

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

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

3.1 Sistem *Spin-Coating*

Alat *spin-coating* terdiri dari beberapa bagian utama diantaranya : *spin-coater*, pompa vakum, sistem pengontrol laju putaran dan motor DC. Gambar 3.1 menunjukkan seperangkat alat *spin-coating*.



Gambar 3.1 Seperangkat alat *spin-coating*

1. *Spin-coater*

Spin-coater merupakan tempat dimana substrat diletakan ketika proses pelapisan gel diatas substrat berlangsung. *Spin-coater* diputar dengan motor DC.

2. Pompa vakum

Pompa vakum berfungsi untuk menyedot substrat agar substrat tidak terlempar ketika *spin-coater* diputar dengan kelajuan tertentu.

3. Sistem pengontrol laju putaran

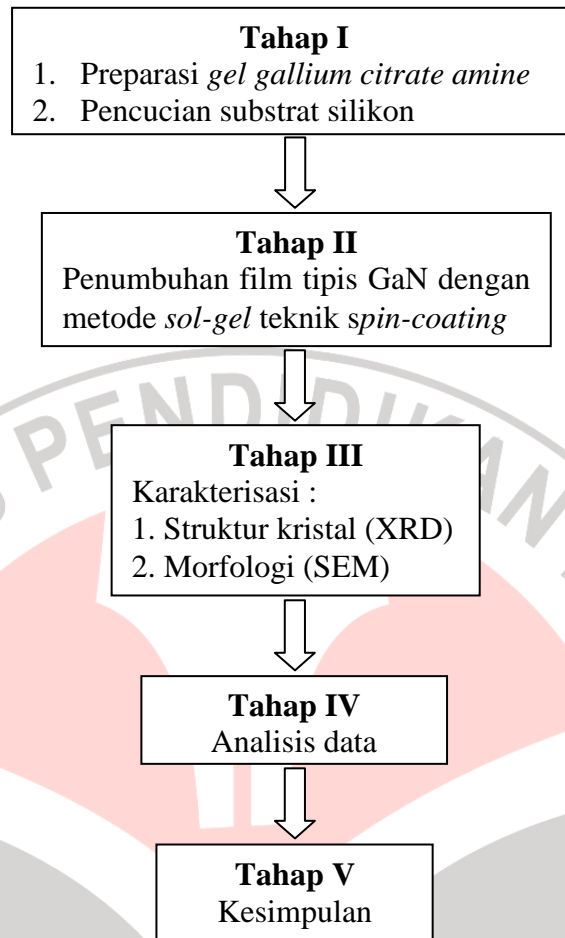
Sistem pengontrol laju putaran berfungsi untuk mengatur laju putaran *spin-coater* melalui pengontrolan motor DC. Maksimum laju putaran yang dapat dicapai adalah 3000 rpm.

4. Motor DC

Motor DC berfungsi sebagai penghasil putaran pada *spin-coater*, alat ini bekerja dibawah sistem pengontrol laju putaran.

3.2 Diagram Alir Penelitian

Proses penelitian penumbuhan film tipis GaN dengan metode *sol-gel* menggunakan teknik *spin-coating* meliputi beberapa tahapan yaitu : preparasi *gel gallium citrate amine*, pencucian substrat silikon, kemudian dilanjutkan dengan proses penumbuhan film tipis GaN diatas substrat silikon. Selanjutnya dilakukan karakterisasi sifat fisis film tipis GaN ditinjau dari struktur kristal, morfologi permukaan dan penampang lintang. Secara umum diagram alir penelitian ditunjukkan pada bagan 3.1.



