

PENUMBUHAN FILM SnO_2 DENGAN DOPING Al-Zn MENGGUNAKAN TEKNIK SOL-GEL DIP COATING

Norma Ikraman, Aris Doyan, Susilawati

Program Studi Magister Pendidikan IPA

Program Pascasarjana, Universitas Mataram

Jalan Majapahit No. 62, Mataram

E-mail: normaikraman@gmail.com

Abstract - *Al-Zn doped SnO_2 ($\text{Sn}_{1-2x}\text{Al}_x\text{Zn}_x\text{O}_2$) film has been growth using the sol-gel dip coating technique. The basic materials used in this study were water, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, AlCl_3 and ZnCl_2 with 99% purity (merck) with doping concentration variation $x = 0.000, 0.005, 0.025$, and 0.050 . Glass substrate with size $2.54 \text{ mm} \times 76.2 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ cleaned with detergent, soaked in 30% HCl solution For 1 day and dried at 100°C . The process of making a SnO_2 sol is done by mixing the precursor with various concentrations with water and stirring using a magnetic stirrer for 30 minutes at a temperature of 80°C . The next step by adding ethanol, stirring at 80°C . for 2 hours to obtain 0.4 M sol solution The deposition of SnO_2 film was carried out using a dip coater with a withdrawl speed 12 cm/min and then heated for nucleation and grown using an electric furnace at 600°C for 30 minutes. This step is repeated as much as 5 repetitions to get the SnO_2 film by doing Al-Zn.*

Keywords: *Doping Al-Zn, film, SnO_2 , Sol Gel, dip Coating*

PENDAHULUAN

SnO_2 merupakan salah satu material semikonduktor transparan tipe-n dengan celah pita energi yang lebar ($\sim 3,6 \text{ eV}$). SnO_2 memiliki karakteristik yang cukup unik dikarenakan mengkombinasikan transparansi optik yang tinggi dan resistivitas yang rendah sehingga membuat material ini diaplikasikan pada sel surya, liquid crystal display, dan peralatan optoelektronik lainnya. Selain itu, SnO_2 sangat sensitif terhadap kehadiran gas disekelilingnya yang membuatnya diaplikasikan sebagai gas sensor. Oleh karena sifat dan aplikasinya tersebut, studi tentang rekayasa SnO_2 sangatlah intensif.

Dalam aplikasinya, *film* SnO_2 diketahui memiliki stabilitas partikel yang cukup rendah (Miller *et al*, 2006) dan celah pita energi yang cukup lebar ($\sim 3,6 \text{ eV}$) sehingga menyerap panjang gelombang pendek. Oleh karena hal tersebut, maka *film* SnO_2 perlu ditambahkan zat pengotor lain yang disebut dengan dopan. Dopan dapat berbentuk unsur tunggal atau unsur ganda. Penambahan dopan umumnya

sangat bergantung dari aplikasi SnO_2 itu sendiri.

Film SnO_2 yang didoping dengan ion Zn^{2+} dan Al^{3+} diketahui dapat mempengaruhi sifat-sifat SnO_2 itu sendiri, termasuk menstabilkan partikel SnO_2 dan merubah celah pita energi. Selain itu, pendopingan dengan ion Zn^{2+} dan Al^{3+} diketahui dapat meningkatkan transimitansi optik dan konduktivitas listrik, merubah struktural, meningkatkan respons, selektivitas dan stabilitas pada gas sensor. Penambahan doping Zn^{2+} dan Al^{3+} telah dilakukan oleh beberapa peneliti sebelumnya seperti Doyan *et al* (2016), Sriram dan Thayumanavan (2013), Gürakar *et al* (2014), serta Shadmania dan Rozati (2012) dan menyatakan bahwa penumbuhan *film* SnO_2 baik dengan doping Zn^{2+} maupun Al^{3+} dapat menurunkan Celah pita Energi SnO_2 . Namun belum diketahui bagaimana pengaruh gabungan kedua dopan ini terhadap karakteristik *film* SnO_2 . Sehingga perlu penyelidikan lebih lanjut mengenai pengaruh

kedua dopan tersebut terhadap karakteristik film SnO₂.

