

**STUDI PENGARUH KETEBALAN LAPISAN TIPIS
TERHADAP STRUKTUR KRISTAL *LEAD ZIRCONATE
TITANATE (PZT)* YANG DIDEPOSISI DENGAN
METODE *SPIN COATING***

SKRIPSI

oleh :
MUHLIS
0710930041-93



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**STUDI PENGARUH KETEBALAN LAPISAN TIPIS
TERHADAP STRUKTUR KRISTAL *LEAD ZIRCONATE
TITANATE (PZT)* YANG DIDEPOSISI DENGAN
METODE *SPIN COATING***

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang fisika

oleh :
MUHLIS
0710930041-93



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**STUDI PENGARUH KETEBALAN LAPISAN TIPIS
TERHADAP STRUKTUR KRISTAL *LEAD ZIRCONATE
TITANATE (PZT)* YANG DIDEPOSISI DENGAN
METODE *SPIN COATING***

oleh :
MUHLIS
0710930041-93

Setelah dipertahankan di depan Majelis penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang fisika

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Eng. Masruroh, M.Si
NIP. 19751231 2002 12 2 002

Dra. S. J. Iswarin, M.Si., Apt.
NIP. 19510728 1984 03 2 001

Mengetahui,
Ketua Jurusan Fisika
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Drs. Adi Susilo, Ph.D
NIP. 19631227 1991 03 1 002

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Muhlis
NIM : 0710930041
Jurusan : Fisika
Penulis Skripsi Berjudul : Studi Pengaruh Ketebalan Lapisan Tipis Terhadap Struktur Kristal *Lead Zirconate Titanate (PZT)* yang Dideposisi dengan Metode *Spin Coating*

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi ini adalah benar-benar karya saya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub dalam Isi dan Daftar Pustaka dari skripsi ini.
2. Apabila kemudian hari diketahui bahwa isi Skripsi saya merupakan hasil plagiat, maka saya bersedia menanggung akibat hukum dari keadaan tersebut.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,
Yang menyatakan,

Muhlis
NIM. 0710930041

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



STUDI PENGARUH KETEBALAN LAPISAN TIPIS TERHADAP STRUKTUR KRISTAL *LEAD ZIRCONATE TITANATE (PZT)* YANG DIDEPOSISI DENGAN METODE *SPIN COATING*

ABSTRAK

Telah dilakukan studi pengaruh ketebalan lapisan tipis pada struktur kristal PZT. Lapisan tipis PZT dibuat dengan teknik *sol-gel* serta ditumbuhkan di atas substrat silikon dengan metode penumbuhan *spin coating*. Penggunaan teknik *sol-gel* dan metode *spin coating* diharapkan mampu menghasilkan lapisan tipis yang tingkat homogenitasnya tinggi. Struktur lapisan tipis dipelajari dengan menggunakan XRD dan SEM. Hasil XRD menunjukkan bahwa lapisan perovskit PZT dengan orientasi bidang kristal (100), (101), (111), (200), (102), (112) dan (022) mengindikasikan kristal dalam bentuk polikristal. Orientasi bidang kristal yang dihasilkan mengalami peningkatan intensitas yang sebanding dengan bertambahnya ketebalan ataupun jumlah volume larutan yang diberikan. Peningkatan ketebalan juga berpengaruh terhadap peningkatan ukuran *grain* yang dihasilkan terutama ukuran *grain* pada bidang kristal (100) dan (101).

Kata kunci: Lapisan Tipis PZT, Teknik *Sol-Gel*, Metode *Spin Coating*, Ketebalan Lapisan Tipis.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**A STUDY OF THE EFFECT ON THE FILM THICKNESS TO
THE CRYSTAL STRUCTURE OF LEAD ZIRCONATE
TITANATE (PZT) THIN FILM PREPARED
BY SPIN COATING METHOD**

ABSTRACT

A study of the effect on the film thickness to the crystal structure of PZT films have been investigated. Thin films were prepared using a sol-gel technique and spin coating method onto silicon substrate. The use of sol-gel technique and spin coating method were expected to produce a thin film with a high level of homogeneity. The film structure was observed by using XRD and SEM. The results showed that the XRD pattern shows the formation of the perovskite phase in the PZT film. The films included a mixture of PZT (100), (101), (111), (200), (102), (112) and (022) indicative of being polycrystalline. Moreover, the orientation of the film crystal planes were increased by the increase of the film thickness or the amount volume of solution. In addition, the increasing of film thickness also influence the increase of the grain size of preferential orientation on planes (100) and (101).

Keywords: Thin Film PZT, Sol-Gel Technique, Spin Coating Method, Thickness of Thin Film.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunianya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "Studi Pengaruh Ketebalan Lapisan Tipis terhadap Struktur Kristal *Lead Zirconate Titanate* (PZT) yang Dideposisi dengan Metode *Spin Coating*".

Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat bagi penulis untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains di bidang Fisika yang berdasarkan dari hasil penelitian yang telah dilakukan. Secara garis besar dalam tulisan ini dijelaskan tentang bagaimana membuat suatu lapisan tipis PZT dengan tehnik *Sol-Gel* dan dengan metode penumbuhan *Spin Coating* sehingga menghasilkan lapisan tipis dengan tingkat homogenitas yang tinggi serta biaya pembuatan yang relatif murah.

Ucapan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu penulis baik secara langsung maupun tidak langsung sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Secara khusus, penulis ingin mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Keluarga tercinta terutama kedua orang tua yang telah mendukung baik secara moral, materil maupun do'a yang telah diberikan.
2. Ibu Masruroh selaku pembimbing I serta sebagai Pembimbing Akademik yang telah membimbing dan mendampingi dalam penyelesaian skripsi ini.
3. Ibu Iswarin selaku pembimbing II yang juga telah membimbing dan mendampingi dalam penyelesaian skripsi ini.
4. Bapak Rahmat Triandi yang senantiasa membimbing dan mendampingi dalam pembuatan material selama penelitian.
5. Bapak Adi Susilo selaku ketua Jurusan Fisika.
6. Bapak/Ibu Dosen, Staff Pengajar, Laboran, dan juga Karyawan jurusan Fisika.
7. Teman-teman angkatan 2007 yang selalu mendukung agar terselesaikannya skripsi ini.
8. Teman seperjuangan ataupun rekan se-tim dalam penelitian ini, saudara Imam Fathoni, yang telah berjuang baik suka maupun duka mendukung peneliti agar bersama-sama dapat menyelesaikan penelitian atau skripsi ini seperti yang diharapkan.

9. Seluruh pihak terkait yang belum disebutkan, terimakasih atas segala bentuk dukungan yang telah diberikan kepada penulis.

Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada pihak Universitas Brawijaya melalui DIPA-UB PHK-I 2011 yang telah membiayai penelitian ini.

Tulisan ini diharapkan dapat mencapai kesempurnaan sebagaimana mestinya. Akan tetapi, kesempurnaan itu tidak tercapai tanpa adanya kekurangan ataupun kesalahan yang terdapat dalam tulisan. Untuk itu, penulis mengharapkan bagi para pembaca agar memberikan kritik dan saran yang dapat membangun agar tulisan ini dapat menjadi lebih baik.

Akhir kata penulis memohon maaf apabila ada kesalahan dan kekurangan dalam skripsi ini. Semoga bermanfaat bagi kita semua.

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI.....	iii
LEMBAR PERNYATAAN.....	v
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	ix
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Material <i>Lead Zirconium Titanium</i> (PZT).....	5
2.2 Tehnik <i>Sol-Gel</i>	7
2.3 Metode <i>Spin Coating</i>	9
2.4 <i>Annealing</i>	11
2.5 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	12
2.6 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	16
BAB III METODE PENELITIAN.....	19
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	19
3.2 Alat dan Bahan.....	19
3.3 Tahapan Penelitian.....	20
3.3.1 Pembuatan larutan PZT dengan tehnik <i>sol-gel</i>	20
3.3.2 Pelapisan larutan PZT pada kristal silikon dengan <i>spin coater</i>	21
3.3.3 Proses <i>annealing</i> dengan <i>furnace</i>	23
3.3.4 Karakterisasi dengan XRD.....	23
3.3.5 Karakterisasi dengan SEM.....	24
3.4 Pengambilan Data.....	25
3.4.1 Data XRD.....	25
3.4.2 Data SEM.....	25

3.5 Analisis Data	26
3.5.1 Analisis data XRD.....	26
3.5.2 Analisis data SEM	28
3.6 Diagram Alir Penelitian	29
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Proses <i>Sol-Gel</i>	33
4.2 Pelapisan dengan Metode <i>Spin Coating</i>	37
4.3 Proses <i>Annealing</i>	38
4.4 Analisis Data XRD	39
4.5 Analisis Data SEM	43
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	47
5.1 Kesimpulan.....	47
5.2 Saran.....	47
DAFTAR PUSTAKA.....	49
LAMPIRAN.....	53



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur perovskit kristal PZT	5
Gambar 2.2 Diagram fase PZT (He, 2007).....	6
Gambar 2.3 (a) monokristal dan (b) polikristal	7
Gambar 2.4 Skematik proses <i>sol-gel</i> dalam pembuatan nanomaterial	9
Gambar 2.5 Tahapan dalam proses <i>spin coating</i>	10
Gambar 2.6 Tabung sinar-x	12
Gambar 2.7 Sinar-x yang datang dan terpantul membentuk sudut θ yang simetris terhadap garis normal bidang kristal.....	14
Gambar 2.8 Puncak difraksi yang dihasilkan pada sudut Bragg θ ...	14
Gambar 2.9 Ilustrasi sistem <i>scanning</i> citra dalam SEM	17
Gambar 2.10 Penumbukan elektron pada sampel.....	18
Gambar 3.1 Proses refluks dalam pembuatan <i>sol-gel</i>	21
Gambar 3.2 Proses pencucian silikon dengan menggunakan <i>sonicator</i>	21
Gambar 3.3 Proses pembuatan lapisan tipis dengan metode <i>spin</i> <i>coating</i>	22
Gambar 3.4 Proses <i>annealing</i> dengan <i>furnace</i>	23
Gambar 3.5 Karakterisasi kristal dengan XRD.....	24
Gambar 3.6 Pengambilan gambar dengan SEM	24
Gambar 3.7 Grafik korelasi antara intensitas dan sudut 2θ untuk menentukan pola difraksi kristal	25
Gambar 3.8 Pengambilan data ketebalan dengan menggunakan SEM	26
Gambar 3.9 Pembuatan larutan PZT dengan tehnik <i>sol-gel</i>	29
Gambar 3.10 Preparasi substrat silikon dan <i>spin coater</i>	30
Gambar 3.11 Pembuatan lapisan tipis PZT dengan metode <i>spin</i> <i>coating</i>	31
Gambar 3.12 Proses karakterisasi dengan XRD dan SEM	32
Gambar 4.1 Larutan PZT dalam fase <i>wet gel</i>	33
Gambar 4.2 Fase padatan (<i>xerogel</i>) setelah proses pengeringan atau pembuangan cairan <i>volatile</i>	34
Gambar 4.3 Persamaan reaksi hidrolisis dari prekursor (a) timbal (II) asetat, (b) zirkonium (IV) propoksida, dan (c) titanium (IV) propoksida	35
Gambar 4.4 Persamaan reaksi (a) oksolasi dan (b) alkoksolasi logam timbal	35

Gambar 4.5 Persamaan reaksi (a) oksolasi dan (b) alkoksolasi logam zirkonium	36
Gambar 4.6 Persamaan reaksi (a) oksolasi dan (b) alkoksolasi logam titanium.....	36
Gambar 4.7 Persamaan reaksi oksolasi untuk logam yang berbeda (a) timbal zirkonium dan (b) timbal titanium.....	37
Gambar 4.8 Larutan PZT yang mendekati fase <i>dry gel</i>	38
Gambar 4.9 Larutan PZT fase <i>dry gel</i> setelah dilapisi di atas substrat silikon dengan menggunakan <i>spin coater</i>	38
Gambar 4.10 Lapisan tipis PZT di atas substrat silikon dengan volume larutan (a) 100 μL , (b) 200 μL , dan (c) 300 μL .	39
Gambar 4.11 Grafik XRD lapisan tipis PZT dengan volume larutan 100, 200 dan 300 μL	40
Gambar 4.12 Grafik perbandingan antara volume larutan PZT terhadap ukuran <i>grain</i> untuk tiap-tiap orientasi bidang kristal	43
Gambar 4.13 Grafik perbandingan antara volume larutan PZT terhadap ketebalan rata-rata lapisan	44
Gambar 4.14 Grafik Perbandingan antara ketebalan rata-rata lapisan terhadap ukuran <i>grain</i> kristal	46

