

Karakterisasi Arus-Tegangan Sensor Gas Hidrogen Dari Bahan Komposit Semikonduktor $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2$

Reza Hamdani*, Elvaswer

Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas
Kampus Unand LimauManis, Padang, 25163 Indonesia
*rezahamdani4@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan karakterisasi sensor gas hidrogen berupa pelet dengan bahan komposit $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2$. Pelet sensor gas hidrogen dibuat dengan komposisi yang berbeda. Proses pembuatan sensor gas hidrogen diawali dengan pencampuran bahan, kalsinasi pada temperatur 500°C selama 4 jam, penggerusan, kompaksi dan sintering pada temperatur 700°C selama 4 jam dengan menggunakan metode reaksi dalam keadaan padat. Sensor gas hidrogen diuji pada temperatur ruang dengan mengukur nilai $I\text{-V}$, nilai sensitivitas, nilai konduktivitas, waktu respon dan karakterisasi XRD. Berdasarkan pengukuran $I\text{-V}$ bahwa sampel 70% mol $\text{SnO}_2+30\%$ mol TiO_2 memiliki sensitivitas tertinggi yaitu 5,58 pada tegangan 27 Volt. Nilai konduktivitas tertinggi pada sampel 70%mol $\text{SnO}_2+30\%$ mol TiO_2 yaitu $6,34 \times 10^{-2}/\Omega\text{m}$ pada lingkungan hidrogen. Waktu respon sampel 70%mol $\text{SnO}_2+30\%$ mol TiO_2 pada tegangan 27 volt adalah 36 sekon. Hasil XRD menunjukkan ukuran kristal 70% mol $\text{SnO}_2 + 30\%$ mol TiO_2 adalah 141,64 nm lebih kecil dibandingkan dengan bahan SnO_2 dan TiO_2 tanpa doping yaitu 149,101 nm dan 159,25 nm
Kata kunci: konduktivitas, sensitivitas, sensor gas hidrogen, $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2$, waktu respon.

ABSTRACT

The characterization of hydrogen gas sensor in the form of pellets made of $\text{SnO}_2\text{-TiO}_2$ was performed. The hydrogen gas sensor pellets are made with different compositions. The preparation of hydrogen gas sensor starts with the mixing of the materials, calcination at 500°C for 4 hours, grinding, compacting and sintering at 700°C for 4 hours used solid state reaction method. Hydrogen gas sensor was tested at room temperature by investigating the measuring $I\text{-V}$ value, sensitivity, conductivity, response time and XRD characterization. Based on measured $I\text{-V}$ characteristics the sample of 70% mol of $\text{SnO}_2+30\%$ mol of TiO_2 shows the highest sensitivity. The sensitivity is 5,58 at 27 Volt. The sample of 70% mol of $\text{SnO}_2 + 30\%$ mol of TiO_2 also has the highest conductivity at $6,34 \times 10^{-2} /\Omega\text{m}$ in the hydrogen. The response time of the sample 70% mol of $\text{SnO}_2+30\%$ of TiO_2 at 27 volt is 36 s. XRD results indicate that the crystal size of 70% mol of $\text{SnO}_2+30\%$ mol of TiO_2 was 141,64 nm smaller than SnO_2 and TiO_2 without doping was 149,101 nm and 159,25 nm.

Keywords: conductivity, sensitivity, hydrogen gas sensor, $\text{SnO}_2\text{-TiO}_2$, response time

I. PENDAHULUAN

Hidrogen merupakan unsur paling melimpah dengan persentase 75% dari total massa unsur alam semesta. Hidrogen dimanfaatkan pada berbagai bidang antara lain dapat digunakan sebagai bahan bakar pada kendaraan bermotor (Hübert dkk., 2014). Hidrogen merupakan bahan bakar ramah lingkungan, dimana energi yang dihasilkan sangat bersih karena hanya menghasilkan uap air sebagai emisi. Hidrogen tidak berwarna, tidak berbau, bersifat non-logam, bervaleksi tunggal, dan merupakan gas yang sangat mudah terbakar pada konsentrasi 4% di udara bebas (Yang dkk., 2014).

