

**PENGARUH KECEPATAN PUTARAN TERHADAP STRUKTUR DAN MORFOLOGI FILM TIPIS ZNO DENGAN MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL SPIN COATING****Alfandi Gulo dan Nurdin Siregar**Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Medan  
*guloalfandy@gmail.com*

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

**ABSTRAK**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui cara pembuatan film tipis ZnO dengan menggunakan metode sol-gel spin-coating. Selain itu, penelitian ini juga bertujuan untuk mengetahui struktur film tipis ZnO yang ditumbuhkan diatas permukaan substrat kaca. Pembuatan film tipis ZnO ini menggunakan Zinc Acetate Dehydrate  $\{Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O\}$  sebagai bahan awal. Proses sol ZnO dipreparasi dengan melarutkan Zinc Acetate Dehydrate dalam isopropanol selama 10-15 menit hingga mencapai suhu 60-85oC kemudian ditetesi Diethanolamine (DEA) sebanyak 1,72 ml. Proses Pembuatan sol-gel berlangsung selama 2-3 jam Setelah memperoleh bentuk gel cair yang diinginkan, kemudian dilakukan pelapisan diatas permukaan substrat kaca dengan kecepatan awal (spin up) 1000 rpm selama 10 sekon dan dilanjutkn dengan spin off pada variasi kecepatan putaran 2000, 2500, 3000, dan 3500 rpm selama 20 sekon, dan setelah itu dilakukan pemanasan terhadap substrat kaca yang telah dilapisi dengan gel cair tersebut selama 10 menit dari suhu kamar sampai pada suhu 100oC secara perlahan. Proses ini dilakukan secara berulang sebanyak 5 kali untuk tiap sampel yang digunakan dengan tujuan supaya lapisan yang terbentuk tidak terlalu tipis dan merata diatas substrat kaca. Setelah proses pelapisan selesai, proses selanjutnya pre-heating pada suhu 250oC dan post-heating pada suhu 550oC selama 5 jam dengan waktu tahan selama 30 menit. Hasil analisis XRD film tipis ZnO diperoleh ukuran kristal berturut-turut yaitu 36,91 nm, 23,44 nm, 29,97 nm dan 21,85 nm. Adapun hasil SEM menunjukkan bahwa morfologi film tipis ZnO menunjukkan batas bulir yang sangat kecil dimana pada permukaan lapisan tidak memperlihatkan batas-batas bulir yang jelas dengan butir yang sangat kecil.

**Kata Kunci:** Film tipis, Ukuran Kristal, Kecepatan putaran, nanopartikel, XRD, SEM**ABSTRACT**

*This study aims to determine how to manufacture ZnO thin films using the sol-gel spin-coating method. In addition, this study also aims to determine the structure of the ZnO thin film grown on the surface of a glass substrate. The manufacture of this ZnO thin film uses Zinc Acetate Dehydrate  $\{Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O\}$  as the starting material. The ZnO sol process was prepared by dissolving Zinc Acetate Dehydrate in isopropanol for 10-15 minutes until it reached a temperature of 60-85oC, then 1.72 ml of Diethanolamine (DEA) was added. The process of making sol-gel lasts for 2-3 hours After obtaining the desired liquid gel form, then coating it on the surface of the glass substrate with an initial speed (spin up) of 1000 rpm for 10 seconds and continued with spin off at various rotational speeds of 2000, 2500, 3000, and 3500 rpm for 20 seconds, and after that, the glass substrate*

*which had been coated with the liquid gel was heated for 10 minutes from room temperature to a temperature of 100oC slowly. This process was repeated 5 times for each sample used with the aim that the layer formed was not too thin and evenly distributed on the glass substrate. After the coating process is complete, the next process is pre-heating at 250oC and post-heating at 550oC for 5 hours with a holding time of 30 minutes. The results of XRD analysis of ZnO thin films obtained crystal sizes of 36.91 nm, 23.44 nm, 29.97 nm and 21.85 nm, respectively. The SEM results show that the morphology of the ZnO thin film shows very small grain boundaries where the surface of the layer does not show clear grain boundaries with very small grains.*

**Keywords:** *Thin film, Crystal Size, Spin speed, Nanoparticles, XRD, SEM*

## PENDAHULUAN

Nanopartikel merupakan partikel mikroskopis yang memiliki ukuran dalam skala nanometer yaitu < 100 nm. Nanopartikel menjadi kajian yang sangat menarik, karena ketika suatu materi sudah dalam bentuk nanopartikel, biasanya partikel tersebut memiliki sifat yang berbeda dari sifat materi sebelumnya. Material berukuran nanometer memiliki sejumlah sifat kimia atau fisika yang lebih unggul dari materi ukuran besar atau bulk.