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 3.1 Tabel data XRD.....	25
Tabel 3.2 Data untuk menentukan bidang kristal PZT sebagai bahan uji berdasarkan <i>Joint Committe on Powder Diffraction Standart (JCPDS) Data No. 41-1111</i>	26
Tabel 3.3 Data untuk menentukan bidang kristal silikon (Si) sebagai substrat berdasarkan <i>Joint Committe on Powder Diffraction Standart (JCPDS) Data No. 27-1402</i>	28
Tabel 4.1 Nilai FWHM dan ukuran <i>grain</i> dari masing-masing orientasi bidang kristal.....	42
Tabel 4.2 Distribusi data ketebalan untuk tiap lapisan tipis PZT dengan volume larutan 100, 200 dan 300 μL	44
Tabel 4.3 Perbandingan antara ketebalan rata-rata lapisan terhadap ukuran <i>grain</i> kristal untuk masing-masing orientasi bidang kristal	45



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran 1 Data hasil uji XRD.....	53
Lampiran 2 Data hasil uji SEM.....	64
Lampiran 3 Gambar alat dan bahan.....	67
Lampiran 4 Manual operasi <i>spin coater</i> VTC-100.....	69

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

PZT (*Lead Zirconium Titanium*) merupakan suatu material keramik yang memiliki sifat piezoelektrik. Sifat piezoelektrik dari PZT umumnya dapat dimanfaatkan dalam pembuatan sensor maupun aktuator. Sensor yang dapat dibuat dengan keramik PZT berupa sensor tekanan yang biasa dikenal sebagai *micro electro-mechanical systems* (MEMS). Prinsip kerja material piezoelektrik yaitu apabila terjadi perubahan bentuk (deformasi) ketika material diberikan tekanan maka akan menghasilkan pergerakan muatan listrik (efek piezoelektrik). Efek piezoelektrik yang muncul merupakan fungsi turunan dari ketebalan keramik PZT (Shin, 2006). Material PZT pada dasarnya mempunyai karakteristik *noise* dan temperatur operasi yang rendah serta memiliki sensitifitas yang tinggi (Anonymous, 2012). Sampai saat ini PZT sudah diaplikasikan pada beberapa devais elektronika seperti resonator keramik, sensor inframerah, transduser USG, pengatur cahaya dan modulator pada kamera, *non-volatile* memori FET, kapasitor *multi-layer*, dan lain sebagainya (Pandey, 2005).

Hingga saat ini penelitian PZT telah banyak dilakukan oleh beberapa peneliti dengan berbagai macam tehnik antara lain: *hydrothermal powder* (Zhong-Cheng Qiu, 2009), *metal organic chemical vapor deposition* (MOCVD) (Masrurroh, 2011, 2012), *pulse laser ablation deposition* (PLAD) (Lappalainen, 1998), *solution gelation (Sol-Gel)* (Yi-Chu Hsu, 2006), dan *DC unbalanced magnetron sputtering* (Azizahwati, 2002). Tehnik yang paling sederhana dan mudah dari beberapa tehnik tersebut yaitu tehnik *sol-gel*. *Sol-gel* merupakan salah satu tehnik dalam pembuatan lapisan tipis yang melibatkan proses kimia berupa reaksi hidrolisis dan kondensasi. Biaya pembuatan lapisan tipis dengan tehnik *sol-gel* relatif murah, akan tetapi dalam pengadaan bahannya dibutuhkan biaya yang cukup mahal (Sutanto, 2008). Keuntungan lain dari tehnik *sol-gel* yaitu dapat menghasilkan material dengan tingkat homogenitas tinggi dan komposisi material yang bisa dikontrol sesuai keinginan (Bhushan, 2007).

Penumbuhan lapisan tipis dilakukan dengan metode penumbuhan *spin coating*. Metode *spin coating* merupakan metode yang paling mudah dan cepat dalam penumbuhan lapisan tipis. Lapisan tipis yang dihasilkan dengan metode ini memiliki tingkat homogenitas yang cukup tinggi. Ketebalan lapisan yang diinginkan bisa dikontrol berdasarkan waktu dan kecepatan putaran dari alat *spin coater* (Luurtsema, 1997).

Berdasarkan uraian di atas, maka lapisan tipis yang dibuat dengan tehnik *sol-gel* serta dengan metode penumbuhan *spin coating* akan menghasilkan lapisan tipis dengan tingkat homogenitas tinggi dan juga biaya pembuatan yang relatif murah. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis larutan PZT dengan tehnik *sol-gel* dan studi penumbuhan lapisan tipis dengan metode *spin coating* serta analisis pengaruh ketebalan lapisan terhadap kristalisasi.

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan yang dapat diangkat dari penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana membuat larutan PZT dengan menggunakan tehnik *sol-gel*?
2. Bagaimana proses penumbuhan lapisan tipis PZT di atas substrat silikon (Si) dengan metode *spin coating*?
3. Bagaimana pengaruh ketebalan lapisan terhadap intensitas bidang kristal serta ukuran *grain* yang dihasilkan?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian yang dilakukan agar tidak meluas dan sesuai dengan tujuan yang diharapkan yaitu:

1. Larutan PZT disintesis dari unsur logam alkoksida melalui proses *sol-gel*.
2. Metode penumbuhan lapisan tipis PZT menggunakan metode *spin coating* yang ditumbuhkan di atas substrat silikon dengan kecepatan 3000 rpm dalam waktu 60 sekon.
3. Proses *annealing* dilakukan dalam jangka waktu selama 2 jam dan temperatur pemanasan sebesar 600°C.
4. Karakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk serta pengaruhnya terhadap ketebalan.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan yang diharapkan dari penelitian ini yaitu:

1. Membuat lapisan tipis PZT dengan tehnik *sol-gel* diharapkan dapat menghasilkan lapisan yang memiliki tingkat homogenitas tinggi.
2. Mempelajari proses penumbuhan lapisan tipis PZT dengan metode *spin coating*.
3. Mengetahui orientasi bidang kristal PZT yang dihasilkan dan pengaruhnya terhadap ketebalan lapisan.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat agar:

1. Dapat memahami proses terbentuknya kristal dalam suatu zat padat (lapisan tipis PZT) dengan tehnik *sol-gel* yang ditumbuhkan di atas kristal silikon melalui metode penumbuhan *spin coating* dan juga beberapa tahapan karakterisasi yang digunakan.
2. Dapat memberikan solusi untuk pembuatan lapisan tipis dengan metode yang lebih sederhana dan efektif serta biaya yang relatif murah.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

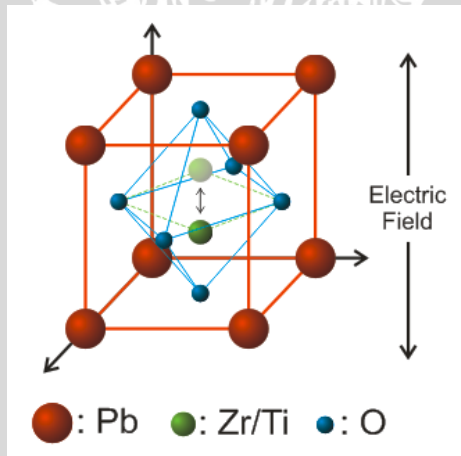


BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Material *Lead Zirconium Titanium* (PZT)

PZT merupakan salah satu material keramik dengan struktur perovskit yang dapat menentukan sifat piezoelektrik dari material tersebut. Material yang memiliki sifat piezoelektrik umumnya mampu mengubah tekanan yang diberikan menjadi sinyal listrik (efek piezoelektrik langsung). Medan listrik yang diberikan di sekitar permukaan material mengakibatkan perubahan dimensi material (efek piezoelektrik berbalikan). Keramik PZT memiliki tingkat akurasi dan linearitas yang tinggi, serta respon yang cepat (Shin, 2006).

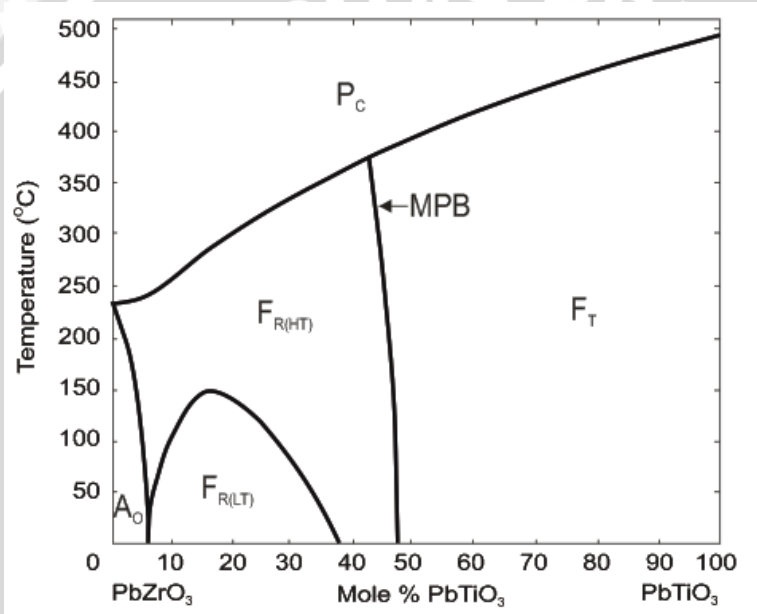
PZT mempunyai struktur perovskit dengan rumus kimia $\text{Pb}(\text{Zr}_x/\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$. Sisi sudut *unit cell* perovskit PZT ditempati oleh timbal (Pb^{2+}), pusat permukaan bidang diisi oleh oksigen (O^{2-}), dan zirkonium (Zr^{4+})/titanium (Ti^{4+}) menempati pusat *unit cell* yang dapat terpolarisasi akibat pengaruh medan listrik eksternal (lihat gambar 2.1).



Gambar 2.1 Struktur perovskit kristal PZT
(Giurgiutiu, 2008)

PZT mempunyai 6 fase struktural antara lain fase *orthorhombic* (A_0) antiferroelektrik dengan komposisi PbZrO_3 untuk mol PbTiO_3 kurang dari 6%, fase *rhombohedral (triclinic)* ferroelektrik

temperatur rendah ($F_{R(LT)}$), fase *rombohedral* ferroelektrik temperatur tinggi ($F_{R(HT)}$) yang lebih banyak mengandung *alloy* Zr, *morphotropic phase boundary* (MPB) dengan perbandingan komposisi Zr/Ti sebesar 53/47, fase *tetragonal* ferroelektrik (F_T) yang kaya akan *alloy* Ti, dan fase *cubic* paraelektrik (P_C) untuk semua komposisi pada temperatur tinggi. Keseluruhan fase struktur PZT dengan perbandingan jumlah atom Zr/Ti ditunjukkan oleh gambar 2.2.

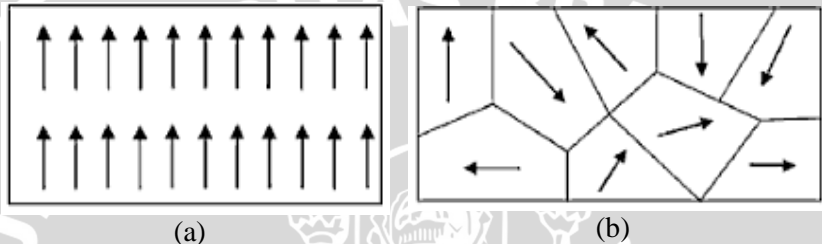


Gambar 2.2 Diagram fase PZT (He, 2007)

Batas fase MPB memiliki keunikan tersendiri dan biasanya menghasilkan koefisien piezoelektrik yang cukup besar. Diagram fase PZT menunjukkan adanya peningkatan temperatur Curie yang sebanding dengan peningkatan konsentrasi Ti di dalam struktur. Pada beberapa aplikasi PZT, dibutuhkan temperatur Curie yang tinggi karena dapat menghasilkan rentang pengoperasian alat yang cukup luas dan kestabilan data yang lebih baik (Wang, 2007).

Efek piezoelektrik terbentuk di dalam kristal yang mempunyai pusat yang tidak simetri. Peristiwa ketidaksimetrian pusat kristal dapat dijelaskan dengan mengamati sebuah molekul yang membentuk struktur kristal. Tiap molekul mempunyai polarisasi, di

satu sisi mempunyai muatan yang lebih negatif dan di sisi lain mempunyai muatan yang lebih positif yang dikenal sebagai dipol. Fenomena tersebut dapat menentukan arah molekul yang terbentuk. Sumbu polar adalah garis imajiner yang dilewati antar kedua muatan pada molekul. Monokristal mempunyai satu arah sumbu polar saja (simetri), sedangkan polikristal mempunyai arah yang berbeda-beda di dalam material (tidak simetri). Perbedaan antara monokristal dan polikristal dapat diilustrasikan pada gambar di bawah ini.



