

MODEL HUBUNGAN KETEBALAN TERHADAP MASSA SUMBER PADA SINTESIS NANOLAYER AI MENGGUNAKAN EVAPORASI TERMAL

Andhy Setiawan¹, Hasniah Aliah², Toto Winata³

¹Program Studi Fisika FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia
Jl. Dr. Setiabudhi No. 229, Bandung, 40154, INDONESIA
Telp : (022) 2004548, Fax : (022) 2004548
E-mail : andhys@upi.edu

²Jurusan Fisika FST Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati
Jl. A.H. Nasution NO. 105 Cibiru Bandung, INDONESIA
E-mail : hasniah.aliah@gmail.com

³Program Studi Fisika FMIPA Institut Teknologi Bandung
Jl. Ganesha No. 10 Bandung, INDONESIA

Halaman 1-8

Diterima: 10 November 2014, Direview: 20 November 2014, Dipublikasi: 5 Desember 2014

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis nanolayer Aluminium (Al) di atas substrat menggunakan metoda evaporasi termal. Untuk menentukan ketebalan sampel dilakukan analisis citra hasil *scanning electron microscope* (SEM) menggunakan program *ImageJ*. Selain itu dilakukan juga analisis transmisi optik melalui nanolayer tersebut berdasarkan data transmitansi yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan spektrometer UV-Vis pada jangkauan panjang gelombang 300-800 nm. Berdasarkan hasil tersebut dapat ditentukan rasio ketebalan nanolayer yang terbentuk terhadap massa sumber yang digunakan. Untuk mengestimasi ketebalan nanolayer yang disintesis dengan metode ini dapat dilakukan dengan cara memformulasikan model hubungan antara massa sumber terhadap ketebalan nanolayer. Pemodelan dilakukan dengan cara *fitting* data ketebalan nanolayer yang diperoleh terhadap massa sumber yang dievaporasikan pada kurva linear dan kurva polinomial orde dua. Estimasi dilakukan juga dengan cara *fitting* data rasio terhadap massa sumber pada kurva linear. Hasil *fitting* ini, selain dapat digunakan untuk mengestimasi ketebalan nanolayer, dapat juga digunakan untuk mengestimasi besarnya massa sumber minimum yang tidak dapat menghasilkan nanolayer pada substrat melalui proses evaporasi.

Kata kunci: Nanolayer Al, estimasi ketebalan, massa sumber, model hubungan.

PENDAHULUAN

Rekayasa dalam sintesis nano material secara garis besar terdiri atas dua pendekatan yaitu *top down approach* dan *bottom up approach*. *Top down approach* dilakukan dengan cara mereduksi ukuran material bulk menjadi nano material (material dengan salah satu atau lebih dimensi ruangnya berukuran kurang dari 100 nm), sedangkan *bottom up approach* dilakukan dengan cara memanipulasi atom dan molekul membentuk struktur baru sehingga dapat merancang material baru dari konstituen dengan level atom yang sederhana (yakni *material by design*) [1].

Penumbuhan nano material satu dimensi (misalnya *nanowire* atau *nanotube*) biasanya dilakukan melalui proses penumbuhan berkatalis. Proses penumbuhan menggunakan metoda yang berbasis *chemical vapor deposition* (CVD) dilakukan melalui mekanisme *vapor-liquid-solid* (VLS) [2-6]. Secara garis besar, mekanisme pada proses ini terbagi menjadi tiga tahap, yaitu tahap nukleasi, pengendapan, dan deposisi [4]. Pembentukan nano material satu dimensi dipandu oleh butiran orde nano metal (sebagai katalis) yang harus terbentuk pada tahap nukleasi.

Butiran orde nano yang terbentuk pada tahap nukleasi sangat berpengaruh pada diameter nano material satu dimensi. Semakin besar ukuran butir, maka diameter nanowire atau nanotube juga akan semakin besar. Dengan demikian pembentukan butiran selain memandu juga menentukan dimensi nano material satu dimensi, yang tentunya dapat berpengaruh pada karakteristik material tersebut.