Sifat tersebut dapat diubah-ubah dengan melalui pengontrolan ukuran material, pengaturan komposisi kimiawi, modifikasi permukaan, dan pengontrolan intraksi antar partikel. Nanopartikel mempunyai beberapa bentuk seperti nanosphere, nanorods, nanowires dan nanotube. Hal inilah yang menyebabkan konsep nanopartikel dapat menjadi penghubung dalam mempelajari sifat materi dengan sifat atom penyusunnya. Nanopartikel dapat diaplikasikan pada berbagai bidang, karena memiliki banyak keuntungan dan kelebihan antara lain memberikan nilai tambah suatu bahan material. Inovasi terbaru penggunaan teknologi nanopartikel yaitu menghilangkan kerut wajah, pelindung wajah, deodorant, memperkokoh botol kemasan, mengatasi penyakit kanker, sebagai tinta pengaman, piranti pemancar ultraviolet, solar sel, dan pizoelektrik.

Sekarang ini material semikonduktor ZnO menjadi pusat perhatian para peneliti baik dibidang industri maupun teknologi. Hal ini disebabkan material ZnO mempunyai sifat yang menarik dan aplikasi yang luas. Material semikonduktor ini mempunyai beberapa sifat

yang menguntungkan seperti : mempunyai daya tembus yang baik, mobilitas elektron yang tinggi, band gap (celah pita) yang lebar, tahan pada temperatur tinggi, dapat memancarkan cahaya dan sebagainya.

Sifat ZnO yang menarik untuk diamati adalah proses pembentukan kristalnya yang terjadi pada suhu di bawah 400oC. Hal ini bergantung dari jenis deposisi dan pelarut yang digunakan. Dengan menggunakan pelarut etilonglikol dan gliserol, pada pemanasan menggunakan suhu 200oC telah terbentuk kristal ZnO. Pemanasan pada suhu di bawah 300oC merupakan pemanasan tahap awal, dimana struktur kristal sudah terbentuk tetapi belum terorientasi dengan sempurna. Selanjutnya dengan pemanasan yang lebih tinggi pada suhu 400oC dan 500oC, struktur kristal ZnO akan terorientasi dengan sempurna.

Dalam teknik material, ZnO merupakan salah satu bahan dasar dalam pembuatan lapisan tipis dan merupakan material semikonduktor tipe-n golongan II-IV. ZnO juga memiliki lebar band gap yang lebar yaitu, 3,37 eV, memiliki transparansi optik yang tinggi pada suhu kamar, dan kemampuan untuk mengikat elektron bebas sebesar 60 meV ”.

## METODE PENELITIAN

### a. Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi substrat kaca *Fluorine Doped Tin Oxided* (FTO), *Zinc acetate dehydrate*, *Isopropanol*, *Diethanolamine*, aquades, dan alkohol. Peralatan yang digunakan antara lain multimeter digital, *hot plate*, *magnetic stirrer*, termometer,

kompresor udara, furnace, kertas tisu, pipet tetes, gelar beaker dan spin coater.

**b. Preparasi pembuatan film tipis ZnO**

Bahan dasar dari pembuatan film tipis ZnO ini adalah Zinc acetate dehydrate {Zn(CH3COO)2.2H2O} 4,0 gram yang dilarutkan kedalam larutan isopropanol 35,47 ml dengan konsentrasi larutan 0,8 M. Campuran ini kemudian distirrer pada kelajuan 60-70 rpm dengan suhu 60-850C menggunakan teknik *reflux*. Setelah 10 menit, kemudian diteteskan secara perlahan-lahan larutan *Diethanolamine* (DEA) sebanyak 1,72 ml. Proses pembuatan *sol-gel* ini berlangsung selama 2-3 jam dan kemudian larutan yang peroleh didinginkan sampai mendekati suhu kamar. Pada tahap ini akan terbentuk gel cair yang terdiri dari senyawa asam yang berasal dari partikel ZnAc yang terlarut berserta air.

**c. Proses pelapisan film tipis ZnO**

Pelapisan film tipis ZnO pada FTO dilakukan dengan menyiapkan kaca FTO yang telah dicuci bersih dan kemudian diletakkan diatas mesin spin coater. Substrat kaca ditetesi dengan larutan lapisan sebanyak 4-6 tetes. Pembuatan lapisan dilakukan selama 30 detik, dengan 10 detik pertama digunakan sebagai spin-up pada kecepatan putaran rendah sebesar 1000 rpm dan kemudian dilanjutkan pada proses spin-off selama 20 detik pada kecepatan putaran 2000 rpm, 2500 rpm, 3000 rpm, dan 3500 rpm. Setelah melalui proses pelapisan kemudian substrat kaca di keringkan dalam furnace pada suhu 1000C selama 10 menit. Pelapisan selanjutnya dilanjutkan dengan proses yang sama untuk memperoleh lapisan film tipis yang lebih homogen diatas substrat kaca.

