

# Pengaruh Ketebalan Terhadap Nilai Resistansi Lapisan Tipis Seng Sulfoftalosianin (ZnPcSn) Sebagai Prototipe Detektor Ozon

Anggriana Novitasari<sup>1)\*</sup>, Masruroh<sup>2)</sup>, Rachmat Triandi Tjahjanto<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Program Studi Magister Ilmu Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya

<sup>2)</sup> Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya

<sup>3)</sup> Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya

Diterima 06 Juli 2015, direvisi 24 Agustus 2015

## ABSTRAK

Lapisan tipis ZnPCSn dapat dikembangkan sebagai prototipe detektor gas ozon. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari hubungan antara ketebalan dan nilai resistansi lapisan tipis ZnPCSn pada paparan ozon. Lapisan tipis ZnPCSn dideposisikan pada substrat *printed circuit board* (PCB) dengan berbagai variasi ketebalan dengan teknik evaporasi vakum. Morfologi lapisan tipis diobservasi dengan *scanning electron microscope* (SEM). Foto SEM menunjukkan bahwa semakin tebal lapisan, maka pori-pori yang terbentuk semakin besar dan ketebalan lapisan semakin merata. Untuk memperoleh nilai resistansi, lapisan ZnPCSn dipapar dengan ozon selama 30 menit secara terus menerus. Semakin tebal lapisan ZnPCSn maka semakin banyak molekul ZnPCSn yang terdapat dalam lapisan, sehingga semakin besar interaksi dengan ozon dan menyebabkan penurunan nilai resistansi lapisan. Penurunan nilai resistansi ini mengindikasikan bahwa lapisan tipis ZnPCSn memiliki kemampuan sebagai detektor ozon.

**Kata kunci** : lapisan tipis ZnPCSn, substrat PCB, evaporasi vakum, variasi ketebalan, ozon, nilai resistansi

## ABSTRACT

Thin film of ZnPCSn was developed as a prototype for ozone detector. This study aimed to investigate the relationship thickness of thin film of ZnPCSn along with resistance value toward ozone exposure. The ZnPCSn thin film was deposited on a printed circuit board (PCB) substrate with various thickness using vacuum evaporation technique. The morphology of the thin film was observed using scanning electron microscope (SEM). The SEM images of ZnPCSn thin film showed that thicker layer of thin film led to greater pore and uniform distributed layer. To obtain the resistance value, ZnPCSn thin film was exposed to ozone for 30 minutes continuously. Ozone was synthesized by ozonator from air. Thicker film with higher ZnPCSn content had more intensive interaction with ozone. Higher interaction with ozone led to the increasing value of generated current, indicated by the decreasing of the thin film resistance value. This result demonstrated that the ZnPCSn thin film has promising potential as ozone detector.

**Keywords** : ZnPCSn thin film, PCB substrate, vacuum evaporation, thickness variations, resistance value

## PENDAHULUAN

Ozon (O<sub>3</sub>) adalah oksidator kuat yang bisa bereaksi dengan senyawa kimia lain membentuk oksida yang beracun. Ozon bersifat sangat reaktif dan berbahaya bagi kesehatan manusia jika terhirup karena menyebabkan

iritasi mata dan gangguan pernafasan [1]. Paparan ozon selama 8 jam dengan konsentrasi 100 ppb ditetapkan sebagai ambang batas konsentrasi yang belum mengganggu kesehatan manusia [2]. Ozon dengan Konsentrasi 5-50 ppb termasuk dalam udara tidak tercemar, sedangkan pada konsentrasi 65-180 ppb termasuk dalam udara tercemar [3]. Oleh sebab itu diperlukan alat yang dapat mendeteksi kadar ozon pada udara bebas. Berbagai metode dikembangkan untuk mendeteksi kadar ozon di

\*Corresponding author:

E-mail: poenyaita1982@gmail.com

udara bebas.

Metode yang sering digunakan adalah berbasis sensor antara lain sensor elektrolit padat [1, 4], sensor elektrokimia basah [5], sensor oksida logam [1] dan sensor semi-konduktor organik [4]. Penelitian ini menggunakan sensor semi-konduktor organik karena memiliki kelebihan dapat dioperasikan pada temperatur rendah di bawah 200°C bahkan pada suhu kamar dan memiliki sensitivitas tinggi [6] selain itu biaya pembuatan dan perawatannya lebih murah dan mudah [7].