Pada tahap nukleasi tersebut, butiran orde nano ini dapat terbentuk melalui proses pemanasan nanolayer metal (misalnya aluminium, Al) yang digunakan sebagai katalis pada proses penumbuhan nano material satu dimensi. Ukuran butiran nano ini dikendalikan oleh tebal nanolayer metal yang digunakan. Semakin tipis nanolayer logam katalis, maka semakin berpeluang untuk menghasilkan butiran yang lebih kecil pada tahap nukleasi [5,7]. Diameter butiran yang terbentuk biasanya lebih besar dari tebal nanolayer metal katalis yang digunakan. Dengan demikian, maka diperlukan studi penumbuhan nanolayer, khususnya berkaitan dengan seberapa tebal nanolayer yang dapat disintesis serta berkaitan dengan pengendalian ketebalan dalam sintesis nanolayer logam sebagai katalis dalam penumbuhan nanomaterial satu dimensi.

Penumbuhan nanolayer dapat dilakukan dengan cara deposisi secara fisika (*physical deposition*) misalnya melalui metode *sputtering* dan evaporasi. Pada paper ini dibahas mengenai penumbuhan nanolayer Al menggunakan metode evaporasi termal dengan memvariasikan massa sumber untuk mempelajari pengaruhnya terhadap ketebalan nanolayer yang terbentuk. Pengaruh massa sumber terhadap ketebalan nanolayer diprediksikan dengan cara menyusun model hubungan antara keduanya melalui *fitting* data pada kurva linear dan kurva polinomial orde dua.

EKSPERIMEN

Secara garis besar eksperimen terdiri atas tiga tahap, yaitu preparasi, deposisi, dan karakterisasi. Berdasarkan data hasil karakterisasi dan parameter dalam deposisi dilakukan analisis.

Tahap preparasi meliputi penyiapan peralatan dan bahan. Substrat yang digunakan adalah gelas preparat dan silikon wafer. Pencucian substrat gelas melalui proses ultrasonifikasi dalam aseton, *Deionized water (DI-water)*, *methanol* dan *DI-water* secara bergantian masing-masing selama 5 menit. Selanjutnya substrat dikeringkan melalui proses penyemprotan menggunakan nitrogen. Sedangkan pencucian substrat silikon wafer melalui proses standar yaitu melalui perendaman dalam *acetone* dan *methanol* masing-masing selama 5 menit dan diikuti pencucian menggunakan *DI-water*. Setelah itu, untuk menghilangkan SiO_2 yang terdapat pada permukaan, substrat dimasukkan ke dalam larutan HF 20 % selama tiga menit. Selanjutnya dicuci lagi menggunakan *DI-water* untuk membersihkan sisa HF. Kemudian substrat disemprot menggunakan nitrogen kering.

Deposisi dilakukan menggunakan evaporasi termal dengan sumber Al yang telah disiapkan dengan massa yang bervariasi. Evaporasi dilakukan dengan massa sumber Al masing-masing 11,4 mg, 2,5 mg dan 1,4 mg.

Karakterisasi terhadap lapisan tipis yang terbentuk dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* untuk mendapatkan citra tampak lintang sehingga ketebalan nanolayer dapat ditentukan. Penentuan ketebalan dilakukan juga berdasarkan data hasil karakterisasi transmisi optik menggunakan spektrometer UV-Vis.

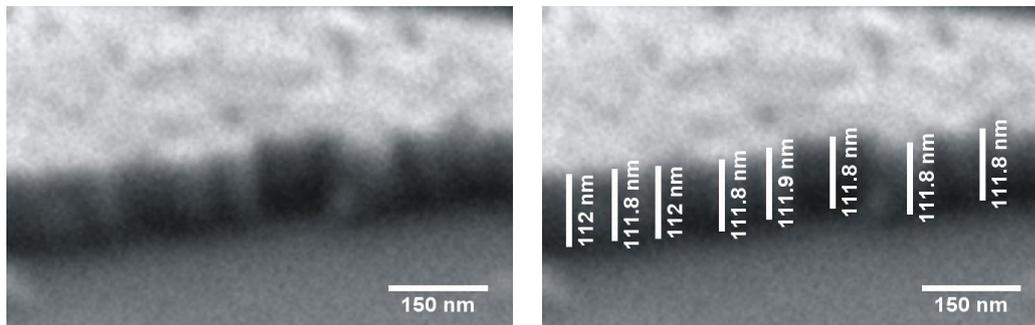
Analisis citra hasil SEM dilakukan menggunakan program *ImagJ*. Melalui program tersebut dilakukan konversi citra hasil SEM menjadi citra biner yang merupakan citra hitam putih dengan nilai gray (*gray value*) sama dengan nol untuk warna hitam dan semakin besar ke arah putih. Berdasarkan citra biner ini dilakukan *plot profile* sepanjang garis skala sedemikian rupa sehingga diperoleh panjang garis skala dalam satuan *pixel* yang selanjutnya dikonversi ke dalam satuan nanometer, yaitu dengan memasukkan nilai panjang garis skala dari citra SEM.

