

No : 346/UN.33.8/LL/2016



# Sertifikat

Diberikan Kepada :

**NURDIN SIREGAR**

Sebagai :

**PEMAKALAH**

Dalam Kegiatan Seminar Nasional Hilirisasi Penelitian 2016  
Kerjasama Antara Lembaga Penelitian Universitas Negeri Medan dan  
Badan Penelitian dan Pengembangan Provinsi Sumatera Utara  
pada tanggal 21 Desember 2016 di Digital Library, Universitas Negeri Medan



**Prof. Dr. Syawal Gultom, M.Pd**  
NIP : 196202031987031002



**Prof. Drs. Motlan, M.Sc, Ph.D**  
NIP : 195908051986011001



**Ir. H. M. A. Effendy Pohan, M.Si**  
NIP : 196602091992031004



**PENGARUH SUHU *POST-HEATING* TERHADAP STRUKTUR  
DAN SIFAT OPTIK FILM TIPIS ZnO YANG DISINTESIS  
DENGAN METODE SOL-GEL SPIN COATING**

**Nurdin Siregar<sup>1</sup>, Motlan<sup>2</sup>, Rini Fatmawati Zega<sup>3</sup>**

<sup>1,2,3</sup>**Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

**Universitas Negeri Medan**

*Email : nurdinfis@gmail.com*

**ABSTRAK**

Film tipis ZnO telah berhasil disintesis dengan metode *sol-gel spin coating* dan proses pencampuran teknik *refluks*. Bahan yang digunakan *Zinc acetat dehydrate*  $Zn(CH_3COOH)_2 \cdot 2H_2O$ , etanol dan *diethanolamine (DEA)* yang masing-masing sebagai bahan *precursor*, pelarut dan penstabil. Perbandingan molar antara *DEA* dan *ZnAc* adalah 1:1. Pembuatan film tipis ZnO dilakukan diatas substrat kaca dengan teknik *spin-coating* dengan kecepatan putaran 5000 rpm, selama 30 detik, kalsinasi dilakukan dengan suhu *pre-heating* 300°C dan variasi suhu *post-heating* 500, 550 dan 600°C. Hasil karakterisasi film tipis ZnO dengan XRD menunjukkan semua struktur kristal berbentuk *hexagonal* dan ukuran kristal paling besar 29,7 nm pada suhu *post-heating* 600°C. Hasil karakterisasi film tipis ZnO dengan UV-Vis menunjukkan transmitansi tertinggi pada suhu *post-heating* 600°C dan absorbansi tertinggi pada suhu *post-heating* 500°C yang nilainya masing-masing adalah 51,9 % dan 1,277. Nilai celah pita energi yang paling kecil 3,13 eV pada suhu *post-heating* 500°C.

Kata kunci : Struktur kristal, sifat optik film tipis ZnO, suhu *post-heating*

**A. Pendahuluan**

Teknologi film tipis seng oksida (ZnO) akhir-akhir ini telah banyak dikaji dan mengalami perkembangan, baik dari segi cara pembuatan, bahan yang digunakan dan aplikasinya dalam kehidupan masyarakat seperti perangkat pemancar cahaya, sel surya, sensor gas, panel layar datar dll. Aplikasi ini didasarkan karena ZnO adalah material semikonduktor tipe-*n* golongan II-VI dengan lebar celah pita energi 3,3 eV dan energi ikat eksitasi sebesar 60 mV

dalam suhu kamar (Nithya dan Radhakrisnan, 2012). ZnO merupakan salah satu bahan dasar yang menarik untuk pembuatan film tipis dari sejumlah bahan dasar lainnya, karena mempunyai sifat optik dan elektrik serta kemudahan dalam proses deposisi, serta ketersediaan yang melimpah dan tidak mudah bereaksi secara kimiawi dengan unsur lain. Selain itu, ZnO memiliki sifat emisi yang dekat dengan sinar UV, fotokatalis, konduktivitas dan transparansi yang tinggi. ZnO sebagai bahan dasar film tipis yang banyak diminati karena memiliki beberapa keunggulan dalam aplikasinya, terutama dalam bidang sensor, sel surya serta nanodevice. Film tipis ZnO dapat disintesis dengan berbagai metode seperti *molecular beam epitaxy* (Changzheng W, 2009), *RF magnetron sputtering* (Kumar, dkk 2012), *pulsed laser deposition* (Zhu, 2010), *spray pyrolysis* (Nehru, dkk, 2012), *chemical bath deposition* (Ali, 2011), *physical vapor deposition* (George, 2010) dan *spin coating* (Benramache, dkk 2015).