Hidrogen juga mempunyai kekurangan pada penyimpanannya. Hidrogen seringkali tidak terdeteksi oleh indera penciuman manusia jika terjadi kebocoran sehingga dapat mengakibatkan kebakaran. Resiko penggunaan gas hidrogen seperti kebakaran dapat diminimalisir apabila ada sensor yang mampu mendeteksi kebocoran gas tersebut. Bahan semikonduktor oksida yang memiliki kemampuan sebagai sensor gas antara lain adalah TiO_2 , ZnO , CuO , dan SnO_2 (Wang dan Hu, 2012).

TiO_2 dikenal sebagai material metal oksida yang memiliki kemampuan sebagai sensor. TiO_2 memiliki beberapa kelebihan di antaranya stabilitas termal yang baik, permukaan yang mudah bereaksi secara kimia, memiliki sifat listrik yang baik sehingga banyak digunakan dalam pembuatan sensor gas (Yadav dkk, 2011). Sensitivitas sensor gas dapat ditingkatkan dengan cara mendoping bahan utama dengan logam mulia atau bahan metal oksida. Bahan logam mulia

butuh biaya yang lebih mahal dan cukup sulit diperoleh dibandingkan dengan bahan metal oksida (Patil dkk, 2011). Bahan yang digunakan adalah material SnO_2 , bahan ini merupakan bahan metal oksida yang mempunyai titik leleh dan titik lebur yang tinggi, merespon sejumlah gas dengan baik dan ketersediaan bahan cukup melimpah. SnO_2 memiliki masa pemakaian yang lebih lama dan relatif stabil dan daya tahan yang tinggi (Shaposnik dkk, 2012).

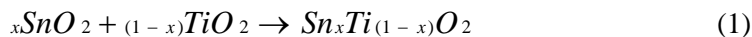
Penelitian bahan sensor gas semikonduktor metal oksida pada temperatur ruang 30°C masih sangat sedikit. Sensor gas yang bekerja pada temperatur ruang membutuhkan energi yang kecil untuk dapat mendeteksi gas pada suatu lingkungan, sehingga akan sangat baik apabila dapat dikembangkan bahan sensor gas yang bekerja pada temperatur ruang (Maiyeni dan Elvaswer, 2012). Penelitian tentang gas hidrogen pernah dilakukan oleh (Mondal dkk, 2014) dengan menggunakan bahan komposit ZnO-SnO_2 , hasil yang didapat yaitu waktu respon sebesar 60 detik untuk 10000 ppm gas hidrogen pada suhu 150°C . Penelitian tentang gas hidrogen juga pernah dilakukan oleh Maiyeni (2016) dengan menggunakan bahan CuO didoping TiO_2 . Hasil yang didapat nilai sensitivitas sebesar 2,8 waktu respon sebesar 42 detik pada suhu kamar.

Pada penelitian ini dibuat sensor dari bahan komposit semikonduktor $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2$ dengan metode keadaan padat atau dalam bentuk pelet. Sensor gas dalam keadaan padat menunjukkan kemampuan respon sensor yang cepat, penggunaan yang sederhana dan harga yang lebih murah (Patil dkk, 2011). Penelitian dilakukan untuk mengatasi permasalahan dimana sensitivitas sensor masih rendah, waktu respon masih lama dan suhu operasional masih tinggi.

II. METODE

2.1 Persiapan Pembuatan Pelet $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2$

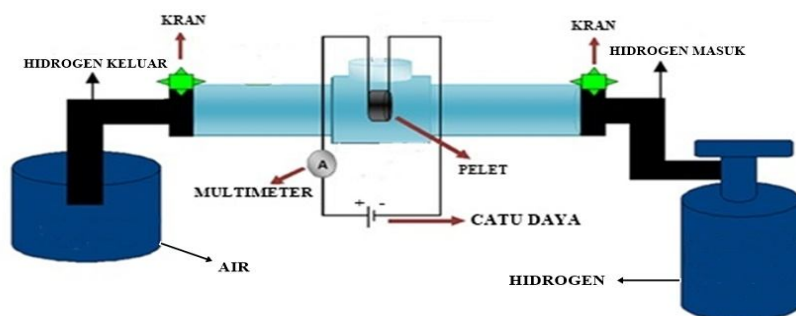
Pada penelitian ini telah dibuat sampel dengan perbandingan persentase mol $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2$ adalah 70:30, 60:40, 50:50, 40:60, 30:70, 100:0, 0:100 dimana massa masing-masing sampel adalah 0,5 g. Reaksi kimia yang terjadi untuk mengetahui persentase massa dari masing masing sampel pada penelitian ini adalah :



