



SINTESIS LAPISAN TIPIS (*THIN FILM*) SnO₂ DAN SnO₂:Al
MENGUNAKAN TEKNIK *SOL-GEL SPIN COATING* PADA SUBSTRAT
KACA DAN QUARTZ

Yanika Diah Imawanti¹, Aris Doyan², dan Erin Ryantin Gunawan³
Program Studi Magister Pendidikan IPA Program Pascasarjana Universitas Mataram¹²³
E-mail : yeanika_85@yahoo.com, arisdoyan@yahoo.co.id, erinryantin@unram.ac.id

Key Words

SnO₂,
aluminum,
sol-gel, spin
coating,
substrate

Abstract

This study has successfully synthesized SnO₂ and SnO₂:Al thin films by doping aluminum (Al) using the technique of sol-gel spin coating on glass and quartz substrates. The basic materials are Tin (II) chloride dihydrate (SnCl₂.2H₂O) and ethanol (C₂H₅OH) as solvent. Material for doping is AlCl₃ as much as 0.027 g, 0.053 g and 0.08 g to get Al dopant concentration of 5%, 10% and 15% respectively. The substrate used in this study are glass and quartz with the dimension of 10 mm x 10 mm x 3 mm. Detergent water, distilled water and 70% alcohol were used for the preparation of the substrates. Pure SnO₂ sol solution was obtained by dissolving SnCl₂.2H₂O in ethanol, and SnO₂:Al was obtained by adding AlCl₃ to the solution of SnO₂. The stirring process was done by using a hot plate magnetic stirrer to obtain a homogeneous solution (transparent). Sol solution of pure SnO₂ and SnO₂:Al were allowed for 24 hours as maturation (aging) process. Solution deposition on a substrate was done with a rotary speed of 2000 rpm for 3 minutes. Heating process was done at the annealing temperature of 200°C to 400°C by using a furnace for 1 hour to grow the crystalline of thin films. This thin films are very appropriate when applied to transparent conductive oxide (TCO) materials with high transparency and conductive character of tin (Sn) and aluminum (Al).

Kata Kunci

SnO₂,
aluminium,
sol-gel, spin
coating,
substrat

Abstrak

Penelitian ini telah berhasil mensintesis lapisan tipis SnO₂ dan SnO₂:Al menggunakan teknik sol-gel *spin coating* pada substrat kaca dan quartz. Bahan dasar yang digunakan adalah Tin (II) chloride dihydrate (SnCl₂.2H₂O) dan etanol (C₂H₅OH) sebagai pelarutnya. Bahan untuk doping adalah AlCl₃ sebanyak 0.027 gram, 0.053 gram, dan 0.08 gram untuk mendapatkan konsentrasi *dopant* Al 5%, 10%, dan 15% secara berturut-turut. Substrat yang digunakan adalah kaca dan quartz dengan ukuran 10 mm x 10 mm x 3 mm. Air deterjen, aquades dan alkohol 70% digunakan untuk preparasi substrat. Larutan sol SnO₂ murni diperoleh dengan melarutkan SnCl₂.2H₂O dalam etanol, dan SnO₂:Al diperoleh dengan menambahkan AlCl₃ ke dalam larutan SnO₂. Proses pengadukan dilakukan dengan menggunakan *hot plate magnetic stirrer* untuk memperoleh larutan yang homogen (transparan). Larutan sol SnO₂ murni dan SnO₂:Al didiamkan selama 24 jam sebagai proses pematangan (*aging*). Pendeposisian larutan di atas substrat dilakukan dengan kecepatan putar 2000 rpm selama 3 menit. Proses pemanasan dilakukan pada suhu annealing 200°C hingga 400°C menggunakan *furnace* selama 1 jam untuk menumbuhkan kristal lapisan tipis. Lapisan tipis ini sangat sesuai bila diterapkan pada material oksida konduktif transparan (TCO) dengan tingginya transparansi dan karakter konduktif dari logam timah (Sn) dan aluminium (Al)