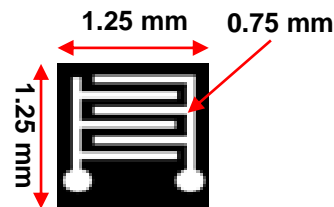
Elemen dasar dari pembuatan sensor semi-konduktor organik adalah pembuatan lapisan tipis pada substrat [7]. Lapisan tipis pada substrat dapat dimanfaatkan sebagai sensor gas karena dapat mengadsorpsi gas pengoksidator pada permukaannya sehingga mengalami perubahan resistansi dan konduktivitas listrik [8, 9]. Lapisan tipis ini yang akan mendeteksi gas hingga 50 ppb dan akan semakin meningkat jika ketebalan lapisan tipis meningkat [5].

Teknik deposisi pada penelitian ini dengan metode evaporasi vakum (*vacuum evaporation*). Keuntungan dari metode evaporasi vakum adalah kemurnian material yang dideposisikan lebih tinggi dibanding metode lain serta lapisan yang diperoleh lebih halus, kebersihan lingkungan pada proses pembuatan dan pertumbuhan lapisan terjaga baik, prosesnya cepat dan mudah [10].

Material lapisan tipis pada penelitian ini adalah seng ftalosianin (ZnPc) yang dimodifikasi dengan reaksi sulfonasi yaitu penggantian satu atom H dengan satu gugus sulfonil [11, 12]. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh ketebalan lapisan tipis ZnPcSn terhadap morfologi dan nilai resistansi lapisan tipis ZnPcSn dengan adanya paparan ozon.

## METODE PENELITIAN

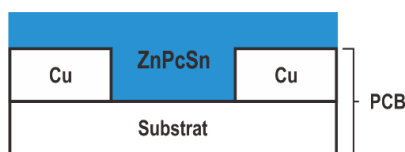
**Persiapan Substrat.** Pembuatan layout design dengan pola interdigital ditunjukkan pada Gambar 1. Pola dicetak pada kertas krukut, film photoresist positif ditempel pada permukaan PCB. Pola diletakkan di atas PCB yang telah terlapsi film photoresist kemudian dipapar lampu UV selama 4-7 menit. Tahap selanjutnya dietsa dengan larutan FeCl<sub>3</sub> 10%.



Gambar 1. Desain elektroda dengan pola interdigital

**Modifikasi ZnPc.** ZnPc 0,3 g dilarutkan dalam 20 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, di refluks pada suhu 100°C selama 2 jam sambil diaduk. Campuran hasil refluks didinginkan sampai mencapai temperatur ruang sambil diaduk. Tambahkan air dingin sebanyak 100 mL, tahap selanjutnya tambahkan larutan NaOH 6 M hingga pH larutan menjadi 7-7,9. Larutan dipanaskan pada suhu 105°C sampai terbentuk padatan. Padatan yang dihasilkan dilarutkan dengan NaOH 0,1 M sebanyak 50 mL dan HCl 0,1 M sebanyak 50 mL untuk mengendapkan garam Seng sulfoftalosianin (ZnPcSn). ZnPcSn yang dihasilkan kemudian disaring, dikeringkan dalam oven dengan suhu 105°C hingga diperoleh massa konstan dan dikarakterisasi dengan FTIR [11, 12].

**Deposisi ZnPcSn.** Penumbuhan lapisan tipis dilakukan dengan teknik evaporasi vakum menggunakan vakum evaporator. Mula Mula PCB dibersihkan dengan acetone kemudian dikeringkan. Proses selanjutnya adalah deposisi ZnPcSn (5 mg) pada substrat PCB menggunakan seperangkat vakum evaporator dengan pompa vakum (tekanan maksimum hampir  $4 \times 10^{-4}$  torr) dengan tegangan 1 Volt. Jarak antara material deposit dan substrat adalah 3 cm. Variasi waktu deposisi yang digunakan adalah 3, 5 dan 7 menit. Lapisan tipis yang telah dilapsi ZnPcSn dilakukan proses pemanilan dengan suhu 100°C selama 5 jam dengan menggunakan oven. Morfologi permukaan lapisan diamati dengan Scanning Electron Microscopy (SEM) Hitachi TM 3000 Tabletop Microscope.



