Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si

Abstrak

Karbon Monoksida (CO) merupakan gas beracun yang berbahaya bagi kesehatan manusia. Untuk mencegah adanya dampak buruk dari gas beracun CO diperlukan sebuah sensor yang memiliki sensitifitas tinggi terhadap perubahan konsentrasi gas CO. Langkah yang digunakan dalam tugas akhir ini adalah dengan mensintesa tungsten trioksida (WO_3) dari precursor tungsten heksaklorida (WCl_6) menggunakan metode sol – gel dan dan dijadikan thin film dengan metode spin coating yang diikuti proses kalsinasi. Dalam pengujiannya digunakan beberapa analisa karakterisasi yakni XRD, SEM dan juga BET. Pada pengujian sensitivitas, sensor dimasukkan ke dalam sebuah chamber untuk mengetahui perubahan resistansi yang terjadi saat sampel berada di udara dan juga saat sampel terkena gas CO.

Dari hasil pengujian didapatkan bahwa sensitivitas optimum material sensor tungsten trioksida *thin film* didapatkan pada temperatur kalsinasi $500^\circ C$, dengan temperatur sensor $200^\circ C$ pada konsentrasi 200 ppm CO. Hal ini dipengaruhi oleh struktur dan luasan permukaan aktif serta ukuran kristal pada temperatur $500^\circ C$ berdasarkan hasil dari DTA/TGA.

Kata Kunci : Tungsten trioksida (WO_3), precursor, sol – gel, spin coating, Kalsinasi



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II Tinjauan Pustaka

2.1 Nanopartikel Tungsten Trioksida

Nanoteknologi merupakan istilah yang digunakan untuk menggambarkan teknologi yang berkaitan dengan materi yang sangat kecil (nano). Nanopartikel adalah bagian dari nanoteknologi yang mempelajari partikel yang berkisar antara 0,1 sampai 100 nanometer, biasanya juga disebut *ultrafine particle*. Dalam satuan SI, nanometer didefinisikan sebagai 1×10^{-9} meter. Satu nanometer akan sama dengan 6 ikatan atom carbon dan akan sama kira-kira dengan $1/40000$ meter diameter rambut manusia. Sifat-sifat nanopartikel sangat berbeda dengan bulk partikelnya. Sifat ini meliputi sifat elektrik, magnetic, mekanik maupun optiknya. Material dengan ukuran nano akan memiliki keunggulan sifat-sifat tertentu terhadap aplikasi spesifiknya, sebagai contoh karbon nanotube memiliki kekuatan tarik 6 kali daripada baja, material phosphor Y_2E_3, Eu^{3+} mempunyai intensitas emisi 5 kali lebih kuat dari pada bulk partikelnya. Sampai saat ini nanopartikel telah diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti elektronik, kedokteran, industri kimia, kosmetik dan juga kedirgantaraan. Dalam perkembangannya, prospek teknologi nano ini akan semakin meningkat seiring dengan ditemukannya aplikasi-aplikasi baru lainnya.

Nanopartikel Tungsten Trioksida adalah senyawa kimia yang mengandung oksigen dan logam transisi tungsten, tungsten trioksida memiliki sifat fisik seperti berbentuk serbuk, pada pemanasan berwarna oranye gelap, kembali menjadi kuning pada pendinginan, memiliki kerapatan $7,2 \text{ g/cm}^3$, temperatur melting pada $1427 \text{ }^\circ\text{C}$, tidak larut dalam air, sedikit larut dalam asam (Lassner, 1999.).



Sumber : Sapta. 2009. “ Nanoteknologi”.

(<http://blog.unsri.ac.id/gwedopang/ipitek/nanoteknologi/pdf/6282/> ,
diunduh pada tanggal 25 september 2011)

Gambar 2.1. Perbandingan ukuran partikel makro, mikro dan nano

Tungsten Trioksida memiliki massa molar 231,84 g/mol. Karena senyawa tungsten memiliki banyak tingkat oksidasi yaitu 2, 3, 4, 5 dan 6 maka senyawa tungsten ada dalam berbagai bentuk seperti bentuk umum dari *tungsten oxide* adalah tungsten (VI) oxide (WO_3 , dengan wujud berwarna kuning lemon) dan

tungsten (IV) *oxide* (WO_2 , berwarna abu-abu dan biru). Karena sifat elektronik dari tungsten trioksida yang baik, senyawa tungsten ini digunakan untuk berbagai aplikasi seperti *elektrochromic*, *photochromic*, *photocatalyst*, dan *sensor gas*. Shih Han Wang pada tahun 2003 melakukan penelitian berupa pembuatan sensor dengan senyawa tungsten trioksida (WO_3) untuk gas NO_2 menggunakan metode sol-gel dan thin film. Selain itu Stefanus Haryo Nugroho dan Lucky Tananta pada tahun 2011 juga melakukan penelitian untuk mensintesis tungsten trioksida (WO_3) dengan precursor tungsten hexachlorida (WCl_6) menggunakan metode sol-gel. Berbagai metode untuk preparasi tungsten trioksida film sebagai material sensor telah dilakukan antara lain PECVD (*Plasma Enhance Chemical Vapor Deposition*), *thermal Evaporation*, *sputtering*, *thick film*, dan sol-gel. Kemampuan sensor WO_3 sangat tergantung pada metoda persiapan dan kondisi pada pertumbuhan filmnya, (Supothina dkk., 2006).

Sudah banyak peneliti yang melakukan penelitian dan melaporkan penelitiannya menggunakan nanopartikel tungsten trioksida yang dibahas pada subbab berikutnya. Diantara beranekaragamnya metode untuk pembuatan sensor gas, metode sol- gel adalah metode yang sederhana dan mudah untuk diterapkan dalam pembuatan sensor dengan bahan semikonduktor tungsten trioksida. Semikonduktor tungsten trioksida dapat dihasilkan dari precursor tungsten alkoxide. Precursor tungsten *alkoxide* dipersiapkan dengan melarutkan tungsten hexaachloride (WCL_6) dalam alkohol. Kepekaan tungsten trioksida (WO_3) akan naik seiring menurunnya ukuran butir. Perbandingan luas permukaan dengan ukuran serbuk untuk material nano kristalin jauh lebih besar jika suatu material memiliki ukuran butir yang lebih halus. Tamaki menjelaskan bahwa sensitivitas sensor berbasis tungsten trioksida (WO_3) untuk sensing gas NO_2 meningkat tajam dengan menurunnya ukuran butir tungsten oksida. Oleh karena itu, distribusi ukuran butir,

morfologi permukaan dari tungsten oksida sangat berpengaruh pada kepekaan terhadap gas nitrogen dioksida (NO_2). Kemampuan sensor film WO_3 sangat bergantung pada metoda preparasinya serta keadaan saat pertumbuhan filmnya sendiri. (Wang et.al, 2003).

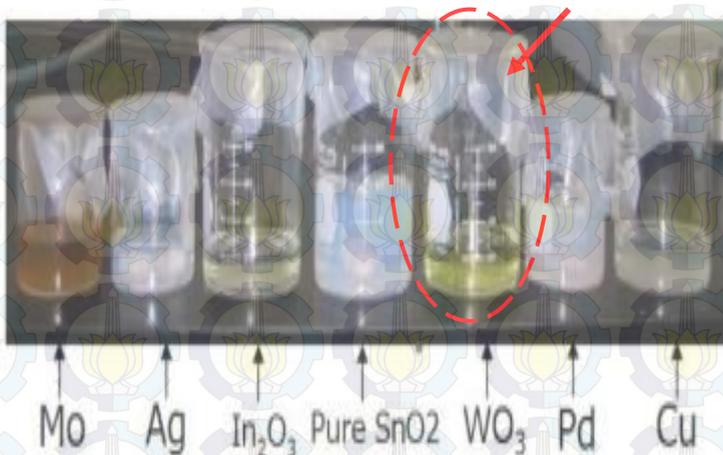
Dari segi ekonomi, sensor juga merupakan aplikasi yang sangat luas penggunaannya karena fungsinya yang sangat esensial dan memiliki peran penting dalam mengontrol gas pencemar di lingkungan, seperti gas CO , NO_x , SO_x , NH_3 , H_2S , atau gas – gas lainnya yang dihasilkan ditempat - tempat tertentu seperti pabrik, laboratorium maupun di dalam rumah. Dari segi kesehatan, sensor sangat membantu untuk pemeliharaan lingkungan hidup agar hidup tetap sehat dan terhindar dari gas berbahaya bagi kesehatan. Gas – gas berbahaya bagi kesehatan sangat banyak terdapat di lingkungan sehingga sangat diperlukan adanya sensor yang terbuat dari material metal oksida dalam hal ini tungsten trioksida. Adapun tipe metal oksida dan gas – gas yang terdeteksi dapat dilihat tabel 2.1

Tabel 2.1. Metal oksida semikonduktor untuk gas- gas spesifik yang dideteksi

Tipe Oksida	Gas yang terdeteksi
SnO_2	H_2 , CO , NO_2 , H_2S , CH_4
WO_3	NO_2 , NH_3
TiO_2	H_2 , O_2 , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
In_2O_3	NO_2 , O_2
Fe_2O_3	CO
LaFeO_3	NO_2 , NO_x
$\text{Cr}_{1.8}\text{Ti}_{0.2}\text{O}_3$	NH_3

Sumber : Slamet widodo (2010)

Dapat dilihat pada Tabel 2.1 diatas bahwa metal oksida, tungsten trioksida (WO_3) sering digunakan untuk aplikasi sensor yang mendeteksi gas NO_2 dan gas HN_3 , ini sesuai dengan penelitian yang pernah dilakukan oleh Shih Han Wang tahun 2003. Untuk mendeteksi gas beracun karbon monoksida umumnya pembuatan sensor digunakan metal oksida SnO_2 dan juga Fe_2O_3 . Tetapi dalam hal ini akan dilakukan penelitian mengenai pembuatan material sensor gas beracun karbon monoksida menggunakan senyawa metal oksida tungsten trioksida.



Sumber : Slamet widodo (2010)

Gambar 2.2. Pembuatan sol murni metal oksida tanpa dan dengan doping

Gambar di atas ini merupakan larutan hasil pembuatan sol murni metal oksida, khususnya yang dilingkari dengan garis putus-putus berwarna merah yakni larutan berwarna kuning seperti larutan lemon merupakan hasil pelarutan dari powder tungsten hexachloride (WCl_6) di dalam larutan alkohol. Hal ini

adalah proses pembuatan sol murni Tungsten trioksida tanpa penambahan doping.

2.2 Penelitian Tungsten Trioksida sebelumnya

Saat ini nanoteknologi semakin berkembang dengan pesatnya, salah satunya adalah nano partikel tungsten trioksida. Dengan seiringnya waktu, nano partikel tungsten trioksida ini menjadi fokus objek penelitian yang selalu dikembangkan karena aplikasinya yang begitu besar dan penting, mudah didapat dan bermanfaat. Sudah banyak peneliti yang melakukan penelitian dengan berbagai macam metode dan hasil yang didapatkan antara lain sebagai berikut :

Tabel 2.2. Tabel penelitian sebelumnya mengenai tungsten trioksida

No	Nama Peneliti	Metode	Hasil
1	Champaiboon	Milling	Merubah sifat fisik dan meningkatkan sifat elektronika dari WO_3
2	Ahsan	E-beam evaporation	Mengurangi porosity, memperbaiki ukuran partikel dan dan juga meningkatkan kemampuan selektifitas dari film WO_3
3	Davis	Chemical Vapor Deposition (CVD)	Pekursor juga dapat terbentuk pada temperatur yang rendah.

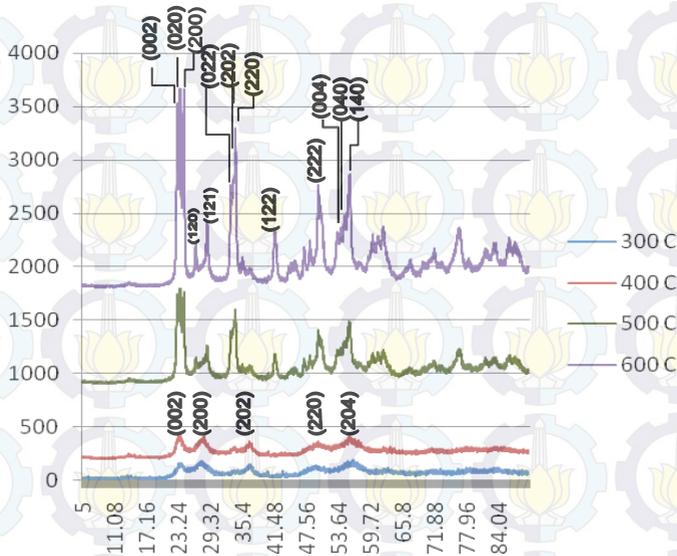
4	Wang (2003)	Sol – gel	Sensitivitas tinggi terhadap gas NO ₂ pada konsentrasi yang rendah sekalipun.
5	Stefanus haryo Nugroho(2010) dan Lucky Tananta (2011)	Sol – gel	Dapat mensintesa WO ₃ dari prekursor WCl ₆ dan juga mendapatkan bahwa struktur kristal WO ₃ pada variasi temperature kalsinasi 300-400°C adalah hexagonal dan untuk variasi temperature kalsinasi 500-600°C adalah monoklinik

2.3 Hasil penelitian sebelumnya mengenai sintesa tungsten trioksida menggunakan metode sol –gel dan kalsinasi

Dari hasil penelitian yang dilakukan oleh Stefanus Haryo dan Lucky Tananta pada tahun 2011 diketahui bahwa nanopartikel tungsten trioksida memiliki dua struktur kristal yang berbeda yakni pada saat temperature 300- 400°C memiliki struktur hexagonal dan pada saat temperature 500 – 600°C memiliki struktur monoklinik. Pada temperature rendah, puncak grafik dari hasil pengujian XRD pun lebar dan memiliki intensitas rendah, ini menyerupai struktur material bersifat semikristalin yang masih terdapat kandungan air kimia (air kristal). Dengan naiknya temperature, maka kandungan air kimia akan berkurang dan bentuk dari material mendekati bentuk kristal yang akan menyebabkan pola grafik pada temperature tinggi akan

memiliki lebar puncak dan intensitas yang makin tinggi seperti gambar 2.3 dan gambar 2.4

Dari pola XRD hasil penelitianvStefanus haryo dan Lucky tananta ini didapatkan beberapa kesamaan trend, hal ini dapat dilihat pada tabel dan gambar di bawah ini :

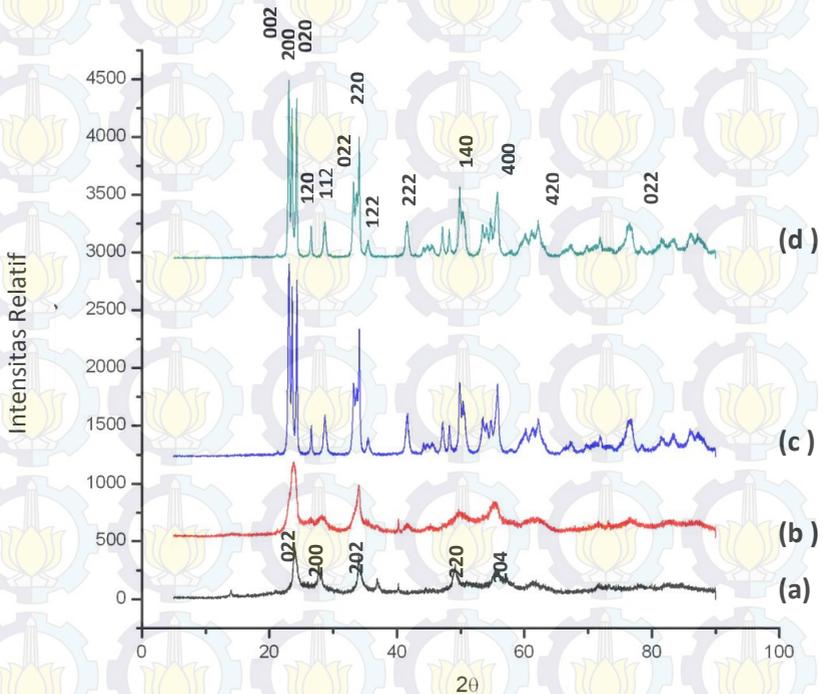


Gambar 2.3 Pola XRD hasil nanopartikel tungsten trioksida (Haryo,2011)

Tabel 2.3 . Ukuran kristal serbuk tungsten trioksida dari berbagai temperature (Haryo, 2011)

Temperatur	$\lambda(\text{\AA})$	$B(\text{rad})$	$\Theta(^{\circ})$	$\text{Cos } \theta$	D (nm)
300 °C	1.540560	0.0186	11.61	0.98	7.31
400 °C	1.540560	0.0137	11.82	0.98	9.92
500 °C	1.540560	0.0068	12.16	0.98	20.40
600 °C	1.540560	0.0049	12.16	0.98	28.36

Dari tabel diatas dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi temperature kalsinasi semakin besar ukuran kristalnya (D). Begitu juga dengan pola grafik dan ukuran kristal hasil pengujian XRD dari lucky Tananta (2011) yang memiliki trend yang sama yakni semakin tinggi temperature pada pola grafik xrd terlihat semakin tajam dan intensitasnya pun tinggi serta ukuran kristalnya semakin besar dan akan terjadi sebaliknya jika temperaturnya rendah.

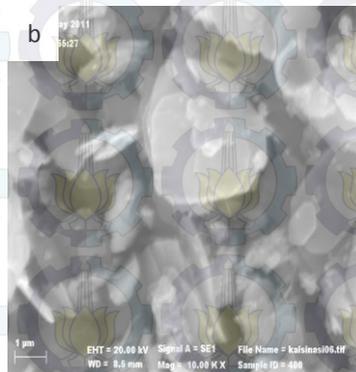
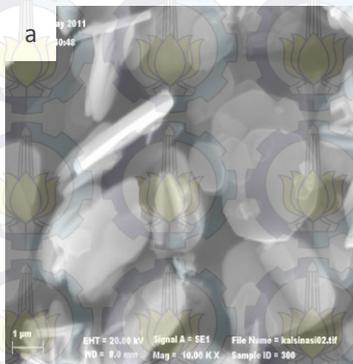


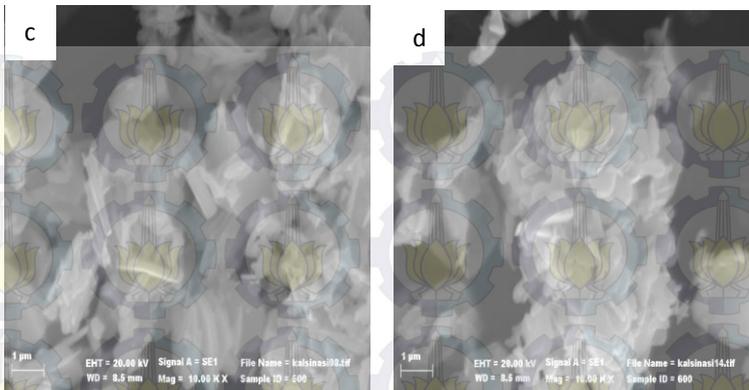
Gambar 2.4 Pola XRD pada serbuk tungsten trioksida yang telah dikalsinasi dengan berbagai temperatur. (a) 300⁰C, (b) 400⁰C, (c) 500⁰C, dan (d) 600⁰C

Tabel 2.4 Ukuran kristal dari berbagai variasi temperature
(Lucky Tananta,2010)

Temperatur	$\lambda(\text{\AA})$	$B(\text{rad})$	$\Theta(^{\circ})$	$\text{Cos } \theta$	D (nm)
300 °C	1.54056	0.0069	11.96	0.98	20.55
400 °C	1.54056	0.0056	11.92	0.98	25.33
500 °C	1.54056	0.0049	11.50	0.98	28.95
600 °C	1.54056	0.0035	11.54	0.98	40.52

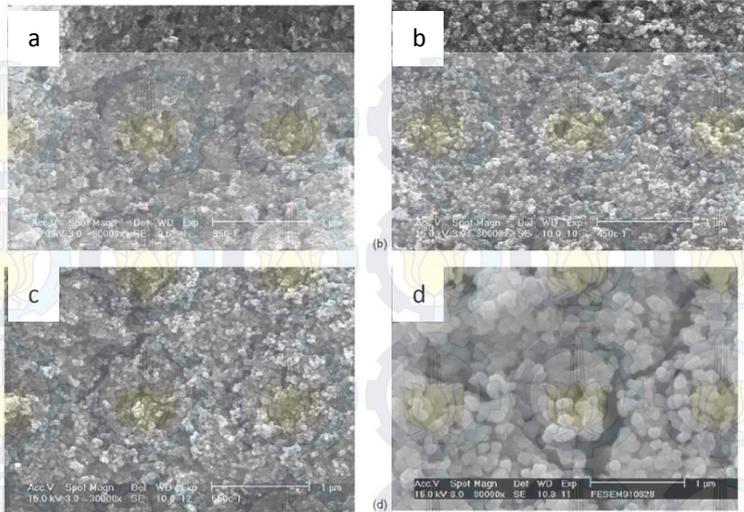
Dari hasil pengujian SEM pada gambar 2.5, terlihat dengan semakin naiknya temperatur kalsinasi ukuran partikel dari serbuk Tungsten trioksida semakin kecil. Perubahan bentuk dan ukuran partikel tersebut disebabkan oleh transformasi fasa dan pembentukan kembali dari partikel serta pertumbuhan kristal. (Haryo,2011),(Jiaguoyu,2008). Gambar tersebut juga mengindikasikan bahwa partikel-partikel WO_3 cenderung membentuk agregat dengan partikel yang lain.