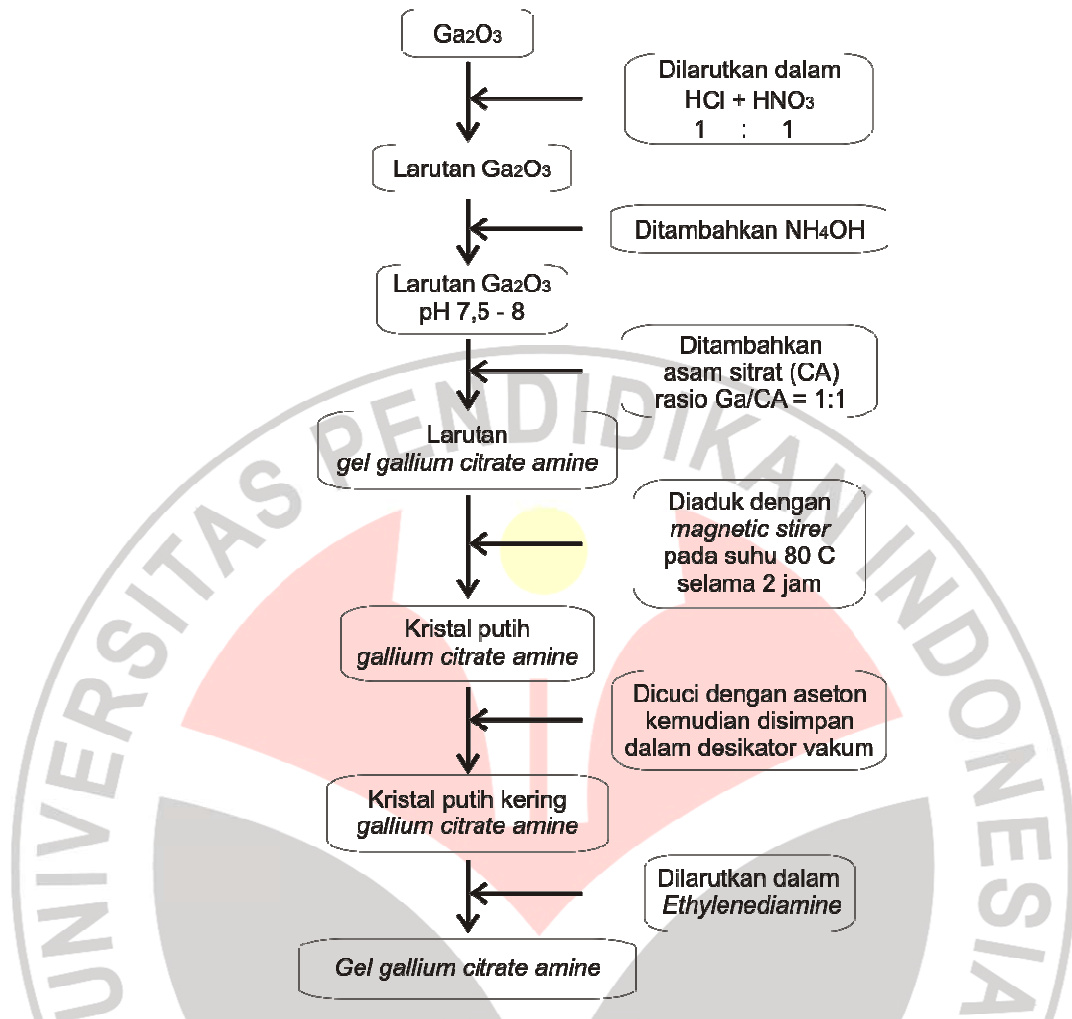
Bagan 3.1 Diagram alir penelitian

3.3 Proses Penumbuhan Film Tipis GaN

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 diatas substrat silikon.

3.3.1 Preparasi *Gel Gallium Citrate Amine*

Gel gallium citrate amine memiliki formula kimia $(\text{NH}_4)_3 [\text{Ga}(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Sardar, 2003). *Gel gallium citrate amine* digunakan sebagai sumber Ga dalam proses penumbuhan film tipis GaN. Proses pembuatan *gel gallium citrate amine* ditunjukkan pada bagan 3.2.



Bagan 3.2 Diagram alir pembuatan *gel gallium citrate amine*

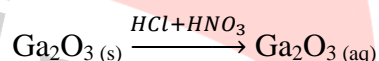
Proses pembuatan *gel gallium citrate amine* diawali dengan menimbang sebanyak 2,00 gram serbuk Ga_2O_3 (*Gallium Oxide*) yang dilarutkan kedalam pelarut HCl (asam klorida) dan HNO_3 (asam nitrat) dengan perbandingan volume HCl : $\text{HNO}_3 = 1 : 1$, dengan volume masing – masing pelarut 4 ml. Sehingga molaritas Ga_2O_3 1,33 M. Perbandingan volume HCl : $\text{HNO}_3 = 1 : 1$ karena pada perbandingan ini Ga_2O_3 dapat melarut dengan sempurna. Hal yang sama dilakukan dengan massa Ga_2O_3 yang berbeda yaitu 1,08 gram dan 1,60 gram, sehingga

diperoleh molaritas Ga₂O₃ yang berbeda. Tabel 3.1 menunjukkan perbandingan antara massa Ga₂O₃ yang digunakan dengan molaritas Ga₂O₃ yang dihasilkan.

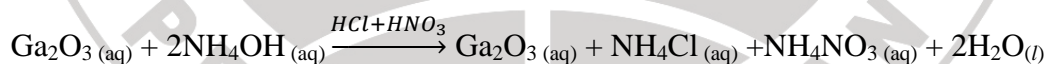
Tabel 3.1 Perbandingan antara massa Ga₂O₃ dan molaritas Ga₂O₃

No	Massa (gram)	Molaritas (M)
1.	1,08	0,72
2.	1,60	1,07
3.	2,00	1,33

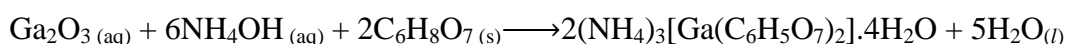
Persamaan reaksi pembentukan larutan Ga₂O₃ dalam pelarut HCl dan HNO₃ sebagai berikut :



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 :



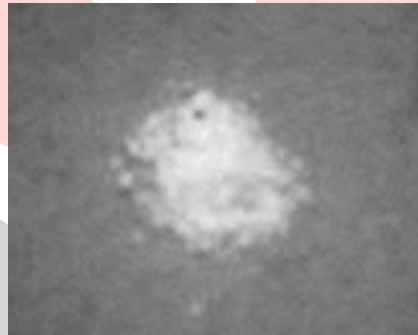
Larutan yang terbentuk dinamakan larutan *gel gallium citrate amine*.

