

Pengaruh Temperatur Kalsinasi pada Sintesis *Copper Tin Oxide* (CuSnO₃) Menggunakan Metode *Sol-Gel*

Muhammad Fauzi, Hary Sanjaya*, Mawardi Mawardi, Syamsi Aini

Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang
Jl Prof. Dr. Hamka Air Tawar, Padang, Indonesia

*hary.s@fmipa.unp.ac.id

Abstract — Synthesis of *Copper Tin Oxide* (CuSnO₃) was carried out using the sol-gel method with varying calcination temperatures (400; 500; 600) °C. The aim of this research is to find out how the calcination temperature affects the synthesis results of the CuSnO₃ semiconductor. Then characterization was carried out using the UV-Drs instrument to obtain band gap values and SEM to determine the morphological structure. The CuSnO₃ solution was made by dissolving SnCl₂·2H₂O and CuCl₂·2H₂O with a molar ratio of 1:1 in 50 mL of methanol solvent and homogenizing then adding 1 mL of the additive *Diethylamine* (DEA). The gel can be calcined at various temperatures to produce CuSnO₃ powder. The research results explain that increasing temperature during calcination can reduce the band gap value of the synthesized CuSnO₃ semiconductor material. The surface morphology of CuSnO₃ powder at 1000x magnification shows clearly that the surface has cavities (hollows) with a chunk diameter of 7-11 nm.

Keywords — synthesis, copper tin oxide, additive diethanolamine, sol-gel methods

I. PENDAHULUAN

Listrik sudah menjadi kebutuhan pokok bagi penduduk di berbagai negara, termasuk Indonesia. Kehadiran listrik di masyarakat dianggap sebagai elemen krusial yang mendukung berbagai sektor kehidupan manusia, termasuk pertanian, pendidikan, kesehatan, transportasi, dan perekonomian. Kebutuhan akan listrik dianggap sebagai fondasi utama yang terus berkembang seiring peningkatan taraf hidup. Seiring majunya teknologi dan perkembangan pembangunan pada berbagai sektor, kebutuhan semua jenis energi juga meningkat salah satunya energi listrik[1].

Dalam bidang kelistrikan, perencanaan kebutuhan energi listrik menjadi suatu strategi yang sangat esensial. Selain dari pertambahan jumlah penduduk, perkembangan ekonomi suatu daerah dianggap sebagai elemen yang turut berperan dalam peningkatan konsumsi listrik.[2]. Direktur Jendral Ketenagalistrikan Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral (ESDM), melaporkan pemakaian listrik Indonesia sudah mencapai 1.140 kilowatt hour (kWh). Sehubungan dengan hal itu diperlukan solusi sebagai upaya alternatif baru untuk menghasilkan energi listrik. Salah satunya melalui energi surya yang melibatkan bahan semikonduktor.

Semikonduktor merujuk pada materi yang memiliki tingkat konduktivitas listrik yang berada ditengah-tengah isolator dan konduktor, dengan nilai celah energi kurang dari 6eV. Istilah “semi” atau setengah konduktor digunakan karena bahan ini tidak termasuk dalam kategori konduktor murni. Klasifikasi umum semikonduktor dilakukan berdasarkan resistivitas listriknnya pada suhu kamar, yaitu berkisar antara 10⁻²-10⁹ Ωcm. Keberhasilan semikonduktor dalam bidang

elektronik terletak pada kemampuannya untuk mengubah konduktivitasnya dengan menyuntikkan bahan tambahan (biasa disebut doping).[3].

Diantara semikonduktor, *Indium Tin Oxide* (ITO) dan *Fluorin Tin Oxide* (FTO) adalah semikonduktor yang umum dipakai sebagai lapisan elektroda transparan. Penggunaan ITO dan FTO memiliki beberapa kelemahan diantaranya, harga *Indium* yang mahal karena ketersediaannya yang terbatas, material indium mudah terdifusi ke material aktif sehingga mengalami penurunan performa, kurang transparan terhadap spektrum dekat cahaya inframerah, dan kebocoran arus pada perangkat FTO disebabkan oleh cacat struktur FTO. Oleh karena itu, dibutuhkan alternatif lain untuk menggantikan material ITO dan FTO yang memiliki kinerja optimum dan lebih ekonomis seperti *Copper Tin Oxide* (CuSnO₃)[4].

