

PENGARUH LAJU ALIRAN GAS N₂ TERHADAP KARAKTERISTIK KRISTAL FILM TIPIS GaN YANG DITUMBUHKAN DENGAN METODE SOL-GEL MENGGUNAKAN TEKNIK SPIN-COATING

Dadi Rusdiana¹ dan Yuyu R.Tayubi²

¹Jurusan Pendidikan Fisika, FPMIPA - Universitas Pendidikan Indonesia
Jl. Dr.Setiabudhi No.229, Bandung 40154

²Jurusan Pendidikan Fisika, FPMIPA - Universitas Pendidikan Indonesia
Jl.Dr.Setiabudhi 229, Bandung 40154
e-mail: dadirusdiana@yahoo.com

Diterima: 17 Juni 2013

Diperbaiki: 26 September 2013

Disetujui: 22 November 2013

ABSTRAK

PENGARUH LAJU ALIRAN GAS N₂ TERHADAP KARAKTERISTIK KRISTAL FILM TIPIS GaN YANG DITUMBUHKAN DENGAN METODE SOL-GEL MENGGUNAKAN TEKNIK SPIN COATING. Telah ditumbuhkan film tipis GaN di atas substrat silikon (111) dengan metode *sol-gel* menggunakan teknik *spin-coating*. Proses penumbuhan film tipis GaN dilakukan pada laju putaran *spinner* 1000 rpm, suhu penguapan pelarut 100 °C, suhu dekomposisi 400 °C, suhu deposisi 850 °C. Dua buah sampel film tipis GaN telah ditumbuhkan pada laju aliran gas nitrogen sebesar 16 sccm dan 40 sccm dengan molaritas Ga₂O₃ 1,33 M. Film tipis GaN dikarakterisasi struktur kristalnya dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)*. Hasil karakterisasi film tipis GaN dengan *XRD* menunjukkan kondisi optimal pada film tipis GaN yang ditumbuhkan dengan molaritas Ga₂O₃ 1,33 M dan laju aliran gas nitrogen 40 sccm. Film tipis GaN mempunyai struktur heksagonal dengan parameter kisi $a = (3,116 \pm 0,035)\text{Å}$ dan $c = (5,170 \pm 0,053)\text{Å}$.

Kata kunci: Film tipis GaN, Metode *sol-gel*, *Spin-coating*, Molaritas Ga₂O₃, Laju aliran gas Nitrogen, *XRD*

ABSTRACT

THE INFLUENCE N₂ GAS FLOWS TO CRYSTAL CHARACTERISTIC OF GaN THIN FILM GROWTH WITH A SOL-GEL METHOD USING SPIN COATING TECHNIQUE. GaN thin films on silicon substrates (111) has been grown with a sol-gel method using spin-coating technique. The process of growth GaN thin film was performed on spinner rate of 1000 rpm, the solvent evaporization temperature of 100 °C, decomposition temperature of 400 °C, and deposition temperature of 850 °C. The GaN thin film samples have been grown in nitrogen gas flow rate of 16 sccm and 40 sccm with a Ga₂O₃ molarity of 1.33 M. The crystal structure of GaN Thin film have been characterized by using X-Ray Diffractometer (*XRD*). The result of thin film characterization with *XRD* that show the optimal condition of GaN thin film is the one grown with a Ga₂O₃ molarity of 1.33 M and nitrogen gas flow rate of 40 sccm. The GaN Thin film has hexagonal structures with parameter $a = (3.116 \pm 0.035)\text{Å}$ and $c = (5.170 \pm 0.053)\text{Å}$.

Keywords: GaN thin Film, Sol-gel spin-coating method, Ga₂O₃ molarity, Nitrogen gas flow, *XRD*

PENDAHULUAN

Pemanfaatan material GaN untuk aplikasi sensor gas yang didasarkan pada lebar celah pita energi GaN pada suhu ruang sebesar 3,4 eV, memiliki struktur pita energi dengan transisi langsung (*direct band gap*) telah berhasil dilakukan [1].