Analisis terhadap data transmisi optik dilakukan dengan cara menentukan koefisien atenuasi berdasarkan hubungan transmisi dan tebal lapisan yang ditembus. Hal ini dilakukan dengan asumsi bahwa nanolayer Al merupakan lapisan yang sangat tipis sehingga bersifat transparan secara optik, dan berkurangnya intensitas yang ditransmisikan akibat dari ketebalan lapisan yang dilalui cahaya

HASIL DAN DISKUSI

Gambar 1 memperlihatkan contoh citra hasil SEM nanolayer Al yang dipotong (*crop*) menggunakan program *ImagJ* dengan skala yang dikonversi dari skala citra SEM yang asli (gambar atas). Sampel tersebut adalah nanolayer Al yang ditumbuhkan dengan massa sumber 11,4 mg di atas substrat silikon wafer. Ketebalan nanolayer Al kemudian ditentukan dengan cara membuat beberapa garis skala yang baru sepanjang ketebalan nanolayer tersebut, seperti yang terlihat pada Gambar 1 (bawah). Dengan

program ini ketebalan nanolayer dapat ditentukan berdasarkan panjang garis skala yang memuat ukurannya secara otomatis. Dari beberapa garis skala tersebut dapat ditentukan bahwa tebal nanolayer Al yang ditumbuhkan dengan massa sumber 11,4 mg adalah $111,9 \text{ nm} \cong 112 \text{ nm}$.



Gambar 1. Hasil pengolahan citra SEM menggunakan program ImagJ untuk menentukan ketebalan nanolayer.

Penentuan ketebalan nanolayer Al berdasarkan data transmitansi optik yang diperoleh menggunakan spektrometer UV-Vis dilakukan dengan terlebih dahulu menentukan koefisien atenuasi untuk setiap panjang gelombang. Dalam menentukan koefisien atenuasi digunakan sampel yang telah diketahui ketebalannya.

Hubungan antara nilai transmitansi dengan ketebalan lapisan material yang dilalui oleh gelombang dapat diturunkan dari hukum Lambert Beer. Hukum tersebut menyatakan bahwa pengurangan intensitas I gelombang saat melalui lapisan setebal x memenuhi hubungan

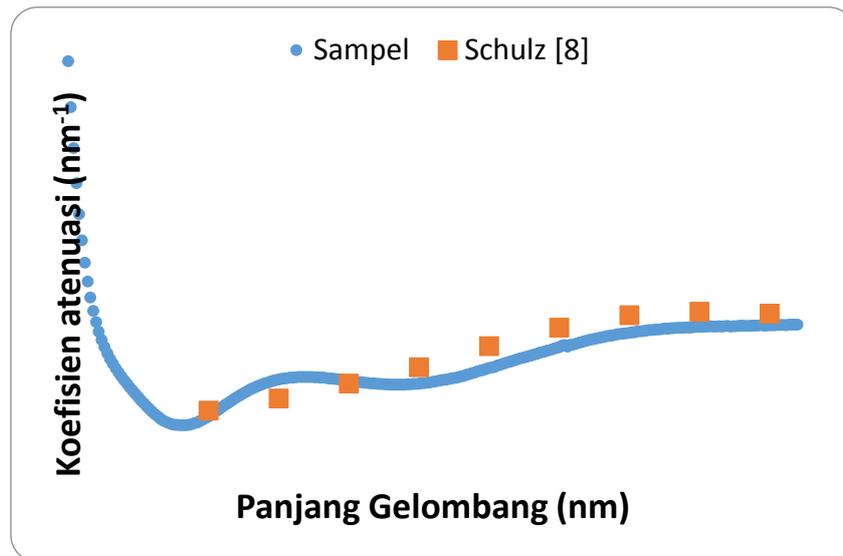
$$\frac{dI}{dx} = -\alpha I \quad (1)$$

dengan α adalah koefisien atenuasi. Integrasi persamaan (1) menghasilkan persamaan