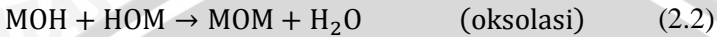
(a) monokristal dan (b) polikristal
(Ajitsaria, 2008)

2.2 Tehnik Sol-Gel

Sol adalah suspensi koloid dari partikel padat di dalam cairan, sedangkan koloid merupakan suspensi yang fase terdispersinya cukup kecil (~1-1000 nm). Gaya gravitasi dari koloid dapat diabaikan dan interaksi atom didominasi oleh gaya antar atom terdekat, seperti gaya Van Der Waals atau gaya antar muatan permukaan. *Gelation* adalah proses penumbuhan melalui kondensasi polimer atau pengelompokkan partikel (Brinker, 1990). Jadi proses *sol-gel* berkaitan dengan perubahan yang terjadi dalam struktur anorganik yang membentuk suspensi koloid (*sol*) dan proses *gelation* dari *sol* membentuk sebuah jaringan dalam fase liquid (cair) yang kontinu (*gel*).

Prekursor (senyawa awal) yang digunakan untuk mensintesis koloid yaitu terdiri dari unsur logam atau metaloid yang dikelilingi oleh ligan-ligan yang reaktif (logam alkoksida). Prekursor diproses untuk membentuk oksida yang dispersif serta dapat bereaksi dengan air maupun larutan yang bersifat asam. Cairan di dalam *sol* dikeluarkan melalui proses hidrolisis dan kondensasi agar terbentuk *gel*, dan transisi *sol* yang menjadi *gel* akan mengontrol ukuran partikel serta struktur *gel* yang terbentuk. Reaksi hidrolisis dan

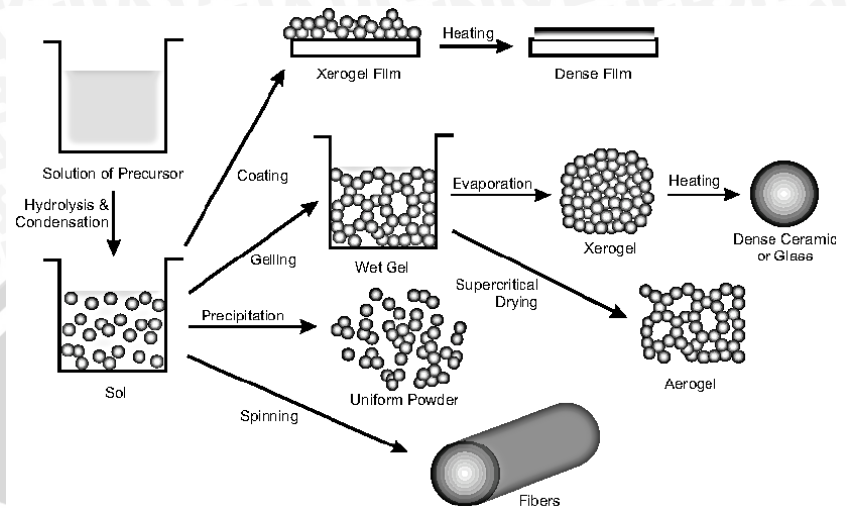
kondensasi (oksolasi dan alkoksolasi) yang terjadi di dalam proses *sol-gel* dapat dituliskan dalam persamaan reaksi sebagai berikut:



Ada beberapa tahapan di dalam proses *sol-gel*. Tahapan-tahapan tersebut menjelaskan bagaimana larutan prekursor membentuk suatu *sol-gel* melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi. Berikut merupakan tahapan dalam proses *sol-gel*:

1. Pembentukan larutan stabil dari beberapa logam alkoksida (*sol*).
2. Reaksi polikondensasi dan poliesterifikasi selama proses *gelation* yang menghasilkan oksida dan alkohol mengakibatkan peningkatan laju viskositas dari larutan.
3. Selama reaksi polikondensasi dan poliesterifikasi terus berlangsung sampai membentuk padatan, terjadi kontraksi struktur *gel* serta pembuangan cairan *volatile* (mudah menguap) melalui pori-pori *gel*.
4. Proses pengeringan *gel* dimana molekul air dan cairan *volatile* lainnya dikeluarkan dari struktur *gel*. Jika diisolasi dengan evaporasi termal maka akan menghasilkan monolit dalam bentuk *xerogel*. Jika pelarut diekstraksi di bawah kondisi superkritis atau mendekati superkritis maka akan menghasilkan *aerogel*.
5. Selama proses pembuangan cairan *volatile* berlangsung, terjadi proses penstabilan *gel*. Proses pembuangan cairan *volatile* dapat dilakukan dengan cara kalsinasi pada suhu sampai 800°C.
6. Dekomposisi dari *gel* pada suhu tinggi ($T > 800^\circ\text{C}$). Pori-pori dari *gel* akan mengalami penyempitan dan unsur organik yang tersisa diuapkan.

(Suneel, 1956)



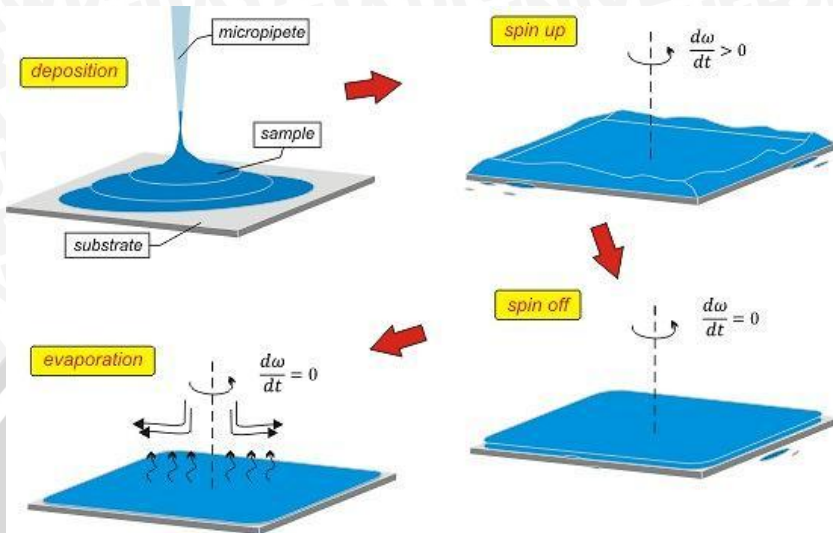
Gambar 2.4 Skematik proses *sol-gel* dalam pembuatan nanomaterial (Niederberger, 2009)

2.3 Metode *Spin Coating*

Metode *spin coating* sudah digunakan beberapa dekade sebelumnya untuk pembuatan lapisan tipis. Metode ini sering digunakan karena dapat menghasilkan lapisan tipis dengan ketebalan yang homogen pada orde mikrometer hingga nanometer. Lapisan tipis yang dihasilkan dapat diterapkan dalam pembuatan rangkaian-rangkaian elektronika (IC), cermin optik, layar televisi berwarna, dan *magnetic disk* untuk penyimpanan data.

Proses *spining* mengandung beberapa parameter antara lain volume larutan, kecepatan putaran akhir (ω), ketebalan lapisan akhir, viskositas larutan, konsentrasi larutan, waktu putar, dan lain sebagainya. Faktor yang paling berpengaruh dalam pembentukan lapisan yaitu viskositas dan kecepatan putaran. Rentang ketebalan lapisan yang dapat diperoleh dengan *spin coating* umumnya berkisar antara 1-200 mikrometer (Sahu, 2009).

Proses *spin coating* meliputi 4 tahapan sesuai yang ditunjukkan oleh gambar 2.5. Tahapan-tahapan tersebut terdiri dari deposisi, *spin up* dan *spin off* serta tahap evaporasi yang menentukan ketebalan akhir dari lapisan tipis.



Gambar 2.5 Tahapan dalam proses *spin coating* (Hellstrom, 2007)

Deposisi mencakup penetasan larutan dalam jumlah yang cukup besar pada substrat. Pada tahapan *spin up*, substrat dan larutan dipercepat hingga mencapai kecepatan putar yang ditentukan. Larutan bergerak menuju tepi substrat akibat pengaruh gaya sentrifugal dan kemudian meninggalkan substrat karena gaya tarik antar molekul lebih rendah dibandingkan gaya sentrifugal.

Tahapan *spin off* menunjukkan adanya kelebihan larutan yang terbuang dari permukaan substrat ketika dirotasi dengan kecepatan 2000-8000 rpm. Ketebalan awal lapisan sebelum adanya evaporasi dapat diperoleh melalui proses ini. Kecepatan tinggi yang diberikan memungkinkan terbentuknya lapisan yang rata diseluruh permukaan substrat. Proses *spin off* dimulai kurang lebih 10 detik tepat setelah berakhirnya proses *spin up*.

Evaporasi merupakan tahapan yang paling berpengaruh dalam menentukan ketebalan akhir lapisan. Proses evaporasi menjadi proses yang kompleks dimana sebagian pelarut terbuang ke atmosfer. Apabila evaporasi terjadi lebih awal maka akan menyebabkan kerusakan pada lapisan.

Variasi kecepatan kurang lebih sebesar 50 rpm mengakibatkan perubahan ketebalan sebesar 10 %. Selama proses pengeringan,

konsistensi dari sampel semakin bertambah sampai gaya radial pada proses *spin* tidak dapat lagi menggerakkan permukaan sampel (membeku) dan menyebabkan ketebalan lapisan tipis menurun secara signifikan (Luurtsema, 1997).

Ketebalan lapisan bisa bervariasi bergantung pada kontrol kecepatan dan waktu putaran yang diberikan, walaupun viskositas juga berpengaruh didalamnya. Perbandingan antara kecepatan putar dan ketebalan yang dihasilkan dapat dituliskan sebagai:

$$t \propto \frac{1}{\sqrt{\omega}} \quad (2.4)$$

dimana t merupakan ketebalan dan ω merupakan kecepatan sudut (Mitzi, 2009).

2.4 *Annealing*

Proses *annealing* merupakan proses pemanasan yang diberikan pada suatu material dengan menaikkan suhunya dalam rentang waktu yang panjang hingga mencapai temperatur kristalisasi lalu menurunkannya secara perlahan hingga suhu pada tungku pemanas mencapai suhu ruang. *Annealing* digunakan untuk mengurangi tekanan, meningkatkan homogenitas *grain* kristal, dan menghasilkan struktur mikro yang spesifik. Ada beberapa tahapan di dalam proses *annealing* antara lain pemilihan temperatur pemanasan yang diinginkan, temperatur pemanasan diatur konstan dalam waktu yang cukup lama, dan pendinginan hingga mencapai suhu ruang. Penentuan waktu pemanasan merupakan parameter yang paling penting. Selama proses pemanasan dan pendinginan berlangsung, terdapat laju perubahan temperatur baik di dalam maupun di luar material keramik yang besarnya bergantung pada ukuran dan geometri material tersebut. Apabila laju perubahan temperatur cukup besar maka tekanan internal dapat menyebabkan kerusakan pada material. *Annealing* membutuhkan waktu yang cukup lama untuk memperoleh reaksi transformasi yang diharapkan (Callister, 2001).

Pemilihan temperatur *annealing* didasarkan pada temperatur kristalisasi yang dibutuhkan oleh material yaitu berkisar antara 1/2-2/3 kali titik leleh dari material tersebut. Proses *annealing* terjadi karena difusi atomik pada suatu material padatan sehingga material yang di-*annealing* akan menuju keadaan setimbang. Pemanasan

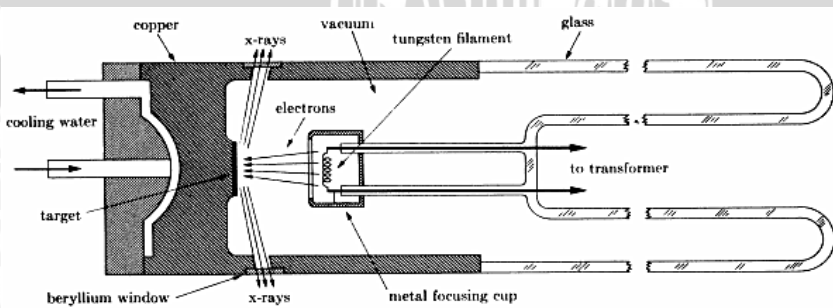
diperlukan untuk menaikkan tingkat difusi dengan cara memberikan energi yang dibutuhkan untuk memutuskan ikatan.