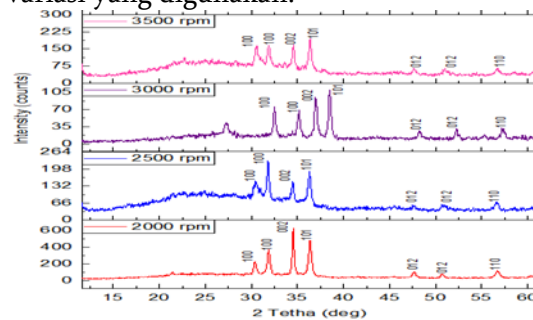
**d. Proses Kalsinasi**

Proses kalsinasi ini dilakukan dengan menggunakan suhu kalsinasi 2500C sebagai pre-heating selama 5 jam dan dilanjutkan pada proses post-heating dengan suhu kalsinasi 5500C selama 5 jam dengan waktu tahan 30 menit. Kemudian lapisan film tipis ZnO yang telah dikalsinasi didinginkan sampai mendekati suhu kamar.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Hasil Pengujian X-Ray Diffraction (XRD)**

Pengujian X-Ray Diffraction dilakukan untuk mengetahui ukuran kristal film tipis ZnO yang telah dikalsinasi. Gambar 1. Menunjukkan hasil analisis XRD dari lapisan film tipis ZnO dengan variasi kecepatan putaran. Variasi kecepatan putaran yang digunakan menunjukkan ukuran kristal kristal yang diperoleh berbeda untuk setiap variasi yang digunakan.



**Gambar 1.** XRD pada lapisan film tipis ZnO yang telah dikalsinasi dengan kecepatan putaran (a) 2000 rpm; (b) 2500 rpm; (c) 3000 rpm; dan (d) 3500 rpm

Untuk kristal ZnO pada setiap variasi yang digunakan, dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer sebagai berikut:

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

Dimana :

- D = ukuran kristal (Å)
- $\lambda$  = panjang gelombang
- B = Full Width at Half Maximum (rad)
- $\theta$  = sudut difraksi (°)

Tabel 1. Dibawah ini menunjukkan hasil perhitungan ukuran kristal yang diperoleh pada setiap variasi kecepatan putaran yang digunakan. Dapat dilihat bahwa ukuran kristal ZnO pada setiap variasi menunjukkan nilai yang berbeda. Ukuran kristal terbesar yang diperoleh dalam penelitian adalah pada kecepatan putaran 2000 rpm sebesar 36,91 nm.

**Tabel 1.** Ukuran kristal sampel film tipis ZnO

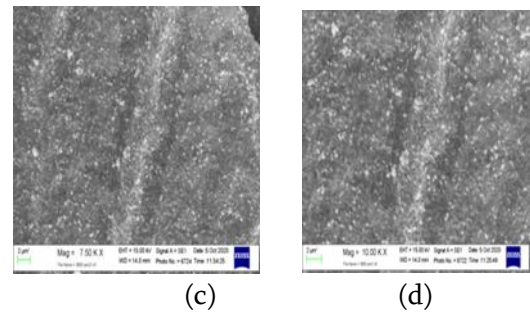
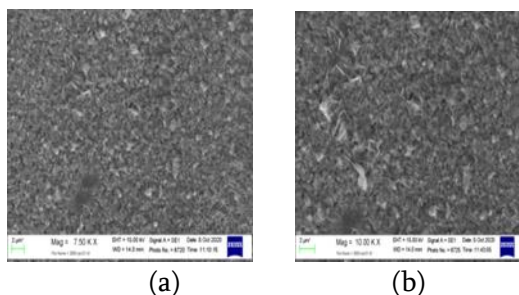
Kecepatan putaran (rpm)	Peak		Ukuran kristal (nm)
	2θ	FWHM	
2000	34,5149	0,2257	36,91
2500	11,1929	0,3408	23,44

3000	38,4867	0,2800	29,97
3500	11,3227	0,3655	21,85

Penggunaan variasi kecepatan putaran terhadap struktur kristal film tipis ZnO mempengaruhi ukuran partikel yang diperoleh. Berdasarkan karakterisasi XRD ukuran kristal Pada variasi kecepatan 2000 rpm diperoleh ukuran partikel sebesar 36,91 nm. Untuk variasi kecepatan putaran 2500 rpm, 3000 rpm, dan 3500 rpm, diperoleh ukuran partikel berturut-turut sebesar 23,44 nm, 29,97 nm, dan 21,85 nm. Hasil pengujian ini menunjukkan bahwa, semakin besar nilai perlakuan kecepatan putaran terhadap film tipis ZnO menyebabkan semakin cenderung memperkecil ukuran partikel yang diperoleh.

