

# PENGARUH WAKTU DAN SUHU DEPOSISI SPUTTERING TERHADAP SENSITIVITAS SENSOR GAS TiN

Sayono, Taxwim

Puslitbang Teknologi Maju – BATAN Yogyakarta

## ABSTRAK

PENGARUH WAKTU DAN SUHU DEPOSISI SPUTTERING TERHADAP SENSITIVITAS SENSOR GAS TiN. Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh variasi waktu dan suhu deposisi sputtering terhadap sensitivitas sensor gas TiN yang difabrikasi dengan teknik DC sputtering. Variasi waktu dimulai dari 1; 1,5; 2; 2,5 dan 3 jam serta variasi suhu 150°C dan 300°C dengan tegangan tinggi DC sebesar 2 kV dan arus 50 mA. Hasil eksperimen menunjukkan bahwa lapisan tipis TiN yang dideposisi dengan parameter sputtering : tegangan 2 kV, arus 50 mA, tekanan  $10^{-2}$  Torr, waktu 2 jam dan suhu 300 °C mempunyai sensitivitas optimum untuk mendeteksi gas CO. Dari hasil pengujian sensitivitas menunjukkan bahwa sensor gas dari bahan TiN mempunyai sensitivitas tertinggi terhadap gas CO dengan sensitivitas 76 % pada konsentrasi 5.575 ppm. Kemudian dari hasil analisa unsur dan tebal lapisan TiN pada kondisi optimum menggunakan SEM-EDS diperoleh masing-masing Ti sebesar (26,57 % atom), N (2,15 %) dan tebal lapisan TiN sebesar  $\pm 0,5 \mu\text{m}$ .

**Kata kunci :** Sputtering, Deposisi, Resistansi dan Sensitivitas.

## ABSTRACT

THE INFLUENCE OF TIME AND TEMPERATURE DEPOSITION TO THE SENSITIVITY OF TiN THIN FILMS GAS SENSOR. Research on the influence of time and temperature deposition on the sensitivity of gas sensor fabricated using DC Sputtering technique has been done. The variation of time were 1; 1,5; 2; 2,5 and 3 hours and temperature variation were 150°C and 300°C, DC high voltage was 2 kV and current 50 mA. The results show that TiN thin films with parameter proces voltage 2 kV, current 50 mA, pressure  $1 \times 10^{-2}$  torr, time 2 hours and temperature deposition was 300 °C have an optimum sensitivity to detect CO. Results show that the optimum sensitivity for CO gas was 76 % and  $\text{NH}_3$  41,91 % at the concentrations of 5,575 ppm . SEM-EDS analysis show that at this condition the thickness of TiN thin film was of  $\pm 0,5 \mu\text{m}$ , while the content of titanium (Ti) and nitrogen (N) is 26.57 % atom and 2.15 % atom respectively.

**Key word :** Sputtering, Deposition, Resistention and Sensitivity

## PENDAHULUAN

Pamanfaatan lapisan tipis sebagai sensor gas diawali oleh Seiyama dkk (1962). Saat itu bahan yang banyak digunakan sebagai sensor gas adalah jenis *Oxide Semiconductor*, seperti : ZnO, SnO<sub>2</sub>, CeO<sub>2</sub>, dan TiO<sub>2</sub>. Hasil sensor gas dari material ini ternyata diketahui dapat bekerja optimum pada suhu tertentu. Pada wujud fisiknya, prototipe sensor berbahan MOS ini harus ditambahkan *housing* (ruang) yang akan menciptakan suhu lingkungan dimana sensor gas MOS ini dapat bekerja secara optimal<sup>[1]</sup>.

Banyak teknik yang digunakan untuk membuat lapisan tipis (*thin film*), diantaranya adalah metode *sputtering*. Metode *sputtering* mempunyai keunggulan diantaranya dapat menyediakan bahan lapisan tipis yang seragam, padat dan memenuhi *stoikiometri*<sup>[2]</sup>.

Saat ini pengembangan lapisan tipis terus dilakukan guna mendapatkan lapisan tipis yang semakin praktis dan mudah digunakan tanpa perlu adanya perlakuan panas atau *treatment* dalam fungsinya sebagai sensor. Lapisan tipis yang sedang dikembangkan diantaranya adalah lapisan tipis TiN (*Titanium Nitride*).

Pada penelitian ini telah dibuat lapisan tipis dari bahan TiN dengan teknik *DC Sputtering* yang digunakan untuk sensor gas CO. Pemilihan bahan TiN karena lapisan ini diharapkan dapat berfungsi sebagai sensor gas pada suhu kamar, berbeda dengan jenis sensor gas dari bahan MOS yang dapat difungsikan sebagai sensor gas bila diberi suhu dalam orde 200 °C – 400°C. Sedang pemilihan gas CO, karena CO merupakan gas yang berbahaya dan beracun serta mempunyai sifat sangat reaktif. Kemampuannya dalam mengikat O<sub>2</sub> menyebabkan gas CO merupakan gas yang sangat reduktif, mudah menimbulkan korosi pada material logam dan bagi manusia gas ini bisa memberikan efek lemas seperti gas nitrogen apabila terhirup dalam jumlah yang berlebihan, sehingga gas CO harus dapat dideteksi agar tidak mengganggu lingkungan.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk memperoleh lapisan tipis TiN dengan teknik *DC sputtering* yang dapat digunakan sebagai sensor gas CO.

Untuk mengetahui karakter/sifat dari lapisan tipis TiN sebagai bahan sensor, maka dilakukan karakterisasi yang meliputi: pengukuran resistansi, sensitivitas, analisa unsur menggunakan *EDS (Energy Dispersive Spectroscopy)* dan pengukuran tebal lapisan TiN yang terbentuk menggunakan *SEM (Scanning Electron Microscope)*.

Manfaat dari penelitian ini diharapkan dapat diperoleh suatu bahan baru untuk pembuatan sensor gas yang dapat bekerja pada suhu kamar.

## DASAR TEORI

### Lapisan Tipis dan Logam Nitrida

Lapisan tipis dapat dibuat dari bahan organik, anorganik, logam, maupun campuran logam organik (*organometalic*) yang memiliki sifat konduktor, semikonduktor, superkonduktor maupun insulator<sup>[3]</sup>. Aplikasi lapisan tipis saat ini telah menjangkau hampir semua bidang, diantaranya sebagai bahan dasar pembuatan sensor gas. Sensor gas merupakan transduser yang mampu mengubah perubahan kondisi lingkungan menjadi sinyal elektrik yang

besarnya sebanding dengan konsentrasi dan jenis gas.

