**Pengaruh Variasi Suhu Terhadap Sifat Optik Lapisan Tipis ZnO Dengan Metode *Sol-Gel* dan *Spin Coating***

L Rumiyanti1,a\*, D Aryanto2,b, S Garcia1,c, I Firdaus1,d

*(1) Jurusan Fisika, Universitas Lampung, Bandar Lampung, Indonesia 35141*

 *(2)Pusat Penelitian Fisika LIPI, Serpong, Indonesia 15314*

a*leni.rumiyanti@fmipa.unila.ac.id,* b*didi027@lipi.go.id**, c**shaniagrc24@gmail.com**, diqbal.firdaus@fmipa.unila.ac.id*

Diterima (14 Mei 2020), Direvisi (1 Juni 2020)

***Abstract.*** *Research on the optical characteristics of the ZnO thin film has been carried out with the sol-gel method and spin coating using a solution concentration of*  *(Zn(CH3COO)2.2H2O)* *0.5 M with 30 mL isopropanol as a solvent. This experiment involves the preparation process of making ZnO solution, making thin layers and testing the optical properties of thin films. use UV-Vis Spectroscopy to obtain the value of the transmittance at wavelength so as to obtain absorbance and band gap energy through the Tauc Plot. The value of transmittance obtained is directly proportional to the temperature while the absorbance is inversely proportional to the temperature because the high deposition temperature causes the reaction rate to be faster so that the absorbance value will be lower. Band gap energy obtained in the range of 3.23 eV - 3.27 eV according to the existing literature, namely the band gap at ZnO without doping produces band gap energy between 3.2 eV - 3.3 eV.*

***Keywords***: ZnO, *thin film*, *sol gel*, *spin coating*

**Abstrak.** Telah dilakukan penelitian mengenai karakteristik sifat optik lapisan tipis ZnO dengan metode *sol-gel* dan *spin coating* menggunakan konsentrasi larutan (Zn(CH3COO)2.2H2O) sebesar 0,5 M dengan volume Isopropanol 30 mL sebagai pelarut. Percobaan ini melibatkan proses preparasi pembuatan larutan ZnO, pembuatanlapisan tipis dan pengujian sifat optik lapisan tipis. menggunakan UV-Vis *Spectroscopy* untuk memperoleh nilai tranmitansi pada panjang gelombang sehingga mendapatkan data absorbansi dan energi celah pita melalui *Tauc Plot*. Nilai transmitansi yang diperoleh berbanding lurus dengan suhu sedangkan absorbansi berbanding terbalik dengan suhu karena suhu deposisi yang tinggi menyebabkan laju reaksi semakin cepat sehingga nilai absorbansi akan semakin rendah. Energi celah pita yang diperoleh ada pada kisaran 3,23 eV – 3,27 eV sesuai dengan literatur yang ada yaitu celah pita pada ZnO tanpa doping menghasilkan energi celah pitaantara 3,2 eV – 3,3 eV.

**Kata kunci:** ZnO, lapisan tipis, *sol gel*, *spin coating*

**PENDAHULUAN**

*Zinc oxide* merupakan senyawa anorganik dengan formula ZnO. ZnO merupakan bahan semikonduktor tipe-n dengan lebar pita energi 3,2 eV – 3,3 eV pada suhu kamar. Logam ini keras dan rapuh pada kebanyakan suhu, namun dapat ditempa antara 100°C sampai dengan 150°C. Di atas 210°C [1]. ZnO juga merupakan material semikonduktor yang penting karena memiliki celah pita lebar, sehingga banyak digunakan untuk beberapa aplikasi seperti *transpsrent conductors, solar cell windows,* sensor gas, perangkat *photovoltaic* [2]. ZnO bisa memiliki sifat piezoelektrik yang disebabkan oleh struktur kristal wurtzite. Pada teknik material khususnya lapisan tipis, bahan yang biasa digunakan adalah $SnO\_{2}$, $WO\_{3}$, Ti$O\_{2}$, ZnO, ITO, dan lainnya.

tetapi untuk penelitian ini menggunakan ZnO dikarenakan ZnO memiliki efisiensi fotokatalis yang tinggi karena dapat menghasilkan $H\_{2 }O\_{2 }$ dibandingkan material semikonduktor lainnya [5].