Gambar 2. Diagram struktur lapisan pada Substrat PCB dengan teknik evaporasi vakum

## Pengukuran Nilai Resistansi Lapisan

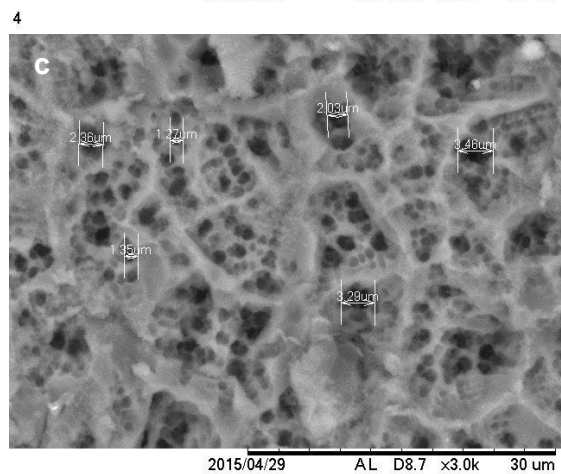
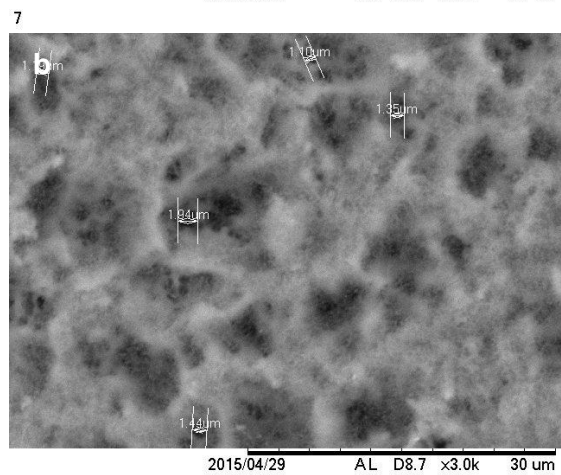
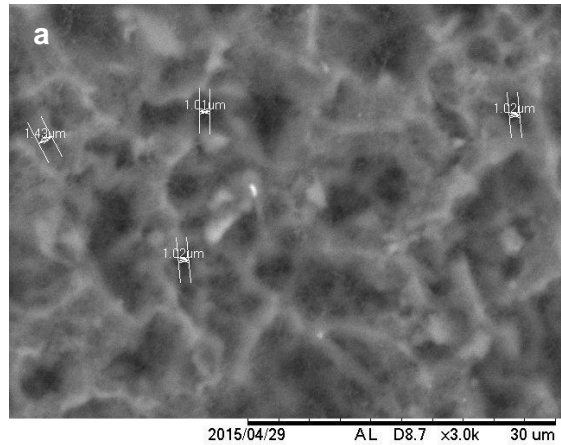
**Tipis ZnPcSn dengan Paparan Ozon.** Ozon disintesis dari udara bebas menggunakan alat ozonator dengan laju alir 363 mL/menit secara kontinyu. Udara diserap dengan menggunakan pompa udara dan masuk ke dalam reaktor ozon. Dalam reaktor ozon terjadi reaksi pembentukan ozon dengan lucutan listrik yang dibangkitkan dengan tegangan sebesar 3,3 V [13]. Lapisan tipis yang dipapar dengan ozon diukur perubahan resistansinya pada waktu ke- 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20, 25 dan 30 menit sebanyak 2 kali pengukuran.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Pertumbuhan lapis tipis ZnPcSn dengan evaporasi vakum, selama proses deposisi diduga partikel uap dari ZnPc mengalami nukleasi lapisan berupa pulau pada permukaan substrat. Pertumbuhan lapisan pulau ini mengalami peningkatan ukuran seiring dengan bertambahnya jumlah material dan lamanya waktu pendeposisian hingga menutupi permukaan substrat. Hanya saja, pulau tersebut tidak dapat bergabung secara sempurna atau membentuk lapisan yang kontinyu, yang menyebabkan munculnya celah atau pori [14]