Apabila unsur polimer dipanaskan di atas temperatur kristalisasi dan di bawah titik didih maka terjadi penyusunan kembali atom-atom di dalam polimer tersebut. Proses ini dapat teramati dengan perubahan dimensi ketebalan kristal. Ciri-ciri utama dari proses *annealing* terdiri dari:

1. Ketebalan dari kristal yang *irreversible* (tidak dapat balik).
2. Perubahan ketebalan berada pada rentang temperatur kristalisasi dan tidak melewati temperatur titik didih.
3. Pada temperatur konstan, perubahan ketebalan merupakan fungsi logaritma dari waktu *annealing* (Fava, 1980).

2.5 X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar-x merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang yang berkisar antara 0,01-100 Å. Panjang gelombang sinar-x yang umumnya digunakan dalam XRD sekitar 1 Å yang sebanding dengan jarak antar atom di dalam kristal. Sinar-x dihasilkan dari elektron yang dipercepat dan kemudian mengenai logam target. Beberapa tabung sinar-x memiliki sumber elektron, tegangan tinggi untuk mempercepat elektron, dan logam target. Pada tabung sinar-x terdapat dua elektroda yaitu anoda (logam target) dan katoda yang memiliki potensial negatif yang tinggi biasanya dalam orde 30-50 kV. Logam target berupa logam yang dapat menahan panas tinggi akibat tumbukan elektron yang dipercepat dalam hal ini tembaga (Cu) adalah salah satunya. Sumber elektron (katoda) yang biasa digunakan adalah filamen tungsten.



Gambar 2.6 Tabung sinar-x

Filamen dipanaskan dengan arus dari transformer dan mengemisikan elektron yang kemudian dengan cepat menumbuk logam target akibat tegangan tinggi yang diberikan melalui tabung. Sinar-x yang diemisikan dari logam target bergerak ke segala arah dan ada beberapa yang keluar melalui jendela (beryllium window) tabung seperti yang ditunjukkan oleh gambar 2.6. Sinar-x yang dikeluarkan tersebut merupakan sinar-x monokromatik (Cullity, 1956).

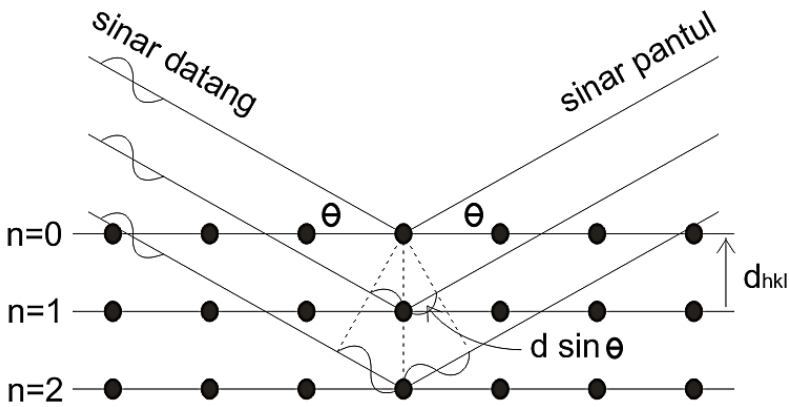
Sinar-x monokromatik yang mengenai sampel akan menghasilkan hamburan sinar-x dengan panjang gelombang yang sama besar. Jenis hamburan ini dikenal sebagai hamburan elastik atau hamburan yang koheren. Hamburan sinar-x dari sampel merupakan fungsi distribusi elektron dari atom-atom penyusun sampel. Intensitas dan distribusi spasial dari bentuk hamburan sinar-x membentuk suatu pola difraksi yang unik yang dapat menjelaskan struktur dari sampel.

Hubungan antara pola difraksi dan struktur material dapat dijelaskan dengan beberapa teori dan persamaan yang salah satu diantaranya adalah hukum Bragg. Hukum ataupun persamaan Bragg merupakan cara paling sederhana yang dapat menjelaskan difraksi sinar-x oleh kristal. Pada gambar 2.7 menunjukkan sinar-x yang mengenai bidang kristal dengan sudut datang θ dan sudut pantul θ . Puncak difraksi yang dihasilkan memenuhi persamaan:

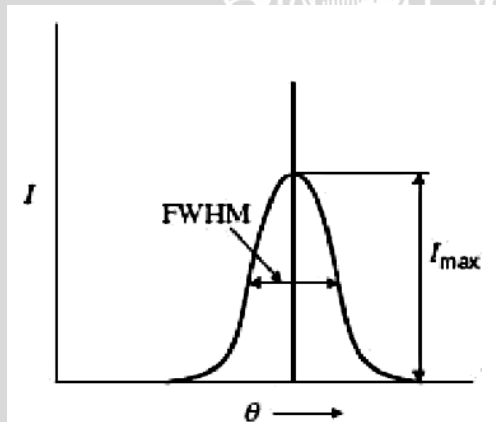
$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.5)$$

dimana λ merupakan panjang gelombang sinar-x, d merupakan jarak antar tiap bidang kristal yang berdekatan, θ merupakan sudut Bragg pada puncak difraksi tertentu, dan n merupakan bilangan bulat yang menyatakan orde pantulan. Orde pantulan pertama ($n=1$) terletak pada tingkat energi terendah, dan orde pantulan kedua maupun ketiga memiliki energi yang harmonik dengan energi sebesar dua atau tiga kali dari tingkat energi terendah.

Puncak difraksi yang dihasilkan merupakan hubungan antara intensitas dengan sudut 2θ . Pada kristal sempurna dengan instrumen yang lebih baik, puncak difraksi yang dihasilkan berupa fungsi delta yang ditandai dengan garis vertikal pada gambar 2.8.



Gambar 2.7 Sinar-x yang datang dan terpantul membentuk sudut θ yang simetris terhadap garis normal bidang kristal



Gambar 2.8 Puncak difraksi yang dihasilkan pada sudut Bragg θ

Perluasan puncak difraksi dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti:

1. Ketidaksempurnaan kristal yang meliputi tekanan dan struktur *grain* (bulir kristal).
2. Kondisi lingkungan yang mencakup vibrasi termal atom.
3. Kondisi instrumen yang meliputi ukuran sinar, divergensi sinar, distribusi spektrum sinar, dan resolusi detektor.

(He, 2009)

Hukum Bragg dimanfaatkan pada kondisi puncak difraksi yang runcing dari sebuah kristal tak berhingga dengan struktur *unit cell* 3D

yang sangat teratur. Biasanya puncak difraksi mempunyai batasan yang merupakan koreksi dari parameter Bragg yang digunakan. Koreksi tersebut bisa dipengaruhi oleh faktor divergensi, sumber polikromatik, ataupun cacat kristal. Pengukuran secara kuantitatif diperlukan untuk menentukan deviasi dari persamaan Bragg dalam sebuah kristal yang mempunyai arah spasial yang tidak berhingga. Ada 3 jenis deviasi yang dimungkinkan yaitu ukuran *grain* kristal (persamaan Scherrer), distorsi jenis pertama yang diartikan sebagai pergerakan atom secara acak di dalam kisi kristal serta distorsi jenis kedua yang menyangkut gangguan dalam struktur kristal pada rentang yang cukup besar. Ukuran dari *grain* kristal dapat dituliskan dalam persamaan Scherrer:

$$\bar{D} = \frac{57,3 k \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.6)$$

dimana \bar{D} = ukuran rata-rata *grain*, k = faktor bentuk, λ = panjang gelombang, β = *full-widht at half maximum*, dan θ = sudut Bragg. Faktor 57,3 menyatakan konversi sudut β dari derajat menjadi radian.

Persamaan Scherrer digunakan untuk mengetahui ukuran *grain* kristal yang terbentuk dari lapisan tipis. Jika perubahan sudutnya cukup kecil maka jarak spasial yang dihasilkan besar. Persamaan scherrer diperoleh dari turunan persamaan Bragg dimana:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

jika kedua sisi masing-masing dikalikan dengan bilangan bulat dan jika hanya $n = 1$ maka:

$$m \lambda = 2 m d \sin \theta$$

$$m \lambda = 2 t \sin \theta$$

dimana t merupakan ketebalan dari kristal. Penurunan kedua sisi dari persamaan di atas dengan $m \lambda$ bernilai konstan menghasilkan:

$$0 = 2 \Delta t \sin \theta + 2 t \cos \theta \Delta \theta$$

nilai $\Delta \theta$ bisa positif maupun negatif. Apabila nilai tersebut dimutlakkan maka persamaannya menjadi:

$$t = \frac{\Delta t \sin \theta}{\cos \theta \Delta \theta}$$

selama peningkatan nilai Δt cukup kecil maka $\Delta t = d$, dan jika $d \sin\theta$ disubstitusikan dengan $\lambda/2$ sehingga menghasilkan:

$$t = \frac{\lambda}{2 \cos \theta \Delta \theta}$$

apabila $2 \Delta \theta$ disubstitusikan dengan β sebagai pelebaran sudut Bragg maka:

$$t = \frac{\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.7)$$

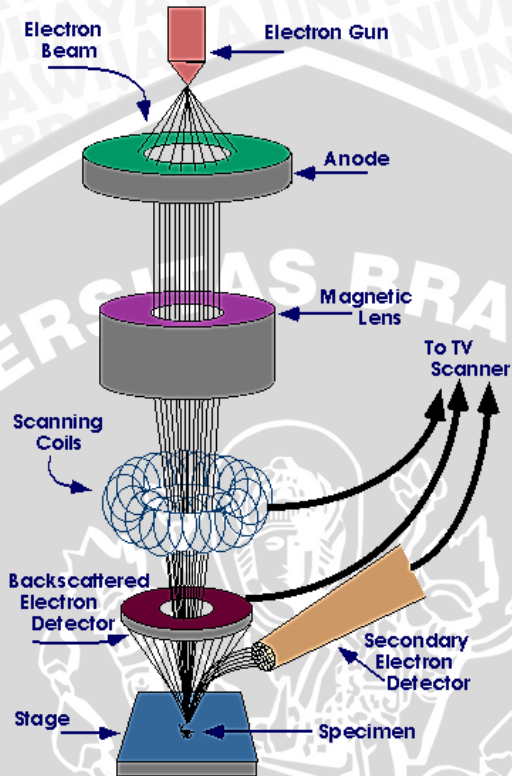
persamaan tersebut merupakan persamaan Scherrer secara umum tanpa memperhitungkan faktor bentuk. Jika fungsi Gaussian digunakan untuk mendeskripsikan puncak difraksi dengan faktor 0,9 maka persamaan Scherrer menjadi (Ciupina, 2007):

$$t = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.8)$$

2.6 Scanning Electron Microscope (SEM)

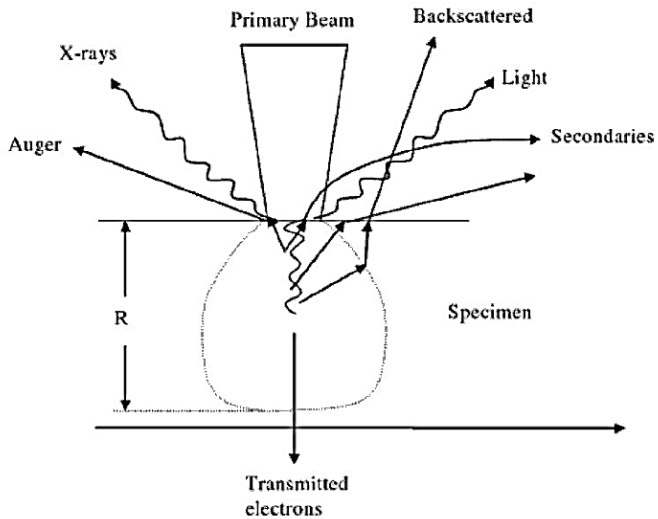
SEM merupakan sebuah mikroskop yang memanfaatkan elektron sebagai penghasil sebuah citra. Sejak awal tahun 1950, SEM dikembangkan dalam bidang medis maupun ilmu sains fisika. SEM digunakan agar gambar yang teramati dalam skala mikro bisa ditampilkan dalam skala makro. Kelebihan dari SEM yaitu dapat menghasilkan gambar dengan luasan yang cukup besar serta mempunyai resolusi yang tinggi.

