

# EFEK DOPING PALADIUM (Pd) PADA PERMUKAAN ZnO SEBAGAI BAHAN SENSOR GAS TERHADAP SENSITIVITAS GAS NH<sub>3</sub>, CO, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH DAN HNO<sub>3</sub>

Sayono, Agus Santoso

Puslitbang Teknologi Maju - BATAN

## ABSTRAK

**EFEK DOPING PALADIUM (Pd) PADA PERMUKAAN ZnO SEBAGAI BAHAN SENSOR GAS TERHADAP SENSITIVITAS GAS NH<sub>3</sub>, CO, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH dan HNO<sub>3</sub>.** Telah dilakukan penelitian efek doping ion paladium (Pd) dengan variasi energi: 20, 40, 60, 80 dan 100 keV dan dosis:  $0,896 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $1,194 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $1,493 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> dan  $2,089 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> terhadap permukaan lapis tipis ZnO sebagai bahan sensor gas. Untuk mengetahui keberhasilan efek doping paladium pada permukaan lapis tipis ZnO dilakukan pengukuran resistansi dan sensitivitas sebagai fungsi suhu sensor dengan gas uji NH<sub>3</sub>; CO, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH dan HNO<sub>3</sub>. Dari percobaan diperoleh nilai resistansi dan sensitivitas terbaik pada dosis  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> dan energi 100 keV. Adapun besarnya nilai resistansi adalah 970 kΩ dengan sensitivitas terbaik untuk gas NH<sub>3</sub> ( $17,13 \pm 1,7$ )% pada suhu sensor 325 °C dengan konsentrasi 2100 ppm. Kemudian dari analisa unsur lapisan tipis ZnO+Pd pada kondisi optimum menggunakan EDAXS diperoleh masing-masing : 80,15%/wt Zn, 19,65%/wt O dan 0,20%/wt Pd.

**Kata kunci :** Sputtering, deposisi, implantasi, resistansi, sensitivitas dan suhu sensor, Doping Pd.

## ABSTRACT

**EFFECT OF PALADIUM (Pd) DOPING ON THE SURFACE OF ZnO MATERIALS GAS SENSOR ON THE SENSITIVITY OF NH<sub>3</sub>, CO, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH and HNO<sub>3</sub> GAS.** Research on the effect of various dose and energy of Pd ions: 20, 40, 60, 80 dan 100 keV and dose:  $0,896 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $1,194 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $1,493 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> and  $2,089 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> implanted into ZnO thin layer gas sensor has been carried out by using ion accelerator. The measurement of as resistance and sensitivity for various temperature and gas such as NH<sub>3</sub>; CO, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH dan HNO<sub>3</sub> has been done in order prove the effect doping of paladium (Pd-doping). It was found that the best resistance and sensitivity was achieved at dose  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> and energy 100 keV. At this conditions, the resistance was 970 kΩ and sensitivity was ( $17,13 \pm 1,7$ )% for NH<sub>3</sub> at the temperature of 325 °C and concentration of 2100 ppm. EDAXS analysis showed that at this condition the content of ZnO+Pd thin film, while the content were 80,15% /wt for Zn, 19,65%/wt for O and 0,20%/wt for Pd.

**Key word :** Sputtering, deposition, implantation, resistance, sensitivity and sensor temperature, Pd Doping

## PENDAHULUAN

**P**roses pembangunan disegala bidang selain membawa kemajuan terhadap kehidupan manusia, tetapi juga akan membawa dampak negatif bagi lingkungan hidup. Industrialisasi yang semakin meningkat telah menyebabkan menurunnya kualitas lingkungan hidup, karena berbagai jenis limbah yang ditimbulkannya. Seperti halnya penurunan kualitas udara selain diakibatkan dari asap kendaraan bermotor juga limbah dari industri. Kehadiran berbagai jenis gas tersebut pada tingkat tertentu telah semakin mengkhawatirkan bagi kehidupan makhluk hidup. Melihat fenomena tersebut, maka penelitian tentang bahan sensor gas sangat diperlukan.

Lapisan tipis semikonduktor oksida logam telah dikembangkan menjadi bahan sensor gas semikonduktor. Dalam perkembangannya semikonduktor oksida logam terus mengalami penyempurnaan terutama dalam hal sensitivitas. Peningkatan sensitivitas tersebut bisa dilakukan dengan memperbaiki sifat kelistrikan, aktivitas absorpsi dan struktur morfologi lapisan tipis oksida logam, hal tersebut sangat dipengaruhi oleh proses pembuatannya<sup>[1]</sup>.

Semikonduktor oksida logam mempunyai rancangan sederhana dan harga yang relatif murah, hal ini menyebabkan mereka menonjol sebagai pilihan untuk digunakan dalam penyediaan perangkat *multi-sensor* <sup>[2]</sup>. Namun penggunaan semikonduktor oksida logam sebagai sensor gas terus

mengalami penyempurnaan khususnya dalam hal sensitivitas dan selektivitas yang merupakan dua isu penting dalam perangkat sensor gas. Penggunaan secara optimum dari sensitivitas dan selektivitas gas dapat dilakukan dengan cara memilih suhu operasi sensor, memodifikasi struktur mikro, dan menggunakan dopan atau katalis yang sesuai<sup>[2]</sup>.

Bahan ZnO telah menjadi objek penelitian yang sangat menarik karena memiliki sifat fisis yang menarik diantaranya mempunyai celah pita yang lebar, *anisotropi* dalam struktur kristalnya, sifat *anisotropinya* akan menimbulkan gejala piezo-elektrik, sifat *non stoikiometrinya* menyebabkan paduan ini dapat menjadi semikonduktor jenis N. Berdasarkan sifat-sifat tersebut lapisan tipis ZnO telah banyak dimanfaatkan untuk berbagai bidang seperti diantaranya sebagai bahan sensor.

Pada penelitian ini telah dilakukan pembuatan lapisan tipis ZnO hasil deposisi dengan metode *DC Sputtering* yang didoping ion Pd menggunakan teknik implantasi ion. Penambahan ion Pd diyakini dapat merubah sifat listrik, aktivitas absorpsi dari lapisan tipis ZnO dan dapat pula meningkatkan rapat pembawa muatan serta mobilitas elektron dalam bahan. Dengan demikian tujuan doping Pd pada lapisan tipis ZnO diharapkan mampu meningkatkan daya serapan pada permukaan sensor, sehingga pada akhirnya akan diperoleh bahan sensor gas yang mempunyai sensitivitas yang lebih tinggi.

