

PEMBUATAN DAN UJI COBA LAPISAN TIPIS ZnO:Al SEBAGAI PROTOTIPE SENSOR GAS DENGAN GAS UJI KARBON MONOKSIDA

Taxwim, Tjipto Sujitno

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan, BATAN

Mei Sugiyanto

FMIPA, Universitas Gadjahmada, Yogyakarta

ABSTRAK

PEMBUATAN DAN UJI COBA LAPISAN TIPIS ZnO:Al SEBAGAI PROTOTIPE SENSOR GAS DENGAN GAS UJI KARBON MONOKSIDA. Telah dibuat suatu prototip sensor gas dengan menggunakan bahan ZnO:Al di atas substrat alumina dengan menggunakan metode dc-reactive sputtering dan evaporasi. Pembentukan pola lapisan elektroda emas dilakukan menggunakan metode lithografi. Karakterisasi sensor telah dilakukan untuk menguji sifat tanggap gas CO. Karakterisasi sensor terhadap sifat tanggap gas CO menunjukkan bahwa sensor dengan lapisan tipis semikonduktor ZnO:Al dapat mendeteksi adanya gas CO. Sensor yang dibuat dapat beroperasi pada suhu sekitar 250°C. Sensitivitas sensor menunjukkan nilai tertinggi sebesar 64,706%. Sensor memiliki waktu tanggap antara 90 – 180 detik.

Kata kunci : *sensor gas karbon monoksida, lapisan tipis ZnO:Al, metode dc-reactive sputtering dan evaporasi.*

ABSTRACT

THE FABRICATION AND TESTING OF ZNO:AL THIN FILM AS A PROTOTYPE OF CARBON MONO OXIDE GAS SENSOR. A prototype of CO gas sensor made of ZnO:Al thin film deposited on alumina substrate has been carried out using dc-reactive sputtering and evaporator methods. Pattern of gold thin film electrode has been formed using lithography technique. The sensor has been tested for detecting of carbon mono oxide gas. It was found that the respond time of the sensor is in order of 90-180 second, while the highest sensitivity is in order of 64.706 %. It was also found that the working suhue of the sensor is in order of 250⁰ C.

Key words: *Carbon mono oxide gas sensor, ZnO:Al thin film, dc-reactive evaporation and sputtering methods*

PENDAHULUAN

Kemajuan transportasi seiring perkembangan teknologi terus berkembang. Di kota pemandangan berbagai macam jenis transportasi darat dapat disaksikan setiap harinya. Namun kemajuan alat transportasi juga membawa efek negatif, terutama yang berkaitan langsung dengan lingkungan dan kesehatan, yaitu polusi udara. Kendaraan bermotor mengeluarkan zat-zat berbahaya yang dapat menimbulkan dampak negatif, baik terhadap kesehatan manusia maupun terhadap lingkungan, seperti timbal/timah hitam (Pb), *suspended particulate matter* (SPM), oksida nitrogen (NOx), hidrokarbon (HC), karbon monoksida (CO), maupun oksida fotokimia (Ox).

Kendaraan bermotor menyumbang hampir 100% timbal, 13-44% *suspended particulate matter* (SPM), 71-89% hidrokarbon, 34-73% NOx, dan hampir seluruh karbon monoksida (CO) ke udara Jakarta. Sumber utama debu berasal dari pembakaran sampah rumah tangga, di mana mencakup 41% dari sumber debu di Jakarta. Sektor industri merupakan sumber utama dari sulfur dioksida. Di tempat-tempat padat di Jakarta konsentrasi timbal bisa 100 kali dari ambang batas. Dampak terhadap kesehatan yang disebabkan oleh pencemaran udara akan terakumulasi dari hari ke hari. Pemaparan dalam jangka waktu lama akan berakibat pada berbagai gangguan kesehatan, seperti bronchitis, emphysema, dan kanker paru-paru. Dampak kesehatan yang diakibatkan oleh

pencemaran udara berbeda-beda antar individu. Populasi yang paling rentan adalah kelompok individu berusia lanjut dan balita. Menurut penelitian di Amerika Serikat tahun 2001, kelompok balita mempunyai kerentanan enam kali lebih besar dibandingkan orang dewasa. Kelompok balita lebih rentan karena mereka lebih aktif dan dengan demikian menghirup udara lebih banyak, sehingga mereka lebih banyak menghirup zat-zat pencemar^[1].

