

PENGARUH TEMPERATUR ANNEALING TERHADAP SIFAT OPTIK LAPISAN TIPIS $TiN DIOXIDE$ (SnO_2)

Tari Rafika Rahman¹⁾, Asnawi²⁾

¹⁾ Mahasiswa Prodi S1-Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email : tari.rafika.112@gmail.com

²⁾ Dosen Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email : asnawi_unesa@yahoo.co.id

Abstrak

Penelitian ini dilaksanakan untuk mendiskripsikan pengaruh temperatur *annealing* terhadap sifat optik lapisan tipis SnO_2 . Deposisi lapisan tipis dilakukan dengan teknik *spin coating* pada substrat kaca dengan 3 variasi kecepatan putar 1500 rpm, 2000 rpm, 2500 rpm, dan temperatur *annealing* 100°C, 150°C dan 200°C. Pengukuran ketebalan lapisan tipis SnO_2 dilakukan menggunakan Ellipsometer SpecEI-2000, dimana setiap bertambahnya temperatur *annealing*, ketebalan lapisan tipis akan semakin berkurang (semakin tipis). Yang memiliki rentang ketebalan 83.8 nm dan 79.5 nm. Nilai indeks bias pada temperatur *annealing* 100°C, 150°C dan 200°C kecepatan putar 2000 rpm secara berurutan adalah 1.90, 1.80 dan 1.86. Uji Spektrofotometri UV-Vis menunjukkan nilai transmitansi berbanding terbalik dengan nilai absorpsi. Transmitansi maksimal 88% pada temperatur *annealing* 150°C panjang gelombang 300 nm. Struktur permukaan lapisan tipis dari hasil SEM menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur pemanasan terjadi pengumpulan atau *aglomerasi* dan beberapa kekosongan lapisan SnO_2 akibat penguapan. Karena semakin bertambahnya temperatur *annealing* menyebabkan lapisan tipis SnO_2 semakin kering dan cepat mengelupas.

Kata Kunci : Temperatur Annealing, SnO_2 , sifat optik

Abstract

Research carried out is this "skripsi" is to know and analyzed the effect of temperatur annealing for optical properties of SnO_2 thin film. SnO_2 thin films were deposited on glass substrates by using Spin Coating technique with rotation speed 1500 rpm, 2000 rpm and 2500 rpm on heating temperature 100°C, 150°C and 200°C. Measurement of thickness by Ellipsometer SpecEI-200 were analyzed that increasing heating temperature the thickness of thin films are decreasing. Namely at annealing temperature 100 ° C - 200 ° C at a rotational speed of 1500 rpm 83.8, 82.5, 80.9, at 2000 rpm 83.6, 83.3, 80.0 nm rotational speed and at 2500 rpm rotational density 83.3, 82.4, 79.5 nm. Refractive index, at annealing temperature 100°C, 150°C and 200°C is 1.90, 1.80, 1.86. UV-Vis spectrophotometry test showed that the value of transmittance is inversely proportional to its absorpsity value. With maximum transmittance of 88% at annealing temperature of 150 °C at 300 nm wavelength. Surface structural of thin film showed increasing annealing temperature were clumping or agglomeration and vacuum of SnO_2 coating due to evaporation when heated. Due to the increasing temperature of the heating will cause the thin layer of SnO_2 will be dry and quickly peel.

Keywords : Annealing Temperature, SnO_2 , Optical Properties

PENDAHULUAN

Penelitian awal untuk *device* berbasis optik dilakukan dengan penelitian pandu gelombang. Pandu gelombang adalah sebuah medium yang digunakan untuk memandu gelombang, seperti gelombang elektromagnetik atau gelombang suara. Pandu gelombang yang digunakan berbeda-beda disesuaikan dengan jenis gelombang yang akan dipandu. Pandu gelombang memiliki bentuk geometri yang berbeda-beda yang dapat menahan energi dalam satu dimensi seperti pandu gelombang yang berbentuk lempeng (slab *waveguide*) atau dalam dua dimensi seperti dalam fiber atau *channel waveguide*. Selain itu, pandu gelombang yang berbeda digunakan untuk memandu gelombang dengan frekuensi yang berbeda-beda. Umumnya struktur pandu gelombang terdiri dari 3

lapisan yaitu substrat, *film*, dan kover dengan indeks bias n_s , n_f dan n_c sebagai tempat transmisi cahaya. Transmisi cahaya pada daerah *film* hanya terjadi jika nilai $n_f > n_s > n_c$ dan ukuran filmnya lebih tebal dari ukuran kritis.

