

Pengaruh Suhu *Annealing* terhadap Struktur Mikro dan Sifat Optik Lapisan *Bismuth Ferrite* (BiFeO_3)

Yofentina Iriani, Novinda Hary Megasari, dan Fahu Nurosyid

Program Studi Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Sebelas Maret, Surakarta
yofent_iriani@staff.uns.ac.id

ABSTRACT

This study aims to determine the effect of annealing temperature on the microstructure and optical properties of Bismuth Ferrite (BiFeO_3) layers. BiFeO_3 film was successfully deposited on a quartz substrate using the *Chemical Solution Deposition* (CSD) method. The microstructure was characterized by XRD and optical properties was characterized with UV-Vis spectrophotometer. The annealing temperature variations are 550°C , 600°C , and 650°C . Annealing temperature affect the microstructure i.e., crystallite size, crystallinity, lattice parameters and optical properties i.e., absorbance and energy gap. The crystallite size, crystallinity, and lattice parameters increase with increased annealing temperature. The peak of absorbance has decreased with the increase in annealing temperature. The lowest energy gap is at 650°C annealing temperature which is $(2,45 \pm 0,02)$ eV.

Keywords : BiFeO_3 , annealing, microstructure, optical properties, CSD.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu *annealing* terhadap struktur mikro dan sifat optik lapisan *Bismuth Ferrite* (BiFeO_3). Lapisan BiFeO_3 telah berhasil terdepositasi di atas substrat *quartz* menggunakan metode *Chemical Solution Deposition* (CSD). Struktur mikro dikarakterisasi menggunakan XRD dan sifat optik dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Variasi suhu *annealing* yang dilakukan yaitu 550°C , 600°C , dan 650°C . Suhu *annealing* mempengaruhi struktur mikro yaitu ukuran kristal, tingkat kekristalan, parameter kisi serta mempengaruhi sifat optik yaitu absorbansi dan energi gap lapisan BiFeO_3 . Semakin tinggi suhu *annealing* maka ukuran kristal, tingkat kekristalan, dan parameter kisi meningkat. Puncak absorbansi mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya suhu *annealing*. Suhu *annealing* mempengaruhi energi gap lapisan BiFeO_3 . Energi gap paling rendah yaitu pada suhu *annealing* 650°C sebesar $(2,45 \pm 0,02)$ eV.

Kata Kunci : BiFeO_3 , *annealing*, struktur mikro, sifat optik, CSD.

PENDAHULUAN

Material ferroelektrik merupakan material yang memiliki polarisasi spontan dengan adanya pengaruh medan listrik luar, ini dapat dilihat dari kurva histerisis yang terbentuk. Kurva histerisis merupakan kurva hubungan polarisasi (P) terhadap medan listrik luar (E). Material ferroelektrik mengalami fase transisi struktur pada *Temperature Curie* (T_C) yaitu perubahan fase dari fase ferroelektrik menjadi fase paraelektrik^[1]. BiFeO_3 adalah salah satu material ferroelektrik yang berstruktur *perovskite* memiliki sifat optik menarik dalam *photovoltaic* yaitu memiliki energi *gap* yang sempit^[2]. *Photovoltaic* adalah teknologi yang memanfaatkan energi sinar matahari sebagai energi alternatif. *Photovoltaic* mengubah energi cahaya menjadi energi listrik, biasanya menggunakan bahan semikonduktor^[3]. Lapisan BiFeO_3 biasanya dibuat dengan metode *Chemical Solution Deposition* (CSD)^[4]. Metode CSD banyak digunakan karena memiliki beberapa keunggulan, diantaranya kemampuan kontrol komposisi dan homogenitas yang baik. Struktur mikro dan sifat optik dari BiFeO_3 dapat dipengaruhi oleh parameter pengolahannya. Salah satu parameter pengolahannya adalah suhu *annealing*^[5].

Pembuatan lapisan menggunakan metode CSD melibatkan sintesis larutan prekursor, deposisi lapisan menggunakan *spin-coating* atau *dip-coating*, proses pengeringan dilakukan pada perlakuan panas suhu rendah, dan perlakuan panas suhu lebih tinggi dilakukan untuk densifikasi dan kristalisasi lapisan^[6]. *Spin coating* merupakan teknik pembentukan lapisan melalui proses pemutaran atau *spin*. Bahan yang akan dibentuk lapisan dibuat dalam bentuk larutan atau *gel*, kemudian diteteskan pada substrat yang diletakkan di atas piringan lalu diputar dengan kecepatan tertentu^[7]. Paper ini akan membahas pengaruh suhu *annealing* terhadap struktur mikro dan sifat optik lapisan.