Keadaan ini mendorong usaha untuk mengadakan penelitian mengenai detektor gas (sensor gas) khususnya yang peka terhadap gas CO yang semakin mendapat perhatian terutama sejak ditemukan teknologi lapisan tipis (*thin film*) untuk mendeteksi adanya gas-gas berbau dan beracun. Teknologi lapisan tipis nampaknya menjadi metode yang disukai untuk fabrikasi sensor karena difusi gas yang cepat serta waktu tanggap yang relatif cepat.

Keuntungan menggunakan teknologi lapisan tipis diantaranya adalah ketebalan, struktur dan sifat kelistrikan lapisan dapat dikontrol serta biaya yang dikeluarkan relatif murah. Teknologi lapisan tipis sebagai *nanotechnology* menjadi hal yang menarik untuk diteliti serta telah banyak menjangkau hampir semua bidang kehidupan.

Banyak teknik yang dapat digunakan dalam membuat lapisan tipis, diantaranya, yaitu: penguapan (*evaporation*), implantasi ion, dan percikan (*sputtering*). Penelitian ini akan menggunakan teknik evaporasi dan DC-*sputtering* untuk membuat lapisan tipis. Beberapa sistem *sputtering* untuk tujuan deposisi lapisan tipis, antara lain DC-*sputtering*, RF-*Sputtering* dan *Sputtering Magnetron*. Untuk mendeposisikan bahan semikonduktor biasanya digunakan DC-*Sputtering*. *Sputtering* juga dapat menghasilkan bahan yang seragam (*homogen*) dan padat, selain itu bahan tersebut juga mempunyai sifat mekanik dan listrik yang sama dengan sifat dasarnya.

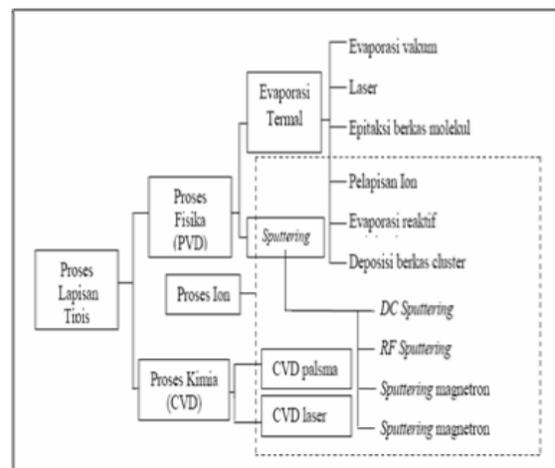
Selama ini teknologi lapisan tipis sebagai elemen dasar gas mengarah kepada bahan MOS (*Metal Oxide Semiconductor*). Penelitian tentang sifat MOS sebagai sensor gas dapat menggunakan lapisan tipis ZnO, CeO, SnO₂, maupun TiO₂. Hasil penelitian terhadap MOS sebagai sensor gas beroperasi pada suhu yang tinggi. Dalam penelitian ini akan mengkaji suatu bahan semikonduktor ZnO:Al untuk keperluan ini. Fungsi penggunaan Al sebagai doping pada lapisan tipis sehingga daya serap terhadap gas-gas lingkungan semakin meningkat. Bahan ZnO:Al tersebut di deposisikan pada substrat keramik alumina Al₂O₃.

Berbagai penelitian dilakukan serupa tetapi dengan metode yang berbeda, menunjukkan bahwa lapisan tipis ZnO:Al dapat diaplikasikan sebagai sensor gas CO.

TATA KERJA

Metode Deposisi

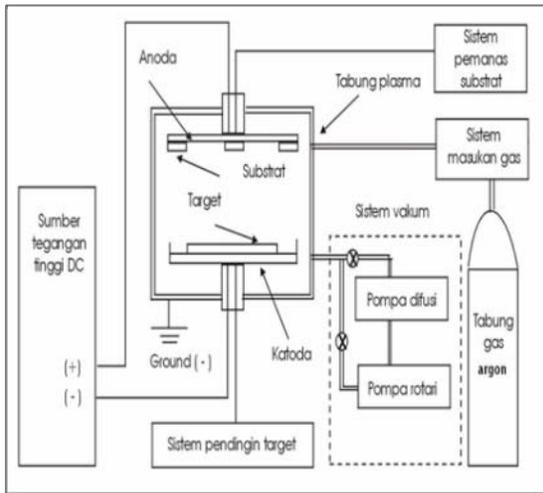
Deposisi merupakan proses masuknya atau terdepositnya suatu zat pada suatu bahan. Deposisi dapat juga diartikan sebagai proses pelapisan. Lapisan tipis adalah lapisan yang memiliki ketebalan di bawah 1µm. Lapisan ini memiliki karakteristik yang sangat unik dan banyak digunakan dalam berbagai aplikasi mikro elektronika misalnya sebagai sensor gas dan sel surya. Metode deposisi lapisan tipis secara garis besar dapat dibagi menjadi 2 proses, yaitu : PVD (*Physical Vapour Deposition*) dan proses CVD (*Chemical Vapour Deposition*). Proses PVD terdiri dari Evaporasi termal dan *Sputtering*. Skema proses deposisi lapisan tipis ditunjukkan pada Gambar 1.