Pada proses deposisi lapisan tipis dengan menggunakan teknik evaporasi vakum waktu deposisi adalah sebanding dengan ketebalan. Gambar 3 menunjukkan foto morfologi permukaan lapisan tipis ZnPcSn. Semakin lama waktu deposisi rongga atau pori-pori yang terbentuk semakin besar dan semakin banyak. Serat-serat yang terbentuk pada permukaan substrat tidak teratur dengan ukuran berbeda sehingga terlihat seperti serabut. Pada lapisan yang tebal jumlah molekul ZnPcSn yang terdeposisi lebih banyak sehingga energi yang terserap molekul pada proses pemanilan adalah kecil sedangkan lapisan yang lebih tipis jumlah molekul ZnPcSn yang terdeposisi lebih sedikit sehingga energi yang terserap molekul pada proses pemanilan adalah besar. Besarnya energi yang berpengaruh pada fragmentasi serat-serat. Semakin besar energi maka fragmentasi yang terjadi semakin banyak sehingga ukuran serat yang dihasilkan semakin kecil. Banyaknya jumlah pori yang terdapat pada lapisan tipis memungkinkan gas untuk lebih mudah teradsorpsi ke dalam lapisan tipis. Hal tersebut menunjukkan bahwa lapisan tipis

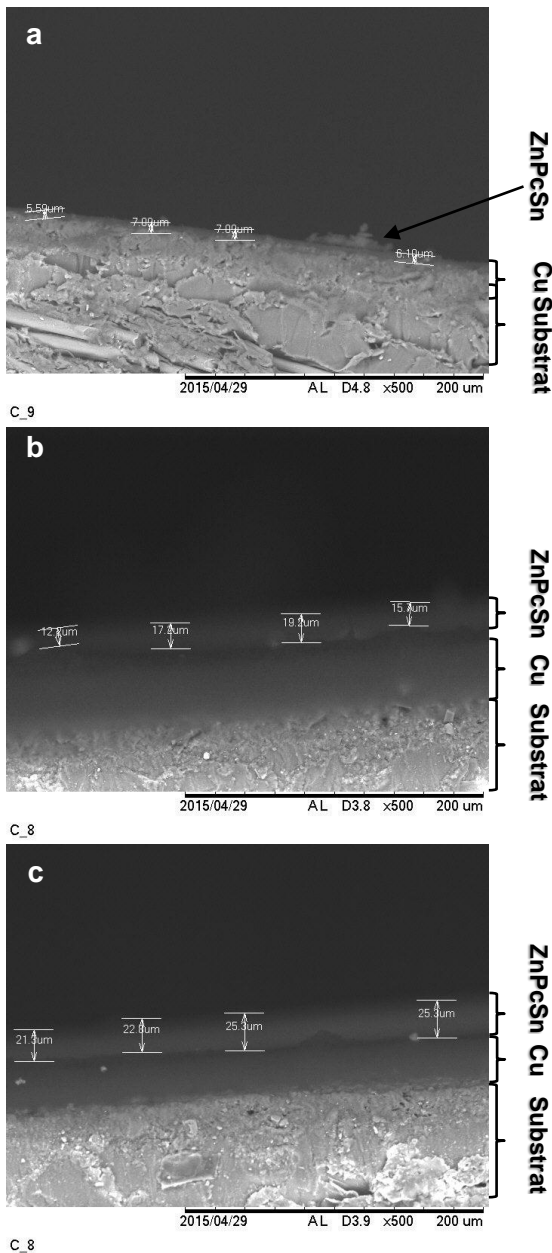
ZnPcSn memiliki kemampuan yang baik sebagai detektor ozon.



**Gambar 3.** Hasil foto SEM yang menunjukkan rongga lapisan tipis ZnPcSn waktu deposisi (a) 3 menit, (b) 5 menit, dan (c) 7 menit

Gambar 4 menunjukkan foto penampang melintang lapisan tipis ZnPcSn untuk waktu deposisi (a) 3 menit, (b) 5 menit dan (c) 7 menit. Semakin tebal lapisan, maka ketebalan lapisan

semakin merata. Hal ini disebabkan karena pada lapisan yang tebal jumlah molekul ZnPcSn lebih banyak sehingga nukleasi lapisan sehingga ukuran pori lebih homogen selain itu pada proses pemanilan energi yang diserap lebih besar sehingga fragmentasi serabut lebih banyak yang menyebabkan serabut berukuran lebih pendek.

