

PENGARUH TEKANAN DAN WAKTU DEPOSISI SPUTTERING TERHADAP SENSITIVITAS SENSOR GAS SnO₂

Sayono, Agus Santoso

Puslitbang Teknologi Maju – BATAN
Jl. Babarsari Kotak Pos 1008, Yogyakarta 55010

ABSTRAK

PENGARUH TEKANAN DAN WAKTU DEPOSISI SPUTTERING TERHADAP SENSITIVITAS SENSOR GAS SnO₂. Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh variasi tekanan dan waktu deposisi sputtering terhadap sensitivitas sensor gas SnO₂ yang difabrikasi dengan metode DC sputtering. Variasi tekanan dimulai dari 3×10^{-2} , 4×10^{-2} , 5×10^{-2} , 6×10^{-2} dan 7×10^{-2} Torr serta variasi waktu dimulai dari 30, 60, 90 dan 120 menit dengan tegangan tinggi DC sebesar 2 kV dan suhu deposisi 250 °C. Hasil eksperimen menunjukkan bahwa lapisan tipis SnO₂ yang dideposisi dengan parameter sputtering : tegangan 2 kV, arus 10 mA, tekanan 7×10^{-2} Torr, waktu 120 menit dan suhu 250 °C mempunyai sensitivitas optimum untuk mendeteksi gas C₂H₅OH, NH₃, CO dan HNO₃. Dari hasil pengujian sensitivitas menunjukkan bahwa sensor gas dari bahan SnO₂ mempunyai sensitivitas tertinggi terhadap gas C₂H₅OH dengan sensitivitas 46,96 % dan gas NH₃ dengan sensitivitas 41,91 % pada konsentrasi 5.529 ppm. Kemudian dari hasil analisa unsur dan tebal lapisan SnO₂ pada kondisi optimum menggunakan SEM-EDS diperoleh Sn sebesar 30,68% dan O sebesar 69,32 % dan tebal lapisan SnO₂ sebesar $\pm 4,5 \mu\text{m}$.

Kata kunci : Sputtering, Deposisi, Suhu sensor dan Sensitivitas.

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF THE PRESSURE AND TIME DEPOSITION TO SENSITIVITY OF THE SnO₂ THIN FILMS GAS SENSOR. Research on the influence of pressure and time deposition on the sensitivity of gas sensor fabricated using technique DC Sputtering has been done. The variation of pressure were 3×10^{-2} , 4×10^{-2} , 5×10^{-2} , 6×10^{-2} and 7×10^{-2} Torr and time variation were 30, 60, 90, and 120 minutes, DC high voltage was 2 kV and temperature deposition was 250 °C. The results showed that SnO₂ thin films with parameter proces voltage 2 kV, current 10 mA, pressure 7×10^{-2} Torr, time 120 minutes and temperature deposition was 250 °C have optimum sensitivity to detect : C₂H₅OH, NH₃, CO dan HNO₃ gas. Results showed that the optimum sensitivity for gas C₂H₅OH was 46,95 % and NH₃ 41,91 %. Measured at 5,529 ppm. SEM-EDS analysis showed that at this condition the thickness of SnO₂ thin film was in order of $\pm 4,5 \mu\text{m}$, while the content of oxygen (O) and Sn were 69,32% and 30,60 % respectively.

Key word : Sputtering, Deposition, Sensor temperature and Sensitivity

PENDAHULUAN

Penelitian dan pengembangan bahan sensor gas khususnya untuk pendeteksian gas-gas berbahaya telah dilakukan manusia sejak 40 tahun terakhir. Saat itu, Seiyama dan Taguchi pertama kali menerapkan prinsip interaksi atom dan molekul dengan permukaan bahan semikonduktor untuk pendeteksian gas berbasis sensor gas *chemoresistive* (perubahan tahanan/resistansi bahan akibat serapan kimia gas) ⁽¹⁾.

Semikonduktor oksida mempunyai rancangan sederhana dan harga yang relatif murah, hal ini menyebabkan mereka menonjol sebagai pilihan untuk digunakan dalam penyediaan perangkat *multi-sensor*⁽²⁾. Walaupun demikian penggunaan semikonduktor oksida sebagai sensor gas terus mengalami penyempurnaan khususnya sifat sensitivitas dan selektivitas yang merupakan dua isu penting dalam perangkat sensor gas.

Lapisan tipis oksida logam merupakan satu jenis dari sekian banyak bahan lapisan

tipis yang telah dikembangkan menjadi sensor gas semikonduktor. Keadaan ini dimung- kinkan karena struktur dan sifat elektrik lapisan tipis oksida dapat dikontrol dalam proses pembuatannya, sehingga dapat merubah tingkat sensitivitasnya jika berada dalam lingkungan gas.

Banyak teknik yang digunakan untuk membuat lapisan tipis (*thin film*), diantaranya adalah dengan metode *sputtering*. Metode *sputtering* mempunyai keunggulan diantaranya : dapat menyediakan bahan lapisan tipis yang beragam, padat (*dense*), memenuhi stoikiometri dan apabila proses *sputtering* telah dimatikan, maka seluruh proses deposisi akan segera berhenti ⁽³⁾.

