



PENGARUH KECEPATAN PUTARAN TERHADAP STRUKTUR DAN SIFAT OPTIK FILM TIPIS ZnO DENGAN METODE *SOL-GEL SPIN COATING*

Nurdin Siregar dan Motlan

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Medan
siregarnurdin@unimed.ac.id

Diterima: April 2021. Disetujui: Mei 2021. Dipublikasikan: Juni 2021

ABSTRAK

Sintesis film tipis ZnO telah berhasil dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel spin coating. Film tipis ZnO yang ditumbuhkan pada substrat kaca dengan variasi kecepatan putaran spin coating 3000, 4000 dan 5000 rpm. Hasil karakterisasi film tipis ZnO dengan XRD menunjukkan semua struktur kristal berbentuk wurtzite hexagonal dengan ukuran kristal yaitu 25,9 – 34,1 nm. Hasil karakterisasi film tipis ZnO dengan SEM dan AFM menunjukkan morfologi film tipis ZnO berbentuk butiran-butiran bulat hampir seragam dan kompak dengan nilai kekasaran permukaan paling kecil 32,104 nm pada kecepatan putaran 5000 rpm. Hasil karakterisasi film tipis ZnO dengan UV-Vis menunjukkan kenaikan nilai transmittansi yang cukup tajam dan penurunan nilai absorbansi semua sampel terjadi pada rentang panjang gelombang 350 nm sampai 400 nm dan lebar celah pita energi yaitu 3,10 - 3,13 eV.

Kata Kunci: Film tipis ZnO, Kecepatan putaran, Sol-gel Spin Coating

ABSTRACT

ZnO thin film synthesis has been successfully carried out using the sol-gel spin coating method. ZnO thin films were grown on glass substrates with variations in spin coating speeds of 3000, 4000 and 5000 rpm. The results of the characterization of ZnO thin films with XRD showed that all crystal structures were in the form of a wurtzite hexagonal with a crystal size of 25.9 – 34.1 nm. The results of the characterization of ZnO thin films with SEM and AFM showed the morphology of the ZnO thin films in the form of almost uniform and compact round granules with the smallest surface roughness value of 32.104 nm at a rotation speed of 5000 rpm. The results of the characterization of ZnO thin films with UV-Vis showed a fairly sharp increase in the transmittance value and a decrease in the absorbance value of all samples occurred in the wavelength range of 350 nm to 400 nm and the energy band gap width was 3.10 - 3.13 eV.

Keywords: ZnO thin film, Spin speed, Sol-gel Spin Coating

PENDAHULUAN

Zinc Oksida merupakan material semikonduktor tipe-n golongan II-VI dengan lebar celah pita energi 3,37 eV dan energi ikat eksitasi sebesar 60 meV dalam suhu kamar (Siregar, dkk 2015). Sifat-sifat ZnO antara lain sifat emisi yang dekat dengan sinar UV, fotokatalis, sifat optik dan listrik (Suwanboon,

dkk 2008). Film tipis ZnO akhir-akhir ini banyak diminati karena beberapa keunggulan dalam aplikasinya, terutama dalam bidang sensor gas, sel surya, piezoelectric, light emitting diode dan surface acoustic wave (Al-Attar, dkk 2013 dan Jitao Li, dkk. 2017). Beberapa metode sintesis film tipis ZnO seperti molecular beam epitaxy (Wang, dkk.

2009), RF magnetron sputtering (Minami, dkk 1985), pulsed laser deposition (Zhu, 2010), spray pyrolysis (Nehru, dkk 2012), physical vapor deposition (George, 2010). Namun sintesis film tipis ZnO dengan metode ini cukup rumit karena dilakukan dalam peralatan canggih dan mungkin memerlukan suhu proses tinggi, sedangkan metode sol-gel spin coating (Siregar, dkk 2020) menggunakan peralatan sederhana dengan memanfaatkan suhu sintesis rendah dan tidak menggunakan ruang kevakuman yang tinggi, komposisinya homogen, ketebalan lapisan bisa dikontrol dan struktur mikronya cukup baik (Cheng, 2004). Sifat film tipis ZnO dipengaruhi berbagai faktor seperti jenis substrat, temperature annealing, konsentrasi larutan dan kecepatan putaran spin coating.