$$\alpha x = -\ln T \quad ; \quad T = \frac{I_t}{I_0} \quad (2)$$

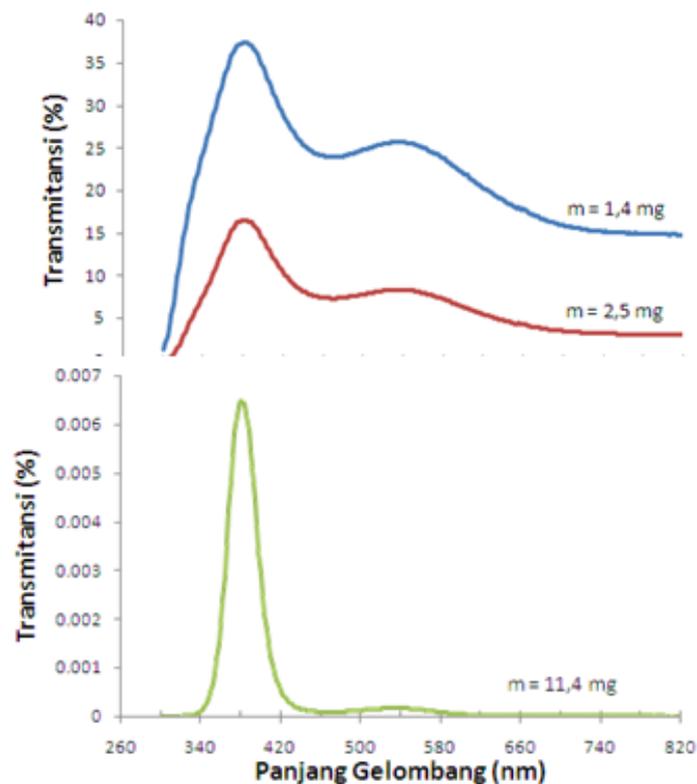
dengan T adalah nilai transmitansi yang merupakan perbandingan antara intensitas gelombang yang ditransmisikan I_t terhadap intensitas gelombang datang I_0 . Persamaan (2) berlaku untuk setiap panjang gelombang λ .

Berdasarkan data transmitansi optik dari sampel yang telah diketahui ketebalannya maka dapat diplot kurva koefisien atenuasi terhadap panjang gelombang seperti diperlihatkan pada **Gambar 2**. Pada gambar tersebut diperlihatkan juga nilai koefisien atenuasi pada beberapa panjang gelombang yang diperoleh Schulz [8]. Secara umum koefisien atenuasi sampel memiliki kemiripan dengan pola koefisien atenuasi dari Schulz.



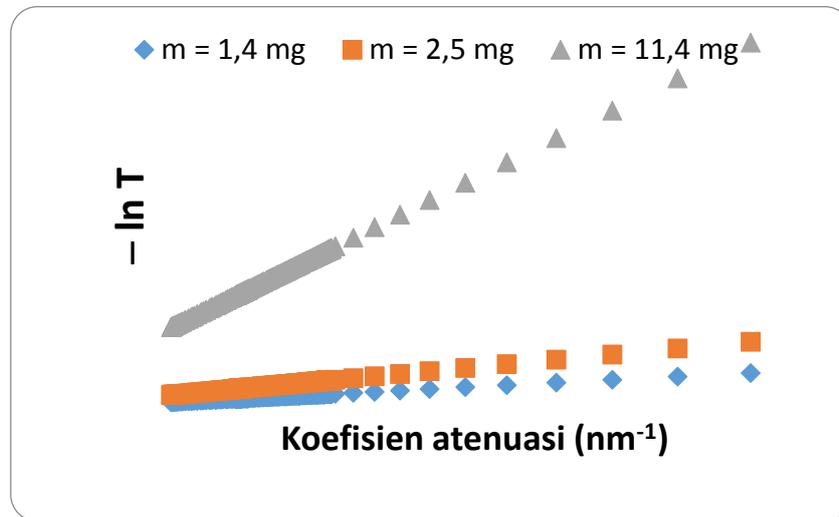
Gambar 2. Pola koefisien atenuasi sebagai fungsi panjang gelombang yang digunakan.

Pola nilai transmitansi optik sebagai fungsi panjang gelombang untuk nanolayer dengan ketebalan yang berbeda dapat dilihat pada **Gambar 3**. Terdapat kecenderungan penurunan nilai transmitansi optik seiring penambahan massa sumber Al. Hal ini menunjukkan adanya pengurangan ketebalan nanolayer dengan berkurangnya massa sumber Al.



