

KARAKTERISASI LAPISAN TIPIS SnO₂- SPUTTERING DC SEBAGAI ELEMEN SENSOR GAS CO

Lisda J. Mawarani¹, Agus Santoso (Alm.)², Agung Budiono¹ dan Anang Pribady¹

¹Jurusan Teknik Fisika FTI - ITS

Kampus ITS Keputih Sukolilo, Surabaya 60111

²Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan (PTAPB) - BATAN

Jl. Babarsari Kotak Pos 1008, Yogyakarta 55110

ABSTRAK

KARAKTERISASI LAPISAN TIPIS SnO₂- SPUTTERING DC SEBAGAI ELEMEN SENSOR GAS CO. Lapisan tipis SnO₂ dapat berfungsi sebagai sensor gas CO, namun masih kurang stabil terhadap waktu, serta selektivitas dan sensitivitas terhadap gas masih kurang. Untuk memperoleh hasil yang lebih baik dalam penelitian ini metode *Sputtering DC* digunakan dalam deposisi lapisan tipis SnO₂ dengan memvariasi waktu deposisi *sputtering*, waktu pendinginan pasca *sputtering* dan suhu operasi sensor (dalam karakterisasi). Diperoleh hasil terbaik untuk sampel dengan waktu deposisi 2 jam dan waktu pendinginan 3 jam, pada suhu operasi 250 °C. Dari penelitian ini dihasilkan sensor dengan kestabilan terhadap waktu yang relatif konstan pada nilai 38,85±4kΩ. Selektivitas terhadap gas CO juga lebih baik dan sensitivitas memiliki gradien 4,1863(%ΔR)/ppm gas CO.

Kata kunci : Sensor gas CO, lapisan tipis SnO₂, kestabilan, sensitivitas, selektivitas

ABSTRACT

CHARACTERIZATION OF SnO₂ THIN FILM -SPUTTERING DC AS ELEMENT OF CO GAS SENSOR. SnO₂ (Tin Dioxide) thin layer can be used as CO gas sensor, but it still have some problems on it's lifetime stability, gas selectivity and sensitivity. In order to improve performance of thin layer, a sputtering DC Methode has been used in this research by varyaty the deposition time, the post-deposition cooling time, and the sensing operation temperatures. The best result was obtained for sample with 2 hours deposition time, 3 hours cooling time, and 250 °C operating temperature. The results show that research, the sensor is stable to constanue at 38.85±4k&Ω. The selectivity to CO gas is better and has gradient 4.1863(%ΔR/R)/ppm.

Key words : CO gas sensor, SnO₂ thin film, stability, sensitivity, selectivity

PENDAHULUAN

Gas merupakan suatu zat (*matter*) yang paling fleksibel. Kebanyakan diantaranya tidak kasat mata dan tidak berbau, hal ini menjadikan keberadaan gas berbahaya di sekitarkita, tidak kita sadari. Salah satunya adalah gas CO yang banyak dihasilkan oleh kendaraan bermotor, pada konsentrasi tinggi dapat menyebabkan kematian pada manusia.

Saat ini sedang dikembangkan penggunaan lapisan tipis oksida logam seperti untuk dapat mendeteksi keberadaan suatu gas. Salah satu lapisan tipis yang dikembangkan adalah lapisan tipis SnO₂, karena lapisan tipis ini mampu mendeteksi beberapa macam gas dengan baik dan salah satunya adalah gas CO. Pendeteksian gas didasarkan pada peristiwa oksidasi reduksi yang terjadi antara permukaan lapisan tipis dengan gas yang dideteksi.

Namun permasalahan yang masih muncul dalam pembuatan sensor dengan lapisan tipis SnO₂ adalah

ketidakstabilan tahanan. Tahanan dari lapisan tipis tersebut selalu berubah terhadap waktu sehingga sulit menentukan konstanta tahanan untuk penggunaan dalam waktu lama. Selain itu hasil yang ada saat ini masih tidak untuk gas tertentu, artinya ada berbagai jenis gas yang memberikan perubahan yang hampir serupa sehingga di udara terbuka sulit untuk menentukan jenis gas yang terdeteksi. Umumnya hanya bisa mendeteksi konsentrasi gas pada ruangan yang tidak tercampur gas lain.