PENDAHULUAN

Selama beberapa dekade terakhir, nanoteknologi merupakan prioritas utama dalam bidang sains dan teknologi. Lapisan tipis (*thin film*) adalah salah satu produk dari nanoteknologi. Lapisan tipis terbentuk dari bahan organik, anorganik, logam, maupun campuran logam-organik yang sangat tipis (dalam skala nanometer sampai milimeter) dan memiliki sifat konduktor, semikonduktor, atau isolator. Teknologi lapisan tipis ini sudah banyak mengalami perkembangan, baik dari segi bahan yang digunakan, cara pembuatan, maupun aplikasinya dalam kehidupan masyarakat sejak M.Faraday, W.Grove, Thomas Alfa Edison memperkenalkannya pada tahun 1850 (Anonym, 2016, www.static.ifp.tuwien.ac.at). Penerapan lapisan tipis untuk semikonduktor dikembangkan dalam bentuk oksida konduktif transparan atau *transparent conductive oxide* (TCO), sensor, kapasitor, dioda, dan transistor. Menurut Sinaga (2009), fungsi lapisan tipis sebagai TCO sering diterapkan pada perangkat elektronik seperti TV LCD, TV Plasma, *organic electroluminescence* (EL) misalnya *touch screen monitor* pada *authomatic tellermachine* (ATM), *ticket vending machines* yang dipasang di stasiun kereta api, sistem navigasi mobil, *handheld game consoles*, *mobile phones*, dan elektroda pada solar sel. Dalam teknik

material, telah ada beberapa bahan logam oksida yang sering digunakan pada teknologi lapisan tipis ini, baik yang murni maupun yang telah didoping dengan bahan lain. Jenis lapisan tipis dari bahan logam oksida tersebut antara lain In_2O_3 , WO_3 , TiO_2 , ZnO , dan SnO_2 . Dari sekian unsur penyusunnya, titanium (Ti) dan seng (Zn) memiliki kelimpahan paling besar dibanding unsur lainnya. Meskipun demikian, timah (Sn) adalah alternatif yang baik sebagai material dasar lapisan tipis karena memiliki keunggulan dibanding logam lain yaitu merupakan salah satu bahan konduktor listrik yang baik dengan resistivitas listrik rendah yaitu sebesar $4.60 \mu\Omega\cdot\text{cm}$, mudah dibentuk, tahan terhadap korosi, ringan, tidak mudah terbakar dan tahan lama (Cardarelli, 2008).

Berdasarkan penelitian yang telah banyak dilakukan, SnO_2 biasanya didoping dengan antimony (Sb) atau yang disebut dengan ATO (*Antimony Tin Oxide*) (Hammad et al, 2011), FTO (*Fluorine Tin Oxide*) (Gurakar et al, 2013), dan AFTO (*Antimony and Fluorine doped Tin Oxide*) (Battal et al, 2014). Selain itu, terdapat lapisan tipis jenis logam oksida yang melibatkan unsur timah (Sn) dan indium (In) yang disebut dengan ITO (*Indium Tin Oxide*). Material ITO paling banyak digunakan sebagai material optoelektronik dan telah dikomersilkan. Seiring dengan perkembangan teknologi sel surya, monitor

layar sentuh, atau TV *flat panel display*, kebutuhan material ITO meningkat drastis, padahal unsur indium merupakan unsur tanah yang kelimpahannya sangat sedikit di alam. Ketersediaan material indium tersebut tidak akan sebanding dengan kebutuhan pasar sehingga menyebabkan material ITO menjadi mahal yaitu 600 – 1.400 USD per kilogram (Anonym, 2016, www.alibaba.com). Untuk harga indium saat ini adalah sekitar 750 USD per kilogram (Anonym, 2016, www.phys.org) atau 750.000 USD per Metric Ton.