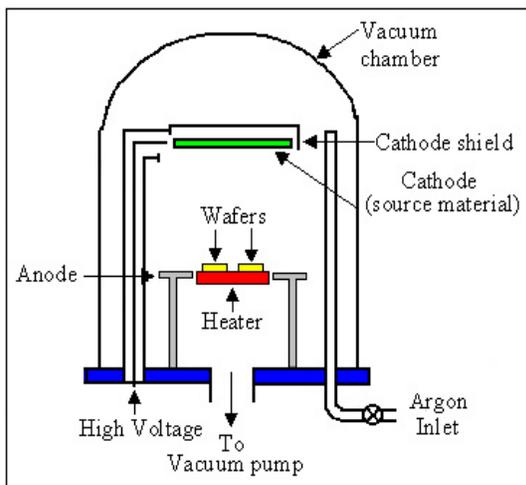
Gambar 1. Skema proses deposisi lapisan tipis^[2].

Metode Sputtering

Sputtering adalah proses dimana pada permukaan bahan ditumbuki partikel berenergi, sehingga atom-atom bahan (target) terpercik keluar dan kemudian terdepositasi pada permukaan substrat (media yang dilapisi) membentuk lapisan tipis^[3].



Gambar 2. Skema sistem DC- Sputtering.



Gambar 3. Skema sistem vacuum evaporator.

Preparasi Substrat

Proses pembuatan substrat sensor yang berupa keping keramik alumina hingga akhirnya siap diberi lapisan tipis (*thin film*) semikonduktor ZnO:Al terdiri dari beberapa tahap.

1. Preparasi substrat setelah dipotong sesuai ukurannya.
2. Pembentukan pola pemanas (*heater*) dan elektroda dari lapisan emas.

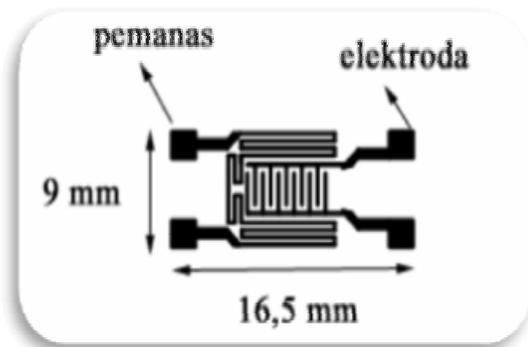
Dalam penelitian kali ini, mencoba dua jenis lapisan emas yang di deposisi menggunakan metode yang berbeda, PVD (*Physical Vapour Deposition*)

dan DC *Sputtering*. Keping substrat dengan lapisan emas yang telah berhasil dibentuk melalui proses deposisi menggunakan PVD (*Physical Vapour Deposition*) dibentuk pola *heater*/pemanas dan elektroda yang diinginkan menggunakan metode *Lithografi*. Sedangkan pembentukan lapisan emas yang dideposisi menggunakan DC *Sputtering*, menggunakan substrat yang telah dibentuk polanya dengan metode yang sama (*lithography*) hasil dari penelitian sebelumnya di PPET LIPI Bandung. Hal ini disebabkan karena untuk melakukan deposisi emas menggunakan metode DC *Sputtering* memerlukan biaya yang tidak sedikit, karena diperlukan target emas yang dibuat dari pelelehan emas murni dengan jumlah yang tidak sedikit (± 40 gram).

Tahapan pembuatan substrat sensor yang berupa keping keramik alumina pertama tama adalah preparasi substrat yang meliputi pemotongan bahan alumina sesuai ukuran, pembentukan pola pemanas (*heater*) dan elektroda sensor dari lapisan emas. Preparasi substrat ini dimaksudkan agar substrat yang digunakan bersih dari noda, minyak maupun debu yang dapat mengganggu proses deposisi lapisan elektroda emas (Au). Tahapan preparasi ini memerlukan alat berupa *Ultrasonic Cleaner* yang berguna untuk menghilangkan kotoran-kotoran pada substrat Al₂O₃. Substrat yang akan digunakan dicuci dengan *acetone*, deterjen, *acetone*, dan *etanol* selama masing-masing 30 menit kemudian substrat dikeringkan selama 1 jam. Jika tahapan preparasi selesai, maka sampel disimpan dalam plastik klip dan disimpan ke tempat penyimpanan yang bebas debu.

