

## KARAKTERISTIK FILM TIPIS $\text{TiO}_2$ DOPING NIOBIUM

**Bilalodin dan Mukhtar Effendi**

Program Studi Fisika, Jurusan MIPA Fakultas Sains dan Teknik UNSOED

Email: bilalodin.unsoed@gmail.com

### ABSTRACT

Niobium (Nb) doped Titanium dioxide ( $\text{TiO}_2$ ) thin films have been successfully grown using spin coating method. Characterizations of thin films was carried out using EDAX (Energy Dispersion Analysis for X-Ray), XRD (X-Ray Diffraction) and SEM (Scanning Electron Microscope) to determine the microstructure of thin films. Determination microstructure, particularly of crystal structure was examined using ICDD data, whereas porosity calculation was done using the toolbox application on Matlab 6.1 software. EDAX, XRD and SEM characterization show that the thin films grown well at the Si substrates with the (002) field orientation is dominant and the thin film has the rutile structure. The  $\text{TiO}_2$  : Nb thin films product have granules round, uniform grain size and porosity value of about 41%.

Keyword: **Thin film,  $\text{TiO}_2$ , Nb doping.**

### PENDAHULUAN

*Titanium dioxide* ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan bahan dielektrik dan bahan kimia stabil yaitu bahan yang tidak bereaksi dengan senyawa lain kecuali adanya sinar UV, memiliki titik leleh dan konstanta dielektrik yang tinggi. Berdasarkan sifat tersebut  $\text{TiO}_2$  dapat dijadikan sebagai bahan utama dalam aplikasi mikroelektronik, diantaranya *electrochromics*, fotokatalistik dan sensor (Sotter, dkk., 2005). Khusus untuk aplikasi sebagai sensor gas titanium oksida perlu didoping dengan unsur-unsur logam, salah satunya logam Niobium (Nb). Kehadiran logam Nb dapat meningkatkan daya hantar listrik sehingga sensitivitas sensor gas meningkat (Trenczek-zajac dan Rekas, 2006). Pembuatan atau fabrikasi yang paling dasar untuk aplikasi sebagai sensor gas tersebut adalah dalam bentuk film tipis.

Metode fabrikasi film tipis dapat dilakukan menggunakan beberapa metode antara lain *Chemical Vapor Deposition* (CVD), *Pulse Laser Ablation Deposition* (PLAD), *Solution Gelation* (Sol- Gel), *Metal Organic Chemical*

*Vapor Deposition* (MOCVD) dan *Sputtering* (Iriani, dkk., 2005). Salah satu metode pada CVD yaitu metode *spin coating*. *Spin coating* merupakan metode fabrikasi yang dapat digunakan untuk menumbuhkan film tipis dengan kualitas yang baik dan murah, sehingga metode ini banyak digunakan (Bilalodin, 2004)

Karakteristik dari film tipis tersebut dapat dikarakterisasi menggunakan *Energy Dispersion Analysis for X-Ray* (EDAX), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Berdasarkan pemaparan di atas, maka tujuan penelitian adalah melakukan karakterisasi film tipis  $\text{TiO}_2$  didoping Nb yang ditumbuhkan dengan metode *spin coating*.

### METODE PENELITIAN

#### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan pada penelitian adalah Serbuk  $\text{TiO}_2$  (Titanium dioxide), Nb (Niobium), substrat *corning* (kaca), etanol, HCl dan aquades. Sedangkan peralatan yang digunakan diantaranya: gelas ukur, tabung reaksi, cawan keramik, pengaduk pipet, *hotplate*,

*furnacce*, neraca digital, *Spin coating*, *Software Matlab 6.1*, EDX, SEM dan XRD.

### Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dalam tiga tahap. Tahap awal penelitian adalah menyiapkan substrat, larutan Nb dan larutan TiO<sub>2</sub>. Substrat silikon dibersihkan menggunakan etanol, selanjutnya substrat tersebut dikeringkan menggunakan *hotplate* selama 5 menit dengan temperatur 100 °C untuk menghilangkan uap air yang tertinggal. Pembuatan larutan Nb 2% menggunakan pelarut HCl dan pembuatan larutan TiO<sub>2</sub> 0,25 M menggunakan pelarut aquades. Larutan Nb dan TiO<sub>2</sub> masing-masing diaduk menggunakan *magnetic stirer* selama 3 jam dengan laju putaran 700 rpm. Selama pengadukan gelas ukur yang berisi larutan TiO<sub>2</sub> ditutup dengan *aluminium foil*, hal ini dilakukan untuk mengurangi penguapan ketika pemutaran. Larutan Nb dan TiO<sub>2</sub> selesai dibuat, selanjutnya kedua larutan tersebut dicampur dengan cara menuangkan larutan Nb ke dalam larutan TiO<sub>2</sub>. Campuran diaduk dengan menggunakan *magnetic stirer* selama 30 menit, kemudian dibiarkan selama 24 jam.