ZnO bisa memiliki sifat piezoelektrik yang disebabkan oleh struktur kristal wurtzite. Pada teknik material khususnya lapisan tipis, bahan yang biasa digunakan adalah $SnO\_{2}$, $WO\_{3}$, Ti$O\_{2}$, ZnO, ITO, dan masih banyak lagi bahan lainnya, tetapi untuk penelitian ini menggunakan ZnO dikarenakan ZnO memiliki efisiensi fotokatalis yang tinggi karena dapat menghasilkan $H\_{2 }O\_{2 }$ dibandingkan material semikonduktor lainnya [5].

Lapisan tipis ZnO dapat disintesis melalui *Both Solution* dan metode berbasis vakum, yaitu metodeberbasis vakum *Pulsed Laser Deposition (PLD), Chemical Vapour Deposition (CVD), Sputtering, Laser Ablation, Spray Pyrolysis* [5]. Meskipun metode diatasmenghasilkan kualitas yang tinggi tetapi teknik ini membutuhkan peralatan yang rumit dan mahal. Berdasarkan beberapa hal diatas maka diperoleh alternatif lain menggunakan metode deposisi yang bisa digunakan *dengan sederhana* yakni berbasis larutan, seperti *Chemical Bath Deposition, sol-gel, electrodeposition,* dan *hydrothermal* [6].Diantarametode diatas, metode *sol-gel* merupakan metode yangmenarik, karena dapat mengahasilkan lapisan kecilmaupun luas yang bagus, sederhana, dan biaya rendah [7].

Keuntungan lain dari teknik sol-gel yaitu dapat menghasilkan material dengan tingkat kehomogenan tinggi dan komposisi material yang bisa dikontrol sesuai keinginan [8]. *Sol* merupakan suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk padat dan fasa pendispersinya berbentuk cairan [9]. *Gelation* adalah proses penumbuhan melalui kondensasi polimer atau pengelompokkan partikel [10].

**Gambar 1.** Struktur kristal ZnO

 Penelitian ini memilih untuk menggunakan teknik *spin coating* karena metode ini merupakan teknik yang paling mudah dan cepat dalam penumbuhan lapisan tipis. Lapisan tipis yang dihasilkan dengan metode ini memiliki tingkat kehomogenan yang cukup tinggi. Ketebalan lapisan yang diinginkan bisa dikontrol berdasarkan waktu dan kecepatan putaran dari alat *spin coater* [11]. Proses *spin coating* meliputi empat tahapan yang terdiri dari deposisi, *spin up* dan *spin off* serta tahap evaporasi [12].

Untuk mengetahui besarnya konduktivitas listrik, dibutuhkan pengetahuan mengenai elektron-elektron dalam kristal yang diatur dalam pita energi yang dipisahkan oleh daerah energi yang tidak memiliki orbital elektron. Daerah terlarang ini dinamakan celah pita (*band gap*), dan merupakan hasil interaksi konduktivitas elektron dengan inti ion kristal [13].

Plot (αhυ)2 vs hυ dengan mengekstrapolasi bagian linier dari kurva ke garis absorbsi nol memberikan nilai celah pita energi untuk transisi langsung [14]. UV Vis Spektro ini terdiri dari spektrometer yang menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer sefotometri merupakan alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diabsorpsi [15].

Pada penelitian ini, dilakukan deposisi lapisan tipis substrat kaca dengan metode *sol-gel* menggunakanteknik *spin-coating*. Variasi temperatur yang digunakan, yaitu 300°C, 400°C, dan 500° dimaksudkan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap sifat optik lapisan tipis ZnO melalui uji karakterisasi Spektofotometer UV-Vis sehingga mendapatkan data transmitansi, absorbansi dan *Tauc Plot*.