Untuk mengetahui keberhasilan proses pembuatan lapisan tipis ZnO yang didoping dengan Pd sebagai bahan sensor gas, maka dilakukan karakterisasi yang meliputi : pengukuran resistansi, penentuan suhu sensor serta analisis struktur mikro dan komposisi unsur menggunakan SEM-EDAXS.

Manfaat penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi pengaruh doping ion Pd dalam lapisan tipis ZnO terhadap peningkatan sensitivitas sensor gas dari bahan ZnO. Sehingga bisa dijadikan acuan bagi penelitian selanjutnya dan dapat dimanfaatkan oleh dunia industri untuk memenuhi kebutuhan sensor gas pada khususnya dan bidang mikro elektronika pada umumnya di masa mendatang.

## DASAR TEORI

Jika suatu permukaan bahan padat ditembak dengan partikel-partikel berenergi tinggi, maka atom-atom permukaan bahan padat akan memperoleh energi yang cukup tinggi untuk melepaskan diri dan terhambur dari permukaannya. Fenomena

terhamburnya atom-atom permukaan bahan padat akibat tumbukan dengan ion-ion yang menumbuknya disebut *sputtering*<sup>[3]</sup>.

Jumlah partikel/atom yang tersputter/terpercik persatuan luas katoda (target) dapat dituliskan oleh persamaan<sup>[4]</sup>.

$$W_0 = \frac{J_+ \cdot S \cdot t \cdot A}{eN_A} \quad (1)$$

dengan  $J_+$  = rapat arus berkas ion ( $\text{mA}/\text{cm}^2$ ),  $e$  = muatan elektron ( $1,6 \times 10^{19}$  coulomb),  $S$  = *sputter yield* (atom/ions),  $A$  = berat atom target (amu) dan  $N_A$  = Bilangan avogadro ( $6,021 \times 10^{23}$  atom/mol),  $t$  = lamanya proses deposisi (menit).

Pada sistem *DC sputtering*, ion-ion yang disputter bertumbukan dengan molekul-molekul gas argon sebagai gas pembawa sehingga terjadi ionisasi, oleh karena pemberian beda potensial antara anoda dengan katoda, maka partikel-partikel yang tersputter mendapat tambahan energi yang cukup tinggi dan terjadi proses transfer energi sehingga ion bergerak menuju katoda yang dipasang substrat kaca yang akan dilapisi permukaannya. Jumlah partikel/atom tersputter yang menempel pada permukaan material (substrat) persatuan luas adalah:

$$W = \frac{k_1 \cdot W_0}{p \cdot d} \quad (2)$$

dengan  $k_1 = r_e/r_a$ ,  $r_e$  dan  $r_a$  masing-masing adalah jari-jari katode dan anode (cm). Untuk sistem planar  $k_1 = 1$ ,  $p$  = tekanan (torr),  $d$  = jarak antar elektrode (cm).

## Implantasi Ion

Implantasi ion adalah suatu metode yang digunakan untuk menempatkan atau menyisipkan suatu atom ke dalam permukaan bahan. Penyisipan dimaksudkan untuk dapat mengubah atau memperbaiki sifat-sifat permukaan bahan semikonduktor maupun non semikonduktor (logam) yaitu mengubah sifat permukaan baik morfologi, struktur mikro maupun sifat optiknya, sehingga dihasilkan suatu bahan dengan sifat baru. Parameter proses yang mempengaruhi hasil implantasi yaitu dosis ion, energi ion dopan, atom dopan, dan atom target<sup>[5]</sup>.

Jangkauan ion dalam material target didefinisikan sebagai jarak total yang ditempuh ion dalam material target yang dihitung mulai dari ion masuk ke material sampai ion tersebut berhenti.

Jangkauan total ion R dalam suatu bahan diberikan oleh persamaan<sup>[6]</sup>.

$$R_i(A^o) = \frac{60 \left( Z_i^{2/3} + Z_s^{2/3} \right)^{1/2} (m_i + m_s) m_s}{S Z_i Z_s m_i} E \quad (3)$$

dengan  $S$  adalah *density* suatu unsur ( $\text{g/cm}^3$ ),  $E$  adalah energi ion (keV),  $Z_i$  dan  $Z_s$  adalah nomor atom ion penumbuk dan nomor atom target,  $m_i$  dan  $m_s$  adalah atom ion penumbuk dan atom target.

Konsentrasi ion yang terimplantasi pada kedalaman  $x$  dapat dituliskan dalam persamaan<sup>[7]</sup>.

$$N(x) = \frac{D}{\sqrt{2\pi}\sigma_{Rp}} \exp \left[ -\frac{(x - R_p)^2}{2\sigma_{Rp}^2} \right] \quad (4)$$

dengan  $N(x)$  = jumlah ion terimplantasi pada kedalaman  $x$  dari permukaan target ( $\text{ion/cm}^3$ ),  $D$  = dosis ion ( $\text{ion/cm}^2$ ),  $R_p$  = jangkauan terproyeksi (cm),  $\sigma_{Rp}$  = deviasi standar (cm).

Dosis ion adalah jumlah ion yang diimplantasikan ke dalam bahan per satuan luas, yang dapat dihitung dengan persamaan :

$$D = \frac{I t}{q e A} \quad (5)$$

dengan  $D$  = dosis ion dopan ( $\text{ion/cm}^2$ ),  $I$  = arus dopan (ampere),  $t$  = waktu implantasi (detik),  $q$  = charge state (+1, +2, ...),  $A$  = ukuran berkas ( $\text{cm}^2$ ) dan  $e$  = muatan elektron ( $1,602 \times 10^{-19}\text{C}$ )

Pemberian ion dopan dengan jumlah tertentu bisa menyebabkan peningkatan konduktivitas bahan. Logam-logam seperti Pt, Pd, Au, Ru dan Al diyakini dapat meningkatkan sensitivitas sensor gas semikonduktor oksida logam.

### Sensitivitas Serapan Gas

Sensitivitas serapan gas merupakan kemampuan untuk merespon kehadiran gas yang berhubungan dengan besar konsentrasi zat. Respon ini ditunjukkan dengan perubahan resistansi akibat terserapnya gas pada permukaan elemen sensitif.