Pada proses *sputtering*, besaran yang cukup penting adalah *sputtering yield* yang didefinisikan sebagai jumlah atom yang dipancarkan dari target per ion datang. *Sputtering yield* dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya massa ion target, massa ion penembak, energi ion datang dan suhu target, sedangkan sifat dan struktur hasil dari lapisan tipis dengan teknik *dc sputtering* dipengaruhi oleh parameter proses diantaranya : tekanan gas, waktu *sputtering*, tegangan, arus dan suhu substrat.

Pada penelitian ini telah dilakukan variasi parameter proses *sputtering* yakni tekanan dan waktu untuk memperoleh parameter proses yang tepat/kondisi optimum sehingga diperoleh lapisan tipis SnO₂ yang dapat digunakan sebagai bahan sensor gas dengan mempunyai sensitivitas tinggi.

Untuk mengetahui keberhasilan dari pembuatan lapisan tipis SnO₂ dengan DC *sputtering*, maka dilakukan karakterisasi yang meliputi : pengukuran resistansi dan sensitivitas/kepekaan tangap terhadap gas : C₂H₅OH, CO, HNO₃ dan NH₃, analisa struktur kristal, ketebalan lapisan dan komposisi kimia.

Untuk menganalisa struktur kristal digunakan alat XRD (*X-Ray Diffraction*) sedang untuk analisa struktur mikro, pengukuran tebal lapisan SnO₂ dan unsur

dari lapisan SnO₂ digunakan SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*).

Penelitian ini dilakukan dengan maksud dan tujuan untuk memperoleh pengetahuan dan penguasaan teknologi pembuatan lapisan tipis SnO₂ sebagai bahan sensor gas dengan metode *DC sputtering*. Sedang manfaatnya adalah ini dapat diperoleh suatu bahan baru yang dapat digunakan untuk pembuatan sensor gas yang mempunyai sensitivitas tinggi.

DASAR TEORI

Sistem *DC sputtering* terdiri dari dua elektroda yaitu anoda dan katoda. Pada anoda ditempatkan substrat (bahan yang akan dilapisi) yang dilengkapi dengan pemanas untuk membuka pori-pori substrat, sehingga bahan yang dideposisi di atas permukaan substrat dapat melekat lebih kuat dan tidak mudah mengelupas. Pada katoda dipasang bahan target dan dilengkapi dengan pendingin (*water cooling system*) yang berfungsi menghindarkan bahan target agar tidak meleleh akibat suhu yang terlalu tinggi.

Untuk membersihkan molekul-molekul dalam tabung reaktor plasma sehingga diperoleh tekanan yang rendah, maka dilakukan penghampaan dengan pompa rotari dan difusi hingga tekanan 10⁻⁵ Torr.

Parameter Proses Sputtering

Waktu dan tekanan 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 ⁽⁴⁾ :

$$W_0 = \frac{j_+ StA}{eN_A} \quad (1)$$

dengan: j_+ = rapat arus berkas ion (mA/cm²), S = *sputter yield* (atom/ion), t = waktu *sputtering* (detik), A = berat atom (amu), e =

muatan elektron ($1,6 \times 10^{23}$ atom/mol) dan N_A = bilangan Avogadro.

Jumlah bahan yang terpercik menempel pada substrat secara matematis diformulasikan sebagai berikut ⁽⁴⁾:

$$W \cong k \frac{W_0}{pd} \quad (2)$$

dengan k = konstanta = r_c/r_a dengan r_c dan r_a masing-masing adalah jari-jari katoda dan anoda (bernilai 1 untuk system planar), W_0 = banyak partikel yang terpercik dari satuan luas katode, p = tekanan gas lucutan (Torr) dan d = jarak antara elektroda (m)

Laju pemindahan atom permukaan yang diakibatkan oleh penembakan ion disebut sebagai hasil *sputter* (S), yang secara matematis diformulasikan sebagai ⁽⁴⁾:

$$S = \frac{\text{Atom yang dipindahkan}}{\text{Ion yang datang}} \quad (3)$$

Energi Sputtering

Pendeposisian lapisan tipis pada substrat merupakan bentuk transfer energi atau transfer momentum. Energi kinetik ion-ion positif yang tertarik ke bahan target (katoda) berasal dari medan listrik akibat beda potensial yang diberikan. Agar proses deposisi dapat terjadi, maka besar energi kinetik ion-ion positif harus lebih besar daripada energi ikat bahan target. Besarnya energi yang dipindahkan saat proses tumbukan dapat yang secara matematis dirumuskan ⁽⁴⁾:

$$E_1 = \frac{4 M_1 M_2}{(M_1 + M_2)^2} E_2 \quad (4)$$

dengan E_1 = energi kinetik partikel penumbuk, M_1 = massa partikel penumbuk, M_2 = massa partikel target, E_2 = energi yang ditransfer partikel bermassa M_1 ke atom M_2 .