Gambar 2.5 Hasil Foto SEM serbuk tungsten trioksida pada temperatur kalsinasi (a) 300 °C, (b) 400 °C, (c) 500 °C, dan (d) 600 °C dengan perbesaran 10.000x (Lucky Tananta.2011)

Shih-HanWang juga melakukan penelitian mengenai aplikasi tungsten trioksida sebagai sensor NO_2 pada tahun 2003. Precursor WCl_6 disintesa dengan menggunakan metode sol-gel. Gel Tungsten oksida dibentuk menjadi film tipis dengan menggunakan teknik *spin coating*, kemudian di kalsinasi dengan variasi temperatur 350, 450, 550, 650 ($^{\circ}\text{C}$). Wang menyebutkan bahwa pengaruh temperatur kalsinasi menyebabkan perubahan terhadap morfologi dan struktur kristal dari partikel. Semakin tinggi temperatur kalsinasi, semakin besar ukuran partikel pada film tipis tungsten trioksida (Wang,2003). Ini terlihat pada gambar 2.6, hal ini berbanding terbalik dengan ukuran partikel pada material serbuk tungsten trioksida, yang semakin kecil disaat temperaturnya semakin tinggi. Hal ini dikarenakan oleh karakter dari material serbuk tungsten trioksida. (Haryo,2011)



Sumber: Wang, S.H., Chou, T.C., dan Liu, C.C., 2003. “*Nano-crystalline tungsten oxide NO₂ sensor*”. *Sensors and Actuators B* 94 (2003) 343-351.

Gambar 2.6 Pengaruh proses kalsinasi terhadap morfologi

permukaan dari thin film tungsten oxide dengan variasi temperatur (a) 350 °C; (b) 450 °C; (c) 550 °C dan (d) 650 °C. Shih-Wang juga menjelaskan bahwa nanopartikel tungsten trioksida memiliki derajat sensitivitas yang bagus pada kadar NO₂ yang rendah sekalipun dengan range konsentrasi 50-550 ppb. Kondisi optimal sensitivitas ini diperoleh pada tungsten trioksida film yang dikalsinasi pada temperature 550 selama 1 jam dengan temperature sensor 300°C. Hal ini dikarenakan oleh sensitivitas pada sensor akan meningkat pada saat grain size menurun yang ditunjukkan pada tabel 2.5

Tabel 2.5 rata- rata partikel size, crystallite size, dan surface area yang dipreparasi pada variasi temperature kalsinasi selama 1 jam

Calcination temperature (°C)	350	450	550	650
Particle size (nm)	18.1 ± 3.6	23.2 ± 4.7	25.7 ± 2.6	69.9 ± 10.7
Crystallite size (nm)	9.3	16.4	17.1	30
Surface area (m ² g ⁻¹)	58.4	36.8	32.3	10.7

Sumber : S.-H. Wang et al. / Sensors and Actuators B 94 (2003) 343–351

2.4 Teknik Sol – Gel

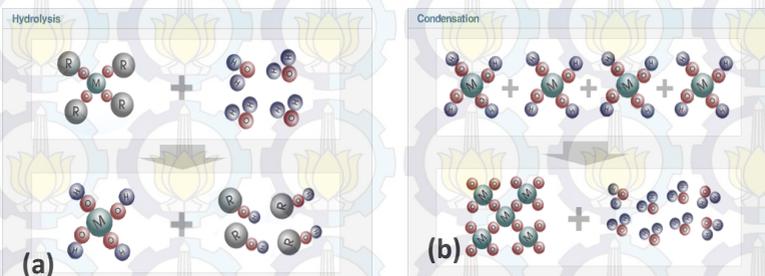
Teknik sol- gel adalah salah satu metode yang paling menjanjikan dan paling luas penggunaannya di bidang ilmu material. Metode sol – gel merupakan salah satu metode yang paling sukses dalam mereparasi material oksida logam berukuran nano. Metode ini merupakan salah satu “wet method” karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai mediana (C. J. Brinker and G. W. Scherer, Sol-Gel Science.1990). Kegunaan metode ini memungkinkan kita untuk merancang materi yang diinginkan pada temperatur rendah, sebagai alternatif metode konvensional untuk manufaktur kaca dan produk lainnya (Sakka, 1980.). Sol merupakan suatu partikel halus yang terdispersi dalam suatu fasa cair membentuk koloid, sedangkan gel merupakan padatan yang tersusun dari fasa cair dan padat dimana kedua fasa ini saling terdispersi dan memiliki struktur jaringan internal. Proses sol- gel sendiri didefinisikan proses pembentukan senyawa inorganic melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah dimana dalam proses itu terjadi perubahan fasa suspense koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel). Metode sol –gel memiliki beberapa keuntungan antara lain tingkat stabilitas

thermal yang baik, stabilitas mekanik yang tinggi, daya tahan pelarut yang tinggi, modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan berbagai kemungkinan. (Rahaman. 2006).

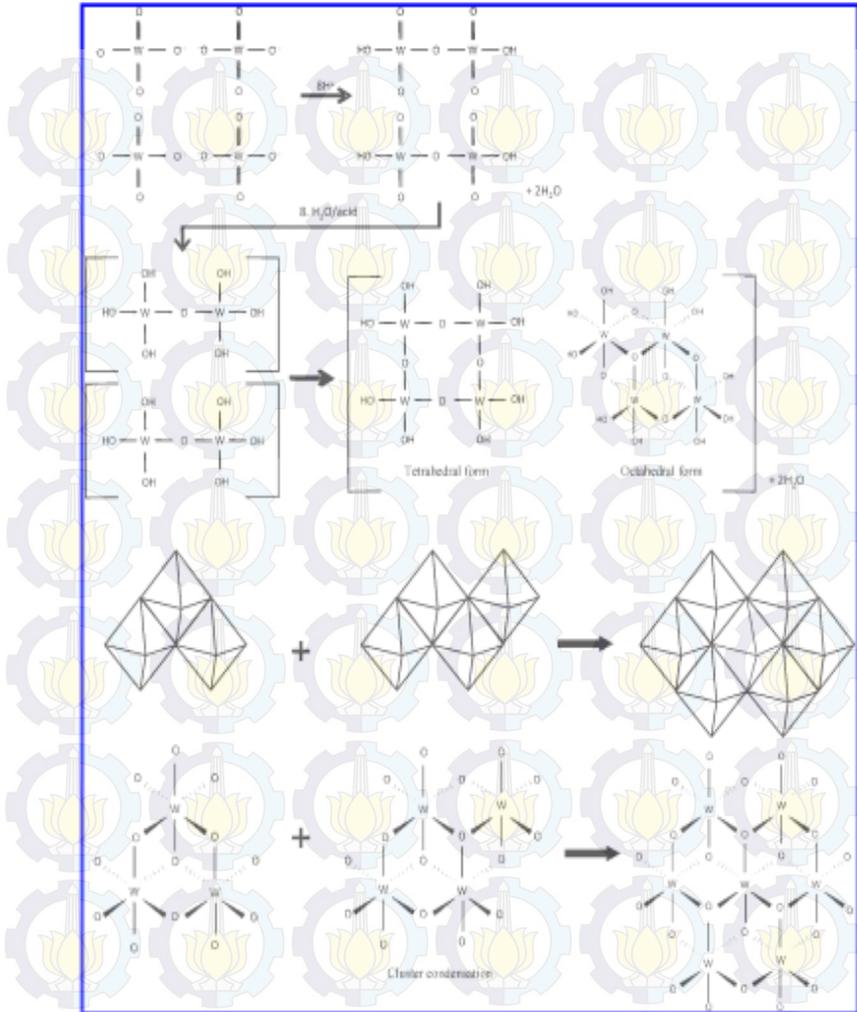
Prekursor yang sering digunakan pada umumnya ialah senyawa logam organik atau logam inorganik yang dikelilingi oleh ligan yang reaktif seperti logam alkoksida ($M(OR)_x$), dimana x menunjukkan grup alkil ($C_n H_{2n+1}$). Logam alkoksida banyak digunakan karena sifatnya yang mudah bereaksi dengan air.

Pada proses sol-gel, prekursor mengalami serangkaian reaksi hydrolysis dan kondensasi untuk membentuk suspensi koloid, atau “sol”. Ketika sudah terbentuk, maka “gel” basah akan terbentuk juga, terlihat pada gambar 2.7 dan 2.8. Dengan pemanasan lebih lanjut dan perlakuan panas, “gel” akan berubah menjadi keramik atau partikel gelas. Semua tipe koloid dapat digunakan untuk menghasilkan polimer atau partikel untuk pembuatan keramik.

Ultra struktur dan tekstur dari gel di tentukan pada saat proses pembentukan gel. Proses selanjutnya seperti *aging*, pemanasan dapat juga mempengaruhi pembentukan struktur dari gel. Teknik sol-gel memiliki kemampuan untuk mengontrol morfologi film yang dihasilkan, dan mampu digunakan untuk membuat sensor dengan film tipis.



Gambar 2.7 Reaksi sol-gel (a) reaksi hydrolysis, (b) reaksi kondensasi



Gambar 2.8 Sol-gel reaksi polimerisasi dan kondensasi cluster (Breedon et.al 2009)

Keuntungan dari proses sol-gel adalah biaya produksi yang rendah, temperatur prekursor yang relatif rendah, dan bisa dilakukan untuk produksi massal (Jang-Hoon Ha dkk., 2009).

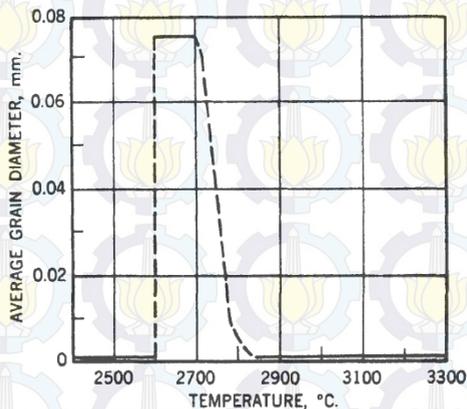
Bahan yang dibentuk berdasarkan teknologi sol-gel telah diaplikasikan di berbagai bidang, seperti industri kaca, keramik, film tipis, sensor biologi dan kimia yang berbeda. Dalam aplikasi penginderaan, material sensitif dapat dihasilkan dengan menambahkan beberapa unsur dalam matriks sol-gel selama sintesis, yang tidak berinteraksi secara kimia dengan lingkungannya.

2.5 Proses Kalsinasi

Proses kalsinasi adalah proses perlakuan panas yang diterapkan pada sebuah bahan yang bertujuan untuk dekomposisi termal, transisi fasa, dan penghapusan fraksi volatile, serta berfungsi untuk mengeliminasi senyawa yang berikatan secara kimia (Husni, 2010). Proses kalsinasi terjadi pada temperatur di bawah titik lebur bahan untuk menghilangkan kandungan bahan yang dapat menguap. Kalsinasi berperan dalam proses penghilangan air, karbon dioksida atau gas lain. Kalsinasi berbeda dengan proses pemanggangan, dimana jika pada proses pemanggangan reaksi gas-solid lebih kompleks terjadi antara padatan dan atmosfer dari tungku. (Sugiono, 2002)

Produk dari proses kalsinasi biasanya disebut secara umum sebagai kalsin. Kalsinasi diproses dalam sebuah tungku atau reaktor seperti furnace, rotary kiln, dan tungku perapian ganda. Semakin tinggi temperatur kalsinasi semakin besar ukuran partikel seperti terlihat pada gambar 2.6. Ini disebabkan karena proses kalsinasi akan menyebabkan terjadinya reaksi zat padat, pengkristalan dan terjadi peleburan sehingga ikatan akan terlepas. Kalsinasi dilakukan pada suatu bahan untuk memutus ikatan molekul antar senyawa pada bahan tersebut. (Wang, 2003)

Lain halnya dengan proses sintering, yang merupakan proses pemanasan yang digunakan untuk meningkatkan kerapatan keramik sesuai dengan mikrostruktur dan komposisi fasa yang diinginkan (Rahaman, 2006). Kontrol dari atmosfer sintering (sintering dalam udara bebas) termasuk hal yang penting, dan dalam banyak kasus. Reaksi kalsinasi biasanya berlangsung di atas temperatur dekomposisi termal. Temperatur ini didefinisikan sebagai temperatur dimana energy bebas Gibbs sama dengan nol. Pengaruh temperatur sintering pada suatu bahan dapat mengurangi porositas dan meningkatkan sifat seperti kekuatan dan konduktivitas termal. Selama proses pembakaran yang terus menerus, ukuran butir menjadi lebih kecil dan lebih bulat karena permukaan partikel cenderung mengalir ke pori-pori didalamnya. Gambar 2.9 memperlihatkan pengaruh temperatur sintering terhadap ukuran butir pada batang tungsten.



Sumber: Goetzel, C.G., 1950. *"TREATISE ON POWDER METALLURGY: Applied and Physical Powder Metallurgy"*.
New York London: Interscience Publishers, INC.

Gambar 2.9. Pengaruh temperatur sintering terhadap ukuran butir dari batang tungsten.

2.6 Teori Gas Karbon Monoksida

2.6.1 Sifat Fisik dan Kimia Karbon Monoksida

Gas karbon monoksida dengan rumus kimia CO merupakan gas yang tidak berwarna, tidak berbau, tidak berasa, tidak mengiritasi, mudah terbakar dan sangat beracun. Memiliki Massa rumus = 28,01; Densitas= 0,96702; Massa dalam 1 L= 1,2502g; Volume molar= 22,397L dan Temperatur kritis= -136°C serta mempunyai titik didih sebesar -192°C , tidak larut dalam air dan beratnya 96,5% dari berat udara. Gas karbon monoksida merupakan bahan yang umum ditemui di industri. Gas ini merupakan hasil pembakaran tidak sempurna dari kendaraan bermotor, alat pemanas dan peralatan yang menggunakan bahan api. Senyawa CO mempunyai potensi bersifat racun yang berbahaya karena mampu membentuk ikatan yang kuat dengan pigmen darah yaitu haemoglobin.

2.6.2 Sumber dan Distribusi Karbon Monoksida

Karbon monoksida di lingkungan dapat terbentuk secara alami, tetapi sumber utamanya adalah dari kegiatan manusia. Karbon monoksida yang berasal dari alam termasuk dari lautan, oksidasi metal di atmosfer, pegunungan, dan kebakaran hutan. Sumber CO buatan antara lain berasal dari kendaraan bermotor, terutama yang menggunakan bahan bakar bensin. Berdasarkan estimasi, jumlah karbon monoksida dari sumber buatan diperkirakan mendekati 60 juta ton per tahun. Separuh dari jumlah ini berasal dari kendaraan bermotor yang menggunakan bahan bakar bensin dan 1/3 berasal dari pembakaran batubara dan minyak dari industri dan pembakaran sampah domestik.

Didalam laporan WHO (1992) dinyatakan paling tidak 90% dari CO diudara perkotaan berasal dari emisi kendaraan bermotor. Dalam beberapa penelitian ditemukan kadar gas CO yang cukup tinggi didalam kendaraan. Kadar gas CO diperkotaan

cukup bervariasi tergantung dari kepadatan kendaraan bermotor yang menggunakan bahan bakar bensin dan Pada umumnya jam-jam sibuk di daerah perkotaan akan sebanding dengan peningkatan kadar konsentrasi karbon monoksida. Konsentrasi gas karbon monoksida bisa mencapai 50 ppm sampai 100 ppm. Selain itu sumber gas CO dapat berasal dari asap rokok, tungku dapur rumah tangga dan tungku pemanas ruang.

Beberapa individu juga dapat terhirup oleh gas karbon monoksida karena lingkungan kerjanya. Kelompok masyarakat yang paling rawan terhirup oleh gas karbon monoksida termasuk polisi lalu lintas atau tukang parker, pekerja bengkel mobil, petugas industri logam, industri bahan bakar bensin, industri gas kimia dan pemadam kebakaran. Para petugas yang bekerja di jalan raya diketahui mengandung HbCO dengan kadar 4–7,6% (perokok) dan 1,4–3,8% (bukan perokok) selama sehari bekerja. Perlu juga diketahui bahwa manusia sendiri dapat memproduksi karbon monoksida akibat proses metabolismenya yang normal. Produksi karbon monoksida didalam tubuh sendiri ini (endogenous) bisa sekitar 0,1+1% dari total HbCO dalam darah.

2.6.3 Dampak Terhadap Kesehatan

Karakteristik biologis yang paling penting dari CO adalah kemampuannya untuk berikatan dengan haemoglobin, pigmen sel darah merah yang mengangkut oksigen keseluruh tubuh. Sifat ini menghasilkan pembentukan karboksihaemoglobin (HbCO) yang 200 kali lebih stabil dibandingkan oksihemoglobin (HbO₂). Penguraian HbCO yang relatif lambat menyebabkan terhambatnya kerja molekul sel pigmen tersebut dalam fungsinya membawa oksigen keseluruh tubuh. Kondisi seperti ini bisa berakibat serius, bahkan fatal karena dapat menyebabkan keracunan. Karbon monoksida dapat mengikat haemoglobin menghasilkan karboksi haemoglobin dengan persamaan reaksi sebagai berikut :



Pengaruh dari reduksi ini mengakibatkan kapasitas darah mengangkut oksigen menurun. Kenaikan gas CO di udara mengakibatkan menurunnya sistem saraf sentral, perubahan fungsi jantung dan paru-paru, mengantuk, koma, sesak nafas dan paling membahayakan dapat menimbulkan kematian.

WHO (*World Health Organization*) telah membuktikan bahwa karbon monoksida dapat mengakibatkan menurunnya berat badan, meningkatnya kematian bayi dan kerusakan otak, bergantung pada konsentrasi polutan di udara. Pengaruh menghirup gas CO dalam jangka panjang diperlihatkan pada tabel 2.6 berikut ini:

Tabel 2.6 Efek paparan gas CO terhadap kesehatan manusia

Kadar CO di udara(ppm)	Perkiraan kadar COHb	Pengaruh terhadap kesehatan manusia
10	2	Tidak konsisten dalam penilaian dan pendapat
100	15	Sakit kepala, pusing dan selalu khawatir
250	32	Hilang kesadaran
750	60	Meninggal dunia setelah beberapa jam
1000	66	Segera meninggal dunia

Untuk mencegah korban yang lebih banyak, Pemerintah Republik Indonesia melalui peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup No. 05 tahun 2006 tentang ambang batas emisi gas buang kendaraan bermotor lama menetapkan bahwa ambang batas emisi gas karbon monoksida dari kendaraan bermotor adalah 4,5 – 5,5 %. Dengan demikian, diharapkan mampu menekan adanya sumber gas CO dari kendaraan bermotor.

2.7 Konsep Sensor

2.7.1 Pengertian Sensor

Sensor adalah suatu peralatan yang menerima stimulus dan menghasilkan respon berupa sinyal elektrik. Stimulus yang dimaksud disini bisa berupa sifat fisis, reaksi kimia, kondisi atau keadaan yang berada disekitar sensor. Stimulus yang disensing oleh sensor mengalami perubahan, misalnya sifat kemagnetan; resistansi, dll. Perubahan sifat material sensor ini selanjutnya diubah menjadi sifat elektrik.

Tujuan sensor adalah untuk merespon data input berupa jenis sifat fisik atau hasil reaksi kimia (stimulus) dan diubah ke dalam bentuk sinyal elektrik sebagai data output dengan bantuan serangkaian sirkuit elektronik. Atau secara umum dapat dikatakan bahwa sensor adalah pengubah besaran non elektrik menjadi besaran elektrik. Kata elektrik disini berarti suatu sinyal yang dapat dimodifikasi dengan peralatan elektronik. Sinyal yang dihasilkan sensor dapat berupa seberapa besarnya arus, tegangan, nilai hambatan dan konduktifitas, atau kode digital (Fraden, 2004).

Pada dasarnya, sensor dapat dibedakan menjadi 2 jenis, yaitu sensor langsung dan sensor komplek. Sebuah sensor langsung menggunakan efek fisik yang sesuai, sedangkan sensor kompleks membutuhkan satu atau lebih transduser untuk mengkonversi energi sebelum sebuah sensor langsung dapat digunakan untuk menghasilkan output sinyal elektrik. Sedangkan penggolongan berdasarkan mekanisme menghasilkan output sinyal elektrik, sensor dibedakan menjadi 2 jenis, yaitu sensor pasif dan aktif. Sensor pasif tidak memerlukan sumber energi tambahan untuk menghasilkan elektrik dalam merespon stimulus disekitarnya. Artinya stimulus non elektrik diubah secara langsung oleh sensor itu sendiri menjadi output berupa sinyal elektrik. Misalnya adalah termokopel dan sensor dari material piezoelektrik. Sedangkan sensor aktif adalah sensor yang

memerlukan sumber energi eksternal untuk proses perubahan stimulus menjadi sinyal elektrik, biasa disebut energi eksitasi.

Material yang digunakan sebagai sensor mensyaratkan karakteristik tertentu yang harus dimiliki oleh material sensor tersebut. Parameter utama yang harus dimiliki material sensor adalah sebagai berikut :

- a) Sensitivity, menunjukkan sinyal yang baik pada konsentrasi rendah terhadap stimulus yang disensing sensor
- b) Selektifity, kemampuan sensor untuk mensensing besaran fisik atau reaksi kimia tertentu secara spesifik.
- c) Reliability, suatu sensor mampu menghasilkan sinyal elektrik (output) yang relative stabil pada periode operasi penggunaan yang lama
- d) Waktu respon, kecepatan dalam merespon besaran stimulus yang disensing.

Selain itu, guna penyetaraan dan kesamaan satuan secara internasional, maka material sensor sering dilakukan kalibrasi, sehingga diharapkan dengan material sensor yang sama, suatu sensor akan dapat menghasilkan sinyal elektrik yang sama meskipun digunakan ditempat berbeda.

