

The Effect of Pre-annealing Temperature on Structural Characteristics of ZnO Thin Films Deposited by Sol-Gel Method

Mursal & Evi Yufita

Laboratorium Fisika Material

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Syiah Kuala, Banda Aceh 23111

E-mail : eviyufita@yahoo.com

Diterima (27 September), direvisi (15 Oktober 2015)

Abstract. The effect of annealing temperature on characteristics of ZnO thin films deposited by sol-gel spin coating technique had been investigated. ZnO films were deposited on preparat glasses 2 cm x 2 cm substrate. The precursor was prepared by dissolved ZnAc in ethenol and dietilane glocol (DEG). Precursor was then drop on substrate and spun for 20 s. Pre-annealing process was done at various temperature of 150⁰C, 200⁰C, and 250⁰C for 1 h. Then, ZnO films were annealed at 600⁰C for 1 h. Microstructure and surface morphology of the films were tested using XRD and AFM measurement respectively. The result showed that ZnO films have hexagonal structure with lattice constant of $a = 3,252$ $b = 3,253$ $c = 5,209$ ($c/a = 1,601$). We found that microstructure and surface morphology of ZnO films were strongly depend on pre-annealing temperature.

Keywords: *Thin film, ZnO, sol-Gel method, pre-annealing*

Abstrak. Pengaruh temperature pre-annealing terhadap struktur lapisan tipis ZnO yang dideposisi dengan metode *Sol-Gel* (spin coating) telah diteliti. Lapisan tipis ZnO dideposisi di atas substrat kaca preparat berukuran 2 cm x 2 cm. Pembuatan prekursor dilakukan dengan melarutkan ZnAc dengan pelarut etanol dan dietilene glikol (DEG). Proses deposisi precursor di atas substrat dilakukan dengan cara penetesan, kemudian diputar selama 20 detik dengan menggunakan spinner. Proses pre-annealing dilakukan selama 1 jam, dengan variasi temperatur 150⁰C, 200⁰C, dan 250⁰C. Selanjutnya dilakukan proses annealing pada temperatur 600⁰C selama 1 jam. Struktur mikro dan topografi permukaan lapisan tipis ZnO diuji masing-masing dengan menggunakan XRD dan AFM. Hasil penelitian menunjukkan bahwa lapisan tipis ZnO yang ditumbuhkan memiliki struktur heksagonal dengan parameter kisi $a = 3,252$ $b = 3,253$ $c = 5,209$ ($c/a = 1,601$). Temperatur pre-annealing mempengaruhi struktur mikro dan topografi permukaan lapisan tipis ZnO.

Kata kunci: *film tipis, ZnO, metode Sol-Gel, pre-annealing*

PENDAHULUAN

Sintesa dan karakterisasi seng oksida (ZnO) dengan berbagai teknik telah menarik perhatian para peneliti dikarenakan prospek aplikasi dan pengembangan material ini sangat luas [1]. ZnO memiliki celah pita langsung yang lebar (3,37 eV) dan energi ikat yang besar (60 meV). Dengan karakteristik tersebut, ZnO menjadi salah satu material yang sangat menjanjikan untuk diaplikasikan pada berbagai komponen optoelektronika, seperti sensor optik dan pemancar cahaya [2]. Disamping itu, ZnO juga dapat diaplikasikan pada *devis surface acoustic wave* (SAW), sensor gas, dan devis piezoelektrik [3-7 dalam k.j. chen]. ZnO dapat dideposisi dengan berbagai teknik, baik teknik vakum, maupun non vakum.