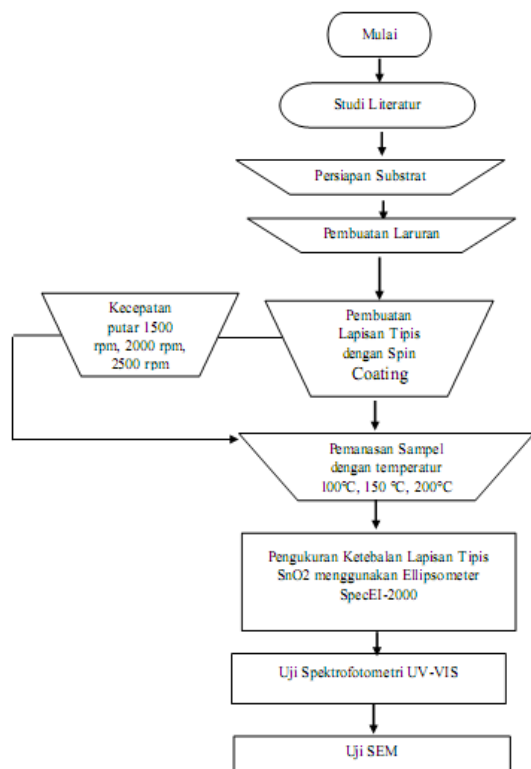
Bahan yang digunakan untuk pandu gelombang dalam adalah SnO_2 yang memiliki sifat tak linier. Sifat bahan tak linier yang mengalami perubahan suseptibilitas optik seiring perubahan intensitas dan fenomena yang terjadi pada pandu gelombang merupakan hal yang menarik untuk diteliti. SnO_2 merupakan bahan semikonduktor dengan lebar celah energi gap yaitu lebih besar dari 3,6 eV pada temperatur ruang dengan struktur tetragonal (Yıldırım dkk, 2012). Selain itu SnO_2 merupakan bahan oksida konduktif *transparan* (*Transparent conducting oxides*), karakteristik sifat yang menonjol dari material oksida konduktif *transparan* adalah resistivitas listrik yang rendah dan transparansi

yang tinggi pada panjang gelombang cahaya tampak (Uysal dkk, 2015). Perilaku perubahan sifat optis pada bahan tak linier memiliki keunikan, yaitu indeks biasnya yang mudah berubah apabila dikenai intensitas cahaya yang berbeda (Usha dkk, 1995).

Metode yang dilakukan dalam penelitian ini adalah *spin coating*, dengan menumbuhkan lapisan tipis pada substrat dengan cara meneteskan cairan ke pusat substrat yang diputar. Substrat yang digunakan adalah kaca preparat (*microskop slides cat no.7101*). Metode *spin coating* ini digunakan karena sifatnya yang relative mudah namun pada umumnya telah mampu menghasilkan pandu gelombang. Adapun proses pemanasan dengan temperature maksimal 200°C . batas maksimal temperature tersebut digunakan karena beberapa hal yaitu pada proses pemanasan tentukan lapisan tipis akan mengalami evaporasi dan jika temperatur yang diberikan terlalu tinggi akan mengakibatkan lapisan film akan mengelupas dari substratnya. Pengukuran ketebalan lapisan tipis nantinya akan menggunakan sebuah alat yaitu *Ellipsometer* tipe *SpecEI-2000* dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk melihat struktur permukaan lapisan tipis.

METODE

A. Rancangan Penelitian



Gambar 1. Bagan penelitian pembuatan lapisan tipis SnO_2 dengan teknik *Spin Coating*.

B. Variabel Operasional Penelitian

Definisi operasional menyangkut definisi yang digunakan dalam penelitian. Tiga variabel operasional dalam penelitian skripsi ini adalah variabel manipulasi, variabel respons, dan variabel kontrol. Variabel manipulasi adalah suhu ($^\circ\text{C}$) dari 100°C , 150°C dan 200°C , juga kecepatan putar *spin coating* (rpm) yaitu 1500 rpm, 2000 rpm, 2500 rpm serta waktu putar *spin coating* yaitu 30 detik. Variabel respon adalah ketebalan lapisan tipis (μm). Variabel kontrol adalah bubuk SnO_2 0.25 gram, 0.15 gram Etil Selulosa, 8 ml Isopropanol.