2.7.2 Prinsip Dasar Sensor

Fenomena yang berperan penting pada material sensor untuk mengubah input berupa stimulus non elektrik dan menghasilkan output sinyal elektrik adalah adanya fenomena triboelektrik (Fraden, 2004). Fenomena triboelectric adalah hasil redistribusi muatan elektron. Misalnya menggosok batang kaca pada kain sutera akan menyebabkan perpindahan electron dari permukaan batang kaca ke kain sutra, sehingga menyebabkan batang kaca kelimpahan muatan positif. Muatan listrik adalah

kekal, hal ini tidak dapat diciptakan maupun dihancurkan. Muatan listrik hanya bisa berpindah dari satu tempat ke tempat lain. Memberikan muatan negative berarti mengambil electron dari satu object dan menempatkan mereka ke objek lain. Objek yang kehilangan beberapa jumlah electron dikatakan mendapatkan tambahan muatan positif. Dengan perubahan redistribusi electron ini, akan menyebabkan batang kaca mampu menarik kertas yang berukuran kecil. Ada 2 jenis muatan electron, yaitu muatan positif dan muatan negative. Muatan electron yang berlainan akan saling tarik menarik, sedangkan yang sejenis akan saling tolak menolak. Penamaan kedua jenis muatan electron ini masih digunakan sampai sekarang. (Franklin, 1706-1790).

Berdasarkan fenomena ini diketahui bahwa perubahan jumlah muatan electron pada material, akan menyebabkan perubahan sifat fisiknya, terutama sifat kelistrikan dan kemagnetannya. Kedua sifat ini memiliki hubungan yang tidak dapat dipisahkan pada suatu material sensor, sehingga pada dasarnya, mekanisme suatu sensor dapat mengubah sinyal non elektrik menjadi elektrik adalah berdasarkan redistribusi jumlah electron yang ada didalam material sensor tersebut (Fraden, 2004)

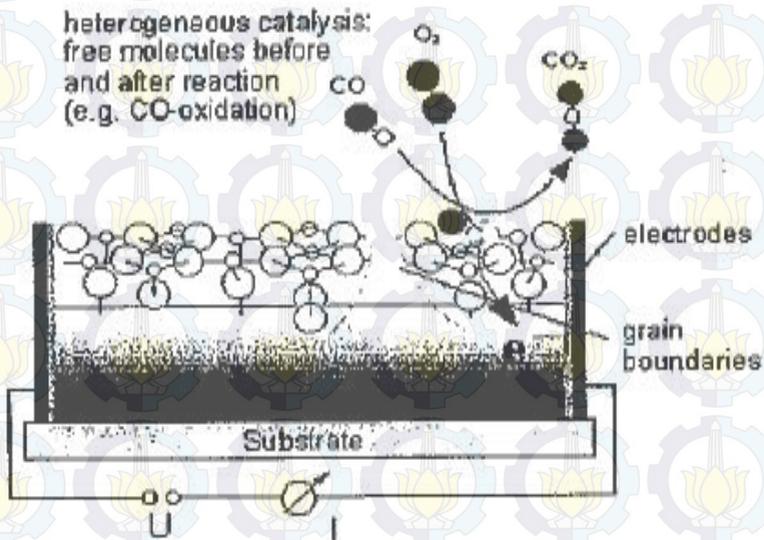
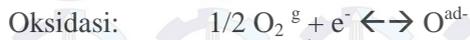
Material sensor yang telah berhasil berhasil dilaporkan, pada umumnya berbahan dasar metal oksida, diantaranya Timah oksida- SnO_2 (Srivastara,2006); Kadmium oksida- CdO (Waghulade,2007); Tungsten Oksida- WO_3 (Wang,2003)dan BaTiO_4 (Chaudhari, 2006) serta masih banyak lagi jenis logam oksida lainnya yang juga telah dilaporkan memiliki sensitivitas yang baik terhadap gas yang tidak bisa saya sebutkan satu per satu. Ada beberapa laporan tentang sifat mampu respon gas dan kelembaban dari beberapa logam oksida. Logam oksida tersebut berfungsi sebagai oksidator dan mampu mereduksi gas – gas tertentu, seperti ozon; klorin; hydrogen sulfide, N_2O (Wang,2003).

Fenomena material logam oksida merespon gas sebenarnya adalah hasil reaksi antara permukaan dari material tersebut dengan gas disekitarnya, dimana konduktivitas oksida akan berubah apabila logam oksida tersebut bereaksi dengan suatu gas. Fenomena ini terjadi karena permukaan oksida akan mereduksi oksigen disekitarnya membentuk macam- macam ion oksigen, seperti O^- ; O^{2-} ; O_2^- . Dan ion –ion oksigen (O^- ; O^{2-} ; O_2^-) tersebut akan menempel pada permukaan material sensor karena pengaruh sifat kemagnetan dari material logam oksida.

Seperti yang telah diungkapkan franklin, bahwa electron yang berlawanan akan saling tarik menarik dan sebaliknya , maka ion- ion oksigen ini akan menempel pada material thin film WO_3 karena material thin film WO_3 ini memang kelebihan muatan electron positif. Seperti terlihat pada gambar 2.10, diamana saat material semikonduktor berada dilingkungan terbuka, maka semikonduktor tersebut akan mereduksi oksigen dengan memberikan electron pada gas oksigen (O_2). Fenomena pemberian electron pada gas oksigen untuk proses reduksi ini akan menyebabkan berkurangnya electron pada material semikonduktor. Dengan berkurangnya electron pada semikonduktor akan menyebabkan penurunan tingkat konduktivitas atau resistansinya meningkat, sehingga akan sulit menghantarkan arus listrik saat dialiri arus listrik. Tetapi pada saat disekitar material semikonduktor tersebut terdapat gas karbon monoksida (CO), maka ion oksigen hasil reduksi tadi (O^- ; O^{2-} ; O_2^-) akan bereaksi dengan gas CO dan melepaskan electron. Selanjutnya electron dari hasil reaksi antara ion oksigen dan gas karbon monoksida akan tertarik ke dalam material semikonduktor gas.

Sedangkan mekanisme kerja sensor secara umum, dapat dilihat pada gambar 2.10

Reaksi yang terjadi adalah reaksi oksidasi-reduksi (redoks) Secara umum reaksi yang terjadi adalah:



Gambar 2.10 Mekanisme Kerja Sensor Gas
(Hiskia, 2006)

2.7.3. Sensitivitas Terhadap Gas

Untuk mengetahui sensitivitas dari sensor gas dapat dilakukan dengan cara pengujian di dalam chamber dengan temperature tertentu serta sample gas yang dideteksi seperti (bensin, metana, butane, karbon monoksida). Dan disaat pengujian sensitivitas ini, akan berpengaruh pada penurunan konduktivitas atau resistansi akan meningkat, sehingga dalam pengujian sensitivitas, yang akan dihitung ini adalah perubahan resistansi atau tahanan. Tahanan sensor dapat dihitung menggunakan metode konvensional dimana sensor tersebut akan dihubungkan dengan rangkaian external resistor yang memiliki tegangan tertentu. (Wang,2003). Sensitivitas terhadap gas dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$S = (R_g - R_0) / R_0$$

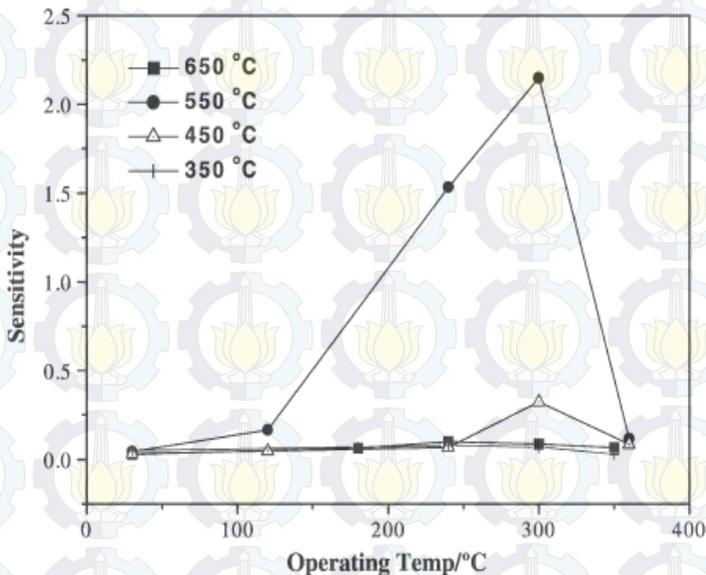
Dimana S adalah besarnya sensitivitas, sedangkan R_g adalah tahanan listrik sesudah terpapar oleh gas dan R_0 adalah tahanan udara. (Guangzhong,2006).

Agar sensitivitas sensor semakin baik, ada beberapa sensor yang menambahkan heater yang berfungsi sebagai pemicu sensor untuk dapat meningkatkan sensitivitas dalam mendeteksi target gas yang diharapkan setelah di beri tegangan tertentu.

2.7.4 Pengaruh Temperatur Operasi Terhadap Sensor

Menurut Shih- Han Wang dkk (2003) Sensitivitas sensor meningkat dengan temperature antara 30 sampai 300⁰C, seperti ditunjukkan pada gambar 2.11. Teori potensial menyatakan bahwa penghalang potensial yang telah terbentuk antara permukaan dari film semikonduktor dan lingkungan sekitar. Pada kasus ini, NO₂ telah teradsorbsi ke permukaan WO₃ dan oksigen

dari NO_2 sebagai penerima, terdapat mekanisme ekstrak elektron dari pita konduksi WO_3 . Walaupun, penghalang WO_3 meningkat dan tahanan film WO_3 juga meningkat dimana NO_2 telah diadsorpsi pada permukaan WO_3 . Kepadatan dari electron-elektron permukaan tungsten oxide akan meningkat dengan bertambahnya temperature operasi. Oleh karena itu, electron pada pita konduksi tungsten oxide lebih mudah bereaksi dengan molekul NO_2 Walaupun sensitifitas tungsten oxide terhadap NO_2 meningkat pada temperature operasi dibawah 300°C

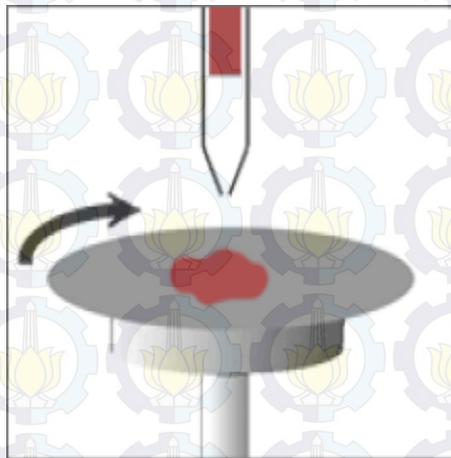


Sumber : S.-H. Wang et al. / Sensors and Actuators B 94 (2003) 343–351

Gambar 2.11 Pengaruh variasi temperature operasi terhadap sensitivitas

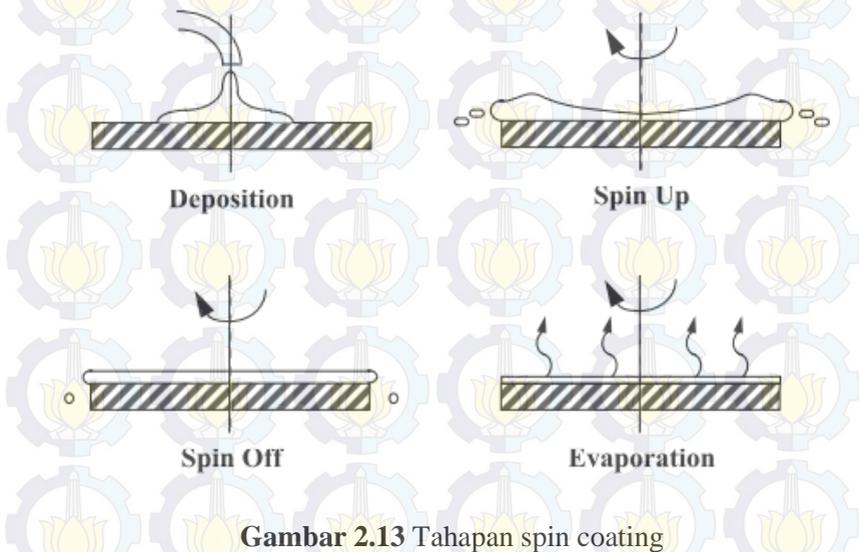
2.8 Metode Spin Coating

Spin coating adalah cara yang mudah dan efektif dalam pembentukan lapisan film tipis (*Thin film*) di atas substrat datar. Spin coating merupakan teknik pelapisan bahan dengan cara menyebarkan larutan ke atas substrat kemudian diputar dengan kecepatan konstan untuk memperoleh lapisan baru yang homogen. Spin coating melibatkan akselerasi dari genangan cairan di atas substrat yang berputar. Material pelapis dideposisi di tengah substrat. Pada saat sampel berputar terdapat adanya gaya sentrifugal dan pengaruh viskositas cairan yang membuat cairan tidak lepas dari chuck spin coater, Hal ini dapat dilihat pada gambar 2.7. Beberapa parameter yang terlibat dalam spin coating yaitu viskositas larutan, kandungan padatan, kecepatan angular, waktu putar. Proses pembentukan film dipengaruhi oleh dua parameter bebas yaitu kecepatan putar dan viskositas. Rentang ketebalan film yang dihasilkan oleh spin coating adalah 1-200 μm .



Gambar 2.12 proses Spin coating

Bagian ini juga akan menjelaskan mengenai sifat, keuntungan dan kerugian serta model dari spin coating, termasuk juga terhadap spin coating untuk substrat persegi. Proses spin coating dapat dibagi menjadi 4 bagian yang ditunjukkan pada gambar 2.13 yakni Deposisi, spin up, Spin Off terjadi secara berurutan sedangkan evaporasi terjadi diseluruh proses, hal inilah yang menjadi sebab utama terjadinya penipisan.



Gambar 2.13 Tahapan spin coating

Proses pengendapan (deposisi) ini melibatkan terbuangnya cairan pada saat putaran substrat yang statis maupun yang pelan. Cairan diendapkan melalui nozzle pada pusat spin coater atau lebih beberapa jalur yang telah diprogram. Jumlah cairan yang berlebih ini digunakan untuk mencegah terjadinya diskontinuitas pelapisan yang disebabkan oleh pengeringan cairan pada bagian tengah sebelum mencapai bagian pinggir.

Di bagian putaran atau spin up, substrat dipercepat dengan kecepatan putaran akhir. Sebagai gaya rotasi yang diberikan ke atas melalui cairan sehingga terbentuk gelombang dan mengalir ke substrat dengan gaya sentrifugal. Spin off adalah tahap spin coating dimana kelebihan pelarut terbuang dari permukaan substrat seperti berputar pada kecepatan antara 2000 rpm dan 8000 rpm. Cairan pun menjadi menipis dengan adanya gaya sentrifugal hingga cukup pelarut telah dihapus untuk meningkatkan viskositas ke tingkat di mana aliran berhenti.. Bagian spin off ini berlangsung kira- kira 10 detik setelah spin up.

Proses penguapan ini merupakan proses utama dari penipisan film. Evaporasi ini merupakan proses yang kompleks dimana sebagian larutan yang lebih akan di adsorbs oleh lingkungan. Berbagai ketebalan dapat dihasilkan oleh spin coating, karena ketebalan berbanding terbalik dengan akar kuadrat dari kecepatan putar. (Gregory. 1997)

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah

1. Tungsten Hexachlorida (WCl_6) powder [Acros Organic 99,9%]
2. *Ethanol* dalam bentuk larutan (C_2H_5OH)
3. *Perak Nitrat* ($AgNO_3$) dalam bentuk larutan dengan konsentrasi 0,1 M
4. NH_4OH , di dapatkan dari NH_3 yang dilarutkan di dalam air
5. Air Suling/ Aquades
6. *Surfactant* , berbentuk larutan berfungsi untuk pengikat antar endapan dan pelarut [Triton X-100]

3.2 Peralatan dan Pengujian

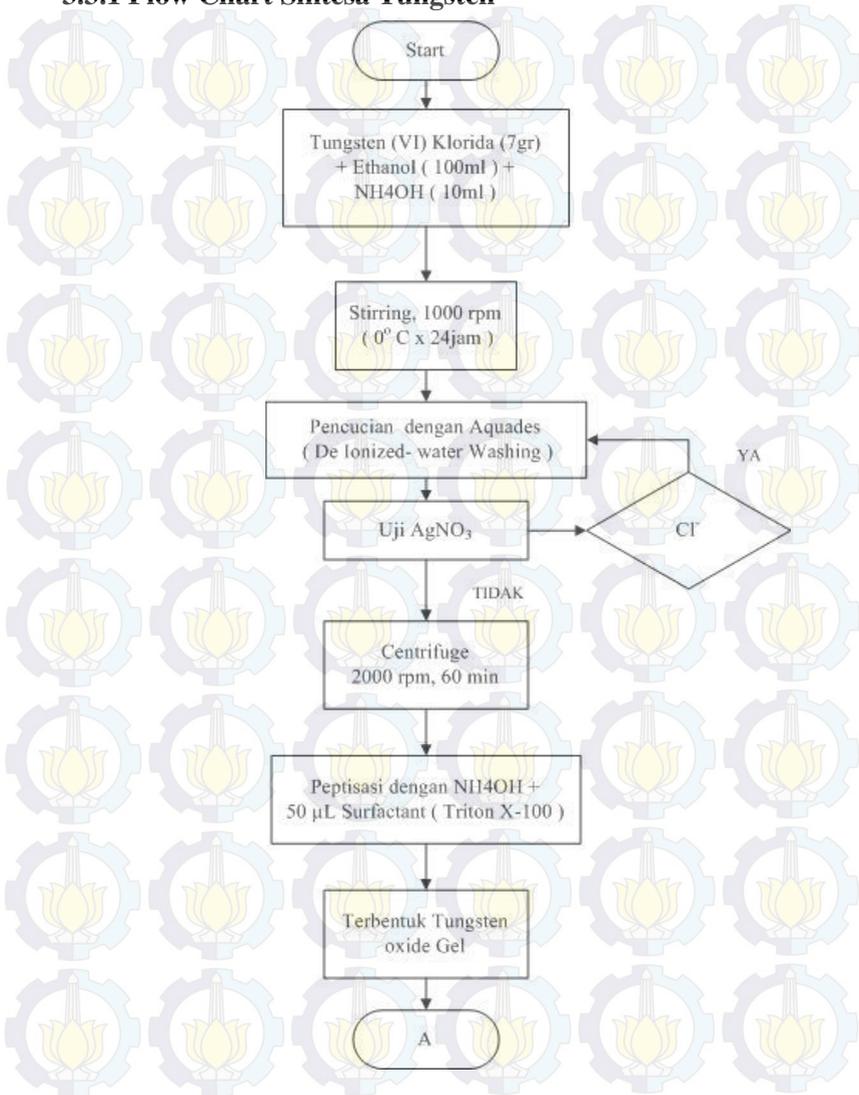
Peralatan dan pengujian yang digunakan dalam penelitian ini adalah

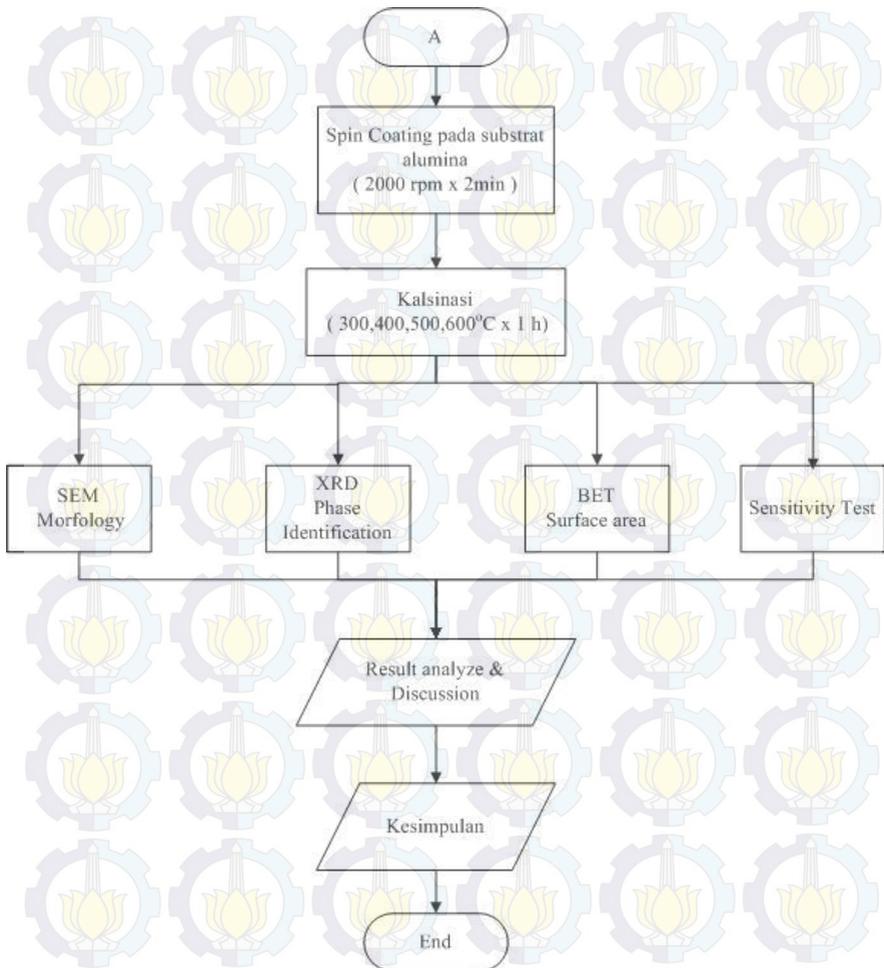
1. *Neraca Analitik* , digunakan untuk menimbang massa dari WCl_6
2. *Beaker glass*, digunakan untuk melarutkan bahan dasar dan mengendapkan serbuk precursor
3. *Tabung ukur* , digunakan untuk mengukur volume larutan
4. *Pipet*, pipet ini digunakan yang standard untuk pengambilan NH_4OH dan pengujian Cl^- pada larutan
5. *Plastic spatula* , digunakan untuk pengambilan powder WCl_6 dan juga sebagai pengaduk larutan.
6. *Hot Plate and Magnetic stirrer*, digunakan untuk mengaduk larutan agar partikelnya menjadi homogen.
7. *Centrifuge*, digunakan untuk memisahkan larutan dan endapan.
8. *Centrifuge tube*, digunakan sebagai tempat untuk menaruh gel WO_3 selama proses centrifuge