Gambar 3. Pola nilai transmitansi optik untuk nanolayer dengan massa sumber yang berbeda.

Koefisien atenuasi yang telah diperoleh dapat digunakan untuk menentukan ketebalan nanolayer berdasarkan data transmisi optik. Plot nilai negatif dari logaritma natural transmisi optik ($-\ln T$) terhadap koefisien atenuasi menghasilkan kurva linear seperti yang diprediksikan oleh persamaan (2). Hasil plot tersebut diperlihatkan pada **Gambar 4**.



Gambar 4. Plot nilai negatif dari logaritma natural transmisi optik ($-\ln T$) terhadap koefisien atenuasi.

Kemiringan kurva pada **Gambar 4** tersebut merupakan ketebalan nanolayer. Berdasarkan hasil perhitungan kemiringan kurva tersebut maka diperoleh ketebalan nanolayer sebesar $20,9 \text{ nm} \cong 21 \text{ nm}$ dan $11,4 \text{ nm} \cong 11 \text{ nm}$, masing-masing untuk sampel yang ditumbuhkan dengan massa sumber Al sebesar 2,5 mg dan 1,4 mg.

Tabel 1. Ketebalan dan rasio ketebalan nanolayer terhadap massa sumber.

Massa (mg)	d (nm)	R (nm/mg)
11,4	111,9	9,8
2,5	20,9	8,4
1,4	11,4	8,2

Rasio ketebalan nanolayer d terhadap massa sumber m yang dinyatakan oleh R dapat secara langsung digunakan untuk memprediksi nilai ketebalan nanolayer jika memiliki nilai yang cenderung konstan untuk setiap massa sumber. Tabel 1 memuat nilai ketebalan dan rasio ketebalan nanolayer terhadap massa sumber. Dari tabel tersebut nampak bahwa nilai R berkurang seiring dengan berkurangnya massa sumber. Dengan demikian diperlukan analisis lebih lanjut agar dapat melakukan estimasi yang lebih baik untuk ketebalan nanolayer berdasarkan massa sumber.

Perbedaan nilai R yang diperoleh untuk setiap massa sumber yang berbeda dapat ditafsirkan sebagai akibat dari ketelitian dalam pengukuran, dan dapat juga ditafsirkan sebagaimana adanya karena terdapat kecenderungan yang konsisten. Dengan demikian maka dapat dilakukan pemodelan hubungan atau formulasi ketebalan nanolayer sebagai fungsi massa sumber melalui dua cara yang berbeda sesuai dengan dua penafsiran di atas.

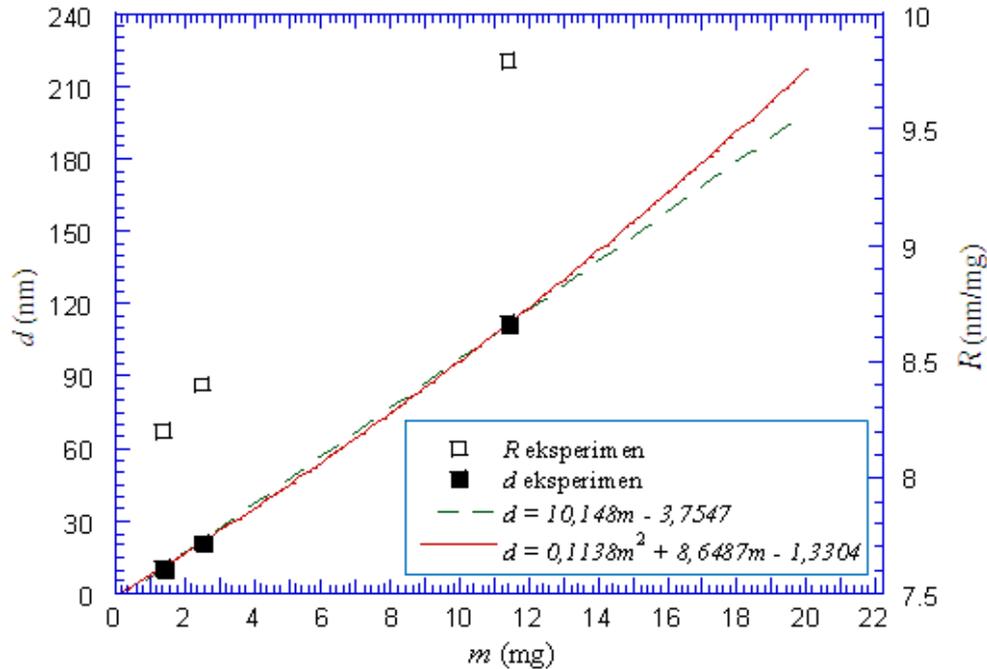
Berdasarkan penafsiran yang disebutkan pertama, R dimodelkan konstan terhadap m sehingga tebal nanolayer d dianggap linear terhadap massa sumber. Adapun menurut penafsiran yang kedua, R dimodelkan linear terhadap m , sehingga d merupakan fungsi polinomial m orde dua atau fungsi kuadrat dalam m . Dengan melakukan *fitting* masing-masing terhadap fungsi linear dan fungsi kuadrat menggunakan *Kaleidagraph*, maka diperoleh formulasi untuk model pertama adalah