Tahapan berikutnya adalah deposisi lapisan tipis dengan bahan sensor gas ZnO:Al dilakukan menggunakan metode DC *Sputtering*. Substrat yang digunakan adalah alumina yang memiliki lapisan emas dengan pola pemanas dan elektroda dengan konduktansi yang relatif baik. Target ZnO:Al dipasang pada katoda sedangkan substrat alumina dipasang pada anoda pemegang (*holder*), di dalam tabung reaktor *sputtering* selanjutnya pemanas substrat dan kabel kontrol suhu dihubungkan ke catu daya. Reaktor *sputtering* dihampakan (vakum) dengan pompa rotary torr selama 30 menit hingga diperoleh kevakuman tabung *sputtering* mencapai orde 10⁻² Torr, kemudian *chiller termocirculator* dihidupkan untuk mendinginkan sistem pemanas selama 15 menit. Setelah tekanan mencapai 10⁻⁵ Torr, gas argon dialirkan ke dalam tabung *sputtering* hingga diperoleh tekanan kerja 3×10^{-2} Torr. Bahan target dipanaskan pada suhu 250 °C dengan sistem pemanas yang dipasang pada anoda. Sistem tegangan tinggi DC dihidupkan dan diatur

pada nilai yang diinginkan yaitu sebesar 2,5 kV dan arus 50 mA. Selanjutnya deposisi lapisan tipis ZnO:Al dilakukan dengan waktu yang bervariasi.



Gambar 4. Pola sensor gas.

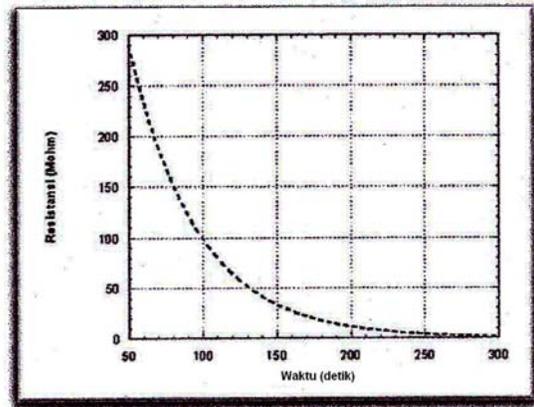
Gambar 4. Pola sensor gas di atas merupakan pola pembuatan sensor gas hasil dari penelitian sebelumnya di PPET LIPI Bandung.

HASIL DAN PEMBAHASAN

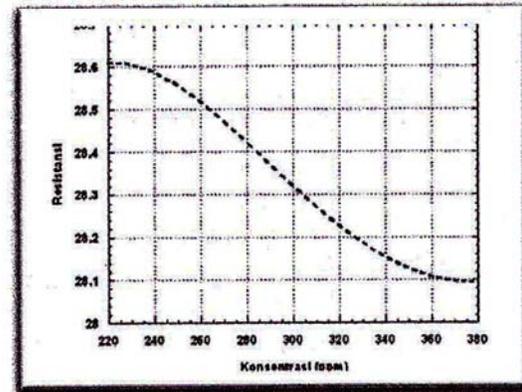
Respons Gas

Penentuan suhu kerja sensor sangat diperlukan karena pada rentang suhu tertentu, lapisan tipis ZnO:Al dapat berfungsi sebagai sensor gas. Hasil pengamatan tentang penentuan suhu kerja sensor ditunjukkan seperti pada Gambar 5. Gambar 5 menunjukkan bahwa semakin suhunya naik maka resistansi cenderung menurun dan mulai stabil pada kondisi suhu di atas 250 °C. Ini berarti bahwa, nilai resistansi pada kondisi tertentu sudah tidak terpengaruh (pengaruhnya sangat kecil) oleh kenaikan suhu. Pada kondisi rentang suhu 250 °C, bahan ZnO:Al dapat berfungsi sebagai sensor gas. Rentang suhu itu dikenal sebagai suhu kerja sensor ZnO:Al. Pada suhu kerja tersebut, perubahan sensitivitas dari sensor gas tidak dipengaruhi (diakibatkan) oleh panas tetapi disebabkan adanya proses serapan gas yang mengenai permukaan bahan sensor. Pada saat melaksanakan pengujian, suhu kerja yang digunakan adalah 250 °C.