Metode preparasi dan penumbuhan film SnO₂ baik yang murni maupun dengan penambahan doping telah dilakukan oleh beberapa peneliti sebelumnya seperti *Chemical Vapour Deposition* (CVD), DC dan RF *Sputtering* (Xu et al, 2016), *Pulsed Laser Deposition* (Kadhim et al, 2014), *Chemical Bath Deposition* (Maddu et al, 2009), dan *Sol-Gel Coating*. Dari semua metode tersebut, *Sol-Gel Coating* merupakan teknik yang sangat baik, karena merupakan teknik yang paling sederhana, dapat menumbuhkan film pada berbagai bentuk substrat, kemudahan dalam mengontrol pertumbuhan partikel dan penambahan doping. Pada metode *Sol-Gel*, film SnO₂ dapat ditumbuhkan dengan teknik Penyemprotan (*Spray Pyrolysis*) (Sriram dan Thayumanavan, 2013), pemutaran (*Spin Coating*) (Doyan et al, 2017), dan Pencelupan (*Dip Coating*) (Carvalho et al, 2012). Dari ketiga teknik tersebut *Dip Coating* merupakan teknik yang paling sederhana dan paling ekonomis. Dari latar belakang di atas maka pada penelitian ini film SnO₂ dengan doping Al-Zn ditumbuhkan menggunakan Sol-Gel Dip Coating.

METODE PENELITIAN

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah Tin (II) chloride dihydrate (SnCl₂·2H₂O) dengan massa molar 225,63gr/mol, kemurnian 98%, Merck). Pelarut yang digunakan adalah Etanol (C₂H₅OH) dengan massa molar 46,07gr/mol (kemurnian 98%, Merck) dan Aquades. Bahan dopan yang digunakan adalah Zinc dichloride (ZnCl₂) dengan massa molar 136,30 g/mol (kemurnian 98%, Merck) dan Alumunium Chloride (AlCl₃) dengan massa molar 133,34 gr/mol (kemurnian 98%, Merck). Substrat film yang digunakan adalah Kaca preparat (Sail) dengan dimensi 2,54 mm x 76,2 mm x 1 mm.

Sedangkan bahan untuk pencucian substrat adalah Hydrochloride (HCl 1,0 M) dan detergent keramik.

Preparasi Sol SnO₂ ini merupakan modifikasi dari Doyan et al (2017). SnCl₂·2H₂O, ZnCl₂, dan AlCl₃, dilarutkan dalam 5 ml aquades menggunakan magnetik stirrer selama 30 menit pada suhu 80 °C hingga dengan perbandingan komposisi massa SnCl₂·2H₂O, ZnCl₂, AlCl₃ dengan variasi konsentrasi x = 0,000, 0,005, 0,025, 0,050. Kemudian pada larutan dicampurkan 45 ml etanol (C₂H₅OH) untuk memperoleh konsentrasi sol konstan 0,4 mol/L. Larutan kemudian di stirrer pada suhu 80 °C selama 2 jam. Larutan kemudian dimatangkan (*aging*) larutan (sol) selama 2 hari. Sebelum deposisi, Substrat kaca dicuci menggunakan deterjen yang dilanjukan dengan merendam substrat selama 1 hari pada laruancampuran 100 ml HCl 1 M dengan 300 ml aquades selama 1 hari. Kemudian substrat dicuci pada aquades mengalir. Substrat kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C selama 1 jam. Deposisi lapisan tipis dilakukan menggunakan alat dip coater dengan Kecepatan tarik (*Withdrawl Speed*) 12 cm/menit, lama perendaman 5 detik, di sintering pada furnace elektrik pada suhu 600 C selama 30 menit. Langkah ini dilakukan sebanyak 5 kali pengulangan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan sol Sn_{1-2x}Zn_xAl_xO₂ dengan variasi dopan dilakukan dengan menggunakan perkursor SnCl₂·2H₂O dan perkursor dopan Zn dan Al masing-masing menggunakan ZnCl₂ dan AlCl₃. Pembuatan Sol dilakukan dengan mencapurkan ketiga prekursor dengan 5 ml air yang diaduk menggunakan magnetik stirrer pada suhu 80 °C selama 30 menit dengan wadah terbuka. Terjadi perubahan warna pada larutan yang disebabkan oleh reaksi hidrolisis

prekursor dengan air membentuk timah hidroksiklorida dengan reaksi



untuk prekursor $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Sedangkan untuk prekursor dopan Zn mekanisme reaksinya



