

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian deposisi film tipis GaN ini menggunakan teknik *spin-coating* yang dilakukan secara eksperimen. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui karakteristik listrik persambungan Al-GaN.

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Tempat pendeposisian film tipis GaN dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Pendidikan Fisika, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Film tipis yang dihasilkan dikarakterisasi di beberapa tempat, untuk uji struktur kristal dengan menggunakan XRD (*X-ray diffraction*) dilakukan di Institut Teknologi Bandung (ITB), morfologi permukaan film dengan SEM yang dilakukan di PPPGL, dan untuk pengukuran resistivitas dengan karakterisasi I-V dilakukan di Universitas Pendidikan Indonesia (UPI). Waktu penelitian dilakukan sejak bulan Maret sampai dengan November 2010.

3.2 Alat dan Bahan

Gel yang akan dilapisi dengan teknik *spin coating* ini adalah *gallium citrate amine*. Berikut adalah alat dan bahan yang digunakan dalam pembuatan gel *gallium citrate amine*.

Alat

Alat yang digunakan pada tahap preparasi gel:

- Gelas Ukur 50 ml
- Neraca Digital
- *Magnetic Stirrer*
- Pipet
- Pinset
- PH meter
- *Tissue*
- *Vacuum Desicator*

Alat yang digunakan pada proses deposisi film tipis:

- Seperangkat alat *spin coater*
Terdiri dari beberapa bagian utama diantaranya *spin coater*, pompa *vacuum*, sistem pengontrol laju putaran, motor DC.
- *Hot plate*
- *Programmable furnace* + tabung gas N_2