Tahap berikutnya adalah proses fabrikasi film tipis, yaitu dengan mengambil 4 tetes larutan TiO<sub>2</sub> : Nb untuk ditetaskan pada substrat Si yang sudah ditempatkan pada alat *spin coating*. Substrat yang telah ditetesi larutan TiO<sub>2</sub> : Nb diputar dengan tegangan 7 volt selama 15 detik menggunakan *spin coating*. Langkah berikutnya adalah melakukan pemanasan awal (*pre annealing*) dengan menggunakan *hotplate* dengan suhu 100 °C selama 30 menit. *Pre annealing* bertujuan untuk menghilangkan uap air (pelarut) pada film tipis, kemudian melakukan pemanasan (*annealing*) dengan menggunakan *furnace* dengan suhu 600 °C.

Tahap terakhir yaitu melakukan karakterisasi film tipis. Karakterisasi film tipis dilakukan dengan menggunakan *Energy Dispersion Analysis for X-Ray* (EDAX), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Data hasil dari EDAX dan XRD dianalisis untuk mengetahui pertumbuhan film tipis di atas substrat dan orientasi kristal dari film. Profil dari SEM dianalisis untuk mengetahui homogenitas, ukuran butiran (*grain size*) dan porositas dibantu menggunakan *software Matlab 6.1* (Memoria, dkk., 2009).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Data EDAX

Berdasarkan karakterisasi EDAX didapatkan data seperti diperlihatkan pada Gambar 1. Berdasarkan Gambar 1 terlihat besarnya jumlah persen berat (wt %) unsur penyusun dalam film tipis adalah oksigen 28,24%, titanium 63,94% dan niobium 7,82 %. Penumbuhan film tipis doping Nb sudah berhasil dilakukan terbukti adanya kandungan unsur Nb pada film tipis. Kandungan unsur Nb lebih rendah dibandingkan unsur yang lain. Hal ini disebabkan konsentrasi larutan Nb yang digunakan cukup rendah.

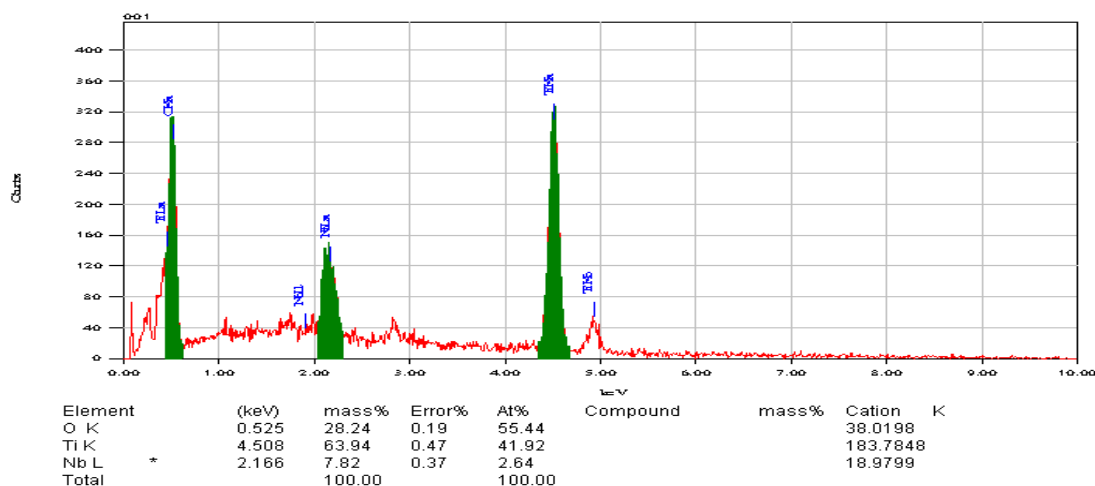
### Data XRD

Hasil pola difraksi film tipis TiO<sub>2</sub> doping niobium diperlihatkan pada Gambar 2. Berdasarkan Gambar 2 terlihat film tipis yang ditumbuhkan pada substrat silikon pada temperatur annealing 600 °C memiliki lebih banyak puncak (*peak*). Banyaknya puncak pada tampilan XRD menunjukkan struktur yang terbentuk adalah polikristal (Sheppard, dkk., 2006).