Tembaga timah oksida CuSnO₃ (CSO), adalah semikonduktor oksida amorf dengan celah pita 2,0– 2,5 eV, dan merupakan bahan yang menarik untuk beragam aplikasi seperti oksida konduktor transparan, transistor, dan perangkat optoelektronik. Tembaga timah oksida, CuSnO₃ (CSO) dapat disetel dan dihasilkan dari elemen yang melimpah di bumi dan berbiaya rendah. Untuk alasan ini, CuSnO₃ dianggap sebagai semikonduktor yang menarik untuk beragam aplikasi, termasuk penggunaan sebagai sistematis diselidiki untuk pertama kalinya[5].

Kim,dkk telah berhasil melakukan beberapa penelitian terkait semikonduktor yang di sintesis contohnya *Copper Stannate* (CSO). Kim,dkk mengidentifikasi untuk pertama kalinya bahwa film CSO dapat diterapkan pada fotoelektroda untuk sistem pemisahan air fotoelektrokimia[5].

Beberapa metode telah dilakukan untuk sintesis semikonduktor seperti metode kopresipitasi kimia oleh Liu T[6], metode fungsi kerapatan oleh Isherwood[7], metode sintetik biogenik oleh Mohanta[8], dan metode sol-gel oleh Shery[9].

Metode sol-gel merupakan salah satu teknik sintesis nanopartikel yang melibatkan dua tahap fasa krusial, yaitu sol dan gel. Prinsip dasar dari metode ini yaitu pembentukan senyawa awal (prekursor) yang dapat terdiri dari garam-garam organik atau senyawa logam organik. Kemudian dilanjutkan dengan proses polimerisasi larutan, diikuti oleh langkah-langkah pengeringan dan kalsinasi. Langkah terakhir ini bertujuan untuk menghilangkan senyawa organik dan mengubahnya menjadi material anorganik berupa oksida[10].

Dalam proses sintesis nanopartikel, senyawa aditif digunakan untuk menjaga stabilitas (*stabilization agent*) serta meningkatkan kemampuan melarutkan (*dissolution agent*). Contoh senyawa aditif yang biasa digunakan yaitu *diethanolamine* (DEA)[11]. DEA berfungsi sebagai pengemulsi (emulsifier) dan pembantu pendispersian banyak reaksi kimia dalam bidang farmasi, kosmetik, serta pertanian.

Penelitian ini bertujuan untuk melihat pengaruh temperatur kalsinasi pada sintesis *Copper Tin Oxide* (CuSnO_3) maka dilakukan sintesis menerapkan teknik *sol-gel* dengan berbagai variasi suhu pada proses kalsinasi.

II. METODE PENELITIAN

A. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain: gelas kimia, pipet takar, cawan penguap, desikator, lumpang dan alu, *magnetic stirrer*, *stirrer bar*, dan *furnace*. Kemudian di karakterisasi menggunakan *instrument UV-DRS* Merk Analytik Jena Specord 210 Plus dan SEM Merk JSM-6360.

B. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Aquades, serbuk SnCl_2 dan CuCl_2 , Methanol p.a (Merck), dan *diethanolamine* (DEA).

C. Sintesis Material CuSnO_3

Larutan CuSnO_3 dibuat dengan melarutkan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan rasio molar 1:1 dalam 50 mL pelarut methanol dan dihomogenkan. Selanjutnya tambahkan 1 mL zat aditif *diethanolamine* (DEA) pada masing-masing larutan. kemudian homogenkan selama 12 jam sehingga didapatkan larutan homogen (sol). Selanjutnya sampel dikeringkan didalam oven dengan suhu 110°C selama ± 1 jam. Gel yang didapatkan dikalsinasi dengan *furnace* pada suhu (400°C , 500°C , dan 600°C) selama 2 jam untuk mendapatkan CuSnO_3 . Selanjutnya sampel disimpan dalam desikator, setelah dingin digerus menggunakan alu dan lumpang sehingga sampel dapat dikarakterisasi[9].

D. Karakterisasi CuSnO_3

1. UV-DRS

Spektroskopi UV-DRS digunakan untuk melihat sifat optik suatu senyawa[12] dengan panjang gelombang 200-800 nm[13].