Larutan *gel gallium citrate amine* kemudian diaduk selama dua jam pada suhu 80 °C dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Dari hasil pemanasan dan

pengadukan ini dihasilkan kristal putih *gallium citrate amine* seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.3. Kristal putih yang dihasilkan dibilas dengan acetone kemudian disimpan didalam desikator vakum untuk proses pengeringan.



Gambar 3.2 Magnetik stirrer



Gambar 3.3 Kristal putih *gallium citrate amine*

Untuk memperoleh *gel gallium citrate amine* maka kristal putih *gallium citrate amine* dilarutkan dalam *ethylenediamine* dengan perbandingan 1 : 3 (*weight/volume*). Untuk mempercepat proses pelarutan maka larutan tersebut diaduk dengan menggunakan *magnetik stirrer*. *Gel gallium citrate amine* yang dihasilkan siap digunakan sebagai sumber Ga untuk memperoleh film tipis GaN. Gambar 3.5 menunjukkan *gel gallium citrate amine* yang ditempatkan didalam desikator vakum.



Gambar 3.4 *Gel gallium citrate amine* dalam desikator vakum

3.3.2 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% (M.Gross dkk, 1997, 16-19). Sebelum digunakan untuk media penumbuhan 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 menyemprotkan gas Nitrogen (N₂).

3.3.3 Penumbuhan film tipis GaN dengan metode *sol-gel* teknik *spin-coating*

Proses penumbuhan film tipis GaN diawali dengan menempatkan substrat silikon yang telah dibersihkan diatas *spin-coater* seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.5. Kemudian diteteskan *gel 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 *gel gallium citrate amine* akan menyebar keseluruh permukaan substrat silikon. Kemudian substrat silikon yang telah dilapisi *gel 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. Gambar 3.6 menunjukan *programmable furnace* yang digunakan untuk proses deposisi film tipis GaN.



Gambar 3.5 Substrat silikon diatas *spin-coater*



Gambar 3.6 *Programmable furnace*

Proses deposisi dimulai dengan menempatkan substrat yang telah dilapisi tersebut dalam *programmable furnace*. Kemudian temperatur *furnace* dinaikan sampai $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan peningkatan temperatur $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. Ketika suhu mencapai $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ dialirkan gas Nitrogen ke dalam *furnace* dengan laju aliran gas N_2 sebesar 16 sccm . Temperature deposisi dipertahankan konstan pada suhu $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 2 jam, kemudian suhu *furnace* diturunkan kembali sampai mencapai suhu kamar, dan aliran gas Nitrogen dihentikan ketika suhu mencapai $650\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dari proses deposisi ini dihasilkan film tipis GaN diatas substrat silikon yang siap untuk dikarakterisasi untuk mengetahui sifat-sifat fisisnya.

3.4 Karakterisasi Film Tipis GaN

Sifat-sifat fisis lapisan tipis GaN dapat diketahui melalui karakterisasi lapisan tersebut berdasarkan hasil-hasil pengukuran. Karakterisasi yang dilakukan adalah analisis struktur kristal dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Elektron Microscopy* (SEM) digunakan untuk mengobservasi morfologi permukaan dan penampang lintang film.

3.4.1 Karakterisasi Struktur Kristal dengan XRD

X-Ray Diffraction (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 dimasukkan kedalam difraktometer sinar-X kemudian sampel ditembak dengan sinar-X yang menggunakan sumber radiasi Cu K_{λ} dengan $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ 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.*

3.4.2 Karakterisasi Morfologi Permukaan dengan SEM

Dari hasil karakterisasi SEM (*Scanning Elektron Microscope*) dapat diketahui morfologi permukaan untuk mengetahui ukuran butir kristal dan porositas, dari penampang lintang dapat ditentukan ketebalan film. Sampel disimpan dalam sampel *holder* dan dibersihkan dengan *hand blower* kemudian dimasukkan kedalam *specimen-chamber*. Selanjutnya dilakukan proses pengamatan/penelitian *image* setelah itu dilakukan pemotretan dan publikasi. Karakterisasi SEM dilakukan di PPPGL (Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan) dengan menggunakan sistem peralatan SEM tipe JEOL seri JSM-35C.