

Karakteristik Sensor Gas Hidrogen dari Bahan Komposit TiO₂ dan CeO₂

Arva Yogi*, Elvaswer

Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas
Kampus Unand Limau Manis Padang, 25163, Indonesia
*arvayogi011@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan karakterisasi sensor gas hidrogen berupa pelet dengan bahan TiO₂-CeO₂. Pelet sensor gas hidrogen dibuat sebanyak lima sampel dengan variasi komposisi yang berbeda. Proses pembuatan sensor gas hidrogen diawali dengan pencampuran bahan menggunakan metode reaksi dalam keadaan padat. Sensor gas hidrogen diuji pada temperatur ruang dengan melihat karakteristik I-V, nilai sensitivitas, nilai konduktivitas, waktu respon, dan karakterisasi XRD. Berdasarkan pengukuran karakteristik I-V bahwa sampel 30% mol TiO₂+70% mol CeO₂ memiliki sensitivitas tertinggi. Sensitivitas didapat yaitu 13,5 pada tegangan 3 Volt. Nilai konduktivitas tertinggi dimiliki sampel 30% mol TiO₂+70% mol CeO₂ yaitu 136,020 Ω⁻¹.m⁻¹ pada lingkungan hidrogen. Waktu respon sampel 30% mol TiO₂+70% mol CeO₂ pada tegangan 3 Volt adalah 45 sekon. Hasil XRD menunjukkan ukuran kristal 30% mol TiO₂+70% mol CeO₂ yaitu 91,95 nm, lebih kecil dibandingkan dengan bahan TiO₂ murni yaitu 118,23 nm dan CeO₂ murni yaitu 127,056 nm.

Kata kunci: sensor gas hidrogen, TiO₂-CeO₂, konduktivitas, sensitivitas, waktu respon

ABSTRACT

The characterization of hydrogen gas sensor in the form of pellets made of TiO₂-CeO₂ was performed. Hydrogen gas sensor pellets made as many as five samples with different compositions. The preparation of hydrogen gas sensor starts with the mixing of the materials and used solid state reaction method. Hydrogen gas sensor was tested at room temperature by investigating the characteristic I-V, sensitivity, conductivity, response time, and XRD characterization. Based on measured I-V characteristics the sample of 30% mol of TiO₂+70% mol of CeO₂ shows the highest sensitivity. The sensitivity is 13.5 at 3 Volt. The sample of 30% mol of TiO₂+70% mol of CeO₂ also has the highest conductivity at 30.213Ω⁻¹.m⁻¹ in the hydrogen. The response time of the sample 30% mol of TiO₂+70% of CeO₂ at 3 volt is 45 s. XRD patterns show that the crystal size of 30% mol of TiO₂+70% mol was 91.95 nm of CeO₂ is smaller than pure TiO₂ which was 118.23 and pure CeO₂ 12.056 nm

Keywords : hydrogen gas sensor, TiO₂-CeO₂, sensitivity, conductivity, response time

I. PENDAHULUAN

Hidrogen merupakan unsur kimia yang paling sederhana dengan satu proton dan satu elektron. Hidrogen tidak berwarna, tidak berbau, bersifat non-logam, bervalensi tunggal, dan merupakan gas yang sangat mudah terbakar. Hidrogen digunakan sebagai bahan bakar pada kendaraan, produksi metanol, dan banyak digunakan pada pembangkit listrik sebagai pendingin generator (Young, 1991). Disamping kelebihan yang dimiliki, hidrogen juga mempunyai kekurangan, yaitu pada penyimpanannya. Pembakaran hidrogen-oksigen murni memancarkan gelombang ultraviolet dan hampir tidak terlihat oleh mata manusia sehingga kebocoran gas hidrogen sulit untuk dideteksi secara visual. Mendeteksi kebocoran gas hidrogen, diperlukan sensor gas hidrogen (Aygün dan Cann, 2005).