Beberapa hasil penelitian tentang film tipis ZnO dengan metode sol-gel spin coating telah banyak dilakukan, antara lain Siregar dan Motlan (2018) dengan variasi temperature pre-heating hasilnya ukuran krsital yang paling kecil pada suhu 250oC dan celah pita energi paling besar pada suhu 350oC. Menurut Ilican, dkk (2008) dengan variasi kecepatan putaran spin coating hasilnya ukuran kristal paling kecil dan celah pita energi paling besar pada kecepatan putaran 5000 rpm serta mempunyai transmitansi dalam daerah tampak (>92%). Menurut penelitian Ajadi, dkk (2016) dengan variasi kecepatan putaran spin coating hasilnya transmitansi paling tinggi (88%) pada kecepatan putaran 2000 rpm dan celah pita energi dari 3,23 – 3,40 eV. Dalam paper ini kami mengamati struktur dan sifat optik film tipis ZnO dengan variasi kecepatan putaran yang nantinya digunakan sebagai material kerja DSSC.

METODE PENELITIAN

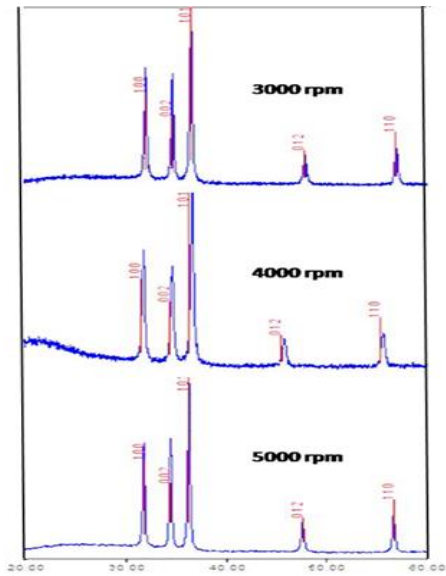
Bahan yang digunakan Zinc Acetat Dehydrate, isopropanol dan diethanolamine (DEA) masing-masing sebagai material dasar, pelarut dan penstabil. Zinc Acetat dehydrate {Zn(CH₃COOH).2H₂O} dilarutkan ke dalam pelarut isopropanol, kemudian diaduk dengan magnetik stirrer dan setelah 10 menit kemudian ke dalam larutan dimasukkan

Diethanolamine (DEA) sedikit demi sedikit sebanyak 1,72 ml. Perbandingan molar antara DEA dan ZnAc adalah 1:1. Proses pembuatan gel ini berlangsung sekitar 60 – 70 menit. Jika larutan tersebut terlihat bening dan transparan kemudian didinginkan agar terbentuk larutan yang menyerupai gel. Larutan yang berbentuk gel kemudian diteteskan pada subtract kaca dengan variasi kecepatan putaran spin coating 3000, 4000 dan 5000 rpm. Sampel kemudian dipanaskan dengan suhu pre-heating 3000C selama 5 jam, kemudian di post-heating 500oC selama 5 jam. Sampel film tipis ZnO kemudian dikarakterisasi dengan XRD, SEM, AFM dan UV-Vis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Struktur Kristal Film Tipis ZnO

Pola difraksi hasil XRD sampel film tipis ZnO dengan variasi kecepatan putaran spin coating 3000, 4000 dan 5000 rpm ditunjukkan pada Gambar 1. Hasil analisis pola difraksi XRD untuk semua sampel memperlihatkan intensitas puncak (cacah) masing-masing adalah 1327, 973 dan 1296 cacah, mempunyai bidang-bidang kristal yang sama yaitu bidang (100), (002) dan (101) dan puncak pertumbuhan yang sama serta terorientasi pada bidang (101). Nilai parameter kisi kristal untuk kecepatan putaran 3000, 4000 dan 5000 rpm yang masing-masing adalah $a = 3,2494 \text{ \AA}$, $c = 5,2038 \text{ \AA}$; $a = 3,2490 \text{ \AA}$, $c = 5,2070 \text{ \AA}$ dan $a = 3,2533 \text{ \AA}$, $c = 5,2073 \text{ \AA}$ dan rasio c/a kristal masing-masing adalah 1,60, 1,603 dan 1,600. Hasil ini menunjukkan bahwa semua sampel berbentuk kristal wurtzite hexagonal (Wasa dan Hayekawa, 1992 dan Jianguo, dkk. 2011) dan arah pertumbuhannya terorientasi pada sumbu-c yang tegak lurus pada permukaan substrat.



