

PEMBUATAN SISTEM VAKUM OTOMATIS GAS H₂S BERBAHAN TiO₂-Ni/Al₂O₃ TERKONEKSI ARDUINO UNO PADA LABORATORIUM KIMIA

¹Jacson Victor Morin, ²Darma Santi

^{1,2}Prodi Kimia Jurusan Kimia FMIPA UNIPA

Jl. Gunung Salju Amban, Manokwari-Kode Pos: 98214

email korespondensi: j.morin@unipa.ac.id

ABSTRACT

Research has been carried out on the H₂S gas sensor made of TiO₂-Ni/Al₂O₃ which is connected to an automatic vacuum. The results showed that the optimum conditions for the variation of Ni doping metal levels were 20 mg / gram TiO₂. The semiconductor material synthesis method used the sol gel method with TTiP precursor which was made at pH 7. Coating of the sol gel solution on the Al₂O₃ substrate used a dip coater with a decrease speed of 1 cm / minute and was carried out 7 times of immersion. The characterization of synthetic results used UVVis, XRD, FTIR and SEM-EDX. The band gap value resulting from Ni doping is 2.75 eV from 3.2 eV, XRD identification shows that TiO₂ is anataseic and detected at 2θ. FTIR data also supports XRD results with detection of TiO₂, Ni-O, NiTiO₃, Ti-O-Ni, and Ti-O-Ti groups. TiO₂-Ni / Al₂O₃ sensor test results are very sensitive and selective to H₂S gas. Arduino Uno sensor and microcontroller connectivity can change the unit of resistance into a unit of ppm concentration and can drive the exhaust (vacuum) automatically in the laboratory room or chemical storage space when there is H₂S.

Keywords: TiO₂ doped Ni, sensor H₂S, Dip coating, Arduino uno

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang sensor gas H₂S yang terbuat dari TiO₂-Ni/Al₂O₃ yang dikoneksikan dengan vakum otomatis. Hasil penelitian didapatkan kondisi optimum dari variasi kadar logam doping Ni yaitu 20 mg/gram TiO₂. Metode sintesis bahan semikonduktor menggunakan metode sol gel dengan prekursor TTiP yang dibuat pada pH 7. Pelapisan larutan sol gel pada susbtrat Al₂O₃ menggunakan alat *dip coater* dengan kecepatan turun 1 cm/menit dan dilakukan sevbanyak 7 kali celup. Karakterisasi hasil sinsetis menggunakan UVVis, XRD, FTIR dan SEM-EDX. Nilai band gap yang dihasilkan dari doping Ni yaitu 2,75 eV dari 3,2 eV, identifikasi XRD menunjukkan TiO₂ bersifat anatase dan terdeteksi pada 2θ. Data FTIR juga mendukung hasil XRD dengan terdeteksi gugus TiO₂,Ni-O, NiTiO₃, Ti-O-Ni, dan Ti-O-Ti. Hasil uji sensor TiO₂-Ni/Al₂O₃ sangat sensitif dan selektif terhadap gas H₂S. konektivitas sensor dan mikrokontroler Arduino uno dapat mengubah satuan resistansi menjadi satuan konsentrasi ppm dan dapat menggerakkan exhaust (vakum) secara otomatis dalam ruangan laboratorium atau ruarngan penyimpanan bahan kimia Ketika terdapat H₂S.

Kata kunci: TiO₂ doped Ni, Sensor H₂S, *dip coating*, Arduino uno

I. PENDAHULUAN

Udara adalah salah satu komponen utama di lingkungan yang sangat dibutuhkan bagi kehidupan makhluk hidup. Udara juga sebagai media pembuang berupa gas, baik dari aktifitas alam maupun dari aktifitas manusia sebagaimana komponen lingkungan lainnya. Udara juga mempunyai kemampuan yang terbatas dalam menerima zat - zat lain yang apabila kemampuan terlampaui maka terjadilah pencemaran udara (Fardiaz, 1992). Berbagai gas yang dapat menyebabkan pencemaran udara dan tergolong toksik dikarenakan sifatnya reduktor atau oksidator kuat.

Sumber-sumber gas yang berbahaya berasal dari aktivitas manusia dan juga secara alamiah. Pada penelitian ini peneliti mengambil topik tentang gas yang berasal dari aktivitas manusia yaitu gas H₂S yang bersumber dari produk samping dilakukannya reaksi kimia didalam laboratorium dan juga bersumber dari Gudang penyimpanan bahan kimia.

Hidrogen Sulfida merupakan suatu gas tidak berwarna, sangat beracun, mudah terbakar dan memiliki karakteristik bau telur busuk. Nama kimia asam sulfida ini adalah dihidrogen sulfida dan di kenal juga dengan sebutan sebagai gas rawa atau asam sulfida . Gas ini dapat menyebabkan dampak yang buruk bagi kesehatan. Manusia terpapar terutama asam sulfida dari udara. Gas H₂S dengan cepat diserap oleh paru-paru. Hidrogen sulfida lebih banyak dan lebih cepat diabsorpsi melalui inhalasi dari pada paparan lewat oral.

Untuk mendeteksi keberadaan gas dalam konsentrasi tertentu, digunakan sensor berbahan semikonduktor. Berbagai penelitian yang telah dilakukan untuk mendeteksi gas H₂S pernah dilakukan oleh Chinh dkk., 2019 yaitu menggunakan TiO₂ nanopartikel dan sinar UV untuk mendeteksi gas H₂S, Tong dkk., 2020 membuat sensor

H₂S berbahan TiO₂ *doped* Fe, Yang dkk., 2018 membuat sensor H₂S berbahan TiO₂/SiO₂. Penelitian terdahulu yang telah dilakukan masih beroperasi pada suhu yang tinggi dan hasil deteksi berupa nilai resistansi. Berdasarkan penelitian terdahulu, peneliti mengembangkan suatu sensor berbahan semikonduktor TiO₂ *doped* Ni yang mampu beroperasi pada suhu relatif rendah dan luaran deteksi berupa satuan konsentrasi gas (ppm). Doping logam Ni pada TiO₂ bertujuan untuk mengurangi ukuran *band gap* (celah pita) dari TiO₂ sehingga membutuhkan energi yang relatif kecil dalam memindahkan elektron dari pita konduksi ke pita valensi. Logam Ni²⁺ mempunyai ukuran radius ionik yang hampir sama dengan logam Ti⁴⁺ sehingga dapat menggantikan posisi dalam TiO₂. Logam Ni juga dapat membantu mengabsorpsi oksigen yang berada sekitar permukaan sensor, sehingga dapat dengan maksimal mendeteksi adanya H₂S. Mekanisme deteksi H₂S yaitu Ketika sensor TiO₂-Ni dipanaskan maka akan menarik oksigen yang berada disekitar permukaan. Ketika adanya H₂S dilingkungan sensor maka akan berikatan dengan oksigen dan terabsorpsi kedalam sensor TiO₂-Ni. Perpindahan elektron dari keadaan dasar (pita konduksi) menuju pita valensi akan menghasilkan penurunan resistansi atau penurunan nilai batas butir (*grain boundary*) dan menaikkan nilai konduktivitas sensor (Morin dkk., 2020). Perubahan nilai resistansi tersebut dapat dikonversi kedalam satuan konsentrasi gas (ppm) dengan menggunakan mikrokontroler Arduino uno. Rancangan vakum otomatis hanya sebagai pelengkap untuk membersihkan udara yang tercemar Ketika terdeteksi oleh sensor gas. Konektivitas antara vakum dan sensor TiO₂-Ni menggunakan perangkat mikrontroler dan di koneksi dengan program *library* Arduino.