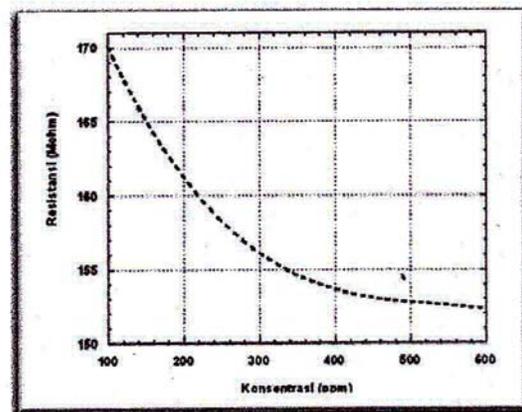
Karakteristik dinamis dari respons gas untuk waktu sputtering 1; 1,5; dan 2 jam ditampilkan pada Gambar 6, Gambar 7 dan Gambar 8.



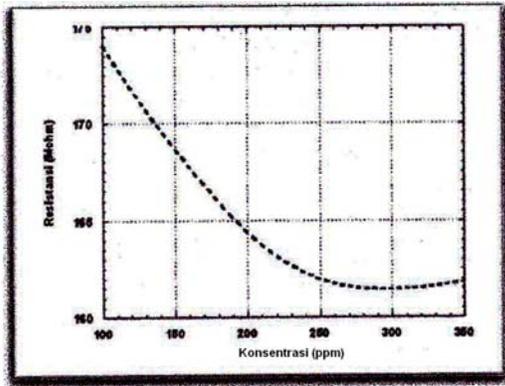
Gambar 5. Respon Sensor gas terhadap waktu.



Gambar 6. Respon sensor deposisi 1 jam dengan variasi konsentrasi.



Gambar 7. Respon sensor deposisi 1,5 jam dengan variasi konsentrasi.



Gambar 8. Respon sensor deposisi 2 jam dengan variasi konsentrasi.

Respons sensor pada variasi konsentrasi deposisi 1 jam, optimum pada detik ke 140, sedangkan pada deposisi 1,5 jam respons tanggap pada detik ke 180. Pada deposisi 2 jam gas memberi respon dengan baik pada detik ke 90.

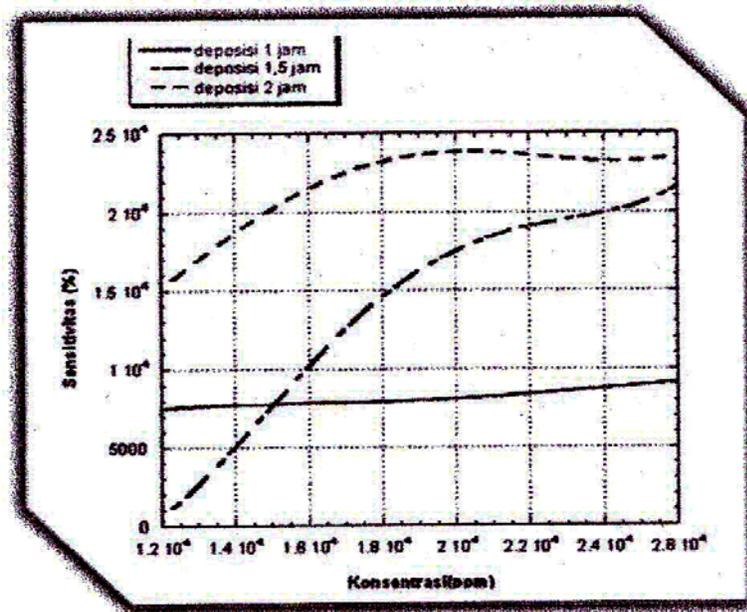
Sensitivitas

Sensitivitas sensor gas didefinisikan sebagai kemampuan dari sensor untuk merespon kehadiran gas yang berhubungan dengan besarnya/banyaknya

pemberian zat. Masing-masing sensor memiliki nilai sensitivitas yang berbeda, untuk itu masing-masing sensor harus diamati dengan cermat. Hasil perhitungan dari penelitian sensitivitas sensor ZnO:Al terhadap konsentrasi gas etanol pada berbagai variasi waktu deposisi dapat dilihat pada lampiran. Nilai sensitivitas tertinggi dicapai pada deposisi 2 jam, yaitu 64,706 %.