**METODE PENELITIAN**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu neraca digital, gelas beker, spatula, mikropipet, *fume hood* , *magnetic stirred*, *spin cooter* dan desikator. Adapun bahan yang dgunakan dalam penelitian ini, yaitu *Zinc Asetat Hidrat* (Zn(CH3COO)2.2H2O), *Isopropanol* (C3H8O), *Ethanolamine* (C2H7NO), Asam Klorida (HCL), *Etanol* (C2H5OH), *Acetone* (C3H6O), dan aquades.

Skema penelitian dapat dilihat pada **Gambar 2.**

Pembuatan larutan ZnO 0,5M

Pencampuran larutan *(spin cooter)* selama 1 jam pada suhu 70°C kekuatan 3000Rpm

Pendiaman larutan 24jam dan pencucian substrat dengan *ultrasonic*

Pembuatan lapisan tipis ZnO

Furnace

400°C

300°C

500°C

Uji UV-Vis Spektrofotometri

Hasil Penelitian

Kesimpulan

**Gambar 2.** Skema penelitian

Metode ini terdiri dari tiga tahap utama, yaitu terdiri dari preparasi pembuatan larutan ZnO, pembuatan lapisan tipis dan pengujian sifat optik. Untuk tahap preparasi *sample* menggunakan bahan *Zinc Acetat* (Zn(CH3COO)2.2H2O) 0,5 M dimasukkan ke dalam larutan isopropanol dan diaduk menggunakan *magnetic stirred* dengan kekuatan 300 Rpm pada suhu ruang sampai larutan homogen. Kemudian meneteskan etanolamina sampai larutan tidak berwarna atau transparan pada suhu 70 °C selama 1 jam, lalu larutan didiamkan 1 x 24 jam.

Untuk tahap kedua, yaitu pembuatan lapisan tipis dengan melapisi substrat dilakukan dengan metode *spin coating*. Substrat dicuci terlebih dahulu pada ultrasonik dengan ditambahkan aseton selama 5 menit lalu ditambahkan etanolamina selama 5 menit dan aquades. Kemudian substrat kaca yang sudah diberi larutan ZnO diletakkan di atas spin coater dengan kecepatan 4000 Rpm. Setelah itu memindahkan substrat ke *hot plate* selama 5 menit pada suhu 110 oC dan diulangi sebanyak 2 kali. Lalu di *furnace* pada suhu 300 oC, 400 oC, dan 500 oC.

Tahap terakhir, yaitu pengujian sifat optik lapisan tipis ZnO dilakukan menggunakan UV-Vis Spektrofotometri untuk memperoleh nilai tranmitansi, absorbansi dan energi celah *pita* melalui *Tauc plot*.

**Penentuan Absorbansi**

Hubungan antara koefisien absorpsi (α) dan energi foton datang (*hv*) dapat ditulis sebagai:

15

$(αhv)^{\frac{1}{n}}=b \left(hv-Eg\right)$ (1)

*hv* adalah energi foton, *b* adalah sebuah konstanta dan *Eg* adalah lebar celah pita optik bahan semikonduktor, sedangkan eksponen *n* bergantung pada jenis transisi di dalam bahan. Untuk transisi langsung *n* = 1/2 dan untuk transisi tak langsung *n* = 2. Koefisien absorpsi (α) ditentukan berdasarkan data absorbansi atau transmitansi untuk setiap panjang gelombang melalui hubungan *Beer- Lambert*, yang ditunjukkan persamaan

I = I0exp(-αt) (2)

*I* adalah intensitas cahaya yang ditransmisikan melewati sampel film, *I0* adalah intensitas cahaya datang, dan *t* adalah ketebalan sampel film. Absorbansi dituliskan sebagai:

A= log $\frac{I0}{I}$ = - log T (3)

**Penentuan *Band Gap Energy***

Celah pita energi optik lapisan tipis dapat dicari menggunakan Persamaan Urbach yang dapat dituliskan

$αhυ = C\left(hυ-Eg\right)^{\frac{1}{2}} $ (4)

Dimana C adalah parameter karakteristik (energi foton) untuk transisi, h adalah konstanta Planck dan v adalah frekuensi cahaya. E adalah celah pita optik dari lapisan tipis.