II. METODE

II.1 Sintesis dan preparasi TiO₂ terdoping Ni

Sintesis TiO₂ terdoping Ni dilakukan dengan metode sol-gel menggunakan TTIP sebagai prekursor dan logam Ni dari senyawa NiCl₂·6H₂O sebagai logam doping. Sintesis ini dilakukan dengan cara menyiapkan 5 gelas beker 100 mL yang diisi dengan 30 mL etanol dan 5 mL TTIP tetes per tetes ke dalam masing-masing beker. Larutan yang diperoleh kemudian ditambahkan dengan 5 mL asam asetat dan NiCl₂·6H₂O berturut-turut yaitu 5, 10, 15, 20, dan 25 mg/g TiO₂ serta pH diatur menjadi pH 2, 4, 7, dan 9 dengan menambah larutan HCl atau NaOH. Campuran disonikasi selama 15 menit hingga larutan homogen dan didiamkan hingga sol terbentuk sempurna selama 24 jam. Sol yang diperoleh selanjutnya disonikasi dengan *ultrasonic cleaning bath* hingga menjadi gel dengan penambahan air destilasi sebanyak 30 mL.

II.2 Deposisi film tipis TiO₂ doped Ni

Sebelum proses pelapisan TiO₂ doped Ni pada substrat Al₂O₃ berbentuk *tube*, Al₂O₃ direndam dalam larutan aseton dan ditempatkan pada alat *ultrasonic* selama 20 menit. Setelah itu, Al₂O₃ dibilas dengan air deionisasi (DI) dan dikeringkan dengan gas nitrogen. Untuk proses pelapisan dipergunakan seperangkat alat *dip coater* yang dapat bekerja pada kecepatan sekitar 1 cm/menit. Al₂O₃ *tube* dicelupkan dalam larutan sol gel TiO₂ doped Ni (pencelupan dilakukan sebanyak 7 kali hingga terbentuk lapisan tipis pada permukaan Al₂O₃) dan lapisan yang telah melekat pada Al₂O₃

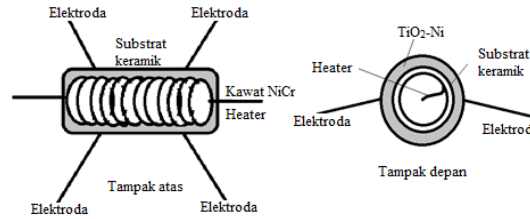
diuapkan pelarutnya dengan pemanasan dalam oven pada suhu 100 –110 °C selama 3 jam. Selanjutnya pada proses akhir untuk mendapatkan lapisan tipis TiO₂, maka Al₂O₃ *tube* yang telah dilapisi TiO₂ doped Ni dipanaskan pada suhu 450 °C selama 3 jam, setelah proses pemanasan ini diperoleh lapisan tipis TiO₂ pada permukaan substrat Al₂O₃.

II.3 Karakterisasi film tipis TiO₂ doped Ni

Larutan *sol-gel* yang telah dibuat, dipanaskan pada 100 –110 °C selama 3 jam, setelah itu dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 3 jam untuk menghasilkan bubuk TiO₂-Ni. Kristal yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan UVDRS untuk mengetahui nilai *band gap*, SEM-EDX untuk memberikan gambaran morfologi 3D dari partikel TiO₂ doped Ni serta memperkirakan sebaran (persen massa) logam Ni pada permukaan partikel TiO₂, XRD untuk mengidentifikasi struktur kristal TiO₂-Ni serta menentukan ukuran partikel, FTIR untuk mendeteksi struktur molekul senyawa melalui identifikasi gugus fungsi TiO₂ doped Ni.

II.4 Penentuan suhu operasi sensor

Penentuan suhu operasi sensor sangatlah penting dalam menentukan keberhasilan sensor gas TiO₂ doped Ni. Distribusi temperatur yang sesuai akan mempengaruhi tingkat selektifitas dan sensitifitas dari elemen sensor TiO₂ doped Ni. Pemanas dirancang terletak tepat di bagian dalam substrat keramik seperti ditunjukkan pada Gambar II.1.



Gambar II.1 Pemasangan Heater Pada sensor TiO₂ doped Ni

Penentuan suhu operasi sensor sangat diperlukan karena pada rentang tertentu lapisan tipis TiO₂ *doped* Ni dapat berfungsi sebagai sensor gas. Penentuan suhu operasi sensor TiO₂ *doped* Ni dilakukan dengan cara bahan sensor gas dipanaskan dengan dihubungkan pada tegangan output dari Arduino secara bertahap mulai suhu 30 – 200 °C untuk memperoleh nilai resistansi yang stabil ketika dikontak dengan H₂S.

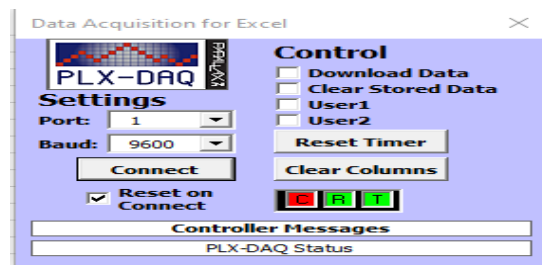
II.5 Pengukuran sensitivitas dan selektivitas sensor gas TiO₂ doped Ni

Pengukuran sensitivitas ditentukan dengan menggunakan gas uji hidrogen sulfida (H₂S), sulfur dioksida (SO₂) dan nitrogen dioksida (NO₂) dengan volume divariasi mulai 2 cc s/d 20 cc dengan interval 2 cc. Langkah penentuan sensitivitas sebagai berikut: Memasang sensor TiO₂ *doped* Ni sebagai sensor pada Arduino, mengatur suhu operasi sensor pada suhu yang telah ditentukan sesuai dengan hasil penentuan suhu operasi sensor menggunakan termokopel, setelah dicapai kondisi yang stabil resistansi sensor sebelum diberi gas

dicatat sebagai R_n. Kemudian gas uji H₂S dimasukkan ke dalam tabung reaktor uji dengan volume divariasi mulai 2 s/d 20 cc dengan interval 2 cc dan stopwatch dihidupkan serta dicatat nilai resistansinya sebagai R_g setelah kondisinya yang relatif stabil. Ketika resistansi relatif stabil dikatakan bahwa sensor telah tanggap terhadap gas yang diberikan dan sangat sensitif. Dengan cara yang sama dilakukan perhitungan untuk menentukan sensitivitas sensor untuk gas uji yang lain.