GaN dan panduannya seperti AlGaN dan InGaN memiliki energi gap yang besar yakni antara 1,9 eV hingga 6,2 eV, konduktivitas termal dan efisiensi luminesensi

yang tinggi, respon waktu yang relatif cepat dan konsumsi daya yang rendah [2].

Pada aplikasi sensor gas material GaN diproduksi dalam bentuk pelet (*wafers*) atau film tipis. Dalam bentuk film tipis terdapat berbagai metode yang dapat digunakan, yang secara umum terbagi menjadi dua metode. Metode pertama menggunakan proses fisika seperti teknik *Sputtering* dan *Pulsed Laser*

Deposition (PLD). Metode kedua memanfaatkan reaksi kimia seperti *Metal Organic Chemical Vapor Deposition (MOCVD)*, *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition (PECVD)* dan metode *sol-gel*.

Metode *MOCVD*, dan *PECVD*, mampu menghasilkan film tipis yang berkualitas tinggi. Hal ini dimungkinkan karena metode ini memiliki kemampuan menghasilkan lapisan tipis dengan ketebalan yang merata, kemampuan menumbuhkan struktur multi lapisan dan kemudahan dalam proses penyaluran *doping*. Namun metode ini membutuhkan biaya operasional yang tinggi, sehingga dibutuhkan biaya yang mahal.

Metode *sol-gel* menggunakan teknik *spin-coating*, mampu menghasilkan film tipis dengan prosedur pembuatan yang lebih mudah dan biaya rendah. Dalam menghasilkan film tipis berkualitas tinggi perlu diketahui parameter-parameter optimum yang dibutuhkan seperti : molaritas Ga_2O_3 , laju aliran gas nitrogen (N_2), laju putaran *spinner*, suhu dekomposisi, dan suhu deposisi. Dari penelitian sebelumnya dilaporkan bahwa parameter optimum untuk laju putaran *spinner* adalah 1000 rpm, suhu dekomposisi 400 °C dan suhu deposisi 850 °C [3].

Dalam penelitian ini dilakukan proses pengujian untuk mengetahui secara empiris gambaran pengaruh laju aliran gas Nitrogen terhadap karakteristik kristal film tipis yang dihasilkan dengan menggunakan alat karakterisasi Difraktometer Sinar-X.

METODE PERCOBAAN

Metode yang digunakan untuk penumbuhan film tipis GaN adalah metode *sol-gel* menggunakan teknik *spin-coating* dengan sistem alat seperti pada Gambar 1. Penumbuhan film tipis GaN dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Pendidikan Fisika, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia.

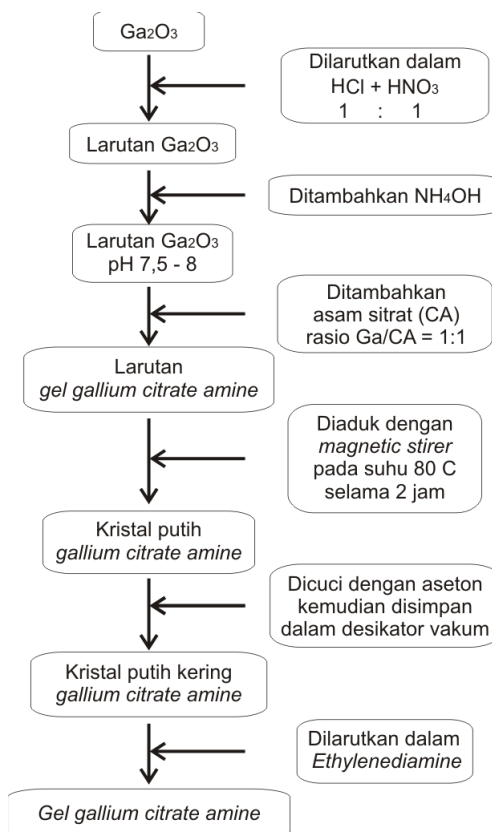


Gambar 1. Sistem alat *spin-coating*

Proses penumbuhan film tipis GaN meliputi beberapa tahapan yaitu : preparasi *gel gallium citrate amine*, pencucian substrat silikon, kemudian dilanjutkan dengan proses penumbuhan film tipis GaN di atas substrat silikon.