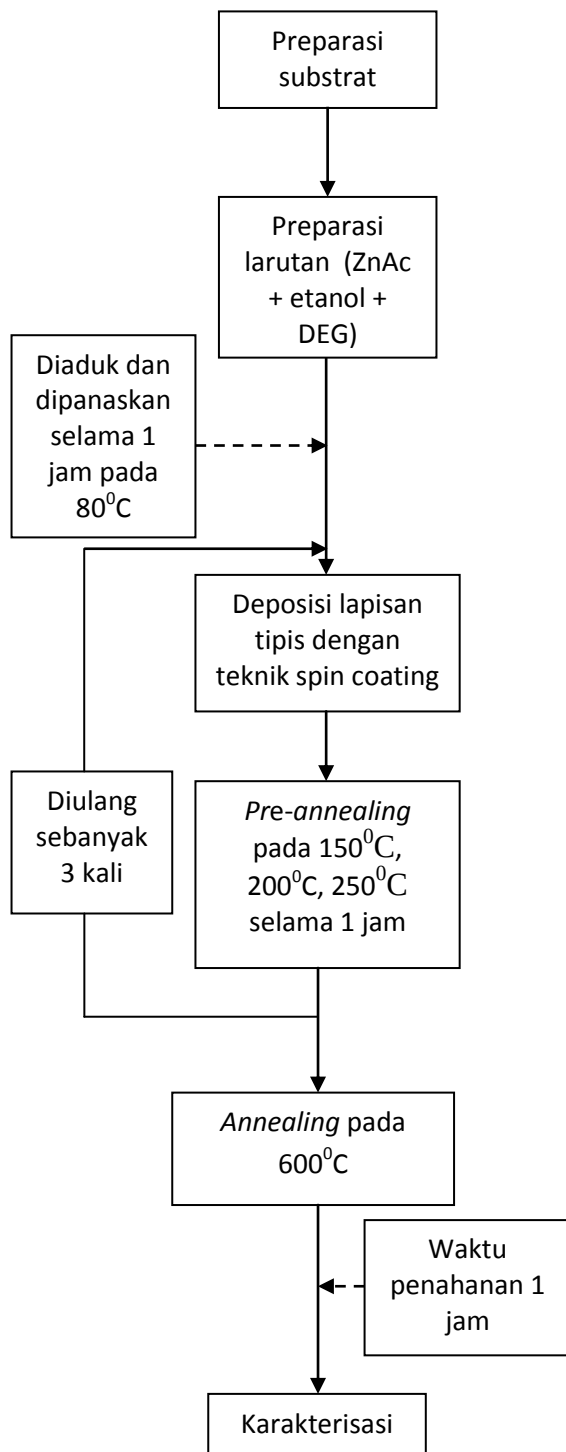
Diantara teknik-teknik tersebut, metode sol gel menjadi salah satu pilihan cerdas dikarenakan metode ini relatif sederhana dan murah. Akan tetapi kualitas kristalisasi ZnO yang dipreparasi dengan metode sol gel tidak begitu baik bila dibandingkan dengan metode vakum. Salah satu parameter penting dalam proses sol gel adalah perlakuan panas (*pre-annealing* dan *annealing*). Berbagai penelitian tentang pengaruh temperatur annealing terhadap karakteristik ZnO telah dilakukan. Dari penelitian-penelitian tersebut dapat disimpulkan bahwa temperatur annealing dapat mempengaruhi strukturmikro, sifat optik, dan sifat listrik lapisan tipis ZnO. Akan tetapi penelitian tentang pengaruh temperatur *pre-annealing* terhadap karakteristik ZnO belum banyak dilakukan. Oleh karena itu, pada tulisan ini kami sajikan hasil kajian kami tentang bagaimana pengaruh temperatur *pre-annealing* terhadap struktur ZnO, mengingat temperatur *pre-annealing* juga merupakan parameter penting dalam proses *sol gel*.

METODE PENELITIAN

Lapisan tipis ZnO dideposisikan di atas substrat kaca preparat berukuran 2 cm x 2 cm dengan teknik *spin coating*. Sebelum dilakukan proses deposisi, substrat dibersihkan terlebih dahulu menggunakan methanol dan akuades untuk mencegah terjadinya kontaminasi zat organik maupun anorganik.

Pembuatan prekursor dilakukan dengan melarutkan 6 gram ZnAc yang sebelumnya telah digerus, dengan pelarut etanol 60 ml dan *diethylene glycol* (DEG) 15 ml. Larutan prekursor diaduk dan dipanaskan menggunakan *hot plate magnetic stirrer* selama 1 jam hingga terbentuk suspensi ZnO. Selanjutnya, larutan prekursor disaring menggunakan penyaringan vakum. Proses deposisi prekursor di atas substrat dilakukan secara statis, yaitu dengan meneteskan prekursor di atas substrat terlebih dahulu, kemudian dispin (diputar) selama 20 detik dengan menggunakan spinner, hingga terbentuk lapisan tipis.

Proses *pre-annealing* dilakukan dengan cara memanaskan sampel (lapisan tipis) selama 1 jam, dan didinginkan kembali hingga mencapai temperatur ruang. Temperatur *pre-annealing* divariasikan dari 150°C sampai 250°C dengan laju kenaikan temperatur 5°C per menit. Kemudian dilakukan proses *annealing* pada temperatur 600°C selama 1 jam, lalu temperatur diturunkan perlahan hingga mencapai temperatur ruang. Prosedur penelitian lebih rinci dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Diagram alir prosedur penelitian.