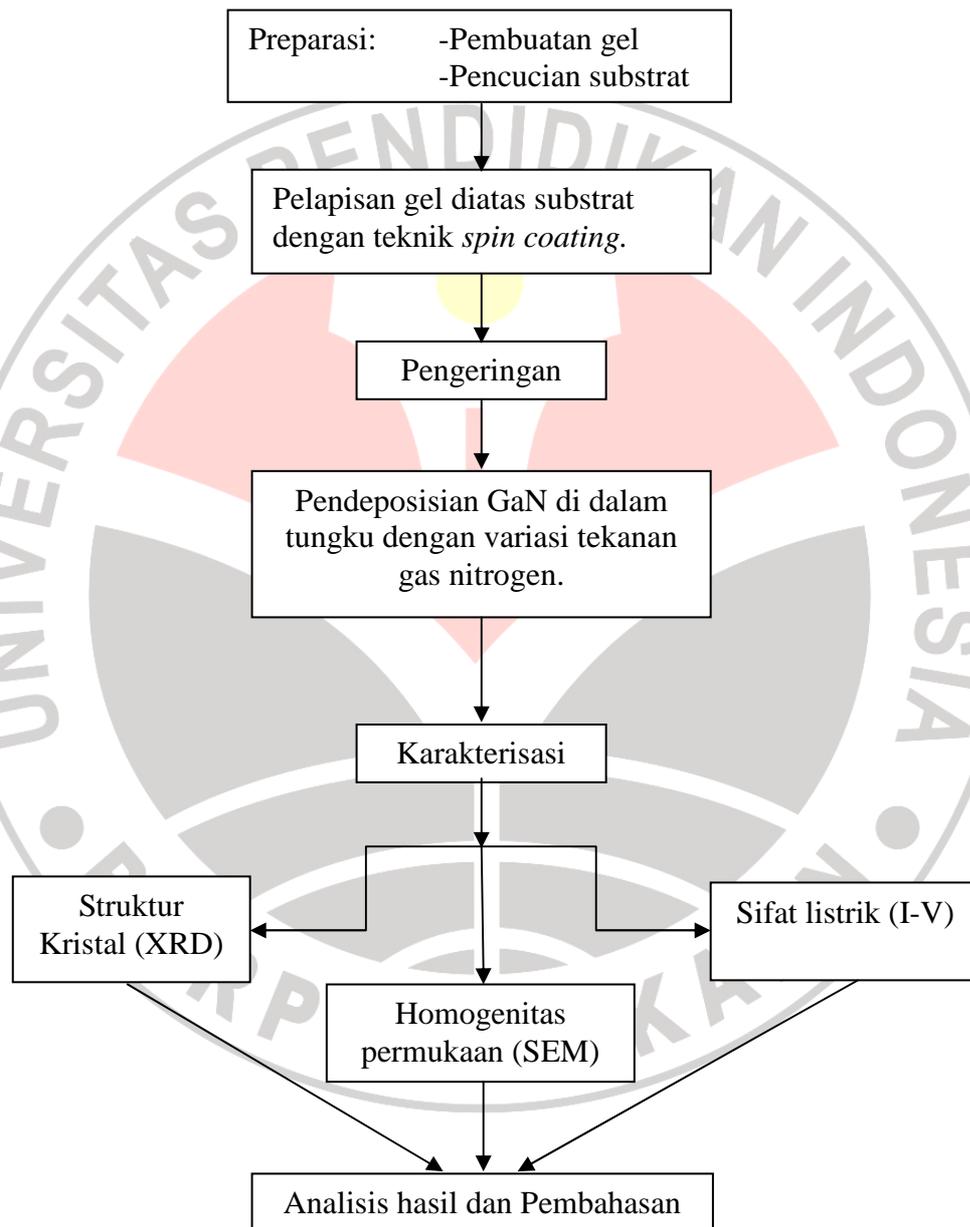
Bahan

- Serbuk Ga_2O_3
- HCl
- HNO_3
- *Ammonium Hydroxide*
- *Ethylenediamine*
- *Aceton*
- Gas N_2
- *Citric Acid (CA)*

3.3 Prosedur Penelitian

Proses penelitian deposisi film tipis GaN dengan metode *sol-gel* menggunakan teknik *spin-coating* meliputi beberapa tahapan yaitu: preparasi *gel gallium citrate amine*, pelapisan gel di atas substrat dengan teknik *spin coating*, kemudian dilanjutkan dengan proses deposisi film tipis Ga. Selanjutnya sampel

dilakukan karakterisasi sifat fisis film tipis GaN berkaitan dengan struktur kristal, homogenitas permukaan, dan sifat listrik. Secara umum prosedur penelitian ditunjukkan pada Gambar 3.1.