Preparasi Gel Gallium Citrate Amine

Gel gallium citrate amine memiliki formula kimia $(NH_4)_3 [Ga(C_6H_5O_7)_2] \cdot 4H_2O$ [3]. *Gel gallium citrate amine* digunakan sebagai sumber Ga dalam proses penumbuhan film tipis GaN. Proses pembuatan *gel gallium citrate amine* ditunjukkan pada Gambar.2.



Gambar 1. Diagram alir pembuatan gel gallium citrate amine.

Proses pembuatan *gel gallium citrate amine* diawali dengan menimbang sebanyak 2,00 gram serbuk Ga_2O_3 (*Gallium Oxide*) yang dilarutkan kedalam pelarut HCl (asam klorida) dan HNO_3 (asam nitrat) dengan perbandingan volume $HCl : HNO_3 = 1 : 1$, dengan volume masing-masing pelarut 4 mL, sehingga diperoleh molaritas Ga_2O_3 1,33 M.

Pencucian Substrat Silikon

Untuk memperoleh film tipis GaN dengan metode *sol-gel* menggunakan teknik *spin-coating* dibutuhkan substrat sebagai media tumbuh. Pada penelitian ini digunakan substrat silikon dengan bidang orientasi (111). Substrat silikon memiliki *lattice mismatch* yang cukup besar dengan bahan GaN yaitu sekitar 73% [4, 5]. Sebelum digunakan untuk media penumbuhan film tipis GaN, substrat silikon dibersihkan dengan proses pencucian standar. Substrat silikon mula-mula direndam dengan aseton selama 5 menit, kemudian direndam dalam *methanol* selama 5 menit dengan tujuan untuk menghilangkan debu dan

lemak. Kemudian dibilas dengan H₂O selama 5 menit. Setelah itu substrat silikon dietsa dalam larutan H₂O : H₂O₂ : H₂SO₄ dengan perbandingan volume 1 : 1 : 3 selama 5 menit. Proses etsa bertujuan untuk menghaluskan permukaan substrat silikon. Selanjutnya substrat silikon direndam dalam campuran H₂O : HF (2% HF) dengan perbandingan volume 1 : 1 selama 5 menit, kemudian dibilas dengan H₂O selama 5 menit. Setelah itu substrat dikeringkan dengan cara menyemprotkan gas nitrogen (N₂).

Penumbuhan Film Tipis GaN dengan Metode Sol-Gel Teknik Spin-Coating

Proses penumbuhan film tipis GaN diawali dengan menempatkan substrat silikon yang telah dibersihkan di atas spin-coater. Kemudian diteteskan gallium citrate amine di pusat permukaan substrat. Selanjutnya spin-coater diputar dengan laju putaran 1000 rpm selama 2 menit. Akibat putaran spin-coater maka akan timbul gaya sentripetal yang mengarah keluar substrat, sehingga gallium citrate amine akan menyebar ke seluruh permukaan substrat silikon. Kemudian substrat silikon yang telah dilapisi gallium citrate amine dipanaskan pada suhu 100 °C selama beberapa menit untuk proses pengeringan/penguapan pelarut dengan menggunakan hot-plate. Proses dekomposisi dilakukan pada suhu 400 °C dengan tujuan untuk menghilangkan unsur-unsur pengotor organik. Setelah itu dilakukan proses deposisi film tipis GaN didalam programmable furnace pada suhu 850 °C dalam atmosfer N₂ (99,99%) sebagai sumber N.