9. *Micro Pippet*, digunakan untuk pengambilan *surfactant* sebanyak 50 μ L
10. *Crucible* , digunakan dalam proses pemanasan sampel pada proses kalsinasi
11. *Furnace*, digunakan untuk proses kalsinasi
12. *Potensiostat*, untuk mengukur electrochemical dari sample
13. *Substrat alumina (Al₂O₃)*, digunakan untuk substrat dari thin film yang akan dijadikan sensor
14. *Spin Coater*, mesin yang digunakan untuk membuat *thin film*
15. *Chamber* , digunakan untuk pengujian sensitivitas dari sensor
16. *MFC (Mass Flow Controler)*, digunakan untuk mengatur gas yang masuk ke dalam chamber
17. *Pompa Vacum*, digunakan untuk memvakumkan chamber
 - Alat yang digunakan untuk pengujian morfologi dan struktur material adalah *SEM (Scanning Electron Microscope)*, *XRD (X- Ray Diffraction)*, *BET*

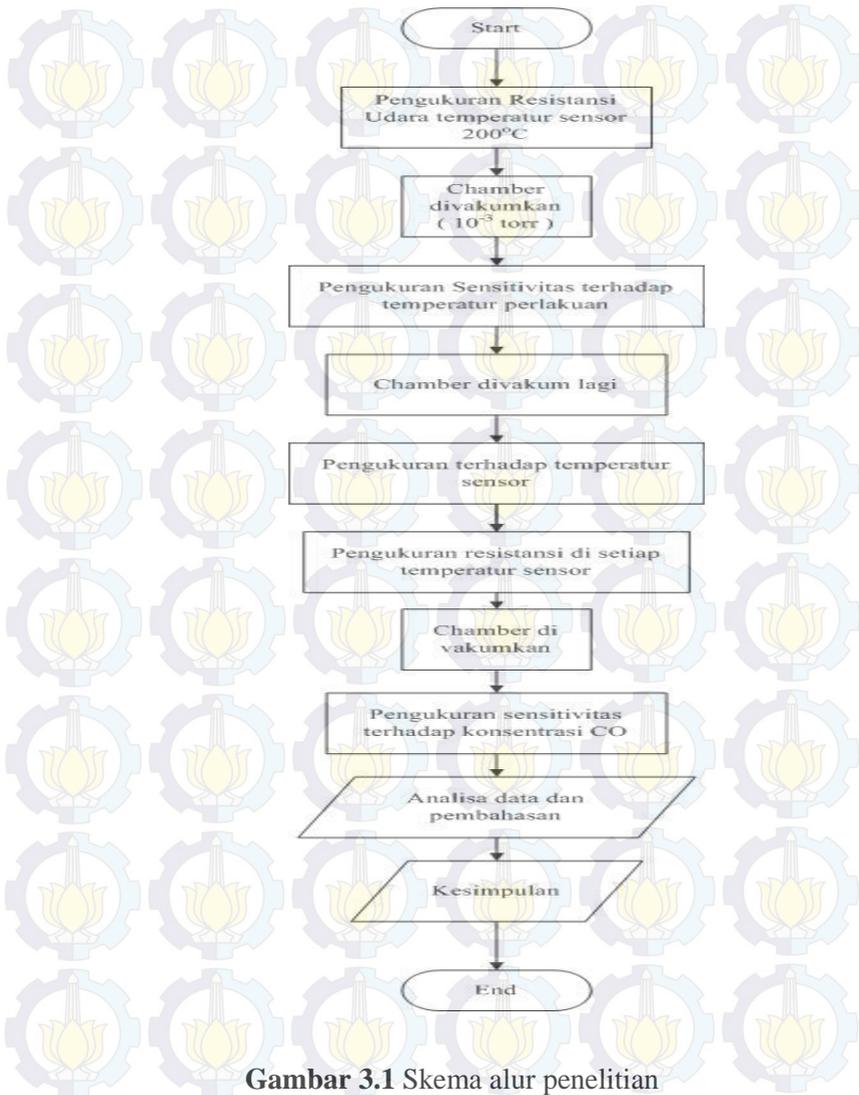
3.3 Flow Chart

3.3.1 Flow Chart Sintesa Tungsten





3.3.2 Flow chart Sensitivity test

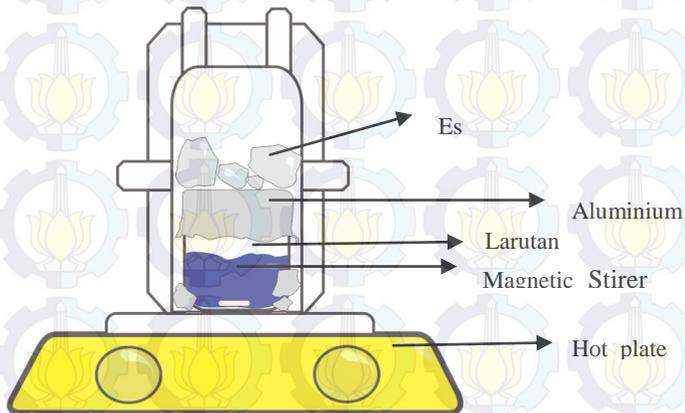


Gambar 3.1 Skema alur penelitian

3.4 Metode Penelitian

3.4.1 Proses sintesa Tungsten Trioksida

Proses sol – gel menghasilkan gel tungsten oxide . ini dapat ditujukan pada flow chart diatas. Tungsten (VI) hexachloride dicampur dengan alkohol sebanyak 100 ml dan ditambahkan larutan NH_4OH 0,5 M sebanyak 10 ml. larutan ini diaduk menggunakan stirrer pada temperature 0°C selama 24 jam yang terlihat pada gambar 3.2



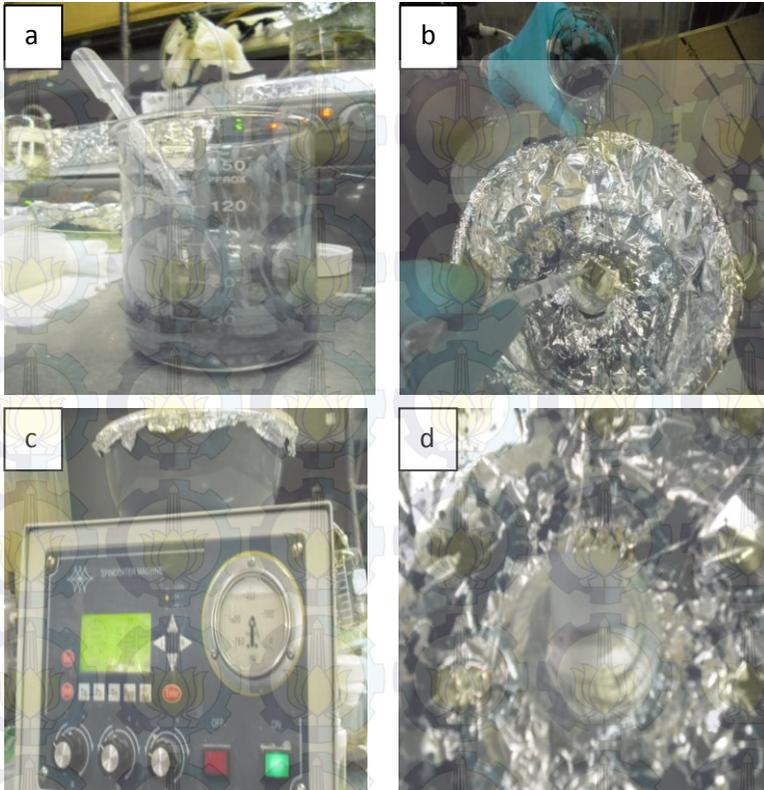
Gambar 3.2 Proses Stirring

Setelah proses stirring dilakukan proses pencucian (de-ionized water) menggunakan aquades untuk menghilangkan ion chloride. Pencucian ini dilakukan beberapa kali hingga ion chloride tidak terdeteksi lagi menggunakan larutan 0,1 M perak nitrat (AgNO_3) yang berupa endapan putih AgCl . Endapan dipisahkan dari larutan yang tersisa dengan menggunakan *centrifuge machine*. Endapan yang didapatkan kemudian dipeptisasi dengan ammonium hidroksida (NH_4OH) dan ditambahkan surfactant sebanyak $50\ \mu\text{l}$ (sigma, triton x-100) ke

dalam larutan. Diperoleh tungsten trioksida gel. Gel tungsten trioksida ini kemudian di bentuk thin film.

3.4.2 Proses pembentukan Thin Film

Tungsten trioksida gel yang didapatkan kemudian dibentuk menjadi thin film, menggunakan mesin spin coater. Spin coating ini adalah metode yang telah digunakan beberapa dekade untuk aplikasi material yang berbentuk thin film. Prinsip kerja dari spin coating ini adalah dengan menempatkan atau mendepositkan cairan /gel pada substrat di bagian tengahnya dan diputar dengan kecepatan tertentu. Dengan adanya gaya sentrifugal, menyebabkan cairan/ gel menyebar rata pada substrat. Ketebalan akhir dari thin film ini ditentukan oleh beberapa faktor yakni: viskositas dari cairan, kecepatan rotasi, percepatan, tegangan permukaan. Pada kasus ini, substrat yang digunakan adalah substrat alumina (Al_2O_3) yang ditempatkan pada sebuah holder dimana holder ini terdapat gaya tarik yang diakibatkan oleh pompa vakum sehingga substrat tidak terlepas dari holder saat holder berputar. Lalu tepat diatas bagian tengah dari substrat diberi gel dari tungsten trioksida dalam jumlah yang tidak begitu banyak. Dan kemudian holder diputar dengan kecepatan 2000 rpm selama 2 menit. Proses pembentukan film ini dapat dilihat pada gambar 3.3.

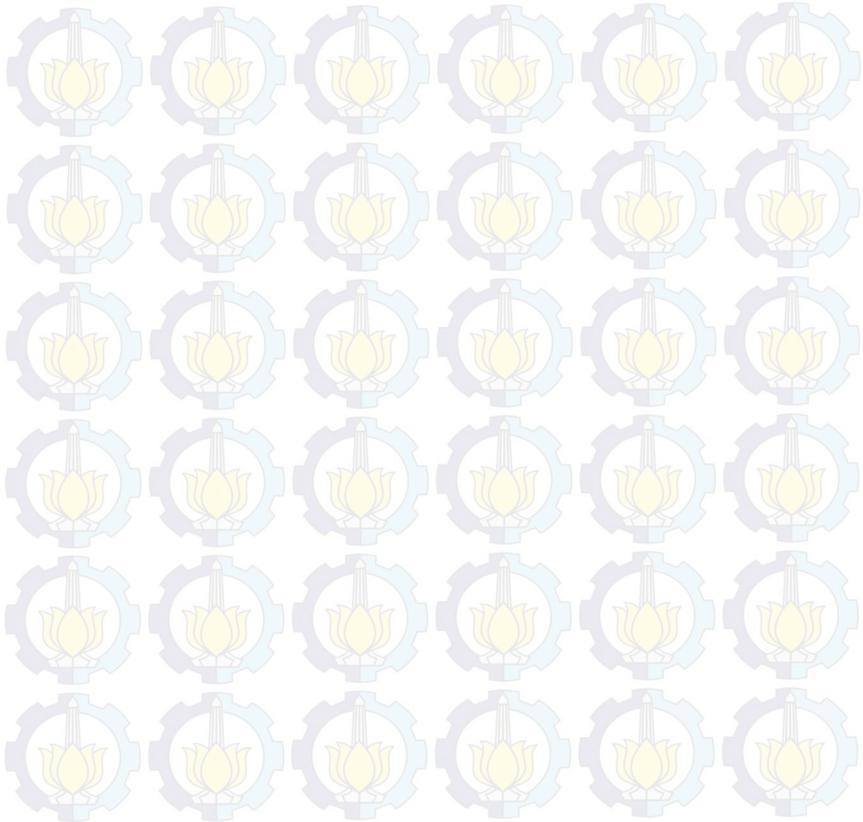


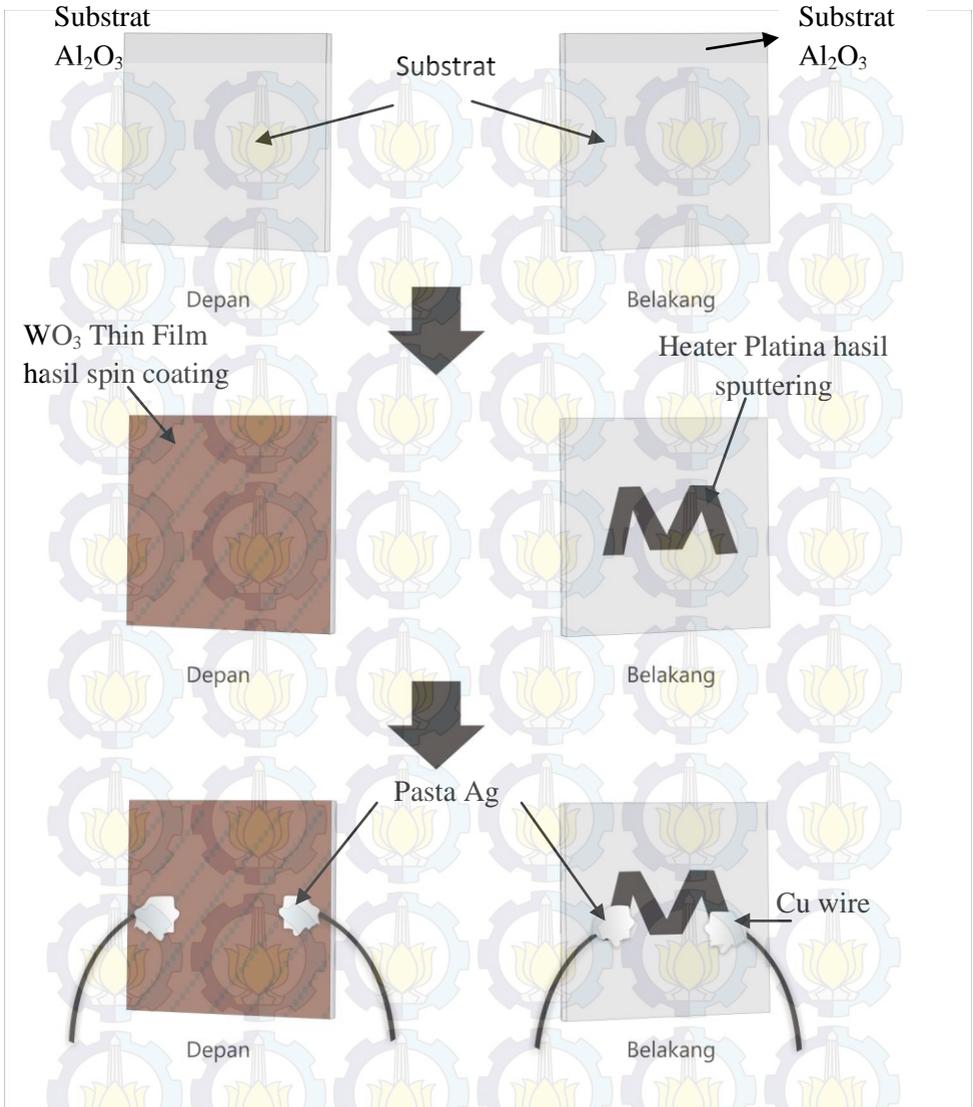
Gambar 3.3 Tahapan Spin coating (a) gel tungsten trioksida (b) proses pemberian gel pada substrat bagian tengah (c) proses penyetingan kecepatan putar sebesar 2000 rpm (d) hasil spin coating

3.4.3 Proses Fabrikasi sensor

Proses fabrikasi dari sensor gas ini yakni substrat yang sudah terisi dengan film kemudian disambungkan dengan sebuah kabel tembaga pada bagian film dan heater yang berguna untuk mengalirkan arus dan panas ke sensor. Kemudian diukur

perubahan resistansi pada thin film saat udara dan juga pada saat dialirkannya gas karbon monoksida menggunakan sebuah alat yakni potensiostat. Pada bagian dari belakang thin film yang hanya terdapat substrat Al_2O_3 di bentuk heater yang dilapisi oleh Platina dengan bentuk pola menyerupai bentuk tertentu sehingga dari hasil pelapisan ini mempunyai harga resistansi tertentu yang akan dapat mengaliri arus ke lapisan platina tersebut dan akan menghasilkan panas yang akan mempengaruhi sensitivitas thin film terhadap gas karbon monoksida.

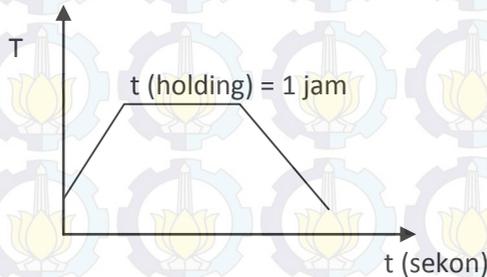




Gambar 3.4 Prosedur Fabrikasi Material Sensor

3.5 Proses Kalsinasi

Proses kalsinasi dilakukan dalam furnace dengan variasi temperatur $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan waktu tahan (holding time) selama 1 jam dan dilakukan pendinginan temperatur kamar.



Gambar 3.5 Grafik Proses Kalsinasi

3.6 Pengujian

3.6.1. Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope adalah jenis mikroskop elektron yang menampilkan gambar permukaan sampel dengan memindai sinar elektron berenergi tinggi dalam pola raster scan. Elektron berinteraksi dengan atom-atom menghasilkan sinyal yang berisi informasi tentang topografi permukaan sampel, komposisi dan sifat-sifat lain seperti konduktivitas listrik. SEM dapat menghasilkan gambar resolusi sangat tinggi dari permukaan sampel, mengungkapkan rincian tentang ukuran kurang dari 1-5 nm. Mikrograf SEM menghasilkan karakteristik penampilan tiga dimensi yang berguna untuk memahami struktur permukaan dari sampel.



Gambar 3.6 Scanning Electron Microscope

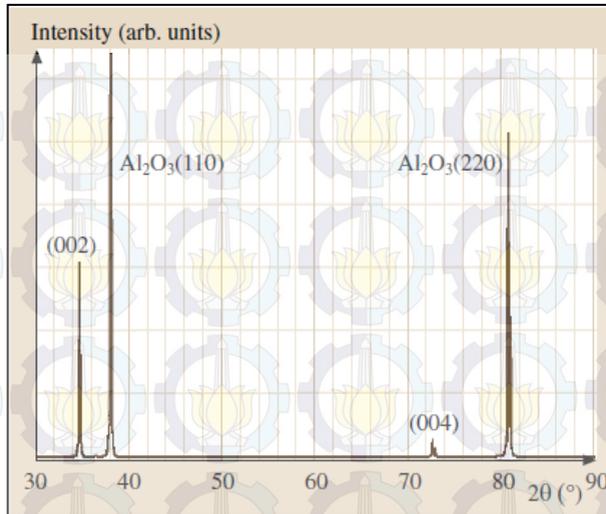
SEM dapat menghasilkan gambar resolusi sangat tinggi dari permukaan sampel, mengungkapkan rincian tentang ukuran kurang dari 1-5 nm. Mikrograf SEM menghasilkan karakteristik penampilan tiga dimensi yang berguna untuk memahami struktur permukaan dari sampel. Beragam pembesaran, dari sekitar 10 kali hingga 100.000 kali. Backscattered Electron (BSE) adalah dimana elektron yang tercermin dari sampel oleh hamburan elastis. BSE sering digunakan dalam analisis SEM dengan spektrum yang terbuat dari sinar-X. Gambar BSE dapat memberikan informasi tentang distribusi unsur-unsur yang berbeda dalam sampel. Untuk alasan yang sama, BSE dapat mencitrakan gambar koloid emas immuno-label dari diameter 5 - 10 nm yang sulit untuk dideteksi dalam gambar elektron sekunder. Sinar-X dipancarkan ketika menghapus berkas elektron sebuah permukaan elektron dari sampel, menyebabkan energi elektron yang lebih tinggi untuk mengisi permukaan dan melepaskan energi. Sinar-X ini

digunakan untuk mengidentifikasi dan mengukur komposisi dalam sampel.

3.6.2 Pengujian X-ray Diffraction (XRD)

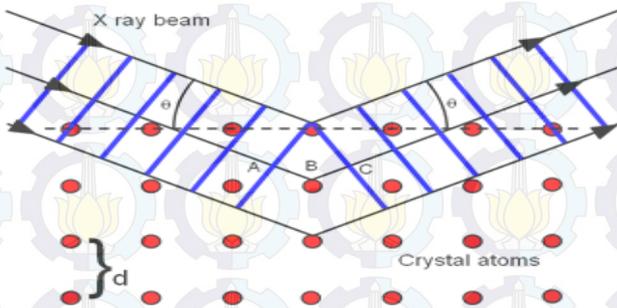
XRD merupakan salah satu alat pengujian material yang biasanya digunakan untuk identifikasi unsur/senyawa (analisis kualitatif) dan penentuan komposisi (analisis kuantitatif). Analisis yang dilakukan berhubungan dengan alat ukur yang lain misal SEM ataupun TEM. Pengamatan dengan mikroskop akan menjelaskan bagaimana distribusi fasa yang teridentifikasi berdasarkan hasil XRD. Sehingga untuk keperluan identifikasi material yang tidak diketahui, e.g. material baru hasil reaksi, maka cukup dilakukan dua pengujian tersebut.