Gambar 1. Spektrum XRD film tipis ZnO

Ukuran kristal ZnO dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer (Cullity dan Stock 2001) yaitu:

$$D = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dimana:

- D = ukuran kristal
- λ = panjang gelombang
- β = FWHM (full width half maximum)
- θ = sudut difraksi

Ukuran kristal film tipis ZnO yang diperoleh berdasarkan persamaan 1, hasilnya ditunjukkan pada Tabel 1

Tabel 1. Ukuran Kristal ZnO

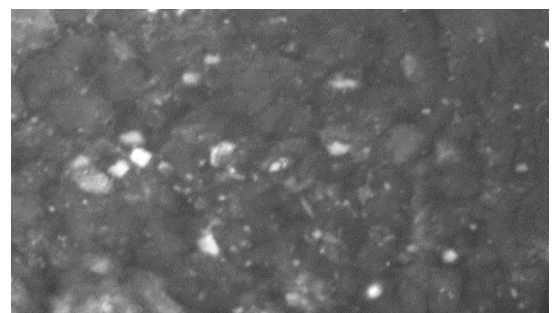
Sampel Kecepatan Putaran (rpm)	Phase	Peak		Ukuran Kristal (nm)
		2θ (degree)	FWHM (degree)	
3000	ZnO	36,2827	0,29580	28,3
4000	ZnO	36,3072	0,32350	25,9
5000	ZnO	36,2377	0,24600	34,1

Pengaruh perubahan kecepatan putaran terhadap ukuran kristal seperti yang ditunjukkan pada Tabel 1, terlihat bahwa ukuran kristal menurun seiring bertambahnya kecepatan putaran dari 3000 rpm sampai pada kecepatan putaran 4000 rpm, kemudian meningkat dari kecepatan putaran 4000 rpm ke kecepatan putaran 5000 rpm. Nilai ukuran kristal dipengaruhi oleh nilai FWHM (Full width Half Maximum) atau

lebar lebar spektrum XRD. Jika nilai FWHM kecil maka ukuran kristal besar, dan sebaliknya. Hasil yang diperoleh menunjukkan nilai FWHM meningkat dari kecepatan putaran 3000 rpm sampai pada kecepatan putaran 4000 rpm sehingga ukuran kristalnya menurun. Kemudian dari kecepatan putaran 4000 rpm sampai pada kecepatan putaran 5000 rpm nilai FWHM menurun sehingga ukuran kristalnya meningkat. Hasil ini menunjukkan bahwa semakin besar kecepatan putaran maka ukuran kristal semakin besar dan sesuai menurut Ilcan, dkk (2008) dan Shinen, (2014) yang menyatakan semakin besar kecepatan putaran maka ukuran kristal semakin besar, sedangkan menurut Al-Attar, dkk (2013) ukuran kristal paling kecil untuk putaran 400 rpm.

2. Morfologi Film Tipis ZnO

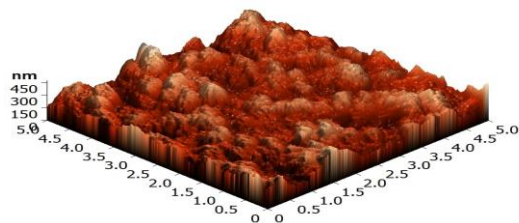
Morfologi film tipis ZnO dengan SEM yang ditunjukkan Gambar 2, hasilnya memperlihatkan permukaan film tipis ZnO terdiri dari butiran yang memiliki kerapatan perbatasan antar partikel yang kecil, permukaan distribusi butiran-butiran kristalit berbentuk bulat dan tidak tampak batas-batas butir yang jelas serta besarnya tidak seragam. Atom-atom pada butir yang lebih kecil mendapat *driving force* yang cukup untuk berdifusi membentuk butir baru yang lebih besar. Akibat difusi antar butir ini akan terbentuk *necking* yang mengakibatkan mengecilnya perbatasan antar butir dan porositas sehingga permukaan film tipis terlihat menjadi lebih halus.