Pembuatan film tipis dengan metode sol-gel spin coating memiliki beberapa keuntungan, antara lain biayanya murah, tidak menggunakan ruang dengan kevakuman yang tinggi, komposisinya homogen, ketebalan lapisan bisa dikontrol dan struktur mikronya cukup baik, sehingga metode ini banyak digunakan dalam pembuatan film tipis (Cheng, 2004). *Sol-gel spin coating* adalah metode untuk membuat film tipis dari bahan polimer photoresist yang dideposisikan pada permukaan silicon yang berbentuk datar. Setelah larutan (*sol-gel*) diteteskan diatas substrat, kecepatan putar diatur oleh gaya *sentrifugal* untuk menghasilkan film tipis yang homogen. Metode *sol-gel spin coating* ini sangat mudah dan efektif untuk membuat film tipis dengan hanya mengatur parameter waktu dan kecepatan putar serta kekentalan larutan.

## B. Eksperimental

Zinc acetat dehydrate  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$  sebagai bahan *precursor* dilarutkan oleh pelarut *etanol* dengan konsentrasi 0,8 M, lalu distabilkan oleh *diethanolamine (DEA)* sebagai bahan penstabil dan perbandingan molar antara DEA dan ZnAc adalah 1:1. Proses pencampuran menggunakan teknik *refluks* untuk mengontrol laju reaksi serta mengisolasi proses sintesis dari kelembaban

udara luar. Larutan kemudian diaduk dengan menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan putaran 60-70 rpm pada rentang suhu 60–85°C dan lama pengadukan sekitar 60 menit sampai di dapatkan larutan bening dan transparan. Larutan kemudian didinginkan sampai suhu kamar sehingga terbentuk gel yang agak kental. Pelapisan dilakukan dengan meletakkan kaca preparat di atas pelat *spin coater* dan *sol* diteteskan di atas kaca kemudian diputar. Lama pelapisan 30 detik dengan kecepatan putaran 5000 rpm. Setelah permukaan substrate terlapsi secara merata, selanjutnya dikeringkan dalam *furnace* pada suhu 100°C dan ditahan selama 10 menit. Selanjutnya dilakukan pelapisan sampai kelima dengan cara yang sama. *Pre-heating* dengan suhu 300°C dilakukan dengan menggunakan tanur. Peningkatan suhu dilakukan secara perlahan-lahan mulai suhu ruang hingga sampai pada suhu 300°C selama 5 jam dan didiamkan selama 15 menit, kemudian diturunkan secara perlahan hingga suhu ruang. *Annealing* atau *post-heating* dengan variasi suhu dan peningkatan suhu dilakukan secara perlahan-lahan selama 5 jam hingga sampai pada suhu 500, 550 dan 600°C dan didiamkan selama 15 menit, lalu suhu diturunkan secara alami hingga kembali ke suhu ruang.

