**Pengaruh Suhu *Annealing* terhadap Struktur Mikro dan Sifat Optik Lapisan *Bismuth Ferrite* (BiFeO3)**

**Yofentina Iriani\*, Novinda Hary Megasari, dan Fahru Nurosyid**

1 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 (BiFeO3) layers. BiFeO3 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 550oC, 600oC, and 650oC. 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 650oC annealing temperature which is (2,45 ± 0,02) eV.

Keywords : BiFeO3, annealing, microstructure, optical properties, CSD.

**ABSTRAK**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu *annealing* terhadap struktur mikro dan sifat optik lapisan *Bismuth Ferrite* (BiFeO3). Lapisan BiFeO3 telah berhasil berhasil terdeposisi 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 550oC, 600oC, dan 650oC. 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* 650ºC sebesar (2,45 ± 0,02) eV.

Kata Kunci : BiFeO3, *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 (TC)* yaitu perubahan fase dari fase ferroelektrik menjadi fase paraelektrik[1]. BiFeO3 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 BiFeO3 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 BiFeO3 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 *aceticacid* 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 550ºC, 600ºC, dan 650ºC 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 (2Ɵ) dan intensitas. Data hasil XRD kemudian digunakan untuk menghitung ukuran kristal (*D*) menggunakan persamaan Scherrer sebagai berikut[8] :

$D=\frac{0,9 λ}{β\cos(θ)}$ (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 *Ө* 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 $(αhυ)^{2}$ terhadap $hυ$ hingga memotong sumbu x. Persamaan *Tauc–Plot* dapat ditulis sebagai berikut[9] :

$(αhυ)^{2}=C(hυ-E\_{g})$ (2)

α adalah koefisien absorbansi (m-1), $h $adalah konstanta planck, $υ$ 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 (2$θ$) 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 keristalan 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 *Annealing* | Intensitas orientasi (110) | Tingkat kekristalan (%) | Ukuran Kristal (nm) |
| 550oC | 2212 | 76 | 14 |
| 600oC | 2922 | 86 | 29 |
| 650oC | 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 *Annealing*  | Ketebalan (nm) |
| 550oC | 268 |
| 600oC | 151 |
| 650oC | 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* 550ºC. Puncak absorbansi terdapat pada daerah UV yaitu range panjang gelombang (200-400) nm.

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

|  |  |
| --- | --- |
| Suhu *Annealing* | Energi *Gap* (eV) |
| 550oC | (2,80 ± 0,04) |
| 600oC | (2,68 ± 0,03) |
| 650oC | (2,45 ± 0,02) |

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 *(αhʋ)2* terhadap *hʋ.* 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* 650oC yaitu sebesar (2,45 ± 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].



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

**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* 650ºC sebesar (2,45 ± 0,02) eV.

**UCAPAN TERIMAKASIH**

Penulis mengucapkan terimakasih Universitas Sebelas Maret melalui penelitian skema Penelitian Unggulan Terapan dana PNBP 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 BiFe1-xCoxO3 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 chamical 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.