Sensitivitas serapan gas didefinisikan sebagai perbandingan perubahan nilai resistansi sesudah dan sebelum ada gas terhadap nilai resistansi sebelum terkena gas, untuk semikonduktor bertipe N dituliskan dalam persamaan sebagai berikut :

$$S = \frac{\Delta R}{R_n} = \left| \frac{R_g - R_n}{R_n} \right| \quad (6)$$

dengan  $R_g$  adalah resistansi saat tabung diberi gas uji,  $R_n$  adalah resistansi pada kondisi normal (tanpa gas), dan pengukuran kedua resistansi tersebut dilakukan pada temperatur operasi yang sama (suhu operasi).

### TATA KERJA

Dalam proses pembuatan sensor gas ZnO yang didoping dengan Paladium (Pd) dilakukan dalam dua tahap yakni tahap pertama proses pembuatan lapisan tipis ZnO pada substrat kaca dengan teknik *sputtering* dan tahap kedua doping ion Paladium (Pd) dengan metoda implantasi.

Adapun langkah pendeposisian lapisan tipis ZnO dengan teknik *sputtering* adalah sebagai berikut: memasang target ZnO pada katoda dan substrat kaca pada anoda. Kemudian tabung reaktor dihampakan dengan pompa rotari hingga mencapai tekanan  $10^{-2}$  torr, kemudian pompa difusi dihidupkan agar dicapai tingkat kevakuman  $10^{-4}$  torr dan gas argon dimasukkan ke dalam tabung *sputtering* hingga tekanan kerja operasi mencapai  $10^{-2}$  torr. Tegangan tinggi DC dihidupkan pada tegangan 2 kV, arus 50 mA, waktu *sputtering* 1 jam dan suhu *sputtering*  $250^\circ\text{C}$ .

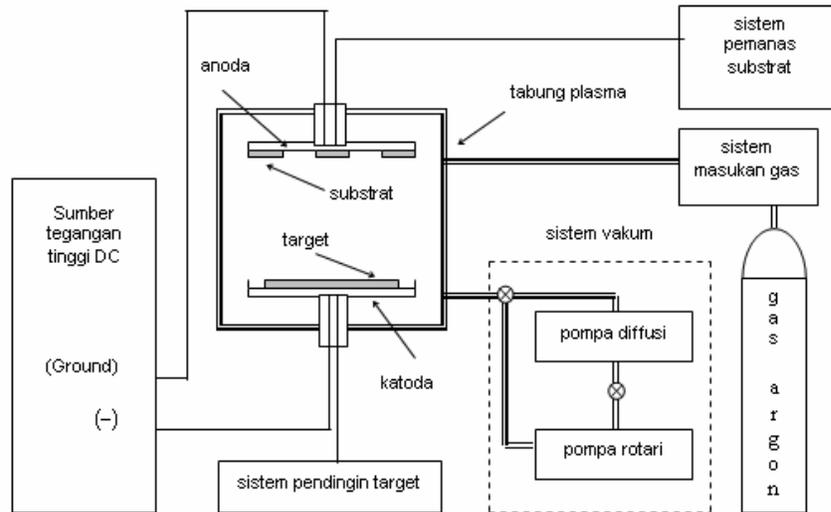
Substrat kaca yang telah tersputter bahan ZnO selanjutnya didoping dengan ion paladium (Pd) menggunakan metoda implantasi ion dengan variasi energi dan dosis. Energi divariasi masing-masing : 20, 40, 60, 80 dan 100 keV sedang dosis divariasi masing-masing :  $0,896 \times 10^{16}$   $\text{ion/cm}^2$  ;  $1,194 \times 10^{16}$   $\text{ion/cm}^2$  ;  $1,493 \times 10^{16}$   $\text{ion/cm}^2$  ;  $1,791 \times 10^{16}$   $\text{ion/cm}^2$  dan  $2,089 \times 10^{16}$   $\text{ion/cm}^2$ . Setelah proses implantasi ion selesai dilanjutkan dengan proses anil pada suhu  $350^\circ\text{C}$  selama 60 menit.

Untuk mengetahui keberhasilan pembuatan lapisan tipis ZnO yang didoping dengan ion paladium (Pd), maka dilakukan pengukuran resistansi dan sensitivitas terhadap gas :  $\text{NH}_3$ ; CO,  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  dan  $\text{HNO}_3$ .

Untuk menentukan suhu operasi sensor dilakukan pengukuran resistansi terhadap perubahan suhu sensor dari suhu  $50^\circ\text{C}$  s/d  $350^\circ\text{C}$  dengan interval  $25^\circ\text{C}$ . Kemudian untuk setiap kenaikan suhu sensor  $25^\circ\text{C}$  dicatat resistansinya, dari hasil pengukuran resistansi diperoleh suhu operasi yang stabil yaitu suhu  $325^\circ\text{C}$ . Sedang dalam menentukan sensitivitas dilakukan karakterisasi sebagai berikut: memasang sensor gas pada alat penguji sensitivitas

yang telah dihubungkan ke sumber daya dan pemanas sensor. Suhu sensor diset pada 325 °C, kemudian gas yang akan diuji dimasukkan ke tabung uji sensor gas dengan variasi volemenya mulai dari 2 ml s/d 10 ml dengan interval 2 ml. Pada setiap kenaikan 2 ml dicatat nilai resistansinya untuk masing-masing gas NH<sub>3</sub>; CO, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH dan HNO<sub>3</sub>.

Kemudian lapisan tipis ZnO yang telah didoping ion Pd dianalisa struktur mikro permukaan dan analisis komposisi unsur menggunakan SEM-EDAXS. Skema *sputtering* disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Skema *Sputtering*.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini disajikan hasil penelitian dan analisisnya yang terdiri dari proses pembuatan lapisan tipis ZnO dengan teknik *DC sputtering* dan implantasi ion Pd pada lapisan tipis ZnO dengan variasi energi dan dosis untuk menentukan energi dan dosis yang tepat agar diperoleh sensor gas yang mempunyai sensitivitas tinggi. Kemudian lapisan tipis ZnO hasil *sputtering* dan implantasi ion Pd tersebut dikarakterisasi yang meliputi: penentuan suhu operasi, sensitivitas sensor gas terhadap gas: NH<sub>3</sub>, HNO<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH dan CO, analisa struktur mikro dan analisa komposisi unsur dengan menggunakan *SEM-EDAXS* (*Scanning Electron Microscope, Electron Dispersive Analysis X-Rays Spectroscopy*).