### C. Hasil dan Pembahasan

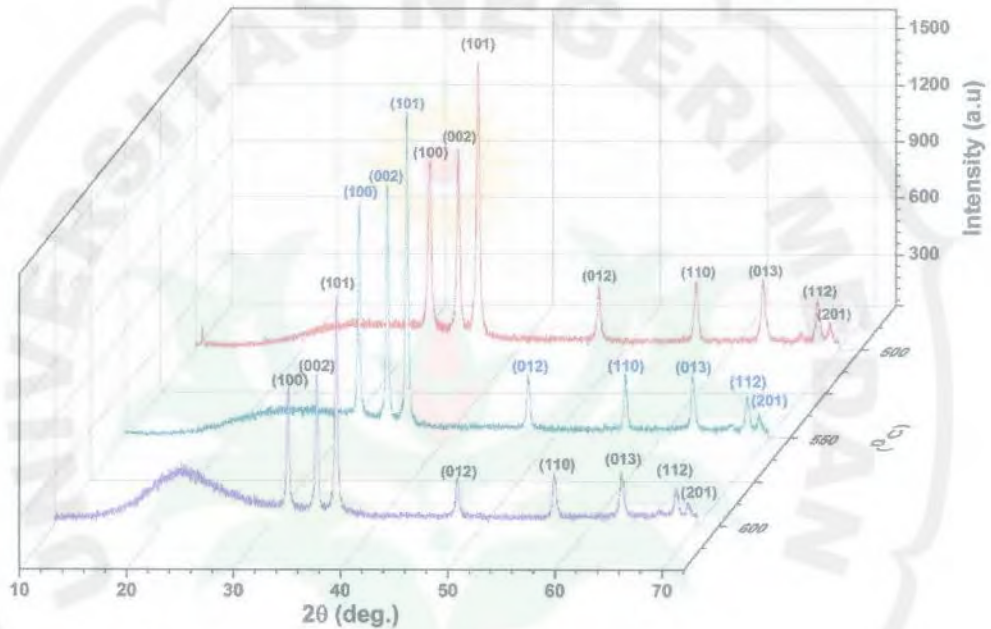
#### 1. Struktur kristal film tipis ZnO

Film tipis ZnO yang telah berhasil disintesis dengan metode *sol-gel spin coating* dengan pencampuran teknik refluks kemudian dikarakterisasi dengan X-ray diffraction (XRD). Pola hasil difraksi sampel film tipis ZnO hasil sintesis untuk suhu *post-heating* 500, 550 dan 600°C ditunjukkan pada Gambar 1. Parameter *a* dan *c* dari struktur kristal *wurtzite hexagonal* ZnO dapat dihitung dengan persamaan:

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \sin \theta} \quad (1)$$

$$c = \frac{\lambda}{\sin \theta} \quad (2)$$

Pola difraksi sampel film tipis ZnO hasil sintesis dengan metode sol-gel *spin coating* untuk suhu *post-heating* 500, 550 dan 600°C ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum XRD film tipis ZnO dengan variasi suhu *post-heating*

Hasil uji XRD memperlihatkan bentuk pola difraksi ZnO untuk semua sampel yang diperlihatkan pada Gambar 1. Pola difraksi ZnO semua sampel selanjutnya dianalisis untuk mengidentifikasi puncak yang terbentuk, parameter kisi dan ukuran butir kristal dengan menggunakan search march, memperlihatkan semua sampel mempunyai bidang-bidang kristal yang sama yaitu bidang (100), (002) dan (101). Semua puncak pertumbuhan terorientasi pada bidang (101) serta kristal ZnO berbentuk *hexagonal*. Parameter kisi kristal untuk untuk temperatur *post-heating* 500, 550 dan 600°C adalah  $a = 3,2494 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,2038 \text{ \AA}$ ;  $a = 3,2495 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,2069 \text{ \AA}$  dan  $a = 3,2494 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,2038 \text{ \AA}$ . Rasio  $c/a$  kristal film tipis ZnO untuk untuk temperatur *post-heating* 500, 550 dan 600°C adalah 1,600; 1,600 dan 1,601. Rasio  $c/a$  untuk semua temperatur *post-heating* mempunyai nilai yang

sama dengan nilai ideal untuk sel *hexagonal*  $c/a = 1,602$  (Wasa dan Hayekawa, 1992). Hasil ini menunjukkan bahwa semua kristal ZnO berbentuk *wurtzite hexagonal* dan sesuai dengan data standart ZnO kartu JCPDS 80-0075.