Berdasarkan hal tersebut di atas, diperlukan adanya penelitian untuk mengembangkan material lapisan tipis SnO₂ dengan karakteristik yang diharapkan untuk mengimbangi peran indium. Kualitas lapisan tipis SnO₂ terus dikembangkan melalui studi tentang sintesis bahan dengan mengacu pada parameter-parameter fisis dan kimiawi. Menurut Razeghizadeh, et al (2015), energi *band gap* adalah salah satu parameter semikonduktor terpenting yang mempengaruhi sifat listrik dan optiknya. Pemberian doping adalah salah satu cara yang dapat mengubah karakteristik lapisan tipis SnO₂. Di antara berbagai macam jenis *dopant*, aluminium lebih sesuai dengan SnO₂ karena aluminium menghasilkan transparansi yang tinggi dalam rentang cahaya tampak (Sriram, 2013). Bila dilihat dari ketersediaannya di alam, material Al

sebagai *dopant* sangat berlimpah jumlahnya. Selain itu, aluminium memiliki ketahanan terhadap oksidasi (tidak korosif), kuat serta ringan.

Lapisan tipis SnO₂ murni atau SnO₂ yang diberi doping telah dihasilkan melalui beragam teknik yang berbeda, seperti teknik *chemical vapor deposition* (CVD), *aerosol pyrolysis*, *sputtering*, *laser ablation*, *dip coating* dan *sol-gel spin coating*. Semua teknik tersebut memiliki kelebihan dan kekurangannya masing-masing. Beberapa diantaranya membutuhkan peralatan dan cara kerja lebih rumit, tekanan yang besar, serta membutuhkan kondisi vakum. Misalnya dengan metode *sputtering*, daya rekat antara lapisan tipis dan substrat lebih baik, tetapi membutuhkan peralatan yang rumit. Pada metode penguapan atau evaporasi, alat yang digunakan cukup sederhana, tetapi atom-atom pada permukaan substrat daya tempelnya tidak terlalu kuat (Erni, 2007). Teknik *sol-gel spin coating* memiliki lebih banyak kelebihan dibanding dengan teknik lain yang sudah ada. Teknik *sol-gel spin coating* ini menggabungkan teknik fisika dan kimia, sangat mudah dan efektif dengan hanya mengatur parameter waktu, kecepatan putar serta viskositas larutan melalui pengukuran temperatur pemanasan. Lapisan tipis yang dihasilkan bersifat homogen karena larutan yang diteteskan di atas substrat diputar dengan

kecepatan tertentu dan adanya pengaruh gaya sentrifugal yang arahnya menjauhi pusat putaran. Biasanya teknik ini digunakan untuk membuat lapisan tipis yang dideposisikan pada permukaan material yang berbentuk datar. Namun demikian, teknik ini tidak dapat diterapkan untuk membuat lapisan metal yang bahan dasarnya sulit dibuat dalam fase cair.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis material lapisan tipis SnO₂ dan SnO₂ dengan doping aluminium (Al) menggunakan teknik sol-gel *spin coating* pada substrat kaca dan quartz sehingga terbentuk lapisan tipis yang bersifat transparan dan konduktif. Kaca dan quartz dipilih dalam penelitian ini, karena orientasi material substrat berpengaruh pada karakteristik pengintian dan pertumbuhan yang mendominasi sifat mikrostruktural serta sifat fisis lapisan tipis (Mousa et al, 2015).

TUJUAN PENELITIAN

Tujuan dari penelitian ini adalah membuat lapisan tipis SnO₂ dan SnO₂ yang didoping aluminium (Al) menggunakan teknik sol-gel *spin coating* pada substrat kaca dan quartz sebagai material oksida transparan konduktif (TCO).