Sensitivitas sensor dapat ditentukan dari respon terbaik sensor pada konsentrasi tertentu. Respon sensor paling baik ada pada substrat dengan deposisi lapisan tipis selama 2 jam. Hal ini dapat ditampilkan pada grafik Gambar 9.

Jika nilai sensitivitas sensor dibandingkan, maka hasil yang didapat sudah cukup besar. artinya sensor dengan bahan aktif ZnO:Al masih memiliki sensitivitas di atas 10%. Hal yang mungkin mempengaruhi nilai sensitivitas ini antara lain kualitas gas uji, termasuk perlakuan gas uji dan metode yang digunakan untuk pengenceran masih belum sempurna, sehingga nilai yang dihasilkan belum optimal. Grafik pada kedua sensor yang diujikan masih memperlihatkan nilai penurunan yang terlalu tajam di beberapa konsentrasi, misalnya pada konsentrasi uji 200-300 ppm, pada sensor ZnO:Al yang dideposisi selama 2 jam dan pada konsentrasi uji 500 ppm pada sensor ZnO:Al hasil deposisi selama 1 jam.

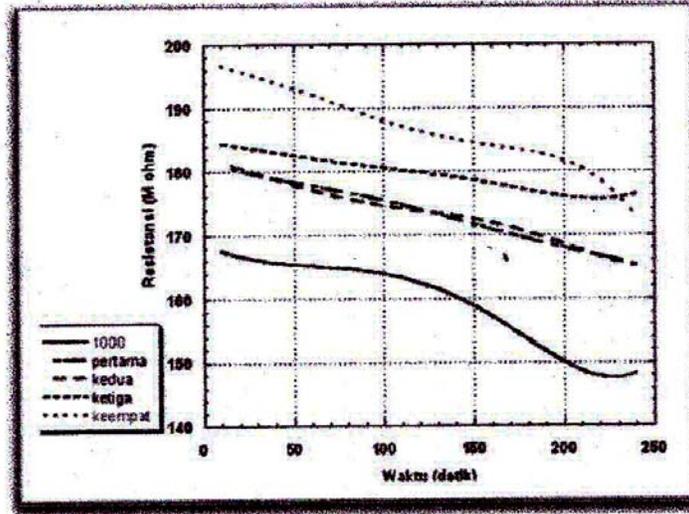


Gambar 9. Sensitivitas sensor pada proses deposisi 1;1,5; dan 2 jam.

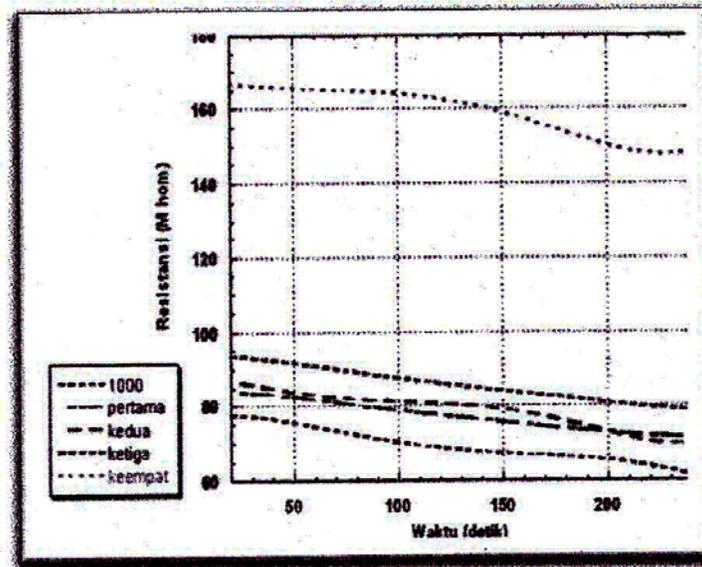
Respon Sensor Gas pada Pengujian Berulang

Pengujian ini dilakukan dengan memasukkan gas uji dengan konsentrasi yang sama secara berulang sebanyak lima kali. Dari hasil pengujian berulang, dapat dilihat bahwa kedua sensor memiliki sensitivitas yang semakin menurun. Hal ini terlihat dari grafik respon resistansi sensor yang