Adanya tumbukan dari ion-ion positif sebesar E_1 menyebabkan atom-atom bahan target tercurungkil dan akibat adanya transfer momentum atom tersebut terpercik ke segala arah utamanya ke arah substrat. Karena proses tersebut berlangsung kontinyu selama waktu tertentu, proses pelapisan akan

berlangsung terus sehingga terjadi interdifusi antar atom hingga terbentuk suatu lapisan tipis.

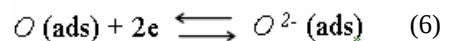
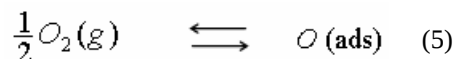
Mekanisme Serapan Gas

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 ⁽⁵⁾.

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 semi- konduktor oksida logam ⁽⁶⁾.

Serapan Gas

Pada kondisi udara normal, permukaan bahan semikonduktor terlapis 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 terserap- nya gas oksigen di atas permukaan semi- konduktor yang secara matematis dapat di tulis ⁽⁷⁾:



Pernyataan tersebut telah dibuktikan dengan analisa menggunakan *x-ray photoelektron 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 absorpsi 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 ⁽⁸⁾, 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 ⁽⁹⁾ :

$$S = \frac{\Delta R}{R_n} \times 100\% = \frac{R_n - R_g}{R_n} \times 100\% \quad (7)$$

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

TATA KERJA PENELITIAN

Pembuatan Target dan Penyiapan substrat

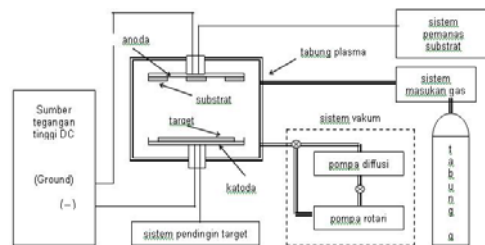
Pembuatan target SnO_2 dilakukan dengan mencampur 40 gram bubuk SnO_2 dengan alkohol sehingga diperoleh bubuk adonan yang relatif lembab untuk dapat dibuat dalam bentuk pelet, kemudian adonan tersebut dipres dengan tekanan 200 kN selama kurang lebih 5 – 10 menit sehingga diperoleh pelet SnO_2 dengan diameter 60 mm serta ketebalan 3 mm. Selanjutnya agar diperoleh pelet yang lebih keras dan tidak mudah pecah, maka target tersebut dianil pada suhu 800°C selama dua jam.

Substrat yang akan dideposisi terbuat dari kaca preparat dengan tebal 1 mm dan dipotong dengan ukuran $10 \times 20 \text{ mm}^2$. Kemudian untuk membersihkan kotoran/ lemak yang menempel di atas permukaan substrat, maka substrat dicuci detergen dan

alkohol menggunakan *ultrasonic cleaner* masing-masing selama 20 menit. Selanjutnya substrat dikeringkan menggunakan pemanas pada suhu 100°C selama 1 jam.

Pembuatan lapisan tipis SnO_2

Pada pembuatan lapisan tipis SnO_2 di atas permukaan substrat kaca terdiri dari 2 tahap yakni proses pendeposisian lapisan tipis SnO_2 dan tahap pembuatan kontak perak pada lapisan tipis. Pendeposisian dilakukan dengan bervariasi parameter proses yaitu waktu, tegangan tinggi dc (HV) dan tekanan sputtering. Skema alat DC Sputtering disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1.: Sistem DC sputtering

Proses pendeposisian lapisan tipis SnO_2 adalah sebagai berikut: memasang target SnO_2 pada katoda dan substrat kaca yang telah dibersihkan pada anoda. Kemudian 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^{-4} torr, selanjutnya gas argon dimasukkan ke dalam tabung *sputtering* hingga tekanan kerja operasi tercapai (10^{-2} torr), selanjutnya tegangan tinggi dc dihidupkan hingga mencapai tegangan 2 kV. Langkah pendeposisian diulangi untuk setiap pasangan tekanan dan waktu deposisi yaitu pada variasi tekanan : 3×10^{-2} , 4×10^{-2} , 5×10^{-2} , 6×10^{-2} , dan 7×10^{-2} Torr masing-masing dengan waktu deposisi selama : 30, 60, 90 dan 120 menit. Hal ini dilakukan untuk memperoleh data parameter proses tekanan dan waktu *sputtering* yang optimum, sehingga dihasilkan lapisan tipis

SnO_2 yang homogen di atas permukaan substrat kaca.

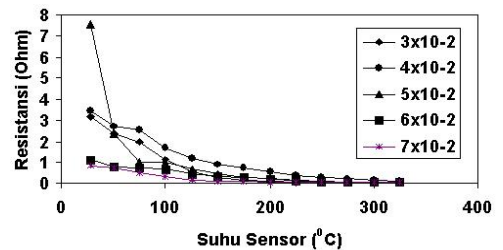
Untuk mengetahui keberhasilan pembuatan lapisan tipis dari parameter proses yaitu tekanan dan waktu deposisi, maka dilakukan pengukuran resistansi untuk menentukan suhu operasi sensor, sensitivitas terhadap gas : CO , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, HNO_3 dan NH_3 , dan juga analisa struktur kristal, struktur mikro, analisa unsur dan pengukuran tebal lapisan tipis SnO_2 .