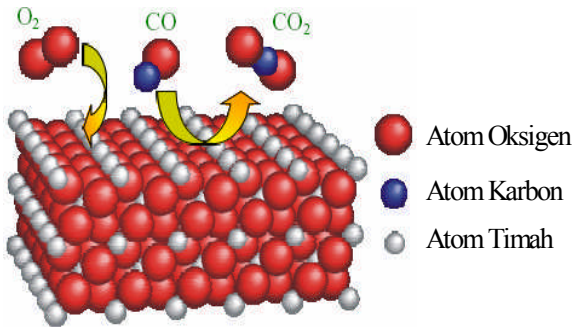
Parameter ketebalan lapisan, suhu operasi dan proses pendinginan pasca *sputtering* berpengaruh terhadap karakteristik lapisan tipis. Dengan memvariasi parameter pada saat pembuatan, pasca pembuatan, dan suhu operasi, diharapkan permasalahan yang terjadi sebelumnya seperti sensitivitas, selektivitas dan kestabilan tahanan standar sensor dapat ditingkatkan.

TEORI

Lapisan Tipis SnO₂ Sebagai Sensor Gas

SnO₂ merupakan jenis semikonduktor oksida logam celah pita lebar tipe-n yang banyak diaplikasikan sebagai bahan dasar sensor gas[1]. Sifat listrik nanokristal SnO₂ sepenuhnya bergantung pada ukuran kristal dan keadaan permukaan yang dihasilkan oleh serapan gas yang menghasilkan penampakan ruang dan modulasi pita[2].

Adanya respon SnO₂ pada jenis gas yang berbeda, kita bisa membaginya menjadi dua kelompok besar: pada kelompok pertama terdiri dari CO, H₂, dan CH₄ yang memberikan sifat mereduksi dan mudah menambah konduktivitas material. Pada kelompok kedua ada macam-macam gas seperti NO₂ dan CO₂ yang memiliki sifat oskidasi dan dapat mengoksidasi material serta menurunkan nilai konduktivitas material.

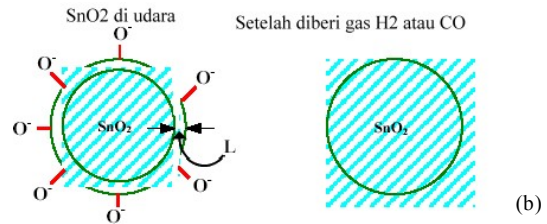
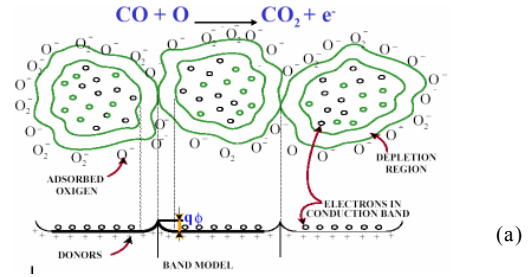


Gambar 1. Material sensor SnO₂. Molekul O₂ yang ada di udara diadsorpsi secara kimia pada material dan CO mengadsorpsi atom O dari permukaan menjadi CO₂ [3].

Pada kondisi udara normal, permukaan bahan semikonduktor diselubungi oleh lapisan oksigen teradsorpsi meliputi serapan fisika molekul O₂. konsentrasi atom-atom tersebut selanjutnya akan menangkap elektron dari daerah dekat (sekitar) permukaan semikonduktor [1].

Kehadiran molekul gas reduktor seperti gas CO akan mengikat sejumlah atom oksigen yang teradsorpsi oleh permukaan butir kristal. Hal ini berakibat dilepaskannya kembali electron kepermukaan semikonduktor sehingga konsentrasi elektron bebas bertambah serta panjang lapisan deplesi dan tinggi penghalang antar butir (*potential barrier*) berkurang. Hal ini juga mengakibatkan kenaikan konduktivitas untuk bahan semikonduktor tipe-n. Gas reduktor akan mengikat elektron dari lapisan permukaan, menambah tebal deplesi, memunculkan penghalang antar butir dan mengurangi konduktivitas untuk bahan semikonduktor tipe-n.