Ukuran kristal ZnO seperti ditunjukkan pada Tabel 1 diperoleh dengan menggunakan persamaan Scherrer (Cuility dan Stock, 2001) yaitu :

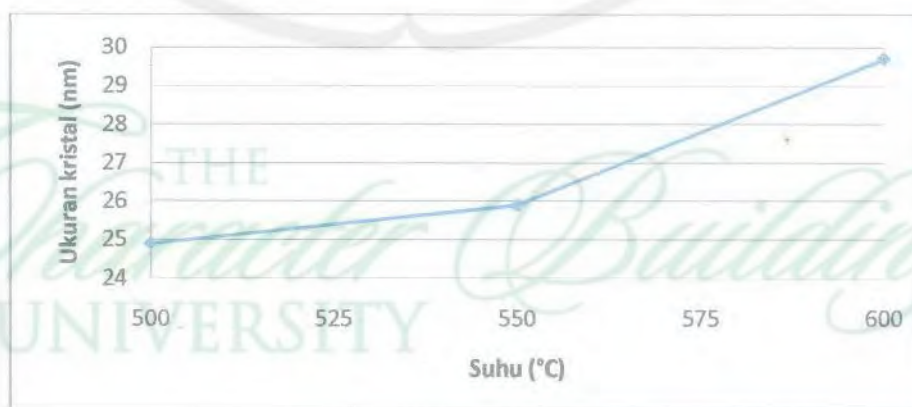
$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3)$$

dengan D adalah ukuran kristal,  $\lambda$  adalah Panjang gelombang,  $\beta$  adalah *FWHM* (*full width half maximum*),  $\theta$  adalah sudut difraksi.

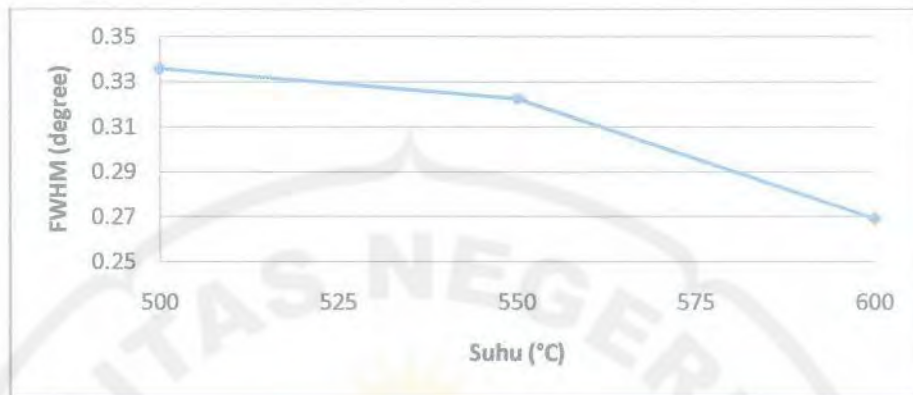
Tabel 1. Ukuran kristal film tipis ZnO dengan variasi suhu *post-heating*

Suhu Post-heating (°C)	Fasa	Peak		Ukuran Kristal (nm)
		2θ (degree)	FWHM(degree)	
500	ZnO	36,2981	0,2770	24,9
550	ZnO	36,2528	0,2907	25,9
600	ZnO	36,2813	0,2694	29,7

Berdasarkan Tabel 1 diperoleh hubungan antara *post-heating* dengan ukuran kristal dan nilai *FWHM* seperti pada Gambar 2 dan Gambar 3.



Gambar 2. Pengaruh suhu *post-heating* terhadap ukuran kristal.