### Proses Pembuatan Lapisan Tipis ZnO yang Didoping ion Pd

Pada penelitian ini telah berhasil dibuat lapisan tipis ZnO pada substrat kaca preparat dengan teknik *DC sputtering*, yang ditandai dengan adanya lapisan warna kuning pada kaca preparat

yang mempunyai resistansi dalam orde ratusan mega-ohm (MΩ), kondisi ini dicapai pada parameter *sputtering* sebagai berikut : tegangan operasi 2 kV, arus 50 mA, waktu implantasi 1 jam, suhu substrat 250 °C dan tekanan  $4 \times 10^3$  Pa.

Kaca preparat dipilih sebagai substrat karena mempunyai kelebihan diantaranya harganya yang relatif murah, mudah diperoleh dan resistansinya ribuan mega pada resistansi ZnO sehingga diharapkan resistansi lapisan yang diperoleh murni dari ZnO tanpa sumbangan dari substrat sedang kekurangan dari kaca preparat adalah tidak tahan terhadap suhu tinggi (> 400 °C) karena pada suhu tersebut telah mulai terjadi perubahan bentuk/keretakan, hal ini menyebabkan kerusakan lapisan tipis ZnO yang terdeposisi di atas permukaan kaca.

Kemudian lapisan tipis ZnO hasil *sputtering* didoping ion Pd dengan teknik implantasi ion. Doping Pd pada lapisan tipis ZnO dimaksudkan untuk mendapatkan lapisan tipis ZnO yang memiliki serapan gas yang tinggi, sehingga bila digunakan untuk sensor gas akan mempunyai sensitivitas yang tinggi. Hal ini sesuai dengan pendapat Tomigana,

1996 yang menyatakan bahwa dopan dapat membentuk kelompok-kelompok permukaan oksida dan sebagai hasilnya daya serap dan disosiasi gas-gas reduksi meningkat.

Penambahan ion dopan Pd pada lapisan tipis ZnO dapat diketahui pengaruhnya dari perubahan nilai resistansinya. Untuk mengetahui pengaruh implantasi ion Pd yang optimum maka dilakukan variasi parameter implantasi ion yakni energi dan dosis ion. Dalam penelitian ini dilakukan variasi energi 20 keV, 40 keV, 60 keV, 80 keV dan 100 keV dengan dosis tetap sebesar  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> seperti disajikan pada Tabel 1.

Dari hasil variasi energi diperoleh energi optimum pada energi 100 keV, karena pada energi tersebut untuk suhu operasi 325 °C dihasilkan nilai resistansi terendah sebesar 0,733 dibandingkan dari energi lainnya untuk suhu yang sama. Dengan demikian pada energi 100 keV menjadi acuan pada implantasi tahap kedua untuk variasi dosis.

Dari hasil variasi dosis diperoleh dosis optimum sebesar  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> karena pada dosis tersebut diperoleh nilai resistansi pada suhu 325 °C diperoleh resistansi terendah sebesar. Hasil pengukuran resistansi variasi dosis untuk implantasi ion Pd pada energi 100 keV disajikan pada Tabel 2.

**Tabel 1. Hasil Pengukuran resistansi fungsi variasi energi implantasi ion Pd.**

Energi T(°C)	100 keV (MΩ)	80 keV (MΩ)	60 keV (MΩ)	40 keV (MΩ)	20 keV (MΩ)
50	50	453	182	527	492
75	42	460	129	562	414
100	38	423	101	576	337
125	34	378	77	452	289
150	31	302	66	418	252
175	29	214	52	382	223
200	25	142	34	338	196
225	22	87	24	267	148
250	5,99	42	19	108	105
275	4,51	22	13	42	64
300	1,76	4,12	0,715	6,33	20
325	0,733	1,28	0,657	3,75	2,52
350	0,329	0,687	0,426	0,691	1,074

**Tabel 2. Hasil Pengukuran Resistansi Fungsi variasi Dosis Implantasi Ion Pd.**

Dosis T(°C) R	$0,896 \times 10^6$ ion/cm <sup>2</sup> (MΩ)	$1,194 \times 10^6$ ion/cm <sup>2</sup> (MΩ)	$1,493 \times 10^6$ ion/cm <sup>2</sup> (MΩ)	$1,791 \times 10^6$ ion/cm <sup>2</sup> (MΩ)	$2,089 \times 10^6$ ion/cm <sup>2</sup> (MΩ)
50	1498	1083	904	50	277
75	1733	976	900	42	242
100	1901	957	908	38	190
125	1926	923	874	34	148
150	1879	880	780	31	121
175	1792	765	581	29	87
200	1630	550	312	25	62
225	857	287	111	22	37
250	467	106	29	5,99	21
275	97	23	20	4,51	2,7
300	38	10,21	4,95	1,76	1,97
325	18	6,76	2,51	0,62	1,54

350	4,17	2,89	1,394	0,329	3,91
-----	------	------	-------	-------	------

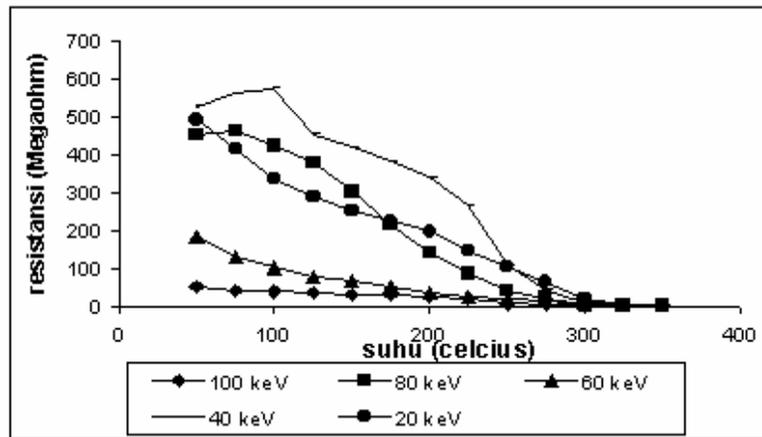
Setelah proses implantasi ion, lapisan ZnO + Pd dianil pada suhu 350 °C selama 60 menit supaya kisi-kisi kristal kembali ke posisi semula, menjadi lebih homogen dan teratur sehingga akan mempermudah transport (mobilitas) pembawa muatan melewati daerah antar butir. Proses anil juga akan mempengaruhi ukuran butir yang semula kecil menjadi lebih besar. Hal ini terjadi karena akibat adanya panas yang berasal dari proses anil menyebabkan terjadinya proses *aglomerasi* (proses penggabungan butir-butir kecil menjadi butir besar), dengan semakin tinggi suhu anil maka ukuran butir akan semakin besar.

pemanasan lapisan tipis hasil proses implantasi tersebut dari suhu 50 °C- 350 °C dan mencatat nilai resistansi untuk setiap kenaikan suhu 25 °C. Grafik hubungan suhu operasi terhadap resistansi ditunjukkan pada Gambar 2.