Sampel digerus selama 10 menit agar sampel menjadi halus, dan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 4 jam. Setelah proses kalsinasi bahan digerus kembali, agar butir-butir yang menggumpal menjadi lebih halus. Bahan dikompaksi sehingga berbentuk pelet, kemudian pellet *di-sintering* pada suhu 700°C selama 4 jam.

2.2 Karakterisasi Sensor Gas Hidrogen

Pelet yang telah disinter diuji seperti skema rangkaian pada Gambar 1. Skema di atas memperlihatkan bahwa alat pengujian berfungsi untuk mengalirkan gas hidrogen. Pelet dirangkai bias maju dengan menghubungkan salah satu elektroda dengan kutub positif sedangkan elektroda lainnya dengan kutub negatif, dan untuk bias mundur polaritasnya dibalik. Amperemeter dihubungkan secara seri dengan sumber tegangan dan pelet. Pengukuran bias maju dan bias mundur diberikan variasi tegangan dari -30 V sampai 30 V dengan kenaikan 3 V .



Gambar 1 Skema rangkaian alat pengujian sensor hidrogen

Karakteristik I - V diukur untuk menentukan sensitivitas dan konduktivitas sensor. Nilai sensitivitas dan konduktivitas dihitung menggunakan persamaan (2) dan persamaan (3). Nilai sensitivitas dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan :

$$S = \frac{I_{hidrogen}}{I_{udara}} \quad (2)$$

dengan $I_{hidrogen}$ adalah arus pada lingkungan hidrogen (mA), I_{udara} adalah arus pada lingkungan udara (mA), dan S merupakan sensitivitas.

Konduktivitas menunjukkan kemampuan suatu bahan untuk mengalirkan arus listrik. Nilai konduktivitas dapat dihitung menggunakan persamaan :

$$\sigma = \frac{L}{RA} \quad (3)$$

dimana σ konduktivitas listrik ($1/\Omega.m$), R adalah resistansi (Ω), A adalah luas penampang (m^2), dan L adalah ketebalan sampel (m).

XRD digunakan untuk melihat ukuran kristal dari sampel. Ukuran kristal dapat dihitung menggunakan persamaan :

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta} \quad (4)$$

dimana D adalah ukuran kristal, λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, θ adalah sudut Bragg, B adalah lebar penuh garis difraksi pada saat intensitas setengah maksimum (Full Width Half Maximum, FWHM), dan 0,9 merupakan nilai konstanta material untuk partikel bulat.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Karakteristik I - V pada Lingkungan Hidrogen dan Udara

Karakteristik I - V masing-masing sampel pada lingkungan hidrogen dan udara dapat ditampilkan sebagai grafik arus-tegangan. Karakterisasi I - V pada masing-masing sampel dapat ditunjukkan pada Gambar 2.