Secara lebih jelasnya ilustrasi proses kimia adsorpsi O dari permukaan lapisan tipis dapat dilihat pada Gambar 2 berikut.



Gambar 2. (a) proses adsorpsi oksigen oleh gas CO menjadi CO₂ (Alberto dan Fischer) dan (b) kembalinya elektron yang diikat oleh oksigen menjadi elektron bebas dan memperkecil lebar lapisan deplesi (L) [3].

Kepekaan Serapan Gas

Sensitivitas serapan gas merupakan kemampuan untuk merespon kehadiran gas berhubungan dengan besar konsentrasi gas. Respon ini ditunjukkan dengan perubahan resistansi akibat terserapnya gas pada permukaan elemen sensitif. Nilai nisbah serapan sensitivitas serapan gas (*S*) didefinisikan sebagai perbandingan antara besar perubahan resistansi elemen sensitif pada saat diberi gas (ΔR_g), dengan resistansi elemen sensitif pada udara normal (R_n).

Sensitivitas semikonduktor untuk gas reduktor diberikan persamaan [4].

$$S = \frac{\Delta R_g}{R_n} = \frac{R_g - R_n}{R_n} \dots\dots\dots (1)$$

dan untuk gas oksidator sensitivitas diberikan oleh persamaan

$$S = \frac{\Delta R_g}{R_n} = \frac{R_n - R_g}{R_n} \dots\dots\dots (2)$$

dengan R_g dan R_n diukur pada kondisi isothermal, dengan R_g adalah resistansi pada saat diberi gas (reduktor atau oksidator), R_n adalah resistansi pada udara normal.

METODE PERCOBAAN

Pembuatan Lapisan Tipis

Lapisan tipis SnO₂ sebagai sensor gas dibuat dari substrat kaca kwarsa (SiO₂) dengan dimensi 2 cm x 2 cm x 1 mm. Preparasi sampel dilakukan dengan

pencucian menggunakan alkohol 99% sambil digetarkan dengan *ultrasonic cleaner* selama 30 menit, selanjutnya dikeringkan dengan pemanas (*oven*) bersuhu 150 °C selama 60 menit.

Selanjutnya dilakukan penumbuhan lapisan tipis pada substrat tersebut. Pembuatan lapisan tipis terdiri atas dua tahap yaitu tahap proses pendeposisian lapisan tipis dan tahap pembuatan kontak perak pada lapisan tipis. Pada proses penumbuhan lapisan tipis, substrat dipanaskan pada suhu 250 °C agar target mudah tertanam pada substrat. Pendeposisian SnO₂ dilakukan dengan metode *Sputtering DC* pada tegangan 2 kV, arus 5 mA, dan tekanan 5x10⁻⁵. Sedangkan waktu deposi divariasikan selama 0,5 jam, 1 jam, dan 2 jam.

Masing-masing sampel dengan lama deposisi tertentu didinginkan dengan tiga waktu pendinginan yang berbeda. Waktu pendinginan setelah deposisi ini diatur dengan melakukan tiga cara pengambilan sampel, yaitu langsung diambil (untuk pendinginan cepat), diambil setelah 3 jam (untuk pendinginan sedang), dan diambil setelah 15 jam (untuk pendinginan lambat).

Selanjutnya, setelah lapisan tipis SnO₂ terbentuk, dilakukan pelapisan kontak perak. Proses pelapisan kontak perak bertujuan untuk mempermudah dalam pengukuran, karena dengan diberi kontak perak maka luasan pengukuran tiap saat sama. Pembuatan lapisan kontak perak ini sama dengan proses penumbuhan lapisan tipis SnO₂ yaitu dengan menggunakan sistem *Sputtering DC*. Perbedaan dengan penumbuhan lapisan tipis diatas adalah penggunaan aluminium foil untuk melindungi daerah yang tidak ingin dilapisi kontak perak (daerah sensor). Lama pembuatan kontak perak adalah 15 menit dan waktu pendinginan pasca *sputtering* sesuai dengan pendinginan sampel sensor sebelumnya yaitu 30 menit, 1 jam dan 2 jam. Lapisan kontak perak dibuat 0,5 Cm dari masing masing ujung sensor. Seluruh proses pembuatan dilakukan di P3TM-BATAN Yogyakarta.