$$d = 10,148m - 3,7547, \quad (3)$$

sedangkan formulasi untuk model kedua adalah

$$d = 0,1138m^2 + 8,6487m - 1,3304. \quad (4)$$

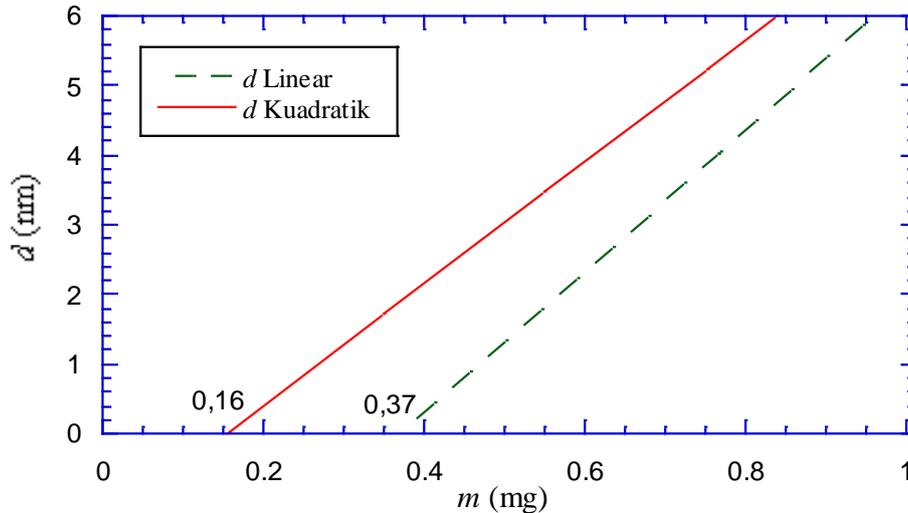
Persamaan (3) dan (4) memiliki konstanta yang bernilai negatif, hal ini mengisyaratkan bahwa pada nilai m tertentu terdapat d yang bernilai nol. Keadaan ini dapat dilihat pada Gambar 5 yang memuat plot grafik ketebalan nanolayer d dan rasio ketebalan nanolayer terhadap massa sumber R sebagai fungsi massa sumber m beserta *fitting* kurva linear dan kuadratik. Nampak bahwa kedua kurva tersebut memotong sumbu m positif.



Gambar 5. Plot grafik ketebalan lapisan tipis d dan rasio ketebalan lapisan tipis terhadap massa R sebagai fungsi dari massa sumber m beserta fitting kurva linear dan kuadratik.

Adanya nilai m yang bersesuaian dengan nilai $d = 0$ menunjukkan bahwa evaporasi dengan massa sumber pada nilai m tersebut tidak akan menghasilkan nanolayer pada substrat. Dengan kata lain, massa sumber yang terevaporasi tidak semuanya dapat mencapai substrat.

Titik potong pada sumbu m untuk kedua model kurva linear dan kuadratik dapat dilihat pada Gambar 6. Nilai m pada titik potong untuk model kurva linear adalah 0,37 mg, sedangkan untuk model kurva kuadratik adalah 0,16 mg.



Gambar 6. Titik potong kurva pada sumbu m yang menunjukkan evaporasi dengan massa sumber tersebut tidak akan menghasilkan nanolayer.