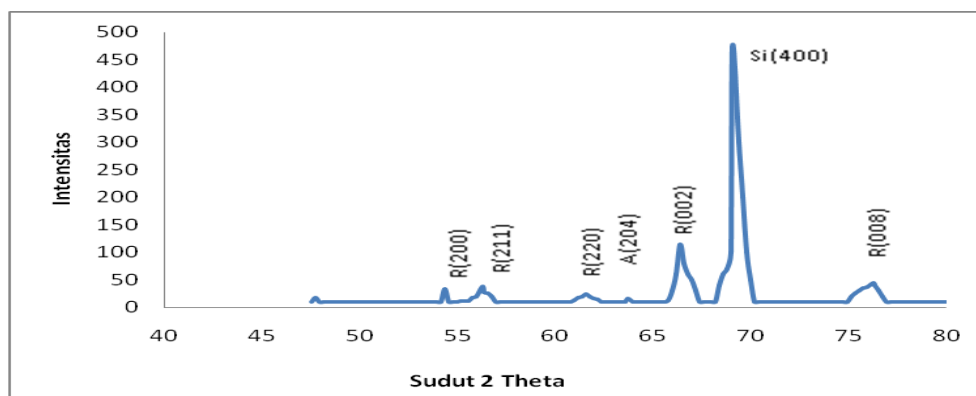
Berdasarkan hasil indeksasi menggunakan pembanding ICDD-*International Center for diffraction* data orientasi kristal yang tumbuh pada substrat silikon adalah [(200), (211),

(220), (002), dan (008)]. Sistem kristal yang terbentuk mengalami perubahan dari anatase menjadi rutil. Hasil tersebut

sesuai dengan hasil yang dilakukan oleh Sotter, dkk. (2005).



Gambar 1. Hasil karakterisasi EDAX film tipis  $\text{TiO}_2$  doping Niobium.



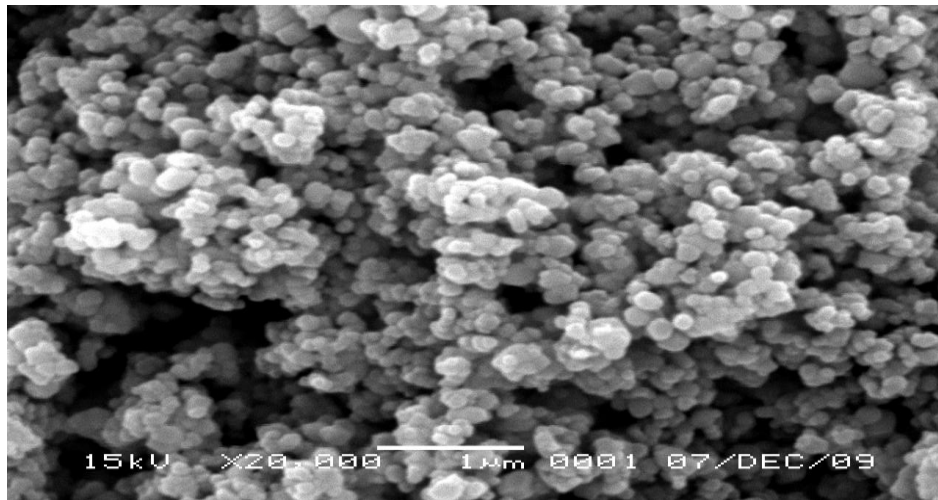
Gambar 2. Grafik analisis XRD film tipis  $\text{TiO}_2$  doping Nb ditumbuhkan di atas substrat silikon dan temperatur annealing  $600^\circ\text{C}$