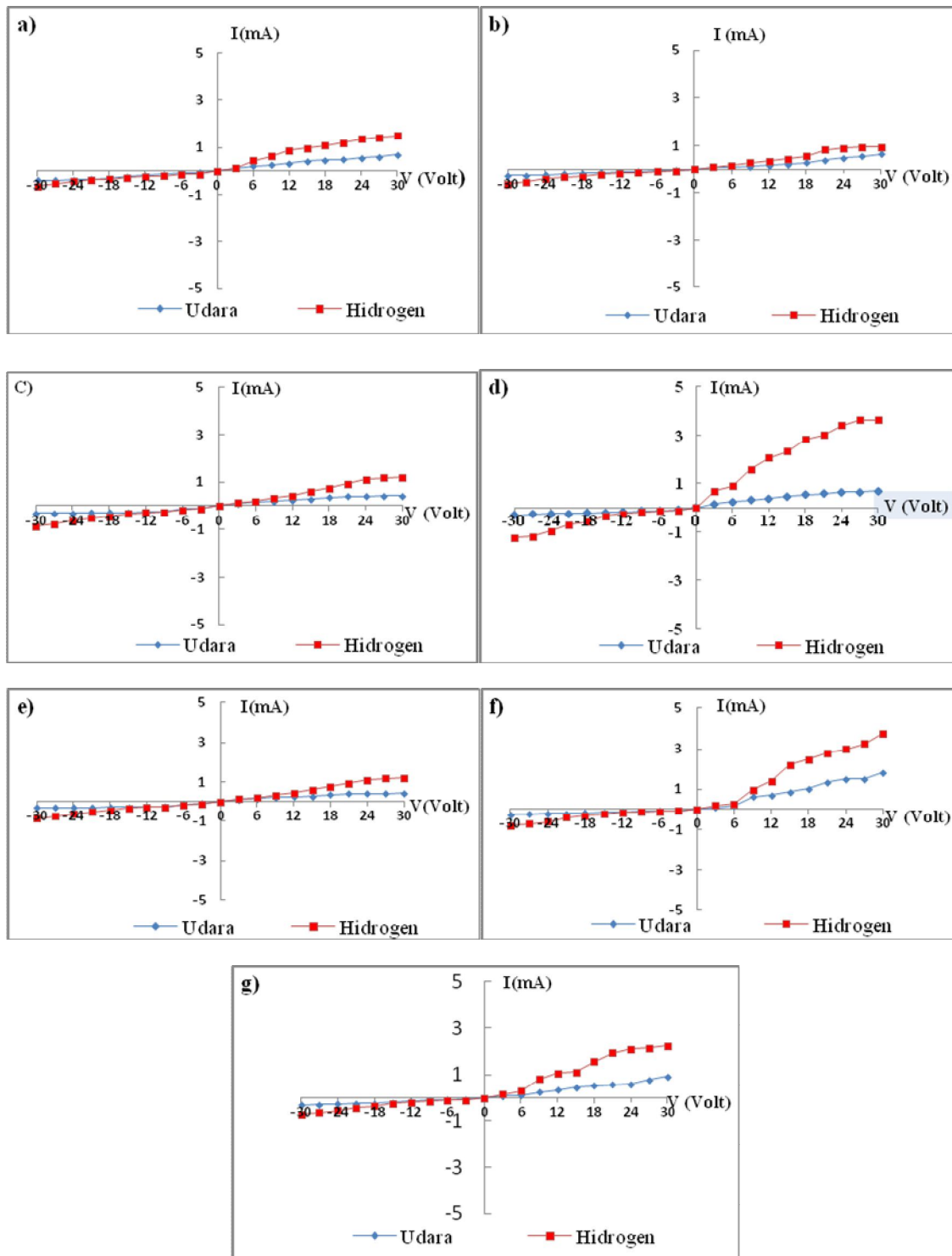
Gambar 2 (a) dan (b) menunjukkan grafik karakteristik I - V dimana arus pada lingkungan hidrogen hampir *overlap* dengan arus pada lingkungan udara. Hal ini disebabkan sebelum TiO_2 dan SnO_2 dijadikan komposit mempunyai energi *gap* lebih besar dibandingkan setelah dijadikan komposit sehingga elektron susah untuk melompat dari pita valensi ke pita konduksi.

Gambar 2 (c) dan (e) memperlihatkan arus pada lingkungan hidrogen dan arus lingkungan udara tidak jauh berbeda dibandingkan sampel sebelum dijadikan komposit, tetapi memiliki perbandingan arus pada lingkungan hidrogen dengan arus pada lingkungan udara lebih besar dibandingkan sampel sebelum dijadikan komposit, hal ini disebabkan setelah dijadikan komposit material semikonduktor menyumbang elektron sehingga dapat memperkecil daerah deplesi antar muka butir partikel akibatnya elektron mudah untuk berpindah dari satu partikel ke partikel lainnya.