HASIL DAN PEMBAHASAN

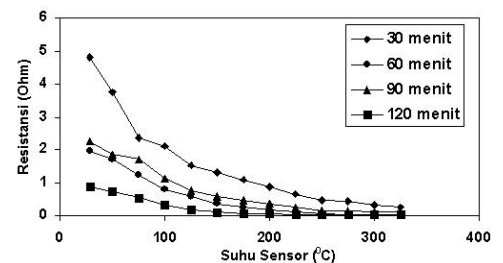
Untuk mengetahui pengaruh tekanan dan waktu sputtering SnO_2 terhadap resistansi dan sensitivitas sensor gas dengan variasi tekanan : 3×10^{-2} , 4×10^{-2} , 5×10^{-2} , 6×10^{-2} , dan 7×10^{-2} Torr masing-masing dengan waktu deposisi selama : 30, 60, 90 dan 120 menit, maka dilakukan karakterisasi yang meliputi: pengukuran resistansi, suhu sensor, sensitivitas, analisa struktur kristal, analisa struktur mikro, analisa unsur dan tebal lapisan tipis SnO_2

Penentuan Resistansi dan Suhu Sensor

Pengukuran resistansi (R) untuk menentukan suhu operasi sensor dilakukan dengan cara bervariasi suhu mulai dari suhu kamar 29°C - 350°C dengan kenaikan suhu tiap 25°C . Pemilihan batas maksimal suhu 350°C dikarenakan SnO_2 tergolong semikonduktor oksida logam yang memiliki gejala efek konduktansi permukaan (*surface conductance effect*) sehingga memiliki unjuk kerja yang sangat baik sebagai sensor gas pada suhu antara $(200-400)^\circ\text{C}$ (Cobos, 2001). Pengukuran resistansi sensor gas SnO_2 dengan tekanan dan waktu yang divariasi terhadap suhu seperti yang disajikan pada Gambar 2a dan 2b.



Gambar 2a. : Pengaruh resistansi lapisan tipis SnO_2 terhadap suhu untuk berbagai variasi tekanan sputtering



Gambar 2b. : Pengaruh resistansi lapisan tipis SnO_2 terhadap suhu untuk berbagai variasi waktu sputtering

Pada Gambar 2a dan 2b. menunjukkan bahwa besarnya resistansi terendah dicapai pada tekanan sputtering 7×10^{-2} torr dengan waktu selama 120 menit. Ini menunjukkan bahwa bahan sensor gas SnO_2 yang telah diteliti dengan variasi waktu dan tekanan sputtering menghasilkan nilai resistansi terendah/terbaik dicapai pada tekanan 7×10^{-2} torr dengan waktu selama 120 menit. Hal ini terjadi pada tekanan sputtering 7×10^{-2} torr, gas argon yang dimasukkan ke dalam tabung sputtering sebagai gas pembawa muatan jumlahnya semakin besar bila dibanding dengan tekanan yang lain, akibatnya jumlah atom-atom SnO_2 yang terpercik (*sputtering yield*) dari target menuju substrat juga semakin banyak. Demikian juga dengan bertambahnya waktu sputtering menjadi 120 menit, maka jumlah atom-atom yang menuju substrat akan bertambah semakin banyak. Akibat dari pengaruh dari kedua parameter tersebut akan menghasilkan atom-atom

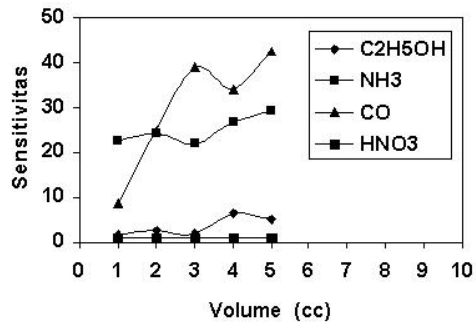
SnO_2 yang terkumpul di atas permukaan substrat semakin besar sehingga berpengaruh terhadap naiknya konduktivitas atau menurunnya resistansi bahan sensor.

Penurunan resistansi bahan semikonduktor SnO_2 juga dipengaruhi oleh kenaikan suhu. Tetapi walaupun suhu terus dinaikkan penurunan nilai resistansi akan semakin kecil dan menuju kondisi yang stabil. Hal ini sebagai akibat adanya migrasi elektron dari pita valensi menuju ke pita konduksi (menjadi elektron bebas). Pada keadaan suhu 250 – 325 $^{\circ}\text{C}$ penurunan nilai resistansi telah menunjukkan kestabilan. Hal ini berarti bahwa nilai resistansi pada kondisi tertentu nilainya sudah tidak terpengaruh oleh kenaikan suhu, pada kondisi rentang suhu tersebut bahan SnO_2 dapat berfungsi sebagai sensor gas karena perubahan nilai resistansi tidak dipengaruhi oleh panas tetapi disebabkan adanya proses serapan gas yang mengenai permukaan bahan sensor.