Karakterisasi

Karakterisasi sensor dilakukan dengan beberapa pengujian, antara lain uji validitas, uji kestabilan terhadap suhu operasi, uji kepekaan, uji selektivitas, dan uji kestabilan terhadap waktu. Uji validitas sensor dilakukan dengan menggunakan EDAX untuk memastikan bahwa lapisan yang terbentuk adalah benar-benar SnO₂.

Berikutnya dilakukan uji kestabilan sensor dengan lapisan tipis SnO₂ terhadap suhu operasi sensor. Pengujian ini dilakukan dengan memberikan suhu tertentu pada sensor dan mencari daerah dimana suhu tidak begitu berpengaruh. Setelah diketahui dipersempit lagi dengan menentukan titik dengan kepekaan terbaik terhadap gas CO.

Uji kepekaan sensor dilakukan pada suhu operasi sensor dan dicatat perubahan resistansi terhadap perubahan konsentrasi gas. Adapun uji selektivitas

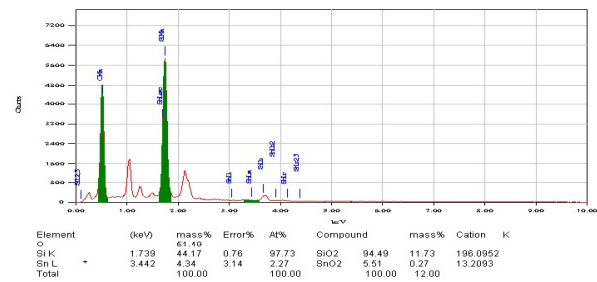
sensor dilakukan dengan memberikan beberapa jenis gas lain pada sensor dan melihat reaksi sensor terhadap gas-gas tersebut.

Berikutnya uji kestabilan sensor terhadap waktu. Uji ini dilakukan dengan mengukur nilai resistansi setiap hari selama seminggu dan setiap minggu selama 4 minggu. dengan melakukan pengukuran resistansi dalam waktu 1 bulan dimana pada minggu pertama dilakukan pengukuran setiap hari sedangkan pada minggu berikutnya dilakukan pengukuran setiap minggu sekali.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Validitas Sensor

Pada analisis EDAX terlihat bahwa pada substrat telah terbentuk lapisan tipis SnO₂ dan hal ini ditunjukkan oleh Gambar 3 yang menunjukkan adanya unsur atom O, Si dan Sn. Kemunculan atom Si dikarenakan substrat yang digunakan adalah kaca preparat (SiO₂) sedang lapisan tipis SnO₂ ditunjukkan oleh adanya data ikatan SnO₂ pada hasil EDAX.