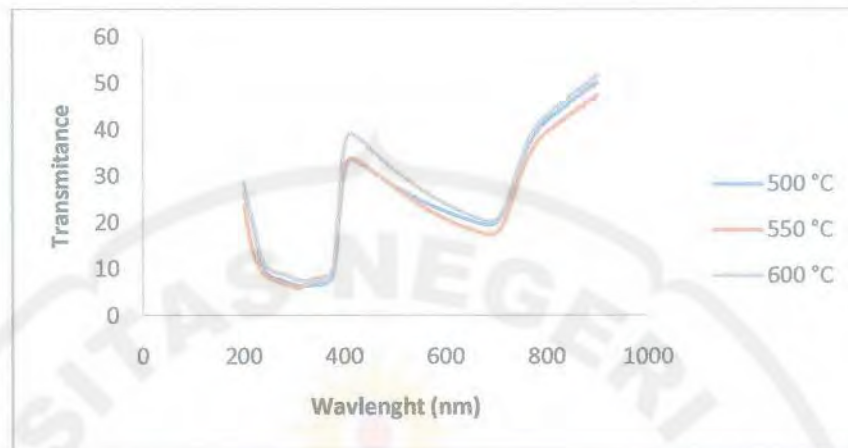


Gambar 3. Pengaruh suhu *post-heating* terhadap nilai *FWHM*

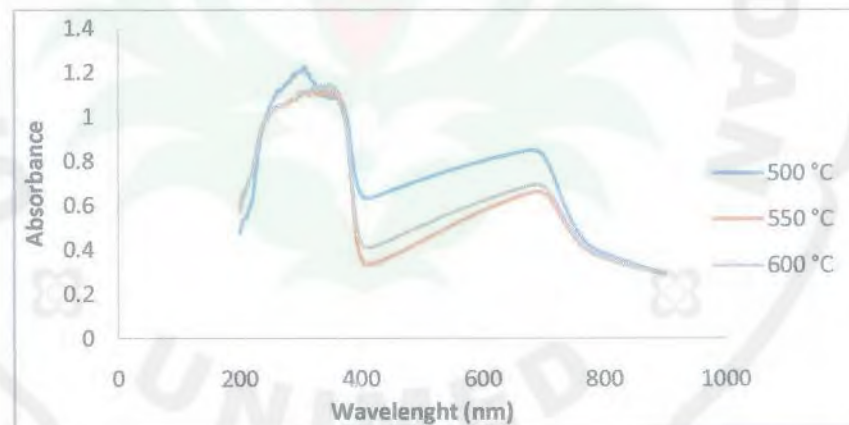
Pengaruh perubahan suhu *post-heating* terhadap ukuran kristal seperti pada Gambar 2, memperlihatkan bahwa ukuran butir kristal meningkat seiring dengan bertambahnya suhu pemanasan. Nilai ukuran kristal dipengaruhi oleh nilai *FWHM* (*Full width Half Maximum*) atau lebar spektrum XRD. Jika nilai *FWHM* kecil maka ukuran kristal besar, dan sebaliknya. Hasil yang diperoleh menunjukkan nilai *FWHM* menurun seiring dengan meningkatnya suhu *post-heating* sehingga ukuran kristal meningkat seperti terlihat pada Gambar 3. Hasil ini sesuai menurut Tabatabaei, dkk, (2013) yang menyatakan bahwa kenaikan suhu *post-heating* seiring dengan menurunnya nilai *FWHM* dan bertambahnya ukuran kristal. Hal ini terjadi karena semakin tinggi suhu pemanasan dalam penumbuhan kristal film tipis ZnO maka energi yang diperoleh atom-atom ZnO untuk membentuk bidang kristal semakin tinggi pula, sehingga kristal yang terbentuk semakin baik. Menurut hasil penelitian Dehkordi, dkk (2015), Tabatabaei dan Ardekani (2014), Sengupta, dkk (2011), Ibrahim, dkk (2013 bahwa ukuran kristal bertambah besar seiring dengan bertambahnya suhu *post-heating*.

## 2. Sifat Optik Film Tipis ZnO

Spektrum transmitansi dan absorbansi film tipis ZnO dengan suhu *post-heating* hasil dari uji UV-Vis ditunjukkan pada Gambar 4 dan Gambar 5.



Gambar 4. Spektrum transmitansi untuk sampel dengan variasi suhu *post-heating* 500, 550 dan 600°C



Gambar 5. Spektrum absorbansi untuk sampel dengan variasi suhu *post-heating* 500, 550 dan 600°C

Spektrum transmitansi dan absorbansi untuk sampel dengan suhu *post-heating* 500, 550 dan 650°C ditunjukkan pada Gambar 4 dan Gambar 5 yang memperlihatkan adanya kenaikan nilai transmitansi yang cukup tajam seiring dengan adanya penurunan nilai absorbansi yang cukup tajam untuk semua sampel yang terjadi pada rentang panjang gelombang 350 nm sampai 400 nm dan stabil pada panjang gelombang < 350 nm yang merupakan daerah panjang gelombang ultraviolet. Pada rentang panjang gelombang 200 – 900 nm untuk semua sampel nilai transmitansi paling rendah dan paling tinggi adalah (6,3%; 50,1%), (5,8%;