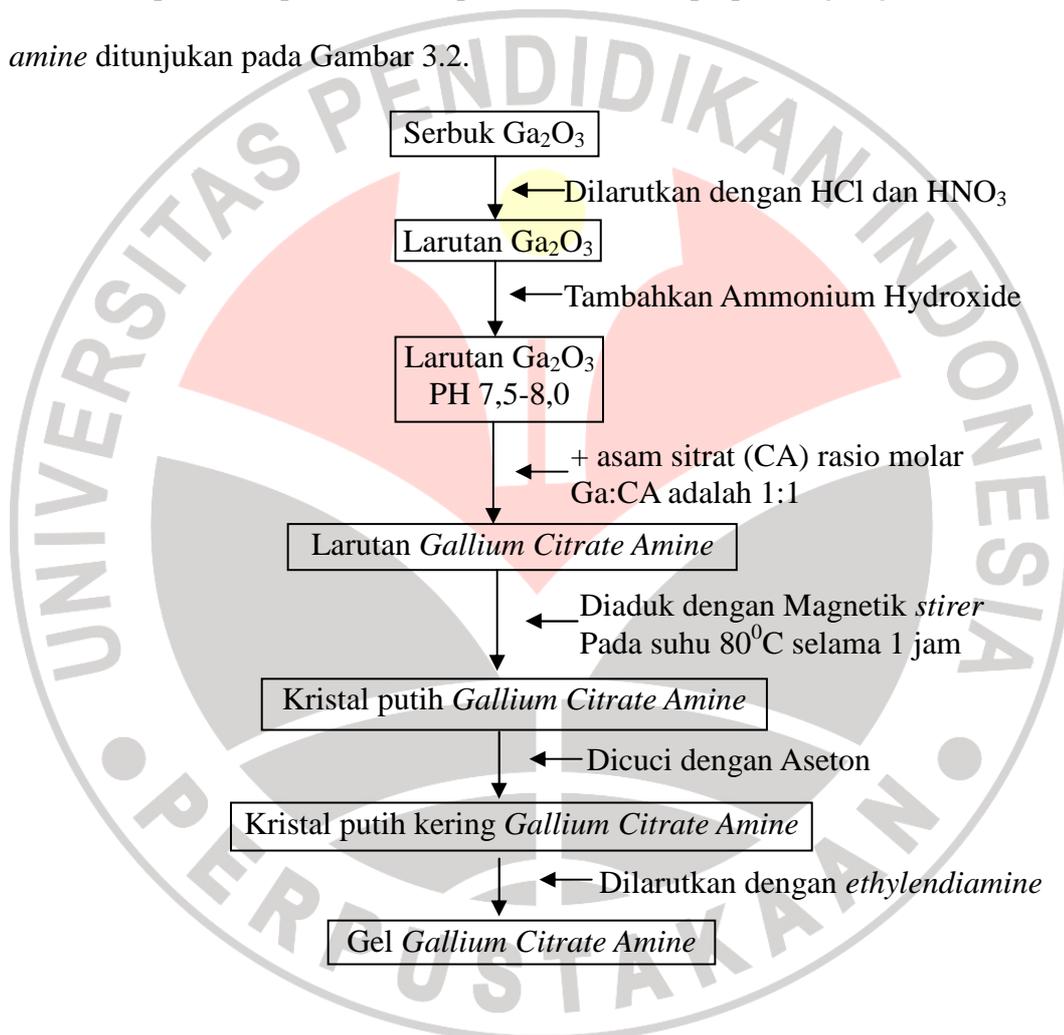


Gambar 3.1 Prosedur penelitian

3.3.1 Preparasi

3.3.1.1 Pembuatan gel *gallium citrate amine*

Kristal *gallium citrate amine* memiliki formula kimia $(\text{NH}_4)_3[\text{Ga}(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2]4\text{H}_2\text{O}$. *Gel gallium citrate amine* digunakan sebagai sumber Ga dalam proses deposisi film tipis GaN. Proses preparasi *gel gallium citrate amine* ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Prosedur pembuatan *gel gallium citrate amine*

Proses pembuatan *gel gallium citrate amine* diawali dengan menimbang sebanyak 2,3 gram serbuk Ga_2O_3 (*Gallium Oxide*) yang dilarutkan kedalam pelarut HCl (asam klorida) dan HNO_3 (asam nitrat) dengan perbandingan volume

HCl : HNO₃ = 1 : 1, dengan volume masing – masing pelarut 2,5 ml. Perbandingan volume HCl : HNO₃ = 1:1 karena pada perbandingan ini Ga₂O₃ dapat melarut dengan sempurna.

Persamaan reaksi pembentukan larutan Ga₂O₃ dalam pelarut HCl dan HNO₃ sebagai berikut :



Selanjutnya kedalam larutan Ga₂O₃ ditambahkan *ammonium hydroxide* (NH₄OH) sehingga larutan tersebut memiliki pH sekitar 7,5 – 8, yang diukur dengan menggunakan pH meter. Persamaan reaksi untuk penambahan NH₄OH ke dalam larutan Ga₂O₃ adalah :



Kemudian ke dalam larutan tersebut ditambahkan asam sitrat [CA = *citric acid* (C₆H₈O₇)] sehingga rasio Ga : CA adalah 1 : 1 dengan tujuan untuk memperoleh stoikiometri reaksi. Dengan persamaan reaksi :



Larutan yang terbentuk dinamakan larutan *gel gallium citrate amine*. Larutan ini kemudian diaduk selama satu jam pada suhu 80⁰C dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Dari hasil pemanasan dan pengadukan ini dihasilkan kristal putih *gel gallium citrate amine*. Kristal putih yang dihasilkan dibilas dengan aseton kemudian disimpan didalam desikator vakum untuk proses pengeringan.