Gambar 2 (d) menunjukkan bahwa sampel 30% mol TiO_2 + 70% mol SnO_2 mempunyai perbandingan arus pada lingkungan hidrogen dengan arus pada lingkungan udara adalah yang terbesar yaitu 5,58. Hal ini disebabkan karena arus pada lingkungan hidrogen optimum bereaksi dengan oksida yang terdapat pada sampel komposit semikonduktor tersebut sehingga dapat memperkecil daerah deplesi antar muka butir partikel akibatnya elektron mudah untuk berpindah dari satu partikel ke partikel lainnya.

Gambar 2 (f) menunjukkan perbandingan arus pada lingkungan hidrogen dengan arus pada lingkungan udara yang paling rendah, hal ini disebabkan karena reaksi antara hidrogen dan permukaan oksida menurun, sehingga interaksi elektron di dalam bahan sedikit.

Gambar 2(g) memperlihatkan bahwa arus di lingkungan hidrogen lebih tinggi dibandingkan arus di lingkungan udara. Hal ini disebabkan karena pada permukaan semikonduktor akan lebih banyak menyerap molekul-molekul hidrogen dibandingkan dengan molekul-molekul pada lingkungan udara. Molekul-molekul hidrogen yang terabsorpsi ini akan mengikat elektron bebas sehingga arus semakin tinggi.



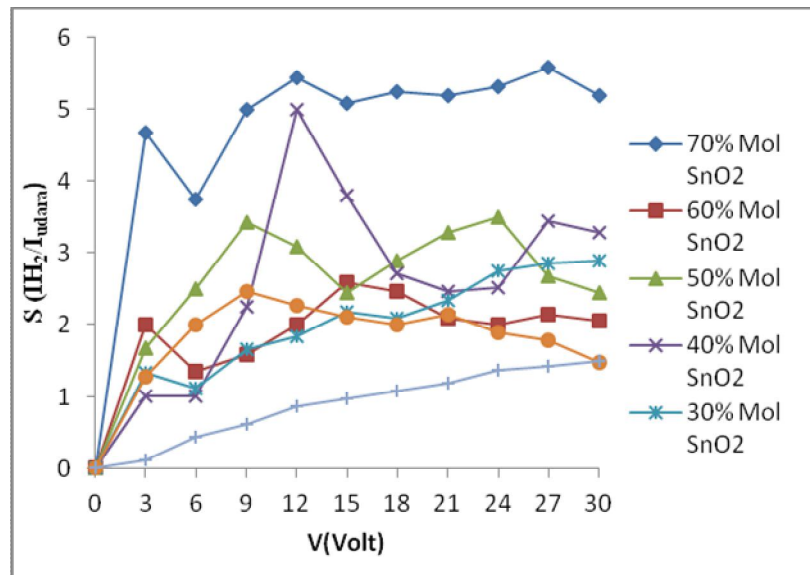
Gambar 2 Grafik karakteristik I-V pada lingkungan udara dan hydrogen untuk (a) 100% mol TiO_2 , (b) 100% mol SnO_2 , (c) 60% mol TiO_2 +40% mol SnO_2 , (d) 30% mol TiO_2 +70% mol SnO_2 , (e) 70% mol TiO_2 +30% mol SnO_2 (f) 40% mol TiO_2 +60% mol SnO_2 dan (g) 50% mol TiO_2 +50% mol SnO_2

3.2 Karakteristik Sensitivitas

Sensitivitas sensor gas dapat diketahui berdasarkan grafik karakteristik I-V yang telah diperoleh dan dihitung menggunakan Persamaan 2. Perubahan nilai sensitivitas masing-masing sampel dapat dilihat pada Gambar 3. Gambar 3 dapat dilihat bahwa sensitivitas tertinggi ditunjukkan pada sampel komposit semikonduktor TiO_2 - SnO_2 dengan persentase mol 30%

TiO₂+ 70% SnO₂ yaitu 5,58 pada tegangan 27 volt pada bias maju. Hal ini disebabkan arus pada lingkungan hidrogen optimum bereaksi dengan oksida yang terdapat pada sampel komposit semikonduktor tersebut sehingga dapat memperkecil daerah deplesi antar muka butir partikel akibatnya elektron mudah untuk berpindah dari satu partikel ke partikel lainnya.