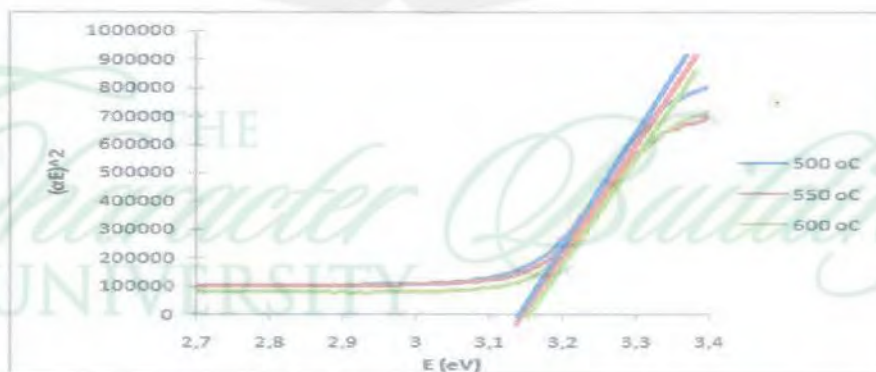
47,6%) dan (7,2%; 51,9%) dan nilai absorbansi paling rendah dan paling tinggi adalah (0,291; 1,277), (0,285; 1,121) dan (0,288; 1,149).

Hasil ini menunjukkan bahwa peningkatan panas seiring dengan meningkatnya nilai transmitansi, hal ini sesuai dengan mekanisme pemanasan, dimana semakin tinggi suhu pemanasan maka akan terjadi proses pemadatan sekumpulan serbuk dan terjadi ikatan yang kuat antara butiran-butiran dan pori yang terdapat diantara butiran. Menurut Raoufi dan Raoufi, (2009), bahwa bertambahnya suhu *post-heating* seiring dengan meningkatnya nilai transmitansi, sedangkan menurut Nagarani (2013), Sengupta, dkk (2011), Saravakumar, dkk (2014) dan Dehkordi, dkk (2015) bahwa bertambahnya suhu *post-heating* seiring dengan menurunnya nilai transmitansi.

Untuk material dengan celah pita langsung sifat optik film tipis ZnO dikaji berdasarkan hubungan koefisien absorpsi terhadap frekuensi foton memenuhi persamaan (Sridevi dan Rajendra 2009):

$$(\alpha h\nu)^2 = C_D (h\nu - E_{opt}) \quad (4)$$

dengan  $\alpha$  adalah koefisien absorpsi optik,  $h$  adalah konstanta Planck,  $\nu$  adalah frekuensi foton insiden,  $C_D$  adalah konstanta, dan  $E_{opt}$  adalah celah energi dari sampel. Lebar celah pita energi film tipis ZnO dengan variasi suhu *post-heating* diperoleh dari kemiringan garis lurus fitting yang hasilnya ditunjukkan pada Gambar 6.



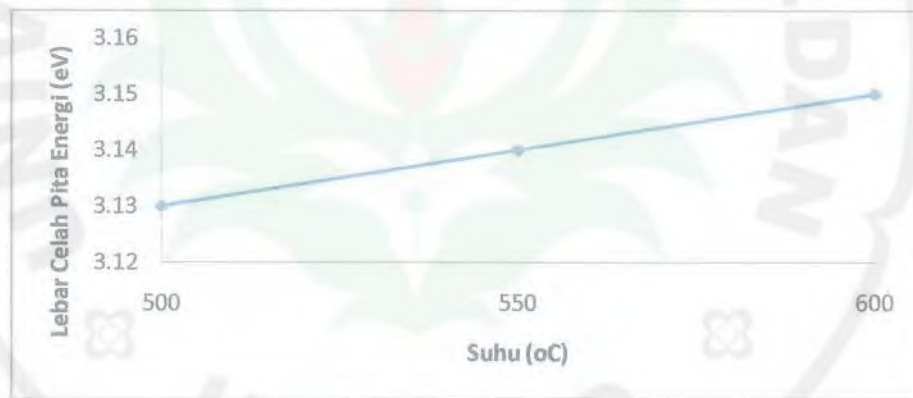
Gambar 6. Kurva  $(\alpha h\nu)^2$  sebagai fungsi energi variasi suhu *post-heating*