Apabila suhu sensor terus dinaikkan, maka resistansi kembali menunjukkan gejala kenaikan hal ini sesuai pendapat Gaskov dan Rumyantseva (1999) yang mengatakan bahwa hal tersebut dapat terjadi karena pada suhu di atas suhu operasi sensor, oksigen yang teradsorpsi akan menarik elektron dari bagian dalam butir yang mengakibatkan pertambahan ketebalan lapisan deplesi yang terlalu besar sehingga seluruh butir akan berada pada daerah bebas/kosong elektron yang menyebabkan peningkatan resistivitas.

Sensitivitas Sensor Gas SnO_2 untuk Berbagai Gas Uji

Pengujian sensitivitas sensor gas SnO_2 menggunakan 4 jenis gas yaitu $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, NH_3 , HNO_3 , dan CO . Keempat gas uji tersebut dipilih berdasar pertimbangan sebagai gas polutan. Grafik hubungan antara sensitivitas terhadap volume gas disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Hubungan antara sensitivitas terhadap volume gas : O_2 , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, NH_3 dan HNO_3

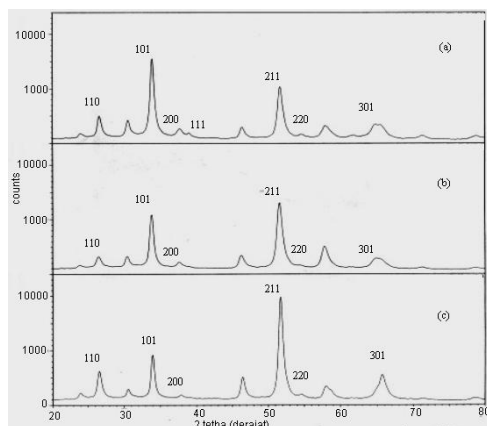
Gambar 3. menunjukkan bahwa sensor gas SnO_2 yang telah dibuat mempunyai respon terbaik untuk $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (alkohol) pada konsentrasi 5.529 ppm (1 cc) dengan sensitivitas tertinggi 46,95 % dan gas NH_3 dengan berkonsentrasi terkecil 5.529 ppm (1 cc) dengan sensitivitas tertinggi 41,91 %. Hal ini karena molekul oksigen (O) pada etanol akan mengikat molekul oksigen (O) pada permukaan sensor gas menjadi O_2 dan memberi pengaruh terhadap penurunan resistansi demikian juga untuk gas NH_3 , karena molekul hidrogen (H_2) dari NH_3 akan mengikat molekul oksigen (O) pada permukaan sensor menjadi H_2O maka akibatnya akan memberikan efek penurunan resistansi yang menyebabkan kenaikan sensitivitas sensor.

Untuk mendeteksi gas HNO_3 , sensor gas dari bahan SnO_2 mempunyai respon kecil dengan sensitivitas 0,98 %, hal ini terjadi karena molekul oksigen (O) pada HNO_3 akan terikat pada molekul oksigen (O) di permukaan sensor menjadi O_2 yang berpengaruh terhadap kenaikan resistansi. Naiknya resistansi bahan sensor karena gas ini akan mengikat lebih banyak elektron bebas di permukaan sensor mengakibatkan jumlah elektron bebas berkurang dan bertambahnya panjang lapisan deplesi dan penghalang antar butir, sehingga terjadi penurunan sensitivitas.

Analisis dengan X-Ray Diffraction

Untuk mengetahui struktur kristal lapisan tipis SnO_2 yang dihasilkan dari proses sputtering sebagai bahan sensor gas, maka dilakukan analisis menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). Adapun bahan sensor yang diuji adalah sensor SnO_2 dengan sensitivitas paling optimum yang diperoleh dengan waktu sputtering 120 menit pada tekanan operasi masing-masing adalah : 3×10^{-2} , 5×10^{-2} dan 7×10^{-2} Torr.

Telah diketahui bahwa SnO_2 berstruktur tetragonal, maka orientasi kristalnya dapat diketahui berdasarkan parameter kisi $a = b \neq c$ dan sudut 2θ untuk tiap puncak intensitas. Perolehan orientasi kristal didapatkan melalui dua metode, yaitu pencocokan jarak antar atom hasil spektrum energi sinar-x dengan jarak antar atom pada tabel JCPDS, dan perhitungan pencarian konstanta kisi menggunakan metode eliminasi terhadap nilai setiap hkl (diketahui sudut 2θ , λ panjang gelombang Cu). Grafik hubungan intensitas terhadap sudut 2θ disajikan pada Gambar 4:



Gambar 4. Hasil defraksi sinar-X dari lapisan tipis SnO_2 dengan waktu sputtering 120 menit pada tekanan sputtering (a) 3×10^{-2} Torr, (b) 5×10^{-2} Torr dan (c) 7×10^{-2} Torr

Hasil difraksi sinar-x dari lapisan tipis SnO_2 terhadap sudut 2θ dengan waktu

sputtering 120 menit pada tekanan sputtering (a) 3×10^{-2} Torr, (b) 5×10^{-2} Torr dan (c) 7×10^{-2} Torr di sajikan pada Gambar 4. Adapun ketiga sensor gas dari bahan SnO_2 hasil sputtering dengan variasi tekanan operasi adalah sebagai berikut :

Gambar 4a. waktu sputtering 120 menit, tekanan sputtering 3×10^{-2} Torr. Didapatkan bidang-bidang SnO_2 adalah [110], [101], [200], [111], [211], [220], [301]. Puncak tertinggi pada sudut $2\theta = 33,8997^\circ$ pada bidang [101].