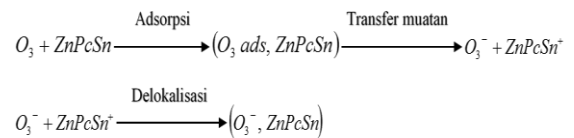


**Gambar 4.** Hasil penampang melintang dari SEM yang menunjukkan ketebalan lapisan tipis ZnPcSn (a) 5,59  $\mu\text{m}$  – 7,00  $\mu\text{m}$ , (b) 12,2  $\mu\text{m}$  – 19,2  $\mu\text{m}$ , dan (c) 23,3  $\mu\text{m}$  – 26,3  $\mu\text{m}$

Ketidakhomogenan ketebalan lapisan juga bisa disebabkan oleh permukaan substrat yang

tidak rata. Gambar 4 menunjukkan bahwa semakin homogen ketebalan elektroda Cu maka ketebalan lapisan semakin merata.

Lapisan tipis ZnPcSn merespon adanya pengaruh paparan ozon dengan perubahan nilai resistansi. Adanya respon lapisan terhadap gas disebabkan oleh adanya mekanisme reaksi oksidasi dan reduksi antara lapisan tipis ZnPcSn dan gas  $\text{O}_3$  yang dapat diketahui dari pengukuran sifat listrik lapisan. Interaksi antara lapisan tipis ZnPcSn dan gas  $\text{O}_3$  digambarkan pada perumusan kimia berikut [13]:

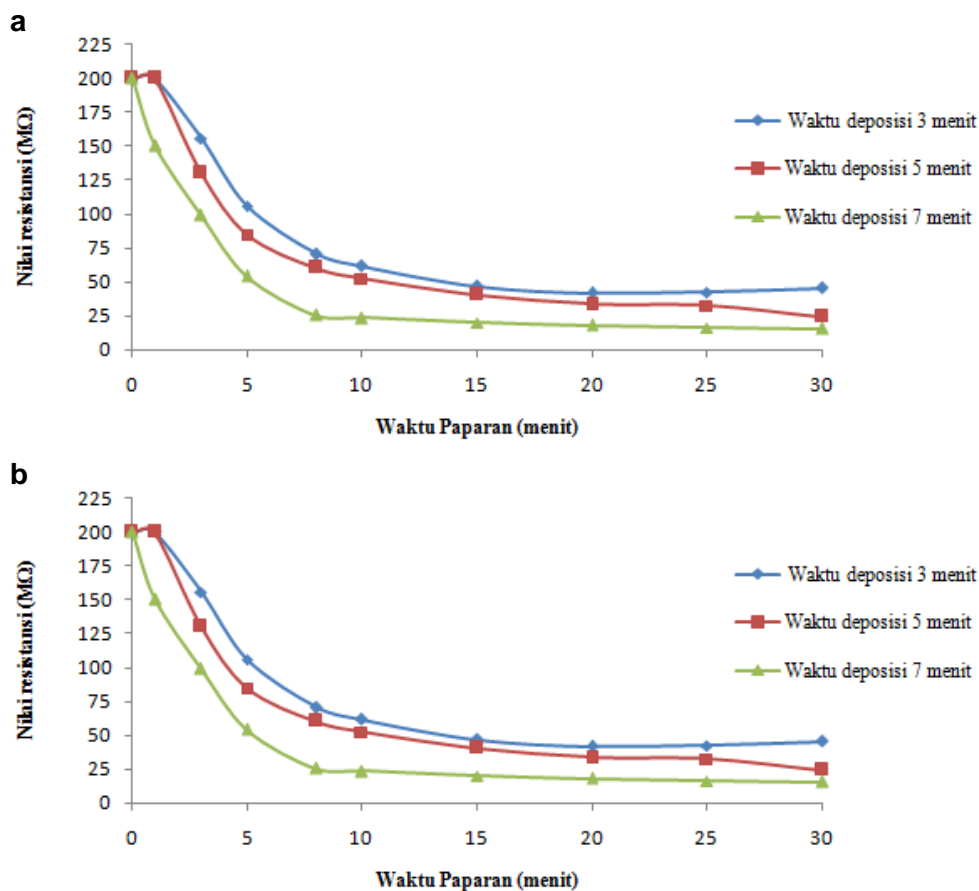


Ozon yang teradsorpsi pada pori-pori lapisan tipis ZnPcSn akan bertindak sebagai akseptor elektron. Perpindahan elektron ini akan menghasilkan banyak hole sehingga terjadi transfer muatan yang menyebabkan molekul ozon membentuk  $\text{O}_3^-$  sedangkan elektron-elektron pada lapisan ZnPcSn mengalami delokalisasi sehingga mudah bergerak dan menghasilkan arus listrik.