2. SEM

Analisis data menggunakan SEM bertujuan untuk menentukan ukuran partikel dan memahami struktur mikro (yang mencakup porositas dan karakteristik retakan) suatu objek padat.

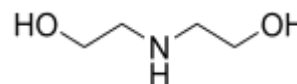
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis Copper Tin Oxide (CuSnO_3)

Larutan CuSnO_3 dibuat dengan melarutkan $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Partikel dari CuSnO_3 memiliki dispersitas yang baik dan juga memiliki bentuk yang serupa dengan ukuran partikelnya sekitar 70nm ketika disintesis menggunakan metode kopresipitasi kimia. CuSnO_3 stabil pada rentang suhu 290°C - 650°C [6].

Pada penelitian Borhade, dkk, menemukan bahwa CuSnO_3 ini memiliki struktur kristal kubik didalam dan memiliki band gap sebesar 3,1625 eV dan ukuran rata-rata kristal sebesar 104,5nm ketika disintesis menggunakan metode hidrotermal[14].

Setelah itu, larutan yang sudah terbentuk masing-masingnya ditambahkan zat aditif *diethanolamine* (DEA) sebanyak 1 mL yang berfungsi untuk menstabilkan larutan serta membantu mempercepat penghomogenan larutan. Kasuma, dkk juga melaporkan pada penelitian membuat nanopartikel Mn_2O_3 dengan menggunakan metode sol-gel, penambahan zat aditif bertujuan untuk meningkatkan stabilitas larutan[11].



Gambar 1. Rumus Struktur Diethanolamine

DEA berfungsi sebagai pengemulsi dan membantu pendispersian banyak reaksi kimia dalam bidang farmasi, kosmetik, dan pertanian. Ciri khas dari senyawa ini yaitu memiliki gugus hidroksil dan nitrogen sebagai donor elektron. Ikatan kovalen senyawa DEA ditemukan membuat permukaan membran lebih hidrofilik dan kurang bermuatan negatif sementara tidak memiliki pengaruh pada struktur morfologi dan kekompakan lapisan aktif[15].

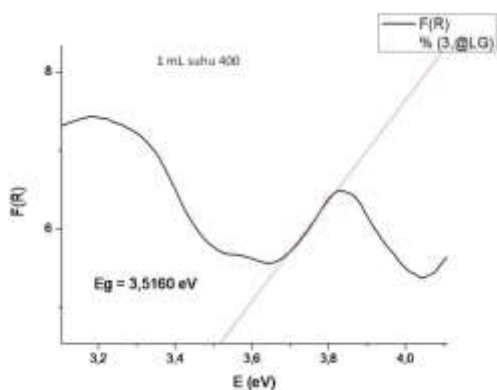
Gel yang telah dihasilkan barulah kemudian di kalsinasi pada variasi temperatur 400°C , 500°C dan 600°C . Sehingga kemudian terbentuklah hasil berupa serbuk material semikonduktor CuSnO_3 .

B. UV-DRS

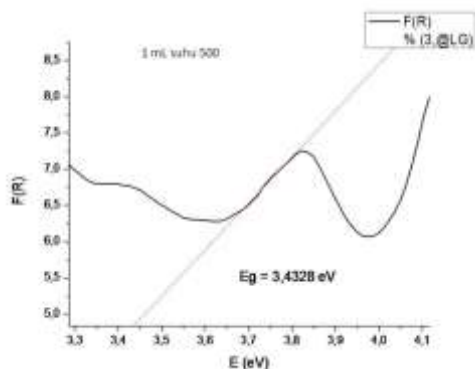
Menggunakan UV-DRS dalam karakterisasi memiliki tujuan untuk mendapatkan besarnya energi gap dari semikonduktor CuSnO_3 . Hasil karakterisasi menggunakan UV-DRS bertujuan untuk memperoleh data mengenai lebar celah pita (*band gap*), energi celah pita dihitung dengan

mentransformasikan persentase reflektansi %R menjadi faktor Kubelka-Munk (F(R)) [16]. Energi celah pita atau *band gap* adalah energi celah antara pita valensi dan pita konduksi yang mana pada pita valensi terdapat banyak elektron dan pita konduksi yang kekurangan elektron [17].