 E = $hυ$ = hc/λ (5)

Dimana h adalah konstanta Planck (6.262x $10^{-34}$Js), c adalah kecepatan cahaya 3x$10^{8}$m/s, dan A adalah panjang gelombang dari cahaya .

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Sintesis Material**

Pada penelitian ini menggunakan larutan ZnO dengan variasi suhu 300 ºC, 400 ºC, dan 500 ºC menggunakan metode *sol-gel* dan *spin coating* untuk mengetahui pengaruh suhu terhadap sifat optik dari lapisan ZnO.

**Tabel 1.** Hasil pembuatan lapisan tipis ZnO

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Lapisan | 300 °C | 400 °C | 500 °C |
| C:\Users\TOSHIBA-C640\AppData\Local\Microsoft\Windows\Temporary Internet Files\Content.Word\IMG_20200130_193903.jpg | C:\Users\TOSHIBA-C640\AppData\Local\Microsoft\Windows\Temporary Internet Files\Content.Word\IMG_20200130_193839.jpg | C:\Users\TOSHIBA-C640\AppData\Local\Microsoft\Windows\Temporary Internet Files\Content.Word\IMG_20200130_193819.jpg |

Proses deposisi lapisan tipis ZnO dilakukan melalui tiga tahap utama. Tahap pertama, yaitu pembuatan larutan ZnO yang menghasilkan larutan berwarna kuning bening tanpa endapan, tahap kedua pembuatan lapisan tipis dan tahap ketiga uji karakterisasi menggunakan UV-Vis Spektrofotometri. Pada proses pembuatan lapisan tipis menggunakan metode *spin coating* padakecepatan 4000 Rpm. Lalu mencuci substrat dengan *Acetone* dan disinterring menggunakan *furnace* pada suhu 300 °C, 400 °C, dan 500 °C selama 1 jam. Proses deposisi dilakukan dengan konsentrasi larutan sebesar 0,5 M. Kemudian dilanjutkan dengan uji UV-Vis Spektrofotometri untuk mendapatkan nilai transmitansi, absorbansi dan *tauc plot* dari larutan ZnO. Perbedaan pola lapisan tipis ini dapat dilihat pada **Tabel 1.**

**Transmitansi**

Grafik transmitansi lapisan tipis ZnO menggunakan UV-Vis Spektrofotometriditunjukkan pada **Gambar 3**. Hasil pengujian sifat optik lapisan tipis ZnO secara umum menunjukkan bahwa adanya kenaikan transmitansi yang terjadi pada saat lapisan tipis ZnO dikenai spektrum cahaya tampak pada panjang gelombang sebesar 240 nm sampai panjang gelombang 360 nm yaitu sebesar 80 % - 85,9 % yang dapat dilihat pada **Tabel 2.** bahwa suhu berbanding lurus dengan nilai transmitansi yaitu, semakin tinggi suhu maka transmitansi yang diperoleh akan semakin besar.

**Tabel 2.** Hasil transmitansi ZnO

|  |  |
| --- | --- |
| Suhu (°C) | Nilai Transmitansi Tertinggi(%) |
| 300 | 80 |
| 400 | 77,5 |
| 500 | 85,9 |

**Gambar 3.** Grafik transmitansi ZnO

Berdasarkan **Gambar 3** dapat dilihat bahwa hasil pengujian transmitansi pada lapisan tipis ZnO terjadi penurunan nilai transmitansi pada panjang gelombang 360 nm – 1000 nm. Transmitansi terjadi penurunan karena sinar UV memiliki nilai panjang gelombang pada sekitar 400 nm, sehingga pada panjang gelombang tersebut cahaya UV yang dipancarkan akan sedikit dilewatkan oleh lapisan tipis ZnO.

Ketika cahaya dengan berbagai panjang gelombang (cahaya polikromatis) mengenai suatu zat, maka cahaya dengan panjang gelombang tertentu saja yang akan diserap. Dalam suatu molekul yang memegang peran penting adalah elektron valensi dari setiap atom yang ada hingga terbentuk suatu materi. Elektron-elektron yang dimiliki oleh suatu molekul dapat berpindah (eksitasi) jika dikenai suatu energi. Jika zat menyerap cahaya tampak dan UV maka akan terjadi perpindahan elektron dari keadan dasar menuju keadaan tereksitasi Sedangkan transmitansi tertinggi mencapai 85,9 % yang dapat dilihat pada **Tabel 2**. Semakin tinggi suhu maka transmitansi yang diperoleh akan semakin besar.