Penurunan nilai resistansi yang tidak konstan pada lapisan diperkirakan disebabkan oleh perbedaan ukuran pori-pori permukaan lapisan dan sifat molekul ozon sendiri yang dapat terdekomposisi. Ukuran diameter pori lapisan yang besar menyebabkan molekul ozon yang dipaparkan masuk melalui pori-pori lapisan, teradsorpsi oleh lapisan kemudian dapat dengan mudah meninggalkan lapisan.

Ozon memiliki sifat bahwa anionnya ( $\text{O}_3^-$ ) bersifat tak stabil secara kimia, yang memungkinkannya berdisosiasi menjadi spesi oksigen  $\text{O}^-$  dan  $\text{O}_2^-$ . Molekul  $\text{O}_3$  hanya memiliki kemungkinan yang kecil untuk berdifusi ke dalam volume lapisan dibandingkan dengan  $\text{O}$  dan  $\text{O}_2$  [1].

Sehingga, untuk mengetahui pengaruh ketebalan lapisan ZnPcSn terhadap nilai resistansi, dibuat tiga lapisan tipis ZnPcSn dengan ketebalan yang berbeda. Ketiga lapisan ZnPcSn dideposisikan pada tekanan yang sama (tekanan maksimum hampir  $4 \times 10^{-4}$  torr) dengan tegangan yang sama (1 volt), tapi lapisan dideposisikan selama 3 menit, 5 menit dan 7 menit. Pada ketiga lapisan tersebut dilakukan pengukuran resistansi terhadap waktu, sehingga diperoleh hasil seperti pada Gambar 5.



**Gambar 5.** Kurva hubungan nilai resistansi dan ketebalan lapisan tipis ZnPCSn setelah proses pemanilan 100°C selama 5 jam dengan paparan ozon (a) Pengukuran 1 dan (b) Pengukuran 2

Pengukuran  $t = 0$  terhadap lapisan tipis ZnPCSn sebagai nilai resistansi awal yaitu resistansi lapisan sebelum adanya paparan ozon memberikan nilai resistansi lapisan  $> 200 \text{ M}\Omega$ . Hal ini disebabkan oleh alat multimeter dengan maksimum R yang bisa terukur adalah  $\leq 200 \text{ M}\Omega$ .

Pengukuran  $t = 1 - 4$  menit masih blm stabil, hal tersebut kemungkinan disebabkan karena proses penggantian molekul  $\text{O}_2$  yang terikat pada permukaan ZnPCSn dengan molekul  $\text{O}_3$ . Pada waktu pemaparan ke 5 menit hingga 30 menit menunjukkan resistansi lapisan tipis yang terukur lebih stabil. Hal tersebut kemungkinan disebabkan lapisan tipis telah mencapai kesetimbangan dimana molekul  $\text{O}_2$  pada permukaan ZnPCSn telah tergantikan oleh molekul gas  $\text{O}_3$ . Pada Gambar 5 menunjukkan bahwa semakin tebal lapisan maka nilai resistansi yang semakin rendah. Hal tersebut disebabkan semakin tebal lapisan maka semakin banyak molekul ZnPCSn yang terdepositasi. Semakin banyak molekul ZnPCSn

akan memperbesar interaksi dengan molekul  $\text{O}_3$ . Semakin besar interaksi molekul  $\text{O}_3$  semakin tinggi sensitivitasnya terhadap ozon sehingga nilai konduktivitas meningkat dan menghasilkan nilai resistansi lebih rendah.