Gambar 4b. waktu sputtering 120 menit, tekanan sputtering 5×10^{-2} Torr. Didapatkan bidang-bidang SnO_2 adalah [110], [101], [200], [211], [220], [301]. Puncak tertinggi pada sudut $2\theta = 51,6064^\circ$ pada bidang [211].

Gambar 4c. waktu sputtering 120 menit, tekanan sputtering 7×10^{-2} Torr. Didapatkan bidang-bidang SnO_2 adalah [110], [101], [200], [211], [220], [301]. Puncak tertinggi pada sudut $2\theta = 51,7173^\circ$ pada bidang [211].

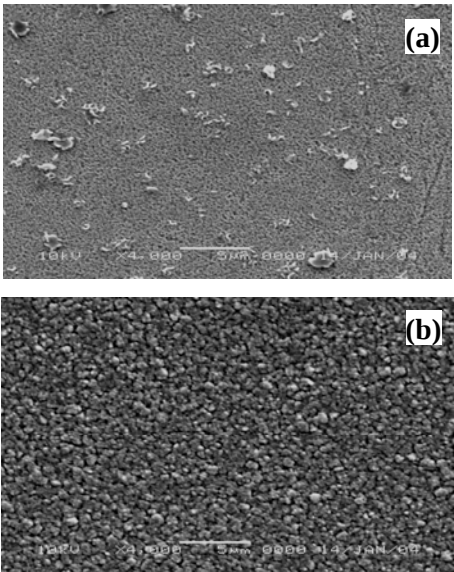
Dari ketiga sensor memperlihatkan adanya struktur kristal SnO_2 yang berbeda yaitu : Gambar 4a pada tekanan 3×10^{-2} Torr bidang 101 mencapai puncak tertinggi pada posisi sudut $2\theta = 33,8997^\circ$ dan mengalami penurunan intensitas secara berturut-turut dan penurunan terendah seperti disajikan pada Gambar 4b dan Gambar 4c. Sedangkan untuk bidang [211] mengalami kenaikan intensitas berturut-turut dari seperti disajikan pada Gambar 4a, Gambar 4b dan mencapai puncak tertinggi pada Gambar 5c pada posisi $2\theta = 51,7173^\circ$.

Fenomena penurunan dan kenaikan intensitas pada masing-masing sensor dipengaruhi oleh tekanan deposisi. Karena tekanan deposisi akan menentukan banyaknya atom-atom SnO_2 yang terdeposit di atas permukaan substrat, semakin rendah tekanan deposisi maka atom-atom SnO_2 yang terdeposit akan semakin banyak, ini sesuai pendapat Wasa, K., Hayakawa, S yang menyatakan bahwa tekanan sputtering berpengaruh terhadap jumlah bahan yang

terdeposit pada substrat seperti yang disajikan pada persamaan (2). Dengan semakin banyaknya atom-atom yang terdeposit akan berpengaruh terhadap tumbuhnya atom-atom SnO₂ di atas permukaan substrat yang semakin rapi/teratur dengan teraturnya atom-atom tersebut maka akan mempertinggi intensitas.

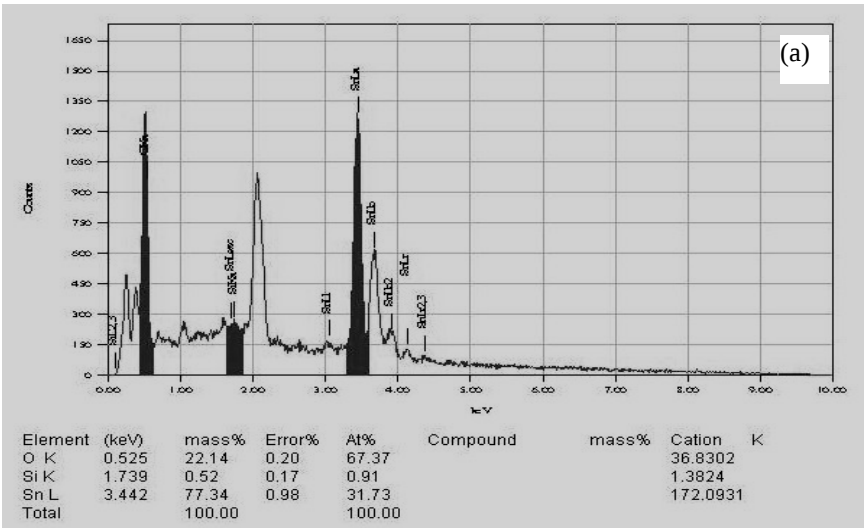
Analisis Unsur dan Struktrur mikro dengan SEM-EDS