Sensor gas banyak dikembangkan dengan menggunakan bahan semikonduktor logam oksida seperti, TiO₂ (Titanium Dioxide), ZnO (Zinc Oxide), CuO (Copper Oxide), dan ITO (Indium Timah Oksida) untuk pendeteksi gas H₂ (Hydrogen), CO (Karbon Monoksida), CH₄ (Metana), dan hidrokarbon lainnya (Wang, dkk., 1998). Penelitian tentang sensor gas hidrogen sebelumnya telah dilakukan oleh Aygün dan Cann (2004) dengan meneliti bahan semikonduktor CuO/ZnO pada keadaan padat yang didoping dengan bahan monovalen (Li, Na) dan isovalen (Ca, Sr, Ni). Hasilnya menunjukkan sensitivitas tertinggi pada sampel CuO/ZnO dengan doping 2,5 % mol Ni yaitu 6,2 pada tegangan 0-20 volt. Mondal, dkk. (2014) juga telah melakukan penelitian sensor gas hidrogen dengan menggunakan bahan komposit ZnO-SnO₂. Hasil yang didapat yaitu waktu respon 60 detik untuk 10000 ppm gas hidrogen pada suhu 150

°C. Selanjutnya, Shaposhnik, dkk.(2012) meneliti sensor gas hidrogen menggunakan bahan semikonduktor SnO₂-TiO₂. Penelitian dilakukan pada lima sampel dengan persentase yang berbeda-beda. Waktu respon yang didapat untuk semua sensor sebesar 12-14 detik pada suhu 450-500 °C.

Penelitian ini membuat sensor dari bahan semikonduktor komposit TiO₂-CeO₂. Bahan TiO₂ digunakan karena beberapa kelebihan di antaranya memiliki sifat listrik yang baik dan permukaan yang mudah bereaksi secara kimia, memiliki stabilitas termal yang baik, serta harga yang relatif murah. Sensor dari bahan TiO₂ dan CeO₂ ini diharapkan dapat memiliki sensitivitas yang tinggi terhadap gas hidrogen dan dapat beroperasi pada temperatur ruang. Sedangkan CeO₂ secara luas sudah banyak diteliti karena sifatnya yang multifungsi, beberapa fungsi dari oksidasi logam tanah ini yaitu sebagai katalis elektrolit material dan campuran pada panel surya (Tye dan El-Masry, 1994). CeO₂ juga memiliki sifat mudah teroksidasi oleh udara, selain itu CeO₂ dipasaran memiliki harga yang murah dan kesediaan yang banyak, jadi penggunaan CeO₂ sebagai bahan sensor sangat potensial untuk dikembangkan.

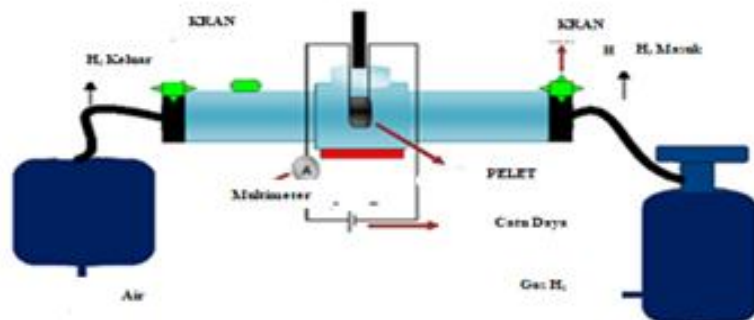
II. METODE

2.1 Persiapan Pembuatan Pelet TiO₂-CeO₂

Pada penelitian ini dibuat pelet dengan lima macam persentase TiO₂:CeO₂ yaitu 30%:70%, 40%:60%, 50%:50%, 60%:40%, dan 70%:30% mol. Sampel pelet yang diuji memiliki ketebalan 2×10^{-3} m dan luas penampangnya 10×10^{-5} m². Sampel digerus selama 2 jam menggunakan mortar dan lumpang 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 pelet di-sintering pada suhu 700 °C selama 4 jam.

2.2 Karakterisasi Sensor Gas Hidrogen

Skema rangkaian alat pengujian pada karakteristik sensor gas hidrogen ditunjukkan pada Gambar 1 :



Gambar 1 Skema Rangkaian Alat Pengujian Sensor Hidrogen
(Sumber : El Basthoh, 2013)

Pelet yang telah di-sintering diuji performanya dengan skema rangkaian dapat dilihat 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. Posisi elektroda dibalik ke pengukuran dengan bias mundur. Amperemeter dihubungkan secara seri dengan sumber tegangan dan pelet. Pengukuran bias maju dan bias mundur diberikan tegangan dari -30 Volt sampai 30 Volt dengan variasi tegangan 3 Volt.