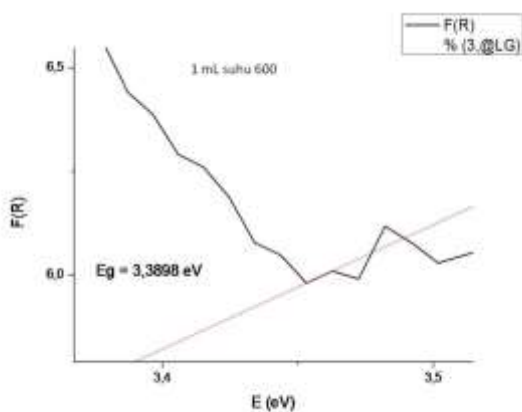
Nilai energi gap (eV) relatif kecil menyebabkan loncatan elektron dan elektron kurang leluasa dalam bergerak, sedangkan jika energi gapnya besar juga menghambat gerak loncatan elektron dan aliran elektron akan terhambat [17].



Gambar 2. Energi Gap Temperatur 400°C



Gambar 3. Energi Gap Temperatur 500°C



Gambar 4. Energi Gap Temperatur 600°C

Dari hasil karakterisasi yang dilakukan dapat kita lihat dari gambar grafik diatas pada saat temperatur kalsinasi 400 °C

didapatkan nilai energi gap sebesar 3,5160 eV, setelah temperatur kalsinasi dinaikkan menjadi 500°C didapatkan nilai energi gap sebesar 3,4328 eV, dan pada saat temperatur kalsinasi 600 °C didapatkan energi gap sebesar 3,3898 eV. Nilai energi gap cenderung menurun seiring dengan kenaikan suhu. Berdasarkan teori, semakin kecil nilai band gap suatu semikonduktor menandakan semakin banyak elektron yang bergerak di daerah eksitasi, dan mempengaruhi intensitas absorpsi transisi dari daerah eksitasi *ground state*. Pada penelitian yang dilakukan oleh Jorena, sintesis semikonduktor Germanium yang dilakukan dengan variasi temperatur pada saat kalsinasi diperoleh hasil bahwa energi gap turun dengan naiknya suhu yang ini disebabkan karena terjadinya penurunan tegangan persambungan terhadap kenaikan suhu [18]. Hal ini juga sesuai dengan penelitian yang dilaporkan Riska, dkk bahwa nilai energi celah akan berkurang seiring dengan peningkatan suhu, karena peningkatan suhu membantu perpindahan elektron dengan menyebabkan eksitasi termal [19].

TABEL I
NILAI BAND GAP SEMIKONDUKTOR CuSnO₃

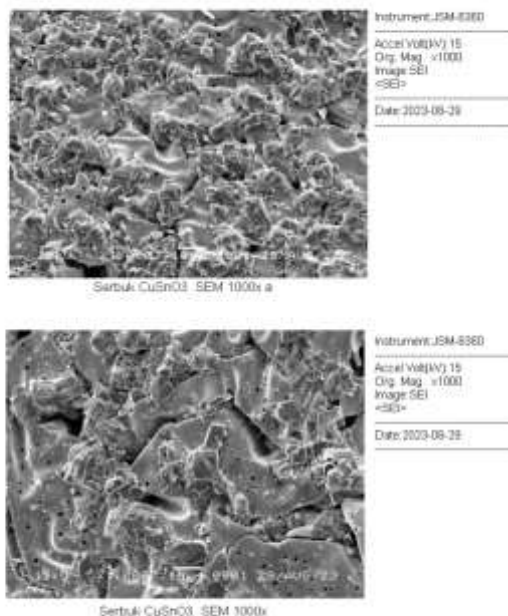
Temperatur (°C)	Nilai Band Gap (eV)
400	3.5160
500	3.4328
600	3.3898

C. SEM

Analisa menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui struktur morfologi pada produk sintesis semikonduktor CuSnO₃. Penelitian yang dilakukan oleh Saddam, dkk terkait SnO didapatkan hasil analisis SEM diilustrasikan berupa gambar monokrom, dimana karakteristik gambar monokrom dipengaruhi oleh unsur-unsur penyusunnya. Logam dengan nomor atom tinggi cenderung menghasilkan warna putih atau terang, sementara logam dengan nomor atom rendah cenderung menghasilkan warna hitam [20].