SEM terdiri dari beberapa komponen yaitu *electron gun* (penembak elektron), dua lensa kondensor, sebuah lensa objektif, sistem pendeteksi elektron, dan satu set deflektor yang semuanya bekerja dalam ruang hampa udara. *Electron gun* menghasilkan sejumlah elektron dan mempercepatnya dengan rentang energi sebesar 1-30 keV. Elektron mengikuti arah vertikal ke bawah selama kondisi mikroskop dalam keadaan vakum (hampa udara). Elektron melewati sebuah medan elektromagnetik (anoda) dan lensa, agar menghasilkan elektron yang cenderung fokus menuju sampel (lihat gambar 2.9). Selama proses penumbukkan elektron dengan sampel, maka akan dihasilkan elektron dan sinar-x yang keluar dari sampel.

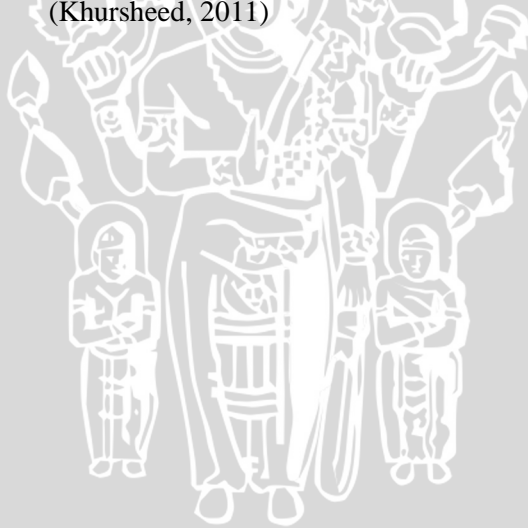


Gambar 2.9 Ilustrasi sistem *scanning* citra dalam SEM
(Schweitzer, 2010)

Elektron primer menembus permukaan sampel dan menghasilkan hamburan-hamburan elektron pada kedalaman yang berbeda serta ada beberapa pada bagian permukaan (lihat gambar 2.10). Elektron yang dihamburkan keluar melalui permukaan sampel dikenal sebagai elektron sekunder yang dihasilkan oleh tumbukan inelastik elektron. Elektron yang dihamburkan kembali dari bagian sampel yang paling dalam dikenal sebagai *backscattered electrons* yang dihasilkan tumbukan elastik elektron. Elektron *backscattered* dan sekunder menghasilkan sinyal yang dapat digunakan untuk membentuk gambar SEM.



Gambar 2.10 Penumbukan elektron pada sampel (Khursheed, 2011)



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan mulai bulan Juli 2011 hingga Agustus 2012 yang dilakukan di beberapa laboratorium yang terdiri dari laboratorium Organik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya untuk pembuatan larutan PZT dengan tehnik *sol-gel*; pelapisan material dengan metode *spin coating* dilakukan di laboratorium Biofisika Jurusan Fisika Fakultas MIPA Universitas Brawijaya; dan karakterisasi Lapisan Tipis PZT dilakukan di laboratorium Central Fakultas MIPA Universitas Negri Malang.

3.2 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari:

- Satu set komponen refluks berupa:
 - Labu destilasi leher tiga 250 mL
 - Kondensor bola
 - Termometer alkohol 100°C
 - Pemompa air
- Neraca analitik
- Pipet volum 10 mL dan bola hisap
- Spatula
- Gelas arloji
- Corong kaca
- Cawan porselin
- Mikropipet *Socorex* 100-1000 μL
- *Hot Plate Digital Cimarec* dan *Magnetic Stirrer*
- *Sonicator Branson 2510*
- Oven *Memmert UL30*
- *Spin Coater VTZ-100*
- *Furnace Thermolyne 48000* (tungku pemanas)
- XRD (*X-Ray Diffraction*) *Panalytical E'xpert Pro*
- SEM (*Scanning Electron Microscope*) *FEI Inspect-S50*

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

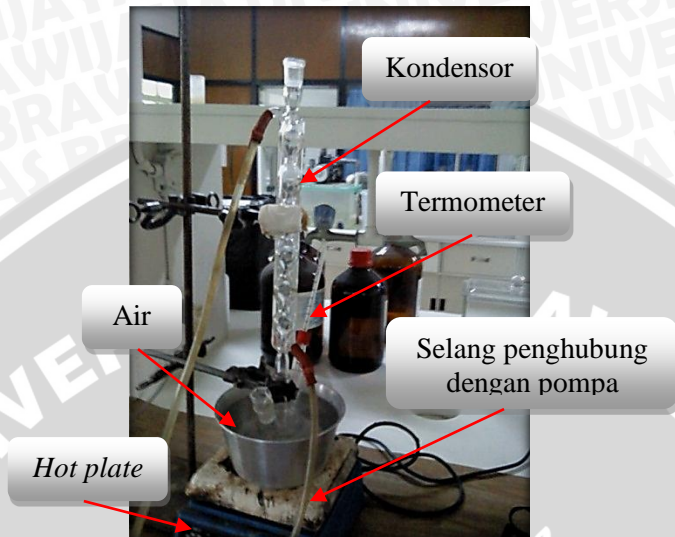
- Timbal (II) asetat trihidrat ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dalam bentuk padatan/serbuk
- Zirkonium (IV) propoksida ($\text{Zr}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) dalam bentuk larutan
- Titanium (IV) propoksida ($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$) dalam bentuk larutan
- Asam Asetat (CH_3COOH)
- Polietilen glikol (PEG 400)
- n-propanol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$)
- Metanol (CH_3OH)
- *Silicon wafer*

3.3 Tahapan Penelitian

Pada penelitian ini ada beberapa tahapan atau prosedur yang perlu diperhatikan agar lapisan tipis PZT yang disintesis sesuai dengan yang diharapkan yaitu:

3.3.1 Pembuatan larutan PZT dengan tehnik *sol-gel*

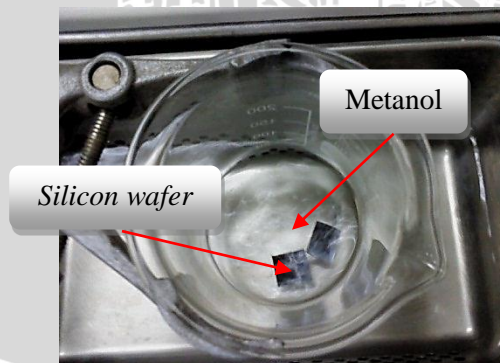
Larutan PZT dibuat dengan perbandingan molar Pb:Zr:Ti sebesar 1:0,53:0,47. Serbuk timbal asetat ditimbang sebanyak 3,42 gr dengan menggunakan neraca dan sebuah gelas arloji sebagai alasnya. Serbuk timbal asetat yang telah ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam labu destilasi untuk dipanaskan melalui proses refluks agar terbentuk larutan timbal asetat. Asam asetat ditambahkan sebanyak 3 mL ke dalam labu destilasi dan di refluks selama 5 menit pada suhu 80°C seperti pada gambar 3.1. Larutan zirkonium, titanium dan n-propanol dengan perbandingan masing-masing sebesar 2,109 mL zirkonium, 1,167 mL titanium, dan 15 mL n-propanol dicampurkan ke dalam labu pada suhu ruang. Campuran larutan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam dalam keadaan terbuka sehingga diperoleh larutan PZT. Larutan PEG 400 ditambahkan ke dalam labu sebanyak 0,48 mL sebagai penyetabil laju kondensasi dan hidrolisis lalu dipanaskan lagi melalui proses refluks selama 2 jam pada suhu 60°C . Larutan PZT yang dihasilkan dalam bentuk *wet gel* diletakkan dalam keadaan tertutup untuk dipersiapkan pada proses pelapisan.



Gambar 3.1 Proses refluks dalam pembuatan *sol-gel*

3.3.2 Pelapisan larutan PZT pada kristal silikon dengan *spin coater*

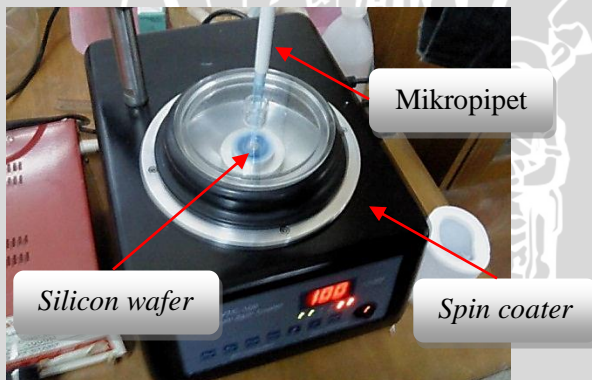
Silikon yang digunakan sebagai substrat direndam dalam metanol dan dimasukkan ke dalam *sonicator* selama 10 menit untuk membuang minyak atau kotoran-kotoran lain yang menempel pada silikon seperti pada gambar 3.2. Proses pengeringan silikon dengan oven dilakukan selama kurang lebih 15 menit pada suhu 100°C. Silikon yang telah kering kemudian diletakkan di atas *spin coater*.



Gambar 3.2 Proses pencucian silikon dengan menggunakan *sonicator*

Kecepatan *spin coater* diatur untuk masing-masing SPD1 (kecepatan putaran pertama) dan SPD2 (kecepatan putaran kedua) sebesar 500 rpm dan 3000 rpm. Waktu *spin coater* diatur untuk masing-masing T1 (waktu putaran pertama) dan T2 (waktu putaran kedua) sebesar 10 s dan 60 s. Pengaturan SPD1 dan T1 dimaksudkan untuk memberikan percepatan pada substrat agar larutan PZT yang ditetaskan terdistribusi homogen (rata) diseluruh permukaan substrat. Pengaturan SPD2 dan T2 merupakan tahapan *spin off* dimana larutan PZT bergerak dengan kecepatan konstan yang disertai dengan proses evaporasi sampai permukaan larutan tidak dapat bergerak lagi.

Larutan PZT dalam fase *wet gel* dilapiskan di atas substrat silikon (*silicon wafer*) dengan menggunakan *spin coater* untuk variasi volume larutan sebesar 100, 200 dan 300 μL . Larutan PZT terlebih dahulu dimasukkan ke dalam cawan porselin sebanyak 2 mL lalu didiamkan selama 5 jam agar diperoleh larutan dengan fase yang hampir mendekati *dry gel*. Larutan ditetaskan di atas substrat silikon sebanyak 100 μL , kemudian *spin coater* dijalankan seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.3. Hasil dari lapisan tipis PZT dalam fase *dry gel* di atas substrat silikon diletakkan pada tempat terbuka (udara bebas) agar unsur pelarut yang terkandung di dalamnya dapat terbuang melalui proses evaporasi.



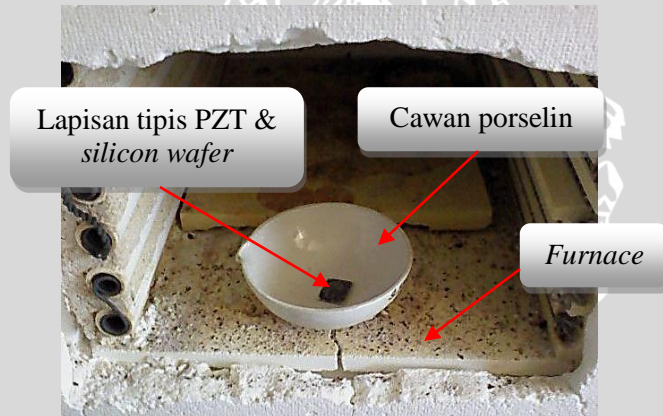
Gambar 3.3 Proses pembuatan lapisan tipis dengan metode *spin coating*

Variasi volume larutan diperoleh dengan prosedur yang sama akan tetapi jumlah larutan ditambahkan secara bertahap. Larutan PZT sebanyak 100 μL ditambahkan setelah fase *dry gel* dari lapisan PZT yang pertama terbentuk dalam selang waktu 2 menit kemudian

di *spin coating*. Hasil yang diperoleh berupa larutan PZT fase *dry gel* untuk volume 200 μL . Larutan PZT fase *dry gel* untuk volume 300 μL dilakukan dengan penambahan larutan 100 μL sebanyak 2 kali secara bertahap setelah fase *dry gel* dari lapisan PZT yang pertama terbentuk.