C. Peralatan Penelitian

Adapun beberapa peralatan penelitian yang menunjang adalah sebagai berikut :

1. **Magnetik stirrer**
Magnetik stirrer berfungsi untuk mengaduk larutan SnO_2 dengan pelarut Etil Selulosa dan Isopropanol agar menjadi homogen, selain untuk mengaduk larutan magnetik stirrer juga berfungsi sebagai *hot plate* dalam proses pemanasan lapisan tipis yang telah dibuat.
2. **Peralatan pelapisan (*spin coating*)**
Alat yang digunakan untuk proses pelapisan adalah *spin coating* yang dilengkapi oleh:
 - o Kompresor vakum yang berfungsi untuk memvakumkan ruang tabung hingga mencapai 0,08 mPa dan menyedot substrat kaca agar tidak jatuh saat proses pemutaran berlangsung.
 - o *specimen holder* atau dudukan sampel sebagai tempat specimen.
 - o Motor sebagai pemutar
 - o Pengatur kecepatan putar RPM, *timer* dan pengatur tekanan
 Bagan peralatan dapat dilihat pada gambar 2



Gambar 2. Peralatan Spin Coating

3. **Satu set peralatan *Ellipsometer***

Ellipsometer merupakan alat yang digunakan untuk mengukur ketebalan sebuah lapisan tipis. Prinsip kerja ellipsometer adalah mengukur perubahan keadaan polarisasi suatu sinar yang sudah terpolarisasi bila mengalami pemantulan. Keadaan polarisasi ditentukan oleh hubungan fase dan amplitudo antara kedua komponen vektor medan listrik, yaitu komponen

gelombang yang tegak lurus dengan sejajar bidang jauh (David, 2012).

Peralatan ini digunakan untuk mengamati ketebalan yang dilengkapi dengan:

1. Satelit 1 (pengirim modul , polarisator)
2. Satelit 2 (penerima modul, penganalisis)
3. Tempat sampel
4. Tombol power ON/OFF (hanya untuk sumber cahaya SpecEI)



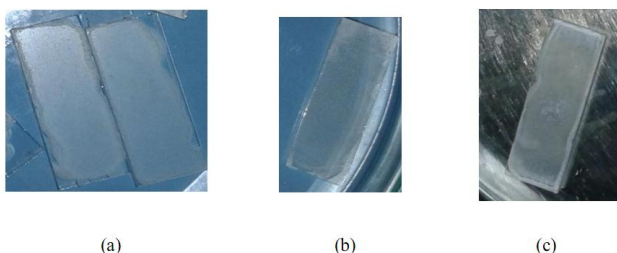
Gambar 3 Ellipsometer SpecEI-2000 (Ron Synowicki, 2012)

4. Pemotong kaca
Pemotong kaca digunakan untuk memotong substrat mikroskop *slides* dengan panjang 2,5 cm dan lebar 1 cm.
5. Kertas amplas (kertas gosok) ukuran kekerasan 150-2000.
Kertas Amplas berfungsi untuk menghaluskan sisi samping kaca (substrat) supaya lebih mudah ketika dilakukan analisa ketebalan lapisan, proses ini dilakukan sebelum substrat dilapisi. Disisi lain pengalusan ini juga akan mempermudah pemanduan gelombang cahaya ketika dilewatkan pada lapisan film.
6. Timbangan digital
Timbangan digital jenis explorer OHAUS digunakan untuk mengukur berat serbuk SnO_2 yang dipergunakan dalam eksperimen.
7. Satu set *ultrasonic bath*
Berfungsi untuk merontokkan kotaran atau lemak yang menempel pada kaca substrat mikroskop *slides* sebelum dilapisi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Hasil Fabrikasi lapisan Tipis

Hasil fabrikasi lapisan tipis yang telah dilakukan dengan menggunakan *Spin Coating*, dengan kecepatan putar 1500 rpm, 2000 rpm dan 2500 rpm dalam waktu masing-masing 30 detik.



Gambar 4. (a) Hasil fabrikasi lapisan tipis SnO_2 dengan kecepatan putar (a) 1500 rpm, (b) 2000 rpm, (c) 2500 rpm.