Gambar 3.3 *Magnetic stirrer*

Kristal kering tersebut kemudian dilarutkan dalam *ethylenediamine* untuk mendapatkan larutan jernih (gel). Untuk mempercepat proses pelarutan maka larutan tersebut diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*. *Gel gallium citrate amine* yang dihasilkan siap digunakan sebagai sumber Ga untuk memperoleh film tipis GaN. Gambar 3.4 menunjukkan *gel gallium citrate amine* yang ditempatkan didalam desikator vakum.



Gambar 3.4 *Gel gallium citrate amine* dalam desikator vakum

3.3.1.2 Pencucian Substrat Silikon

Substrat merupakan media tumbuh pada deposisi film tipis GaN dengan metoda *sol-gel* ini. Pada penelitian ini digunakan substrat silikon dengan bidang orientasi (111). Substrat silikon memiliki *lattice mismatch* yang cukup besar dengan bahan GaN yaitu sekitar 17% (M.Gross dkk, 1997, 16-19). Sebelum digunakan untuk media deposisi film tipis GaN substrat silikon dibersihkan dengan proses pencucian standar.

Substrat silikon mula-mula direndam dengan *acetone* 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 di etsa 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 menyempolatkan gas nitrogen (N₂).

3.3.2 Pelapisan gel dengan metode *sol-gel* teknik *spin-coating*

Proses pelapisan gel diawali dengan menempatkan substrat silikon yang telah dibersihkan diatas *spin-coater*. Kemudian ditetaskan *gel gallium citrate amine* di pusat permukaan substrat. Selanjutnya *spin-coater* diputar dengan laju putaran 1108 rpm selama 1 menit. Tetesan gel ini akan menyebar diseluruh permukaan substrat akibat gaya sentripetal yang mengarah keluar substrat yang dihasilkan dari putaran *spin-coater*.



Gambar 3.5 Seperangkat alat *spin coating*

3.3.3 Pengeringan

Lapisan yang telah dilapisi gel kemudian dikeringkan pada suhu 170°C selama beberapa menit, untuk proses pengeringan/penguapan pelarut dengan menggunakan *hot-plate*.



Gambar 3.6 *Hot plate*

3.3.4 Deposisi GaN

Setelah pelapisan gel dilakukan dengan teknik *spin coating*, selanjutnya mengikatkan N dengan Ga untuk mendeposisikan GaN didalam *furnace*, sebelum mendeposisikan GaN dilakukan terlebih dahulu proses dekomposisi pada suhu 400°C dengan tujuan untuk menghilangkan unsur-unsur pengotor organik di dalam *furnice*. Setelah itu dilakukan proses deposisi film tipis GaN didalam *programmable furnace* dalam atmosfer N_2 (99,99%) sebagai sumber N. Gambar 3.5 menunjukkan *programmable furnace* yang digunakan untuk proses deposisi film tipis GaN beserta ilustrasi sampel didalam *furnace*.