3.3.3 Proses *annealing* dengan *furnace*

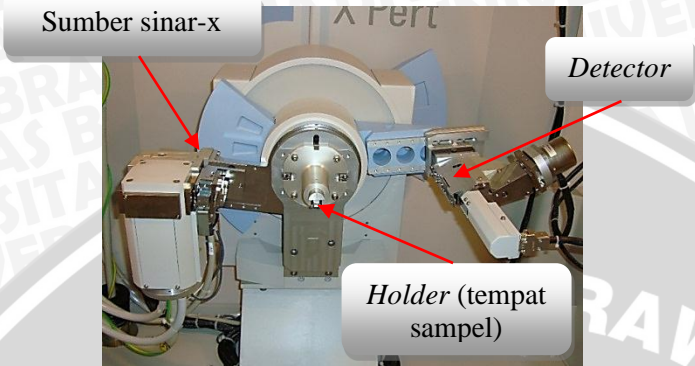
Lapisan PZT yang terbentuk di atas substrat silikon dipanaskan dengan tungku pemanas agar terbentuk struktur kristal (lihat gambar 3.4). Lapisan dengan jumlah volume larutan 100, 200 dan 300 μL dimasukkan secara bersamaan dalam tungku pemanas pada suhu ruang. Suhu tungku pemanas diatur pada suhu 600°C. Proses *Annealing* dilakukan selama 2 jam ketika suhu tungku tepat berada pada 600°C.



Gambar 3.4 Proses *annealing* dengan *furnace*

3.3.4 Karakterisasi dengan XRD

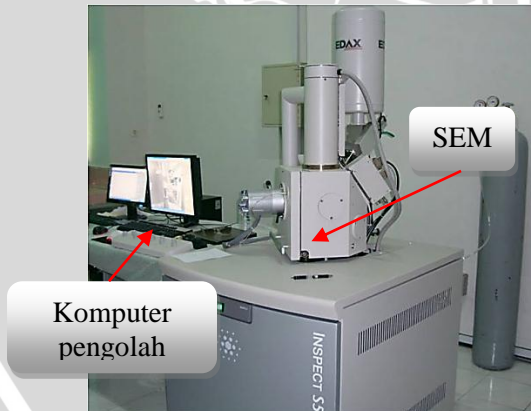
Sampel atau lapisan yang sudah dipanaskan kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk mengetahui kristal yang terbentuk. XRD yang digunakan memiliki sumber berupa material tembaga (Cu) sebagai katoda dengan panjang gelombang $K\alpha$ sebesar 1,5406 Å serta arus dan tegangan masukan masing-masing sebesar 30 mA dan 40 kV. Posisi sudut 2θ diatur pada sudut 20,01° sampai 79,99° dengan waktu *scan* tiap step sebesar 0,5 s untuk tiap sudut sebesar 0,02°. Hasil yang diperoleh berupa puncak-puncak kristal dengan perbandingan intensitas dan besar sudut 2θ .



Gambar 3.5 Karakterisasi kristal dengan XRD

3.3.5 Karakterisasi dengan SEM

Karakterisasi dengan menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui ketebalan lapisan tipis PZT yang terbentuk. Pencitraan SEM diambil pada bagian *cross section* (penampang melintang) lapisan dan dilakukan sebanyak 4 kali dengan perbesaran 2000 kali. Ketebalan dapat diukur dari hasil foto penampang melintang lapisan. Masing-masing lapisan dengan volume larutan yang berbeda dikarakterisasi dengan SEM untuk mendapatkan informasi tentang hubungan antara ketebalan lapisan dan puncak difraksi dari kristal yang dihasilkan oleh XRD.



Gambar 3.6 Pengambilan gambar dengan SEM

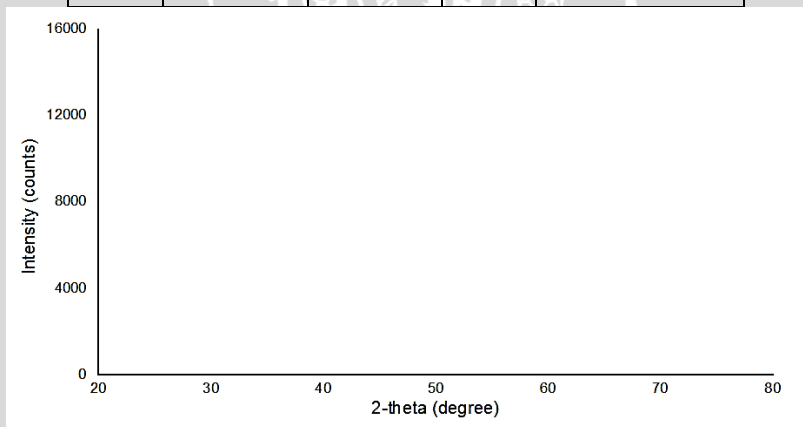
3.4 Pengambilan Data

3.4.1 Data XRD

Data yang dihasilkan dari XRD berupa informasi mengenai puncak kristal PZT yang ditandai dengan intensitas puncak serta posisi sudut 2θ . Data-data disajikan dalam bentuk tabel maupun grafik sebagai berikut:

Tabel 3.1 Tabel data XRD

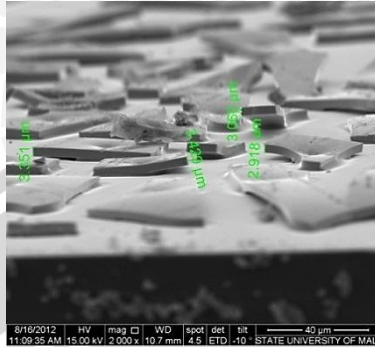
2θ ($^{\circ}$)	Intensitas (counts)	FWHM (radians)	d (\AA)	Intensitas (%)



Gambar 3.7 Grafik korelasi antara intensitas dan sudut 2θ untuk menentukan pola difraksi kristal

3.4.2 Data SEM

Pengambilan data SEM berupa gambar yang menampilkan *cross section* (penampang melintang) dari lapisan tipis PZT yang memberikan informasi mengenai ketebalan lapisan. Data ketebalan diperoleh dari hasil pengukuran penampang melintang tiap lapisan sebanyak 5 data seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.8.



Gambar 3.8 Pengambilan data ketebalan dengan menggunakan SEM

3.5 Analisis Data

3.5.1 Analisis data XRD

Analisis data XRD dilakukan dengan mengamati puncak difraksi kristal yang mewakili orientasi bidang kristal. Bidang kristal yang diperoleh dibandingkan dengan data JCPDS no. 41-1111 untuk data PZT (tabel 3.2) dan data JCPDS no. 27-1402 untuk data silikon (tabel 3.3). Data untuk setiap bidang kristal dibandingkan satu-persatu dan dianalisis secara kualitatif.

Tabel 3.2 Data untuk menentukan bidang kristal PZT sebagai bahan uji berdasarkan *Joint Committee on Powder Diffraction Standart (JCPDS) Data No. 41-1111*

Lead Zirconium Titanium Oxide $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$			
Material anoda = Cu (tembaga)			
$\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$			
d(Å)	2θ (°)	hkl	Intensitas
4,1460	21,4251	001	9
4,0360	22,0162	100	12
2,8900	30,9318	101	100
2,8500	31,3770	110	100
2,3510	38,2705	111	15
2,0730	43,6480	002	9
2,0180	44,9014	200	16
1,8440	49,4068	102	5
1,8100	50,3989	201, 210	6
1,7160	53,3709		5

1,6770	54,7142	112	12
1,6550	55,5037	211	24
1,4460	64,4084	022	9
1,4270	65,3718	220	5
1,3820	67,7821	003	2
1,3610	68,9738	212	6
1,3500	69,6163	221, 300	6
1,3080	72,1944	103	6
1,2800	74,0327	301, 310	9
1,2440	76,5537	113	2
1,2200	78,3433	311	2
1,1400	85,0577	203	4
1,1300	85,9912	302	4
1,1200	86,9486	320	4
1,1000	88,9399	123	15
1,0900	89,9763	312	15
1,0800	91,0415	321	15
1,0366	96,0381	004	<1
1,0091	99,5684	400	<1
1,0040	100,2591	104	<1
0,9928	101,8189	223	<1
0,9851	102,9276	322	2
0,9743	104,5359	114	2
0,9641	106,1161	303	4
0,9530	107,9089	411	4
0,9377	110,5178	330	1
0,9273	112,3922	133	<1
0,9221	113,3629	331	2
0,9070	116,3218	204	6
0,9030	117,1435	402	6
0,8990	117,9823	420	6
0,8850	121,0654	124	1
0,8820	121,7584	412	1
0,8699	124,6848	233	3
0,8647	126,0133	332	2
0,8387	133,4604	224	1
0,8290	136,6802	005	5
0,8280	137,0296	422	5

Tabel 3.3 Data untuk menentukan bidang kristal silikon (Si) sebagai substrat berdasarkan *Joint Committe on Powder Diffraction Standart (JCPDS) Data No. 27-1402*

Silicon			
Material anoda = Cu (tembaga)			
$\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$			
d(\AA)	2θ (°)	hkl	Intensitas
3,1355	28,4566	111	100
1,9201	47,3263	220	55
1,6375	56,1490	311	30
1,3577	69,1652	400	6
1,2459	76,4159	331	11
1,1086	88,0708	422	12
1,0452	94,9959	511	6
0,9600	106,7691	440	3
0,9180	114,1451	531	7
0,8587	127,6056	620	8
0,8282	136,9594	533	3

Puncak kristal dari setiap orientasi bidang kristal mempunyai *Full Width at Halh Maximum (FWHM)*. Nilai FWHM digunakan untuk memperoleh ukuran grain kristal dengan memanfaatkan persamaan Scherrer (2.8). Ukuran *grain* tiap bidang kristal dapat dibandingkan baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

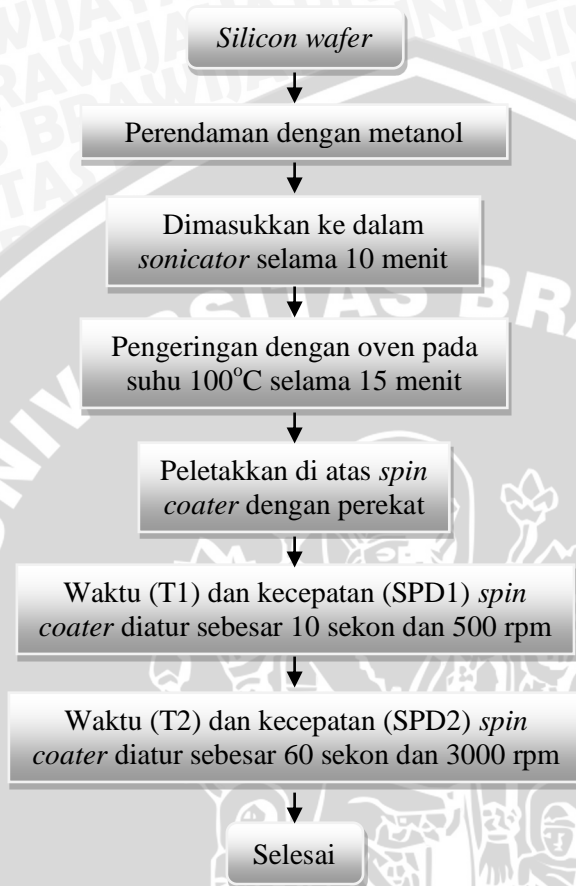
3.5.2 Analisis data SEM

Analisis data SEM yaitu dengan mengamati penampang melintang dari lapisan. Penampang melintang lapisan dapat memberikan informasi ketebalan yang terbagi ke dalam 5 data ketebalan. Lima data yang diperoleh kemudian dirata-ratakan. Nilai rata-rata ketebalan tersebut dapat dikorelasikan dengan volume larutan serta ukuran *grain* kristal dari analisis data XRD.

3.6 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.9 Pembuatan larutan PZT dengan tehnik *sol-gel*



Gambar 3.10 Preparasi substrat silikon dan *spin coater*



Gambar 3.11 Pembuatan lapisan tipis PZT dengan metode *spin coating*

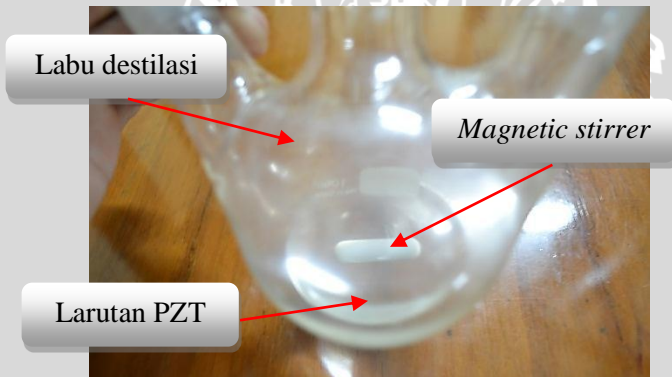


Gambar 3.12 Proses karakterisasi dengan XRD dan SEM

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Proses *Sol-Gel*

Hasil dari proses *sol-gel* memperlihatkan fase larutan dalam bentuk *wet gel*. *Wet gel* terbentuk pada saat proses refluks selama 2 jam setelah ditambahkan larutan PEG 400. Indikator terbentuknya *wet gel* yaitu larutan terlihat lebih jernih (transparan) tanpa adanya endapan yang dapat membuat larutan terlihat tidak homogen. Walaupun koloid-koloid tidak dapat dilihat secara langsung tanpa alat bantu mikroskop, namun dalam fase *wet gel* dimungkinkan banyak terdapat koloid-koloid yang saling berikatan antar satu dengan yang lainnya. Ruang antara koloid diisi oleh beberapa cairan *volatile* (mudah menguap).