Berdasarkan Gambar 6 diperoleh lebar celah pita energi film tipis ZnO dengan variasi suhu *post-heating* yang hasilnya ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Celah pita energi film tipis ZnO untuk variasi suhu *post-heating*

Suhu <i>post-heating</i> (°C)	Lebar celah pita energi (eV)
500	3,13
550	3,14
600	3,15

Dari Tabel 2 diperoleh hubungan antara suhu *post-heating* dengan lebar celah pita energi seperti Gambar 7.



Gambar 7. Pengaruh suhu *post-heating* terhadap lebar celah pita energi

Pada Gambar 7 terlihat bahwa lebar celah pita energi meningkat seiring dengan bertambahnya suhu pemanasan. Hal ini disebabkan pada saat peningkatan suhu pemanasan sehingga akan terjadi peningkatan pemadatan dan penumbuhan bulir partikel yang diiringi dengan berkurangnya kerapatan perbatasan bulir antar partikel yang terbentuk. Ketika suhu pemanasan ditingkatkan maka suplai energi untuk koalisi bulir menjadi cukup besar, dan akan lebih banyak lagi bulir kristal yang berkoalisi, yang selanjutnya akan terbentuk kristalisasi yang lebih baik dengan lebar celah energi yang semakin kecil. Menurut Sedky, A. (2011), naiknya nilai celah pita energi seiring naiknya suhu annealing hal ini bisa diakibatkan karena kualitas film tipis yang dihasilkan, sedangkan menurut hasil penelitian

Mulmi, dkk (2014) dan Bahadur, dkk (2014) dengan variasi suhu annealing, bahwa penambahan suhu pemanasan seiring dengan menurunnya lebar celah pita energi. Sedangkan menurut Sengupta, dkk (2011) dengan variasi suhu annealing bahwa nilai celah pita energi paling kecil pada suhu 350°C dan 500°C.

#### D. Kesimpulan

Film tipis ZnO telah berhasil disintesis dengan metode *sol-gel spin coating* dengan proses pencampuran menggunakan teknik *refluks* diatas substrat kaca dengan variasi suhu *post-heating* 500, 550 dan 600°C. Struktur kristal film tipis ZnO semuanya berbentuk *hexagonal* dengan ukuran kristal film tipis ZnO yang paling besar 29,7 nm untuk suhu *post-heating* 600°C. Transmittansi paling tinggi 51,9 % untuk suhu *post-heating* 600°C dan absorbansi paling tinggi 1,277 untuk suhu *post-heating* 500°C dan lebar celah pita energi paling kecil 3,13 eV untuk suhu *post-heating* 500°C.

#### E. Pustaka

- Ali, M.M. 2011. Characterization of ZnO thin films grown by chemical bath deposition. Journal of Basrah Reseaarches (Sciences) Vol 37.
- Bahadur, Y.A., Amritanshu, P., Jit, S. 2014. Effect of Annealing Temperature on Structural, Optical, and Electrical Properties of ZnO Thin Films Grown on n-Si <100> Substrate by Sol-gel Spin Coating Method. Acta Metallurgica Sinica.
- Benramache, S., Gaerch, S., Benhadua, B., Darsouni, A., Balahssen, O., Temam, H.B. 2015. Fabrication and Characterisation of ZnO Thin Film by Sol-gel Technique. Journal of Chemistry and Materials Research. Vol 2.
- Changzheng, Z. 2009. Effect of the oxygen pressure on the microstructure and optical properties of ZnO film prepared by laser molecular beam epitaxy. Elsevier Physics B 404.
- Cheng, X.L. 2004. ZnO nano particulate thin film: preparation, characterization and gas sensing property. Elsevier Sensor and Actuators, Vol 102.
- Cullity, B.D. and Stock, S.R. 2001. Elements of X-Ray of diffractions, Prentice Hall.