Logam nitrida merupakan senyawa yang tersusun atas unsur logam dan nitrida. Secara umum memiliki kesamaan sifat dari senyawa semikonduktor, dengan persamaan kimianya adalah Me-N. Me adalah metal sedangkan N adalah nitrida. Persenyawaan antara logam dengan nitrida menempatkan ion-ion nitrida berada di atas ion-ion logam, hal ini dikarenakan sifat unsur nitrogen lebih ringan dibandingkan dengan unsur logam. Sebagian besar persenyawaan antara logam dan nitrida akan menghasilkan senyawa ionik. Hal ini diakibatkan oleh kemampuan dari unsur nitrogen yang memiliki kemampuan dalam variasi nilai elektron valensi yaitu -2 dan -3, sehingga dalam persenyawaannya akan membentuk ikatan dengan logam dengan kemampuan menangkap elektron 2 atau 3 (Me<sup>+2</sup> atau Me<sup>+3</sup>). Kenyataan memberi dan menangkap elektron pada unsur-unsur yang memiliki sifat ionik bertujuan membentuk kestabilan struktur elektron oktet seperti pada gas mulia. Ikatan ionik adalah ikatan yang mudah terpengaruh oleh suhu. Hal ini diakibatkan oleh adanya gaya elektrostatis antara kedua unsur akibat proses pemakaian elektron. Terlepasnya satu dari elektron tersebut akan merubah kedua unsur yang melakukan persenyawaan karena keduanya menjadi tidak stabil.

### Fenomena *Sputtering* dan Pembentukan Lapisan Tipis

Jika suatu permukaan bahan padat ditembaki 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>[4]</sup>.

Teknik *sputtering* pertama kali diperkenalkan oleh W.R Grove pada tahun 1952, ketika meneliti fenomena lucutan listrik dalam gas bertekanan rendah yang menampilkan gejala terbentuknya lapisan logam tipis pada dinding tabung di sekitar elektroda negatif<sup>[5]</sup>.

Proses *sputtering* diawali dengan adanya tumbukan pertama antara ion-ion penumbuk dengan atom-atom permukaan target dan diikuti oleh tumbukan kedua dan ketiga antara atom-atom permukaan target. Perpindahan atom-atom permukaan target akhirnya lebih isotropik akibat tumbukan terus-menerus dan atom-atom permukaan target dapat terlepas dari ikatan atomnya. Skema pelepasan atom-atom target akibat tumbukan dalam proses *sputtering* ditunjukkan pada Gambar 1<sup>[6]</sup>.

Proses *sputtering* mulai terjadi ketika dihasilkan lucutan listrik dan gas argon secara elektrik menjadi konduktif karena mengalami ionisasi. Lucutan listrik yang bertekanan rendah dikenal sebagai lucutan pijar (*glow-discharge*). Gas yang terionisasi menghasilkan ion-ion bermuatan positif dan ion-ion bermuatan negatif yang mempunyai jumlah muatan yang seimbang disebut plasma.

Terbentuknya plasma dalam lucutan pijar disebabkan adanya beda tegangan antara anoda dan katoda yang menimbulkan adanya medan listrik. Gas argon yang terionisasi akan dipercepat oleh medan listrik dan bertumbukan dengan atom-atom gas argon lainnya yang belum terionisasi, sehingga menghasilkan ion-ion bermuatan positif, ion-ion bermuatan negatif (elektron) dan molekul-molekul gas tereksitasi. Elektron-elektron memperoleh energi dari

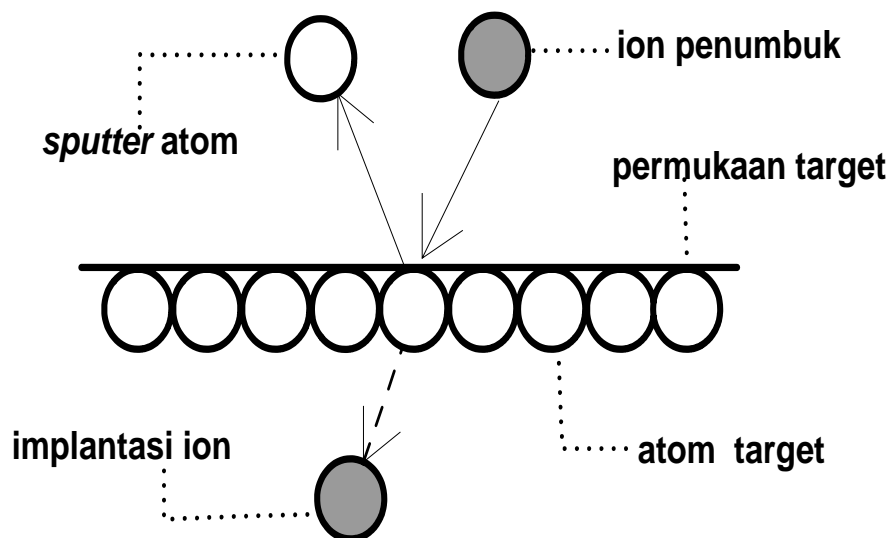
medan listrik dan bertumbukan dengan atom-atom gas argon. Tumbukan atom-atom dengan gas argon menyebabkan ionisasi kembali terjadi pada atom-atom gas argon yang menghasilkan ion-ion bermuatan positif, elektron-elektron dan molekul-molekul gas tereksitasi.

Tumbukan yang terjadi antar partikel-partikel ini terjadi terus-menerus dan pada kondisi tertentu ion-ion bermuatan negatif dan ion-ion bermuatan positif memiliki jumlah muatan yang seimbang<sup>[4]</sup>.

Ion-ion argon secara mikroskopik menumbuk target, karena target dihubungkan dengan terminal negatif, maka target akan menarik ion-ion argon bermuatan positif ( $\text{Ar}^+$ ) yang dihasilkan dalam lucutan pijar dan dipercepat pada daerah jatuh katoda (*cathode-fall*).