Sedangkan untuk prekursor dopan Al



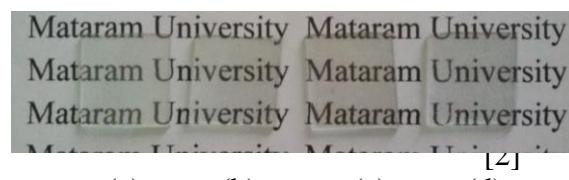
Langkah selanjutnya adalah dengan menambahkan 45 ml etanol ke dalam larutan yang dilanjutkan mengaduk larutan menggunakan magnetik stirrer pada suhu 80 °C selama 2 jam. Terjadi perubahan warna larutan dari putih menjadi transparan. Larutan kemudian di matangkan (*aging*) selama 2 hari seperti yang ditunjukkan pada gambar 1.



Gambar 1. Sol $\text{Sn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Al}_x\text{O}_2$ untuk variasi komposisi $x = 0,000$, $x = 0,005$, $x = 0,025$, dan $x = 0,050$

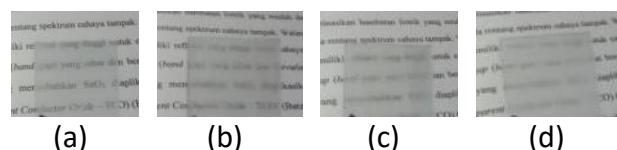
Pada Gambar 1, terlihat bahwa pada konsentrasi dopan $x = 0,000$, sol berwarna kuning transparan. Penambahan dopan mengakibatkan perubahan menjadi transparan. Semakin tinggi konsentrasi dopan, semakin transparan sol yang dihasilkan. Warna kuning pada konsentrasi dopan $x = 0,000$ disebabkan oleh terbentuknya Timah (IV) ethoksida – $\text{Sn}(\text{OC}_2\text{H}_5\text{OH})_4$. Hampden-Smith dan Wark (1992) menyatakan bahwa senyawa timah (IV) alkoksida umumnya berwarna merah – kuning. Hasil ini mirip dengan hasil yang diperoleh

Arivaghazan (2010) yang menggunakan pelarut isopropyl alkohol. Penambahan dopan mengurangi reaksi antara SnCl_2 dengan etanol sehingga meningkatkan transparansi sol



(a) (b) (c) (d)

Gambar 2. Film $\text{Sn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Al}_x\text{O}_2$ untuk variasi komposisi $x = 0,000$, $x = 0,005$, $x = 0,025$, dan $x = 0,050$ yang ditumbuhkan dengan metode *sol-Gel Dip Coating* dengan suhu *sintering* 600 °C selama 30 menit.



Gambar 3. Transparasi film $\text{Sn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Al}_x\text{O}_2$ untuk variasi komposisi $x = 0,000$, $x = 0,005$, $x = 0,025$, dan $x = 0,050$ yang diambil pada jarak 10 cm.

Gambar 2 menunjukkan citra sampel film $\text{Sn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Al}_x\text{O}_2$ yang ditumbuhkan menggunakan metode *sol-gel dip Coating* dengan suhu *sintering* 600 °C selama 30 menit memiliki transparansi optik yang baik. Penambahan doping Al-Zn meningkatkan tingkat kejelasan (*clarity*) film. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 3. Terlihat bahwa tingkat kejelasan film $\text{Sn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Al}_x\text{O}_2$ yang ditumbuhkan menggunakan metode *sol-gel dip Coating* dengan suhu sinterin 600 °C selama 30 menit meningkat dengan penambahan doping dan jumlah doping Zn-Al. Fenomena ini disebabkan oleh permukaan film yang kasar yang disebabkan oleh aglomerasi *xerogel* pada saat tahapan drying. Hasil ini serupa dengan hasil yang diperoleh Schelle et al (1997) menggunakan metode *sol-gel-dip coating* dengan kecepatan tarikan 3 mm/detik dengan suhu sintering 500 °C selama 1 jam. Hasil ini sangat baik diterapkan sebagai lapisan *anti-glare*.

