

PENUMBUHAN DAN KARAKTERISASI LAPISAN TIPIS PbTiO_3 YANG DISIAPKAN DENGAN TEKNIK *SPIN COATING*

Bilalodin

Program Studi Fisika, Jurusan MIPA Fakultas Sains dan Teknik
Universitas Jenderal Soedirman Purwokerto

ABSTRACT

The growth of PbTiO_3 ferroelectric thin films have successfully done. Thin films were made from bulk (powder) PbTiO_3 dissolved in methanol solution. The condensation was mixed during 1 hour to get homogeneous condensation. Thin films were grown above corning substrates by spin coating method. Optimization was done by various of annealing temperature. The physical properties of thin films were characterized by Energi Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS), X-Ray Diffraction (XRD), Scanning and Electron Microscopy (SEM). EDS measurement showed that the stoichiometry composition ratio of Pb/Ti is 1/1.26 at annealing temperature 600°C and 1/1.29 at annealing temperature 700°C . The result of XRD pattern showed that crystal structure of PbTiO_3 thin films are tetragonal. The calculated lattice parameters obtained from Chohen Method are $a=b= 3.873 \text{ \AA}$ dan $c= 4.130 \text{ \AA}$. The result of SEM PbTiO_3 thin film showed that thin film has globular grain size.

Keyword : PbTiO_3 thin film, spin coating method, characterization EDS, XRD and SEM

PENDAHULUAN

Meskipun sudah dikenal lama, namun lapisan tipis PbTiO_3 yang bersifat feroelektrik tetap sangat menarik untuk diteliti karena bermacam macam penggunaan diantaranya: sebagai sensor inframerah, kapasitor dan *high dynamic radom acces memory* (DRAM). Penggunaan PbTiO_3 sebagai sensor inframerah mempunyai kelebihan dibandingkan bahan yang lain diantaranya: koefisien piroelektrik (P) yang besar, konstanta dielektrik yang rendah dan koefisien temperatur (γ) yang tinggi. Beberapa penerapannya adalah sebagai alat sensor pada navigasi dan pengindraan jarak jauh, kamera IR malam hari dan sensor tubuh manusia (Nakamoto, dkk., 2002). Oleh sebab itu pembuatan lapisan tipis piroelektrik PbTiO_3 terus dilakukan guna mendapatkan karakteristik film yang lebih baik. Beberapa metode yang dapat digunakan dalam pembuatan lapisan tipis PbTiO_3 adalah seperti: *Pulsa Laser Ablation* (PLAD), *puttering*, dan

Chemical Deposition Solution (CDS) (Scott, 1997). Metode CDS cukup baik karena kontrol yang baik pada stoikiometri, mudah dibuat dan dapat dilakukan pada suhu kamar.

Pada penelitian ini lapisan tipis PbTiO_3 ditumbuhkan dengan metode CDS kemudian diproses lebih lanjut dengan teknik *Spin coating*. Lapisan tipis dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar X dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur kristal dan morfologi permukaan film.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan adalah serbuk PbTiO_3 , substrat kaca (*corning*), metanol, akuades. Alat yang digunakan: gelas ukur 100 ml, pengaduk, pipet, crucibel *alumina*, *Spin Coating*, *Hotplate*, *Furnace*, SEM (*Scanning Electron Microscopy*), XRD (*X-Ray Diffraction*) dan EDX (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*).

Pembuatan lapisan tipis adalah sebagai berikut: langkah pertama adalah

pembuatan larutan PbTiO_3 0,5 M dengan menggunakan pelarut metanol. Larutan diaduk selama 1 jam untuk memperoleh larutan yang homogen. Langkah selanjutnya adalah proses pembentukan film tipis, yaitu dengan mengambil 4 tetes larutan PbTiO_3 untuk diteteskan pada substrat kaca (*corning*) yang sudah ditempatkan pada alat *spin coating*, kemudian substrat yang sudah terdapat larutan tersebut diputar dengan putaran 2500 rpm. Setelah dilakukan proses *spin coating*, langkah selanjutnya adalah melakukan pemanasan awal (*pra annealing*) dengan menggunakan *hotplate* dengan suhu 50°C selama 30 menit. Langkah terakhir adalah dilakukan pemanasan (*annealing*) dengan menggunakan *furnace* dengan suhu 600°C dan 700°C selama 1 jam.