Ketidakrataan lapisan SnO_2 pada permukaan sebrat kaca disebabkan oleh banyak factor selama proses fabrikasi. Parameter-parameter yang berperan terhadap rata tidaknya lapisan tipis antara lain:

1. Faktor konsentrasi pada larutan
Konsentrasi yang digunakan dalam penelitian ini yaitu 0.25 gram bahan SnO_2 . Konsentrasi larutan yang digunakan harus tepat yaitu tidak boleh terlalu pekat dan terlalu encer.
2. Mekanisme peneteskan larutan
Pada saat peneteskan larutan pada substrat, banyaknya larutan yang diteteskan harus dijaga sekonstan mungkin. Jika terlalu sedikit maka yang terlapisi hanya bagian tengah substrat dan tidak sampai kepinggir substrat.
3. Kecepatan putar dan kestabilan alat *spin coater*
Dalam penelitian ini dibatasi kecepatan putar 1500 rpm – 2500 rpm. Namun pada idealnya batas kecepatan putar *spin coating* yang digunakan adalah 2000 rpm.

b. Penentuan Ketebalan Lapisan Tipis SnO_2

Untuk menentukan ketebalan lapisan tipis SnO_2 menggunakan alat *Ellipsometer SpecEI-2000*. Pengukuran ketebalan sangat akurat antara 1nm ($10\text{\AA}$) sampai sekitar $10\mu\text{m}$ dengan resolusi 0,1nm ($1\text{\AA}$). Berikut adalah hasil pengukuran lapisan tipis SnO_2 (Ron synowicki, 2012)).

Tabel 1. Data Ketebalan Lapisan Tipis SnO_2 dengan uji *Ellipsometer SpecEI-2000*

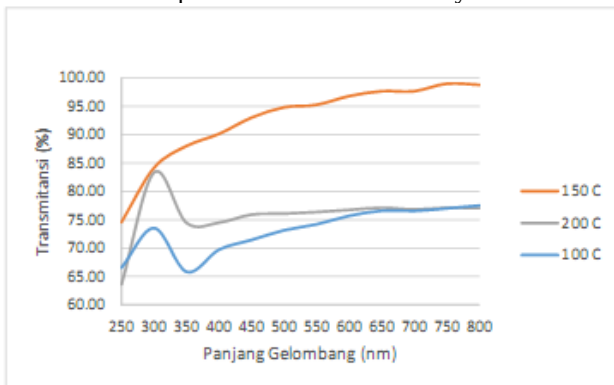
No.	Temperatur ($^{\circ}\text{C}$)	Nilai Ketebalan Lapisan Tipis SnO_2 (nm)		
		1500 rpm	2000 rpm	2500 rpm
1	100	83.8	83.6	83.3
2	150	82.5	83.3	82.4
3	200	80.9	80.0	79.5

Berdasarkan data hasil pengukuran ellipsometer pada Tabel 1, dengan bertambahnya temperatur pemanasan yang diberikan maka akan menyebabkan menurunnya nilai ketebalan lapisan tipis SnO_2 . Hal ini terjadi karena pada temperatur 100°C lapisan tipis masih mengandung pelarut, sehingga nilai ketebalannya besar. Pelarut semakin menguap pada suhu tinggi hingga yang tersisa adalah lapisan SnO_2 nya saja. Sedangkan setiap bertambahnya kecepatan putar yang diberikan yaitu dari 1500 rpm, 2000 rpm dan 2500 rpm akan mengakibatkan ketebalan lapisan akan semakin tipis. Hal ini disebabkan karena semakin cepat putaran *spin coating* maka larutan SnO_2 akan menyebar kesegala arah.

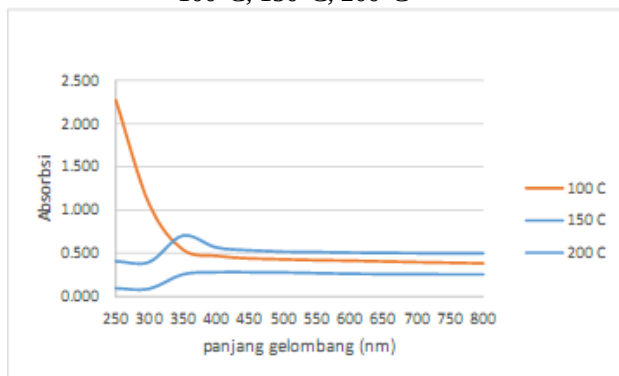
c. Analisis Optik

Pengujian UV VIS pada lapisan tipis SnO_2 telah dilakukan. Dari beberapa sampel yang diuji hanya diambil 3 sampel yang memiliki hasil bagus. Yaitu sampel dengan temperatur pemanasan 100°C , 150°C , 200°C masing masing kecepatan putar *Spin Coating* 2000 rpm. Hal ini disebabkan ada beberapa lapisan yang

mempunyai ketebalan tidak merata sehingga lapisan tersebut tidak dapat mentransmisikan cahaya.