METODE

Pembuatan lapisan BiFeO₃ dilakukan menggunakan metode *Chemical Solution Deposition* (CSD) yang disiapkan dengan *spin coater*. Bahan-bahan penyusun Bismuth Ferrite (BiFeO₃) yang digunakan adalah *bismuth nitrate pentahydrate* (Bi(NO₃)₃.5H₂O) (Kojundo, 99.99%), *iron nitrate enneahydrate* (Fe(NO₃)₃.9H₂O) (Kojundo, 99.9%), *acetic acid* (CH₃COOH) (Sigma Aldrich, ≥ 99.7%), *2-methoxyetanol* (CH₃OCH₂CH₂OH) (Sigma Aldrich, ≥ 99.8%), dan *acetylacetone* (CH₃COCH₂COCH₃) (Sigma Aldrich, ≥ 99.3%). Substrat yang digunakan adalah quartz. Tahapan metode CSD meliputi proses sintesis larutan, proses deposisi, proses hidrolisis, dan proses *annealing*. Larutan dibuat dengan volume 5 ml dan molaritas 1 M. Urutan pencampuran bahannya antara lain *bismuth nitrate pentahydrate* dan *iron nitrate enneahydrate* ditambah dengan *acetic acid* dan *2-methoxyetanol* kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirer* selama 60 menit. *Acetylacetone* (penyetabil) ditambahkan ke dalam pencampuran sebelumnya kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirer* selama 45 menit. Variasi suhu *annealing* yang dilakukan adalah 550°C, 600°C, dan 650°C dengan waktu tahan selama 1 jam. Pengaruh suhu *annealing* pada struktur mikro lapisan BiFeO₃ diuji menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) Bruker D8 Advance dengan anoda Cu. Data hasil pengujian ini berupa sudut difraksi (2θ) dan intensitas. Data hasil XRD kemudian digunakan untuk menghitung ukuran kristal (*D*) menggunakan persamaan Scherrer sebagai berikut^[8]:

$$D = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

dimana *D* adalah ukuran kristal (nm), λ adalah panjang gelombang sinar-X (1,5406 Å), β adalah FWHM (*full width at half maximum*) (rad), dan θ adalah sudut difraksi pada Hukum Bragg.

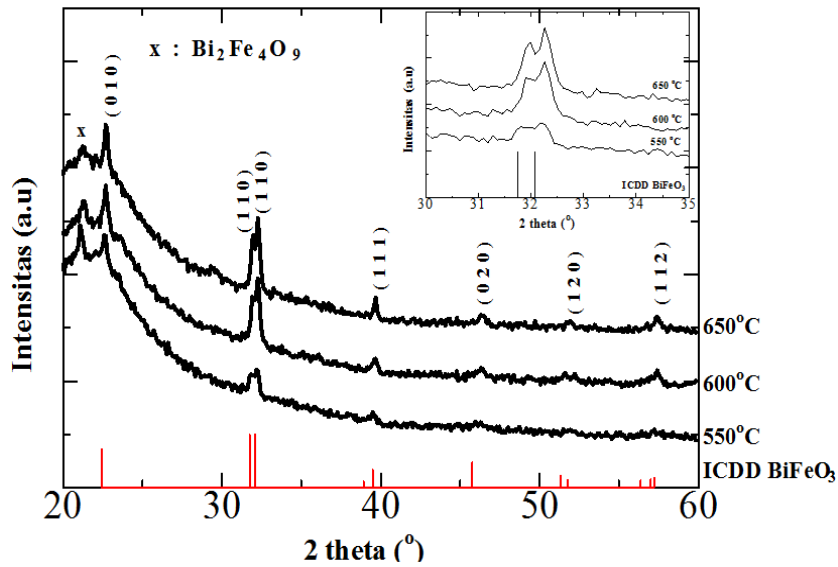
Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk mengukur besar absorbansi dan transmitansi suatu material serta mengukur energi *gap* antara pita konduksi dan pita valensi. Penentuan energi *gap* menggunakan metode *Tauc-Plot* yaitu dengan cara menarik garis linear dari grafik hubungan $(\alpha h\nu)^2$ terhadap $h\nu$ hingga memotong sumbu x. Persamaan *Tauc-Plot* dapat ditulis sebagai berikut^[9]:

$$(\alpha h\nu)^2 = C(h\nu - E_g) \quad (2)$$

α adalah koefisien absorbansi (m⁻¹), h adalah konstanta planck, ν adalah frekuensi gelombang (Hz), C adalah konstanta, dan E_g adalah energi *gap* (eV).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Lapisan Bismuth Ferrite (BiFeO₃) dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur mikro dari lapisan. Struktur mikro lapisan BiFeO₃ yang dihitung adalah ukuran kristal, tingkat kekristalan dan parameter kisi. Hasil karakterisasi menggunakan XRD berupa pola difraksi hubungan antara sudut difraksi (2θ) dengan intensitas.