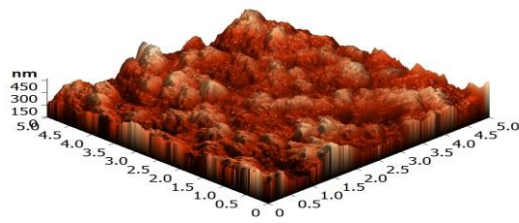
Gambar 2. Morfologi film tipis ZnO dengan SEM

Morfologi dengan AFM yang hasilnya ditunjukkan pada Gambar 3, 4 dan 5, hasilnya

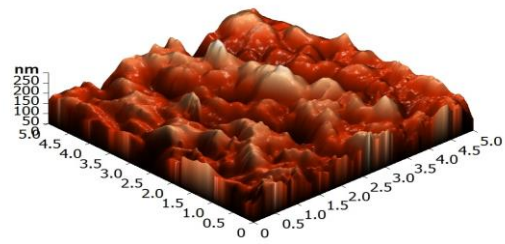
memperlihatkan distribusi ukuran butiran-butiran kristalit berbentuk bulat seragam dan kompak menutupi substrat tanpa retak dan hampir tidak terlihat adanya porositas. Kekasaran permukaan film tipis ZnO dihitung dengan menggunakan root mean square (RMS) yang hasilnya untuk kecepatan putaran spin coating 3000, 4000 dan 5000 rpm masing-masing adalah 54,221; 49,413 dan 32,104 nm. Hasil ini menunjukkan bahwa kecepatan putaran pada proses pelapisan film tipis ZnO berhubungan dengan besarnya gaya sentrifugal dalam menyebarkan cairan pada substrat sehingga mempengaruhi besarnya nilai kekasaran permukaan film tipis ZnO. Semakin tinggi kecepatan putaran spin coating maka semakin besar gaya sentrifugal dalam menyebarkan cairan sehingga kekasaran permukaan film tipis ZnO yang terbentuk juga semakin halus yang menyebabkan semakin lebih baik kristalisasi film tipis ZnO yang terbentuk. Hasil ini sesuai menurut Shivaraj, dkk (2013) dengan variasi kecepatan putaran yang menyatakan bahwa peningkatan kecepatan seiring dengan menurunnya kekasaran permukaan film tipis.



Gambar 3. Morfologi Film Tipis ZnO dengan kecepatan putaran 3000 rpm



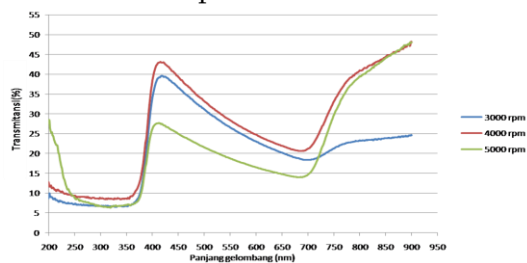
Gambar 4. Morfologi Film Tipis ZnO dengan kecepatan putaran 4000 rpm



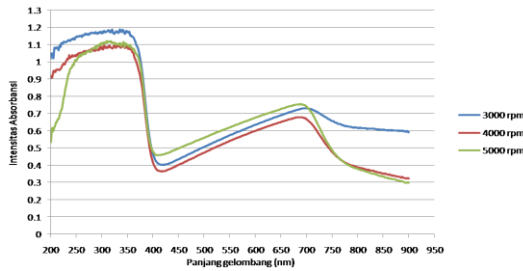
Gambar 5. Morfologi Film Tipis ZnO dengan kecepatan putaran 5000 rpm