Gambar 5. hubungan transmitansi dengan panjang gelombang pada temperatur pemanasan 100°C, 150°C, 200°C



Gambar 6. Hubungan Absorpsi dengan panjang gelombang pada temperatur pemanasan 100°C, 150°C, 200°C

Pada Gambar 5 menyatakan bahwa puncak tertinggi menyatakan transmitansi maksimal pada panjang gelombang 300 nm untuk semua temperatur annealing dan puncak terendah menyatakan transmitansi minimum yaitu pada panjang gelombang 350 nm. Dan Gambar 6 menyatakan bahwa puncak tertinggi menyatakan kemampuan maksimal film dapat menyerap yaitu pada panjang gelombang 350 nm dan puncak terendah menyatakan absorpsi minimum yaitu pada panjang gelombang 300 nm.

Maka dengan demikian nilai transmitansi berbanding terbalik dengan nilai absorpsinya. Apabila transmitansi naik maka absorpsi (daya serap cahaya) akan menurun, namun jika transmisinya turun maka absorpsi (daya serap cahaya) akan naik.

Untuk menghitung besarnya indeks bias maka penelitian ini menggunakan konsep transmitansi untuk memperoleh nilai indeks bias suatu lapisan dengan menggunakan metode Swanepoel (J.C. Manifacier dkk, 1977). Dengan melihat Transmitansi maksimal dan transmitansi minimal dan menetapkan indeks bias substrat (kaca) 1.5156. untuk mengetahui nilai transmitansi dihasilkan dari uji Spektrofotometri UV – Vis (E.R. Shaaban, 2011) maka

$$N = 2 n_s \frac{T_M - T_m}{T_M + T_m} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \quad (1.1)$$

Dengan N = daerah transparan (transparent region)
n_s = indeks bias kaca

T_M = Transmitansi maksimum

T_m = Transmitansi minimum

Maka dengan mengetahui nilai N (daerah transparan) dapat ditentukan nilai indeks bias suatu material lapisan tipis dengan menggunakan persamaan

$$n = \sqrt{N + \sqrt{N^2 - n_s^2}} \quad (1.2)$$

dengan n adalah indeks bias material pada suatu lapisan.

Hasil perhitungan nilai indeks bias lapisan tipis SnO₂ dapat dilihat pada menggunakan persamaan diatas dapat ditunjukkan pada Tabel 2 berikut :

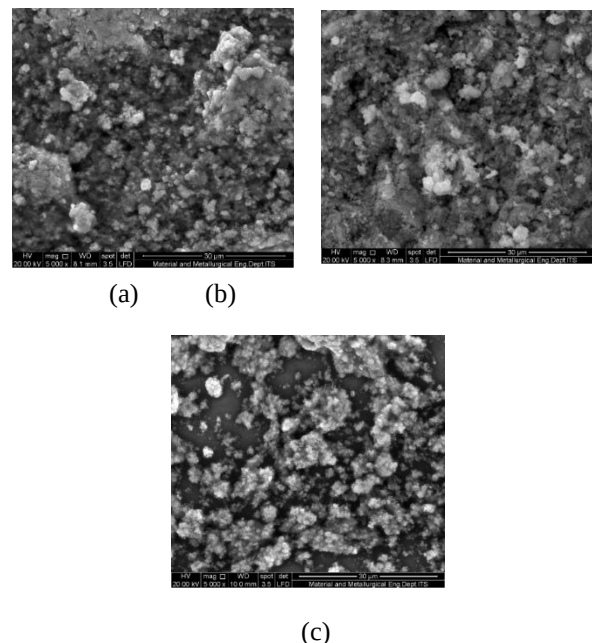
Tabel 4.2 Hasil perhitungan nilai indeks bias lapisan tipis SnO₂

Temperatur (°C)	Kecepatan (rpm)	T _m	T _M	n
100	2000	0.66579	0.77539	1.90
150		0.80180	0.88180	1.80
200		0.63625	0.77066	1.86

Dari tabel diatas menunjukkan bahwa setiap bertambahnya suhu maka indeks bias lapisan tipis SnO₂ akan semakin kecil. Hal ini dikarenakan adanya perlakuan panas terhadap lapisan tipis SnO₂, yang pada dasarnya mempunyai sifat susceptibilitas optik, yang artinya mempunyai sifat tak linier (Shaaban dkk, 2012).

d. Hasil Uji SEM

Pengujian SEM dilakukan untuk melihat struktur permukaan lapisan tipis SnO₂ ketika diberikan perlakuan panas. Seperti yang terlihat pada Gambar 7 :



Gambar 7. Struktur lapisan tipis SnO₂ menggunakan uji SEM dengan temperatur pemanasan pada temperatur pemanasan (a) 100 °C, (b) 150 °C, (c) 200 °C.