Gambar 1. Pola difraksi lapisan BiFeO₃ variasi suhu *annealing*

Gambar 1 adalah pola difraksi lapisan BiFeO₃ dengan variasi suhu *annealing*. Terlihat bahwa BiFeO₃ di atas substrat quartz. Hal ini ditandai dengan munculnya puncak-puncak difraksi teridentifikasi milik BiFeO₃ setelah dicocokkan dengan ICDD database (ICDD #742016). Tabel 1 adalah intensitas, tingkat kekristalan dan ukuran kristal lapisan BiFeO₃ untuk variasi suhu *annealing*. Terlihat bahwa semakin tinggi suhu *annealing* maka intensitas, tingkat kristal dan ukuran kristal lapisan BiFeO₃ juga semakin tinggi. Hal ini disebabkan karena makin tinggi suhu maka makin banyak atom-atom yang bervibrasi sehingga atom-atom menjadi teratur.

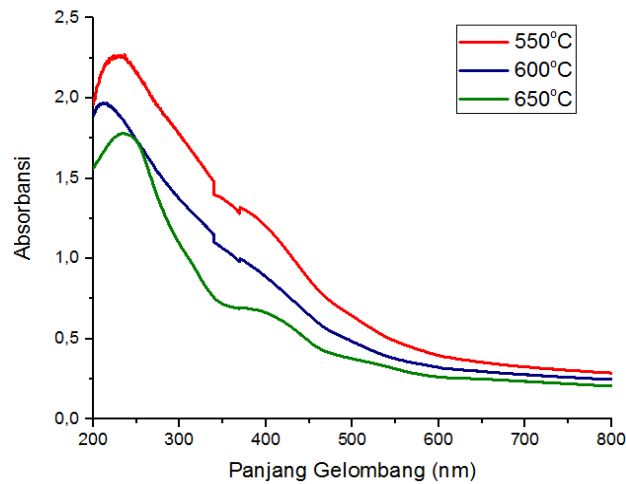
Tabel 1. Intensitas, tingkat kekristalan dan ukuran kristal lapisan BiFeO₃ variasi suhu *annealing*

Suhu <i>Annealing</i>	Intensitas orientasi (110)	Tingkat kekristalan (%)	Ukuran Kristal (nm)
550°C	2212	76	14
600°C	2922	86	29
650°C	3057	88	33

Ketebalan lapisan BiFeO₃ diukur menggunakan Dektak Profilometer yang dapat dilihat pada Tabel 2. Berdasarkan Tabel 2 terlihat bahwa semakin tinggi suhu *annealing* ketebalan lapisan semakin rendah.

Tabel 2. Ketebalan Lapisan BiFeO₃ variasi suhu *annealing*

Suhu <i>Annealing</i>	Ketebalan (nm)
550°C	268
600°C	151
650°C	82



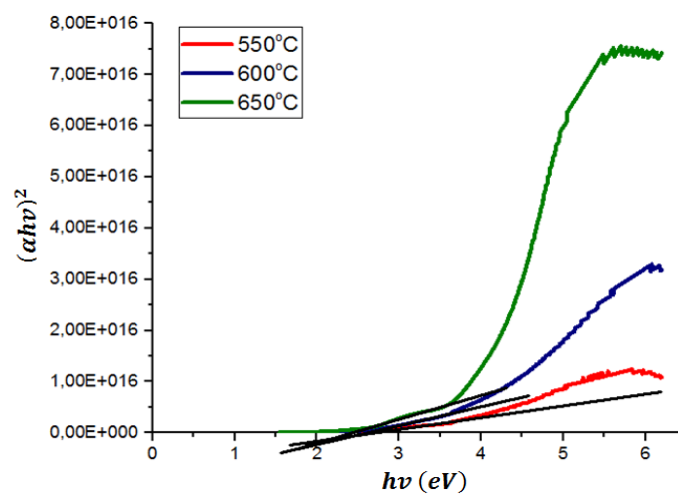
Gambar 2. Grafik hubungan antara panjang gelombang dan absorbansi variasi suhu *annealing*

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis dilakukan untuk mengetahui sifat optik lapisan BiFeO₃. Hasil karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis berupa data absorbansi dan transmitansi. Nilai absorbansi menunjukkan besarnya serapan lapisan BiFeO₃ dan nilai transmitansi digunakan dalam perhitungan nilai *band gap*. Hasil absorbansi ditunjukkan pada Gambar 2.