II.6 Aplikasi sensor gas TiO₂ doped Ni

Aplikasi sensor gas H₂S dari bahan TiO₂ *doped* Ni diaplikasikan dalam ruangan penyimpanan bahan kimia. Apabila terdeteksi adanya gas H₂S maka otomatis vakum akan hidup dan menyedot udara dalam ruangan. Ketika tidak ada lagi H₂S yang terdeteksi maka vakum secara otomatis akan terhenti. Data yang dihasilkan dalam bentuk grafik konsentrasi H₂S (ppm) vs waktu kontak (detik), menggunakan software Parallax DAQ seperti ditunjukkan pada Gambar II.2.

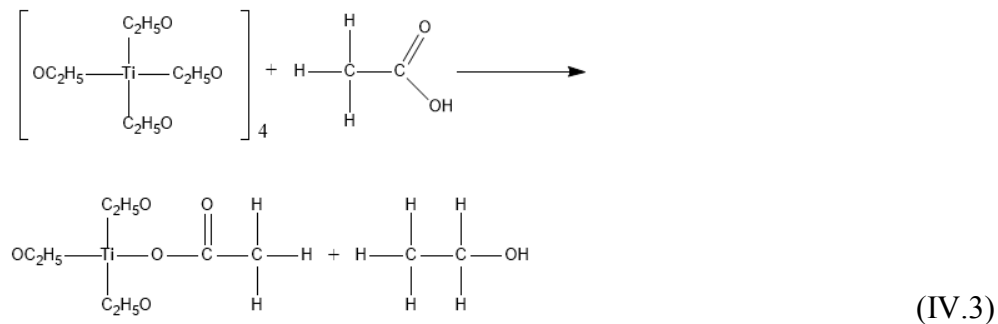
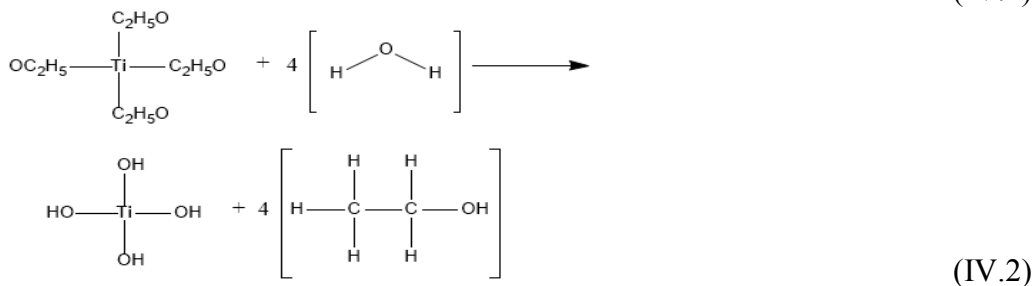
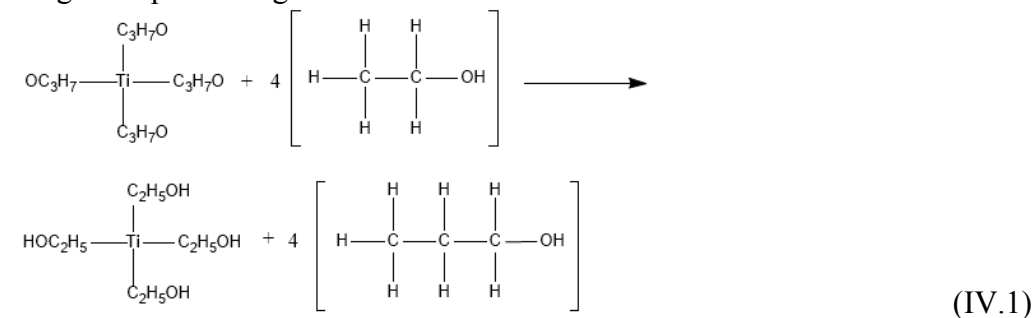


Gambar II.2 Software Parallax DAQ

III. HASIL DAN PEMBAHASAN
III.1 Proses Doping Ni pada TiO₂ dengan metode *dip coating*
Proses Doping Ni pada TiO₂

Proses doping TiO₂ dengan logam Ni diawali dengan reaksi pertukaran senyawa isopropoksida dari TTiP dengan etanol membentuk Ti-etanoat dan isopropanol seperti ditunjukkan pada Reaksi IV.1. Ti-etanoat (TiO₂) sangat cepat mengalami

hidrolisis oleh molekul air sehingga sol yang dihasilkan sedikit (Reaksi IV.2). Untuk memperlambat hidrolisis maka telah ditambahkan asam asetat yang akan membentuk intermediet Tri-etoksietanoat (Reaksi IV.3), yang selanjutnya akan terhidrolisis dengan molekul H₂O membentuk sol gel Ti[OH]₄ yang sangat banyak seperti ditunjukkan pada Reaksi IV.4.



III.2 Karakterisasi TiO₂ *doped* Ni

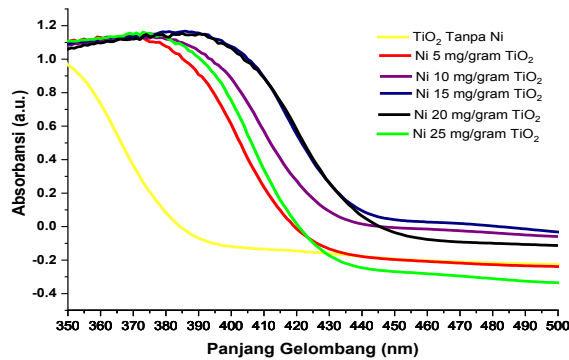
a. Analisis UVDRS

Doping Ni pada TiO₂ dimaksudkan untuk memperkecil celah atau menurunkan nilai Eg. Nilai Eg dihitung dengan menggunakan rumus pada Persamaan IV.7, yang berdasarkan panjang gelombang yang memberikan absorbansi pada perpotongan sumbu -X dengan sumbu-Y dari spektra DRUV dalam Gambar IV.2 .

Nilai Eg diperoleh dari Persamaan IV.7 dan Hasil perhitungan nilai Eg ditunjukkan pada Tabel IV.1.