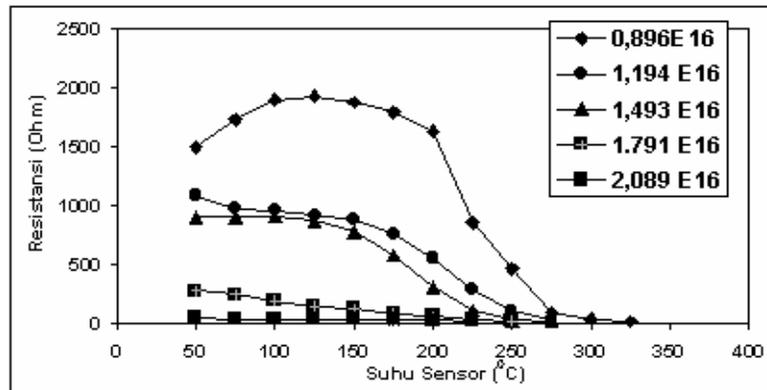
Pada Gambar 2 nilai resistansi terendah dalam orde puluhan MΩ, ini dicapai pada energi 100 keV. Resistansi yang rendah sangat dibutuhkan dalam pembuatan sensor gas karena akan berpengaruh terhadap suhu operasi yang semakin rendah pula, dan akan mempermudah pula dalam pembuatan pemanas sensor. Selain itu suhu pemanasan yang semakin tinggi akan berpengaruh terhadap rusaknya kaca preparat karena terjadi perubahan bentuk/retak sebagai bahan induk sensor gas, keuntungan lain dari suhu operasi yang rendah adalah akan diperolehnya sensor gas dengan ukuran yang lebih kecil dan kompak. Grafik hubungan resistansi terhadap variasi dosis paladium pada energi 100 keV ditunjukkan pada Gambar 3.

**Pengaruh Energi Implantasi Terhadap Resistansi**

Untuk mengetahui pengaruh variasi energi terhadap resistansi lapisan tipis ZnO yang didoping paladium sebagai bahan sensor, maka dilakukan



Gambar 2. Hubungan resistansi terhadap suhu pada variasi energi.

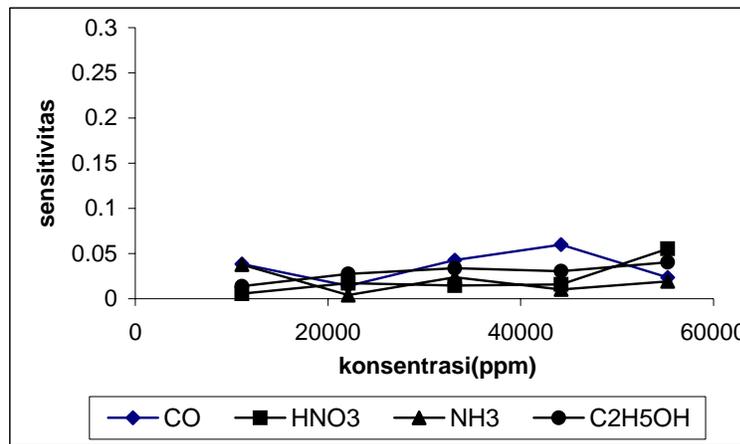


**Gambar 3. Hubungan suhu operasi sensor terhadap resistansi pada variasi dosis ion Pd.**

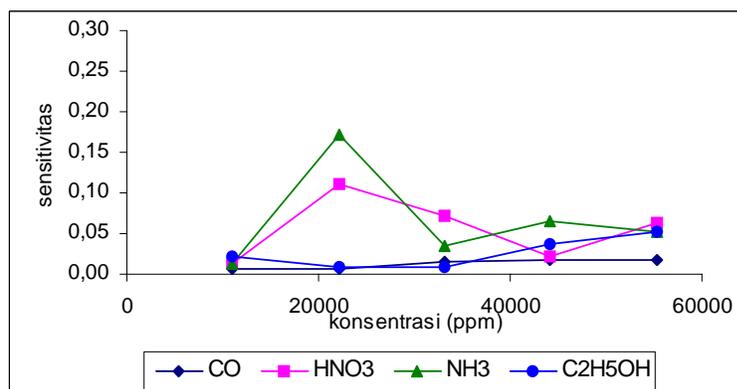
Dari hasil proses implantasi ion Pd dengan variasi dosis masing-masing :  $0,896 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $1,194 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $1,493 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>;  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> dan  $2,089 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>, energi 100 keV sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 3, maka diperoleh resistansi optimum/terendah sebesar 970 kΩ, ini dicapai pada kondisi dosis :  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>, energi 100 keV dan suhu sensor 325 °C karena dari variasi parameter implantasi (energi dan dosis) nilai resistansi tersebut merupakan nilai yang terendah bila dibanding dengan variasi energi dan dosis lainnya. Sedangkan suhu sensor dipilih pada 325 °C, karena pada suhu tersebut kenaikan suhu sudah tidak lagi berpengaruh terhadap perubahan resistansi (resistansi stabil) sehingga perubahan resistansi hanya disebabkan oleh pengaruh gas yang dideteksi.

**Hubungan Konsentrasi Terhadap Sensitivitas Serapan Gas Lapisan ZnO dan Lapisan ZnO + Pd Untuk Berbagai macam gas Uji.**

Pada penelitian ini untuk mengetahui sensitivitas sensor gas ZnO sebelum didoping Pd dan ZnO setelah didoping ion Pd terhadap gas, maka dilakukan pengujian menggunakan gas NH<sub>3</sub>, CO, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH dan HNO<sub>3</sub> yang divariasi volumenya pada suhu operasi tetap sebesar 325 °C. Kemudian dilakukan pengukuran resistansi sensor baik saat sensor dikenai gas maupun sebelum ada gas selanjutnya sensitivitas dihitung menggunakan persamaan (6). Grafik hubungan konsentrasi terhadap sensitivitas ditunjukkan pada Gambar 4 dan Gambar 5.