Penelitian yang dilakukan oleh Oktaviani, dkk menampilkan hasil analisa sintesis ZnO-SiO₂ dengan menggunakan SEM, dapat diamati morfologi permukaan sampel yang berupa granula. Terlihat bahwa permukaan sampel tidak homogen dan terdiri dari *cluster-cluster* atau gumpalan-gumpalan, dengan variasi ukuran butir yang signifikan dengan distribusi yang tidak merata pada permukaan sampel [21].

Pada sampel semikonduktor CuSnO₃ yang disintesis dilakukan analisa SEM dengan perbesaran 1000x yang menunjukkan bahwa partikel semikonduktor CuSnO₃ yang dihasilkan masih terdapat pori-pori yang terlihat pada gambar, pori-pori tersebut nantinya akan rentan membentuk retakan-retakan sehingga membuat molekul semikonduktor CuSnO₃ yang dihasilkan akan pecah dan tidak menyatu satu sama lain.



Gambar 5. Analisis Semikonduktor CuSnO_3 pada perbesaran 1000x

Morfologi permukaan dari serbuk CuSnO_3 memperlihatkan bahwa permukaan memiliki rongga (*hollow*) dengan ukuran diameter bongkahan 7-11 nm yang mana *hollow* ini akan memberikan manfaat sebagai katalis dan adsorben[11].

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, di dapatkan kesimpulan sebagai berikut:

- 1) Pengaruh temperatur kalsinasi pada sintesis dan karakterisasi CuSnO_3 dengan metode *sol-gel* yakni penambahan temperatur saat proses kalsinasi menurunkan nilai band gap semikonduktor CuSnO_3 .
- 2) Bentuk permukaan serbuk CuSnO_3 menunjukkan dengan jelas adanya rongga, yang akan memberikan manfaat sebagai katalis dan adsorben.

UCAPAN TERIMA KASIH

Atas telaksananya penelitian ini, penulis mengucapkan terimakasih banyak kepada kepada Bapak/Ibu tenaga akademik maupun non akademik Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang dan semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian penelitian ini.

REFERENSI

- [1] R. Ridlo and A. Hakim, "Model Energi Indonesia, Tinjauan Potensi Energy Terbarukan Untuk Ketahanan Energi Di Indonesia: Literatur Review," vol. 1, no. 1, pp. 1–11, 2020.
- [2] M. B. Fadillah and D. Y. Sukma, "Analisis Prakiraan Kebutuhan Energi Listrik Tahun 2015-2024 Wilayah Pln Kota Pekanbaru