### Data SEM

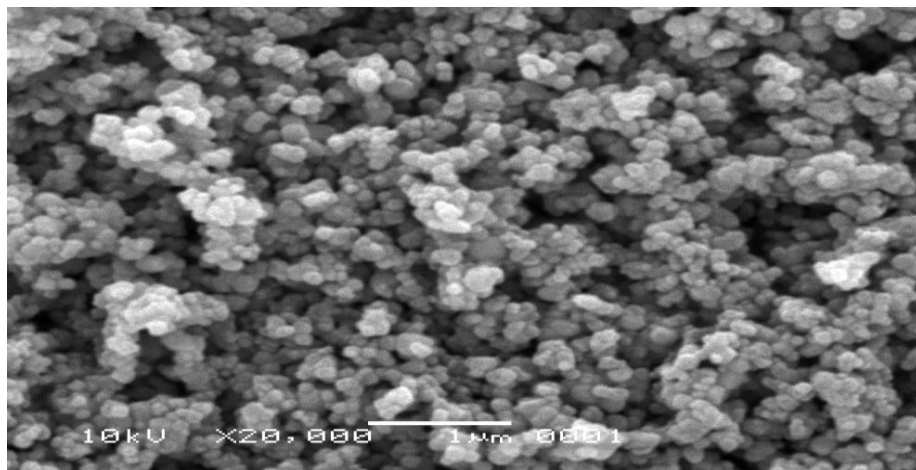
Karakteristik SEM film tipis  $\text{TiO}_2$  tanpa doping Nb dan diberi doping Nb dengan temperatur *annealing*  $600^\circ\text{C}$  diperlihatkan pada Gambar 2 dan 3. Gambar 2. menunjukkan bahwa bentuk butiran untuk film tipis  $\text{TiO}_2$  tanpa doping Nb bulat dan seragam dengan ukuran sekitar 100 nm. Ukuran butir film tipis mengecil dengan ukuran sekitar 85 nm setelah didoping dengan Nb. Penurunan ukuran butir (*grain size*) disebabkan karena doping menghambat pertumbuhan kristal titanium oksida

(Sotter, dkk., 2005), sehingga kristalinitas titanium oksida tidak bisa tumbuh sempurna.

Berdasarkan Gambar 3 pori-pori antar butir pada film tipis tanpa doping cukup banyak dan berkurang setelah adanya doping Nb. Banyaknya porositas dihitung dengan memanfaatkan aplikasi *Toolbox* pada perangkat lunak *Matlab 6.1* dengan perbandingan luas pori terhadap luas permukaan diperoleh sebesar 41%.



Gambar 2. Morfologi permukaan film tipis  $\text{TiO}_2$  tanpa doping



Gambar 3. Morfologi permukaan film tipis  $\text{TiO}_2$  doping Nb

## KESIMPULAN

Film tipis  $\text{TiO}_2$  doping Nb dapat ditumbuhkan menggunakan metode *spin coating*. Hasil penumbuhan menggunakan larutan  $\text{TiO}_2$  0,5 M dan Nb 2% pada temperatur *annealing* 600 °C pada substrat silikon diperoleh bentuk kristal rutil dengan orientasi kristal dominan (200). Film tipis  $\text{TiO}_2$  doping Nb pada temperatur *annealing* 600 °C memiliki *grain size* bulat dan seragam dengan ukuran sekitar 85 nm. Pemberian doping Nb mengurangi porositas dan menurunkan *grain size* film.

## DAFTAR PUSTAKA

- Bilalodin. 2004. *Pembuatan dan Karakterisasi Film Tipis  $\text{PbTiO}_3$* . Makalah Seminar Hasil Penelitian Dosen. Purwokerto.
- Iriani, Y., M. Hikam, dan Irzaman. 2005. Analisa Struktur Kristal dan Komposisi Tipis  $\text{Ba}_{0,5}\text{Sr}_{0,5}\text{TiO}_3$  yang disiapkan dengan spin coating – 3<sup>th</sup> Kentingan Physics Forum, 125-127.
- Rosi, M., F. D. E. Latief, U. Fauzi, M. Abdulla, dan Khairurrija.

2009. Pengolahan Citra SEM dengan Matlab untuk Analisis Pori pada Material Nanopori. *Journal Nanosains & Nanoteknologi*. ISSN. 1979-0880.
- Sotter, E., X. Vilanova, E. Liobet, M. Stankova. 2005. Correig, Niobium Doped Titanium Nanopowder for gas sensor Applications. *Journal of Optoelectronics and Advanced Material* Vol.7. No.3. pp. 1395-1398.
- Shapperd, L., T. Bak, J. Nowotny, C. C. Sorrel, S. Kumar, A. R. Gerson, M. C. Barnett, and C. Ball. 2006. Effect of niobium on the Structure of titanium dioxide thin Film, *Journal Thin Solid Film* 510. pp, 119-124.
- Trenczek-Zajac, A, and M. Rekas. 2006. Electrical properties of Nb- doped Titanium dioxide TiO<sub>2</sub> at room temperature, *Journal Material Science Potland*, Vol. 24. No.1.