METODE

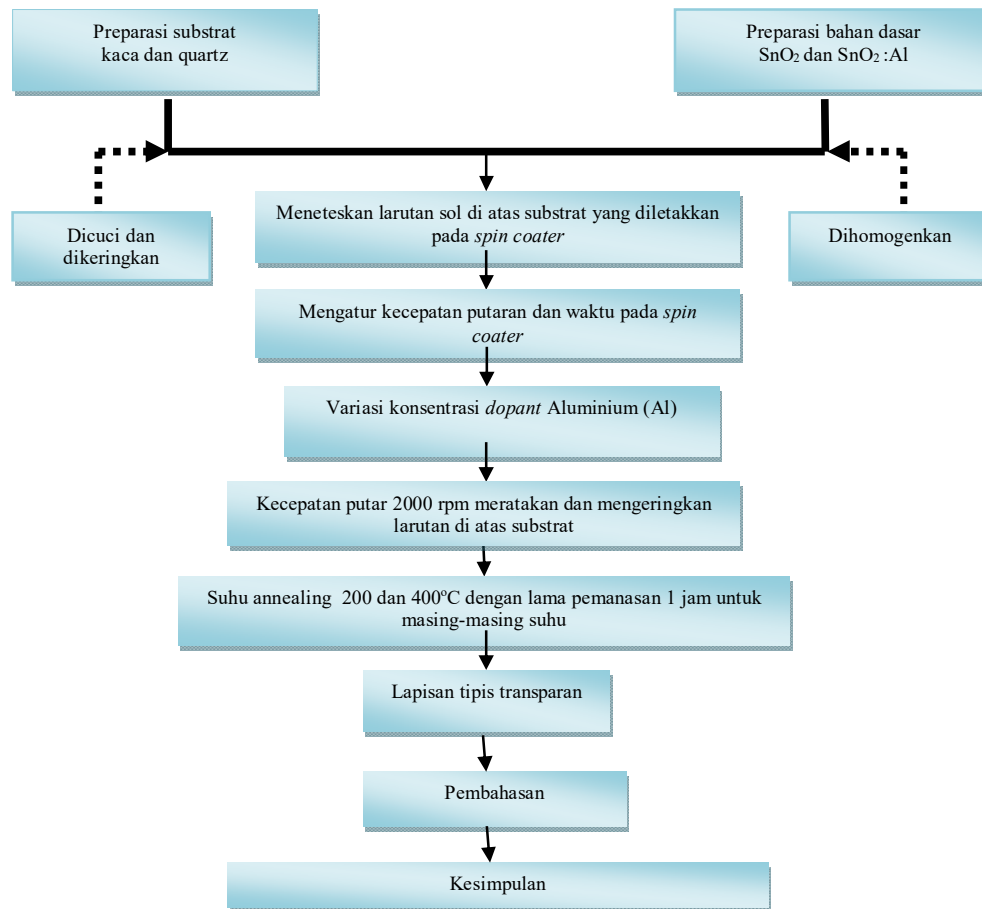
Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen

murni dan dengan teknik pembuatan sampel menggunakan teknik sol-gel *spin coating*. Bahan dasar yang digunakan sebagai pelapis dalam penelitian ini adalah 0.902 gram Tin (II) chloride dihydrate (SnCl₂.2H₂O dengan massa molar 225.63 gram/mol, kemurnian 98%, Merck). Pelarutnya menggunakan 40 ml etanol ((C₂H₅OH) dengan massa molar 46.07gram/mol, kemurnian 98%, Merck) pada temperatur ruang. Bahan untuk doping adalah 0.027 gram, 0.053 gram, dan 0.08 gram AlCl₃ dengan massa molar 133.34 gram/mol dan kemurnian 98%, Merck. Substrat yang digunakan berupa kaca dan quartz dengan ukuran 10 mm x 10 mm x 3 mm. Bahan pendukung lainnya adalah air aquades, sabun dan alkohol yang digunakan untuk membersihkan substrat.

Adapun langkah kerjanya adalah SnCl₂.2H₂O sebanyak 0.902 gram dalam bentuk serbuk dilarutkan dalam etanol sebanyak 40 ml. Proses melarutkan SnCl₂.2H₂O dalam etanol menggunakan *hot plate* dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga mencapai suhu 80°C selama 15 menit atau sampai larutan bersifat homogen. Selanjutnya, menyiapkan AlCl₃ sebanyak 0.027 gram, 0.053 gram, dan 0.08 gram untuk ditambahkan ke larutan sol sebelumnya sebagai material *dopant* dengan konsentrasi 5%, 10%, dan 15%. Larutan tersebut diletakkan dalam gelas kimia dan