Untuk sensitivitas yang rendah terjadi pada bahan komposit semikonduktor 70% mol TiO₂ + 30% mol SnO₂, SnO₂ dan TiO₂ tanpa doping . Hal ini disebabkan karena reaksi antar hidrogen dan oksida menurun dan untuk sampel tanpa doping memiliki energi gap yang besar dan arus yang dihasilkan di lingkungan hidrogen kecil.



Gambar 3 Grafik perubahan sensitivitas terhadap tegangan untuk beberapa komposisi mol SnO₂

3.3 Karakteristik Konduktivitas

Nilai konduktivitas pada lingkungan udara maupun lingkungan hidrogen dapat dihitung menggunakan Persamaan 3. Nilai konduktivitas pada lingkungan hidrogen lebih besar dibandingkan dengan nilai konduktivitas pada lingkungan udara. Hal ini disebabkan oleh reaksi antara hidrogen dengan oksida pada permukaan partikel yang lebih besar pada lingkungan hidrogen dibandingkan pada lingkungan udara. Perubahan nilai konduktivitas sebelum dan sesudah dialiri gas hidrogen pada masing-masing sampel ditunjukkan pada Tabel 1.

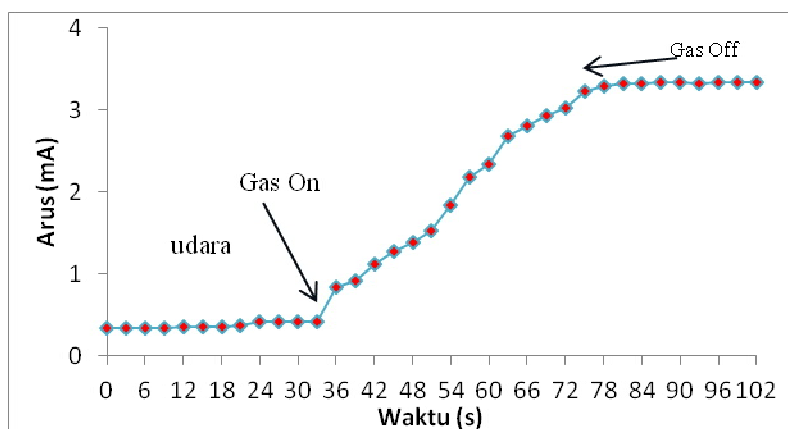
Tabel 1 Perubahan konduktivitas pada lingkungan udara dan hidrogen

Komposisi Sampel	Konduktivitas (10 ⁻² / Ω.m)	
	Lingkungan Udara	Lingkungan Hidrogen
70 % mol SnO ₂ +30% mol TiO ₂	1,25	6,34
60 % mol SnO ₂ +40% mol TiO ₂	2,09	4,00
50 % mol SnO ₂ +50% mol TiO ₂	1,13	1,24
40 % mol SnO ₂ +60% mol TiO ₂	0,32	3,04
30 % mol SnO ₂ +70% mol TiO ₂	0,39	1,62
100% mol SnO ₂	0,65	1,27
100% mol TiO ₂	1,07	2,37

Konduktivitas pada lingkungan hidrogen mempunyai nilai tertinggi pada sampel 30% TiO₂+ 70% SnO₂ yaitu 6,34×10⁻²/Ω.m dibandingkan pada lingkungan udara. Hal ini disebabkan oleh terjadinya reaksi antar hidrogen dengan oksida yang dapat memperkecil daerah deplesi yang mengakibatkan elektron dengan mudah berpindah ke pita konduksi.