Karakteristik I-V diukur untuk menentukan sensitivitas dan konduktivitas sensor. Nilai sensitivitas dan konduktivitas dihitung menggunakan persamaan (1) dan persamaan (2). Sensitivitas menunjukkan seberapa sensitif sensor dalam mendeteksi suatu gas. Nilai sensitivitas dapat ditentukan dengan menggunakan Persamaan 1 :

$$S = \frac{I_{hidrogen}}{I_{udara}} \quad (1)$$

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 2 :

$$\sigma = \frac{L}{RA} \quad (2)$$

dimana σ konduktivitas listrik ($1/\Omega \cdot m$), 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 3 :

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta} \quad (3)$$

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

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Karakteristik I - V pada Lingkungan Hidrogen dan Udara

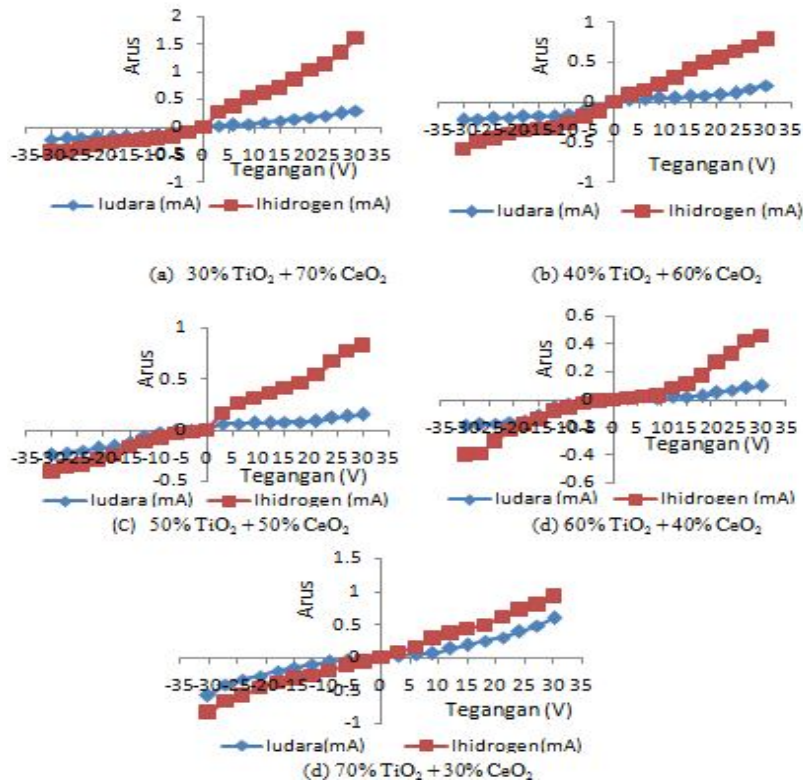
Karakteristik I - V masing-masing sampel pada lingkungan udara maupun hidrogen dapat diamati dari grafik arus dan tegangan. Pengukuran nilai arus dan tegangan dilakukan pada temperatur ruang. Karakteristik I - V untuk berbagai komposisi TiO_2 - CeO_2 ditunjukkan pada Gambar 2.

Bias maju lebih tinggi dibandingkan pada bias mundur. Hal ini disebabkan karena sampel yang dirangkai bias maju, maka terjadi pengecilan daerah deplesi yang mengakibatkan elektron yang bersifat sebagai pembawa muatan mayoritas pada tipe- n akan berpindah melalui sambungan ke tipe- p . *Hole* sebagai pembawa muatan mayoritas pada tipe- p akan berpindah melalui sambungan tipe- n . Sampel dirangkai pada bias mundur mengakibatkan pelebaran daerah deplesi karena elektron dan *hole* sebagai pembawa muatan sebagian besar akan tertarik menjauhi sambungan sehingga arus pada bias maju lebih besar dibandingkan pada bias mundur.