diaduk menggunakan *hot plate magnetic stirrer*. Preparasi substrat, pembuatan bahan dasar, serta pendeposisian larutan sol ke atas substrat kaca dan quartz dilakukan di laboratorium Kimia Analitik dan laboratorium kimia MIPA Universitas Mataram. Selanjutnya akan dikarakterisasi menggunakan *UV-Vis Spectrophotometer*

untuk mengetahui karakteristik optik, *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk mengidentifikasi dan mengetahui perubahan fase kristal, *Scanning Electron Microscopy (SEM)* yang diintegrasikan dengan EDX untuk melihat struktur morfologi permukaan lapisan tipis, serta komposisi unsur penyusun lapisan tipis.



Gambar 1. Diagram Alir Penelitian

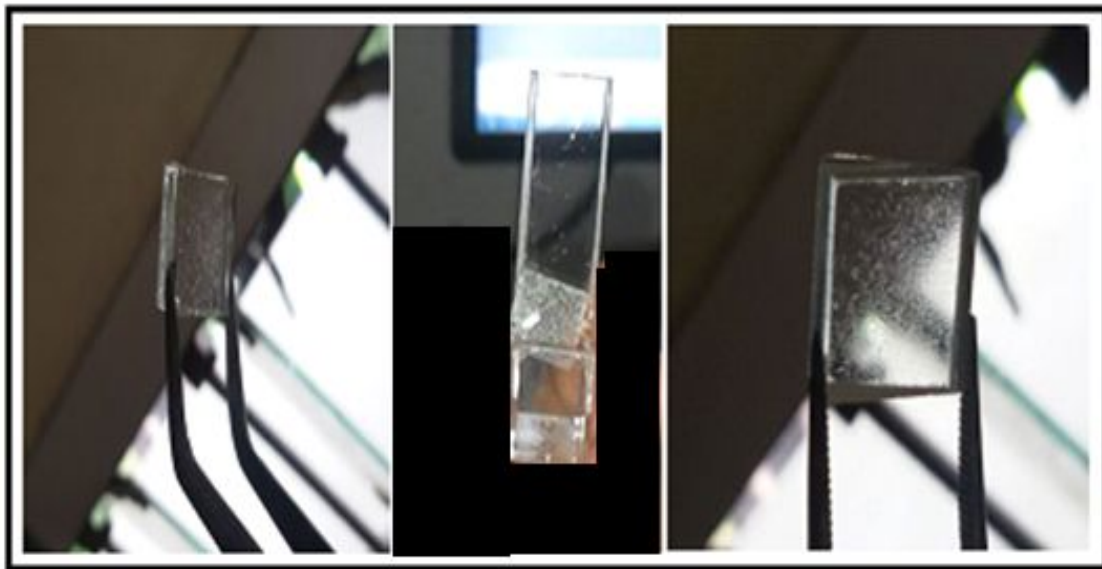
HASIL DAN PEMBAHASAN

Larutan sol yang homogen (transparan atau tanpa warna) diperoleh setelah melalui proses pengadukan dengan *hot plate magnetic stirrer*. Setelah larutan

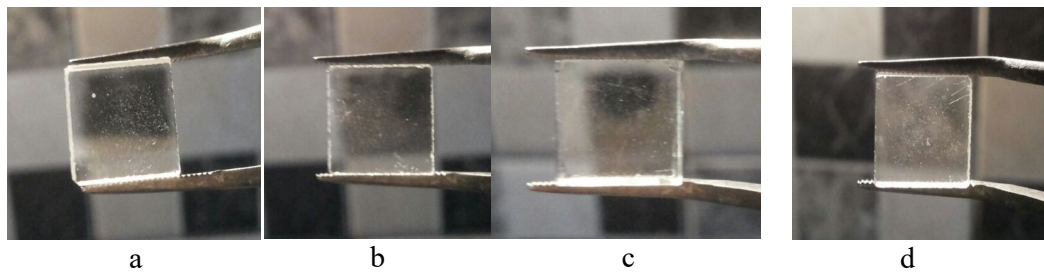
sol diteteskan ke substrat kaca dan quartz dengan pipet tetes sebanyak 3 tetes, kemudian memutarinya dengan kecepatan 2000 rpm selama 3 menit, diperoleh suatu lapisan transparan yang tipis (dalam orde