**Morfologi Film Tipis ZnO**

Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi film tipis ZnO. Gambar 2. Menunjukkan bagaimana hasil morfologi lapisan film tipis ZnO yang didapatkan. Bentuk partikel ZnO adalah hexagonal, dimana penggunaan variasi kecepatan putaran terhadap morfologi film tipis ZnO menunjukkan batas bulir yang sangat kecil, dan terlihat bahwa tidak adanya batas bulir yang cukup jelas. Hal ini ditunjukkan pada hasil pengujian SEM dimana pada permukaan lapisan film tipis ZnO tidak memperlihatkan batas-batas bulir yang jelas dengan butir yang sangat kecil pada setiap variasi kecepatan putaran yang digunakan.



**Gambar 2.** Morfologi Film tipis ZnO dengan Variasi kecepatan putaran (a) 2000 rpm; (b) 2500 rpm; (c) 3000 rpm dan (d) 3500 rpm

Pada Gambar 2. (a) dan (b) distribusi butiran-butiran kristalit memperlihatkan butiran permukaan yang kasar sama dan seragam. Butir-butir pada permukaan terlihat kecil karena mendapat driving force yang cukup untuk berdifusi dalam membentuk butir baru yang lebih besar. akibat dari difusi ini, akan terbentuk necking yang menyebabkan mengecilnya batasan antar butir dan porositasnya, Sehingga permukaan film tipis terlihat menjadi lebih halus. Morfologi yang diperoleh menyerupai tabung atau sering disebut sebagai nanorods.

Pada Gambar 2. (c) dan (d) menunjukkan hasil morfologi film tipis ZnO dengan butir-butir kristalit yang menyebar diatas substrat kaca yang digunakan. Tampak adanya retakan yang seragam dengan Butir-butir yang terdistribusi diatas substrat kaca dan terlihat tidak ada batas-batas butir yang jelas. Morfologi film tipis ZnO yang diperoleh memiliki struktur butir dengan retakan yang lebih sedikit dan struktur butir yang terdistribusi seragam.

**KESIMPULAN DAN SARAN**

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa Penggunaan variasi kecepatan putaran terhadap struktur kristal film tipis ZnO mempengaruhi ukuran partikel yang diperoleh. Berdasarkan karakterisasi XRD ukuran kristal Pada variasi kecepatan 2000 rpm diperoleh ukuran partikel sebesar 36,91 nm. Untuk variasi kecepatan putaran 2500 rpm, 3000 rpm, dan 3500 rpm, diperoleh ukuran partikel berturut-turut sebesar 23,44 nm, 29,97 nm, dan 21,85 nm. Hasil pengujian

ini menunjukkan bahwa, semakin besar nilai perlakuan kecepatan putaran terhadap film tipis ZnO menyebabkan semakin cenderung memperkecil ukuran partikel yang diperoleh. Penggunaan variasi kecepatan putaran terhadap morfologi film tipis ZnO menunjukkan batas bulir yang sangat kecil, dan tidak adanya batas bulir yang jelas. Hal ini ditunjukkan pada hasil pengujian SEM dimana pada permukaan lapisan film tipis ZnO tidak memperlihatkan batas-batas bulir yang jelas dengan butir yang sangat kecil.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Cao, G. (2004). Nanostructures & nanomaterials: synthesis, properties & applications. Imperial college press.
- Torres, D. (2009). Optical and Structural Properties of Sol-gel Prepared ZnO Thin Films and Their Effect on Photocatalytic Activity. Elsevier Solar Energy Material & Solar Cells. 93 : 55-59
- Davood. (2009). The Effect of Heat Treatment on The Physical Properties o Sol-gel Derivied ZnO Thin Films. Elsevier Applied Surface Science. 255 : 5812-5817
- Siregar, N., (2015). Studi Sintesis Dan Karakteristik Film Tipis ZnO Dengan Metode Sol-gel Spin coating. Disertasi. FMIPA. Sumatera Utara, Medan.
- Lature, Y. K. (2020). Studi Lapisan Penyangga pada Penumbuhan Lapisan Tipis ZnO: Fe.
- Khan, M. I., Bhatti, K. A., Qindeel, R., Alonizan, N., & Althobaiti, H. S. (2017). Characterizations of multilayer ZnO thin films deposited by sol-gel spin coating technique. Results in physics. 7: 651-655