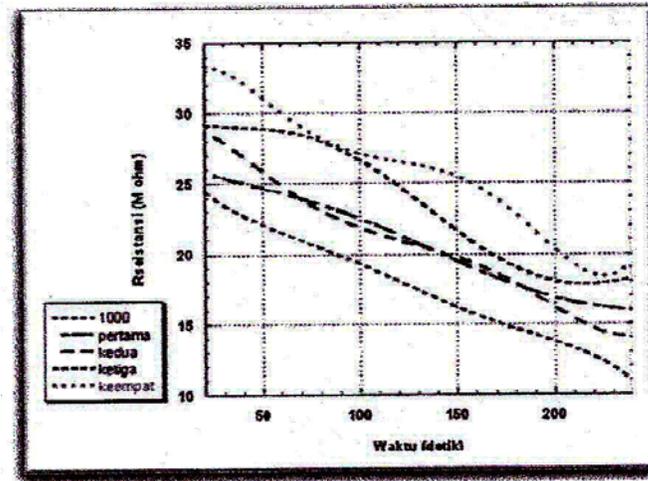
pada pengujian kedua hingga kelima selalu bergerak naik kembali, dengan waktu kestabilan yang pendek (Gambar 10, 11, 12), bahkan pada sensor dengan deposisi 1,5 jam pengulangan terakhir memiliki jarak yang berbeda jauh dengan pengulangan sebelumnya. Fenomena ini membuktikan bahwa sensor gas memiliki kemampuan terbaik dalam deteksi gas pada pengujian awal^[5].



Gambar 10. Respon sensor ZnO:Al hasil Deposisi 1 jam pada pengujian berulang.



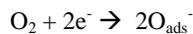
Gambar 11. Respon sensor ZnO:Al hasil Deposisi 1,5 jam pada pengujian berulang.



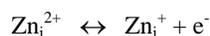
Gambar 12. Respon sensor ZnO:Al hasil Deposisi 2 jam pada pengujian berulang.

Mekanisme Penyerapan Gas

Berdasarkan pada penjelasan Dayan^[4], terdapat dua langkah untuk menjelaskan perubahan konduktansi listrik pada sebuah lapisan semikonduktor yang memiliki daya adsorpsi tinggi saat gas beracun seperti karbon monoksida mengenai permukaan film. Pertama, molekul oksigen di atmosfer teradsorpsi secara fisik pada permukaan pada saat bergerak pada satu bagian lapisan ke bagian lain. Molekul-molekul terionisasi dengan membawa sebuah elektron dari pita konduksi dan terionisasi pada permukaan sebagai O_{ads}^- . Hal ini dapat diilustrasikan dalam persamaan sebagai berikut.



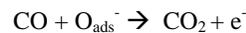
Selain itu, karena lapisan yang digunakan adalah ZnO, elektron-elektron juga terekstrasi dari *interstisi* atom-atom *zinc* Zn_i^{2+} (yang disebut sebagai suatu electron pendonor). Atom-atom *zinc interstisi* kemudian terionisasi lewat reaksi reversibel (hukum kekekalan muatan) berikut ini.



Pada langkah kedua, karbon monoksida sebagai gas pereduksi yang terdapat di udara lalu bereaksi dengan oksigen yang teradsorpsi, kemudian melepas sebuah electron kembali ke pita konduksi dan meningkatkan konduktansi semikonduktor atau mengurangi nilai resistivitas.

Dan ini mengurangi resistansi sensor, yang diakibatkan karena menurunnya pita penghalang di daerah sambungan, misalnya terdapat adanya gas

CO sebagai gas reduktor, yang terdeteksi maka persamaannya adalah sebagai berikut:



Bila suhu operasi mencapai 200 °C, CO_2 yang diproduksi tidak akan diserap kembali, hal ini mencegah permukaan untuk adsorpsi oksigen lebih lanjut. Pada sisi lain, jika suhu operasi terlalu tinggi (600 °C), maka oksigen secara fisik akan tidak teradsorpsi, akhirnya sensor bekerja hanya pada suhu yang spesifik.