Grafik I - V menunjukkan nilai arus pada lingkungan hidrogen lebih tinggi dari pada lingkungan udara. Variabel yang mempengaruhi nilai arus pada hidrogen lebih tinggi dibandingkan lingkungan udara disebabkan oleh molekul-molekul hidrogen lebih banyak bereaksi dengan oksida dibandingkan pada lingkungan udara. Molekul-molekul hidrogen yang bereaksi dengan oksida mengikat elektron bebas menyebabkan lapisan deplesi pada antar muka butir kristal mengecil. Hal ini mengakibatkan arus yang mengalir pada lingkungan hidrogen lebih tinggi dibandingkan dengan lingkungan udara.

Semakin besar komposisi udara CeO_2 maka semakin tinggi sensitivitas. Hal ini disebabkan oleh CeO_2 adalah keramik tanah jarang, sedangkan TiO_2 adalah logam. Semakin tinggi komposisi CeO_2 maka bahan semakin bersifat semikonduktor. Sampel 30% mol TiO_2 +70% mol CeO_2 didapatkan nilai arus pada lingkungan hidrogen lebih besar dibandingkan dengan arus pada lingkungan udara. Hal ini disebabkan karena hidrogen sangat maksimal bereaksi dengan oksida yang terdapat pada sampel 30% mol TiO_2 +70% mol CeO_2 sehingga dapat memperkecil daerah deplesi antar muka partikel yang membuat elektron mudah untuk berpindah dari satu partikel ke partikel lainnya. Sampel 70% mol TiO_2 + 30% mol CeO_2 didapatkan perbandingan paling rendah antara arus pada lingkungan hidrogen dengan arus pada lingkungan udara. Ini disebabkan karena reaksi antara hidrogen dengan oksida menurun.

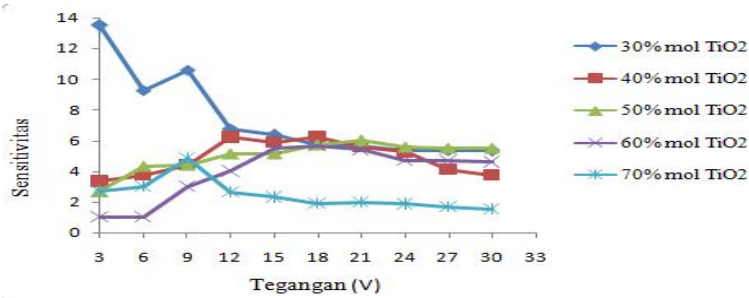
Gravik I - V yang diperoleh menunjukkan tidak linear, akan tetapi naik secara eksponensial. Hal ini mempunyai interpretasi bahwa sampel bukan konduktor melainkan semikonduktor.



Gambar 2 Grafik Karakteristik I-V Pada Lingkungan Udara dan Hidrogen

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 Grafik Perubahan Sensitivitas Terhadap Tegangan

Sensitivitas tertinggi didapatkan pada sampel TiO₂-CeO₂ dengan persentase mol 30% TiO₂+70% CeO₂ yaitu sebesar 13,5 pada tegangan 3 Volt. Hal ini disebabkan karena perbedaan nilai arus yang tinggi pada lingkungan hidrogen dan lingkungan udara. Arus yang tinggi disebabkan karena daerah deplesi mengecil, sehingga elektron mudah melompat dari pita valensi ke pita konduksi, dan banyak terjadi reaksi hidrogen dengan oksida, sedangkan sensitivitas terendah didapatkan pada sampel 70% mol TiO₂+30% mol CeO₂, hal ini disebabkan karena reaksi antara hidrogen dengan oksida menurun.

3.3 Karakteristik Konduktivitas

Nilai konduktivitas pada lingkungan udara maupun lingkungan hidrogen dapat dihitung menggunakan Persamaan 2. 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.