Energi ion-ion argon bermuatan positif ( $\text{Ar}^+$ ) sangat tinggi pada saat menumbuk target, sehingga menyebabkan atom-atom permukaan target terlepas dari ikatan atomnya dan terpercik ke segala arah.

Atom-atom permukaan target yang terpercik akan masuk dan melewati daerah lucutan hingga akhirnya terdeposit pada substrat untuk membentuk penumbuhan lapisan. Energi atom-atom yang terpercik saat menumbuk permukaan substrat sangat besar, yaitu sekitar 2 hingga 30 eV<sup>[3]</sup>.



Gambar 1. Skema pelepasan atom-atom permukaan target *sputtering*.

Waktu merupakan parameter yang memegang peran penting dalam proses *sputtering*. Semakin lama waktu yang diperlukan untuk proses *sputtering*, maka akan semakin besar pula jumlah bahan yang terpercik.

Banyaknya bahan yang terpercik per satuan luas katoda secara matematis dapat diformulasikan sebagai berikut<sup>[6]</sup> :

$$W_0 = \frac{j_+ S t A}{e N_A} \quad (1)$$

dengan:  $j_+$  = rapat arus berkas ion (mA/cm<sup>2</sup>),  $S$  = *sputter yield* (atom/ion),  $t$  = waktu *sputtering* (detik),  $A$  = berat atom (amu),  $e$  = muatan elektron ( $1,6 \times 10^{-19}$ ) coulomb dan  $N_A$  = bilangan Avogadro ( $6,22 \times 10^{23}$  atom/mol).

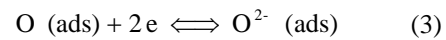
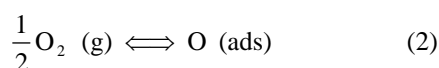
### Mekanisme Serapan Gas

Bahan semikonduktor sensor gas tersusun atas sensor kimia listrik yang mampu merespon perubahan lingkungan kimia dengan menghasilkan sinyal listrik. Cara kerja sensor gas semikonduktor berpedoman pada fakta bahwa karakteristik listrik dari bahan bergantung pada jumlah molekul teradsorpsi<sup>[7]</sup>.

Terdapat dua jenis serapan yang terjadi pada semikonduktor oksida logam, yaitu serapan fisika dan serapan kimia. Serapan fisika pada proses adsorpsi adalah serapan gas akibat adanya gaya Van der Waals. Sedangkan serapan kimia pada adsorpsi terkait dengan pembentukan ikatan kimia antara molekul teradsorpsi dengan permukaan semikonduktor oksida logam<sup>[8]</sup>.

### Serapan Gas

Pada kondisi udara normal, permukaan bahan semikonduktor terlapisi oleh suatu lapisan yang diakibatkan oleh terserapnya oksigen. Proses ini meliputi penyerapan fisika, yang kemudian diikuti penyerapan kimia dengan menangkap elektron dari daerah dekat permukaan semikonduktor. Proses terserapnya gas oksigen di atas permukaan semikonduktor yang secara matematis dapat di tulis<sup>[9]</sup> :



Pernyataan tersebut telah dibuktikan dengan analisa menggunakan *x-ray photo-elektron spectroscopy (XPS)*, yang menunjukkan adanya kehadiran serapan oksigen secara kimia. Sebagai hasil dari serapan kimia oksigen, terbentuk *depletion layer* dan potensial *schottky barrier* permukaan, dimana konsentrasi elektron adalah rendah dibandingkan dengan yang terdapat dalam *bulk*.

Menurut teori cacat, terikatnya atom oksigen di atas permukaan semikonduktor menyebabkan hadirnya cacat titik yaitu *interstitial* ion oksigen pada kisi kristal. Reaksi absorsi penangkapan elektron gas oksigen di atas permukaan substrat menimbulkan perubahan sifat elektrik bahan sensor yang signifikan pada kondisi normal.

Jika suhu dinaikkan hingga mencapai keadaan kesetimbangan termodinamik maka atom oksigen yang teradsorpsi di atas permukaan dapat menarik elektron dari dalam *bulk*<sup>[8]</sup>, hal ini menyebabkan panjang *depletion layer* akan meningkat.

### Sensitivitas

Sensitivitas merupakan kemampuan sensor untuk mendeteksi kehadiran sejumlah gas dalam jumlah yang kecil, yang secara matematis dapat diformulasikan<sup>[10]</sup> :

$$S = \frac{\Delta R}{R_n} \times 100\% = \frac{|R_n - R_g|}{R_n} \times 100\% \quad (4)$$

dengan  $S$  = sensitivitas (%),  $R_n$  = resistansi pada udara normal ( $\Omega$ ),  $R_g$  = resistansi ketika diberi gas ( $\Omega$ ), dengan  $R_n$  dan  $R_g$  terukur pada kondisi isothermal.

## TATA KERJA

### Pembuatan Target dan Penyiapan substrat

Pembuatan target TiN dilakukan dengan mencampur 60 gram bubuk TiN dengan alkohol sekitar 5 ml sehingga diperoleh bubuk adonan

yang relatif lembab untuk dapat dibuat dalam bentuk pelet, kemudian adonan tersebut dimasukkan ke dalam cetakan target kemudian dipres dengan tekanan 150 kN selama kurang lebih 5 menit sehingga diperoleh pelet TiN dengan diameter 60 mm serta ketebalan 2.5 mm. Selanjutnya agar diperoleh pelet TiN yang lebih keras dan tidak mudah pecah, maka target TiN tersebut dianil pada suhu 800 °C selama 1 jam. Kemudian didinginkan secara alami hingga diperoleh target TiN yang keras/tidak rapuh dan siap digunakan untuk *sputtering*.