KESIMPULAN

Dengan deposisi material ZnO:Al menggunakan metode DC-Sputtering telah dipreparasi lapisan tipis (*thin-film*). Berdasarkan pada respons gas hasil dari lapisan sensor, dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Suhu operasi sensor diperoleh pada 250 °C.
2. Respons sensor pada variasi konsentrasi deposisi 1 jam optimum pada detik ke 140, sedangkan pada deposisi 1,5 jam respons tanggap pada detik ke 180. Pada deposisi 2 jam gas merespon dengan baik pada detik ke 90.
3. Hasil perhitungan dari penelitian sensitivitas sensor ZnO:Al terhadap konsentrasi gas etanol pada berbagai variasi waktu deposisi diperoleh nilai sensitivitas tertinggi pada deposisi 2 jam, yaitu 64,706 %.
4. Dari hasil pengujian berulang, dapat dilihat bahwa sensor memiliki sensitivitas yang semakin menurun.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] <http://www.fkui.or.id>, Anonim, *Standar Emisi Gas Buang Baru Ditetapkan*, 2003, Diakses Pada Tanggal 23 September 2006.
- [2] WASA. K., HAYAKAWA, S., *Handbook of Sputter Deposition Technology and Application*, Noyes Publication, New Jersey, 1992.
- [3] STUART. VR, *Vacum Tecnology*, Thin Film, Academic Press Inc, New York, 1983.
- [4] N.J. DAYAN, S.R. SAINKAR, R.N. KAREKAR, R.C. AIYER, *Formulation and Characterization of ZnO:Sb Thick Film Gas Sensors*, Thin Solid Films, p. 254-258, 1998.
- [5] PETER, T.I., *Design, Fabrication and Characterization of Thick-Film Gas Sensors*, Doctoral Thesis, Universitat Rovira iVirgili, Department d'Enginyeria Electronica, Tarragona, Spain, 2004.

Lampiran

Sensitivitas Sensor ZnO:Al terhadap Gas CO pada Berbagai Variasi Waktu Deposisi

konsentrasi (ppm)	Sensitivitas (%)		
	deposisi 1 jam	deposisi 1,5 jam	deposisi 2 jam
2,6	-	-	-
5,2	3,371	-	5,882
7,799	5,618	3,125	8,823
10,399	6,742	6,25	11,764
12,999	7,865	6,25	17,647
15,599	7,865	9,375	20,588
18,198	7,865	15,625	23,529
20,798	7,865	18,75	23,529
23,398	8,989	18,75	23,529
25,998	8,989	21,875	23,529

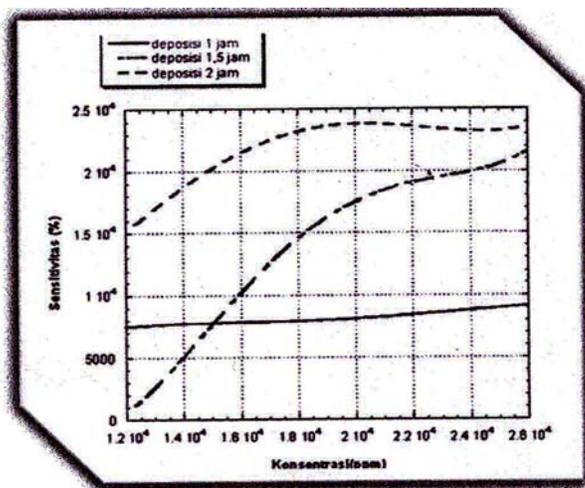
Penentuan nilai sensitivitas ditentukan dengan menggunakan persamaan sebagai berikut.

$$S = (R_n - R_g) / R_n \times 100\%$$

Dengan R_n : resistansi sensor pada suhu kerja sebelum ada gas

R_g : resistansi sensor pada suhu kerja setelah ada gas

Grafik :



Daftar Sensitifitas untuk Menentukan Nilai Sensitifitas Tertinggi pada Deposisi 1Jam

R awal (M ohm)	158	160	167	178	172	172	196	161	167	181	192	156	167
R akhir (M ohm)	182	141	151	162	154	150	177	141	147	160	170	138	147
sensitivitas (%)	-	11,875	9,581	8,989	10,465	12,791	9,694	12,422	11,976	11,602	11,458	11,538	11,976

Daftar Sensitifitas untuk Menentukan Nilai Sensitifitas Tertinggi pada Deposisi 1,5 Jam

R awal (M ohm)	85	86	83	96	89	98	84	86	82	88	86	94	167
R akhir (M ohm)	90	70	70	77	70	88	68	75	69	75	68	80	147
sensitivitas (%)	-	18,605	15,663	19,792	21,348	10,204	19,048	12,791	15,854	14,773	20,930	14,894	11,976

Daftar Sensitifitas untuk Menentukan Nilai Sensitifitas Tertinggi pada Deposisi 2Jam

R awal (M ohm)	26	31	34	32	35	36	38	34	29	42	32	24	29
R akhir (M ohm)	28	16	12	15	24	24	27	21	17	32	17	19	18
sensitivitas (%)	-	48,387	64,706	53,125	31,429	33,333	28,947	38,235	41,379	23,810	46,875	20,833	37,931

Nilai sensitivitas tertinggi pada deposisi **2 jam**, yaitu : **64,706**