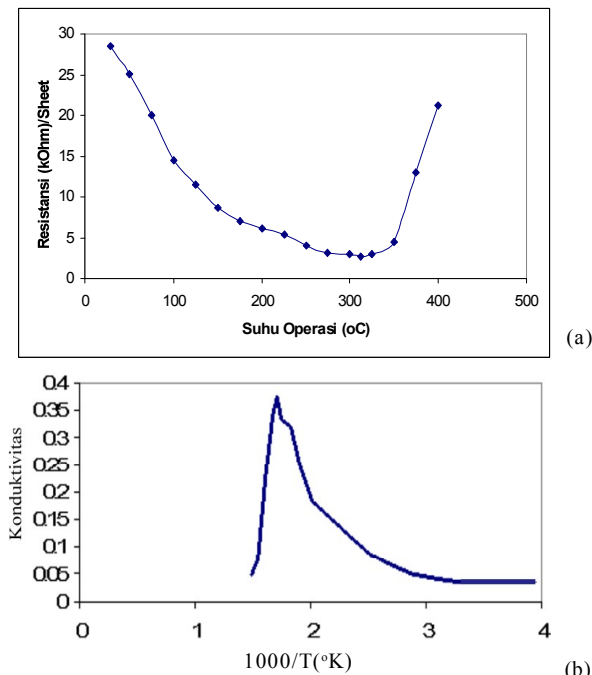
Gambar 3. Analisa EDAX

Suhu Operasi Sensor

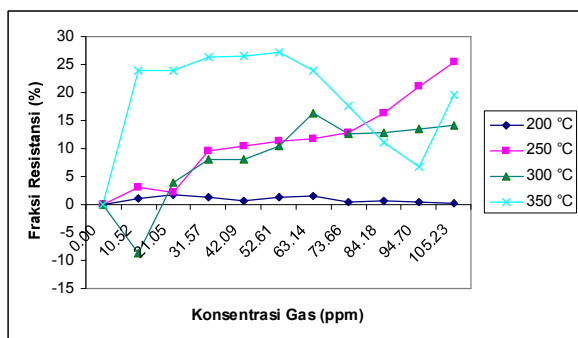
Suhu operasi sensor ditentukan dengan memberikan perubahan secara bertahap sambil mengukur resistansi pada saat yang bersamaan pada titik-titik suhu yang telah ditentukan yaitu setiap kenaikan 25 °C dari suhu kamar hingga 400 °C. Pada pengukuran tersebut terlihat, bahwa suhu mulai tidak berpengaruh pada perubahan resistansi menginjak 200 °C dan mulai terjadi perubahan lagi diatas 350 °C. Ini berarti bahwa suhu operasi sensor berkisar pada daerah tersebut. Sedangkan pada grafik konduktansi terlihat pada suhu antara 200 °C sampai dengan 300 °C memiliki karakteristik sebagai semikonduktor dengan energi *gap* 1,06 x 10⁻²³ sampai dengan 1,9 x 10⁻²³.

Untuk lebih memastikan lagi suhu operasi terbaik sensor dilakukan pengujian sensitivitas sensor pada beberapa titik suhu dalam daerah suhu operasi tersebut, yaitu pada suhu 200 °C, 250 °C, 300 °C, dan 350°C seperti terlihat pada Gambar 5 berikut.

Pada percobaan tersebut didapatkan bahwa suhu operasi dengan sensitivitas dan linieritas terbaik adalah



Gambar 4. Perubahan suhu operasi sensor terhadap nilai (a)resistansi dan (b) konduktansi



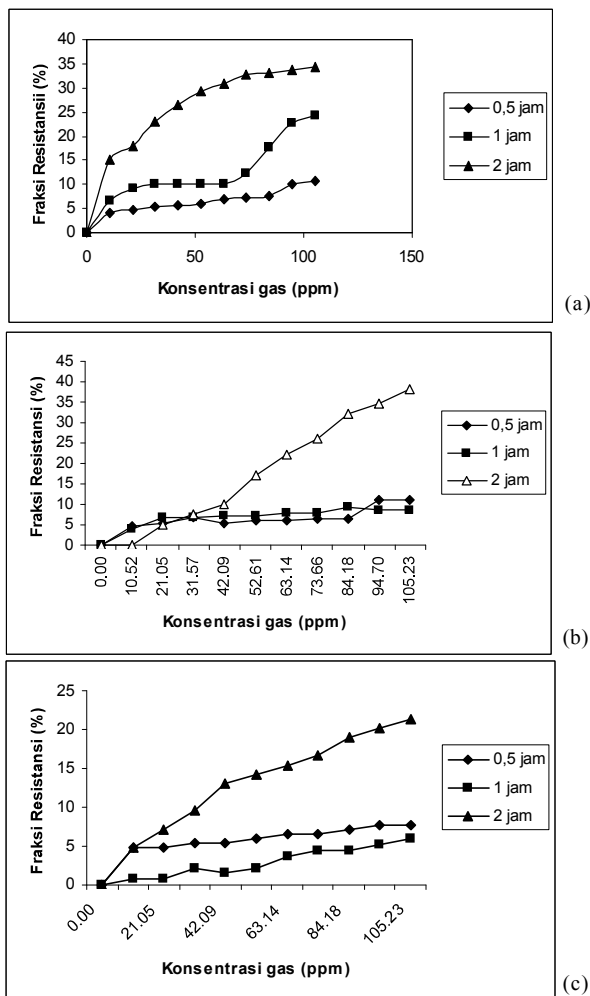
Gambar 5. Sensitivitas sensor terhadap gas CO pada beberapa suhu Operasi

250 °C. Sehingga suhu inilah yang kami jadikan sebagai suhu operasi sensor untuk pengujian-pengujian selanjutnya.