3. Sifat Optik Film Tipis ZnO

Untuk menganalisis spectrum transmisi dan absorbansi untuk semua sampel diambil pada kisaran 200-900 nm untuk untuk aplikasi sel surya. Spektrum transmisi film tipis ZnO pada Gambar 6 memperlihatkan terjadinya kenaikan nilai transmisi yang cukup tajam untuk semua sampel yang terjadi pada rentang panjang gelombang 350 - 400 nm yang merupakan daerah panjang gelombang ultraviolet. Transmisi paling tinggi pada kecepatan putaran spin coating 4000 rpm. Spektrum absorbance film tipis ZnO pada Gambar 7 memperlihatkan terjadinya penurunan nilai absorbansi yang cukup tajam untuk semua sampel yang terjadi pada rentang panjang gelombang kira-kira 350 - 400 nm, dan nilai absorbansi yang paling tinggi pada kecepatan putaran 5000 rpm. Menurut mekanisme putaran, semakin meningkat kecepatan putaran maka semakin besar gaya sentrifugal yang mempengaruhi nilai transmisi dan penurunan absorbansi film tipis ZnO. Menurut Ajadi, dkk (2016) bahwa kecepatan putaran mempengaruhi nilai transmisi dan absorbansi film tipis ZnO.



Gambar 6. Spektrum transmisi untuk kecepatan 3000, 4000 dan 5000 rpm



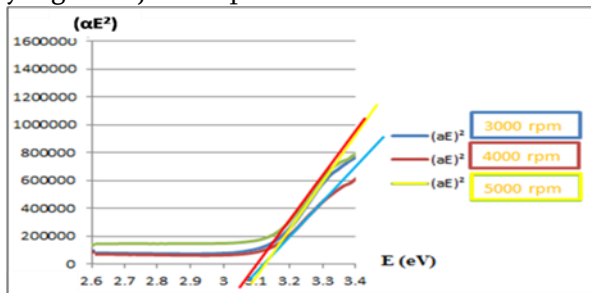
Gambar 7. Spektrum transmitansi untuk kecepatan 3000, 4000 dan 5000 rpm

4. Celah Pita Energi Film Tipis ZnO

Untuk material dengan celah pita langsung, hubungan absorbansi terhadap frekuensi foton yang memenuhi persamaan (Sridevi, dkk 2009):

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

Berdasarkan metode Tauc Plot diperoleh celah pita energi film tipis ZnO dengan variasi kecepatan putaran spin coating yang ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Kurva $(\alpha h\nu)^2$ sebagai fungsi energi variasi kecepatan putaran

Berdasarkan Gambar 8. diperoleh lebar energi gap dari film tipis ZnO dengan variasi kecepatan putaran spin coating yang ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Celah pita energi film tipis ZnO

Kecepatan Putaran	Lebar celah pita energi (eV)
3000 rpm	3,13
4000 rpm	3,12
5000 rpm	3,10

Pengaruh perubahan kecepatan putaran terhadap lebar celah pita energi diperlihatkan pada Tabel 2, hasilnya menunjukkan dengan meningkatnya kecepatan putaran seiring dengan menurunnya lebar celah pita energi. Hal ini disebabkan semakin meningkat kecepatan putaran maka menghasilkan gaya sentrifugal yang semakin besar dalam menyebarkan cairan pada substrat, dan lebar

celah pita energi semakin kecil, sedangkan menurut Ilcan, dkk (2008), semakin besar kecepatan putaran maka semakin besar lebar celah pita energi. Menurut Ajadi, dkk (2016) lebar celah pita energi terbesar pada kecepatan putaran 2000 rpm.

KESIMPULAN DAN SARAN

Struktur film tipis ZnO semuanya berbentuk wurtzite hexagonal dengan ukuran kristal yaitu 25,9 – 34,1 nm. Morfologi film tipis ZnO berbentuk butiran-butiran bulat dan hampir seragam serta hampir tidak terlihat adanya porositas. Kekasaran permukaan film tipis ZnO paling kecil pada kecepatan putaran 5000 rpm dengan nilai 32,104 nm. Nilai transmitansi dan absorbansi yang terbesar pada rentang panjang gelombang 350 nm sampai 400 nm. Nilai celah pita energi yaitu 3,10 - 3,13 eV.