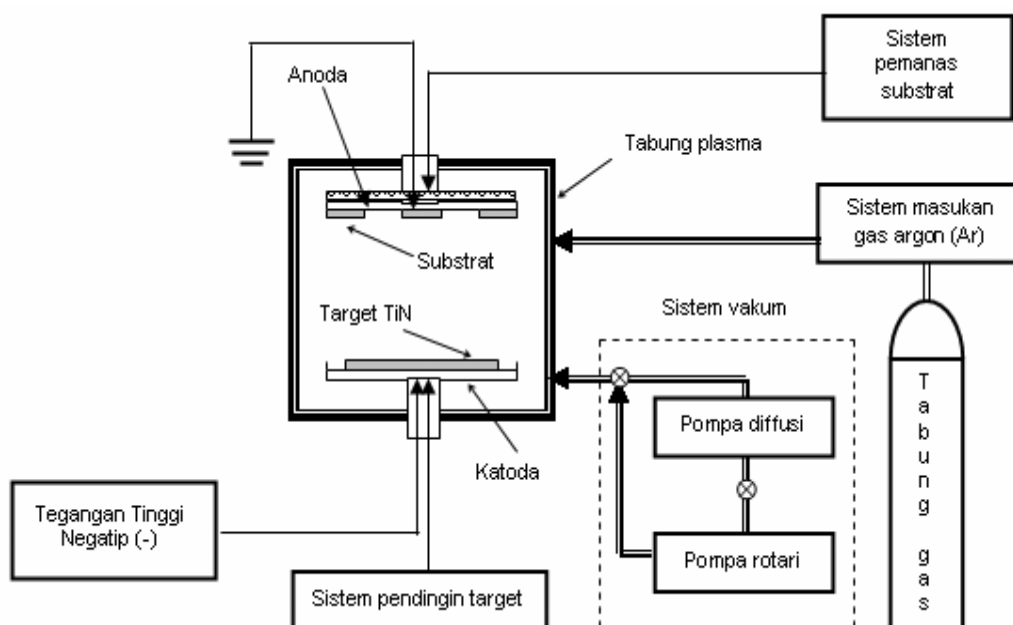
Substrat yang akan dideposisi terbuat dari kaca preparat dengan tebal 1 mm dan dipotong dengan ukuran 10 mm × 20 mm. Kemudian untuk membersihkan kotoran/lemak yang menempel di atas permukaan substrat, maka substrat dicuci dengan sabun detergen dan alkohol menggunakan *ultrasonic cleaner* masing-masing selama 15 menit. Kemudian substrat dikeringkan menggunakan pemanas pada suhu 100°C selama 1 jam. Untuk menjaga agar substrat kaca agar tetap bersih, maka substrat dimasukkan ke dalam plastik klip.

### Pembuatan Lapisan Tipis TiN

Pada pembuatan lapisan tipis TiN di atas permukaan substrat kaca dilakukan melalui

proses *sputtering* yang terdiri dari 2 tahap yakni tahap pertama proses pendeposisian lapisan tipis TiN dan tahap kedua pembuatan terminal yang dilakukan dengan kontak perak pada kedua ujung lapisan tipis. Skema alat DC *sputtering* disajikan pada Gambar 2.

Proses pendeposisian lapisan tipis pada permukaan substrat adalah sebagai berikut: memasang target pada katoda dan substrat kaca pada anoda. Tabung reaktor plasma dihampakan dengan pompa rotari hingga mencapai tekanan  $10^{-2}$  torr, kemudian pompa difusi dihidupkan untuk menghampakan tabung *sputtering* agar dicapai tingkat kevakuman  $10^{-5}$  torr. Selanjutnya gas argon dimasukkan ke dalam tabung *sputtering* hingga tekanan operasi tercapai  $10^{-2}$  torr, dan tegangan tinggi dc dihidupkan hingga mencapai tegangan 2 kV pada kondisi ini proses *sputtering* sudah dimulai yakni diawali dengan waktu 1 jam pada suhu 150 °C. Langkah berikutnya pendeposisian diulangi untuk setiap pasangan waktu dan suhu deposisi yaitu pada variasi waktu masing-masing : 1; 1,5; 2; 2,5 dan 3 jam pada suhu 150 °C dan 300 °C. Hal ini dilakukan untuk memperoleh data parameter proses waktu dan suhu *sputtering* yang optimum, sehingga dihasilkan lapisan tipis TiN yang homogen di atas permukaan substrat kaca.



Gambar 2. Skema alat DC *sputtering*.

Untuk mengetahui karakter/sifat lapisan tipis dari parameter proses, maka dilakukan pengukuran resistansi, sensitivitas sensor terhadap gas: CO dan juga analisa unsur dan pengukuran tebal lapisan tipis TiN.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Untuk mengetahui pengaruh parameter proses *DC sputtering* pada pembuatan lapisan tipis TiN sebagai sensor gas, maka dilakukan karakterisasi yang terdiri dari pengaruh waktu dan suhu proses *sputtering* terhadap nilai resistansi, pengukuran sensitivitas serapan terhadap gas CO, analisa unsur dan tebal lapisan tipis TiN yang terbentuk menggunakan EDS (*X-Ray Diffraction Spectroscopy*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*)

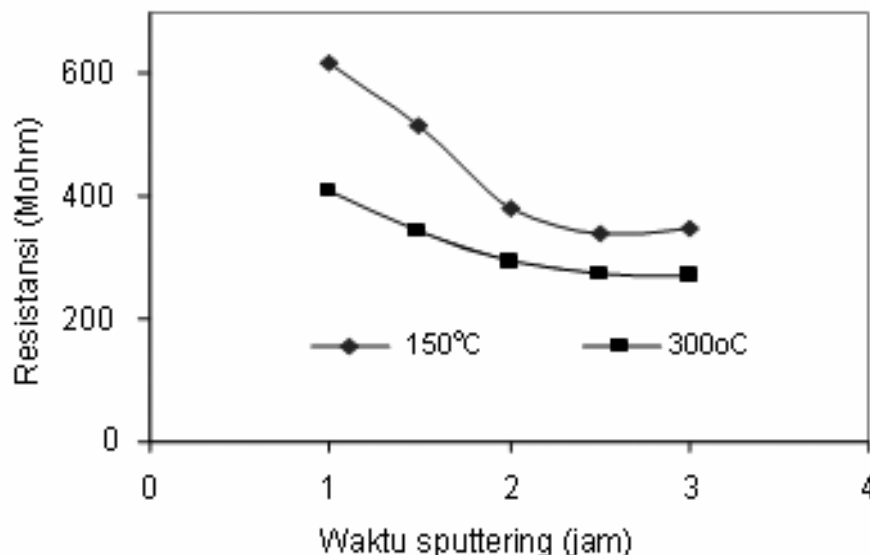
### Pengaruh Waktu dan Suhu Deposisi Terhadap Resistansi

Pengukuran resistansi sebagai fungsi waktu dan suhu deposisi dilakukan dengan cara bervariasi waktu *sputtering* masing-masing : 1; 1,5; 2; 2,5 dan 3 jam pada suhu 150 °C dan 300 °C. Sedang parameter proses *sputtering* lainnya adalah tegangan 2 kV, arus 50 mA dan tekanan

10<sup>-2</sup> torr. Hasil pengukuran resistansi pengaruh sebagai fungsi waktu pada suhu 150 °C dan 300 °C ditunjukkan pada Gambar 3.