- Dehkordi, H.A., Dastafkan, K., Moshaii, A., Mokhtari, A. 2015. Thermal Post-Annealing and Gas Concentration Effect on Liquid petroleum Gas Sensing Characteristics of Nanocrystalline Zinc Oxide Thin Films. *J. Master Sci: Mater Electron.*
- George, A. 2010. Microstructure and field emission characteristics of ZnO nanoneedles grown by physical vapor deposition. *Elsevier Materials Chemistry and Physics Vol 123.*
- Ibrahim, N.B., AL-Shomar, S.M. dan Ahmad, S.H. 2013. Effect of Annealing Temperatur on the Structural and Optical Properties of Nano Crystallins ZnO Thin Films Prepared by Sol-gel Method. *Sain Malaysianna 42.*
- Kumar, Y., Garcia, J.E dan Singh, F. 2012. Influence of mesoporous substrate morphology on structural, optical and electrical properties of R.F. Sputtered ZnO layer deposited over porous silicon nanostructure. *Applied Surface Science. Vol 258.*
- Mulmi, D.D., Dhakal, D. dan Shah, B.M. 2014. Effect of Annealing on Optical Propeties of Zinc Oxide Thin Films Prepared by Homemade Spin Coater. *Nepal Journal of Science and Technology Vol 15, No 2.*
- Nagarani, N. 2013. Structural and Optical Characterization of ZnO thin films by Sol- Gel Method. *Journal on Photonics and Spintronics Vol2 No2 ISSN 2324 – 8572.*
- Nehru, L., Umadevi, M. dan Sanjeeviraja. 2012. Studies on Structural, Optical and Electrical Properties of ZnO Thin Film prepared by the Spray Pyrolysis Method. *International Journal of Material Engineering.*
- Nithya, N dan Radhakrishnan, S.R. 2012. Effect of Thicness on Properties ZnO Thin Films. *Pelagia Research Library Advenced in Applied Science Research.*
- Raoufi, D. dan Raoufi, T. 2009. The Effect of Heat Treatment on The Physical Properties of Sol-gel Derived Zon Thin Films. *Applied Surface Sciencs Elsevier.*
- Saravanakumar, M., Agilan, S. dan Muthukumarasamy, N. 2014. Effect of Annealing Temperature on Characterization of ZnO thin films by sol-gel method. *International Journal of Chem Tech Research Coden (USA): Vol 6 No 5.*
- Sedky, A. 2011. Correlation between Sintering Temperature and Properties of ZnO Ceramic Visitor. *Journal of Physics and Chemistry of Solid, 73.*

- Sengupta J., Sahoo, R.K., Bardhan, K.K. dan Mukherjee, C.D. 2011. Influence of Annealing Temperature on Structural, topographical and Optical Properties of Sol-gel derived ZnO Thin Films. *Materials Letters* 65 Elsevier.
- Sridevi, D. dan Rajendran, K.V. 2009. Synthesis And Optical Characteristics Of ZnO Nanocrystals, *Bull Mater Sci*, Vol 32. Indian Academy Of Sciences.
- Tabatabaei, M.R. dan Ardekani, A.V. 2014. Physical and Electrical Characterization of ZnO Thin Films Prepared by Sol-Gel Method. *International Journal of Chemical Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical and Engineering* Vol 8.
- Tabatabaei, M., Solookinejad, G., Jabbari. 2013. Physical characterization of Zinc Oxide thin films by Atomic Force Microscopy. *Technical Journal of Engineering and Applied Sciences*.
- Wasa, K. dan Hayekawa, S. 1992. *Handbook of Sputter Deposition Technology. Principles, Tecknology and Application* Noyes Publication.
- Zhu, B.L. 2010. Low Temperature Annealing Effects on the Structure and Optical Properties of ZnO Films Grown by Pulsed Laser Deposition. *Vacum* Elsevier. Vol 84.



UNIVERSITY  
UNIMED

THE  
*Character Building*  
UNIVERSITY