DAFTAR PUSTAKA

Ajadi, D, A., Agboola, S. M., Adedokun, O. 2016. Effect of Spin Coating on Some Optical Properties of ZnO Thin Films. *Journal of Materials Science and Chemical Engineering.*, 4, 1-6.

Al-Attar, A.A., Hasony, S.M., Ali, A.H. 2013. The Effect of Spin Coating Speed and Deposition Parameters on the crystalline Size of ZnO Thin Films. *Diyala Journal of Engineering Sciences.* Vol 06 No 4.

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.

George, A. 2010. Microstructure and field emission characteristics of ZnO nanoneedles grown by physical vapor deposition. *Elsevier Materials Chemistry and Physics* Vol 123.

Ilcan, S., Caglar, Y., Caglar, M. 2008. Preparation and Characterization of ZnO Thin Films Deposited by Sol-gel Spin-Coating Method. *Journal of Opto and advanced Materials* Vol 10.

- Jitao Li, Dingyu Yang, and Xinghua Zhu. 2017. Effects of aging time and annealing temperature on structural and optical properties of sol-gel ZnO thin films. *AIP Advances* 7, 065213 (2017); <https://doi.org/10.1063/1.4985753>
- Minami, H, T., Nanto, S., Takata. 1985. "Optical Properties of Aluminum Doped Zinc Oxide Thin Films Prepared by RF Magnetron Sputtering," *Jpn. J. Appl. Phys.* 24 (1985) L781.
- 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*.
- Shinen, M.H. 2014. Preparation of Nano-thin films of ZnO by Sol-Gel method and applications of solar cells Hetrojunction. *Journal of Natural Sciences Research* www.iiste.org. ISSN 2224-3186 (Paper) ISSN 2225-0921 (Online). Vol.4, No.1, 2014
- Shivaraj, B.W., Murthy, H.N.N., Krishna, M. dan Sharma, S.C. 2013. Investigation of Influence of Spin Coating Parameters on the Morphology of ZnO Thin Films by Taguchi Method. *International Journal of Thin Films Science and Technology*. No 2.
- Sridevi, D. dan Rajendran, K.V. 2009. Synthesis And Optical Characteristics Of ZnO Nanocrystals, *Bull Mater Sci*, Vol 32. Indian Academy Of Sciences.
- Siregar, N., Marlianto, E., Gea, S., Motlan. 2015. The Effect of Concentration of Structure and Optical Properties of Thin Films Synthesized by Sol-Gel Methods Spin Coating. *International Journal of Sciences: Basic and Applied Research* Vol 22. ISSN 2307-4531.
- Siregar, N and Motlan. 2018. The Effect of Pre-heating Temperature on Structural and Optical Properties ZnO Thin Film Synthesized using Sol-Gel spin Coating Method. The 8th International Conference on Theoretical and Applied Physics. IOP Conf. Series: *Journal of Physics: Conf. Series* 1120 (2018) 012088.
- Siregar, N., Motlan and Johnny Panggabean. 2020. The effect magnesium (Mg) on structural and optical properties of ZnO:Mg thin film by sol-gel spin coating method. The 4th International Conference on Applied Physics and Materials Application. *Journal of Physics: Conference Series* 1428 (2020) 012026. IOP Publishing. doi:10.1088/1742-6596/1428/1/012026
- Suwanboon, S., Tanattha, R. dan Tanakorn, R. 2008. Fabrication And Properties Of Nanocrystalline Zinc Oxide Thin Film Prepared By Sol-gel Method. *Songklanakarin journal of Science and technology*. 30(1), 65-69.
- Wang C, Chen Z, Hu H and Zhang D. 2009. Effect of the oxygen pressure on the microstructure and optical properties of ZnO films prepared by laser molecular beam epitaxy. *Phys. B Condens. Matter* 404: 4075-4082. <https://10.1016/j.physb.2009.07.165>.
- 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. *Vacuum Elsevier*. Vol 84