Dari Gambar 3. terlihat bahwa nilai resistansi terhadap waktu *sputtering* semakin menurun dengan bertambah waktu *sputtering*. Hal ini disebabkan dengan waktu *sputtering* yang semakin lama, maka jumlah atom-atom yang terdeposisi pada permukaan substrat akan semakin banyak sehingga atom-atom permukaan akan semakin rapat dan homogen. Karena atom-atom semakin rapat, maka jarak antar atom akan semakin pendek sehingga pembawa muatan dalam hal ini elektron akan semakin mudah melewati pada daerah tersebut. Akibatnya sifat kelistrikan permukaan bahan menjadi lebih konduktif atau dengan kata lain nilai resistansi bahan akan semakin menurun.

Sedangkan penambahan suhu deposisi akan berpengaruh terhadap terbukanya pori-pori permukaan bahan sehingga akan mempermudah penetrasi ion-ion target ke permukaan substrat. Hal ini terbukti bahwa nilai resistansi lapisan tipis TiN pada permukaan substrat yang dideposisi dengan suhu 300 °C lebih rendah bila dibandingkan dengan nilai resistansi yang dideposisi dengan suhu 150 °C.



Gambar 3. Hubungan resistansi lapisan tipis TiN terhadap waktu deposisi pada suhu 150 °C dan 300 °C.

Namun demikian penambahan waktu dan suhu deposisi tidak selamanya akan menguntungkan atau menyebabkan turunnya resistansi, tetapi bila waktu dan suhu deposisi terus ditambah, maka akan menyebabkan nilai resistansi akan naik. Ini terjadi karena walaupun waktu ditambah tetapi karena energi (2 kV/50mA) yang dicatukan tetap, sehingga jangkauan ion target yang masuk ke permukaan bahan akan tetap pula. Akibatnya atom-atom dari target yang menuju substrat semakin lama akan menumpuk dipermukaan, hal ini menyebabkan sifat kelistrikan permukaan bahan berubah menuju isolator sehingga nilai resistansi akan semakin naik. Sedangkan bila suhu dinaikkan maka akibat panas yang timbul proses difusi sehingga bahan akan menjadi isolator. Selain itu karena lapisan tipis yang terbentuk semakin tebal, maka resistivitas bahan semakin menurun sehingga konduktivitas akan semakin turun pula. Pada penelitian ini dicapai nilai resistansi optimum diperoleh pada kondisi waktu deposisi selama 2 jam dengan suhu 300 °C.

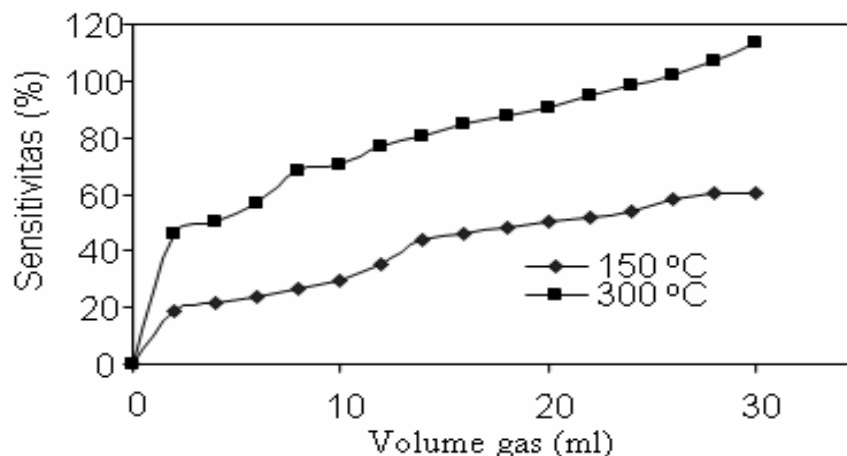
#### Pengukuran Sensitivitas Lapisan Tipis TiN Terhadap Gas CO

Sensitivitas Lapisan Tipis TiN terhadap gas CO dapat diketahui dengan cara mengukur besarnya nilai resistansi lapisan tipis TiN sebagai sensor gas sebelum dan sesudah dikenai gas CO, kemudian dengan menggunakan persamaan (4) maka sensitivitas sensor dapat ditentukan. Pada pengamatan ini volume gas

divariasikan dari 0 s/d 30 ml dengan interval 2 ml. Hasil penghitungan sensitivitas sensor gas bahan TiN yang dideposisi dengan waktu 2 jam, tegangan 2 kV dan arus 50 mA dengan suhu 300°C terhadap gas CO pada suhu kamar ditunjukkan pada Gambar 4.

Dari Gambar 4. ditunjukkan bahwa sensitivitas lapisan tipis TiN sebagai sensor gas mengalami kenaikan sebagai respon terhadap kehadiran gas uji CO. Naiknya nilai sensitivitas lapisan tipis TiN ini disebabkan munculnya unsur oksigen (O) yang berasal dari gas CO yang mengenai permukaan sensor, akibatnya terjadi proses serap oksigen dari gas CO ke permukaan sensor. Menurut Gas Kov, A.M. <sup>[11]</sup>, pada kondisi udara normal permukaan bahan sensor gas terlapsi oleh suatu lapisan yang diakibatkan oleh terserapnya oksigen. Proses ini meliputi penyerapan fisika, yang kemudian diikuti penyerapan kimia dengan menangkap elektron dari daerah dekat permukaan sensor.

Dengan terjadinya perpindahan elektron dari oksigen (O) yang berasal dari gas CO ke permukaan sensor, maka dengan penambahan volume gas CO yang mengenai permukaan sensor akan menyebabkan akumulasi elektron yang semakin banyak pada permukaan sensor. Hal ini akan menyebabkan terjadinya penurunan resistansi di permukaan sensor akibat jumlah elektron bebas bertambah banyak dan berkurangnya panjang deplesi serta penghalang antar butir sehingga terjadi kenaikan sensitivitas.