Dari hasil uji SEM tersebut memperlihatkan bahwa semakin bertambahnya temperatur pemanasan maka akan menyebabkan penggumpalan atau aglomerasi. Karena semakin bertambahnya temperatur pemanasan akan

menyebabkan lapisan tipis SnO₂ akan semakin kering dan cepat mengelupas.

SIMPULAN

Dari hasil analisis yang telah dipaparkan maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Semakin tinggi temperatur pemanasan dan kecepatan putar *spin coating* maka akan menyebabkan ketebalan lapisan akan semakin tipis. Yaitu pada temperatur pemanasan 100 °C – 200 °C pada kecepatan putar 1500 rpm 83.8, 82.5, 80.9 nm, pada kecepatan putar 2000 rpm 83.6, 83.3, 80.0 nm dan pada kecepatan putar putar 2500 rpm 83.3, 82.4, 79.5 nm.
2. Semakin tinggi temperatur Annealing maka indeks bias lapisan tipis semakin rendah yaitu pada temperatur pemanasan 100°C memiliki indeks bias 1.90, 150 °C memiliki indeks bias 1.80 dan pada suhu 200°C 1.86 , hal ini disebabkan oleh nilai transmitansi yang tidak maksimal dan menurun.

SARAN

Dalam penelitian ini masih banyak kekurangan sehingga belum sempurna. Perlu adanya perbaikan untuk penelitian selanjutnya yaitu pada :

1. Metode pembuatan lapisan tipis digunakan peralatan yang mempunyai spesifikasi tinggi agar lapisan tipis yang dihasilkan akan semakin rata seperti metode *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition (PECVD)*.
2. Dilakukan variasi yang lebih banyak untuk temperatur annealing agar hasil yang lebih akurat sebagai perbandingan.

DAFTAR PUSTAKA

- J.C. Manifacier, M. De Murcia, J.P. Fillard, E. Vicario. (1977). "*Optical and electrical properties of SnO₂ thin films in relation to their stoichiometric deviation and their crystalline structure*". Thin Solid Films.41: 127-144.
- Ron synowicki.2012. "*Spectroscopic Ellipsometry Analysis of Opaque Gold Film for Epner Technology*". David Epner, Robert Bruggema. Epner Technology, Inc. 78 Kingsland Avenue Greenport, NY 11222. US.
- Saad Hamzaoui & Mohamed Adnane. (2000). "*Effects of temperature and r.f. power sputtering on electrical and optical properties of SnO₂*". Applied Energy 65:p.19-28.
- Saturi Baco dkk.2015. "*Study on Optical Properties of Tin Oxide Thin Film at Different Annealing Temperature*." Journal Of Science Technology. Pp.61-72
- Shaaban, E R, and I S Yahia. 2012. "*Validity of Swanepoel $\hat{\epsilon}^{TM}$ S Method for Calculating the Optical Constants of Thick Films Optical Constants , Dispersion and Oscillator Parameters of Different Thicknesses of Amorphous*" 121 (3): 628–35.
- Sourabh Singh Chauhan. 2003. " Ellipsometry for measuring the thickness of thin films. School of Physical. NISER,Bhubaneswar. pp. 1-22
- Thomas, S.W. 1997. "*Optoelektronika*". Andi Offset. Yogyakarta.
- Usada, Widdi. 2009. "*Perhitungan Awal Rancangan Elektron Pulsa Berbasis Plasma*" 5 (6): 48–52.
- Uysal, Bengü Özüğür, and Ümit Özlem Akkaya Arıer. 2015. "*Structural and Optical Properties of SnO₂ Nano Films by Spin-Coating Method*." Applied Surface Science, SATF2014: Science and Applications of Thin Films, Conference & Exhibition, 350 (September): 74–78.
- Wang, Chun-min, Chun-chieh Huang, Jui-chao Kuo, Dipti Ranjan Sahu, and Jow-lay Huang. 2015. "*Effect of Annealing Temperature and Oxygen Flow in the Properties of Ion Beam Sputtered SnO₂-X Thin Films*," 5289–97.
- Yıldırım, M. Ali, Yunus Akaltun, and Aytunç Ateş. 2012. "*Characteristics of SnO₂ Thin Films Prepared by SILAR*." Solid State Sciences 14 (9): 1282–88.