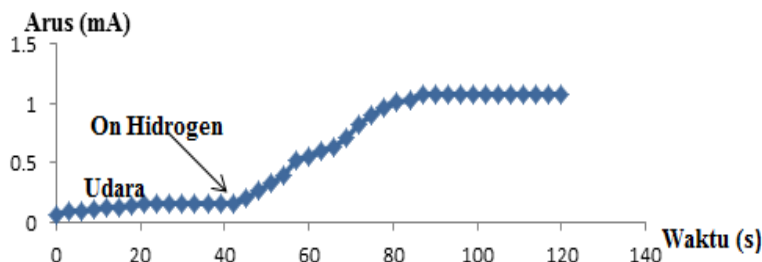
Tabel 1 Perubahan konduktivitas pada lingkungan udara dan hidrogen

Sampel	Konduktivitas ($1 / \Omega.m$)	
	Lingkungan Udara	Lingkungan Hidrogen
30% mol TiO_2 + 70% mol CeO_2	19,444	136,020
40% mol TiO_2 + 60% mol CeO_2	13,974	67,976
50% mol TiO_2 + 50% mol CeO_2	15,068	78,099
60% mol TiO_2 + 40% mol CeO_2	5,287	16,184
70% mol TiO_2 + 30% mol CeO_2	30,213	73,658

Nilai konduktivitas tertinggi pada lingkungan hidrogen terdapat pada sampel 30% mol TiO_2 + 70% mol CeO_2 yaitu $136,020 \Omega^{-1}.m^{-1}$, hal ini disebabkan oleh terjadinya reaksi antara hidrogen dengan oksida yang dapat memperkecil daerah deplesi. Sedangkan sampel yang memiliki nilai konduktivitas tertinggi pada lingkungan udara yaitu sampel 70% mol TiO_2 + 30% mol CeO_2 dengan nilai konduktivitasnya adalah $30,213 \Omega^{-1}.m^{-1}$, hal ini disebabkan oleh terjadinya reaksi antara hidrogen dengan oksida yang dapat memperkecil daerah deplesi.

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 nilai sensitivitas tertinggi yaitu sampel 30% mol TiO_2 + 70% mol CeO_2 pada tegangan operasional 3 Volt. Grafik hasil pengukuran waktu respon dapat dilihat pada Gambar 4.

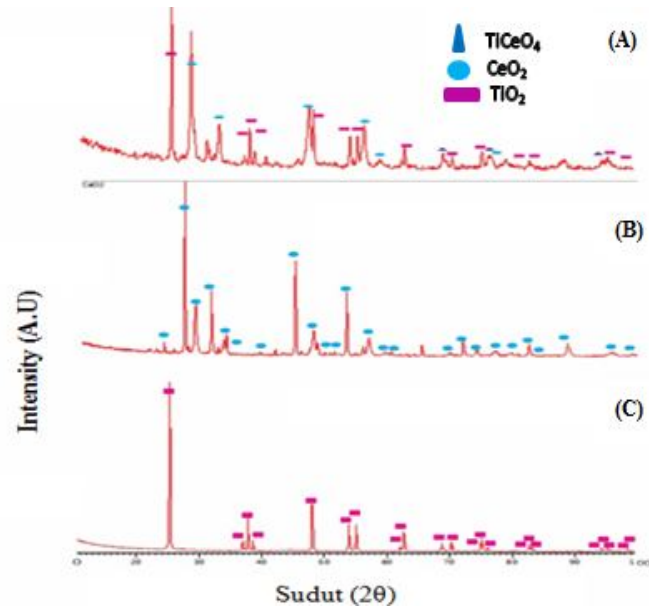


Gambar 4 Grafik Waktu Respon

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. Arus di lingkungan udara stabil yaitu 0,16 mA pada waktu 42 s, setelah gas hidrogen dialirkan arus meningkat menjadi 1,07 mA pada waktu 87 s, waktu respon yang didapatkan 45 s. Arus meningkat setelah gas hidrogen dialirkan, hal ini disebabkan oleh reaksi antar hidrogen dengan oksida dapat memperkecil daerah deplesi.

3.5 Karakterisasi XRD

Pengamatan struktur kristal, ukuran kristal dan senyawa yang terbentuk dalam material TiO_2 murni, CeO_2 murni, dan sampel 30% mol TiO_2 + 70% mol CeO_2 dilakukan menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD). Hasil karakteristik dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5 Pola difraksi sinar-X pada sampel (a). 30% mol TiO_2 + 70% mol TiO_2 , (b). 100% mol TiO_2 dan (c). 100% mol TiO_2