Gambar 4. Hubungan sensitivitas terhadap volume gas CO pada suhu kamar.

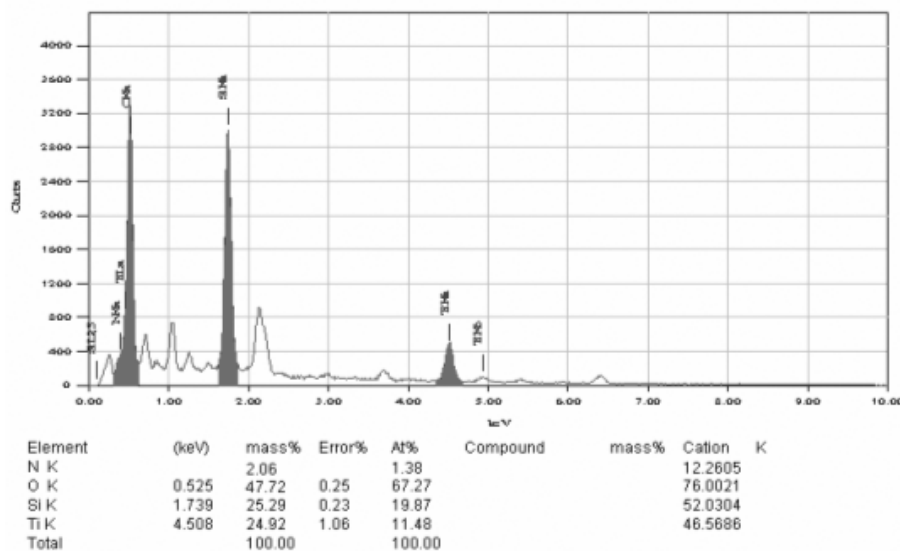
Pada pengukuran sensitivitas lapisan tipis yang dideposisi pada suhu 300 °C dengan gas masukan CO sebesar 10 ml diperoleh sensitivitas sekitar 76 % sedang lapisan tipis yang dideposisi dengan suhu 150 °C hanya menghasilkan sensitivitas sekitar 25 %. Dengan demikian penggunaan suhu deposisi 300 °C lebih baik daripada suhu 150 °C, karena pada suhu tersebut dihasilkan sensitivitas yang lebih tinggi (76%). Hal ini disebabkan lapisan tipis TiN yang dideposisi dengan suhu 300 °C permukaan sensor lebih terbuka atau pori-pori lebih banyak sehingga mudah menyerap gas oksigen sebagai gas uji, akibatnya elektron yang terkumpul pada permukaan sensor akan lebih banyak dan akhirnya akan menaikkan sensitivitas sensor.

Keuntungan sensor gas dari bahan TiN adalah dapat beroperasi pada suhu kamar sehingga tidak diperlukan panas dalam operasinya, berbeda dengan sensor gas yang terbuat dari bahan semikonduktor (ZnO, SnO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub> dan CeO<sub>2</sub>) untuk operasinya diperlukan panas dalam orde ratusan derajat (200°C – 400°C). Sedangkan kekurangannya sensor gas yang terbuat dari bahan TiN tidak dapat digunakan pada daerah yang mempunyai suhu tinggi.

#### Analisa Unsur Lapisan Tipis TiN Hasil Deposisi dengan DC Sputtering

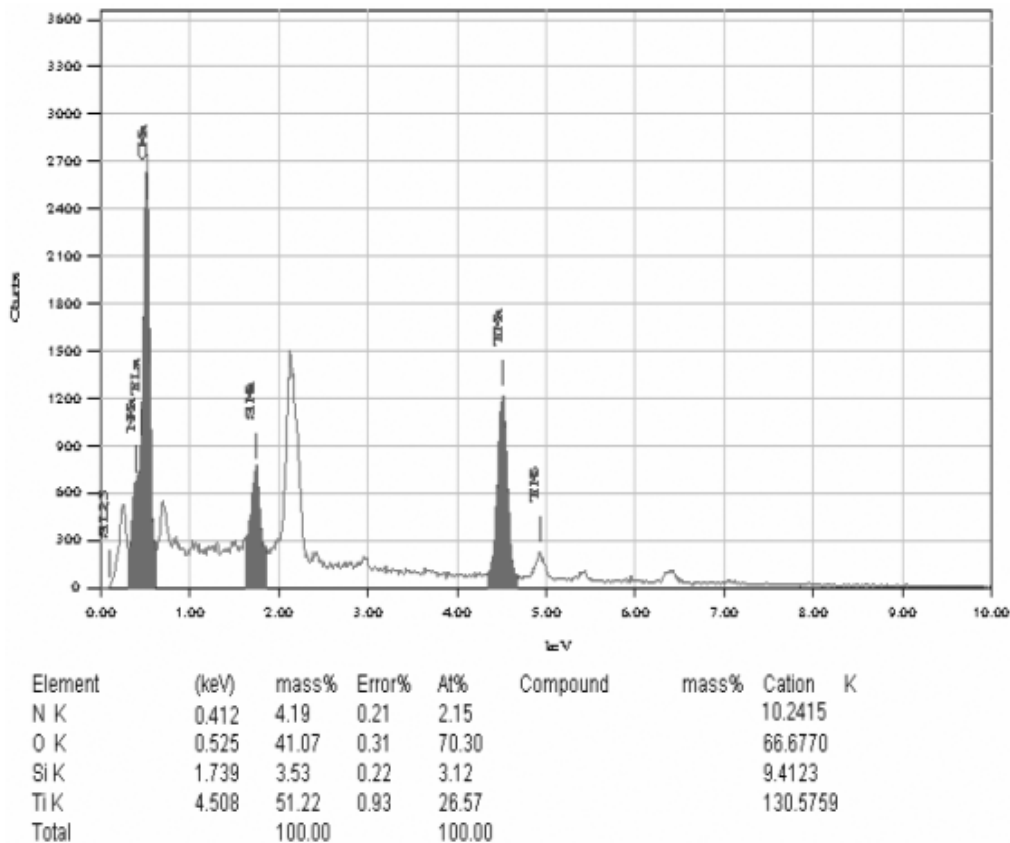
Untuk mengetahui unsur dari lapisan tipis TiN hasil deposisi pada permukaan substrat, maka dilakukan analisa unsur menggunakan EDS (*X-Ray Diffraction Spectroscopy*). Analisa unsur ini dilakukan untuk memperoleh data dukung sekaligus sebagai bukti bahwa lapisan tipis telah dibuat mengandung unsur Ti dan N. Hasil analisa unsur lapisan tipis TiN yang dideposisi selama 1 dan 2 jam dengan suhu 300 °C ditunjukkan pada Gambar 5a dan 5b.