Karakterisasi Struktur Kristal dengan XRD

X-Ray Diffractometer (XRD) digunakan untuk menentukan struktur kristal, dan parameter kisi dari sampel film tipis GaN yang ditumbuhkan pada substrat silikon. Sampel disimpan dalam sampel holder dan dimasukan kedalam difraktometer sinar-X kemudian sampel ditembak dengan sinar-X yang menggunakan sumber radiasi Cu K_α dengan λ = 1,54056 Å sehingga diperoleh gambaran pola difraksi sinar-X yang divisualkan dalam bentuk grafik hubungan antara intensitas relatif terhadap sudut 2θ. Berdasarkan jarak antar bidang pendifraksi dari puncak maksimum dapat diketahui nilai parameter kisi setiap sampel. Proses karakterisasi film tipis GaN dilakukan di Teknik Metalurgi, Institut Teknologi Bandung, dengan menggunakan sistem peralatan XRD Philips Analytical X-Ray B.V.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan karakterisasi terhadap dua buah sampel film tipis GaN dengan laju aliran gas Nitrogen yang berbeda.

Hasil Karakterisasi XRD

Struktur dan orientasi kristal diketahui dengan membandingkan hasil dari difraksi sinar-X dengan data yang dihasilkan pada penelitian sebelumnya Joint Committee on Powder Diffraction Standar (JCPDS) No. 74-0243. Hasil karakterisasi XRD pada sampel menunjukkan bahwa pola difraksi untuk film tipis GaN dengan molaritas Ga₂O₃ 1,33 M memiliki struktur polikristal seperti pada Gambar 3.

Film tipis GaN yang ditumbuhkan pada molaritas Ga₂O₃ 1,33 M dengan laju aliran gas Nitrogen 16 sccm memiliki struktur kristal heksagonal dengan parameter kisi

$$a = (3,110 \pm 0,042) \text{ \AA}$$

$$c = (5,171 \pm 0,065) \text{ \AA}$$

Sedangkan pada laju aliran gas nitrogen 40 sccm tumbuh film tipis GaN dengan struktur kristal heksagonal dengan parameter kisi :

$$a = (3,116 \pm 0,035) \text{ \AA}$$

$$c = (5,170 \pm 0,053) \text{ \AA}$$

Parameter kisi tersebut dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{Sin}^2\theta = A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2 \dots\dots\dots (2)$$

Dimana :

$$A = \lambda^2/3a^2 \quad \text{dan} \quad C = \lambda^2/4c^2$$

$$Cl^2 = \text{Sin}^2\theta - A(h^2 + hk + k^2) \dots\dots\dots (3)$$

Pada Gambar 3 terlihat bahwa peningkatan laju aliran gas nitrogen meningkatkan kualitas kekristalan. Hal tersebut ditandai dengan semakin besarnya intensitas mengindikasikan semakin banyaknya keluarga bidang pendifraksi yang dalam kasus ini adalah bidang (100). Meningkatnya kualitas kekristalan disebabkan semakin besar laju aliran gas nitrogen maka semakin banyak gas nitrogen yang terpecah menjadi atom-atom nitrogen yang berikatan dengan galium membentuk galium nitrida (GaN) [5].

Pada molaritas Ga₂O₃ 1,33 M dan laju aliran gas nitrogen 16 sccm film tipis GaN yang terbentuk melapisi seluruh permukaan substrat. Hasil XRD menunjukkan terdapatnya puncak-puncak pendifraksi pada bidang orientasi (100), (002), (101) dan (110). Penambahan laju aliran N₂ dapat meningkatkan jumlah unsur nitrogen yang terkandung dalam film tipis GaN, sehingga film tipis GaN yang dihasilkan