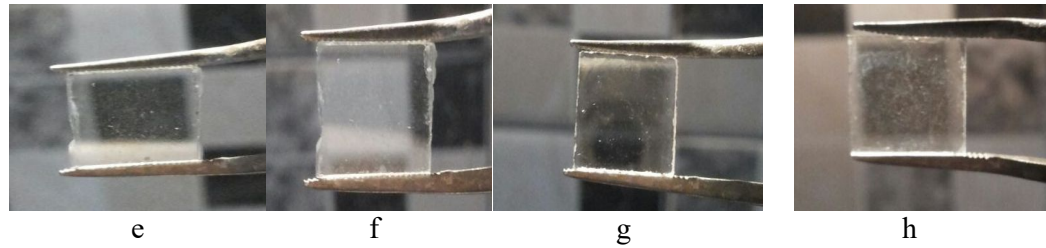
μm). Sampel dipanaskan pada suhu 200°C selama 1 jam terlebih dahulu untuk membuang sisa pelarut dan mikroorganisme yang menempel di sampel. Selanjutnya sampel didinginkan secara perlahan sampai mencapai suhu ruang. Pemanasan berikutnya dilakukan pada suhu 400°C selama 1 jam kemudian mendinginkan perlahan sampai suhu ruang seperti pada pemanasan pertama yang

bertujuan untuk menumbuhkan kristal SnO_2 dan $\text{SnO}_2:\text{Al}$ di atas substrat kaca dan quartz. Pemanasan ini juga bertujuan untuk memurnikan lapisan tipis, meskipun terkadang selalu ada zat pengotor yang ada pada lapisan tipis tersebut. Lapisan tipis transparan yang terdeposisi pada substrat kaca dan quartz seperti gambar berikut.



Gambar 2. Visualisasi tingkat transparansi lapisan tipis SnO_2 dan $\text{SnO}_2:\text{Al}$





Gambar 3. (a) Sampel SnO₂ murni (quartz); (b) SnO₂:Al 5 % (quartz); (c) SnO₂:Al 10 % (quartz); (d) SnO₂:Al 15 % (quartz); (e) Sampel SnO₂ murni (kaca); (f)SnO₂:Al 5 % (kaca); (g) SnO₂:Al 10 % (kaca); (h) SnO₂:Al 15 % (kaca)

Berdasarkan gambar di atas, tampak bahwa lapisan yang terdeposisi pada substrat kaca dan quartz bersifat transparan dengan level yang berbeda-beda. Sifat dari substrat kaca dan quartz yang transparan terhadap cahaya tampak (*visible light*) juga sangat mendukung tingkat transparansi sampel. Namun demikian, transparansi substrat quartz lebih tinggi daripada substrat kaca karena quartz merupakan padatan kristalin yang susunan atomnya sangat teratur. Maka berdasar pada hal tersebut, material lapisan tipis SnO₂ dan SnO₂ :Al sangat sesuai apabila diaplikasikan pada material oksida konduktif transparan (TCO) dengan meninjau transparansinya dan sifat konduktif dari logam Sn dan Al. Bila akan mengetahui persentase transparansi masing-masing sampel lapisan tipis, dapat menggunakan alat UV-Vis *Spectrophotometer*.

Sintesis material lapisan tipis SnO₂ dan SnO₂ :Al berhasil dilakukan dengan

teknik sol-gel *spin coating* dengan konsentrasi doping Al 5%, 10%, dan 15%.