3.4 Karakteristik Waktu Respon

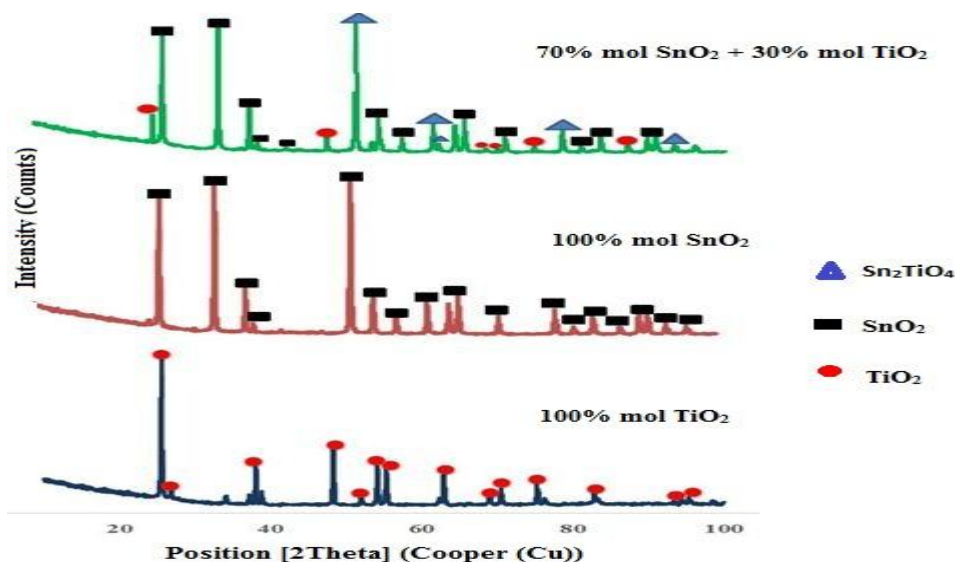
Waktu respon sebuah sensor gas sangat penting untuk diketahui, karena dengan menghitung waktu respon dapat diketahui kemampuan suatu sensor gas dalam mendeteksi gas tertentu disekitarnya. Waktu respon diukur pada sampel yang memiliki sensitivitas tertinggi yaitu pada sampel komposit 30% TiO_2 +70% SnO_2 pada tegangan 27 V. Grafik hasil pengukuran waktu respon dapat dilihat pada Gambar 4. Pengukuran waktu respon dilakukan dalam selang waktu tiap 3 detik di lingkungan udara hingga stabil, kemudian setelah di udara dilanjutkan dengan mengalirkan gas hidrogen sampai didapatkan nilai arus yang stabil. Sampel berada pada lingkungan udara hingga arus stabil. Kemudian saat gas hidrogen dialirkan terjadi peningkatan arus secara signifikan sampai detik ke- 78 s. Hal ini disebabkan karena gas hidrogen yang bereaksi dengan oksida mengakibatkan daerah deplesi mengecil sehingga arus meningkat. Waktu respon yang diperoleh pada sampel yaitu 42 s.



Gambar 4 Grafik waktu respon komposit 30% TiO_2 + 70% SnO_2

3.5 Karakteristik XRD

Karakterisasi XRD telah dilakukan pada 3 sampel, yaitu sampel 100% mol TiO_2 , 100 mol SnO_2 dan sampel yang memiliki sensitivitas tertinggi yaitu sampel 30% TiO_2 + 70% SnO_2 . Pola difraksi sinar-X ketiga sampel ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5 Pola Difraksi Sinar-X Pada Sampel 100% mol TiO_2 , 100% mol SnO_2 dan 70% mol SnO_2 + 30% mol TiO_2 .