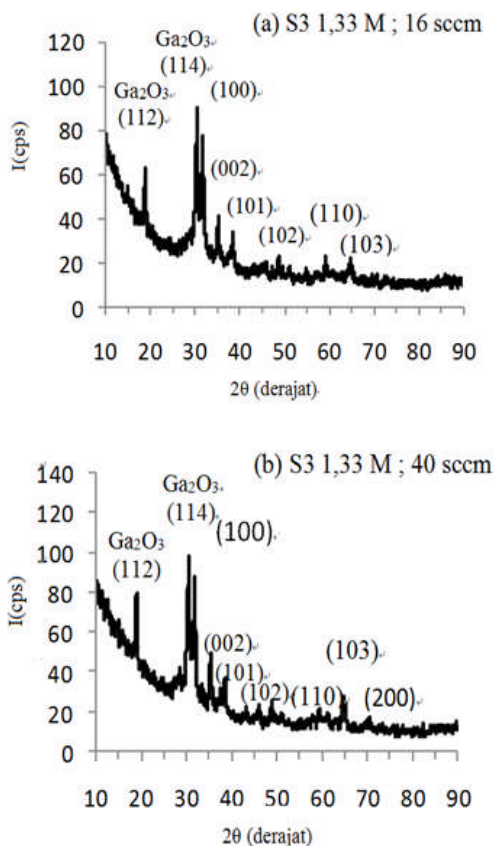
dengan laju aliran gas N_2 lebih besar memiliki karakteristik kristal yang lebih baik.

KESIMPULAN

Hasil karakterisasi *XRD* menunjukkan penambahan laju aliran gas N_2 tidak mengubah struktur kristal film tipis GaN. Variasi laju aliran gas N_2 menentukan variasi arah orientasi penumbuhan film tipis GaN. Film tipis GaN yang ditumbuhkan pada molaritas Ga_2O_3 1,33 M dan laju aliran gas N_2 16 *sccm* memiliki struktur kristal heksagonal dengan parameter kisi $a=3,110 \text{ \AA}$ dan $c=5,171 \text{ \AA}$, sedangkan pada laju aliran gas N_2 40 *sccm* kristal GaN memiliki parameter kisi $a=3,116 \text{ \AA}$ dan $c=5,170 \text{ \AA}$.

DAFTAR ACUAN

- [1]. D.S. Lee, J.H. Lee, Y.H. Lee, and D.D. Lee. "GaN Thin Film as Gas Sensors." *Sensors and Actuators*, Vol.B 6989, pp. 1-6, April. 2003.
- [2]. M.S. Shur, A.D. Bykhovski, R. Gasak and M.A. Khan. "Piezoelectric Properties of GaN Based Materials." *MIJ-NSR*, vol. 4s1, pp. G1.6, 1999.
- [3]. K. Sardar, A.R. Raju, and G.N. Subbanna. "Epitaxial GaN Films Deposited on Sapphire Substrates Prepared by The Sol-Gel Method." *Solid State Communications*, vol. 125, pp. 355-358, Feb. 2003.
- [4]. M.H. Kim, J.E. Oh and T.W. Kang. "Cathodoluminescence Characterization of Thick GaN Films Grown by HVPE." in *Proc. International Workshop on Nitride Semiconductors. IPAP Conf. Series 1*, 2005, pp. 49-52.
- [5]. Sugianto, R.A. Sani, P. Arifin, M. Budiman, and M. Barmawi. "Growth of GaN film on a-Plane sapphire substrates by plasma-assisted MOCVD." *J. Cryst. Growth*, vol. 221, pp. 311-315. 2000.
- [6]. A.R. Raju, K. Sardar, and C.N.R. Rao. "Magnetic, optical and transport properties of GaMnN films." In *Proc. Mater. Sci. Semicond.*, 2001, vol. 4, pp. 549.



Gambar 3. Pola Difraksi XRD dengan perbedaan laju aliran gas N_2 .

Seperti yang ditunjukkan pada hasil *XRD* untuk molaritas Ga_2O_3 1,33 M dan laju aliran gas N_2 40 *sccm* dimana puncak-puncak bidang orientasi (100), (002), dan (103) meningkat dan munculnya bidang orientasi baru yaitu (200) seperti pada Gambar 3(b). Kualitas kristal yang baik secara umum digambarkan dengan intensitas puncak paling tinggi [5, 6].