Karakterisasi komposisi kimia dari lapisan tipis dilakukan menggunakan EDX, struktur kristal dilakukan dengan menggunakan XRD dan morfologi

permukaan menggunakan SEM (Siswosuwarno, 1996)

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Karakterisasi EDX

Hasil karakterisasi EDX dapat dilihat pada Tabel 1. Data pada Tabel 1 menunjukkan bahwa pada lapisan tipis yang dibuat telah terdapat unsur *plumbum* (timbal) dan titanium. Hal ini ditunjukkan pada besarnya persentase berat (wt%) dan jumlah atom (at%). Lapisan tipis jika dianggap mempunyai struktur stoikiometri Pb/Ti : 1/1, film yang terbentuk pada substrat kaca (*corning*) pada temperatur *annealing* 600°C dan 700°C diperoleh masing-masing 1/1,26 dan 1/1,29. Hasil ini menunjukkan bahwa baik pada temperatur 600°C maupun 700°C lapisan tipis yang terbentuk pada substrat kaca (*corning*) masih kelebihan unsur Ti dan kekurangan unsur Pb. Hal ini dimungkinkan karena menguap pada saat dilakukan proses *annealing*.

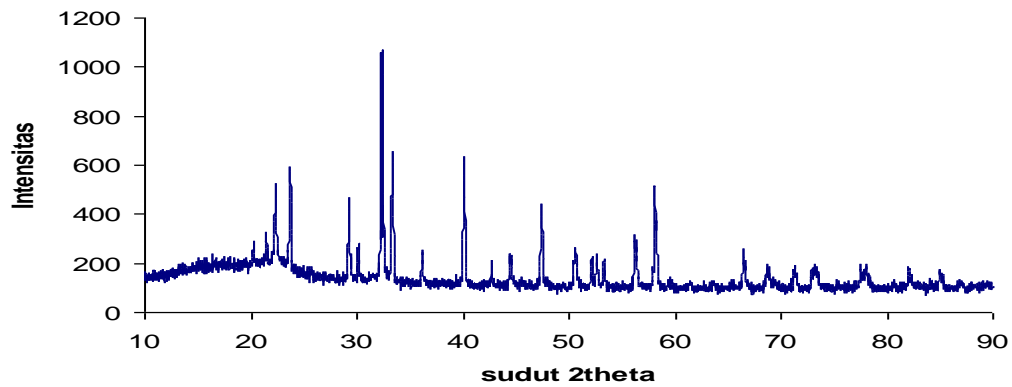
Tabel 1. Hasil EDX film tipis PbTiO_3 di atas substrat *corning*

Unsur	Penumbuhan lapisan tipis PbTiO_3			
	Temperatur <i>annealing</i> 600°C		Temperatur <i>annealing</i> 700°C	
	Wt%	At%	Wt%	At%
Pb	78,68	44,27	77,06	43,72
Ti	21,32	55,73	22,94	56,28