Posisi puncak dalam pola difraksi sinar-X dapat digunakan untuk menentukan komposisi kimia dan fasa kristal nano partikel. Sebagai contoh Gambar 3.5 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari *nanowires* ZnO.



Sumber: Bushan, Bharat. 2003. "Handbook of Nanotechnology". London Paris Tokyo: Springer-Verlag New York Berlin Heidelberg.

Gambar 3.7 Pola difraksi sinar-X dari *nanowires* ZnO ditumbuhkan pada substrat batu safir



Gambar 3.8 Difraksi sinar-X dari Kristal

Perkiraan yang tepat difraksi dari kristal pada difraksi tiga dimensi adalah kompleks, tetapi Bragg dapat menyederhanakan persamaan dengan menunjukkan bahwa difraksi yang terjadi sejajar dengan bidang kristal. Kondisi dari refleksi tersebut diformulasikan dalam rumus

$$N\lambda = AB + BC = 2 BN \sin \theta$$

$$N\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots(3.1)$$

Perumusan di atas dapat disebut Hukum Bragg. Pantulan dari sinar difraksi tergantung pada tekstur kisi itu sendiri. Pada kristal kubik simetri, ukuran dari struktur sel dilambangkan dengan (*a*), sedangkan sudut yang didapat dari difraksi sinar pada permukaan kristal dilambangkan dengan (*hkl*). Selanjutnya dapat dirumuskan dengan:

$$d_{(hkl)} = \frac{a}{\sqrt{(h^2+k^2+l^2)}} \dots\dots\dots(3.2)$$

Di antara sumber-sumber radiasi yang dapat dipergunakan untuk difraksi kristal, berkas sinar-x adalah yang paling layak ditinjau dari kesederhanaan teknik pembangkitnya serta maksimalnya hasil difraksi dalam memberikan informasi tentang struktur kristal.

Berkas sinar pertama dan kedua memiliki beda lintasan sebesar ($2d \sin \theta$) untuk sampai pada titik pengamatan. Agar terjadi interferensi yang konstruktif (saling menguatkan), maka beda lintasan yang bersangkutan haruslah merupakan kelipatan bulat dari panjang gelombang sinar-x tersebut. Ini berarti:

$$2d \sin \theta = n\lambda ; n = ,2,3 \dots\dots\dots(3.3)$$

yang disebut syarat Bragg. Dimana *d* adalah jarak antar bidang (*hkl*) yang sama, θ adalah sudut difraksi, dan λ adalah panjang gelombang sinar-x yang digunakan. Dalam difraktometer sinar-x, posisi kristal sedemikian sehingga pengukuran dilakukan pada sudut 2θ , yaitu sudut yang dibentuk oleh sinar hambur. *d* dan λ memiliki orde yang sama, yaitu beberapa angstrom. Sembarang

radiasi dengan orde panjang gelombang beberapa angstrom bisa dipakai untuk difraksi atomik.

Dengan demikian, pengukuran yang bersangkutan menghasilkan data intensitas berkas sinar hambur (I) dan sudut difraksi (2θ). Dari data yang dihasilkan, dapat dihitung jarak antar bidang dari bidang-bidang yang mendifraksikan berkas sinar-x (Freeman, W.H. 1963.). Dengan demikian, melalui difraksi sinar-x dapat diketahui beberapa parameter kisi dan struktur kristal dari cuplikan yang diamati. Dengan karakter sinar-x yang panjang gelombangnya hanya 10-12 meter sangat memungkinkan untuk masuk ke dalam dunia molekuler. Bila sebuah kristal yang terdiri atas atom-atom yang tersusun rapi ditembak dengan sinar-x, setiap atom yang ada akan membelokkan setiap gelombang sinar-x yang mengenainya dan menghasilkan pola titik-titik yang dapat diartikan sebagai peta letak setiap atom dalam kristal tersebut. Gelombang sinar-x yang mengenai sebuah benda akan terbelokkan dan gelombang yang terbelokkan ini akan saling berinteraksi.. Kemudian dengan rumus transformasi Fourier, titik-titik yang tampaknya tak berarti ini kembali diubah menjadi kurva meliuk-liuk yang berlapis-lapis, yang disebut peta kepadatan elektron. Bentuk kurva inilah yang merupakan bentuk molekul yang diselidiki.

Analisis kualitatif adalah proses indentifikasi unsur-unsur yang ada dalam sampel. Analisis kuantitatif bertujuan untuk menjawab berapa banyak unsur X, Y dan Z yang ada dalam sampel. Dalam rumusan yang sederhana, analisis kualitatif dilakukan dengan cara menentukan energi dari puncak yang ada dalam spektrum dan membandingkan dengan tabel energi emisi sinar-x dari unsur-unsur yang sudah diketahui. Dalam peralatan modern hal ini tidak perlu dilakukan karena komputer secara otomatis akan memberikan simbol unsur untuk setiap puncak pada spektrum. Analisa kuantitatif tidak hanya menjawab unsur apa yang ada dalam sampel tetapi juga konsentrasi unsur tersebut. Untuk melakukan analisa kuantitatif maka perlu dilakukan beberapa proses seperti: meniadakan *background*, *dekonvolusi*

peak yang bertumpang tindih dan menghitung konsentrasi unsur.(Abdullah)

Tabel 3.1 Informasi Yang Terkandung Dalam Karakter Tinggi, Posisi Serta Lebar Dan Bentuk Puncak Difraksi (Pratapa, 2004).

No	Karakter	Informasi dari material	Informasi dari instrument
1	Posisi puncak (2θ)	<ul style="list-style-type: none"> • Fasa kristal/identifikasi • Struktur kristal • Parameter kisi • Regangan seragam 	<ul style="list-style-type: none"> • Kesalahan 2θ • Ketidaktepatan penempatan sampel
2	Tinggi puncak (intensitas)	<ul style="list-style-type: none"> • Identifikasi • Komposisi • Hamburan tak koheren • <i>Extinction</i> • <i>Preferred-orientation</i> 	
3	Lebar dan bentuk puncak	<ul style="list-style-type: none"> • Ukuran kristal (bukan partikel atau grain) • Distribusi ukuran 	<ul style="list-style-type: none"> • Duplet radiasi • Divergensi aksial • Kedataran permukaan sampel

Pada penelitian ini diperlukan suatu analisa lanjut untuk memperoleh pengaruh dari ukuran kristal terhadap fasa yang terbentuk. Analisa lanjut yang dilakukan adalah identifikasi fasa serta analisis kuantitatif. Dalam perkembangannya, analisis dilakukan dengan memanfaatkan kemajuan teknologi perangkat

keras untuk pengukuran data dan perangkat lunak untuk pengolahan berupa identifikasi fasa dan ekstraksi data untuk analisis lanjut. Hasil analisis lanjut akan menghasilkan tiga karakter utama yang memberikan gambaran kondisi pengukuran serta sifat-sifat kristal yaitu posisi, tinggi serta lebar dan bentuk puncak difraksi.

3.6.3 Pengujian BET

Analisis BET bertujuan untuk menjelaskan adsorpsi fisik molekul gas pada permukaan yang solid, serta berfungsi sebagai dasar yang sangat penting untuk teknik analisis pengukuran luas dari material secara spesifik. Pada tahun 1938, Stephen Brunauer, Paul Hugh emmett, dan Edward Teller menerbitkan sebuah artikel tentang teori BET. Teori analisis BET merupakan perpanjangan dari teori Langmuir yang merupakan teori untuk adsorpsi molekul monolayer. Persamaan BET dinyatakan sebagai berikut :

$$\frac{1}{v[(P_0/P) - 1]} = \frac{c - 1}{v_m c} \left(\frac{P}{P_0} \right) + \frac{1}{v_m c} \dots\dots\dots (3.4)$$

Luas permukaan dari sampel baik berupa bubuk atau padat dapat dihitung dari volume gas yang terserap ke permukaan. Secara umum, padatan menyerap gas yang terikat secara perlahan karena efek dari gaya Van der Waals sehingga area permukaan pengukuran dapat dilihat dari banyaknya gas yang teradsorpsi. Ardsopsi terus terjadi sampai konsentrasi dalam fasa gas setimbang. Metode data dari BET terdiri dari dua poin yaitu proses isoterm (adsorpsi) dan total luas permukaan BET (single/multi poin).



Gambar 3.9 BET Analyzer

3.6.4 Pengujian Sensitivitas

Pengujian ini dilakukan pada sebuah ruang vakum (chamber) atau sering disebut dynamic gas installation yang terbuat dari stainless steel. Chamber ini terdiri dari beberapa bagian yakni : sebuah *valve* (katup) untuk membuka atau menutup aliran gas yang akan diukur, dalam hal ini gas karbon monoksida, ada juga *pressure gauge* yang digunakan untuk mengukur tekanan dari gas yang diinginkan saat dialirkan, terdapat beberapa *wire* (kabel) yang ujung-ujung kabelnya akan dihubungkan pada kedua bagian sisi sampel sedangkan diujung lainnya akan dihubungkan pada sebuah potensiostat dan heater controller. Pada chamber terdapat juga bagian yang berbentuk tabung untuk tempat sampel dan dikelilingi pemanas pada bagian luarnya yang disambungkan melalui wire ke heater controller dan ini disambungkan pada heater sampel sehingga sensor dapat mensuplai panasnya sendiri

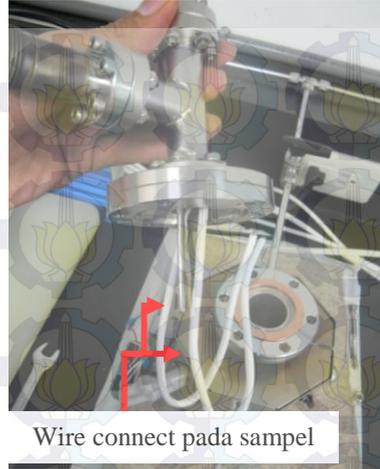
Dalam pengujian sensitivitas ini berdasar pada perumusan dasar sensitivitas yakni :

$$S = (R_g - R_o) / R_o.$$

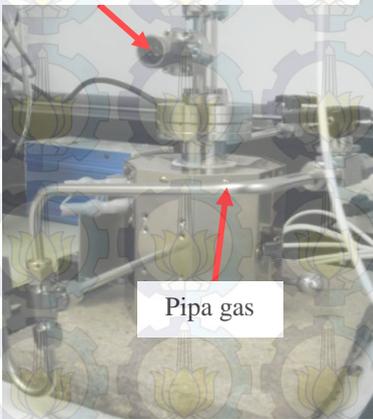
Dengan mengacu pada perumusan diatas, bahwa dalam perhitungan sensitivitas sebuah material sensor ini, diukur dari perbandingan resistansi sensor saat sensor dialirkan gas karbon monoksida dengan resistansi sensor saat dalam keadaan udara tanpa adanya gas karbon monoksida. Pertama mengukur pengaruh temperature kalsinasi terhadap material sensor tungsten trioksida thin film yang paling sensitive menggunakan temperature sensor 200°C pada konsentrasi 200 ppm. Dari awalnya temperature sensor yang temperature kamar, kemudian dinaikkan menjadi temperature sensor 200°C, dan diukur resistansinya udaranya. kemudian chamber di vakumkan menggunakan pompa vakum sampai dengan 10⁻³ torr, lalu gas karbon monoksida 200 ppm dialirkan ke chamber, di ukur resistansinya. Diketahui lah sensitivitas yang optimum pada temperature kalsinasi, kemudian dilanjutkan dengan melanjutkan pengukuran sensitivitas terhadap pengaruh temperature sensor. Chamber divakumkan lagi hingga 10⁻³ torr. Temperature sensor diturunkan hingga 100°C. diukur kembali resistansi thin film (yang optimum pada pengukuran sebelumnya) pada udara. Chamber divakumkan lagi, kemudian dialirkan gas karbon monoksida dan diukur resistansinya pada gas karbon monoksida (CO). Hal yang sama dilakukan pada temperature 30°C. lalu diketahui temperature sensor optimum untuk mendapatkan *high sensitivity*. Dilanjutkan lagi pengukuran pada pengaruh konsentrasi (ppm) dari karbon monoksida. Chamber divakumkan kembali, lalu dinaikkan kembali temperature sensor (sesuai hasil yang didapatkan di pengukuran sebelumnya), diukur kembali resistansi udaranya. Setelah itu divakum kembali hingga 10⁻³ torr dan dialirkannya gas karbon monoksida dengan konsentrasi 100 ppm, lalu diukur resistansi gas karbon monoksida. Dengan

resistansi- resistansi yang telah diketahui sesuai alur pengukuran ini, didapatkan sensor pada temperature kalsinasi, temperature sensor dan konsentrasi (ppm) gas karbon monoksida mendeteksi gas karbon monoksida dengan optimum (*high sensitivity*). Dengan rangkaian yang seperti gambar 3.10, pengambilan data mengenai pengujian sensitivitas dapat dilakukan dengan lancar dan *safety*, karena dalam pengujiannya pun diperlukan sebuah detector gas karbon monoksida yang portable untuk mendeteksi kebocoran dalam pengujian. Pengujian ini dilakukan pada waktu pagi hari sampai menjelang sore dan di lakukan dalam ruang terbuka.

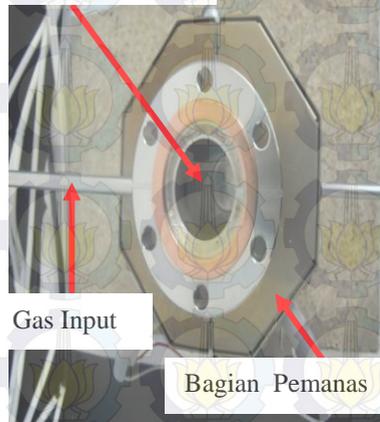
Pressure gauge



wire connect pada potensiostat



Tempat Sampel



Gambar 3.10 chamber dan bagian penyusunnya

BAB IV PEMBAHASAN

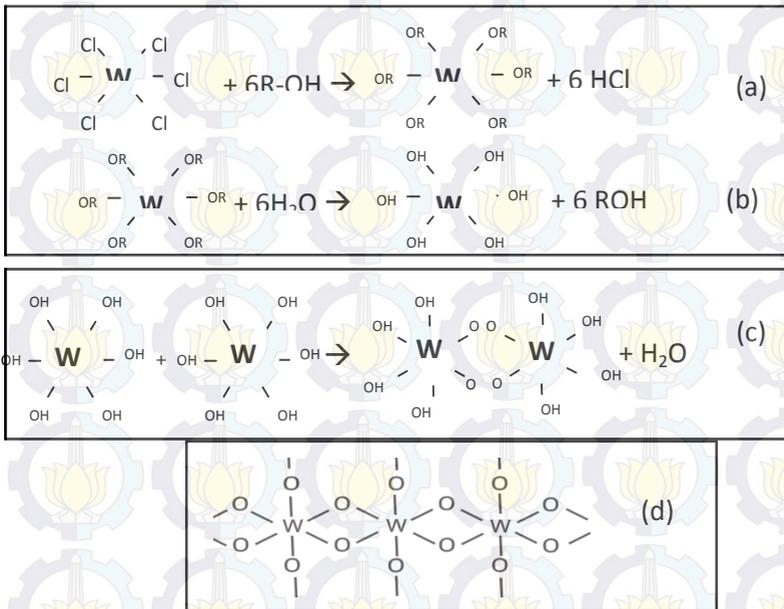
4.1 Sintesis Tungsten trioksida (WO_3)

Sintesa nano partikel WO_3 dapat dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel yang merupakan salah satu metode yang paling sukses dalam mereparasi material oksida logam berukuran nano. Proses sol-gel ini meliputi 2 mekanisme yaitu, proses sol dan gelasi. Namun sebelum 2 mekanisme tersebut berlangsung, diawali dengan pembentukan precursor. Pembentukan precursor dimulai dengan dilarutkannya 7 gr tungsten (VI) hexachloride (WCl_6) dengan 100 mL ethanol (C_2H_5OH). Proses ini menghasilkan larutan yang berwarna kuning muda dengan endapan di dalamnya, dimana beberapa saat kemudian akan berubah warna menjadi biru muda. Ammonium Hidroksida (NH_4OH) sebanyak 10 ml kemudian ditambahkan ke dalam larutan yang telah berwarna biru muda tersebut, kemudian diaduk beberapa saat. Penambahan ammonium Hidroksida (NH_4OH) ini membuat larutan seketika menjadi biru pekat dan kental karena disertai dengan terbentuknya endapan dalam larutan. Larutan kemudian mengalami proses pengadukan selama 24 jam pada temperature es. Selama proses pengadukan dengan stirrer, kestabilan pengadukan harus benar-benar terjaga, untuk mendapatkan homogenitas dari larutan yang dihasilkan. Dari proses pengadukan yang dilakukan akan dihasilkan larutan dengan endapan yang semakin banyak.

Selama proses pengadukan ini, terjadi proses pembentukan precursor yang memiliki ikatan alkil sebagai penyusunnya. Unsure logam yang telah berikatan dengan alcohol dan membentuk ikatan alkil inilah yang akan menjadi precursor dalam pembentukan nano kristal tungsten trioksida (WO_3). Setelah pengadukan selama 24 jam, maka larutan biru pekat yang dihasilkan ditambahkan aquades (H_2O). Gambar 4.1 menunjukkan mekanisme reaksi pembentukan WO_3

Proses hidrolisis precursor yang merupakan langkah awal pembentukan sol, terjadi pada saat terikatnya ion H^+ bersama ion logam menggantikan posisi ikatan alkil yang terbentuk sebelumnya. Penambahan H_2O dilakukan hingga seluruh logam W berikatan dengan OH^- . Penambahan H_2O ini juga berfungsi untuk menghilangkan kandungan Cl^- yang masih terdapat pada larutan dan merupakan unsur yang tidak diperlukan.

Unsur W yang telah berikatan dengan OH^- akibat penambahan H_2O , kemudian akan saling berikatan dengan melepaskan ion H^+ nya dan kemudian akan menyisakan ikatan antara O-W-O. proses ini dinamakan dengan proses *kondensasi* yang merupakan tahapan kedua proses pembentukan sol. Dengan adanya hasil dari proses kondensasi inilah maka dapat dikatakan bahwa terjadi proses pembentukan sol.



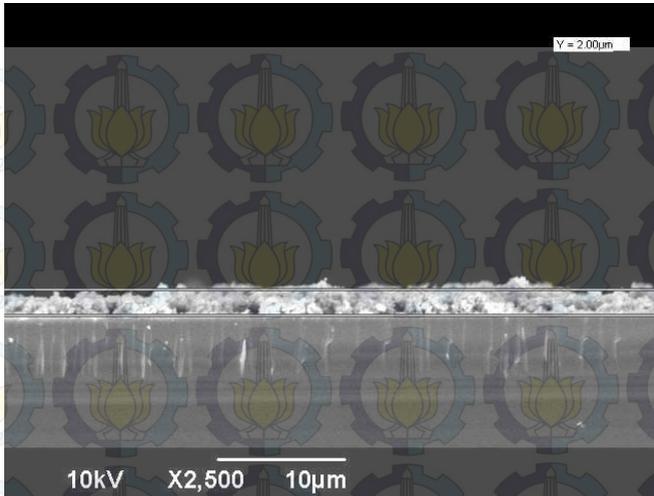
Gambar 4.1 (a) Reaksi pembentukan precursor, (b) Hidrolisa, (c) Kondensasi, (d) Polimerisasi saat gelasi WO_3

ikatan yang telah membentuk struktur tiga dimensi dari proses sol nantinya akan membentuk endapan pada larutan. Pembentukan ikatan yang menghasilkan ikatan tiga dimensi inilah yang dinamakan proses gelasi. Proses penambahan air dihentikan ketika larutan yang telah mengendap, tidak mengalami perubahan warna dan tidak terbentuk endapan putih di dalamnya, disaat sampelnya diambil untuk ditetesi AgNO_3

Selesai dengan proses penambahan air dan gelasi, larutan kemudian *dicentrifuge* dengan kecepatan 2000 rpm selama 1 jam untuk memisahkan antara larutan dengan endapan. Setelah proses centrifuge, didapatkan cairan yang terpisah dari endapannya, kemudian cairannya dibuang dan Endapan dikeluarkan dengan cara peptisasi menggunakan ammonium hidroksida (NH_4OH) untuk mendispersi kembali endapannya menjadi suatu system koloid, sehingga lebih mudah dalam pengambilan pada tabung centrifuge dan ditambahkan $50\mu\text{L}$ surfactant (Triton X-100) untuk menurunkan tegangan permukaan sehingga suspensi koloid terbentuk homogen dan sempurna (koloid yang terbentuk makin merata). Akhir dari proses ini merupakan langkah akhir dari sintesa Tungsten trioksida (WO_3) menggunakan metode sol –gel.