**Absorbansi**

Absorpsi fundamental, yang bersesuaian dengan eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi semikonduktor, dapat digunakan untuk menentukan sifat (alami) dan celah pita optik bahan semikonduktor. Spektrum absorbansi UV-Vis lapisan tipis ZnO dengan variasi suhu ditunjukkan pada **Gambar 4.**

Pada rentang panjang gelombang cahaya tampak, nilai absorbansi minimum dan konstan terjadi pada panjang gelombang 360 nm - 1000 nm, dengan absorbansi mencapai 4,3 % yang dapat dilihat pada **Tabel 3**.

Nilai absorbansi dan panjang gelombang berbanding terbalik dengan suhu. Semakin tinggi suhu maka semakin kecil absorbansi yang diperoleh begitupun dengan panjang gelombang. Semakin besar panjang gelombang maka semakin kecil absorbansi yang didapatkan.

**Tabel 3.** Hasil absorbansi ZnO

30

|  |  |
| --- | --- |
| Suhu (°C) | Nilai AbsorbansiTerendah(%) |
| 300 | 5,4 |
| 400 | 4,5 |
| 500 | 4,3 |

**Gambar 4.** Grafik absorbansi ZnO

***Tauc Plot***

Pengukuran celah pita energi suatu bahan semikonduktor perlu diketahui, karena sifat celah pita energi berimplikasi pada perbedaan sifat kebergantungan koefisien absorbansi terhadap frekuensi foton yang ada [16]. Celah pita energi lapisan tipis ZnO diperoleh melalui pengeplotan data absorbansi menggunakan persamaan transisi langsung (*direct bandgap)* [17].

Grafik plot antara (αhυ)² dengan hυ ditunjukkan pada **Gambar 5**. Dengan perpotongan grafik dan sumbu datar menunjukkan lebar celah pita energi. Energi gap menunjukkan pergerakan elektron dalam melintasi pita valensi menuju pita konduksi. Pada penelitian ini diperoleh *band gap* pada lapisan tipis ZnO ini ada pada kisaran 3,23 eV – 3,27 eV. Hal ini menunjukkan bahwa penelitian ini sesuai dengan literatur yang ada. ZnO merupakan senyawa yang memiliki lebar celah pita energi sebesar 3,2 – 3,3 eV yang memiliki sifat listrik dan optik sehingga banyak digunakan sebagai fotokonduktor dan sensor terintegrasi [18].

Lebar celah energi (Eg) semakin kecil seiring bertambahnya nilai absorbansi sehingga energi yang diserap oleh bahan semakin banyak dan menyebabkan nilai *energy gap* menurun walaupun perubahan penurunan celah energi sangat kecil yaitu berada pada kisaran rentang nilai 0,1 eV - 0,5 eV. Celah pita yang dihasilkan tidak berpola karena rentang energi gap untuk masing-masing sampel menggunakan molaritas yang sama yaitu 0,5 M.

Hal ini mengindikasikan bahwa bila lebar celah energi berkurang, memungkinkan akan lebih banyak elektron-elektron yang mengalami transisi elektronik dari pita valensi ke pita konduksi sehingga lapisan tipis semakin bersifat konduktif.

**Tabel 5.4** Hasil *tauc plot* lapisan tipis ZnO

|  |  |
| --- | --- |
| Suhu (ºC) |  Celah Pita Energi (eV) |
| 300 | 3,27  |
| 400 | 3,22  |
| 500 | 3,26  |

**Gambar 5.** Energi celah pita

Berdasarkan literatur yang ada, penelitian ini sesuai dengan teori karena perilaku transmitansi menurut beberapa literatur akan meningkat sementara celah pita energi akan mengalami penurunan dengan meningkatnya suhu pendinginan pada uji UV-Vis Spektrofotometri.