Hasil XRD menunjukkan bahwa pada sampel 30% TiO_2 +70% CeO_2 terdapat puncak-puncak baru yaitu TiCeO_4 . Munculnya puncak baru ini berarti terbentuknya senyawa yang baru yaitu TiCeO_4 . Gabungan dari bahan TiO_2 dan CeO_2 ini mempengaruhi ukuran kristal. Ukuran kristal pada ketiga sampel dihitung dengan menggunakan persamaan 3, ukuran kristal 100% TiO_2 yaitu 118,23 nm. Ukuran kristal 100% CeO_2 yaitu 127,056 nm. Sedangkan, ukuran kristal sampel 30% TiO_2 +70% mol CeO_2 adalah 91,95 nm. Penambahan TiO_2 juga mempengaruhi ukuran kristal. Komposit TiO_2 + CeO_2 lebih kecil dibandingkan TiO_2 murni dan CeO_2 murni. Proses pemanasan yang diberikan pada sampel juga mempengaruhi ukuran kristal, dimana temperatur yang tinggi akan membuat ukuran kristal akan menjadi kecil. Berdasarkan Gambar 5 terlihat jelas bahwa komposit 30% mol TiO_2 +70% mol CeO_2 dapat merubah struktur serta terbentuknya senyawa baru TiCeO_4 dengan sistem kristal tetragonal. TiO_2 dengan sistem kristal tetragonal, sedangkan CeO_2 dengan sistem kristal kubik.

IV. KESIMPULAN

Pengujian sensor gas semikonduktor dimana sensor telah mampu sensor mampu membedakan kondisi lingkungan udara dengan lingkungan hidrogen. Nilai sensitivitas tertinggi diperoleh pada sampel 30% mol TiO_2 +70% mol CeO_2 sebesar 13,5 dengan tegangan operasional 3 volt pada suhu kamar. Konduktivitas pada lingkungan hidrogen lebih tinggi dibandingkan pada lingkungan udara. Konduktivitas tertinggi di lingkungan hidrogen terdapat pada sampel 30% mol TiO_2 +70% mol CeO_2 yaitu $136,020 \Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ dan konduktivitas tertinggi di lingkungan udara terdapat pada sampel 30% mol TiO_2 +70% mol CeO_2 yaitu $30,213 \Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$. Waktu respon sampel 30% mol TiO_2 +70% mol CeO_2 dengan tegangan 3 volt pada suhu kamar adalah 45 detik. Hasil XRD menunjukkan terbentuknya senyawa baru yaitu TiCeO_4 dan ukuran kristal 30% mol TiO_2 +70% mol CeO_2 yaitu 91,95 nm lebih kecil dibandingkan dengan 100% TiO_2 dan CeO_2 yaitu 118,23 nm dan 127,056 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Aygun, S. dan Cann, D., 2005, Hydrogen Sensitivity of Doped CuO/ZnO Heterocontact Sensors, *Sensors and Actuators B*, 106, hal. 837-842.
- Basthoh, E., 2013, Karakterisasi ZnO Didoping TiO_2 untuk Detektor LPG, *Jurnal Ilmu Fisika (JIF)*, 5(1), Jur. Fisika Unand.
- Cao, Y., Pana, W., Zonga, Y dan Dianzeng, J, 2009, Preparation and Gas-Sensing Properties of Pure and Nd-doped ZnO Nanorods by Low-Heating Solid-State Chemical Reaction, *Sensors and Actuators B*, 138, hal 480-484.

- L. Tye and N. A. El-Masry, 1994, *Appl. Phys. Let.* 65, 308.
- Mondal, B. Basumatari, B. Das, J. Roychaudhury, C. Saha, H. Mukherjee, N., 2014, ZnO–SnO₂ based composite type gas sensor for selective hydrogen sensing, *Sensors and Actuators B*, 194, hal. 389– 396.
- Shaposhnik, D., Pavelko, R., Llobet, E., Gispert-Guirado, F., Vilanova, X., 2012, Hydrogen sensors on the basis of SnO₂–TiO₂ systems, *Sensors and Actuators B*, 174, hal. 527-534
- Wang, C.C., Akbar, S.A., dan Madau, M.J., 1998, Ceramic Based Resistive Sensor, *Journal of electroceramics*, 2(4), hal. 273-282.
- Young, Stuart A. 1991. *Apparatus and Method For Generating Hydrogen and Oxygen By Electrolytic Dissociation of Water*. United States Patent, PatentNumber 5037518.