4.2 Pembuatan Thin film

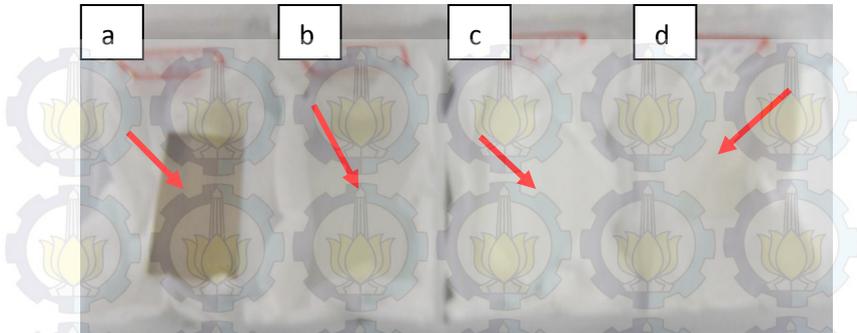
Gel yang didapatkan dari proses sol – gel ini kemudian dijadikan thin film di atas substrat alumina (Al_2O_3) dengan luas penampang $2 \times 2 \times 0,1$ mm menggunakan metode spin coating. Cara pelapisan yakni, dengan meletakkan substrat alumina diatas mesin spin coater lalu substrat ditetesi dengan tungsten trioksida gel secara merata dan diputar dengan kecepatan 2000 rpm dalam waktu 120 detik. Ketebalan thin film tungsten trioksida yang dihasilkan dari spin coating adalah $2\mu\text{m}$, ini dapat dilihat pada gambar 4.2 dibawah ini :



Gambar 4.2 Ketebalan dari thin film dilihat dari cross section

kemudian thin film yang dihasilkan ini, ditempatkan di sebuah crucible lalu dimasukkan ke dalam furnace untuk diberi perlakuan kalsinasi dengan variasi temperature 300°C, 400°C, 500°C dan 600°C selama 1 jam. Kalsinasi ini bertujuan untuk dekomposisi termal, transisi fasa, dan penghapusan fraksi volatile, serta berfungsi untuk mengeliminasi senyawa yang berikatan secara kimia pada tungsten trioksida film. Kalsinasi berperan juga dalam proses penghilangan air, karbon dioksida atau gas lain

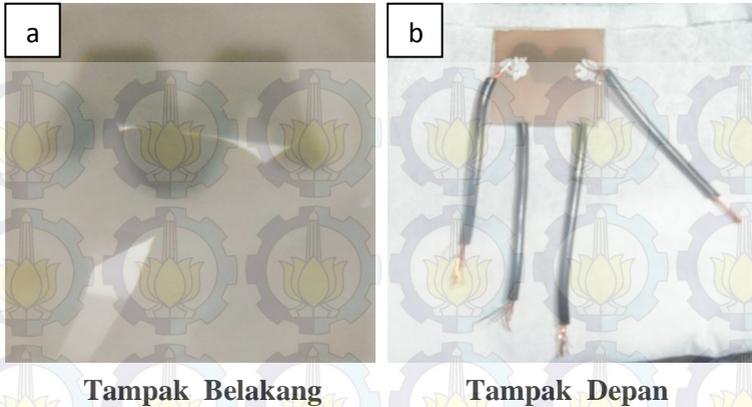
Setelah proses kalsinasi, dilakukan pengamatan secara makro yang menunjukkan perbedaan warna yang mencolok pada thin film. Dengan semakin tinggi temperature kalsinasi, semakin terang warna film pada substrat alumina seperti pada gambar 4.3 dibawah ini



Gambar 4.3 Hasil pelapisan nano material WO_3 di atas substrate alumina setelah diproses kalsinasi dengan variasi temperature (a) $300^\circ C$ (b) $400^\circ C$ (c) $500^\circ C$ (d) $600^\circ C$

4.3 Fabrikasi Chip Sensor Gas Karbon Monoksida

Thin film yang sudah diberi perlakuan kalsinasi dengan berbagai variasi temperature ini kemudian di fabrikasi menjadi sebuah chip sensor yang akan diuji sensitivitasnya dalam sebuah chamber. Thin film ini diberi sensor device yakni kabel tembaga dengan menggunakan pasta Ag sebagai bahan perekat antara kabel dengan thin film. Pada bagian film, kabel akan disambungkan pada sebuah alat potensiostat yang digunakan untuk mengukur resistansi dari thin film saat dialirkan gas karbon monoksida. Sedangkan pada bagian belakang thin film (substrat), disputtering platina dengan pola tertentu sebagai heater. Kabel tersebut disambungkan pada setiap ujung dari heater. Kabel ini akan disambungkan pada sebuah thermocouple dan heat controller untuk mengatur dan mensuplai panas ke heater. Hasil dari fabrikasi sensor dapat dilihat pada gambar 4.5 sebagai berikut :



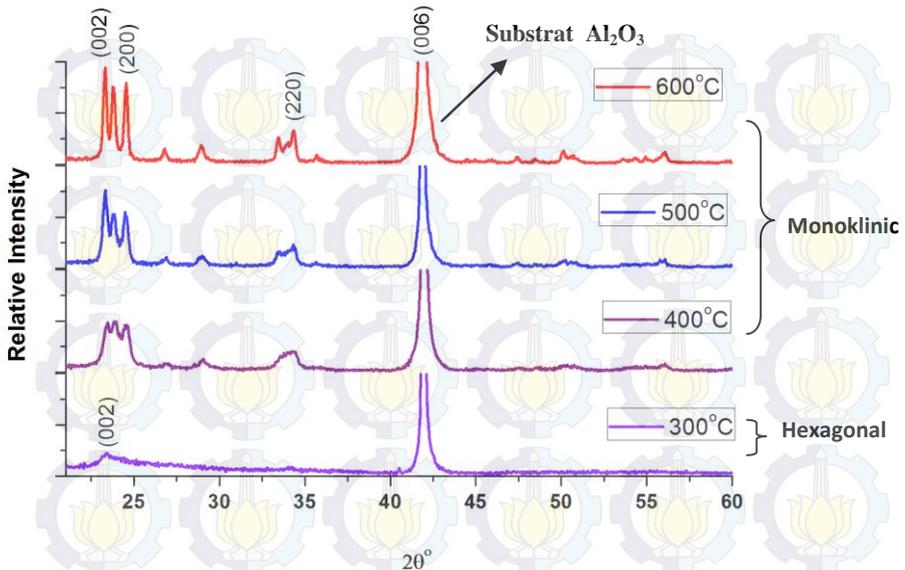
Gambar 4.4 (a) Heater sensor yang menggunakan sputtering platina, (b) thin film yang sudah difabrikasi

Untuk mengetahui lebih lanjut tentang property yang dimiliki oleh material tungsten trioksida sebagai sensor gas karbon monoksida, maka diperlukan adanya analisa lebih lanjut mengenai akibat perbedaan pemberian variasi temperatur kalsinasi. Uji *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk pada masing-masing variasi temperatur kalsinasi serta perubahan struktur yang terjadi. Sedangkan uji *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan dan bentuk partikel dari sampel yang terbentuk dari tiap-tiap perlakuan. Uji *Brauner Emmet Teller* (BET) dilakukan untuk mengetahui luas permukaan dari partikel Tungsten Trioksida yang terbentuk (WO_3). Sedangkan untuk mengetahui sensitivitas terhadap gas karbon monoksida dapat dilakukan dengan menggunakan potensiostat dengan mengetahui perubahan resistansi yang terjadi ketika sebelum dan sesudah di aliri gas CO.

4.4 Hasil

4.4.1 Analisa XRD

Pengujian XRD dilakukan pada sampel thin film berukuran $1 \times 1 \text{ cm}^2$ dengan menggunakan D8 DISCOVER . Sampel ditembakkan dengan sinar- X pada range sudut panjang antara $20^\circ - 90^\circ$ dan menggunakan panjang gelombang(λ) 1.54056\AA . Kurva XRD digunakan untuk menganalisa tahapan perubahan struktur kristal setelah mengalami proses kalsinasi. Dari gambar 4.5 dibawah ini menunjukkan bahwa hasil uji XRD pada thin film menunjukkan perubahan tinggi puncak. Secara umum, pola XRD menunjukkan puncak-puncak yang semakin tajam dan intensitas yang semakin tinggi dengan dengan kenaikan temperatur. Pada gambar 4.5 dapat dilihat pada temperatur kalsinasi 300°C pola XRD nya memiliki puncak lebih lebar dengan intensitas yang lebih rendah daripada pola XRD pada temperature kalsinasi 400°C , 500°C dan 600°C , ini menunjukkan strukturnya menyerupai material yang masih bersifat *semicrystalline*. Hal ini disebabkan karena masih adanya kandungan air kimiawi (air kristal) pada sampel tersebut. Dengan kenaikan temperatur, air kimia (air kristal) akan berkurang sehingga struktur material mendekati bentuk kristal seperti ditunjukan pada pola XRD temperatur kalsinasi 400°C , 500°C dan 600°C dengan puncak yang tajam dan memiliki intensitasnya yang tinggi.



Gambar 4.5 Pola XRD pada thin film tungsten trioksida pada berbagai variasi temperature kalsinasi

Pola XRD pada gambar 4.5 menunjukkan bahwa pada temperature 300°C masih bersifat semikristalin sehingga dapat dilihat terdapat banyak noise dan puncaknya masih lebar. Puncak tertinggi kristal pada temperatur kalsinasi 300°C pada sudut $2\theta = 23.197^\circ$ dengan orientasi (002) dimana strukturnya berupa hexagonal (JCPDS card nomor 85-2549).

Sedangkan pada saat temperatur 400°C, 500°C dan temperatur 600°C strukturnya adalah monoklinik. Puncak – puncak tertingginya berada pada sudut $2\theta = 23.117^\circ$ orientasi kristal (002), $2\theta = 23.583^\circ$ orientasinya (020), $2\theta = 24.367^\circ$ orientasinya (200), $2\theta = 26.593^\circ$ orientasinya (120), $2\theta = 28.927^\circ$ orientasinya (121), $2\theta = 33.261^\circ$ orientasinya (022), $2\theta = 33.565^\circ$ orientasinya (202), $2\theta = 34.167^\circ$ orientasinya (220) (JCPDS card 83-0950). Difraksi yang sangat tajam dimiliki pada sudut $2\theta =$

41.714 dimana merupakan milik dari substrat Al_2O_3 yang mewakili orientasi (006). Pada temperature $400^\circ C$ hingga $600^\circ C$ terjadi pertumbuhan kristal, dan berkurangnya air kimia pada sampel sehingga terlihat adanya perubahan puncak difraksi dimana semakin tinggi temperature, semakin tajam dan tinggi intensitasnya.

Dari pengujian hasil XRD, didapatkan juga pengaruh variasi temperature kalsinasi terhadap ukuran kristal. Ukuran kristal WO_3 thin film dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer.

$$D = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta} \dots \dots \dots (4.1)$$

Dimana λ adalah panjang gelombang radiasi (\AA), B adalah *Full Width at Half Maximum* (rad) dan θ adalah sudut Bragg ($^\circ$).

Tabel 4.1 ukuran kristal thin film dari berbagai temperature kalsinasi

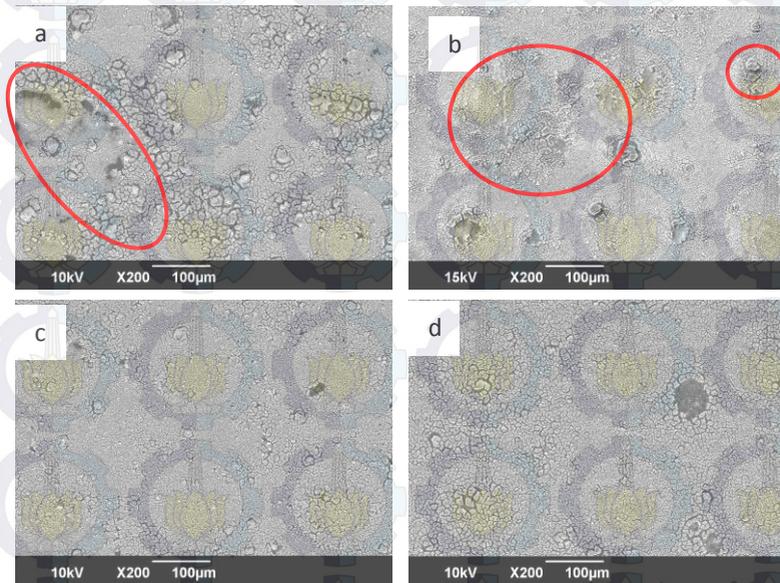
Temperatur	$\lambda(\text{\AA})$	$B(rad)$	$\Theta(^{\circ})$	$Cos \theta$	$D (\text{\AA})$
300	1.54056	0.021	11.625	0.979	67,40
400	1.54056	0.013	11.875	0.978	108.98
500	1.54056	0.0065	11.687	0.979	217.88
600	1.54056	0.0036	11.75	0.979	393.4

Dari perhitungan ukuran kristal didapatkan bahwa ukuran kristal terbesar di dapatkan pada saat perlakuan kalsinasi pada temperatur $600^\circ C$, sedangkan ukuran kristal yang paling kecil di dapatkan pada saat temperature kalsinasi $300^\circ C$. Dari hasil perhitungan ini, dapat diketahui bahwa temperature kalsinasi sangat berpengaruh terhadap struktur dan ukuran kristal. Semakin tinggi temperature kalsinasi, semakin besar pula ukuran kristal yang didapatkan. Ini disebabkan karena proses kalsinasi akan menyebabkan reaksi zat padat, pengkristalan dan terjadi peleburan sehingga ikatan akan terlepas. Sesuai dengan penelitian

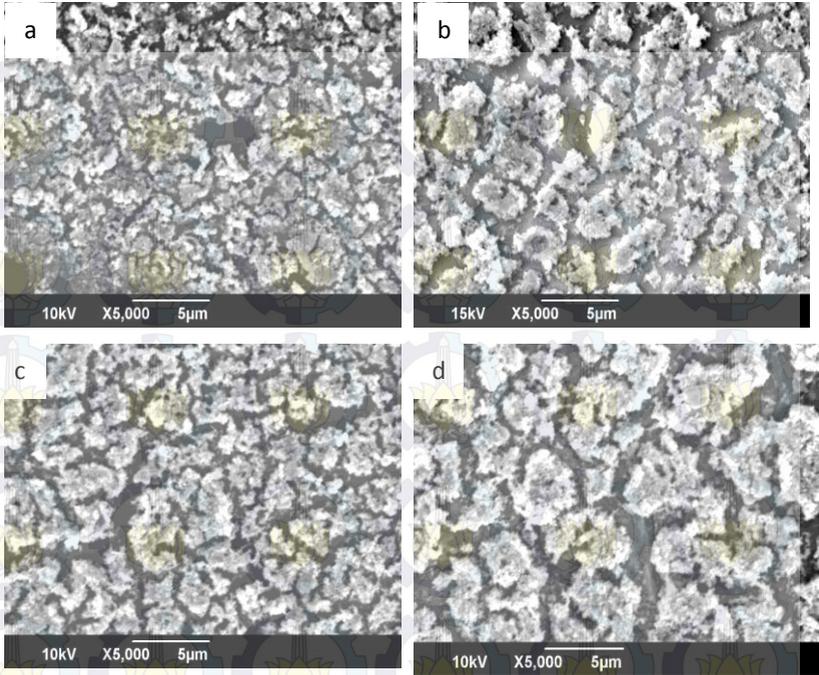
yang telah dilakukan oleh Jang-Hoon Ha dkk., (2008), menyebutkan bahwa pemberian variasi temperatur dan variasi tekanan pada sample material akan memberikan pengaruh besar terhadap struktur dan morfologi pada sample yang dihasilkan.

4.4.2 Hasil SEM

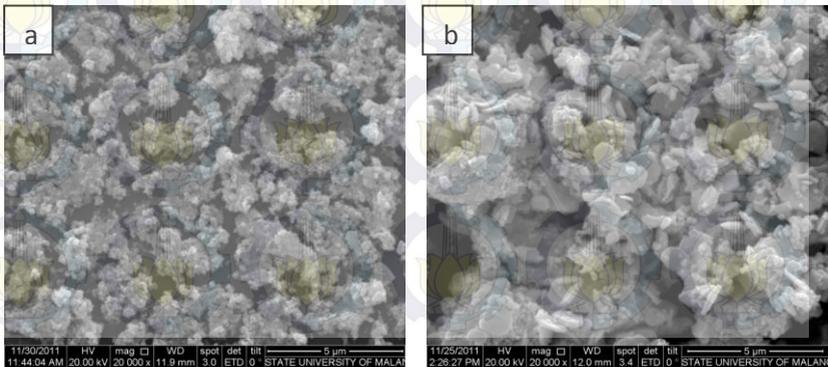
SEM biasanya digunakan untuk menganalisa morfologi suatu material. Gambar 4.7 hingga gambar 4.9 menunjukkan hasil morfologi dari tungsten trioksida film dengan perbesaran yang berbeda – beda setelah dikalsinasi dengan variasi temperature dengan menggunakan alat SEM type JEOL JSM - 6390

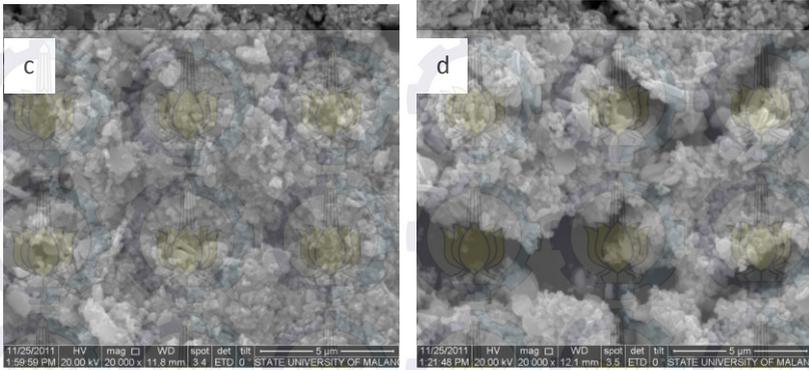


Gambar 4.6 Hasil Foto SEM Thin film tungsten trioksida pada temperatur kalsinasi (a) 300 °C, (b) 400 °C, (c) 500 °C, dan (d) 600 °C dengan perbesaran 200x

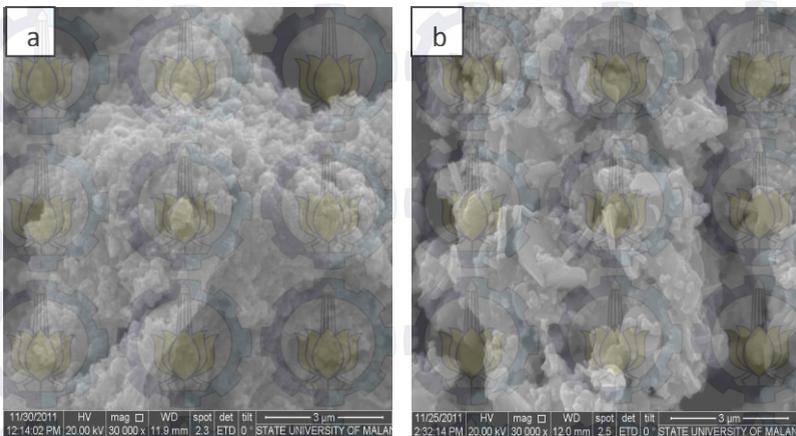


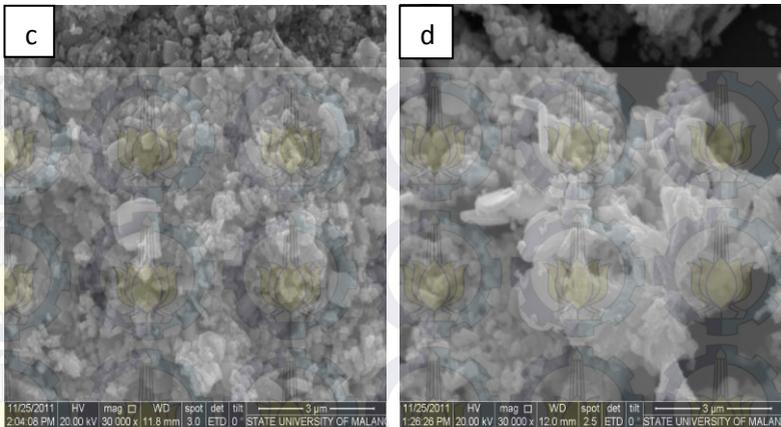
Gambar 4.7 Hasil foto SEM thin Film tungsten trioksida pada temperatur kalsinasi (a) 300°C (b) 400°C (d) 500°C (d)600°C dengan perbesaran 5.000x





Gambar 4.8 Hasil foto SEM Thin film tungsten trioksida pada temperature kalsinasi (a) 300°C (b) 400°C (c) 500°C (d) 600°C dengan perbesaran 20.000x





Gambar 4.9 Hasil foto SEM Thin film tungsten trioksida pada temperature kalsinasi (a) 300°C (b) 400°C (c) 500°C (d) 600°C dengan perbesaran 30.000x

Gambar 4.6 menunjukkan morfologi dari thin film tungsten trioksida, dimana dapat dilihat pada temperature kalsinasi 300°C permukaan dari film sangat tidak rata, karena masih terdapat gumpalan-gumpalan besar yang terlihat seperti batu pada filmnya, disaat temperature 400°C terlihat gumpalan – gumpalan pada thin film mulai berkurang tetapi terlihat adanya perbedaan ketebalan, hal ini dapat dilihat pada gambar yang dilingkari garis merah terdapat perbedaan gradasi warna filmnya. Untuk temperature yang tinggi yakni 500°C dan 600°C, thin film jauh lebih merata dan lebih bagus. Menurut Stefanus Haryo Nugroho, (2011), bahwa agregasi terjadi dikarenakan sifat dari material yang higroskopis dan juga dikarenakan tingginya energi permukaan, sehingga material yang terbentuk membentuk satu kesatuan yang lebih besar seperti pada gambar 4.7.