Dari Gambar 5a ditunjukkan bahwa pada lapisan tipis TiN yang dideposisi dengan waktu 1 jam telah terlihat adanya unsur Titanium (Ti) sebesar 11,49 % atom dan Nitrogen (N) 1,38 % atom. Hal ini terbukti bahwa lapisan hasil deposisi dengan teknik *DC sputtering* telah terbentuk lapisan dengan kandungan TiN di dalamnya meskipun dalam jumlah yang kecil. Perbandingan atom unsur N jauh lebih kecil dibandingkan dengan atom unsur Ti, ini terjadi karena keberadaan unsur N yang menyisip (*interstition*) diantara atom-atom Ti sangat terbatas. Hal ini disebabkan ruangan antar atom Ti yang terisi oleh atom N sangat terbatas yang dipengaruhi oleh ukuran butir atom Ti. Selain unsur Ti dan N juga muncul unsur Silikon (Si) sebesar 19,87% dan Oksigen (O) sebesar 67,27 % yang merupakan bahan substrat yaitu SiO<sub>2</sub> (kaca) yang memiliki jumlah atomnya relatif lebih besar daripada unsur Ti dan N.



**Gambar 5a. Hasil Analisis unsur lapisan tipis TiN yang dideposisi selama 1 jam pada suhu 300 °C.**





**Gambar 5b.** Hasil Analisis unsur lapisan tipis TiN yang dideposisi selama 2 jam pada suhu 300 °C.

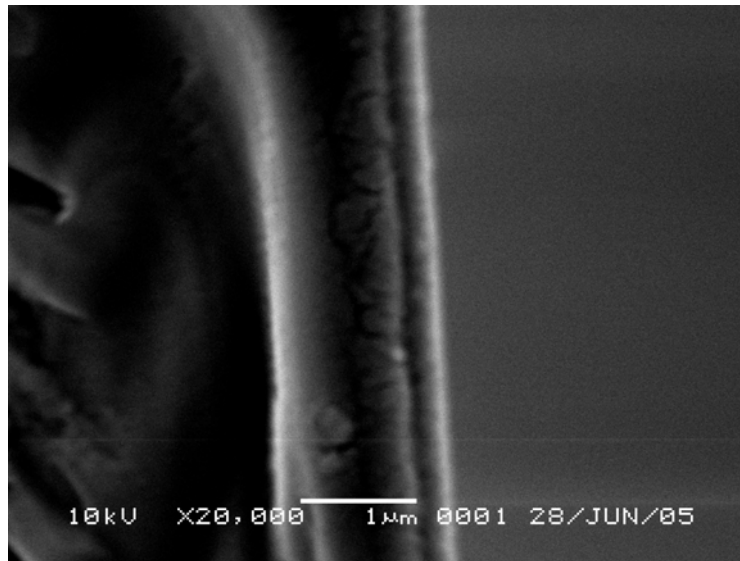
Untuk melihat pengaruh waktu deposisi terhadap peningkatan unsur Ti dan N pada lapisan tipis TiN, maka dilakukan analisa unsur dari sampel yang dideposisi dengan waktu 2 jam pada suhu 300 °C yang ditunjukkan pada Gambar 5b.

Dari Gambar 5b menunjukkan bahwa dengan penambahan waktu deposisi dari 1 jam menjadi 2 jam, maka terjadi peningkatan jumlah atom baik unsur Ti maupun N yang semula untuk unsur Ti (11,49 % atom) dan N (1,38 % atom) untuk waktu 1jam menjadi Ti (26,57 % atom) dan N (2,15 % atom) setelah dideposisi selama 2 jam. Kenaikkan persen atom ini disebabkan oleh penambahan waktu deposisi dari 1 jam menjadi 2 jam, maka jumlah atom yang tersputter ke permukaan substrat akan meningkat pula. Ini sesuai dengan pendapat Wasa, K., Hayakawa, S<sup>[6]</sup>, yang menyatakan

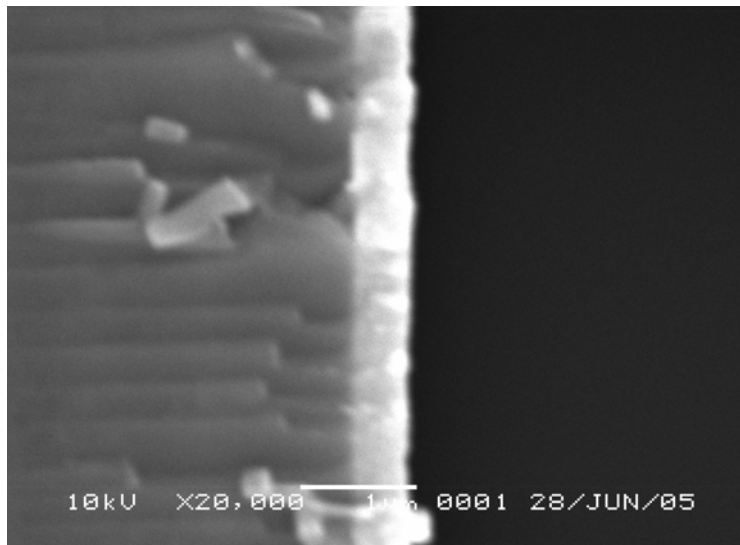
bahwa semakin lama waktu yang diperlukan untuk proses *sputtering*, maka akan semakin besar pula jumlah bahan yang terpercik. Kenaikkan unsur Ti dan N ditandai pula dengan penurunan jumlah persen atom unsur Si sebagai unsur dari bahan substrat (kaca) dari 19,87 % atom menjadi 3,12 % atom.