KESIMPULAN

Dari hasil sintesis, dapat disimpulkan bahwa keseluruhan sampel memiliki tingkat transparansi yang tinggi terutama lapisan tipis SnO₂ murni yang dideposisikan pada substrat quartz. Selain itu, material lapisan tipis SnO₂ dan SnO₂:Al sangat sesuai apabila diaplikasikan pada material oksida konduktif transparan (TCO) dengan meninjau transparansinya dan sifat konduktif dari logam Sn dan Al.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonym. 2016. *Transparent Metal Films for Smartphone, Tablet and TV Displays*. Diunduh dari www.phys.org. Tanggal 19 Maret 2016.
- Anonym. 2016. *Pure Indium Tin Oxide*. Diunduh dari www.alibaba.com. Tanggal 19 Maret 2016.

- Anonym. 2016. *Thin Film Technology/Physics of Thin Films Chapter 1*. Diunduh dari www.static.ifp.tuwien.ac.at. Tanggal 28 April 2016.
- Anonym. 2016. Etanol. Diunduh dari: <https://en.wikipedia.org/wiki/Ethanol>. Tanggal 13 Mei 2016.
- Battal, et al. 2014. *Comparison Effect of Spin Speeds and Substrate Laters on Properties of Doubly Doped Tin Oxide Thin Films Prepared by Sol-Gel Spin Coating Method*, *Journal of Ovonic Research*, 10 (2) : 23 – 34.
- Cardarelli, F. 1966. *Materials Handbook : A Concise Desktop Reference, 2nd Edition*. London : Springer.
- Carvalho et al. 2012. *Synthesis and characterization of SnO₂ thin films prepared by dip-coating method, 15th Brazilian Workshop on Semiconductor Physics. Elsevier Physics Procedia*, 28 : 22-27.
- Erni, T. 2007. *Deposisi Lapisan Tipis Aluminium (Al) pada Substrat Kaca dengan Teknik Evaporasi dan Karakterisasi Optiknya*. Yogyakarta : Universitas Sanata Dharma.
- Gurakar, et al. 2014. *Electrical and microstructural properties of (Cu, Al, In)-doped SnO₂ films deposited by spray pyrolysis*, *ADVANCED MATERIALS Letters*, 5(6) : 309-314.
- Hak-Ju Kim. 2002. *Preparation of tungsten metal film by spin coating method*, *Korea-Australia Rheologi Journal*, 14 (2) : 71-76.
- Hammad, T.M and Hejazy, N.K. 2011. *Structural, Electrical and Optical Properties of ATO Thin Films Fabricated by Dip Coating Method*, *Int. Nano Lett.*, 1(2) : 123–128.
- Ji, et al. 2006. *Transparent p-type Conducting Indium doped SnO₂ Thin Films Deposited by Spray Pyrolysis*. *Material Letters*, 60(11) : 1387 – 1389.
- Lawrence, C.J. 1991. *Spin coating of Non-Newtonian Fluids*, *Elsevier Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 39 : 137-187.
- Mousa, et al. 2015. *Substrate effects on Structural and Optical Properties of ZnO Thin Films Deposited by Chemical Spray Pyrolysis*, *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy, SciPress Ltd., Switzerland*, 51 : 69-77.
- Razeghizadeh, A.R, et. al. 2015. *Growth and Optical Properties Investigation of UN-Doped and Al-doped SnO₂ Nanostructures by Sol-Gel Method*. Department of Physics, Faculty of science Payamenoor University, IRAN.
- Sinaga, P. 2009. *Pengaruh Temperatur Annealing terhadap Struktur Mikro, Sifat Listrik dan Sifat Optik dari Film Tipis Oksida Konduktif Transparan ZnO:Al yang Dibuat dengan Teknik Screen Printing*, *Jurnal Pengajaran MIPA*, 14(2) : 51–59.
- Sriram, S and Thayumanavan, A.2013. *Effect od Al Concentration on the Optical and Electrical Properties of SnO₂ Thin Films Prepared by Low Cost Spray Pyrolysis Technique*. *International Journal of*

ChemTech Research, 5(5) : 2204 – 2209.

Tripathy, S.K. and Hota, B.P. 2013.
Influence of the Substrates Nature on Optical and Structural Characteristics of SnO₂ Thin Film Prepared by Sol-Gel Technique, *JOURNAL OF NANO AND ELECTRONIC PHYSICS*, 5 (3) : 1-5. India : Sumy State University.