**Tabel 1.** Hasil pengukuran nilai resistansi terhadap Lapisan Tipis ZnPCSn dengan paparan ozon

Ketebalan ( $\mu\text{m}$ )	Nilai Resistansi Terendah ( $\text{M}\Omega$ )
5,59 – 7,00	31.1
12,2 – 19,2	12.2
23,3 – 26.3	6.8

### KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa ketebalan lapisan tipis akan mempengaruhi morfologi permukaan lapisan tipis ZnPCSn. Semakin tebal lapisan akan menghasilkan ukuran pori-pori lapisan yang semakin besar dan ketebalan semakin

homogen. Hal ini berpengaruh terhadap respon lapisan tipis ZnPCSn terhadap ozon. Semakin tebal lapisan maka semakin banyaknya molekul ZnPCSn yang membentuk lapisan sehingga memperbesar interaksinya dengan ozon. Semakin besar interaksi dengan ozon maka nilai resistansi akan menurun. Penurunan nilai resistansi ini menunjukkan bahwa lapisan tipis ZnPCSn memiliki kemampuan yang baik sebagai detektor ozon.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih ditunjukkan kepada Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi (DIKTI) melalui Beasiswa Pendidikan Pascasarjana Dalam Negeri (BPPDN) yang telah mendanai penelitian ini.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Brunet, J., A. Pauly, L. Mazet, J.P. Germain, M. Bouvet dan B. Malezieux (2005). Improvement in Real Time Detection and Selectivity of Phthalocyanine Gas Sensors Dedicated to Oxidizing Pollutants Evaluation, *Thin Solid Films*, **490**, 28-35.
- [2] Rom, W.N. (2007). *Environmental and Occupational Medicine*, third edition. Lippincott Williams and Wilkins, USA.
- [3] Bouvet, M., G. Guillaud, A. Leroy, A. Maillard, S. Spirkovitch dan F.G. Tournilhac (2000). Phthalocyanine-based Field Effect Transistor as Ozone Sensor, *Sensors and Actuators B.*, **73**, 63-70.
- [4] Gunawan, B (2010) *Teknologi Sensor Kimia*, MAWAS Edisi Juni, 1-9.
- [5] Schütze, A., U. Weber, J. Zacheja, D. Kohl, W. Mokwa, M. Rospert dan J. Werno (1993), A New Microstructured Silicon Substrate for Ultrathin Gas-Sensitive Films, *Sensors and Actuators A.*, **37-38**, 751-755.
- [6] Lee, Y.L., C.Y. Sheu dan R.H. Hsiao (2004), Gas Sensing Characteristics of Copper Phthalocyanine Films: Effects of Film-Thickness and Sensing Temperature, *Sensors and Actuators B.*, **99**, 281-287.
- [7] Nasikhudin dan K. Triyana (2010) Fabrikasi dan karakterisasi prototipe sensor gas NO<sub>2</sub> berbasis Lapisan Tipis Copper Phthalocyanine sebagai Sensor gas yang Dapat bekerja Pada Temperatur Ruang, *Prosiding Seminar Nasional MIPA, Universitas Negeri Malang*.
- [8] Faassen, E. dan H. Kerp (2002), Explanation of The Low Oxygen Sensitivity of Thin Film Phthalocyanine Gas Sensors, *Sensors and Actuators B.*, **88**, 329-333.
- [9] Ho, K. dan Y. Tsou (2001), Chemiresistor-type NO Gas Sensor Based on Nickel Phthalocyanine Thin Films, *Sensors and Actuators B*, **77**, 253-259.
- [10] Ohring, M (2002). *Material Science of Thin Films Deposition and Structure Second Edition*, Academic Press, San Diego, United State of America.
- [11] Matlaba, P.M. (2002) *Synthesis of Zinc Phthalocyanine Derivatives for Possible Use in Photodynamic Therapy*, Department of Chemistry, Rhode University, Grahamstown
- [12] Siejak, A., D. Wróbel, P. Siejak, B. Olejarz dan R.M. Ion (2009), Spectroscopic and Photoelectric Investigations of Resonance Effects in Selected Sulfonated Phthalocyanines, *Dye and Pigments.*, **83**:281-290
- [13] Ratnawati, D.G. (2014), Study of Suspension Concentration Effect to the Electrical Resistance of Zinc Sulphophthalocyanine ZnPCSn Thin Film as Prototype of Ozone Detector, *J. Pure App. Chem. Res.* **3**:70-75
- [14] Robiandi, Fadli (2014), Pengaruh laju deposisi terhadap morfologi lapisan Zinc Phthalocyanine (ZnPc) diatas permukaan polistiren/QCM dengan proses evaporasi vakum, *Natural B*, **2**(4): 336-342.