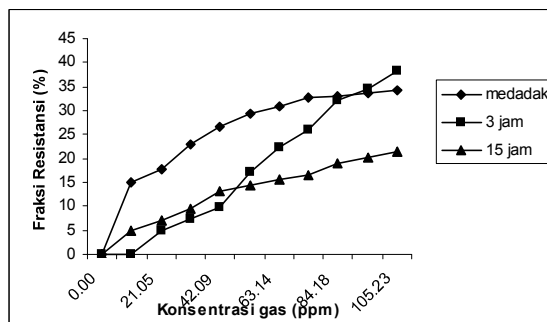
Sensitivitas Sensor pada Gas CO

Hasil pengujian sensitivitas sensor terhadap gas CO ditunjukkan oleh Gambar 6. Pada gambar tersebut terlihat bahwa semakin lama waktu *sputtering* semakin tinggi nilai sensitivitas sensor. Dan nilai sensitivitas tertinggi dicapai oleh perlakuan pendinginan 3 jam dengan waktu *sputtering* 2 jam. Pada pendinginan mendadak hampir semua perlakuan waktu *sputtering* memiliki sensitivitas yang relatif tinggi namun linieritas dari sensor paling buruk dari kedua pendinginan pendinginan lainnya.

Pada waktu *sputtering* 2 jam (sensitivitas tertinggi) sampel yang memiliki linieritas dan sensitivitas terbaik adalah sampel yang didinginkan selama 3 jam yaitu dengan *gradien* sebesar 4,1863 (% $\Delta R/R$,ppm).



Gambar 6. Perbedaan sensitivitas pada masing masing waktu *sputtering* (a) Pendinginan mendadak, (b) Pendinginan sedang, (c) Pendinginan lambat

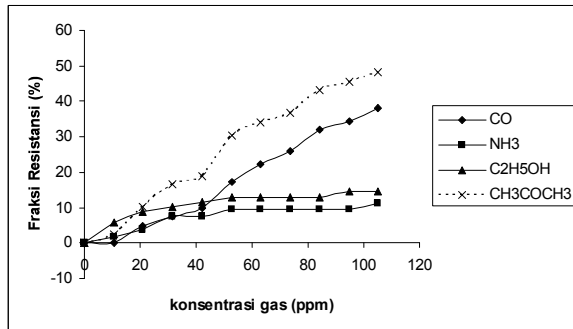


Gambar 7. Pengaruh pendinginan lapisan tipis terhadap linieritas pada waktu *sputtering* 2 jam

Selektivitas Sensor pada Gas CO

Pada pengujian ini diambil sampel yang memiliki sensitivitas dan linieritas terbaik pada gas CO yaitu sampel dengan waktu *sputtering* 2 jam dan waktu pendinginan lambat (15 jam). Gambar 8 menunjukkan respon sampel tersebut terhadap beberapa jenis gas dan terlihat bahwa gas HNO_3 dan C_2H_5OH cenderung jenuh pada 40ppm sampai dengan 100ppm,

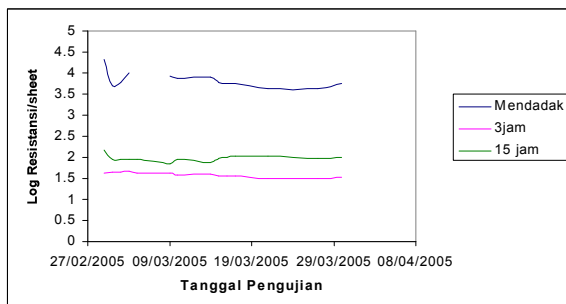
artinya kurang sensitif. Sedangkan pada gas CH₃COCH₃, sampel memiliki sensitivitas yang hampir sama dengan gas CO, namun gas tersebut merupakan oksidator yang reaksinya berkebalikan dengan gas CO yaitu semakin banyak gas, konduktivitasnya semakin menurun.



Gambar 8. Respon sensor terhadap gas CO dan beberapa gas uji.