Pada temperatur rendah agregasi semakin banyak dan membentuk agregasi yang besar seperti pada gambar 4.8 (a), sehingga dapat dikatakan pada gambar 4.8 (a)-(b) dengan perbesaran 20.000x terlihat jelas agregasi dari morfologi tungsten

trioksida film, semakin tinggi temperatur semakin berkurang. Hal ini dapat dilihat pada temperature 600°C, dimana terlihat ukuran dari morfologi terlihat lebih besar akan tetapi terjadi juga pengurangan aglomerasi yang terbentuk pada tungsten trioksida film, selain itu juga bentuk dari agregasi yang ada hanya terdiri dari beberapa partikel yang bertumpuk.

Pada 4.9 (a)- (d) dengan perbesaran 30.000x menunjukkan bahwa WO₃ film mengalami peningkatan ukuran partikel dengan semakin tingginya temperature, dan disertai juga dengan pengurangan ukuran agregasi seperti pada yang dipaparkan pada gambar 4.8. Dari gambar 4.9 terlihat jelas bahwa morfologi dari thin film tungsten trioksida berbentuk lembaran tipis semitransparan. Partikel yang mengalami proses kalsinasi pada temperature 300°C memiliki ukuran partikel sebesar 161-322 nm dengan ketebalan sekita 64 nm, temperature 400°C memiliki ukuran partikel sebesar 343- 893 nm dengan berbentuk segi empat dan memiliki ketebalan sekitar 152 nm. Sedangkan temperature kalsinasi 500 ukuran partikel berkisar antara 391 – 1043 nm, namun bentuk partikelnya kembali kurang berbentuk dengan ketebalan sekitar 172 nm. Pada temperature kalsinasi 600°C ukuran partikelnya berkisar 407 – 1142nm namun bentuk partikelnya kembali kurang berbentuk dengan ketebalan 260 nm. Oleh karena itu temperatur kalsinasi jelas sangat berpengaruh pada ukuran partikel, dengan semakin tingginya temperature kalsinasi akan menghasilkan ukuran partikel yang besar. Perubahan bentuk dan ukuran partikel tersebut disebabkan oleh transformasi fasa dan pembentukan kembali dari partikel serta pertumbuhan kristal. (Wang, 2003)

4.4.3 Hasil Pengujian BET

Pengujian BET (Bruner Emmet Teller) biasa digunakan untuk mengetahui area permukaan aktif pada suatu material. Pengujian BET dilakukan dengan menggunakan alat Quantachrome iQ, dengan diberikan pemanasan awal 300°C

sebagai langkah penguapan sisa- sisa kandungan air atau kandungan volatile yang masih terdapat pada sampel uji. langkah ini merupakan preparasi sample sebelum proses pengujian dilakukan. Langkah preparasi berhenti dengan dimasukkannya gas helium ke dalam tabung sample Tungsten Trioksida, guna mencegahnya bereaksi dengan oksigen atau unsur lain yang berada di udara lingkungan. Nitrogen digunakan dalam pengujian, sebagai sarana dalam memperoleh ukuran luas permukaan yang dimiliki oleh sample Tungsten Trioksida. Pemberian Nitrogen dilakukan dengan tekanan 0,1-0,4 bar kedalam tabung tempat sampel berada.. Hasil pengujian yang diperoleh adalah ukuran luas permukaan dari serbuk Tungsten Trioksida yang dapat menyerap gas Nitrogen (dalam satuan m^2/gr).

Tabel 4.2 merupakan hasil dari pengujian BET dimana dengan semakin naiknya temperatur kalsinasi, luas permukaan aktif dari serbuk Tungsten Trioksida semakin menurun. Hal ini berbanding terbalik dengan ukuran diameter dari pori. Semakin tinggi temperatur kalsinasi, semakin besar ukuran pori dari sampel.

Tabel 4.2 Luasan permukaan aktif pada sampel uji WO_3

Feature (WO_3)	300 °C	400 °C	500 °C	600 °C
BET surface area m^2/g	83.94	15.004	11.20	4.505
Rata-rata diameter pori (Å)	1.64 nm	10.83 nm	15.6 nm	26.85 nm

Pori-pori dari sampel WO_3 pada temperatur kalsinasi 300°C adalah micropores dimana ukuran pori micropores adalah berkisar kurang dari 2 nm . Untuk temperature kalsinasi 400° hingga 600° C termasuk kedalam jenis *mesopores*, dimana ukuran porinya berkisar antara 2-50 nm.

Dari tabel 4.2 diketahui temperature kalsinasi berpengaruh pada surface area pada tungsten trioksida, semakin

tinggi temperature kalsinasi semakin berkurang surface area dari thin film tungsten trioksida. dapat dilihat pada tabel bahwa surface area yang terluas dimiliki oleh temperature kalsinasi 300°C yakni 83.94 m²/g dan surface area yang paling kecil pada temperature kalsinasi 600°C yakni 4.505 m²/g. Hal ini berbanding terbalik dengan diameter pori yang semakin tinggi temperature semakin besar diameter porinya.

Surface area yang semakin berkurang ini, disebabkan oleh semakin tingginya temperature kalsinasi. Hal ini akan berpengaruh pada daya adsorpsi gas yang dilakukan pada surface area. Karena semakin kecil surface area yang di dapatkan, semakin menurun kemampuan adsorpsi sampel tungsten trioksida terhadap gas. (Wang, 2003)

4.4.4 Hasil Sensitivity Test

Pengujian sensitivitas dilakukan dengan memasukkan sample ke dalam sebuah chamber yang telah terpasang pipa-pipa dan dihubungkan dengan pompa vakum dan gas CO. Untuk mengetahui tegangan dan arus yang mengalir pada chip sensor dapat dideteksi dengan menggunakan alat Solartron Analytical (Potensiostat) dengan tujuan untuk mengetahui sensitivitas sensor terhadap gas CO yang ditandai perubahan resistansi. Pengujian ini diawali dengan pengaruh sensitivitas terhadap temperature kalsinasi, lalu pengaruh sensitivitas terhadap temperatur sensor dan kemudian, pengaruh sensitivitas terhadap konsentrasi gas CO. Pengujian ini dilakukan menggunakan tegangan sebesar 3 Volt.

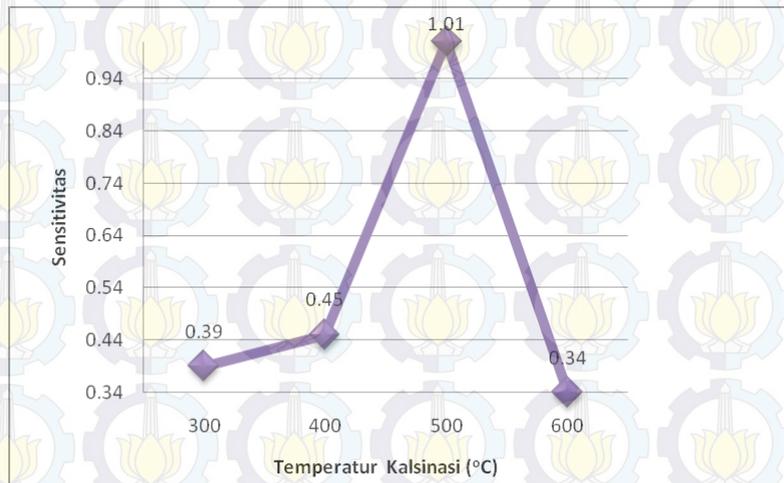
Sensitivitas sensor dapat diketahui melalui perubahan resistansi sesuai dengan persamaan, yaitu:

$$S = (R_g - R_o) / R_o \dots\dots (4.1)$$

Dimana S adalah sensitivitas sensor, R_g adalah resistansi setelah dialiri gas CO dan dinyatakan dalam ohm (Ω), dan R_o

adalah resistansi sebelum dialiri gas CO dalam ohm (Ω). Perbandingan sensitivitas sensor terhadap pengaruh temperature kalsinasi dapat digambarkan sesuai gambar 4.10 di bawah ini :

4.4.4.1 Pengaruh Temperatur kalsinasi terhadap sensitivitas material sensor WO₃ thin film

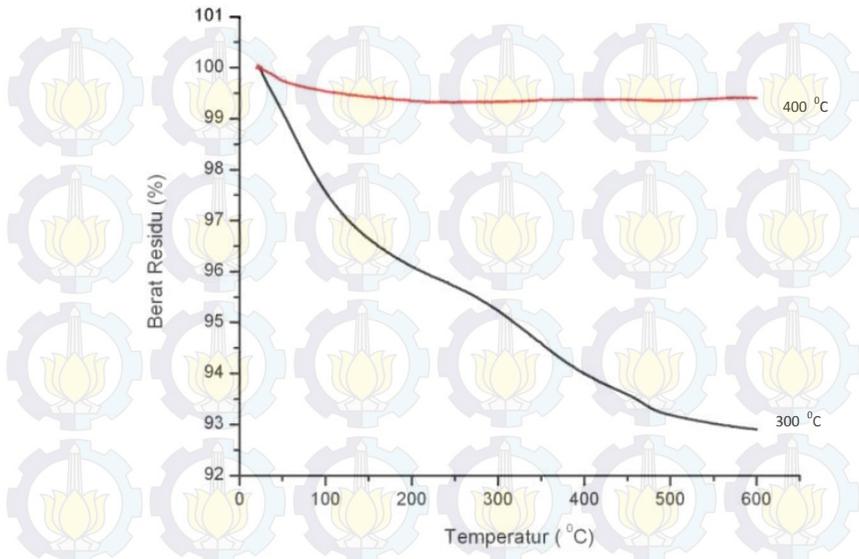


Gambar 4.10 Grafik pengaruh temperatur kalsinasi terhadap sensitivitas WO₃ Thin Film.

Pada gambar 4.10 diatas merupakan grafik pengaruh temperatur kalsinasi terhadap sensitivitas material sensor tungsten trioksida thin film. Dari gambar diatas dapat diketahui sensitivitas optimum pada temperatur 500°C yakni sebesar 1.01 dibandingkan dengan temperatur kalsinasi lainnya. Menurut wang (2003), sensitivitas dipengaruhi oleh luasan permukaan aktif dari material sensor, semakin besar luasan permukaan, semakin besar kemampuan adsorpsi terhadap gas, dan akan terjadi sebaliknya pada saat semakin luasan permukaan. Pada temperatur kalsinasi 500°C, luasan permukaan hasil uji BET pada tabel 4.2 menunjukkan bahwa luasan permukaannya tidak begitu besar

yaitu $11.20 \text{ m}^2/\text{g}$, sehingga bisa diketahui juga batas butir dari sampel pada temperatur kalsinasi 500°C , karena butir merupakan kumpulan kristal dengan orientasi yang sama. Butir ini bisa besar bisa kecil ukurannya. Butir dalam pertumbuhannya “terhenti” oleh pertumbuhan grain yang lain. Batas antara butir disebut dengan batas butir/*grain boundary*. Batas butir terjadi karena adanya pertumbuhan butir kristal. Apabila butir kristal tumbuh kemudian bertemu dengan butiran kristal lain yang berbeda orientasi kristalnya maka terjadilah batas butir. Batas butir memiliki pengaruh terhadap sensitivitas dimana pada material gas sensor, batas butir inilah yang mengambil peranan. penyerapan oksigen/gas terjadi pada batas butir ini dikarenakan *surface energy* (energi permukaan) pada batas butir yang lebih tinggi dari butir/kristal. Oksigen lebih mudah terdifusi dan terabsorb ke daerah batas butir.

Temperatur kalsinasi 500°C sebagai optimum sensitivitas diperkuat dengan data hasil pengujian TGA. (*Thermogravimetric Analysis*) TGA pada umumnya digunakan dalam penelitian dan pengujian untuk menentukan karakteristik bahan seperti polimer untuk menentukan penurunan temperatur, kadar air yang diserap bahan tingkat anorganik dan bahan organik, dan residu pelarut .



Gambar 4.11 kurva TGA WO_3 temperatur kalsinasi $300^{\circ}C$ dan $400^{\circ}C$

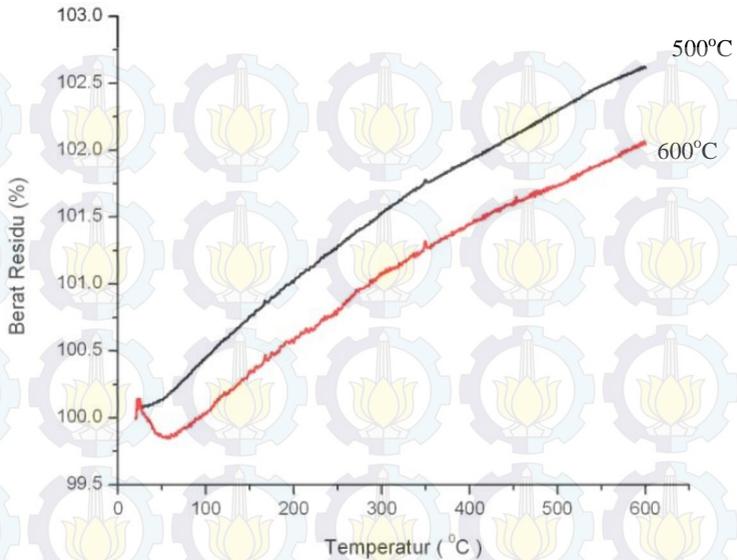
Gambar 4.11 Merupakan kurva TGA dari tungsten trioksida yang mengalami proses kalsinasi $300^{\circ}C$ dan $400^{\circ}C$. Pada kurva TGA temperatur $300^{\circ}C$, terbagi menjadi 3 tahapan. Presentase berat yang hilang selama proses kalsinasi ini terjadi dari temperatur kamar sampai sekitar temperatur $125^{\circ}C$ yaitu sebesar 3.35 %. Hal ini dapat dihubungkan dengan proses penguapan yang terjadi pada air fisik yang terikat pada sampel, sebagian kecil air kristal, serta unsur kimia yang lain.

Tahap kedua terjadi selama temperatur $125^{\circ}C$ sampai sekitar temperatur $530^{\circ}C$, dengan persen massa yang hilang yaitu sekitar 3.5 %. Hal ini menandakan terjadinya penguapan dari

residu air kristal. Tahap ketiga terjadi selama temperatur 530 °C sampai 600 °C dengan persen massa yang hilang yaitu sekitar 0.35 %. Hal ini menandakan terjadinya proses pengeringan dan penguapan dari air kimia yang ada.

Kurva TGA temperatur 400 °C terlihat lebih landai dibandingkan pada temperatur 300 °C. Hal ini dapat disimpulkan bahwa kondisi serbuk dari tungsten trioksida setelah dikalsinasi temperatur 400 °C, sudah tidak mengandung air fisik. Tahap pertama terjadi selama proses pemanasan temperatur kamar sampai temperatur 343 °C dimana terdapat 0.64%. Selama temperatur ini hanya sedikit kandungan residu air kristal yang menguap dan juga kandungan dari air kimianya. Tahap kedua terjadi selama temperatur 343 °C sampai 600 °C, kurva sedikit lebih naik, hal ini disebabkan karena sifat dari tungsten trioksida yang mudah menyerap unsur gas lain sehingga persen massanya sedikit bertambah yaitu sekitar 0.12 %.

Berbeda dengan kurva TGA temperatur 300 °C dan 400 °C, kurva TGA pada temperatur kalsinasi 500 °C dan 600 °C (gambar 4.12) terlihat naik. Hal ini disebabkan karena sifat dari serbuk tungsten triokasida setelah mengalami proses kalsinasi di atas temperatur 400 °C, material ini bersifat mudah menyerap unsur lain. Oleh karena itu material ini digunakan sebagai aplikasi sensor gas, dimana material ini mudah menyerap unsur lain terutama gas sehingga dapat mendeteksi adanya kebocoran gas.



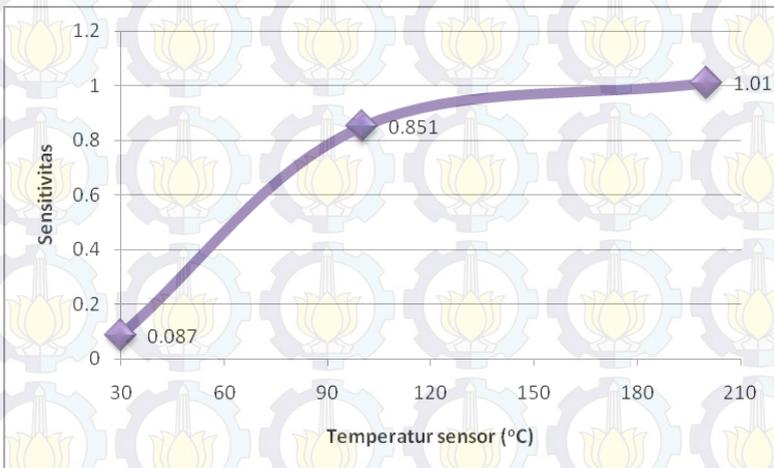
Gambar 4.12 Gambar kurva TGA WO_3 temperatur kalsinasi $500^\circ C$ dan $600^\circ C$

Pada kurva TGA temperatur $600^\circ C$ terdapat 2 tahap yaitu selama temperatur kamar sampai $30^\circ C$, persen massa berkurang sekitar 0.25%. Kemudian pada temperatur $30^\circ C$ sampai $600^\circ C$ terdapat penambahan persen massa yaitu sebesar 0.5%.

Pada kurva TGA temperatur $500^\circ C$ tidak mengalami pengurangan persen massa, ketika pada temperatur sampai $600^\circ C$ kamar serbuk tungsten trioksida menunjukkan penambahan persen massa yaitu sebesar 2.5%. Hal ini disebabkan bahwa pada kondisi serbuk tungsten oksida setelah dikalsinasi pada temperatur $500^\circ C$ memiliki daya serap yang sangat baik terhadap kandungan unsur sekitar. Tamaki (1994) dan Wang (2003), dalam jurnalnya mengatakan bahwa proses sintesa tungsten trioksida dengan menggunakan proses sol-gel dan metode kalsinasi pada

temperatur 550 °C menunjukkan kecenderungan yang sesuai untuk aplikasi sebuah sensor. Untuk itu, pada kondisi inilah dimungkinkan aplikasi sensor paling baik digunakan. Setelah diketahui temperature kalsinasi 500°C paling optimum untuk sensitivitasnya, lalu dilanjutkan pada pengaruh temperature sensor terhadap sensitivitas pada sampel temperature kalsinasi 500°C.

4.4.4.2 Pengaruh Temperatur sensor terhadap sensitivitas



Gambar 4.13 Grafik pengaruh temperature sensor terhadap sensitivitas

Pada grafik tersebut, dapat dinyatakan bahwa semakin tinggi temperature sensor maka semakin tinggi sensitivitas terhadap gas CO dengan temperature kalsinasi. Hal ini dikarenakan efek peningkatan temperatur yang diberikan pada sample chip sensor. Disebutkan dalam teori potensial bahwa *potensial barrier* dibentuk diantara permukaan thin film WO_3 dan udara sekitarnya. Dalam kasus ini gas CO diadsorb ke dalam

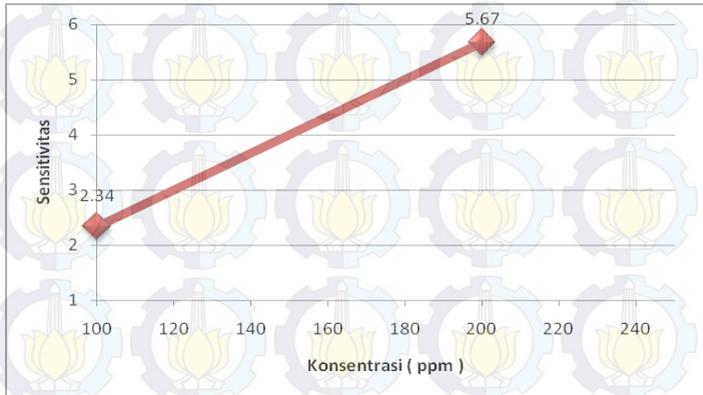
permukaan film WO_3 dan oksigen dari gas CO ini sebagai penerima yang akan mereduksi electron pada thin film WO_3 . Oleh karena itu *barrier* akan meningkat dan tahanan (resistansi) dari film WO_3 juga akan meningkat seiring dengan gas CO yang diadsorb pada permukaan film WO_3 . Masa jenis dari elektron meningkat dengan meningkatnya temperatur sensor. Oleh sebab itu aliran electron dengan mudah melewati *barrier* dan bereaksi dengan gas CO yang terserap.dengan demikian meningkatnya temperatur sensor akan mempengaruhi pada sensitivitas. Tahanan (resistansi) akan menjadi menurun kembali ketika terpapar oleh udara. Adsorpsi gas CO ke permukaan WO_3 bekerja secara reversible pada reaksi *chemisorption*, yakni



Dengan meningkatnya temperatur, laju reaksi ini pun semakin cepat, dan sebaliknya disaat temperatur sensor menurun, laju reaksi ini menurun dan massa jenis dari sensor berkurang sehingga mempengaruhi sensitivitas dari material film WO_3 . Proses pendeteksian gas CO ini menggunakan prinsip chemisorptions dimana sensitivitas ini bergantung gas CO yang diadsorb oleh permukaan material sensor sehingga akan menimbulkan perubahan resistansi (tahanan) yang berpengaruh pada sensitivitas.