Tabel IV.1 tersebut menunjukkan bahwa doping Ni dapat menurunkan Eg dari TiO₂,

dan menaikkan kadar Ni dalam TiO₂-Ni hingga 20 mg/g menyebabkan penurunan nilai Eg yang semakin besar. Penurunan Eg disebabkan oleh terjadinya penyempitan celah antara pita valensi dengan pita konduksi akibat penyisipan atom dopan Ni. Kadar Ni yang lebih besar lagi yaitu 25 mg/g, mengakibatkan penurunan Eg yang kurang efektif. Hal ini karena dopan Ni yang semakin banyak, dapat membentuk aglomerasi yang berukuran besar sehingga menghambat penyisipan Ni ke dalam kisi TiO₂. Akibatnya Ni yang menyisip relatif sedikit sehingga penurunan celah juga relatif kecil.



Gambar IV.2 Spektra UVDRS dari TiO₂ *doped* Ni pada variasi kadar Ni dan pH 7

$$Eg = \frac{hc}{\lambda} \tag{IV.7}$$

Tabel IV. 1 Nilai Eg dari variasi kadar Ni dan konsentrasi larutan sol gel pH 7

Kadar Ni (mg/g TiO ₂)	Panjang Gelombang (nm)	Eg TiO ₂ -Ni (eV)	Penurunan Eg
0	381,9	3,20	0,00
5	414	2,99	0,21
10	433	2,86	0,34
15	447,6	2,81	0,39
20	451	2,75	0,45
25	396,7	3,10	0,10

b. Analisis XRD

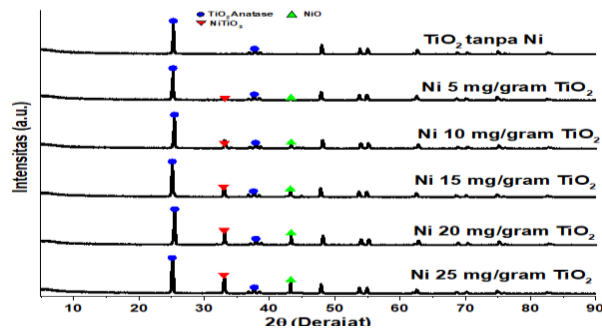
Pola XRD dari TiO₂ *doped* Ni dengan kadar Ni yang bervariasi membentuk pola XRD dari TiO₂ yang disajikan pada Gambar IV.3. Secara umum Gambar IV.3, menunjukkan pola difraksi dari TiO₂ *doped* Ni yang serupa dengan pola difraksi TiO₂ namun dengan adanya penambahan kadar Ni maka muncul puncak baru yang dibuktikan dengan puncak baru pada 2θ 33,087 dan 43,277 . Munculnya puncak baru setelah penambahan Ni merupakan puncak dari NiO dan NiTiO₃ sesuai data JCPDS Number 00-044-1159 dan 00-033-0960. Tabel IV.2 menunjukkan posisi 2θ dan ukuran kristal berdasarkan prinsip pelebaran puncak difraksi dari spektrum XRD, yaitu dengan mengukur hasil kali lebar dengan setengah tinggi puncak tertinggi atau disebut dengan *FWHM* (*full width at half maximum*).

Doping Ni pada TiO₂ dalam fase sol gel yang selanjutnya dikalsinasi pada 450 °C, membuat logam Ni memasuki pori dari serbuk TiO₂ sehingga terdeteksi pada semua

kromatog. Kalsinasi pada 450 °C membantu proses penyisipan Ni ke dalam TiO₂ yang ditandai dengan kadar Ni yang semakin besar dan menyebabkan peningkatan intensitas yang relatif kecil (morin dkk., 2020).

XRD dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal (*crystallite size*) yang merujuk pada puncak puncak TiO₂ yang utama melalui pendekatan Debye Scherrer dan jarak antar lapis melalui pendekatan hukum Bragg (Tabel IV.2). Semakin banyak kadar Ni yang ditambahkan pada TiO₂ maka ukuran setengah lebar puncak atau *FWHM* semakin kecil yang mengakibatkan ukuran kristal (D) semakin besar. Hal ini ditandai dengan puncak TiO₂ dari XRD (Gambar IV.2) yang semakin sempit atau tajam (Samuel dkk., 2004). Jarak antar lapis dari TiO₂ (d₁₀₁) menggambarkan jarak antar lapis dari tiap lapisan TiO₂ yang dipengaruhi doping Ni.

Tabel IV.2 Posisi 2θ, jarak antar lapis serta ukuran kristal dari TiO₂ *doped* Ni



Gambar IV.3 Pola XRD dari TiO₂ *doped* Ni pada pH 7 Vs variasi kadar Ni

[Ni] mg/g TiO ₂	2θ	sin θ	Intensitas TiO ₂	Jarak antar lapis TiO ₂ (d ₁₀₁)	Cos θ	FWHM	Ukuran partikel TiO ₂ (D)
	derajat					Left [°2θ]	
Tanpa Ni	25.26	0.426	1.771	0.180	0.904	0.150	57.7
5	25.31	0.427	2.014	0.180	0.904	0.147	59,0
10	25.46	0.428	2.043	0.179	0.902	0.143	60.6
15	25.53	0.430	2.058	0.178	0.902	0.141	61.7
20	25.61	0.432	2.068	0.178	0.901	0.113	76.9
25	25.28	0.427	2.073	0.18	0.904	0.112	76.5

Kadar Ni 5 sampai dengan 20 mg/g TiO₂ dapat meningkatkan ukuran partikel TiO₂ sedangkan pada kadar Ni 25 mg/g TiO₂, tidak berpengaruh signifikan terhadap ukuran partikel TiO₂. Hal ini diakibatkan oleh aglomerasi logam Ni pada permukaan TiO₂, sehingga tidak dapat menyisip ke dalam struktur TiO₂. Terbentuknya aglomerasi tersebut tidak mempengaruhi jarak antar lapis atau penambahan jarak antar lapisan TiO₂ tidak berubah seperti ditunjukkan pada Tabel IV.2.