**Gambar 4. Hubungan konsentrasi terhadap sensitivitas sensor lapisan ZnO sebelum didoping Pd untuk berbagai macam gas.**



**Gambar 5. Hubungan konsentrasi terhadap sensitivitas sensor lapisan ZnO setelah didoping Pd dengan dosis  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> untuk berbagai macam gas.**

Dari Gambar 4 terlihat bahwa bila ZnO dikenai gas-gas CO, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH dan NH<sub>3</sub> maka resistansi bahan akan menurun. Hal ini terjadi karena gas-gas tersebut bertindak sebagai gas-gas pereduksi atau gas reduktor. Ketika gas/uap ini terserap maka ion oksigen (O<sup>-</sup> atau O<sup>2-</sup>) akan diikat dan menghasilkan elektron terlokalisir (elektron yang terikat dilepaskan kembali) interaksi ini akan menaikkan konsentrasi elektron dan meningkatkan konduktivitas bahan sehingga resistansi bahan akan turun.

Bila ZnO dikenai gas HNO<sub>3</sub> maka resistansi bahan akan cenderung meningkat. Hal ini dikarenakan gas-gas yang terserap mengoksidasi lapisan ZnO atau berperilaku sebagai gas oksidator. Keberadaan gas-gas oksidator ini meningkatkan jumlah ion-ion oksigen permukaan dengan menarik elektron dari permukaan sehingga jumlah elektron permukaan akan menurun. Penurunan ini menyebabkan konduktivitas bahan menurun yang berakibat resistansi bahan akan meningkat.

Lapisan ZnO sebelum dilakukan doping ion Pd mempunyai sensitivitas tertinggi terhadap gas CO yaitu 5,99 % dan sensitivitas terendah 0,39 % pada saat lapisan ZnO dikenai gas NH<sub>3</sub>. Hal ini menunjukkan bahwa lapisan ZnO mempunyai karakteristik yang khusus terhadap serapan masing-masing gas tertentu. Selain itu setiap gas yang teradsorpsi pada permukaan lapisan ZnO mempunyai kemampuan adsorpsi yang berbeda.

Setelah didoping ion Pd lapisan ZnO menggunakan implantasi dengan variasi energi dan dosis pada kondisi optimum yaitu energi 100 keV dengan dosis  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> (Gambar 2 dan Gambar 3), maka terjadi peningkatan sensitivitas bila dibandingkan dengan sensitivitas ZnO sebelum didoping Pd yakni dari 5,99% untuk gas CO menjadi 17,13 % untuk gas NH<sub>3</sub>, tetapi setelah dilakukan doping Pd ternyata sensitivitas terhadap gas CO rendah yaitu 0,55%. Hal ini menunjukkan bahwa dengan doping Pd pada energi dan dosis tertentu pada permukaan ZnO mampu meningkatkan daya serapan gas pada permukaan sensor, sehingga konduktivitas bahan meningkat dan bahan sensor gas mempunyai sensitivitas yang lebih tinggi. Selain itu penambahan ion Pd juga mampu meningkatkan kepekaan deteksi terhadap gas NH<sub>3</sub> pada konsentrasi yang lebih rendah yakni dari 4325 ppm menjadi 2100 ppm, ini berarti sensor gas dari bahan ZnO yang didoping dengan ion Pd sudah dapat menangkap/merespon keberadaan gas

pada konsentrasi yang lebih rendah (2100). Dengan demikian bahan ZnO yang didoping ion Pd pada energi sebesar 100 keV dan dosis  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup> cenderung memiliki sifat-sifat yang sesuai untuk mendeteksi gas NH<sub>3</sub>, karena mempunyai sensitivitas yang tinggi (17,13%) bila dibandingkan dengan sensitivitas terhadap gas lainnya (CO, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH dan HNO<sub>3</sub>).

**Analisa Struktur Mikro dari Lapisan Tipis ZnO dan ZnO:Pd dengan SEM**

Struktur mikro lapisan tipis ZnO dan ZnO+Pd yang terbentuk pada permukaan substrat kaca dapat diamati dengan menggunakan SEM. Hasil pengamatan struktur mikro lapisan ZnO hasil *sputtering* dengan parameter sebagai berikut : tegangan operasi 2 kV, arus 50 mA, waktu implantasi 1 jam, suhu substrat 250 °C pada tekanan  $4 \times 10^3$  Pa ditunjukkan pada Gambar 6.

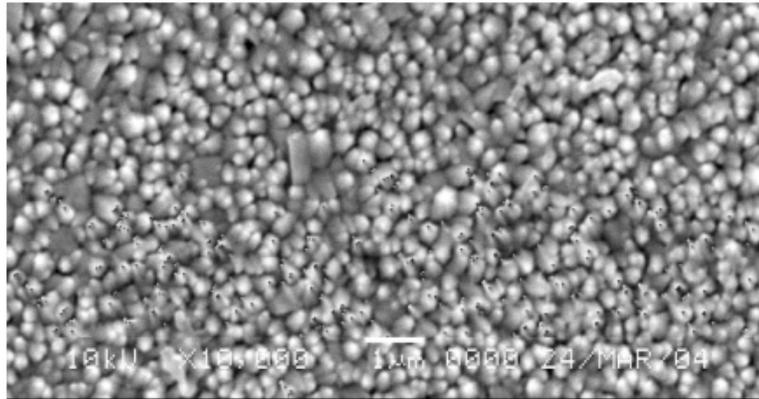
Struktur mikro lapisan ZnO yang ditunjukkan pada Gambar 6 mempunyai ukuran butir yang relatif kecil dan kurang merata serta mempunyai tingkat kerapatan yang tinggi, ini berarti bahwa daerah antar butir yang saling berdekatan mempunyai resistansi yang cukup besar karena pada daerah batas butir pembawa muatan (elektron) akan sulit melewati daerah tersebut akibatnya konduktivitas bahan akan menurun sehingga jika permukaan sensor dikenai gas akan sulit masuk ke dalam permukaan lapisan ZnO, akibatnya lapisan ini bila digunakan sebagai sensor gas akan memiliki sensitivitas yang rendah.

Penambahan doping Pd dengan teknik implantasi ion pada permukaan lapisan tipis ZnO menyebabkan terjadinya perubahan struktur mikro lapisan tipis ZnO, seperti ditunjukkan pada Gambar 7.