**KESIMPULAN**

 Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa nilai transmitansi yang diperoleh meningkat pada suhu deposisi yang semakin tinggi. Nilai transmitansi tertinggi sebesar 85,9 % pada suhu 500 °C. Nilai absorbansi yang diperoleh menurun pada suhu deposisi yang semakin tinggi karena suhu deposisi yang tinggi menyebabkan laju reaksi semakin cepat sehingga nilai absorbansi akan semakin rendah. Nilai absorbansi terendah sebesar 4,3 % pada suhu 500 °C. Energi celah pita yang diperoleh semakin rendah pada suhu deposisi yang semakin tinggi dan pada penelitian diperoleh energi celah pita sebesar 3,23 eV – 3,27 eV.

**DAFTAR PUSTAKA**

1. Bednarek, Paulina. 2010. *Ceramic Materials – Forming Methods and Properties of Final Elements*. Warszawa. Warsaw University of Technology.
2. Bizarro M., Sanches A., Garduno W.I., Alonso J.C., dan Ortiz A. 2011. Synthesis and Characterization of ZnO and ZnO:Al by Spray Pyrolysis with High Photocatalytic Properties. *Catalysis Today*. Vol. 2. Pp. 127-138.
3. Hoffmann A., Claus F.K., Bruno K.M., Andreas W, dan Johannes M. 2010. Zinc Oxide: From Fundamental Properties Towards Novel Application. *Springer*. Vol. 15. Pp. 9-10.
4. Gupta, P.K., Shishoda, dan Kapoor A. 2010. Non-Crystalline Solids: Glasses and Amorphous Solids. *Journal Of Non Crystallin Solids* Vol.2. Pp.31.
5. Hafdallah, A., Yanineb F., Aida M.S., dan Attaf N. 2011. In Doped ZnO Thin Films. *Journal of Alloys and Compounds*. Vol. 509. Pp. 7267-7270.
6. Bu, Ian. 2014. Sol-Gel Production of Alumunium Doped Zinc Oxide Using Alumunium Nitrate. *Materials Science in Semiconductor Processing*. Vol.27. Pp.19-25.
7. Li ,Y., Meng J., Ziqiang X., dan Cheng H. 2014. Al-Doping Effects on Structure and Optical Properties of ZnO Nanostructures. *Materials Science.* Vol. 9. Pp. 260-262.
8. Bhushan, B. 2007. *Handbook of Nanotechnology.* Ohio State University. Columbus USA.

1. Paveena, L., Vittaya A., Supapan S., dan Santi M. 2010. Characterization and Magnetic Propetis of Nanocrystalline CuFe2O4, NiFe2O4, ZnFe2O4 Powders Prepared by Aloe Vera Extract Solution. *Current Applied Physics*.Vol. 11. Pp 101-108.
2. Brinker, C.J. 1990. *Sol-Gel Science*. London. Academic Press.
3. Luurtsema, G.A. 1997. Spin Coating for Rectangular Substrates (Thesis). University of California. Barkeley.

Vol. 2. Pp 7-11.

1. Hellstrom, S.L. 2007. *Basics Models of Spin Coating. Submitted As Coursework For Physics*. California. Standford University .
2. Kittel, Charles. 1996. *Introduction to Solid State Physics*. New York. John Wiley and Sons.
3. Firdaus, C.M., Rizam M, Rusop M, dan Hidayah S.R. 2012. Characterization of ZnO and ZnO: TiO2 Thin Films Prepared by Sol-Gel Spray-Spin Coating Technique. *Original Research Article Procedia Engineering.* Vol. 41. Pp. 1367-1373.
4. Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik.* Jakarta. Universitas Indonesiaa Press.
5. Mikrajuddin A., dan Khairurrijal. 2010. Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. Vol. 2. Pp.1-9.
6. Kusnandar, A., Rachmawati H., Budi P. D. K., dan Suhandono S. 2013. Curcumin Nanoemultion for Transdermal Application: Formulation and Evaluation*. Proceedings Workshop Nanotechnology*. Vol. 1. Pp. 560-566.
7. Miller, G.L. 1959. Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. *Analytical Chemistry*. Vol. 31. Pp. 426-428.