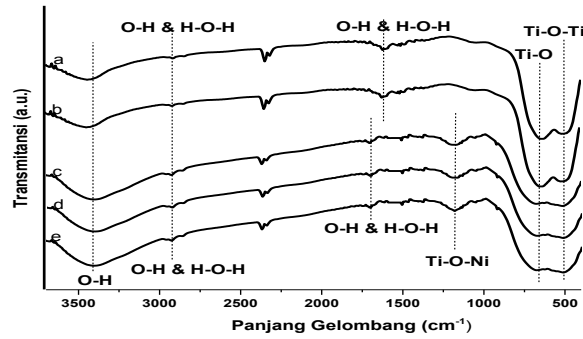
Didasarkan pada data perubahan ukuran partikel TiO₂ dapat diprediksi mekanisme penyisipan atau doping atom Ni ke dalam kisi kristal TiO₂. Peningkatan ukuran partikel TiO₂ terdoping Ni menggambarkan bahwa doping Ni terjadi secara substitusi (Begum dkk., 2008), sedangkan jika ukuran partikel TiO₂-Ni yang relatif tetap doping dimungkinkan berlangsung secara interstisial (Ganesh dkk., 2012). Didasarkan pada data dalam Tabel IV.2, maka mekanisme doping secara substitusi terjadi pada doping Ni dengan kadar 5 sampai dengan 20 mg/g TiO₂. Pada kadar 25 mg/g TiO₂, logam Ni dapat menggantikan ion Ti⁺⁴ dalam kisi TiO₂ atau Ni menempati posisi interstisial dari struktur kristal TiO₂. Ketika kadar Ni cukup besar (25 mg/g TiO₂) maka jumlah ion Ni²⁺ semakin banyak dan menarik atom O pada TiO₂ sehingga menyebabkan ukuran kristalnya relatif tidak bertambah besar atau tetap.

c. Analisis FTIR

Karakterisasi dengan menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi penyusun kerangka TiO₂ doped Ni dan untuk mengidentifikasi keberadaan vibrasi NiTiO₃ sebagai indikasi terbentuknya ikatan antara Ni dengan Ti, sebagai akibat penambahan TiO₂ doped Ni. Spektrum yang dihasilkan berupa pita-pita serapan, letak pita serapan dalam IR dinyatakan dengan

bilangan gelombang (cm⁻¹). Gambar IV.4 menunjukkan semua variasi kadar Ni dan pH 7 mempunyai spektrum FTIR dari TiO₂ doped Ni dikisaran 500–4000 cm⁻¹ adalah bentuk bending vibrasi Ti–O yang mengkonfirmasi pembentukan ikatan logam-oksigen (Tehrani, 2011). Pita lebar yang terletak pada 3450 cm⁻¹ dikaitkan dengan getaran perenggangan dan bending dari ikatan O–H dari H₂O yang terserap di permukaan TiO₂. Spektrum FTIR menunjukkan intensitas band bergeser ke arah yang lebih rendah setelah adanya doping logam Ni 5, 10, 15, 20, 25 mg/g TiO₂, perlakuan pada pH 7 dan suhu kalsinasi 450 °C seperti ditunjukkan pada Gambar IV.4. Panjang gelombang 600 – 700 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan Ti-O-Ti dan pada panjang gelombang 1500 – 3000 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan O-H dan H-O-H. Munculnya puncak baru pada Panjang gelombang 1100 – 1300 cm⁻¹ dideteksi sebagai ikatan Ti-O-Ni.

TiO₂ doped Ni tidak merubah bentuk spektra FTIR dari TiO₂. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi penyisipan logam Ni pada struktur TiO₂, sehingga tidak terjadi pergeseran pita TiO₂ (Bineesh, 2010). Namun dengan peningkatan kadar Ni (15, 20, dan 25 mg/g TiO₂), intensitas pita TiO₂ menjadi meningkat dan munculnya puncak baru pada Panjang gelombang antara 1100 – 1300 cm⁻¹. Dua pita yang ditunjukkan pada spektra FTIR yaitu pada bilangan gelombang 562 cm⁻¹ sampai 689,7 cm⁻¹ diidentifikasi sebagai pita dari NiTiO₃ sesuai dengan getaran renggangan dari ikatan Ni-O dan Ti-O (Yuvaraj dkk., 2013). Pita transmisi yang teridentifikasi pada 500 cm⁻¹ berhubungan dengan pembentukan ikatan Ti-O-Ni (Pudukudy and Yaakob, 2015). Hal ini menegaskan terjadinya pembentukan NiTiO₃ dari TiO₂ doped Ni, sehingga hasil FTIR ini sangat konsisten dengan hasil XRD.

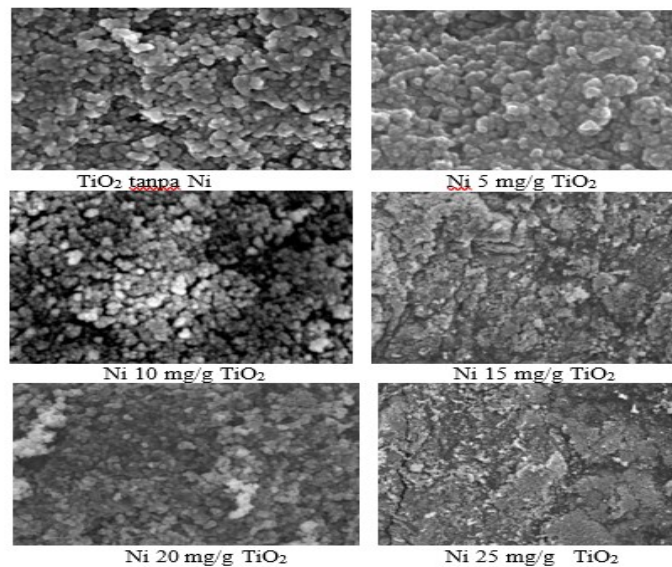


Gambar IV.4 Spektra FT-IR dari a) TiO₂ tanpa Ni dan TiO₂ doped Ni pada pH 7 dan kadar Ni: (a) 5 mg/g TiO₂, (b) 10 mg/g TiO₂, (c) 15 mg/g TiO₂ (d) 20 mg/g TiO₂, (e) 25 mg/g TiO₂

d. Analisis SEM-EDX

Morfologi permukaan dan ukuran partikel sensor TiO₂ doped Ni hasil sintesis telah diamati menggunakan alat SEM dan hasil citra SEM disajikan sebagai Gambar IV.5. Gambar tersebut menunjukkan bahwa partikel TiO₂ memiliki bentuk bola yang seragam dengan ukuran (<100 nm). Hasil ini serupa dengan bentuk morfologi partikel

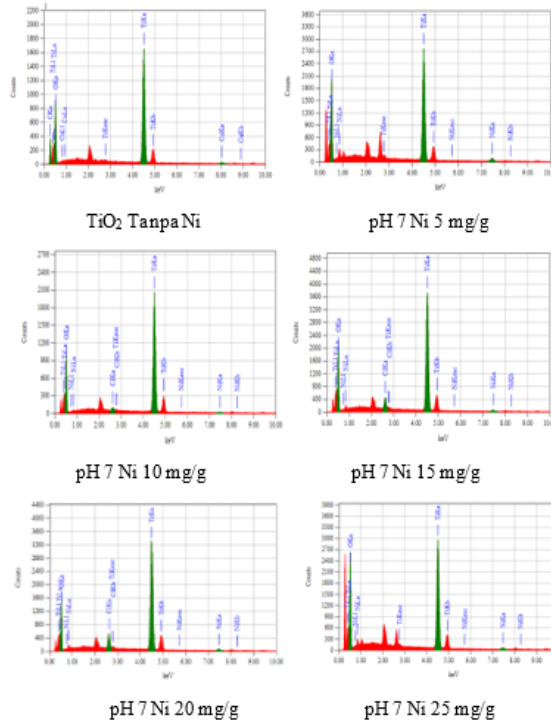
TiO₂ yang dilakukan oleh penelitian Dubey, dkk. (2019). Gambar IV.5 juga tampak bahwa partikel TiO₂ mengalami pelapisan yang semakin tebal dan tidak beraturan seiring dengan kenaikan kadar Ni dalam bahan sensor TiO₂-Ni tersebut. Lapisan tersebut sangat mungkin merupakan dopan logam Ni, yang membentuk aglomerat untuk kadar Ni yang semakin besar.