Gambar 3.7 (a) Foto *Programmable furnace*

(b) ilustrasi gambar sampel yang dialiri gas nitrogen didalam *furnace*

Proses deposisi film tipis GaN dimulai dengan menempatkan substrat yang telah dilapisi tersebut dalam *programmable furnace*. Pada penelitian ini temperatur deposisi pada sampel #a dan #b adalah 900°C dengan peningkatan temperatur $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$, ketika suhu mencapai 850°C dialirkan gas nitrogen ke dalam *furnace* dengan tekanan gas N_2 sebesar $0,5 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ pada sampel #a dan $1,5 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ pada sampel #b, temperatur deposisi dipertahankan konstan pada suhu 900°C selama 1 jam, kemudian suhu *furnace* diturunkan kembali sampai mencapai suhu kamar, dan aliran gas nitrogen dihentikan ketika suhu mencapai 750°C . Dari proses deposisi ini dihasilkan film tipis GaN diatas substrat silikon yang siap untuk dikarakterisasi untuk mengetahui sifat-sifat fisisnya.

3.4 Karakterisasi

3.4.1 X-ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD dilakukan di Teknik Pertambangan, Institut Teknologi Bandung, dengan menggunakan sistem peralatan XRD *Philips Analytical X-Ray*. Karakterisasi ini dilakukan berkaitan dengan struktur kristal. Dari data XRD yang dihasilkan, dapat diketahui informasi mengenai struktur kristal film GaN dengan menggunakan *Power Diffraction Data Base*. Untuk menentukan struktur kristal maka perlu mengetahui unsur-unsur penyusun sampel. Sampel dari material yang sama dapat memiliki struktur kristal yang berbeda. Untuk mengetahui unsur mana yang terbentuk, diperlukan data referensi sinar-X. Data referensi tersebut sudah dibakukan dalam bentuk buku hingga puluhan volume atau dalam bentuk CD. Akan lebih membantu dengan menginstall aplikasi PCPD (*release notes* 1998 by ICDD). Analisis dilakukan menggunakan aplikasi tersebut (Abdullah-Khairurrijal, M: 54-55). Prosedur penggunaan aplikasi PCPD untuk mengetahui struktur kristal sampel adalah sebagai berikut:

- Mulai dengan membuka aplikasi PCPDFWIN
- Setelah dibuka kemudian klik instruksi *search* lalu pilih *names(slow)* pada bar menu dan muncul dialog box.
- Masukkan nama material. Disini masukan gallium nitride, lalu tekan **ok**. Akan muncul dialog box, terdapat beberapa referensi yang berkaitan dengan material gallium nitride.
- Untuk melihat referensi tersebut, pilih instruksi *search result* pada bar menu.
- Pilih salah satu senyawa yang dianggap paling sesuai dengan sampel yang

diukur. Untuk sampel yang dibuat, pilih GaN lalu tekan **ok**.

Tabel 3.1 berikut merupakan data-data pada *power diffraction data base* yang disesuaikan dengan pola difraksi film tipis GaN sampel #a dan #b .

Tabel 3.1 Daftar Pola XRD Film GaN pada *Power Diffraction Data Base*

2θ	hkl	Fase kristal	Referensi
38.062°	101	Heksagonal	Yeh, C et al., Phys. Rev. B: Condens. Matter, 46. 10086 (1992).
48.314°	102	Heksagonal	Juza, R., Hanh, H., Z. Anorg. Allg. Chem., 239, 282 (1938)
57.756°	110	Heksagonal	Schulz, H., Thiemann, K., Solid State Commun, 23, 815 (1977).
64.655°	103	Heksagonal	Juza, R., Hanh, H., Z. Anorg. Allg. Chem., 239, 282 (1938)
78.361°	202	Heksagonal	Schulz, H., Thiemann, K., Solid State Commun, 23, 815 (1977).