Gambar 4.1 Larutan PZT dalam fase *wet gel*

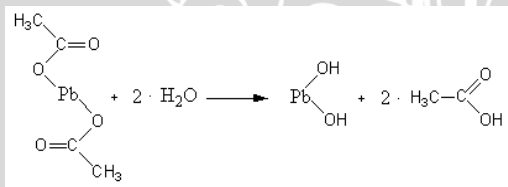
Larutan PZT pada gambar 4.1 memperlihatkan fase larutan dalam bentuk cairan (*wet gel*). Apabila *wet gel* disimpan dalam kondisi terbuka (udara bebas) maka cairan *volatile* yang terjebak di dalamnya akan mudah terlepas dan jika proses ini berlangsung lama dapat menyebabkan perubahan fase menjadi padatan (*xerogel*). Proses pembuangan cairan melalui pori-pori dalam larutan *wet gel* juga dapat dilakukan dengan cara dipanaskan pada suhu sekitar 60-80°C.



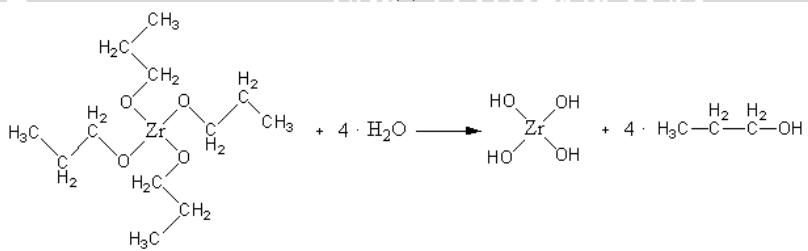
Gambar 4.2 Fase padatan (*xerogel*) setelah proses pengeringan atau pembuangan cairan *volatile*

Bentuk padatan dari larutan PZT tampak seperti serat-serat yang menyerupai kristal. Padatan tersebut cukup keras dan kaku serta mempunyai warna yang transparan dan sedikit terlihat putih.

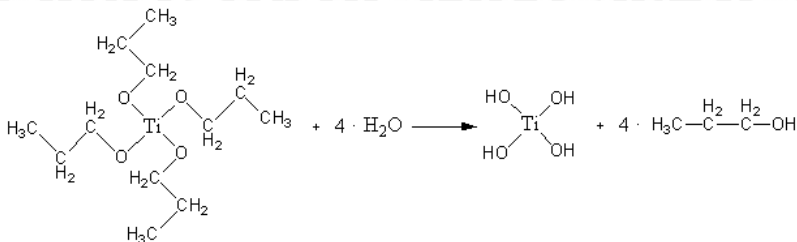
Reaksi yang terjadi di dalam proses *sol-gel* terdiri dari reaksi hidrolisis dan kondensasi. Reaksi hidrolisis digunakan untuk memecah unsur di dalam polimer dengan cara menambahkan air atau meletakkannya pada tempat terbuka agar dapat bereaksi dengan uap air. Proses terjadinya hidrolisis yaitu ketika dilakukan pencampuran larutan prekursor dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada temperatur ruang selama 1 jam.



(a)



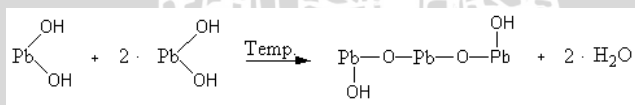
(b)



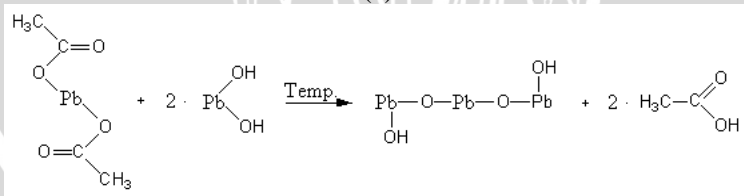
(c)

Gambar 4.3 Persamaan reaksi hidrolisis dari prekursor (a) timbal (II) asetat, (b) zirkonium (IV) propoksida, dan (c) titanium (IV) propoksida

Pada gambar 4.3 unsur logam dari masing-masing prekursor mengikat ion H^+ dari H_2O sehingga menghasilkan ikatan MOH dan unsur hidrokarbon mengikat gugus hidroksil (OH) sehingga menghasilkan ikatan ROH baik dalam bentuk alkohol maupun asam asetat. Senyawa yang mudah menguap seperti alkohol dapat terlepas dengan sendirinya ke udara bebas jika dibiarkan dalam keadaan terbuka seperti yang telah dijelaskan sebelumnya. Pada saat pemanasan dengan refluks selama 2 jam terjadi reaksi kondensasi yang menghasilkan ikatan antara logam melalui atom O. Kondensasi terbagi ke dalam dua proses reaksi yaitu reaksi oksolasi dan alkoksolasi. Reaksi oksolasi terjadi antara dua molekul yang sama yang dihasilkan dari proses hidrolisis. Reaksi alkoksolasi terjadi antara molekul hasil reaksi hidrolisis dengan molekul logam alkoksida prekursor.

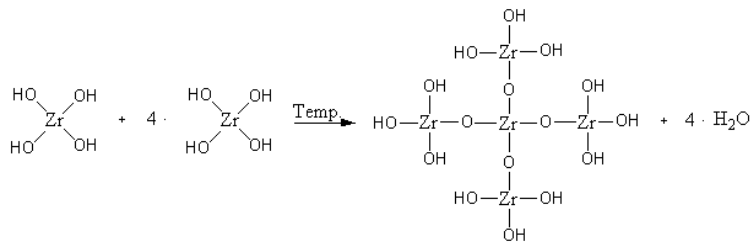


(a)

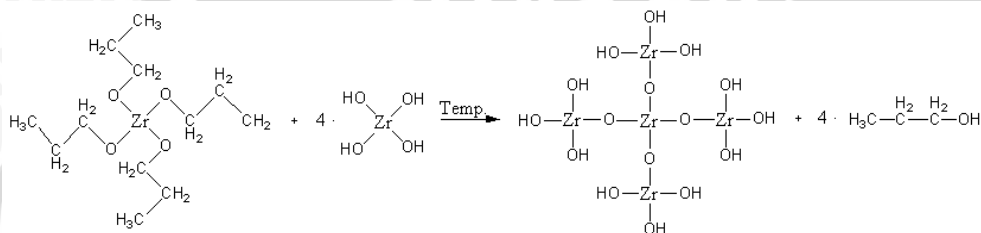


(b)

Gambar 4.4 Persamaan reaksi (a) oksolasi dan (b) alkoksolasi logam timbal

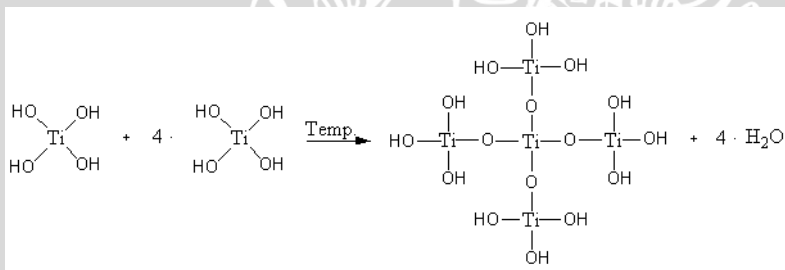


(a)

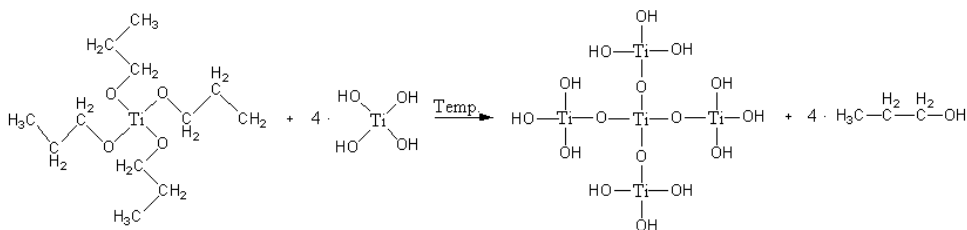


(b)

Gambar 4.5 Persamaan reaksi (a) oksolasi dan (b) alkoksolasi logam zirkonium



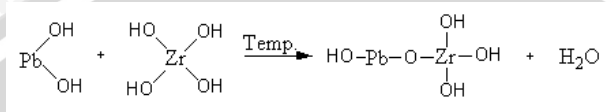
(a)



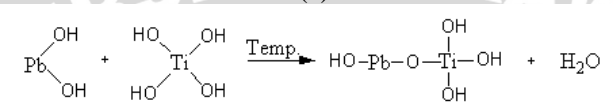
(b)

Gambar 4.6 Persamaan reaksi (a) oksolasi dan (b) alkoksolasi logam titanium

Reaksi oksolasi menghasilkan molekul air yang dapat digunakan untuk proses hidrolisis berikutnya, sedangkan reaksi alkoksolasi menghasilkan alkohol yang dapat menguap dengan sendirinya. Reaksi oksolasi juga dapat terjadi pada dua molekul yang berbeda (gambar 4.7).



(a)



(b)

Gambar 4.7 Persamaan reaksi oksolasi untuk logam yang berbeda (a) timbal zirkonium dan (b) timbal titanium

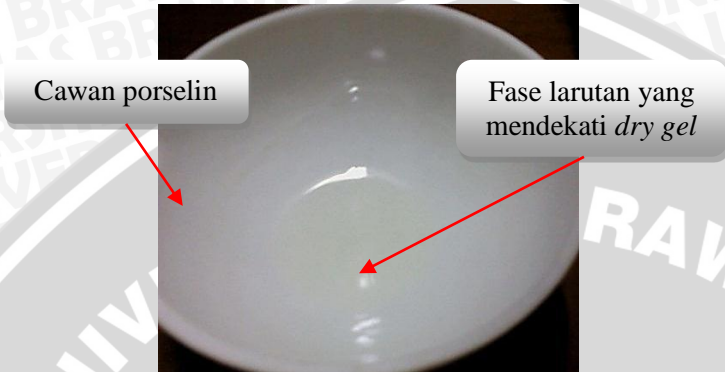
Persamaan reaksi yang terjadi akan menghasilkan struktur material dalam bentuk amorf. Apabila material dengan struktur amorf dipanaskan melalui proses *annealing* maka akan menghasilkan struktur kristal dengan bentuk perovskit. Keseluruhan reaksi hidrolisis dan kondensasi membentuk suatu proses yang berantai dalam ruang tiga dimensi hingga semua cairan *volatile* dapat terbang ke udara dan hanya tersisa logam-logam yang berikatan melalui atom O.

4.2 Pelapisan dengan Metode *Spin Coating*

Spin coating dilakukan pada saat fase larutan PZT mendekati fase *dry gel* dengan harapan agar larutan dapat melapisi permukaan substrat silikon dengan baik. Berdasarkan hasil penelitian fase tersebut terbentuk setelah larutan didiamkan pada tempat terbuka (udara bebas) selama 5 jam dari fase *wet gel*. Penggunaan PEG 400 sebagai penyetabil laju hidrolisis dan kondensasi tidak cukup baik karena memakan waktu yang cukup lama. Selama proses transisi berlangsung, terjadi proses penguapan cairan *volatile* yang menyebabkan kontraksi struktur *gel*.

Pada gambar 4.8 larutan terlihat memiliki kekentalan (viskositas) yang cukup tinggi dengan warna yang agak putih. Penggunaan larutan dengan viskositas tinggi diharapkan mampu menghasilkan ketebalan lapisan yang lebih tebal namun masih

berada di bawah rentang ketebalan lapisan tipis dalam orde mikrometer.