Gambar IV.5 Morfologi permukaan sensor Ni doped TiO₂ dengan kadar Ni yang bervariasi (perbesaran x 10.000)

Sebaran Ni yang terdapat pda Gambar IV.5 secara kuantitatif ditunjukkan pada Tabel IV.3 melalui Spektra EDX disajikan sebagai Gambar IV.6 yang menunjukkan adanya logam Ni dalam bahan sensor. Hal ini memastikan bahwa doping Ni telah berhasil dilakukan.

Dari spektra tersebut dapat diketahui kadar Ni dalam bahan sensor sebagaimana yang disajikan dalam Tabel IV.3. Data dalam tabel tersebut memperlihatkan bahwa kenaikan massa Ni yang didopingkan maka semakin besar juga kadar Ni yang terdoping.



Gambar IV.6 Spektra EDX dari TiO₂ dan TiO₂ *doped* Ni dengan variasi kadar Ni dan pH 7

Tabel IV.3 Pengaruh massa Ni yang didoping terhadap jumlah Ni yang terdoping

Perlakuan	Kadar Ni pada permukaan TiO ₂ (%)
Ni 5 mg/g TiO ₂	0,12
Ni 10 mg/g TiO ₂	0,64
Ni 15 mg/g TiO ₂	1,13
Ni 20 mg/g TiO ₂	1,61
Ni 25 mg/g TiO ₂	2,13

III.3 Pengaruh kadar Ni dalam sensor TiO₂-Ni/Al₂O₃

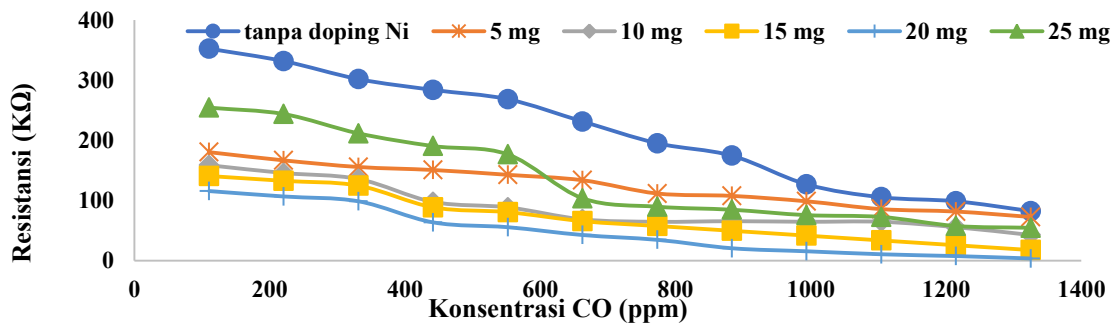
Aktivitas sensor TiO₂-Ni/Al₂O₃ dengan kadar Ni yang bervariasi terhadap gas H₂S ditunjukkan pada Gambar IV.7.

Dari Gambar IV.7 dapat diketahui bahwa doping Ni menghasilkan resistensi yang lebih rendah atau sensitivitas yang lebih tinggi. Kenaikkan kadar Ni dari 5 hingga 20 mg/g yang terdoping dalam TiO₂ memberikan sensitivitas sensor yang semakin besar. Sensitivitas bahan sensor TiO₂ dengan kadar Ni yang lebih besar dari 20 mg/g mengalami pengurangan. Peningkatan sensitivitas tersebut disebabkan oleh penyempitan celah atau penurunan nilai Eg. Dengan nilai Eg yang lebih rendah maka TiO₂ dapat diaktifkan pada suhu yang lebih rendah. Pada suhu yang sama, kemampuan menyerap suhu meningkat dengan meningkatnya kadar Ni. Untuk kadar Ni

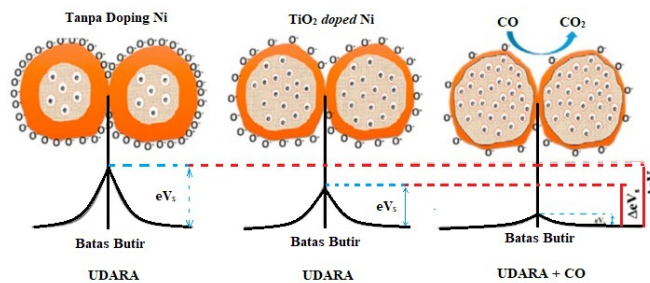
yang lebih tinggi dari kadar optimum yaitu 25 mg/g, sensitivitas mengalami penurunan. Hal ini sejalan dengan penurunan nilai Eg yang relatif kecil, sehingga kemampuan menyerap energi panas juga rendah. Selain itu kadar Ni yang relatif tinggi dapat membentuk aglomerat yang berukuran besar. Hal ini memberikan luas permukaan yang lebih kecil sehingga kontak TiO₂ dengan gas juga kurang efektif (Morin dkk, 2020). Dari data tersebut dapat diketahui bahwa kadar Ni 20 mg/g dalam TiO₂-Ni/Al₂O₃ merupakan kadar yang optimum.

Mekanisme sensing gas H₂S oleh sensor TiO₂ *doped* Ni maupun TiO₂ ditunjukkan pada Gambar IV.8.