Morfologi permukaan pada lapisan tipis SnO₂ hasil *DC sputtering* ditunjukkan oleh Gambar 5a dan 5b. Dari Gambar 5a menunjukkan bahwa pada deposisi 30 menit, butir-butir SnO₂ yang terdeposit terlihat lebih kecil dan rapat dibandingkan pada deposisi 120 menit yang ditunjukkan pada Gambar 5b. Hal ini terjadi karena waktu untuk deposisi masih terlalu rendah sehingga atom-atom yang terdeposit masih sedikit . Tetapi setelah waktu deposisi ditingkatkan menjadi 120 menit, maka selain akan meningkatkan jumlah atom SnO₂ di atas permukaan juga dengan bertambahnya waktu deposisi akan menyebabkan terjadinya panas yang timbulkan oleh proses deposisi tersebut. Dengan timbulnya panas akibat proses deposisi akan berpengaruh terhadap ukuran butir atom SnO₂ yang semakin besar.

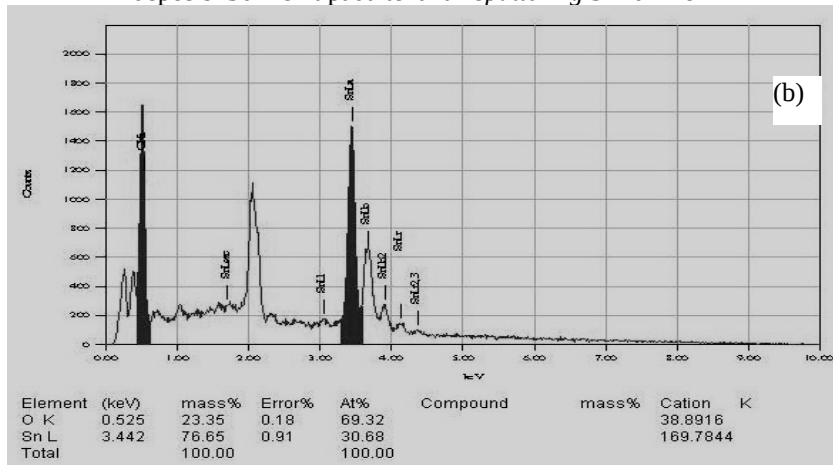


Gambar 5. Morfologi permukaan lapisan tipis SnO₂ hasil *DC sputtering* dengan waktu deposisi 30 menit dan waktu 120 menit pada tekanan *sputtering* 7×10⁻² Torr dengan pembesaran 4.000 kali

Hasil analisa unsur lapisan tipis SnO₂ dari hasil *sputtering* menggunakan EDS (*Electron Dispersive X-Ray Spectroscopy*) disajikan pada Gambar 6a. dan 6b.

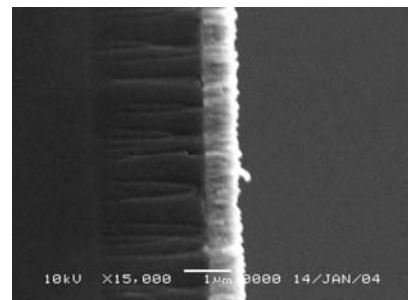


Gambar 6a. Analisis unsur lapisan tipis SnO_2 hasil *DC sputtering* dengan waktu deposisi 30 menit pada tekanan *sputtering* 3×10^{-2} Torr

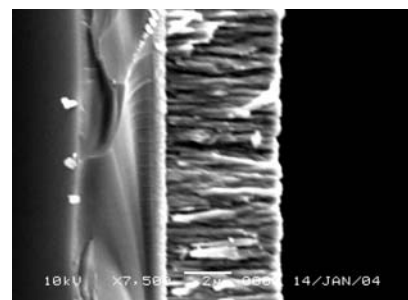


Gambar 6b. Analisis unsur lapisan tipis SnO_2 hasil *DC sputtering* dengan waktu deposisi 120 menit pada tekanan *sputtering* 7×10^{-7} Torr.

Pada Gambar 6a menunjukkan perbandingan % atom untuk unsur Sn dan O pada lapisan tipis SnO_2 hasil *sputtering*. Dari analisis unsur dengan EDS tersebut menunjukkan bahwa banyaknya atom O sebesar 67,37 %, atom Si 0,91 % dan atom Sn 31,73 % yang berarti setiap atom Sn mengikat 2 atom oksigen, kemudian munculnya atom Si menunjukkan terdeteksinya atom substrat sebagai bahan induk. Hal ini terjadi karena waktu deposisi yang relatif pendek (30) menit membuat atom-atom SnO_2 yang terdeposisi belum mampu menutup seluruh permukaan substrat. Sedang pada Gambar 6b. menunjukkan bahwa banyaknya atom O sebesar 69,32 %, dan atom Sn 30,73. Setelah waktu deposisi dinaikan dari 30 menit menjadi 120 menit, maka atom-atom SnO_2 yang terdeposit di atas permukaan substrat semakin banyak hal ini akan berpengaruh pada naiknya prosentase unsur O dan penurunan unsur Sn. Dalam hal ini unsur Si sudah tidak terdeteksi lagi karena seluruh permukaan substrat telah dipenuhi oleh atom SnO_2 yang semakin rapat.