Dan untuk menghitung parameter kisi struktur kristal heksagonal dapat digunakan persamaan yang diturunkan dari persamaan bragg berikut,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (3.1)$$

3.4.2 Scanning Elektron Microscope (SEM)

Karakterisasi SEM dilakukan di PPPGL (Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan) Bandung, dengan menggunakan sistem peralatan SEM tipe JEOL seri JSM-35C. Karakterisasi ini dilakukan untuk mendapatkan informasi morfologi permukaan dan penampang lintang film GaN. Dari hasil karakterisasi ini, dengan mengamati morfologi permukaan dapat dilihat secara kasat mata bagaimana struktur film GaN yang telah dideposisi dengan teknik *spin coating*, dapat juga menentukan ketebalan film yang dibuat diatas

substrat (Abdullah-Khairurrijal, M: 21). Prosedur pengukuran ketebalan film tipis adalah sebagai berikut:

- Pertama SEM dioperasikan dalam posisi *tilt* (miring) sehingga yang tampak dari sampel adalah bayangan samping, seperti hasil pengamatan tampak pada Gambar 4.2.
- Gambar tersebut dibuka di *Paint*. Lalu ukur ketebalan film dalam satuan pixel. Ukur juga bar skala dalam satuan pixel (Gambar 4.3).
- Berdasarkan angka panjang yang tertulis pada bar skala maka SEM dapat digunakan untuk menentukan ketebalan film.

3.4.3 Karakterisasi I-V

Karakterisasi I-V dilakukan di laboratorium fisika lanjut II, Universitas Pendidikan Indonesia, dengan menggunakan Elkahfi 100 I-V meter. Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui sifat listrik film. Sebelum dilakukan pengukuran I-V, terlebih dahulu sampel dievaporasi dengan aluminium menggunakan evaporator di laboratorium fisika material, ITB.

3.4.3.1 Metalisasi

Film tipis GaN selanjutnya di atas permukaannya dipasang kontak logam dengan mengevaporasi permukaan film tipis GaN menggunakan logam aluminium (Al). Sebelum tahap mengevaporasi, permukaan film dimasker menggunakan aluminium foil seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 3.6.



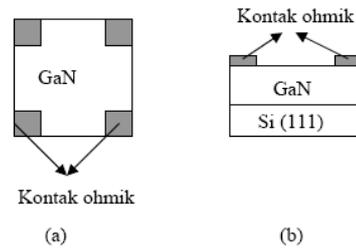
Gambar 3.8 Film tipis GaN yang telah di masker

Kemudian pada tahap evaporasi, sampel pada Gambar 3.6 disimpan dalam sebuah dudukan dalam evaporator, kemudian aluminium dipersiapkan sebagai logam yang akan diuapkan yang disimpan dalam *tanksenboat* yang terbuat dari platina. Ketika diberi *power supply* pada ruangan evaporator yang divakumkan, *tanksenboat* ini akan berpijar merah karena memanaskan sehingga aluminium meleleh dan siap untuk ditembakkan ke sampel. Tujuan memvakumkan ruangan adalah agar aluminium menguap ke atas dan menempel dipermukaan sampel.



Gambar 3.9 Evaporator

Setelah memvakumkan selama ± 5 jam, kemudian menembakkan aluminium dengan cara mengatur arus sebesar 20 A yang diberikan secara bertahap, mula-mula diatur arus sebesar 10 A untuk membuang kotoran-kotoran. Setelah beberapa saat kemudian, naikkan arus sampai ± 20 A. Skema kontak Al-GaN yang telah dibuat seperti pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10 Skema kontak ohmik di atas film tipis GaN (a) tampak atas,
(b) tampak samping.

3.4.3.2 Pengukuran I-V

Untuk mengetahui karakteristik film tipis GaN, maka dilakukan pengukuran I-V setelah sampel dimetalisasi. Pengukuran ini menggunakan I-V meter Elkahfi 100. Data yang didapat adalah data arus terhadap tegangan, yang kemudian data ini diolah dan diplotkan ke grafik seperti pada lampiran C. Untuk kurva I-V yang menunjukkan bahwa persambungan Al-GaN adalah nonohmik, maka kontak akan bersifat *schottky*, karena kontak bersifat *schottky* maka tegangan barrier kotak alumunium dengan film tipis GaN ini dapat dihitung dengan persamaan (2.4).