#### Pengukuran Tebal Lapisan Tpis TiN

Untuk mengetahui tebal lapisan TiN hasil deposisi dengan teknik DC Sputtering, maka dilakukan analisa menggunakan SEM dengan cara memotong sampel secara melintang kemudian dilakukan penghalusan/polis dan etsa untuk memunculkan struktur mikro permukaan tampak lintang. Hasil pengukuran tebal lapisan TiN yang dideposisi 1 dan 2 jam ditunjukkan pada Gambar 6a dan 6b.



**Gambar 6a.** Tebal lapisan TiN hasil *DC sputtering* yang dideposisi dengan waktu 1 jam pada suhu 300 °C.



**Gambar 6b.** Tebal lapisan TiN hasil *DC sputtering* yang dideposisi dengan waktu 2 jam pada suhu 300 °C.

Dari Gambar 6a. Tebal lapisan tipis TiN yang dideposisi selama 1 jam menghasilkan ketebalan 0,3 µm. Pada sampel ini pembentukan lapisan tipis TiN masih terlalu tipis sehingga saat dilakukan pengukuran tebal dengan cara memotong secara melintang

sehingga belum ada batas yang jelas antara lapisan tipis dan substrat. Kemudian setelah waktu deposisi dinaikkan menjadi 2 jam, maka akan meningkatkan tebal lapisan menjadi 0,5 µm seperti ditunjukkan pada Gambar 6b. Perbedaan ketebalan antara kedua sampel

tersebut sebanding dengan waktu deposisi 1 jam dan 2 jam. Jadi telah dapat dibuktikan bahwa waktu deposisi memberikan pengaruh terhadap tebal lapisan, semakin lama waktu deposisi akan semakin tebal lapisan yang terbentuk.

## KESIMPULAN

Dari hasil penelilitian pembuatan lapisan tipis TiN (Titanium Nitrida) dengan metode DC sputtering sebagai bahan sensor gas CO dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Telah berhasil dibuat lapisan tipis TiN dengan teknik DC sputtering sebagai bahan dasar sensor gas CO yang bekerja pada suhu kamar.
2. Waktu dan suhu deposisi optimum dicapai pada kondisi untuk waktu selama 2 jam dan suhu 300 °C, karena pada kondisi tersebut dihasilkan sensitivitas terbaik sebesar (76%) pada konsentrasi 5.575 ppm.
3. Dari hasil analisa unsur untuk waktu deposisi selama 2 jam pada suhu 300 °C masing-masing : Ti (26,57 % atom), N (2,15 % atom), Si (3,12 %) dan O (70,30 % atom).
4. Waktu deposisi mempunyai pengaruh terhadap tebal lapisan yang terbentuk. Semakin besar waktu deposisi maka lapisan tipis TiN yang terbentuk akan semakin tebal. Untuk waktu deposisi selama 1 jam diperoleh tebal lapisan sebesar  $\pm 0,3 \mu\text{m}$  dan setelah waktu deposisi ditambah menjadi 2 jam maka tebal lapisan meningkat menjadi sebesar  $\pm 0,5 \mu\text{m}$ .

## UCAPAN TERIMA KASIH

Dengan telah selesainya penelitian ini kami mengucapkan banyak terima kasih kepada Bapak: Drs. Tjipto Sujitno, MT., APU, J. Karmadi, Sumarmo, Sukosrono dan seluruh staf kelompok Pengembangan Aplikasi Akselerator atas segala bantuan yang telah diberikan.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] TAMAKI, J., XU, C., MIURA, N., YAMAZOE, N., *Grain Size Effects on Gas Sensitivity of Porous SnO<sub>2</sub>-based*

*Elements, Sensors and Actuators B*, 3, 147-155, 1991.

- [2] MARDARE, D., RUSU, G.L., *Structural and Electrical Properties of TiO<sub>2</sub> RF Sputtered Thin Films*, *Materials Science and Engineering*, B75, 68-71, 2000.
- [3] OHRING, M., *The Material Science of Thin Films*, Academic Press Inc., New York, 1992.
- [4] KONUMA, M., *Film Deposition by Plasma Technique*, Spinger Verlag, New York, 1992.
- [5] STUART, R.V., *Vacuum Technology: Thin Films and Sputtering*, Academic Press Inc., New York, 1983.
- [6] WASA, K., HAYAKAWA, S., *Handbook of Sputter Deposition Technology: Principles, Technology and Application*, Noyes Publication, New Jersey, 1992.
- [7] MYASEDOV, B.F., DAVYDOVS, A.V., *Chemical Sensors Potentialities and Prospect*, *Zh. Anal. Khim*, Vol. 45, No. 7, 1259-1278., 1990
- [8] OSCIK, J., *Adsorbision*, Ellis Horwood Limited Publisher, Chichester, John Willey and Son, New York, USA, 1982.
- [9] MROWEC, S., *Defect and diffusion in solids*, Elsevier Scientific Publishing Company, Polandia, 1980
- [10] XU, C., TAMAKI, J., MIURA, N., YAMAZOE, N., *Grain Size Effect on Gas Sensitivity of Porous SnO<sub>2</sub> Based Element*, *Sensor and Actuators B*, 147-155, 1991.
- [11] GAS`KOV, A.M., RUMYANTSEVA, M.N., *Materials for Solid-State Gas Sensors*, *Inorganic Materials*, Vol. 36, No. 3, 293-301, 2000.

## TANYA JAWAB

**Sutadi**

– *Parameter apa yang berpengaruh pada hasil sputtering?*

- Pada suhu berapa akan diperoleh hasil sputtering yang berkualitas paling baik dari hasil penelitian ini.
- Bahan substrat apa yang paling baik digunakan? Mohon dijelaskan karakteristiknya.

**Sayono**

- Parameter yang berpengaruh terhadap hasil sputtering adalah kehampaan tabung reaktor, tegangan tinggi (HV), arus, jarak elektroda,

tekanan gas argon dan suhu substrat serta berat atom dari bahan target dan substrat yang akan dilapisi.

- Suhu terbaik yang dicapai pada penelitian ini sebesar 300 °C karena pada suhu tersebut dicapai nilai resistansi yang lebih rendah 220 MΩ bila dibanding pada suhu sputtering 150 °C (400 MΩ).
- Bahan substrat yang paling baik adalah dari bahan alumina karena mampu diberi suhu tinggi diatas 1000 °C.