- Dengan Metode Gabungan," *J. Mhs. Jom FTEKNIK*, vol. 2, no. 2, pp. 1–10, 2024.
- [3] Y. Oktaviani and Astuti, "Sintesis Lapisan Tipis Semikonduktor dengan Bahan Dasar Tembaga (Cu) Menggunakan Chemical Bath Deposition," *J. Fis. Unand*, vol. 3, no. 1, pp. 53–58, 2014.
- [4] D. Rahman, E. Sustini, and M. Abdullah, "Fabrikasi Transparant Conducting Film Berbahan Dasar Grafit pada Substrat Plastik dengan Proses Mekanik," *J. Mat. dan Sains*, vol. 22, no. 1, pp. 33–36, 2017, doi: 10.5614/jms.2017.22.1.9.
- [5] B. N. Kim *et al.*, "Photophysical properties and photoelectrochemical performances of sol-gel derived copper stannate (CuSnO_3) amorphous semiconductor for solar water splitting application," *Ceram. Int.*, vol. 44, no. 2, pp. 1843–1849, 2018, doi: 10.1016/j.ceramint.2017.10.119.
- [6] T. Liu, R. bin Du, and X. jun Kong, "Preparation and electrochemical properties of amorphous tin-copper composite oxide CuSnO_3 ," *Adv. Mater. Res.*, vol. 535–537, no. C1, pp. 31–35, 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.535-537.31.
- [7] P. J. M. Isherwood, K. T. Butler, A. Walsh, and J. M. Walls, "A tunable amorphous p-type ternary oxide system: The highly mismatched alloy of copper tin oxide," *J. Appl. Phys.*, vol. 118, no. 10, 2015, doi: 10.1063/1.4929752.
- [8] D. Mohanta, S. Raha, S. Vikram Gupta, and M. Ahmaruzzaman, "Bioinspired green synthesis of engineered CuSnO_3 quantum dots: An effective material for superior photocatalytic degradation of Rabeprazole," *Mater. Lett.*, vol. 240, pp. 193–196, 2019, doi: 10.1016/j.matlet.2018.12.104.
- [9] S. Kasuma *et al.*, "Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Co^{2+} Doped ZnO Dengan Menggunakan Metode Sol-Gel," *Indones. J. Chem. Sci.*, vol. 9, no. 1, pp. 24–30, 2020.
- [10] Y. M. Liza, R. C. Yasin, S. S. Maidani, and R. Zainul, "Gelation Sol-Gel Proses Densification Ageing Drying," *Pendidik. FMIPA Univ. Negeri Padang*, 2018.
- [11] S. Kasuma and W. Ningsih, "Pengaruh Aditif pada Sintesis Nanopartikel Mn_2O_3 Melalui Proses Sol-Gel," no. Cvd, pp. 1–3, 2004.
- [12] S. Mugundan, B. Rajamannan, G. Viruthagiri, N. Shanmugam, R. Gobi, and P. Praveen, "Synthesis and characterization of undoped and cobalt-doped TiO_2 nanoparticles via sol-gel technique," *Appl. Nanosci.*, vol. 5, no. 4, pp. 449–456, 2015, doi: 10.1007/s13204-014-0337-y.
- [13] V. Borhade, "Sintesis, Karakterisasi dan Aplikasi fotokatalitik CuSnO_3 Perovskite oxide," vol. 6, pp. 382–386, 2019.
- [14] V. Borhade, D. R. Tope, and S. L. Sangle, "Synthesis, Characterization and Photocatalytic application of CuSnO_3 Perovskite oxide," vol. 6, no. 3, pp. 382–386, 2019.
- [15] M. Liu *et al.*, "High efficient removal of dyes from aqueous solution through nanofiltration using diethanolamine-modified polyamide thin-film composite membrane," *Sep. Purif. Technol.*, vol. 173, pp. 135–143, 2017, doi: 10.1016/j.seppur.2016.09.023.
- [16] H. Sanjaya, "DEGRADASI METHYLENE BLUE MENGGUNAKAN KATALIS ZnO -PEG DENGAN METODE FOTOSONOLISIS," *EKSAKTA Berk. Ilm. Bid. MIPA*, vol. 18, no. 02, pp. 21–29, 2017, doi: 10.24036/eksakta/vol18-iss02/45.
- [17] D. Lestari, Wi. Sunarto, and E. B. Susatyo, "Preparasi Nanokomposit ZnO-TiO_2 dengan Sonokimia Serta Uji Aktivitas Untuk Fotodegradasi Fenol," *Indones. J. Chem. Sci.*, vol. 1, no. 2, p. 6, 2012.
- [18] Jorena, "Pengaruh Suhu Terhadap Gap Energi Bahan Semikonduktor Germanium," *Penelitian Sains*, vol. 11, pp. 455–460, 2008.
- [19] Seymour, "Band Gap (Pita Energi) Semikonduktor," no. 140310140021, pp. 1–4, 1987.
- [20] S. Husein, E. T. Wahyuni, and M. Mudasar, "Synthesis of Tin(II) Oxide (SnO) Nanoparticle by Hydrothermal Method," *JKPK (Jurnal Kim. dan Pendidik. Kim.)*, vol. 4, no. 3, p. 145, 2019, doi: 10.20961/jkpk.v4i3.29898.
- [21] Z. P. Oktaviani and A. Haris, "Sintesis ZnO-SiO_2 dan Aplikasinya pada Fotokatalisis Degradasi Limbah Organik Fenol dan Penurunan Kadar Cd(II) secara Simultan," *J. Kim. Sains dan Apl.*, vol. 19, no. 2, pp. 45–49, 2016, doi: 10.14710/jksa.19.2.45-49.