Hal ini sesuai dengan penelitian dari wang (2003) yang mengatakan bahwa semakin tinggi temperatur sensor semakin tinggi sensitivitas dari material sensor

4.4.4.3 Pengaruh Konsentrasi (ppm) CO terhadap sensitivitas



Gambar 4.14 Grafik pengaruh konsentrasi CO terhadap sensitivitas

Grafik diatas menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi gas CO semakin tinggi sensitivitas. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya pada pengaruh temperature operasi sensor bahwa terjadi reaksi permukaan antara gas CO dengan WO_3 . Namun pada permasalahan ini dengan semakin bertambahnya konsentrasi gas CO maka oksigen dari CO sebagai penerima juga bertambah dan akan bereaksi dengan elektron-elektron dari WO_3 sehingga sensitivitas meningkat seiring dengan bertambahnya oksigen dari CO,

BAB V KESIMPULAN dan SARAN

5.1 Kesimpulan

Nanopartikel Tungsten trioksida (WO_3) dapat diaplikasikan sebagai material sensor dengan metode sol-gel yang disintesa menggunakan *precursor* WCl_6 , ethanol dan Ammonium Hidroksida (NH_4OH). Gel yang terbentuk dilapiskan pada substrat alumina dengan teknik spin coating. Untuk mendapatkan struktur kristal WO_3 , gel yang telah dilapiskan pada substrat diberi perlakuan kalsinasi pada temperatur 300, 400, 500 dan $600^\circ C$ selama 1 jam. Dari hasil uji XRD menunjukkan bahwa pada temperatur kalsinasi $300^\circ C$ struktur kristalnya adalah hexagonal sedangkan pada temperatur 400, 500 dan $600^\circ C$ memiliki struktur kristal monoklinik.

Perlakuan kalsinasi menghasilkan ukuran kristal yang semakin besar seiring dengan kenaikan temperatur yaitu pada temperatur $600^\circ C$ sebesar 393.4 \AA . Kenaikan temperatur kalsinasi juga berpengaruh pada surface area yang mengalami penurunan berturut turut sebesar $83,94 \text{ m}^2/\text{g}$, $15,004 \text{ m}^2/\text{g}$, $11,20 \text{ m}^2/\text{g}$, $4,505 \text{ m}^2/\text{g}$ dan metode spin coating, didapatkan sensitivitas maksimum pada temperature kalsinasi $500^\circ C$.

Dalam pengujian sensitivitas terbukti bahwa material WO_3 sensitif terhadap keberadaan gas karbon monoksida. Sensitivitas ini bergantung pada luas permukaan aktif, struktur permukaan, ukuran butir dan kemampuan adsorbs material. Pada temperatur kalsinasi $500^\circ C$ sampel memiliki daya serap yang baik terhadap gas sehingga sampel ini menunjukkan sensitivitas tertinggi. Sensitivitas ini juga semakin meningkat dengan kenaikan temperatur sensornya dari 30, 100 dan $200^\circ C$ serta konsentrasi gas karbon monoksida yang dimasukkan yaitu 100 dan 200 ppm

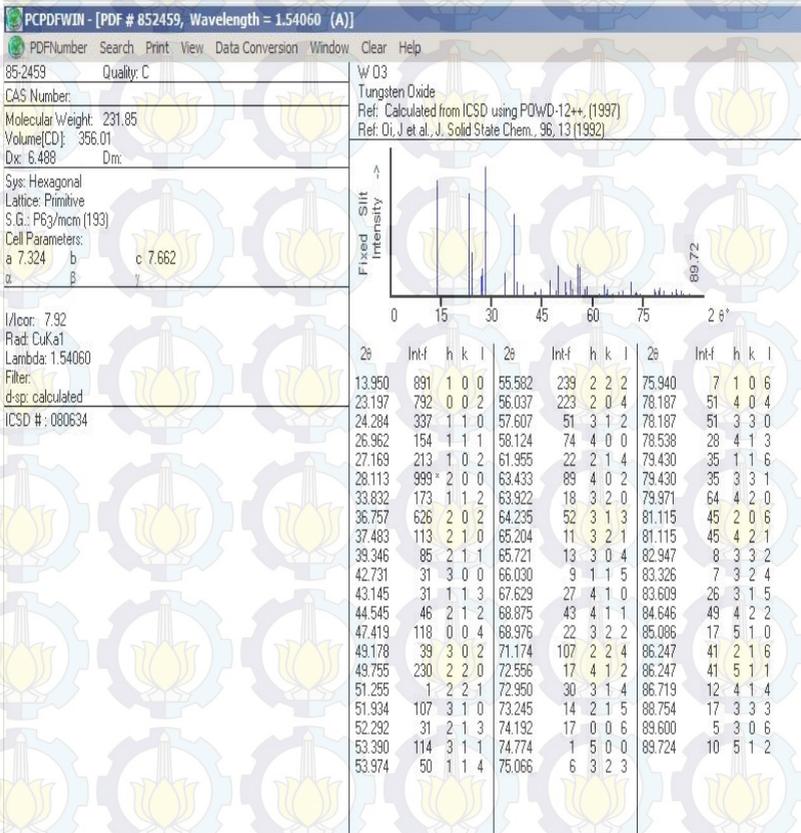
5.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya, ada beberapa saran yang dapat diperhatikan yakni :

1. Pada penelitian bisa ditambahkan variabel gas yang diuji
2. Menambahkan doping pada proses sol – gel sehingga dapat meningkatkan sensitivitas dari material sensor
3. Menambahkan binder (pengikat) pada cairan yang digunakan sehingga thin film tidak akan mudah terkelupas.
4. Pencucian lauritan saat sintesa dapat menggunakan proses centrifuge mesin untuk menghemat waktu.

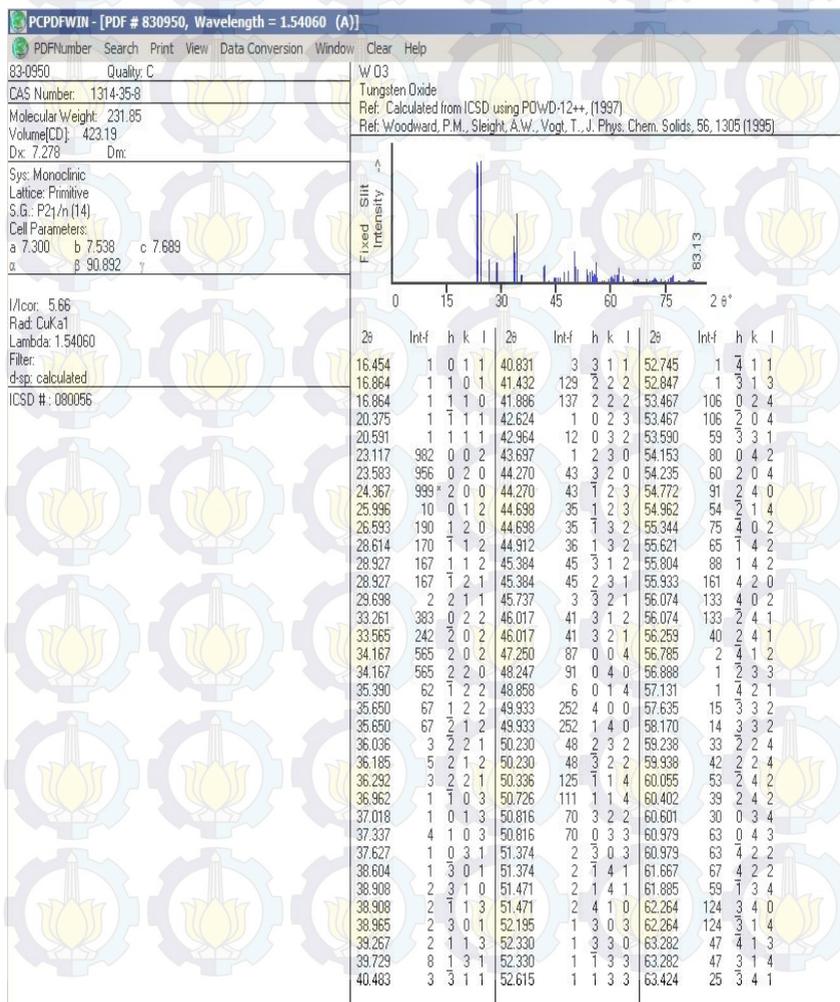
Lampiran A-1

JCPDS card nomor 85-2549 yang struktur krsitalnya adalah hexagonal pada temperatur kalsinasi 300°C



Lampiran A-2

JCPDS card no 83-0950 yang struktur krsitalnya adalah monoklinik pada temperatur kalsinasi 400°C – 600°C



Lampiran A-3

Hasil Pengujian BET (Surface Area) Thin Film Tungsten Trioksida pada temperatur kalsinasi 300°C



QuantaChrome® ASIQwin™ - Automated Gas Sorption Data Acquisition and Reduction
 © 1994-2011, QuantaChrome Instruments version 2.0

Analysis Operator: lab.Energi
Sample ID: JAN6.300
Sample Desc: 0.266 g
Approx. Weight: 16.2 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Analysis Time: 6:09 hr:min
Analysis Mode: Standard
VoidVol. Mode: No Measure

Report Operator: lab.Energi
Filename: iq_phisy_611_2012_01_07_09_05_23_300 C.OK.qps
Comment:
Instrument: Autosorb IQ Station 1
Final Outgas Temp.: 300 °C
Non-ideality: 6.58e-05 1/mmHg
Bath temp.: 77.35 K

Date: 2012/01/07
File Name: iq_phisy_611_2012_01_07_09_05_23_300 C.OK.qps
Date: 2012/01/10
Extended Info: Available
CellType: 9mm
VoidVol. Remasure: 01
Warm Zone V: 11.1302 cc

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

Adsorbate Thermal Transpiration: on
Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å
Nitrogen Po override: 760.00 mmHg
Temperature 77.350K
Cross Section: 16.200 Å²
Molec. Wt.: 28.013
Liquid Density: 0.808 g/cc

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W(Po/P) - 1]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W(Po/P) - 1]
5.16683e-02	19.1485	2.2766e+00	24.4979	8.1930e+00
1.00949e-01	21.3601	2.5197e-01	25.8558	1.0384e+01
1.27464e-01	22.3050	2.8028e-01	26.6213	1.1705e+01
1.53195e-01	23.1313	3.0191e-01	27.1833	1.2730e+01
1.79133e-01	23.8988	7.3063e+00		

BET summary

Slope = 41.491
Intercept = -2.463e-03
Correlation coefficient, r = 0.999472
C constant = -16847.479
Surface Area = 83.941 m²/g

Lampiran A-4

Hasil Pengujian BET (Average Pore Size) Thin Film tungsten Trioksida pada temperatur kalsinasi 300°C

Quantachrome® ASiQwin™ - Automated Gas Sorption Data Acquisition and Reduction
 © 1994-2011, Quantachrome Instruments
 version 2.0



Analysis
 Operator: lab.Energi
 Sample ID: JANG.300

Report
 Operator: lab.Energi
 File name: iq_phley_st_2012_01_07_09_05_23_300 C.OK.qps
 Date: 2012/01/10

Sample Desc: 0.266 g
Instrument: Autosorb IQ Station 1
Final Outgas Temp: 300 °C
Non-Ideality: 6.55e-05 1/mmHg
Bath temp: 77.35 K
Cold Zone V: 1.50499 cc

Extended Info:
CellType: Available
9mm
VoidVol Remesasure: on
Warm Zone V: 11.1302 cc

Average Pore Size

Data Reduction Parameters Data

Thermal Transpiration: on
Po override: 760.00 mmHg
Nitrogen Molec. Wt.: 28.013

Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å
Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
Temperature: 77.350K
Cross Section: 16.200 Å²
Liquid Density: 0.808 g/cc

Average Pore Size summary

Average pore Radius = 1.63666e+01 Å

Lampiran A-5

Hasil Pengujian BET (Surface Area) Thin Film Tungsten Trioksida pada temperatur kalsinasi 400°C



Quantachrome® ASIQuin™, Automated Gas Sorption Data Acquisition and Reduction
© 1994-2011, Quantachrome Instruments
Version 2.0

Analysis
Operator: lab_Energi
Sample ID: de23.400
Sample Mass: 0.2722 g
Sample Weight: 0.2722 g
Approx. Outgas Time: 9.6 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Analysis Time: 7.26 hr:min
Standard
VoidVol. Mode: He Measure

Report
Operator: lab_Energi
Date: 2012/01/04
File Name: iq_phisy_s1_2012_01_04_16_55_57_400 C.qps
Comment: Autosorb iQ Station 1
Final Outgas Temp.: 300 °C
Non-Ideality: 6.68e-05 1/mmHg
Bath temp.: 77.35 K
Cold Zone V.: 0.708237 cc
Warm Zone V.: 10.1228 cc

Date: 2012/01/05
Date: 2012/01/05
Available
9mm
CellType:
VoidVol Remessure: on
Warm Zone V.: 10.1228 cc

Data Reduction Parameters Data

Thermal Transpiration: on
Po override: 760.000 mmHg
Nitrogen
Molec. Wt.: 28.013

Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å
Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
Temperature: 77.350K
Liquid Density: 0.808 g/cc
Cross Section: 16.200 Å²

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1/[W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1/[W((Po/P) - 1)]
5.05538e-02	3.2891	1.2853e+01	2.03781e-01	4.2943	4.7868e-01
1.02553e-01	3.6934	2.0727e+01	2.54175e-01	4.5782	5.9561e-01
1.27866e-01	3.8529	3.0447e+01	2.79498e-01	4.7226	6.5722e+01
1.53268e-01	4.0043	3.6189e+01	3.04592e-01	4.8658	7.2025e+01
1.78592e-01	4.1504	4.1915e+01			

BET summary

Slope = 231.154
Intercept = 9.5786e-01
Correlation coefficient, R = 0.9961
C constants = 242.326
Surface Area = 15.004 m²/g

Lampiran A-6

Hasil Pengujian BET (Average Pore Size) Thin Film Tungsten Trioksida pada temperatur kalsinasi 400°C

Quantachrome® ASiQwin™, Automated Gas Sorption Data
Acquisition and Reduction
© 1994-2011, Quantachrome Instruments
version 2.0



Analysis Operator: lab.Energi	Report Operator: lab.Energi	Date: 2012/01/05
Sample ID: dez3.400	Filename: iq_phisy_srl_2012_01_04_16_55_57_400 C.qps	Available CellType: 9mm
Sample Desc: 0.2722 g	Comment: Autosorb IQ Station 1	Extended Info: Warm Zone V: 10.1226 cc
Approx. Outgas Time: 9.6 hrs	Final Outgas Temp: 300 °C	
Analysis gas: Nitrogen	Non-ideality: 6.56e-05 1/mmHg	
Analysis Time: 7:26 hr:min	Bath temp: 77.35 K	
Analysis Mode: Standard	Cold Zone V: 0.708237 cc	
VoidVol. Mode: He Measure		

Average Pore Size

Data Reduction Parameters Data

Thermal Transpiration: on	Eff. mol. diameter (D): 3.54 Å
Po override: 760.00 mmHg	Temperature: 77.350K
Nitrogen	Cross Section: 16.200 Å²
Molec. Wt.: 28.013	Liquid Density: 0.808 g/cc

Average Pore Size summary
Average pore Radius = 1.08332e+02 Å

Lampiran A-7

Hasil Pengujian BET Surface Area Thin Film Tungsten Trioksida pada temperatur kalsinasi 500°C



Analysis Overview:
 Date: 2012/01/05
 Lab/Energy: de23.500
 Sample Desc: 0.2715 g
 Approx. Weight: 16.2 hrs
 Analysis gas: Nitrogen
 Analysis Time: 6:58 hr:min
 Analysis Mode: Standard
 Void/Vol. Mode: He Measure

Report Overview:
 Date: 2012/01/10
 Operator: iq_phley_st1_2012_01_05_07_59_38_500 C.qps
 File Name: Autosorb iQ Station 1
 Comment: 300 °C
 Final Outgas Temp.: 6:58e-05 1/minHg
 Non-Ideality: 77.35 K
 Bath temp.: Cold Zone V: 6.77584 cc

Multi-Point BEI

Data Reduction Parameters Data

Thermal Transpiration: on
 Porosidade: 760.00 mmHg
 Nitrogen
 Molec. Wt.: 28.013

Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
 Liquid Density: 0.808 g/cc
 Temperature: 77.350K
 Cross Section: 16.200 A²

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]
5.12977e-02	2.4753
1.02320e-01	2.4753
1.27513e-01	2.7822
1.52828e-01	2.9083
1.78192e-01	3.0218
2.03407e-01	3.1276

Volume @ STP [cc/g]

6.3217e+01
3.2918
2.3937e+01
3.4288
7.9452e+01
8.7743e+01
3.5295
3.6294

BET Summary

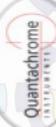
Slope = 310.038
 Intercept = 8.886e-01
 Correlation coefficient, r = 0.999712
 C constant = 349.504

Surface Area = 11.201 m²/g

Lampiran A-8

Hasil Pengujian BET (Average Pore Size) Thin Film tungsten Trioksida pada temperatur kalsinasi 500°C

Quantachrome® ASiQwin™, Automated Gas Sorption Data
Acquisition and Reduction
© 1994-2011, Quantachrome Instruments
version 2.0



Analysis Operator: lab.Energi dez3.500
Sample ID: 0.2715 g
Sample Weight: 16.2 hrs
Approx. Outgas Time: Nitrogen
Analysis gas: 6:58 hr:min
Analysis Time: Standard
Analysis Mode: He Measure
VoidVol. Mode:

Date: 2012/01/05
File name: lab.Energi iq_phisy_st1_2012_01_05_07_59_38_500 C.qps
Operator: lab.Energi
Instrument: Autosorb IQ Station 1
Final Outgas Temp.: 300 °C
Non-ideality: 6.58e-05 1/mmHg
Bath temp.: 77.35 K
Extended Info: Available 6mm
CellType:
VoidVol Remeasure: on
Warm Zone V: 10.2417 cc

Average Pore Size

Data Reduction Parameters Data

Thermal Transpiration: on	Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
Po override: 760.00 mmHg	Liquid Density: 0.808 g/cc
Nitrogen	
Molec. Wt.: 28.013	
Temperature 77.350K	
Cross Section: 16.200 Å ²	
Average Pore Size summary	
Average pore Radius = 1.55887e+02 Å	

Lampiran A-9

Hasil Pengujian BET Surface Area Thin Film Tungsten Trioksida pada temperatur 600°C



Quantachrome® ASIwin™, Automated Gas Sorption Data Acquisition and Reduction
 © 1994-2011, Quantachrome Instruments
 version 2.0

Analysis Operator: lab Energi
Sample ID: jan5.600
Sample Weight: 0.3124 g
Approx. Outgas Time: 16.2 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Analysis mode: S(19) firmin
Mod: He Measure
VoidVol. Mode: He Measure
Report Operator: lab Energi
Filename: iq_phisy_st1_2012_01_06_09_07_41_600 C.qps
Comment: Autoorb IQ Station 1
Instrument: 300 °C
Final Outgas Temp.: 6.58e-05 1/mmHg
Non-ideality: 77.35 K
Bath temp.: 1.37795 cc
Cold Zone V: 10.4489 cc
Extended Info: Available
CellType: 9mm
VoidVol Remeasure: on
Warm Zone V: 4.0000 mm
Eff. cell stem diam. (d): 0.608 g/cc
Liquid Density:

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data
Adsorbate: Thermal Transpiration: on
Po override: 760.00 mmHg
Nitrogen: Temperature 77.350K
Molec. Wt.: 28.013 Cross Section: 16.200 Å²

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.32077e-02	0.9872	4.5091e+01	2.05803e-01	1.2920	1.6048e+02
7.04074e-02	1.0617	6.4115e+01	2.30759e-01	1.3418	1.7895e+02
9.12632e-02	1.1175	8.2150e+01	2.51161e-01	1.4251	2.2010e+02
1.29682e-01	1.1672	1.0215e+02	3.07172e-01	1.4634	2.4241e+02
1.54808e-01	1.2110	1.2102e+02			
1.80227e-01	1.2523	1.4047e+02			

BET summary
Slope = 770.351
Intercept = 2.767e+00
Correlation coefficient, r = 0.999775
C constant = 279.373
Surface Area = 4.505 m²/g

Lampiran B-1

Hasil Pengujian BET (Average Pore Size) Thin Film tungsten Trioksida pada temperatur 600°C

Quantachrome® ASiQwin™ - Automated Gas Sorption Data
Acquisition and Reduction
© 1994-2011, Quantachrome Instruments
version 2.0



Analysis
Operator: lab.Energi
Sample ID: jen5.600
Sample Desc: 0.3124 g
Sample Weight: 0.3124 g
Approx. Outgas Time: 16:2 hrs
Analysis gas: Nitrogen
Analysis Time: 6:19 hr:min
Analysis Mode: Standard
VoidVol. Mode: He Measure

Report
Date: 2012/01/06
Operator: lab.Energi
File Name: iq_phisy_s1_2012_01_06_09_07_41_600.C.qps
Instrument: Autosorb IQ Station 1
Final Outgas Temp.: 300 °C
Non-ideality: 6.58e-05 1/mmHg
Bath temp.: 77.35 K
Cold Zone V: 1.37795 cc

Average Pore Size
Extended Inf: Available
CellType: 9mm
VoidVol Remasure: on
Warm Zone V: 10.4489 cc

Data Reduction Parameters Data

Thermal Transpiration: on
Po override: 760.00 mmHg
Nitrogen
Molec. Wt.: 28.013

Eff. mol. diameter (D): 4.0000 mm
Temperature: 77.350K
Cross Section: 16.200 Å²

Average Pore Size summary
Average pore Radius = 2.68508e+02 Å

Eff. cell stem diam. (d): 4.0000 mm
Liquid Density: 0.808 g/cc



Final Project - MM091381

Tungsten Trioxide Application As result Sol Gel And Calcination Method As Material Sensor For Carbon Monoxide Gas By Spin Coating Method

A.A Gede Pradnyana D.
NRP. 2707 100 057

Advisor
Diah Susanti, ST, MT, Ph.D
Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si

**DEPARTMENT OF MATERIALS AND METALLURGICAL
ENGINEERING
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya
2012**

(Halaman ini sengaja dikosongkan)