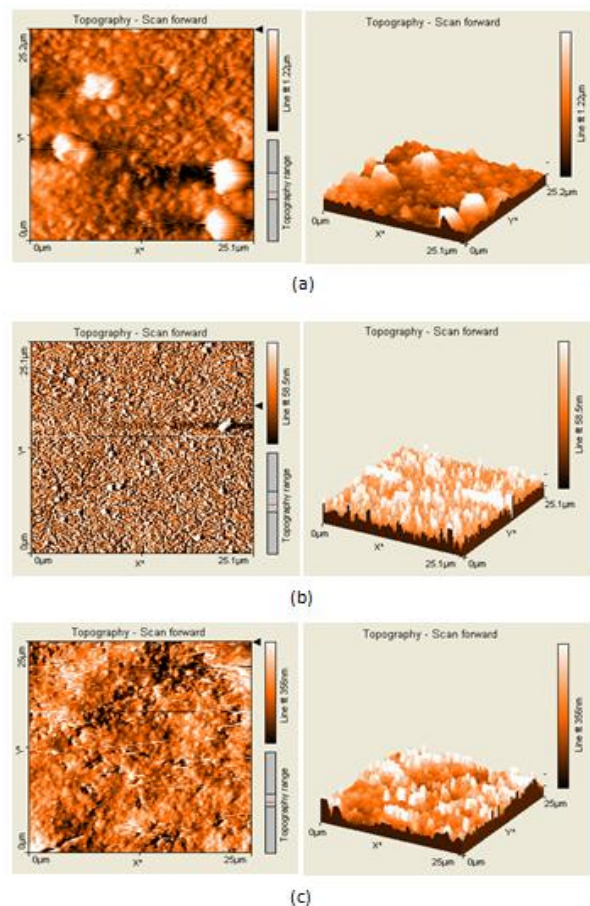
Struktur mikro lapisan tipis ZnO diuji dengan menggunakan difraktometer sinar-X (XRD Shimadzu, D6000). Disamping itu, dilakukan juga pengamatan

terhadap struktur permukaan lapisan dengan menggunakan peralatan *Atomic Force Microscopy* (AFM NanoSurf, EasyScan 2).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis morfologi permukaan

Temperatur *pre-annealing* sangat mempengaruhi morfologi permukaan lapisan tipis ZnO yang terbentuk, seperti ditunjukkan pada Gambar 2. Gambar ini diperoleh melalui pengujian menggunakan AFM.



Gambar 2. Morfologi lapisan tipis ZnO yang *diannealing* pada temperatur 600°C dengan variasi temperatur *pre-annealing* (a) 150°C, (b) 200°C dan (c) 250°C.

Morfologi permukaan lapisan tipis ZnO memiliki topografi yang beragam dan tingkat kekasaran yang berbeda. Pada lapisan dengan temperatur *pre-annealing* 150°C, permukaan yang dihasilkan tidak merata dan tampak adanya granular yang berukuran relatif besar. Pada lapisan dengan temperatur *pre-annealing* 200°C terlihat topografi permukaan yang lebih rata dengan ukuran granular yang relatif lebih kecil dibandingkan lapisan dengan temperatur *pre-annealing* 150°C. Sedangkan pada lapisan dengan temperatur *pre-annealing* 250°C memperlihatkan topografi paling rata dibandingkan dengan dua lapisan sebelumnya.

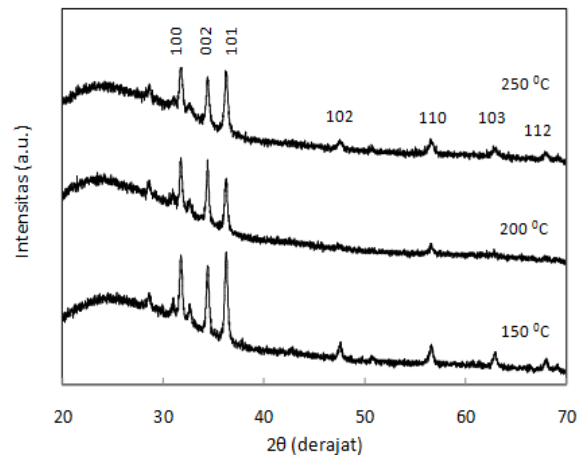
Nilai karakteristik topografi lapisan tipis ZnO dengan temperatur *pre-annealing* yang bervariasi ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Nilai karakteristik topografi permukaan lapisan tipis ZnO dengan temperatur *pre-annealing* yang berbeda.