Kestabilan Sensor Terhadap Waktu

Pada hasil sebelumnya selalu didapatkan sensor gas yang sangat tidak stabil terhadap perubahan waktu sehingga sensor sulit digunakan untuk waktu yang lama pascasputtering. Pendinginan sampel pasca sputtering dijadikan hipotesis penyebab terjadinya hal tersebut karena dengan diambil langsung dari chamber DC Sputtering akan menimbulkan pembentukan butir yang tidak sempurna. Pada Gambar 9 dapat dilihat bahwa pada pendinginan mendadak nilai resistansi sangat tidak stabil terhadap waktu, bahkan cenderung meningkat terhadap waktu. Sedangkan pada pendinginan sedang dan pendinginan lambat, resistansi sensor cenderung stabil terhadap waktu.



Gambar 9. Perubahan resistansi terhadap waktu.

Pada pendinginan sedang dan lambat, terlihat bahwa sensor lebih stabil pada pendinginan 3 jam yaitu pada resistansi sekitar 38,85 ± 4kΩ. Hal ini menunjukkan bahwa pendinginan yang terlalu lambat dapat membuat sensor kembali tidak stabil. Terjadi demikian, karena selain terjadinya proses pendinginan dimungkinkan terjadi sedikit proses oksidasi pada sensor. Perlakuan terbaik adalah ketika sensor sudah mencapai suhu kamar,

maka sensor sebaiknya disimpan di tempat kedap misal didalam plastik klip.

KESIMPULAN

Sensor gas memiliki keterandalan yang baik jika dalam proses deposisi tercapai pembentukan butir yang sempurna dan dilakukan proses pendinginan yang lambat. Pengujian keterandalan sensor terhadap waktu (lifetime) menunjukkan nilai resistansi yang konstan sebesar 38.85 ± 4 kΩ/sheet untuk pendinginan selama 3 jam. Adapun kepekaan dan linieritas terbaik juga didapat pada parameter tersebut dengan nilai gradien sebesar 4,1863(%ΔR/R)/ppm. Sensor juga memiliki selektivitas yang tinggi terhadap gas CO pada konsentrasi gas diatas 40 ppm.

DAFTARACUAN

- [1]. OHRING, M, *The Material Science of Thin Film*, Academic Press Inc., New York, (1992)
- [2]. Drs. SURYADI SU, dkk., *Course And Workshop of Technology and Its Application*, Puslitbang Teknologi Maju BATAN, Yogyakarta, (2004)
- [3]. COBOS, JA, *Metal Additive Distribution in TiO₂ and SnO₂ Semiconductor Gas Sensor Nanostructured*, Barcelona, (2001)
- [4]. XU, C. TAMAKI, J. MIURA, N. YAMAZOE, *Grain Size Affect on Gas Sensitivity of Porous SnO₂*, Sensor and Actuator B, (1991), 147-155
- [5]. FITRIANI, A., *Pengaruh Doping Pd dan Au pada Lapisan Tipis SnO₂ terhadap Sensitivitas Lapisan Tipis Sebagai Bahan Sensor*, Semarang, (2004)
- [6]. TULUS, *Kajian Fabrikasi Lapisan Tipis (Thin Film) TiN dengan Metode DC-Reactive Sputtering Untuk Aplikasi Sensor Gas Amonia yang Beroperasi Pada Suhu Kamar dengan Kelembaman Normal*, Yogyakarta, (2004)
- [7]. NUGROHO, A., *Pengaruh Tekanan dan Waktu Sputtering Terhadap Pembentukan Lapisan Tipis SnO₂ sebagai Bahan Dasar Sensor Gas*, Surakarta, (2004)
- [8]. RAHMASARI, L., *Pengaruh Implantasi ion Platina Terhadap Sensitivitas dan Waktu Tanggap Serapan Gas pada Lapisan Tipis SnO₂ Sebagai Bahan Sensor Gas*, Yogyakarta, (2003)
- [9]. SCHEMID WOLF, *Compsumtion Measurement on SnO₂ Sensor in Low And Normal Oxigen Concentration*, (2004)
- [10]. OSCIK, J, *Adsorbtion Ellis Horwood Limited Published*, cichester, John Wiley & Son, New York, USA, (1982)
- [11]. WASA K., HAYAKAWA S., *Handbook of Sputter Deposition Technology; Principles, Technology and Application*, Noyes Publication, New Jersey, (1992)