(a) Perbesaran 15000 kali



(b) Perbesaran 7500 kali

Gambar 7. Tebal lapisan tipis SnO_2 hasil *DC sputtering* dengan waktu deposisi 30 menit dan waktu deposisi 120 menit pada tekanan *sputtering* 7×10^{-2} Torr

Pada pengukuran tebal lapisan tipis SnO_2 pada substrat kaca yang dipotong melintang diperoleh dari hasil SEM tipis seperti terlihat pada Gambar 7a dan 7b berikut ini:

Pada Gambar 7a dan 7b menunjukkan waktu *sputtering* sangat berpengaruh terhadap tebal lapisan yang terbentuk. Waktu deposisi yang semakin lama akan menambah ketebalan lapisan tipis SnO_2 . Untuk waktu deposisi 30 menit diperoleh tebal lapisan SnO_2 sebesar $\pm 0,8 \mu\text{m}$ dan setelah waktu deposisi dinaikkan sampai 120 menit, maka tebal lapisan menjadi $4,5 \mu\text{m}$. Hal ini terjadi karena waktu deposisi yang semakin lama, maka atom-atom target yang tersputter/terpercik menuju substrat akan semakin banyak oleh karena energinya sama (2 kV, arus 10 mA) sehingga terjadi pengumpulan atom-atom SnO_2 di atas permukaan tertentu yang menyebabkan lapisan SnO_2 semakin tebal.

KESIMPULAN

Penelitian pengaruh tekanan dan waktu *sputtering* terhadap lapisan tipis SnO_2 sebagai bahan dasar sensor gas menghasilkan kesimpulan sebagai berikut :

1. Telah berhasil dibuat lapisan tipis SnO_2 hasil *DC sputtering* sebagai bahan dasar sensor gas dengan suhu operasi sensor gas SnO_2 adalah 275°C .
2. Sensor gas SnO_2 yang dibuat dengan waktu *sputtering* 120 menit dan tekanan *sputtering* 3×10^{-2} Torr mempunyai sensitivitas terbaik untuk gas $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ dengan sensitivitas 46,95 % dan gas NH_3 dengan sensitivitas 41,91 % serta kurang respon terhadap gas HNO_3 karena hanya mempunyai sensitivitas 0,98 %.
3. Tekanan dan waktu deposisi mempunyai pengaruh terhadap tebal lapisan yang terbentuk. Semakin lama waktu deposisi maka lapisan tipis SnO_2 yang terbentuk akan semakin tebal. Untuk waktu deposisi selama 30 menit

menghasilkan tebal lapisan sebesar $\pm 0,8 \mu\text{m}$ dan setelah waktu deposisi ditambah menjadi 120 menit maka menghasilkan tebal lapisan sebesar $\pm 4,5 \mu\text{m}$.

UCAPAN TERIMA KASIH

Dengan telah 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. TAMAKI, J., XU, C., MIURA, N., YAMAZOE, N., *Grain Size Effects on Gas Sensitivity of Porous SnO_2 -based Elements*, Sensors and Actuators B, 3, 147-155, 1991.
2. COSANDEY, F., SKANDON, G., SINGHAL, A, *Material and Processing Issues in Nanostructured Semiconductor Gas Sensors*, The Minerals, Metals and Materials Society, 2000.
3. MARDARE, D., RUSU, G.L., *Structural and Electrical Properties of TiO_2 RF Sputtered Thin Films*, Materials Science and Engineering, B75, 68-71, 2000.
4. WASA, K., HAYAKAWA, S., *Handbook of Sputter Deposition Technology: Principles, Technology and Application*, Noyes Publication, New Jersey, 1992.
5. MYASEDOV, B.F., DAVYDOVS, A.V., *Chemical Sensors Potentialities and Prospect*, Zh. Anal. Khim, Vol. 45, No. 7, 1259-1278., 1990.
6. OSCIK, J., *Adsorption*, Ellis Horwood Limited Publisher, Chichester, John Willey and Son, New York, USA, 1982.
7. MROWEC, S., *Defect and diffusion in solids*, Elsevier Scientific Publishing Company, Polandia, 1980
8. GAS'KOV, A.M., RUMYANTSEVA, M.N., *Materials for Solid-State Gas Sensors*, Inorganic Materials, Vol. 36, No. 3, 293-301, 2000.

9. XU, C., TAMAKI, J., MIURA, N., YAMAZOE, N., *Grain Size Effect on Gas Sensitivity of Porous SnO₂ Based Element*, Sensor and Actuators B, 147-155, 1991.