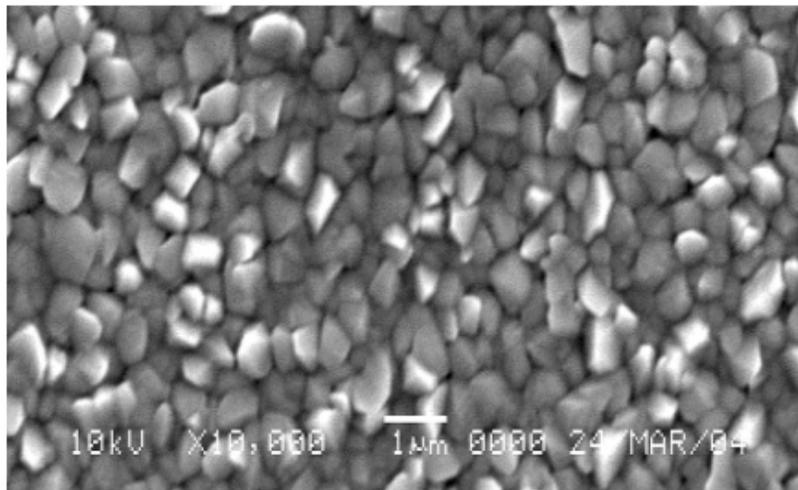
Gambar 7 menunjukkan struktur mikro lapisan tipis ZnO yang telah didoping dengan ion Pd. Dengan adanya ion Pd yang menyisip diantara atom-atom ZnO menyebabkan terjadinya perubahan morfologi permukaan yaitu ukuran butir atom menjadi lebih besar bila dibandingkan ukuran butir ZnO sebelum diimplantasi ion Pd. Perubahan ukuran butir atom ini disebabkan oleh panas yang timbul sebagai akibat proses implantasi ion Pd pada lapisan ZnO, selain itu panas yang berasal dari proses anil yang bertujuan untuk memulihkan kisi-kisi atom pada posisi semula sehingga akan memperbaiki sifat listrik menjadi lebih baik, juga

akan mempengaruhi pertumbuhan butir. Akibat panas dari kedua proses tersebut menyebabkan terjadinya proses aglomerasi (penggabungan butir-

butir kecil menjadi butir besar), dimana dengan kenaikan suhu maka ukuran butir akan semakin besar.



**Gambar 6.** Struktur mikro permukaan lapisan ZnO yang terbentuk pada suhu 250 °C dan waktu deposisi selama 1 jam dan dengan perbesaran 10000 kali.



**Gambar 7 .** Struktur mikro permukaan lapisan ZnO yang didoping Pd pada dosis  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>, energi 100 keV dengan perbesaran 10000 kali.

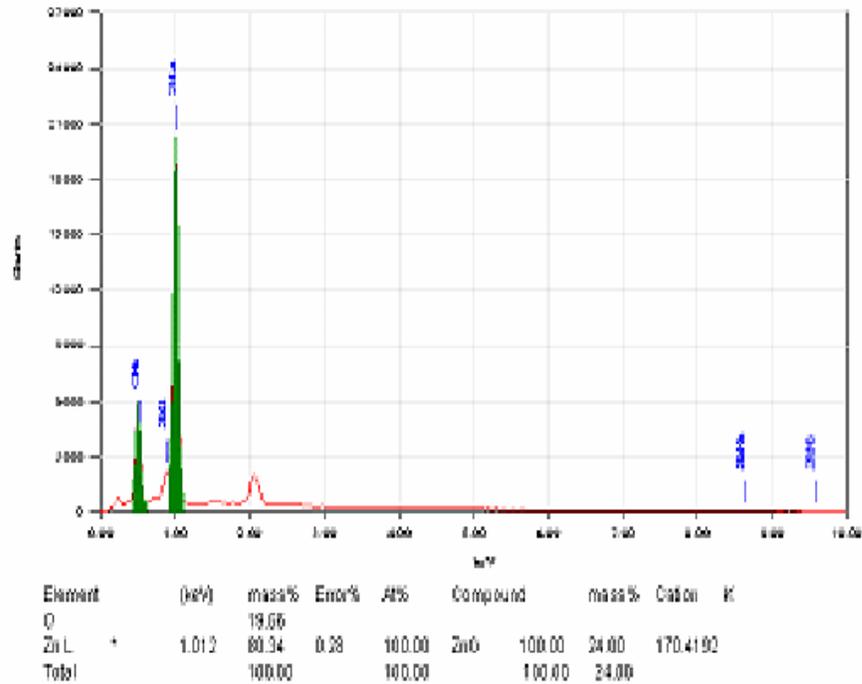
Dengan bertambahnya ukuran butir, maka batas butir antar atom menjadi lebih sedikit/kecil dan rongga-rongga antar butir menjadi lebih besar sehingga gas yang mengenai permukaan sensor akan lebih mudah terserap atau dengan kata lain dengan ukuran butir yang semakin besar, maka elektron sebagai pembawa muatan akan lebih

mudah melewati pada bahan tersebut karena batas butir yang mempunyai resistansi tinggi jumlahnya semakin sedikit. Hal ini berpengaruh terhadap kenaikan konduktivitas bahan sehingga bahan tersebut bila digunakan sebagai sensor gas akan memiliki sensitivitas yang lebih tinggi dan terbukti

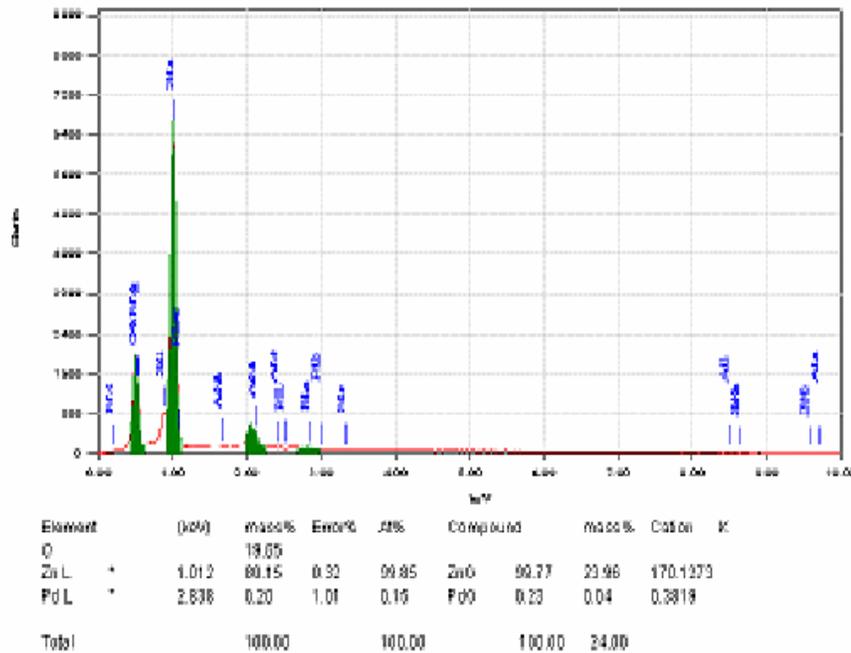
pada pengujian sensitivitas yang ditunjukkan pada Gambar 5.