Hasil XRD menunjukkan pada sampel 30% TiO_2 + 70% SnO_2 terdapat puncak-puncak baru yaitu Sn_2TiO_4 . Munculnya puncak baru ini berarti terbentuknya senyawa yang baru yaitu

Sn_2TiO_4 . Gabungan dari bahan SnO_2 dan TiO_2 ini mempengaruhi ukuran kristal. Ukuran kristal pada ketiga sampel dihitung dengan menggunakan persamaan Scherer, ukuran kristal 100% SnO_2 yaitu 149,01 nm dan ukuran kristal 100% TiO_2 yaitu 159,25 nm, sedangkan ukuran kristal sampel 30% TiO_2 + 70% SnO_2 adalah 141,64 nm. Ukuran kristal dari komposit SnO_2 + TiO_2 lebih kecil dibandingkan TiO_2 dan SnO_2 tanpa doping. Hal ini disebabkan karena ketika kedua bahan digabungkan, masing-masing bahan saling membelah diri sehingga terjadinya pertumbuhan kristal yang membuat ukuran kristal semakin kecil per satuan volume, dimana pada temperatur yang tinggi akan membuat ukuran kristal menjadi kecil. Berdasarkan grafik terlihat jelas bahwa sampel komposit 30% TiO_2 + 70% SnO_2 terbentuknya senyawa baru Sn_2TiO_4 dengan sistem kristal tetragonal, TiO_2 dan SnO_2 dengan sistem kristal tetragonal.

IV. KESIMPULAN

Sensor mampu membedakan kondisi dilingkungan udara dengan lingkungan hidrogen, dengan arus tertinggi di lingkungan hidrogen adalah 3,76 mA dan arus tertinggi di lingkungan udara 1,83 mA. Nilai sensitivitas tertinggi diperoleh pada sampel 30% TiO_2 + 70% SnO_2 sebesar 5,58 dengan tegangan operasional 27 volt pada suhu kamar. Konduktivitas lingkungan hidrogen lebih tinggi dibandingkan lingkungan udara. Konduktivitas tertinggi di lingkungan udara $2,09 \times 10^{-2}/\Omega\cdot\text{m}$ dan lingkungan hidrogen adalah $6,34 \times 10^{-2}/\Omega\cdot\text{m}$. Waktu respon sampel 30% TiO_2 + 70% SnO_2 adalah 42 detik pada tegangan 27 V. Hasil XRD menunjukkan terbentuknya senyawa baru Sn_2TiO_4 dan ukuran sampel 30% TiO_2 + 70% SnO_2 yaitu 141,64 nm lebih kecil dibandingkan dengan 100% SnO_2 dan TiO_2 murni yaitu 149,101 nm dan 159,25 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Hübert, L. Boon-Brett, V. Palmisano, A. Bader, "Developments in gas sensor technology for hydrogen safety", *International Journal of Hydrogen Energy*, **35**, 373-384, (2014).
- Maiyeni, S dan Elvaswer, "Karakterisasi I-V Semikonduktor CuO Didoping TiO_2 Sebagai Sensor Gas Hidrogen", *Jurnal Fisika Unand*, **3**, 263-269 (2017).
- Mondal, B. Basumatari, B. Das, J. Roychaudhury, C. Saha, H, "ZnO-SnO₂ based composite type gas sensor for selective hydrogen sensing", *Sensors and Actuator*, **194**, 389- 396 (2014).
- Patil, A., Dighavkar, C., Borse. R., "Doped Thick Films as CO₂ Gas Sensor", *Journal Of Optoelectronics and Advanced Material*, **13**, 1331-1337 (2011).
- Shaposnik, D, Pavelko, R, Llobet E, Gispert-Guraid, X., "Hydrogen Sensors on The Basis of SnO₂-TiO₂ System", *Sensors and Actuator*, **194**, 527- 534 (2012).
- Wang, Z., dan Hu, Y., "Hydrogen Gas Sensors Based on Semikonduktor Oxide Nanostruktur", *Sensors and Actuator*, **174**, 527-534 (2012).
- Yadav, B.C., Shukla, T, Sigh, S, "Solid state Titania-Based Gas Sensor For Liquefied Petroleum Gas Detection At Room Temperature", *bull material of physics* (University of Lucknow, India, 2011), hal 123-126.
- Yang, L., Yin, C., Zhang, Z., Zhu, B., A Study of Hydrogen Sensing Properties and Microstructure for Highly Dispersed Pd SnO₂ Thin Films with High Respon Magnitude", *Sensors and Actuator*, **34**, 74-82 (2014).