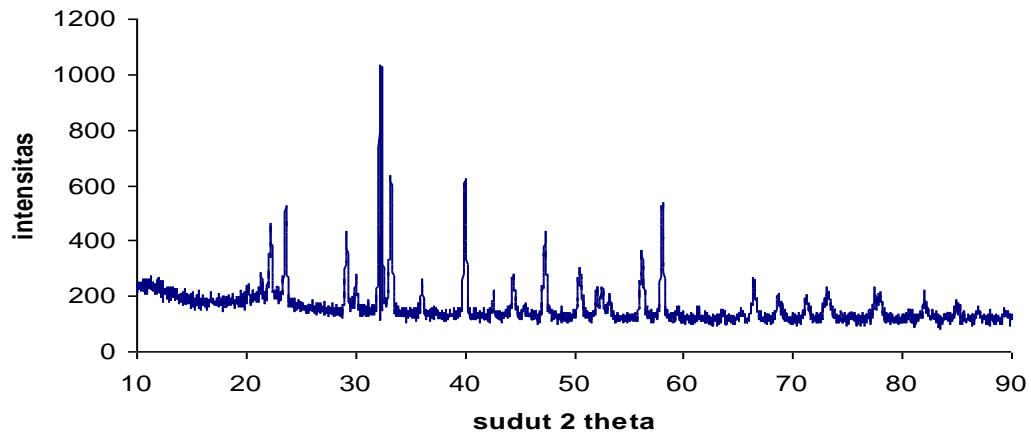
2. Karakterisasi XRD

Hasil pola difraksi lapisan PbTiO_3 ditunjukkan pada Gambar 1. Hasil XRD menunjukkan bahwa lapisan tipis PbTiO_3 yang terbentuk bersifat polikristal. Hal ini diindikasikan dengan banyaknya puncak yang terbentuk. Hasil

XRD menunjukkan intensitas tertinggi terjadi pada sudut $2\theta = 32,3395$ dengan bidang kristal (110). Film tipis PbTiO_3 yang terbentuk masih terdapat daerah yang berupa *amorf* yang diindikasikan puncak-puncak yang belum nampak.



Gambar 1. Hasil XRD film tipis PbTiO_3 di atas substrat *corning* pada temperatur *annealing* 600°C



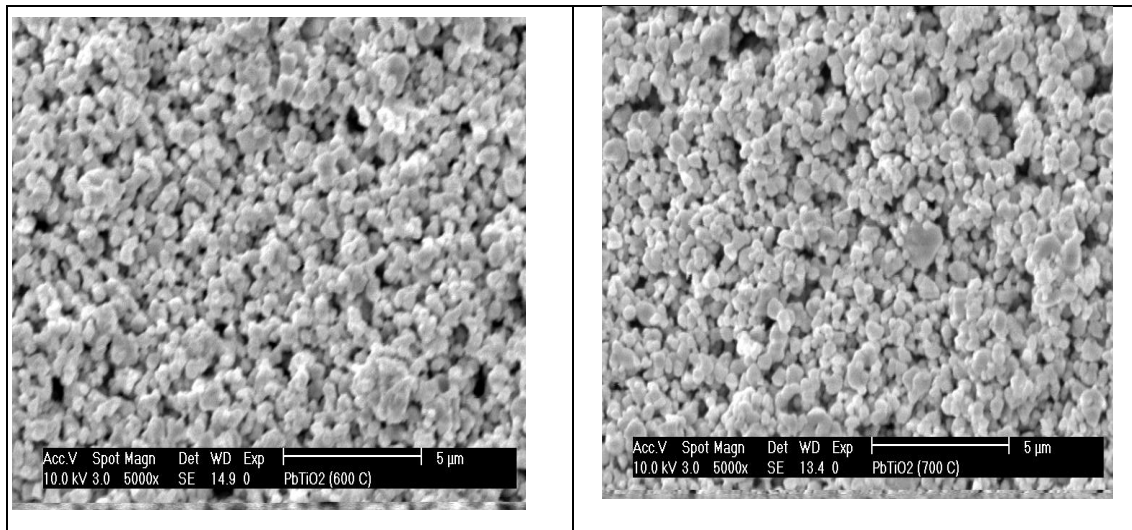
Gambar 2 Hasil XRD film tipis PbTiO_3 di atas substrat *corning* pada temperatur *annealing* 700°C