Analisa unsur dari lapisan tipis ZnO sebelum dan sesudah didoping Pd menggunakan EDAXS

(*Electron Dispersive Analysis X-Ray Spectroscopy* ditunjukkan pada Gambar 8 dan Gambar 9



**Gambar 8.** Analisis unsur lapisan tipis ZnO hasil deposisi dengan *DC sputtering* menggunakan EDAXS.



**Gambar 9. Analisis unsur lapisan tipis ZnO yang telah didoping Pd menggunakan EDAXS.**

Gambar 8 menunjukkan % berat untuk unsur Zn dan O pada lapisan tipis ZnO hasil *sputtering* sebelum dilakukan implantasi ion Pd. Dari pengamatan analisis unsur dengan EDAXS tersebut terlihat bahwa atom-atom yang terdeposit pada lapisan tipis hasil *sputtering* adalah unsur Zn sebesar 80,34% /berat dan unsur O sebesar 19,66%/berat, hal ini membuktikan bahwa target yang digunakan mempunyai kemurnian sangat tinggi (100%) dan selama proses *sputtering* tidak terdapat unsur pengotor (*impurity*) lainnya. Sedangkan setelah lapisan tipis ZnO dilakukan doping Pd seperti ditunjukkan pada Gambar 9 tampak bahwa ada perubahan komposisi unsur pada lapisan tersebut, karena selain unsur Zn dan O juga terdapat unsur Paladium (Pd). Adapun komposisi unsur tersebut adalah 80,15%/berat untuk Zn, 19,65%/berat untuk O dan 0,20%/berat untuk Pd. Ini berarti bahwa doping Pd dengan teknik implantasi ion pada permukaan lapisan tipis ZnO yang dilakukan telah berhasil, karena terbukti dengan masuknya ion Pd pada permukaan lapisan tipis ZnO sebesar 0,20%.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dan pembahasan pengaruh doping Pd

pada lapisan tipis ZnO terhadap sensitivitas bahan sensor gas, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Telah berhasil dibuat Lapisan tipis ZnO yang didoping ion Pd yang dapat digunakan untuk sensor gas dengan sensitivitas tertinggi terhadap gas  $\text{NH}_3$  sebesar (17,13 %) dan sensitivitas terendah terhadap gas CO sebesar (0,55%).
2. Doping Pd pada permukaan lapisan ZnO yang berpengaruh terhadap sensitivitas tertinggi dicapai pada energi 100 keV dengan dosis  $1,791 \times 10^{16}$  ion/cm<sup>2</sup>.
3. Hasil analisa struktur mikro permukaan lapisan tipis ZnO+Pd sebagai sensor yang mempunyai sensitivitas tinggi dengan menggunakan SEM menunjukkan bahwa ukuran butir lebih besar dibandingkan ukuran butir ZnO sebelum diimplantasi, sedangkan dari analisa dengan EDAXS menunjukkan bahwa komposisi unsur permukaan lapisan tipis ZnO+Pd terdiri dari : Zn 80,15 %/berat atom, O sebesar 19,65 %/berat atom dan Pd sebesar 0,2 %/berat atom.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Dengan selesainya penelitian ini kami mengucapkan banyak terima kasih kepada Bapak :

J. Karmadi, Sumarmo, Sukosrono dan seluruh staf kelompok Pengembangan Aplikasi Akselerator atas segala bantuan yang telah diberikan.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] GAS'KOV AM, RUMYANTSEVA MN, *Materials for Solid State Gas Sensors*, Inorganic Materials, Vol. 36, No.3, 293 – 301, 2000.
- [2] COSANDEY, F., SKANDON, G., SINGHAL, A, *Material and Processing Issues in Nanostructured Semiconductor Gas Sensors*, The Minerals, Metals and Materials Society, 2000.
- [3] KONUMA, M., *Film Deposition by Plasma Technique*, Spinger Verlag, New York, 1992.
- [4] WASA K DAN HAYAKAWA S., *Handbook of Sputter Deposition Tecnology: Principles, Technology and Aplication*. Noyes Publication, New Jersey, 1992.
- [5] MIFTAHUDIN, *Pengaruh Dosis Ion Dopan Boron Pada Semikonduktor Silikon Terhadap Nilai Resistivitas Keping*. FMIPA UNIBRAW Malang (Skripsi), 1995.
- [6] MAYER, JW., *Ion Implantation in Semiconductor*. Academy Press. New York, 1970.
- [7] RYSEL H AND RUGE I., *Ion Implantation*, a Wiley Interscine Publication, John wiley and Son. New York. 1986.
- [8] TOMIGANA, *Effect Of Combined Pd And Cu Doping On Microstrcture, Electrical And Gas Sensor Properties Of Nanocrystalline Tin*

*Dioxide*, Material Science and Engineering (43-490, 2001).

---

## TANYA JAWAB

### Hidayati

- Ukuran butir ZnO setelah diimplantasi kok bisa lebih besar padahal kadar Pd-nya hanya 0,2% dan katanya masuk secara interstisii logikanya bagaimana?

### Sayono

- Logikanya masuknya ion Pd ke lapisan ZnO adalah ion Pd dengan energi tinggi akibat proses percepatan pada akselerator maka ion tersebut terdorong masuk diantara atom-atom Pd, hal ini dapat dilihat pada simulasi program TRIM. Sedangkan pembesaran butir disebabkan oleh proses penganilan (bukan karena interstisi).

### Gatot Wurdianto

- Apakah metode sputtering dapat juga digunakan untuk pelapisan zat radioaktif, misalnya Sr-90, Am-241, dll. Jelaskan.

### Sayono

- Secara prinsip metode *sputtering* dapat digunakan untuk bahan padat, tetapi karena bahan tersebut merupakan bahan zat radioaktif maka untuk menjaga keselamatan diperlukan bahan atau peralatan yang harus ditambahkan pada sistem *sputtering*.