KESIMPULAN

Penumbuhan lapisan tipis SnO₂ dengan doping Al-Zn menggunakan teknik *sol-gel dip coating* telah berhasil dilakukan. Film SnO₂ yang dihasilkan memiliki transparansi optik yang baik dan tingkat kejelasan (*clarity*) meningkat dengan penambahan doping dan jumlah doping.

REFERENSI

- Arivaghazan, V., & Rajesh, S. 2010. Preparation of Nanocrystalline SnO₂ Thin Films for Micro Gas Sensors. *Journal of Ovonic Research*, 6(5), 221–226.
- Fu, G.C. 2002. New Applications of Organo metallic catalysis in Organic Chemistry. *Pure Appl. Chem.* 74 (1). 33-36.
- Utomo, P., Widjajanti, E., Prodjosantoso, A., & Wulandari, R. 2013. Aplikasi Nanopartikel Produk Hilir Timah Putih sebagai Mikroprosesor Etanol. *Jurnal penelitian Saintek*, 18(1), 1-9.
- Carvalho, D. H. Q., Schiavona, M. A., Raposo, M. T., de Paiva, R., Alvesa, J. L. A., Paniagob, & Roberto, M. 2012. Synthesis and characterization of SnO₂ thin films prepared by dip-coating method. *Physics Procedia* 28, 22 – 27.
- Doyan, A., Susilawati, & Imawanti, Y. D. 2017. Synthesis and characterization of SnO₂ thin layer with a doping aluminum is deposited on quartz substrates. *AIP Conference Proceedings* 1801, 020005.
- Gürakar, S., Serin, T., & Serin, N. 2014. Electrical and microstructural properties of (Cu, Al, In)-doped SnO₂ films deposited by spray pyrolysis. *Adv. Mat. Lett.* 5(6), 309-314
- Hampden-Smith, M. J., Wark, T. A. & Brinker, C.J. 1992. The solid state and solution structures of tin (IV) alkoxide compounds and their use as precursors to form tin oxide ceramics via sol-gel type hydrolysis and condensation. *Coordination Chemistry Reviews*, 112, 81-116.
- Kadhim, A. A, Ramiss, A. A., & Sally, A. A. 2014. Effect of Mn Concentration on the Structural and Optical Properties of SnO₂ Thin Films Prepared By pulse laser deposition. *Journal of Research & Method in Education (IOSR-JRME)*, 4(4), 12-19.
- Maddu, A. H, Rodo, T., & Kurniati, M. 2009. Penumbuhan Film Nanokristal SnO₂ dengan Metode Chemical Bath Deposition (CBD). *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Edisi khusus, 96-99.
- Miller, T.A., Bakrania, S.D., Perez, C., dan Wooldridge, M.S. 2006. Nanostructured Tin Dioxide Materials for Gas Sensor Application. *J. F. Nanomaterials, American Scientific Publisher*, 1-24.
- Shadmania, E., Rozati, S.M. *Characterization of Zn: SnO₂ nanostructure thin film prepared by spray pyrolysis technique*. Proceedings of the 4th International Conference on Nanostructures (ICNS4)
- Schelle, C., Menning, M. Krug, H. Jonschker, & Schmidt, H. 1997. One Step antiglare Sol-Gel Coating for Screens by Sol-Gel Techniques. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 218, 163-168.
- Sriram, S & Thayumanavan, A. 2013. Effect of Al Concentration On The Optical and Electrical Properties of SnO₂ Thin Films Prepared by Low Cost Spray Pyrolysis Technique. *International Journal of Chem. Tech Research*, 5(5), 2204 – 2209.
- Xu, B., Ren, X. G., Gu, G. R. Lan, L. L., & Wu, B. J. 2016. Structural and optical properties of Zn-doped SnO₂ films prepared by DC and RF magnetron co-sputtering. *Superlattices and Microstructures*, 89, 34-42.