Walaupun kedua model tersebut memiliki titik potong pada sumbu m yang berbeda, tetapi keduanya memiliki kurva yang hampir sejajar untuk nilai m yang kecil. Kesejajaran kurva menunjukkan adanya kesamaan nilai kemiringan, dalam hal ini bersesuaian dengan nilai R . Dengan demikian nilai R yang diperoleh dari kemiringan kedua kurva ini dapat digunakan untuk mengestimasi tebal nanolayer untuk massa sumber yang kecil.

Untuk kasus ini, model kurva kuadratik nampaknya lebih sesuai dibandingkan model kurva linear. Nilai R yang cenderung turun seiring turunnya m lebih baik ditafsirkan seadanya dibandingkan jika ditafsirkan sebagai akibat ketelitian dalam pengukuran. Hal ini karena perbedaan nilai akibat ketelitian pengukuran biasanya tidak memiliki kecenderungan. Selain itu untuk sistem evaporasi seperti ini, sangat memungkinkan untuk menghasilkan layer yang tebalnya tidak lagi linear terhadap massa sumber yang besar, tetapi cenderung masih linear untuk massa sumber yang kecil. Keadaan ini seperti yang ditunjukkan oleh fungsi kuadrat yang dihasilkan yaitu cenderung masih linear untuk nilai m yang kecil.

Dengan diperolehnya formulasi ini maka dapat memudahkan dalam megestimasi seberapa besar massa sumber yang harus digunakan untuk memperoleh nanolayer dengan ketebalan tertentu menggunakan sistem evaporator termal yang ada. Semakin sedikit massa sumber yang digunakan, maka akan menghasilkan nanolayer yang lebih tipis, tetapi perlu diwaspadai bahwa terdapat batas minimum massa sumber yang tidak lagi dapat menghasilkan nanolayer.

KESIMPULAN

Penumbuhan nanolayer Al telah berhasil dilakukan menggunakan sistem peralatan evaporator termal. Ketebalan nanolayer dapat dikontrol dengan cara mengendalikan massa sumber. Hubungan ketebalan nanolayer terhadap massa sumber dapat dimodelkan melalui persamaan yang diperoleh dari hasil *fitting* pada fungsi linear dan fungsi kuadrat. Walaupun kedua model memiliki titik potong yang berbeda, tetapi untuk massa sumber yang kecil, keduanya memiliki kurva yang hampir sejajar, sehingga nilai kemiringannya R hampir sama. Model persamaan yang diperoleh dari hasil *fitting* pada fungsi kuadrat dapat dipilih sebagai model persamaan yang lebih sesuai.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kami sampaikan kepada Divisi Riset Fisika Material Elektronik (Lab. Fisika Material Elektronik) ITB, atas penggunaan laboratorium dan sistem evaporator termal.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] W. D. Callister, Jr., *Materials Science and Engineering An Introduction*. John Wiley & Sons Inc, 2007.
- [2] B. Salhi, B. Grandidier, and R. Boukherroub, "Controlled Growth of Silicon Nanowire on Silicon Surface," *J Electronic*, vol. 16, pp. 15-21, 2006.
- [3] H. Y. Tuan, D. C. Lee, T. Hanrath, and B. A. Korgel, "Catalytic Solid-Phase Seeding of Silicon Nanowire by Nickel nanocrystals in Organic Solvent," *Nano Letters*, vol. 5, no. 4, pp. 681-684, 2005.
- [4] Y. Civale, L. K. Nanver, P. Hadley, and E. J. G. Goudena, "Aspect of Silicon Nanowire Synthesis by Aluminum-Catalyzed Vapor-Liquid-Solid Mechanism," *Nanotechnology*, vol. 13, pp. 701-704, 2005.
- [5] Y. Wang, V. Scemidt, S. Senz, and U. Gösele, "Epitaxial Growth of silicon Nanowire Using an Aluminium Catalyst," *Nature Nanotechnology*, vol. 1, pp. 186-189, 2006.
- [6] B. A. Korgel, T. Hanrath, and F. M. Davidson, "Vapor-Liquid-Solid Synthesis of Nanowires," *Enciclopedia of Chemical Processing*, vol. 1, no.1, pp. 3191-3203, 2005
- [7] A. C. Dupuis, "The Catalyst in the CCVD of Carbon Nanotubes—a Review," *Progress in Materials Science*, vol. 50, pp. 926-961, 2005.
- [8] L. G. Schulz, "The Optical Constant of Silver, Gold, Copper, and Aluminum," *Journal of the Optical Society of America*, Vol. 44 No. 5, pp. 357-362, 1954.