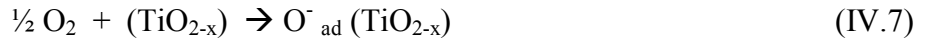
Pembentukan Penghalang (*Scottky Barrier*) pada penyerapan oksigen oleh TiO₂ tanpa doping Ni menghasilkan Reaksi IV.7 dan penurunan O_{ad}⁻ melalui reaksi oksidatif dengan gas pereduksi (CO) dituliskan pada Reaksi IV.8 (Mahajan, 2020)



Gambar IV.7 Pengaruh kadar Ni dalam bahan sensor TiO₂-Ni pada konsentrasi awal gas H₂S yang bervariasi



Gambar IV.8 Skema sensing gas H₂S oleh TiO₂ *doped* Ni maupun TiO₂



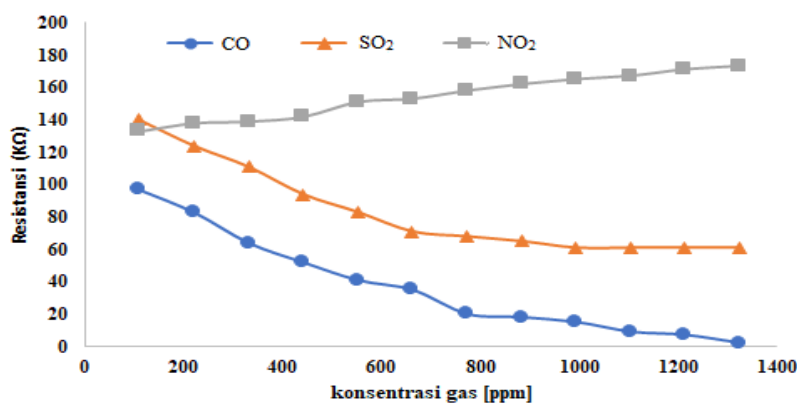
Gambar IV.7 juga dapat diketahui bahwa kenaikan konsentrasi gas CO yang diumpungkan, maka sensitivitas juga mengalami peningkatan. Semakin banyak gas CO, maka kontak antara gas CO dengan radikal OH semakin efektif sehingga menghasilkan oksidasi yang semakin besar. Hal ini menghasilkan resistensi yang semakin rendah atau semakin sensitif.

III.4 Pengaruh suhu proses sensing terhadap selektivitas sensor TiO₂-Ni/Al₂O₃

Pada pengujian selektivitas diambil sampel yang memiliki sensitivitas dan linieritas terbaik pada gas H₂S yaitu sampel dengan perlakuan kadar Ni 20 mg/g TiO₂ pada pH 7. Gas uji yang digunakan untuk menentukan selektivitas yaitu H₂S, SO₂, dan NO₂. Gas-gas tersebut merupakan gas yang terdapat dalam udara ambien namun sangat *toxic* apabila konsentrasinya melebihi ambang baku mutu. Gambar IV.8 menunjukkan respon sampel tersebut terhadap beberapa jenis gas dan terlihat bahwa gas SO₂ cenderung memiliki nilai resistansi yang jenuh pada 800 ppm sampai dengan 1.200 ppm dan gas NO₂ menunjukkan

kenaikan resistansi. Perlakuan suhu operasi pada deteksi semua gas berkisar 120-200 °C.

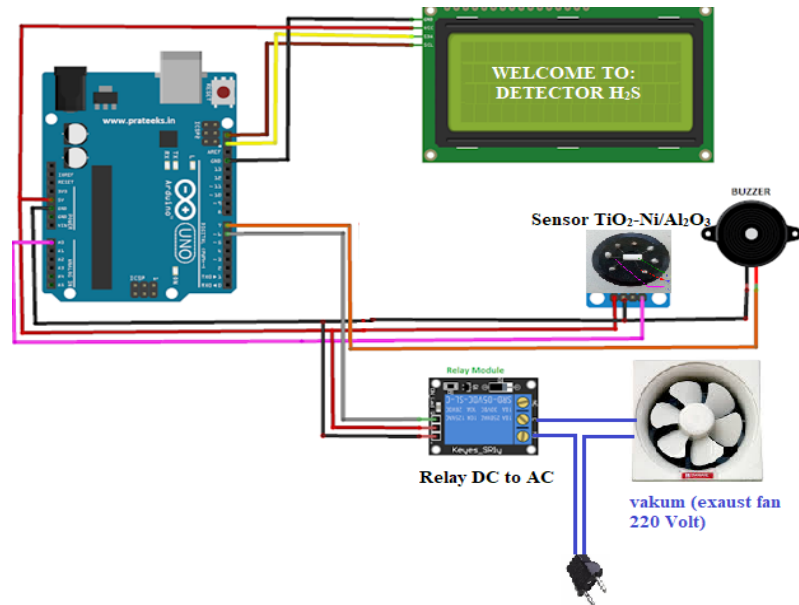
Data hasil deteksi gas yang beda disebabkan oleh jenis gas yang disensing. Menurut Xu dkk., (2017), Tipe material sensing dari TiO₂ dan jenis gas yang disensing sangat berpengaruh pada pembacaan sensor. Tipe sensor TiO₂ tergolong tipe-n sedangkan gas yang disensing tergolong pereduksi untuk H₂S dan SO₂ serta gas pengoksidasi untuk NO₂. Pada material tipe-n, nilai resistansi akan berkurang ketika bereaksi dengan gas pereduksi dan resistansi akan bertambah terhadap gas pengoksidasi. Hal ini berlaku sebaliknya terhadap material tipe-p. Nilai resistansi H₂S lebih rendah ketika dibandingkan dengan SO₂. Hal ini disebabkan oleh SO₂ berada pada permukaan sensor TiO₂ akan bereaksi dengan uap air (H₂O) dan oksigen membentuk H₂SO₄. SO₂ sebagai H₂SO₄ yang bersifat asam, akan berinteraksi dengan sensor dan mengakibatkan kerusakan pada permukaan sensor sehingga pada konsentrasi yang relatif besar dan suhu yang tinggi (120-200 °C) terjadi kejenuhan sensing.



Gambar IV.8 Data sensing TiO₂ doped Ni pada berbagai gas

III.5 Aplikasi Sensor TiO_2 doped Ni

Aplikasi sensor $\text{TiO}_2\text{-Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada Gudang bahan kimia di rangkai seperti pada Gambar IV.9.



Gambar IV.9 Rangkaian sensor $\text{TO}_2\text{-Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ terkoneksi vakum

IV. KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan antara lain:

1. Pada kadar Ni 20 mg/gram TiO_2 dan pH larutan *sol gel* pH 7 dihasilkan nilai *band gap* 2,7 eV dari 3,2 eV dan sesuai dengan syarat sebuah sensor semikonduktor.
2. Suhu operasi pada kadar Ni 20 mg/gram TiO_2 dan pH larutan *sol gel* pH 7 yaitu 120-200 °C
3. Pada kadar Ni 20 mg/gram TiO_2 dan pH larutan *sol gel* pH 7 sensor $\text{TiO}_2\text{-Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ secara selektif dan sensitif dapat mendeteksi gas H_2S
4. Konektivitas sensor $\text{TiO}_2\text{-Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan sistem mikrokontroler Arduino

yang dihubungkan dengan sistem otomatis vakum, bekerja dengan baik. Ketika adanya gas H_2S dalam ruangan maka vakum akan menyedot gas H_2S hingga mencapai udara bersih

Saran-saran untuk penelitian selanjutnya:

1. Perlu dikombinasikan sensor lain seperti sensor methanol, asam asetat, amoniak, kloroform yang dikoneksikan dengan vakum otomatis. sehingga tidak ada gas berbahaya lainnya yang ada dalam ruangan laboratorium atau Gudang penyimpanan.
2. Perlu dilakukannya uji coba masa pakai sensor gas $\text{TiO}_2\text{-Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ sehingga dapat diketahui lamanya ketahanan terhadap gas H_2S .