Berdasarkan Gambar 2, terlihat bahwa peningkatan suhu *annealing* menyebabkan puncak absorbansi mengalami penurunan. Puncak absorbansi tertinggi yaitu pada saat suhu *annealing* 550°C. Puncak absorbansi terdapat pada daerah UV yaitu range panjang gelombang (200-400) nm.

Tabel 3. Energi *gap* lapisan BiFeO₃ variasi suhu *annealing*

Suhu <i>Annealing</i>	Energi <i>Gap</i> (eV)
550°C	(2,80 ± 0,04)
600°C	(2,68 ± 0,03)
650°C	(2,45 ± 0,02)



Gambar 3. Energi *gap* BiFeO₃ variasi suhu *annealing*

Sifat optik lapisan BiFeO₃ tidak hanya terlihat dari nilai absorbansi, tetapi juga terlihat dari nilai energi gap-nya. Nilai energi gap dihitung menggunakan Persamaan 2. Hasil perhitungan energi gap seperti yang terlihat pada Gambar 3. Grafik energi gap merupakan grafik hubungan $(ah\nu)^2$ terhadap $h\nu$. Besarnya energi gap diperoleh dari perpanjangan garis lurus dari grafik yang terbentuk sehingga memotong sumbu x. Dari Tabel 3 dan Gambar 3 terlihat bahwa besarnya energi gap dipengaruhi oleh suhu *annealing*. Energi gap paling rendah terdapat pada suhu *annealing* 650°C yaitu sebesar $(2,45 \pm 0,02)$ eV. Hal ini sesuai dengan penelitian Xu and Shen (2008) yaitu energi gap yang lebih rendah disebabkan karena peningkatan tingkat kristalinitas dan homogenitas dari lapisan BiFeO₃^[5].

KESIMPULAN

Lapisan BiFeO₃ telah terdoposisi di atas substrat quartz. Suhu *annealing* mempengaruhi struktur mikro yaitu ukuran kristal, tingkat kekristalan, parameter kisi serta mempengaruhi sifat optik yaitu absorbansi dan energi gap lapisan BiFeO₃. Semakin tinggi suhu *annealing* maka ukuran kristal, tingkat kekristalan, dan parameter kisi meningkat. Puncak absorbansi mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya suhu *annealing*. Suhu *annealing* mempengaruhi energi gap lapisan BiFeO₃. Energi gap paling rendah yaitu pada suhu *annealing* 650°C sebesar $(2,45 \pm 0,02)$ eV.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih Universitas Sebelas Maret melalui penelitian skema Hibah Penelitian Unggulan UNS Dana PNBPN Tahun Anggaran 2019, dengan nomor kontrak : 516/UN27.21/PP/2019

DAFTAR PUSTAKA

- 1 Wang, Y., Chen, W., Wang, B., & Zheng, Y. 2014. Ultrathin Ferroelectric Films : Growth Characterization, Physics, and Applications. *Materials*, 7, 6377-6485.
- 2 Xue, X., Tan, G., Liu, W., & Hao, H. 2014. Structural, optical and magnetic properties of BiFe_{1-x}CoxO₃ thin films. *Materials Letters*, 128, 303-305.
- 3 Tang, X., Jin, L., Dai, J., Zhu, X., & Sun, Y. 2016. Decreased oxygen vacancies and improved ferroelectric properties of the BiFeO₃ thin films with high magnetic field annealing. *Journal of Alloy and Compound*, 30, 1-6.
- 4 Sharma, S., Tomar, M., Kumar, A., Puri, N. K., & Gupta, V. 2016. Photovoltaic effect in BiFeO₃/BaTiO₃ multilayer structure fabricated by chemical solution deposition technique. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 93, 63-67.
- 5 Xu, Y. & Shen, M. 2008. Structure and optical properties of nanocrystalline BiFeO₃ films prepared by Chemical Solution Deposition. *Materials Letters*, 62, 3600-3602.
- 6 Shima, H., Naganuma, H., & Okamura, S. 2013. Optical properties of multiferroic BiFeO₃ films. *Material Science - Advance Topics*, ISBN : 978-953-51-1140-5, Publisher : InTech.
- 7 Hidayat, A. S., Rokhmat, M., & Qurthobi, A. 2014. Pengaruh Suhu Dan Kecepatan Putar Spin Coating Terhadap Kinerja Sel Surya Organik Berbahan Dasar Tio₂. *Jurnal Eprac*, (1), 1-14.
- 8 Shirahata, Y. & Oku, T. 2016. Characterization and Photovoltaic Properties of BiFeO₃ Thin Films. *Coatings*, 6, 68.
- 9 Bao, D., Yang, H., Zhang, L., & Yao, X. 1998. Structure and Optical Properties of SrTiO₃ Thin Films Prepared by a Sol-Gel Technique. *Phys. Stat. sol.*, 169, 227-233.