No	Temperatur <i>pre-annealing</i> (°C)	Puncak Maksimum (nm)	Lembah Minimum (nm)	Kekasaran Permukaan Rata-rata (nm)
1	150	1500	-750	150
2	200	67000	-411	47
3	250	98	-79	38

Kekasaran permukaan lapisan tipis ZnO mengalami penurunan dengan meningkatnya waktu penahanan. Hal ini disebabkan pemberian temperatur yang lebih tinggi dapat membuat atom-atom tersusun teratur sehingga akan menghasilkan struktur permukaan yang lebih baik.

Analisa Struktur Mikro Lapisan Tipis ZnO



Gambar 3. Pola difraksi sinar-X (XRD) lapisan tipis ZnO yang dideposisi dengan teknik Sol Gel - *spin coating* dengan waktu *pre-annealing* yang bervariasi.

Analisa struktur mikro dilakukan berdasarkan hasil pengujian menggunakan difraktometer sinar-x (XRD). Gambar 3 memperlihatkan pola XRD lapisan tipis ZnO dengan temperatur *pre-annealing* 150, 200, dan 250 °C.

Berdasarkan pola difraksi XRD, diketahui bahwa lapisan tipis ZnO telah mengalami kristalisasi dengan baik, ditandai dengan munculnya tujuh puncak difraksi, masing-masing pada sudut 2θ: 31.75°, 34.41°, 36.23°, 47.51°, 56.56°, 62.86°, dan 67.94°. Dari ketiga sampel lapisan tipis ZnO tersebut terlihat tiga puncak difraksi tertinggi, yang berada pada sudut 2θ: 31.72°, 34.39°, dan 36.21° dengan indeks bidang (hkl) masing-masing (101), (200) dan (101).

Hasil pencocokan menggunakan software JCPDF.Win menunjukkan bahwa struktur kristal lapisan tipis ZnO adalah heksagonal dan parameter kisinya $a = 3,253$ $b = 3,253$ $c = 5,209$ ($a/c = 1.601$). Indeks bidang (hkl) dan nilai *full width at half maximum* (FWHM) dari kristal ZnO untuk masing-masing puncak difraksi ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Indeks bidang (hkl) kristal ZnO

No	Sudut 2θ (derajat)	hkl	FWHM		
			150 °C	200 °C	250 °C
1	31,7	100	0.370	0.671	0.716
2	34,4	002	0.349	0.601	0.628
3	36,2	101	0.356	0.585	0.611
4	47,5	102	0.426	0.510	0.623
5	56,5	110	0.429	0.665	0.722
6	62,8	103	0.411	0.693	0.692
7	67,9	112	0.452	0.693	0.655

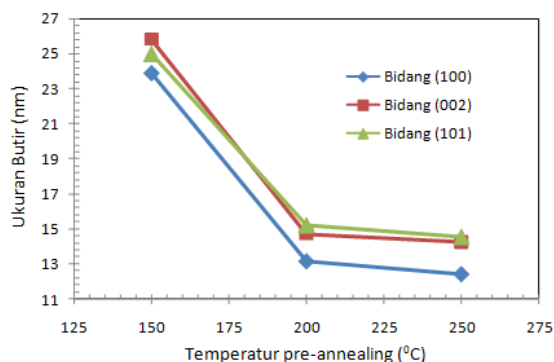
Ukuran Butir

Ukuran butir ZnO ditentukan berdasarkan nilai *FWHM* untuk masing-masing puncak pada pola difraksi yang diperoleh melalui pengukuran XRD. Ukuran butir ZnO dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer.

$$d = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos \theta_B},$$

dimana λ adalah panjang gelombang sinar-x (1,54 Å), θ_B adalah sudut difraksi Bragg, dan β adalah nilai *FWHM* dari puncak-puncak difraksi.

Dari perhitungan diperoleh ukuran butir kristal ZnO seperti ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Ukuran butir lapisan tipis ZnO dengan temperatur *pre-annealing* yang bervariasi yaitu 150°C, 200°C dan 200°C

Berdasarkan perhitungan dari ketiga sampel dengan bidang hkl (100), (002), dan (101). Perhitungan menggunakan persamaan Sheerer, ukuran butir terbesar rata-rata diperoleh pada sampel dengan temperatur *pre-annealing* 150°C. Dan ukuran butir terkecil diperoleh pada sampel dengan temperatur *pre-annealing* 250°C. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur yang diberikan maka ukuran butir yang diperoleh pada suatu lapisan akan semakin kecil.

KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah berhasil ditumbuhkan lapisan tipis ZnO dengan metode Sol Gel - Spin coating dengan kecepatan putaran 3300 rpm dan dengan variasi temperatur *pre-annealing* dari 150°C, 200°C, dan 250°C dan temperatur *post-annealing* 600°C, dengan hasil karakterisasi diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

Berdasarkan pengujian XRD diperoleh bahwa lapisan tipis ZnO yang ditumbuhkan, memiliki struktur heksagonal yang sesuai dengan teori dengan parameter kisi $a = 3,252$ $b = 3,253$ $c = 5,209$ ($c/a = 1,601$). Selain itu puncak difraksi pada lapisan tipis ZnO dengan temperatur *pre-annealing* 150°C intensitas tertinggi diperoleh pada bidang hkl (101) dengan sudut $2\theta = 36,2^\circ$ dan nilai *FWHM* = 0,35690, sedangkan yang temperatur *pre-annealing* 200°C intensitas tertinggi diperoleh pada bidang hkl (002) dengan sudut $2\theta = 34,4^\circ$ dan dengan nilai *FWHM* = 0,60170 dan yang temperatur *pre-annealing* 250°C diperoleh intensitas tertinggi pada bidang hkl (101) dengan sudut $2\theta = 36,2^\circ$ dan nilai *FWHM* = 0,61140

Berdasarkan hasil AFM, semakin tinggi suhu *pre-annealing* diperoleh bahwa morfologi permukaan lapisan tipis ZnO semakin merata dengan nilai kekasaran permukaan masing-masing 150°C = 150nm, 200°C = 47nm, dan 250°C = 38nm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Mariam, S.Si atas bantuan dalam preparasi sampel sol gel dan Dr. Zulkarnain Jalil (FMIPA Unsyiah) atas diskusi hasil pengujian difraksi sinar-X.

DAFTAR PUSTAKA

- Adi Muhamad, k dkk. 2007. *Efek Magneto Optis Pada Lapisan Tipis (ZnO)*. Jurusan fisika, fmipa: Universitas Diponegoro
- Adyana Igusti A. P dkk. 2009. *Pengaruh Ketebalan Lapisan Penyangga Ganterhadap Struktur Kristal Dan Sifat Optik Film Tipis Gan Ditumbuhkan Dengan Metode Pulsed Laser Deposition*. Departemen Fisika, FMIPA-Universitas Udayana: Kampus Bukit Jimbaran, Buleleng, Denpasar, Bali
- Annisa Aprilia dkk. 2010. *Preparasi Lapisan Tipis ZnO Transparan Menggunakan Metode Sol-Gel Beserta Karakterisasi Sifat Optiknya*. Fisika FMIPA: Institut Teknologi Bandung
- Akmal, R. 2011. *Pengaruh Temperatur Annealing Terhadap Karakteristik Lapisan Tipis ZnO:Al*. Skripsi. Jurusan Fisika Fakultas MIPA Universitas Syiah Kuala, Darussalam-Banda Aceh.
- Arthur Beiser. 1999. *Konsep Fisika Modern Edisi Ke Empat*. Erlangga.
- Huriawati, Farida. 2009. *Sintesis film Tipis BST didadah Niobium dan Tantalum Serta Aplikasinya Sebagai Sensor Cahaya*. Tesis. Biofisika, Pascasarjana, IPB, Bogor
- Sinaga P. 2009. *Pengaruh Temperatur Annealing Terhadap Struktur Mikro, Sifat Listrik dan Sifat Optik dari Film Tipis Oksida Konduktif Transparan ZnO:al Yang dibuat Dengan Teknik Screen Printing*. FPMIPA: Universitas Pendidikan Indonesia
- Rosa Erlyta, S. 2007. *Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel ZnO*. Pendidikan Teknik Elektro: Bandung
- Vivitalia. 2011. *Pengaruh Konsentrasi Doping Al Terhadap Karakteristik Lapisan Tipis ZnO:Al* Skripsi. Jurusan Fisika Fakultas MIPA Universitas Syiah Kuala, Darussalam-Banda Aceh.
- Suprpto, dkk. 2006. *Karburasi Baja St 40 Dengan Teknik Sputtering*. BATAN: Yogyakarta
- Azhan, S. 2010. *Sintesis Lapisan ZnO Dengan Metode Sol-gel Spincoating Dan Karakterisasi Sifat Optiknya* Fisika MIPA: Surabaya
- Srinafasan, G and Kumar, J. 2006. *Optical and Structural Characterisation of Zinc Oxide Thin Films Prepared by Sol-gel Process*. Anna University: India