- Suhu operasi sensor sekitar 120 – 200 °C dapat diturunkan lagi dengan cara dikombinasikan dengan komposit karbon nanopartikel sehingga bekerja secara efisien dalam menghemat daya serta usia sensor yang diperkirakan lebih lama.

DAFTAR PUSTAKA

- Begum, N.S., Ahmed, H.M.F., and Gunashekar, K.R., 2008, Effects of Ni doping on photocatalytic activity of TiO₂ thin films prepared by liquid phase deposition technique, *Bull. Mater. Sci.*, 31, 747–751.
- Chinh, N.D., Kim, C., and Kim, D., 2019, UV-light-activated H₂S gas sensing by a TiO₂ nanoparticulate thin film at room temperature, *J. Alloys Compd.*, 778, 247–255.
- Fardiaz, 2008, Polusi Air dan Udara, Kanisius, Yogyakarta.
- Ganesh, I., Gupta, A.K., Kumar, P.P., Chandra Sekhar, P.S., Radha, K., Padmanabham, G., and Sundararajan, G., 2012, Preparation and characterization of Co-doped TiO₂ materials for solar light induced current and photocatalytic applications, *Mater. Chem. Phys.*, 135, 220–234.
- Glanz, K., 2010, Using behavioral theories to guide decisions of what to measure, and why, *Int. J. Hydrogen Energy*, 27, 991–1022.
- Guzmán-Velderrain, V., Ortega López, Y., Salinas Gutiérrez, J., López Ortiz, A., and H. Collins-Martínez, V., 2014, TiO₂ Films Synthesis over Polypropylene by Sol-Gel Assisted with Hydrothermal Treatment for the Photocatalytic Propane Degradation, *Green Sustain. Chem.*, 04, 120–132.
- Liao, Y., Xu, Y., and Chan, Y., 2013, Semiconductor nanocrystals in sol-gel derived matrices, *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 15, 13694–13704.
- Malucelli, G., 2016, Hybrid organic/inorganic coatings through dual-cure processes: State of the art and perspectives, *Coatings*, 6.
- Morin, J.V., Wahyuni, E.T., Suratman, A., and Ashari, A., 2020, Activity of Ni doped TiO₂ /ceramic tube as a sensor of CO gas from motor vehicles, *Rasayan J. Chem.*, 13, 1225–1237.
- Nawaratna, G., Lacey, R., and Fernando, S.D., 2012, Effect of hydrocarbon tail-groups of transition metal alkoxide based amphiphilic catalysts on transesterification, *Catal. Sci. Technol.*, 2, 364–372.
- Pudukudy, M. and Yaakob, Z., 2015, Methane decomposition over Ni, Co and Fe based monometallic catalysts supported on sol gel derived SiO₂ microflakes, *Chem. Eng. J.*, 262, 1009–1021.
- R.S. Dubey, Katta Venkata Krishnamurthy, S.S., 2019, Experimental studies of TiO₂ nanoparticles synthesized by sol-gel and solvothermal routes for DSSCs application, *Results Phys.*, 14, 102390.
- Samuel, V., Muthukumar, P., Gaikwad, S.P., Dhage, S.R., and Ravi, V., 2004, Synthesis of mesoporous rutile TiO₂, *Mater. Lett.*, 58, 2514–2516.
- Tehrani, 2011, Characterization and photocatalytic activities of nanosized titanium dioxide thin films, *Int. J. Environ. Sci. Technol.*, 8, 545–552.
- Tong, X., Shen, W., Zhang, X., Corriou, J.P., and Xi, H., 2020, Synthesis and density functional theory study of free-standing Fe-doped TiO₂ nanotube array film for H₂S gas sensing properties at low temperature, *J. Alloys Compd.*, 832, 155015.
- Xu, F. and Ho, H.P., 2017, Light-activated metal oxide gas sensors: A review, *Micromachines*, 8.

Yuvaraj, S., Nithya, V.D., Fathima, K.S., Sanjeeviraja, C., Selvan, G.K., Arumugam, S., and Selvan, R.K., 2013, Investigations on the temperature dependent electrical and magnetic properties of NiTiO₃ by molten salt synthesis, *Mater. Res. Bull.*, 48, 1110–1116.

Zywitzki, D., Jing, H., Tüysüz, H., and Chan, C.K., 2017, High surface area, amorphous titania with reactive Ti³⁺ through a photo-assisted synthesis method for photocatalytic H₂ generation, *J. Mater. Chem. A*, 5, 10957–10967.

LAMPIRAN

Library Sketch untuk mengkoneksikan Sensor Gas dan Vakum

<p><u>Source code:</u></p> <pre>#include <Wire.h> #include <LiquidCrystal_I2C.h> LiquidCrystal_I2C lcd(0x27, 20, 4); #include <SoftwareSerial.h> SoftwareSerial mySerial(9,8); int gasValue = A0; int data = 0; int relay = 6; int pir_Status; int buzzerPin = 7; void setup() { randomSeed(analogRead(0)); mySerial.begin(9600); Serial.begin(9600); lcd.init(); lcd.backlight(); pinMode(gasValue, INPUT); pinMode(relay, OUTPUT); pinMode(buzzerPin, OUTPUT); lcd.setCursor(2,0); lcd.print ("WELCOME TO "); lcd.setCursor(2,1); lcd.print ("DETECTOR H₂S "); lcd.setCursor(6,2); lcd.print ("DESIGN By :-");</pre>	<pre>void loop(){ data = analogRead(gasValue); Serial.print("Gas Level: "); Serial.println(data); lcd.clear(); lcd.setCursor(1,0); lcd.print ("Exhaust fan :- OFF"); lcd.setCursor(2,1); lcd.print("Gas Level: "); lcd.print(data); delay(1000); if (data > 700) { SendMessage(); Serial.print("Gas detect alarm"); lcd.clear(); lcd.setCursor(1,0); lcd.print ("Exhaust fan :- ON"); lcd.setCursor(2,2); lcd.print("Gas Level Exceed"); lcd.setCursor(2,3); lcd.print("SMS Sent"); delay(1000); digitalWrite(buzzerPin, HIGH); digitalWrite(relay, HIGH); } else {</pre>
--	---

<pre>lcd.setCursor(6,3); lcd.print ("Mr. Jack"); delay(3000); lcd.clear(); }</pre>	<pre>Serial.print("Gas Level Low"); lcd.clear(); lcd.setCursor(2,3); lcd.print("Gas Level Normal"); delay(1000); digitalWrite(buzzerPin, LOW); digitalWrite(relay, LOW); } //lcd.clear(); } void SendMessage() { delay(1000); }</pre>
--	---