Film tipis PbTiO_3 yang ditumbuhkan di atas substrat *corning* dengan temperatur *annealing* 700°C , juga berupa polikristal. Hal ini diindikasikan dengan banyaknya puncak yang terbentuk seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2. Hasil XRD menunjukkan intensitas tertinggi terjadi pada sudut $2\theta = 32,2510$ dengan bidang kristal (110). Film tipis PbTiO_3 yang terbentuk masih terdapat daerah yang berupa *amorf* yang diindikasikan puncak-puncak yang belum nampak, namun demikian pada temperatur ini memiliki struktur kristal yang sedikit lebih baik

daripada saat temperatur *annealing* 600°C . Nilai konstanta kisi yang dihitung berdasarkan metode Cohen diperlihatkan pada Tabel 2. Hasil perhitungan yang ditampilkan diatas, parameter kisi film tipis PbTiO_3 yang ditumbuhkan diatas substrat *corning* memiliki nilai yang hampir sama dengan data parameter kisi ICDD (*International Centre for Diffraction Data*) untuk PbTiO_3 dimana $a=b= 3,89 \text{ \AA}$ dan $c = 4,13 \text{ \AA}$ (Paul, 2004).

Tabel 2. Nilai parameter kisi lapisan tipis PbTiO_3 pada temperatur *Annealing* 600°C dan 700°C

Temperatur <i>Annealing</i> ($^\circ\text{C}$)	a=b (A°)	c (A°)	c/a
600	3.873	4.130	1.066
700	3.994	4.352	1.089



(a)

(b)

Gambar 3. Morfologi permukaan film tipis PbTiO_3 di atas substrat *corning* pada temperatur *annealing* (a) 600°C dan (b) 700°C

Hasil *Scanning Electron Microscopy (SEM)* film tipis PbTiO_3 di atas substrat *corning* yang ditunjukkan pada Gambar 3a dan 3b memperlihatkan bahwa peningkatan temperatur *annealing* hanya sedikit merubah ukuran butiran (*grain size*). Pada temperatur *annealing* 600°C maupun 700°C memiliki butiran berbentuk bulat dengan ukuran yang beragam, hal ini diperkuat oleh hasil *XRD* yang memunculkan banyak puncak. Pada temperatur *annealing* 700°C memiliki butiran dengan ukuran yang lebih seragam

KESIMPULAN

Lapisan tipis PbTiO_3 Film tipis PbTiO_3 dapat ditumbuhkan dengan baik

pada substrat kaca (*corning*) pada temperatur *annealing* 600°C dan 700°C . Hal ini diperkuat dari uji EDS yang menunjukkan adanya unsur-unsur pembentuk PbTiO_3 . Berdasarkan hasil karakterisasi *XRD* lapisan tipis diperoleh parameter kisi a=b= 3.873 \AA dan c= 4.130 \AA pada temperature *annealing* 600°C dan a=b= 3.994 \AA dan c= 4.352 \AA dengan sistem kristal berbentuk tetragonal. Hasil SEM lapisan tipis PbTiO_3 yang ditumbuhkan pada substrat kaca (*corning*) menunjukkan bahwa permukaan film memiliki butiran berbentuk bulat dengan ukuran yang beragam.

DAFTAR PUSTAKA

Nakamoto, M., N. Ichinose, N. Iwase, and Y. Yamashita. 2002. Pyroelectric Infrared Sensor Using

Modified PbTiO_3 Ceramics. *T. IEE Japan*. Vol. 122-E, No. 11, pp. 523-530.

Paul J. Schields. 2004. Bragg's Law and Diffraction: How waves reveal the atomic structure of crystals, Center for High Pressure Research Department of Earth & Space Sciences State University of New York at Stony Brook . NY 11792-2100. diakses 16 Januari 2008. sumber : <http://www.eserc.stonybrook.edu/ProjectJava/Bragg/>

Scott, F. J. 1998. The Physic of Ferroelectrics Ceramic Thin Film for Memory Application. OPA. Amsterdam.

Siswosuwarno, Marjono. 1996. *Scanning Electron Microscopy Sebagai Salah*

Satu Teknik Pemeriksaan Material. Laboratorium Metalurgi Jurusan Teknik Mesin. Institut Teknologi Bandung.

Takayama, R., Y. Tomita, K. Ijima, and I. Ueda. 1986. Preparation and characteristics of pyroelectric Infrared Sensor Made of c-axis oriented La-Modified PbTiO₃ thin Film. *Appl. Phys.* Vol. 61, No. 1, pp. 4011-4015