Gambar 4.8 Larutan PZT yang mendekati fase *dry gel*

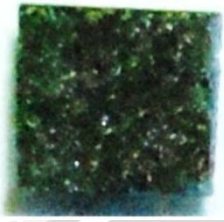
Hasil *spin coating* larutan PZT seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.9 terdapat bintik-bintik ataupun serat lapisan yang terdistribusi merata diseluruh permukaan. Serat tersebut mengindikasikan bentuk *dry gel* dari lapisan. Pada fase *dry gel* masih terdapat beberapa unsur pelarut dan cairan *volatile*. Apabila lapisan mengandung lebih banyak serat maka fasenya membentuk *xerogel*.



Gambar 4.9 Larutan PZT fase *dry gel* setelah dilapisi di atas substrat silikon dengan menggunakan *spin coater*

4.3 Proses *Annealing*

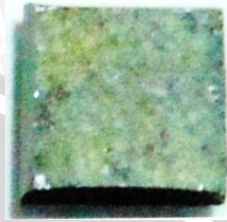
Annealing (pemanasan) dapat mempengaruhi kekuatan lapisan ataupun kemampuan suatu lapisan untuk deformasi (berubah bentuk) ketika diberikan tekanan. Intensitas dari masing-masing bidang kristal dapat berubah jika suhu pemanasan juga mengalami perubahan. Pemilihan temperatur pemanasan pada 600°C memperlihatkan puncak-puncak kristal yang cukup baik sehingga memberikan kemudahan dalam analisis data.



(a)



(b)



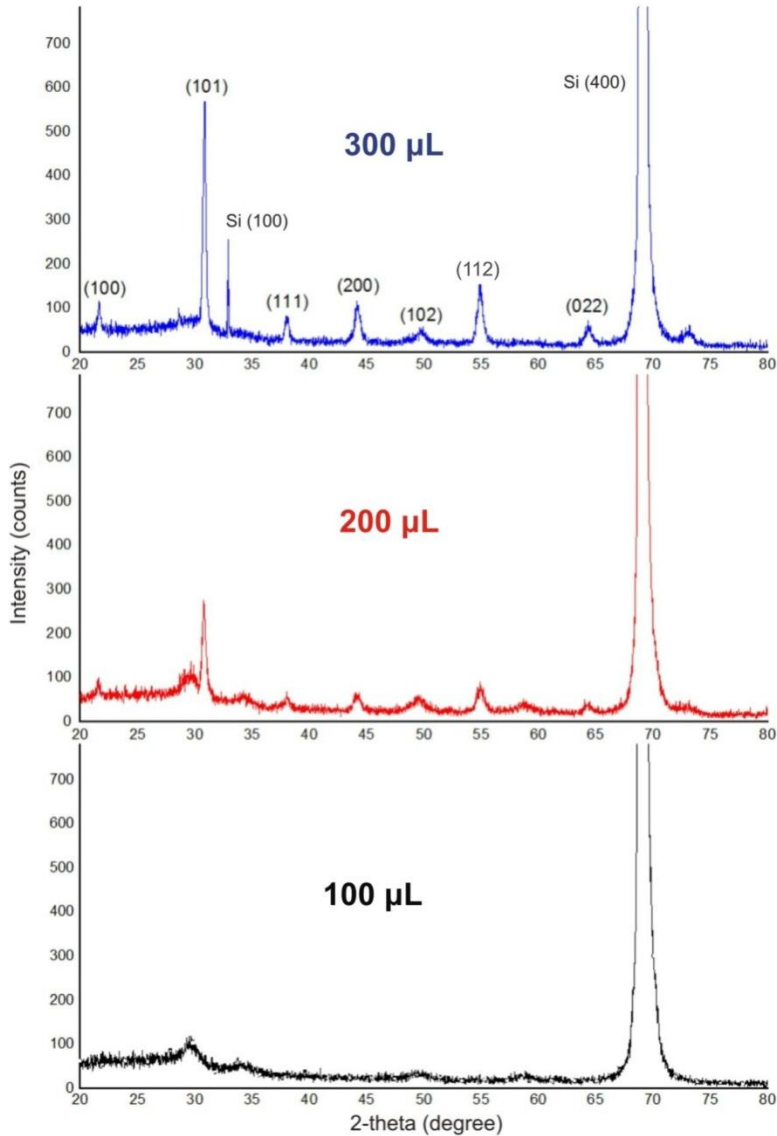
(c)

Gambar 4.10 Lapisan tipis PZT di atas substrat silikon dengan volume larutan (a) 100 μL , (b) 200 μL , dan (c) 300 μL

Lapisan tipis pada gambar 4.10 (a) menunjukkan struktur permukaan yang hampir sama dengan lapisan tipis sebelum di *furnace*. Tampak adanya bintik-bintik ataupun serat dipermukaan dan terlihat lebih keruh. Pada gambar 4.10 (b) permukaan lapisan tampak tidak rata dan berwarna *orange*. Warna *orange* tersebut diduga adanya kandungan molekul PbO yang terdapat di dalam lapisan (Rahmayeni, 2007). Kandungan molekul PbO dapat dihilangkan dengan perlakuan panas pada temperatur tinggi ($>800^\circ\text{C}$) (Sebayang, 2005). Gambar 4.10 (c) memperlihatkan bentuk lapisan yang cukup rata dengan warna yang mendekati *orange*.

4.4 Analisis Data XRD

Hasil XRD disajikan dalam bentuk grafik berupa nilai perbandingan antara 2θ dan intensitas dari masing-masing bidang kristal yang terbentuk. Nilai 2θ menunjukkan posisi bidang kristal terhadap sudut Bragg dan intensitas menunjukkan jumlah sinar-x yang mengenai bidang kristal dengan orientasi bidang yang sama. Lapisan tipis PZT yang ditumbuhkan di atas substrat kristal silikon dengan 3 variasi lapisan untuk volume larutan yang berbeda (100, 200 dan 300 μL) menghasilkan intensitas yang berbeda-beda seperti terlihat pada gambar 4.11.



Gambar 4.11 Grafik XRD lapisan tipis PZT dengan volume larutan 100, 200 dan 300 μL

Pada grafik lapisan tipis PZT dengan volume larutan 200 μL dan 300 μL menunjukkan adanya pola difraksi yang terbentuk, namun pada grafik lapisan tipis PZT untuk volume larutan 100 μL

tidak tampak adanya pola difraksi. Grafik lapisan tipis PZT 100 μL sebagian besar hanya menunjukkan struktur lapisan yang berbentuk amorf, sedangkan pada grafik lapisan tipis PZT 200 μL dan 300 μL tampak adanya puncak-puncak kristal yang mewakili orientasi bidang kristal. Apabila dibandingkan dengan data JCPDS no. 41-1111, pola difraksi yang dihasilkan merupakan sebaran orientasi bidang kristal PZT (100), (101), (111), (200), (102), (112) dan (022). Intensitas puncak pada orientasi bidang kristal (101) lebih dominan dibandingkan yang lainnya. Orientasi bidang kristal dengan pola yang berbeda-beda menjelaskan bahwa kristal yang terbentuk merupakan polikristal berorientasi acak. Puncak kristal silikon yang dihasilkan mempunyai orientasi bidang (100) dan (400) yang berarti bahwa kristal silikon merupakan monokristal dengan satu arah bidang kristal.

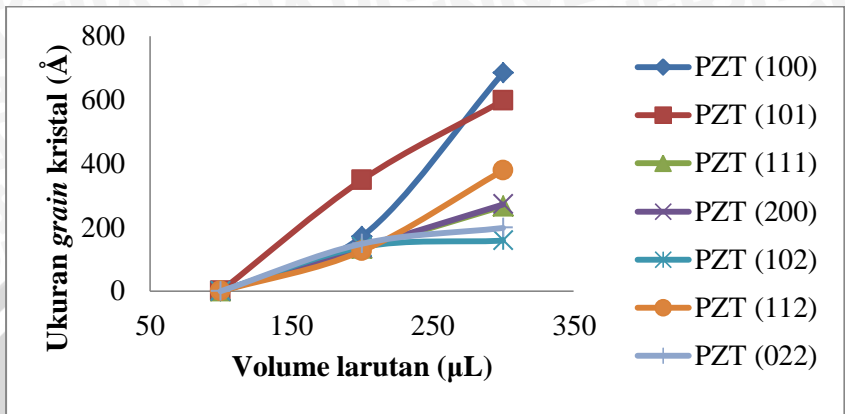
Volume larutan yang berbeda dapat mempengaruhi nilai intensitas dari kristal. Semakin besar jumlah volume larutan yang diberikan maka nilai intensitas semakin meningkat seperti yang ditunjukkan oleh gambar 4.11. Laju peningkatan nilai intensitas untuk tiap-tiap orientasi bidang kristal berbeda-beda. Laju peningkatan intensitas yang paling cepat terletak pada bidang kristal (101).

Hasil XRD juga menampilkan nilai FWHM dari masing-masing orientasi bidang kristal untuk tiap lapisan. Informasi nilai FWHM dapat membantu dalam penentuan ukuran *grain* kristal. Pelebaran puncak difraksi atau FWHM dari setiap lapisan PZT untuk volume larutan berbeda mempunyai nilai yang bervariasi. Lapisan PZT dengan volume larutan 100 μL mempunyai nilai FWHM yang tak berhingga karena tidak terdapat puncak difraksi. Masing-masing orientasi bidang kristal menunjukkan urutan nilai FWHM yang hampir serupa terhadap volume larutan yang berbeda sesuai yang ditunjukkan pada tabel 4.1. Apabila volume larutan bertambah maka nilai FWHM akan semakin kecil. FWHM yang lebih sempit atau kecil pada umumnya akan menghasilkan intensitas yang lebih tinggi dengan puncak difraksi yang lebih runcing.

Tabel 4.1 Nilai FWHM dan ukuran *grain* dari masing-masing orientasi bidang kristal

No.	2 θ (derajat)	Bidang kristal	Volume larutan (μ L)	FWHM (derajat)	Ukuran <i>grain</i> kristal (\AA)
1	21,6410	100	100	~	0,0000
			200	0,4723	171,2491
			300	0,1181	684,8513
2	30,8019	101	100	~	0,0000
			200	0,2362	348,8648
			300	0,1378	597,9816
3	37,9713	111	100	~	0,0000
			200	0,6298	133,3966
			300	0,3149	266,7933
4	44,1848	200	100	~	0,0000
			200	0,6298	136,1351
			300	0,3149	272,2702
5	49,6017	102	100	~	0,0000
			200	0,6298	138,9556
			300	0,5510	158,8280
6	54,9389	112	100	~	0,0000
			200	0,7085	126,3764
			300	0,2362	379,0756
7	64,2592	022	100	~	0,0000
			200	0,6298	148,9523
			300	0,4723	198,6241

Ukuran *grain* kristal diperoleh setelah dilakukan perhitungan terhadap nilai FWHM, panjang gelombang (λ) sinar-x serta sudut Bragg yang terbentuk sesuai dengan persamaan Scherrer (2.8). Pada tabel 4.1 menunjukkan adanya korelasi antara FWHM dan ukuran *grain* yang berbanding terbalik. Sebaliknya apabila volume larutan semakin bertambah maka ukuran *grain* akan semakin bertambah pula.



Gambar 4.12 Grafik perbandingan antara volume larutan PZT terhadap ukuran *grain* untuk tiap-tiap orientasi bidang kristal

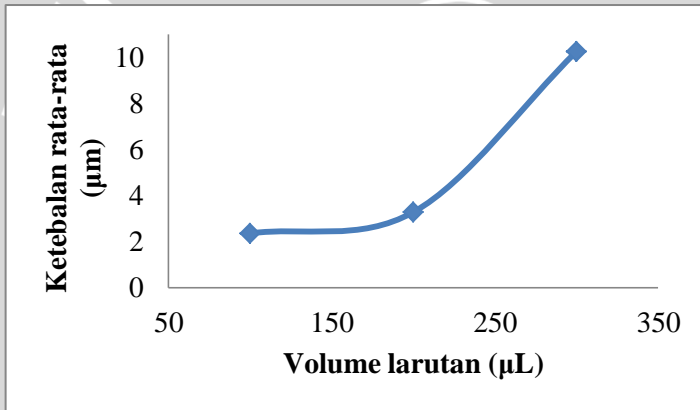
Pada grafik tampak adanya perbedaan dari tiap orientasi bidang kristal. Laju peningkatan ukuran *grain* kristal pada bidang (100) dan (101) cenderung lebih cepat dibanding yang lainnya. Bidang (100) mengalami peningkatan yang cukup signifikan apabila volume larutan $\geq 200 \mu\text{L}$, sedangkan bidang (101) mengalami peningkatan secara linear. Orientasi bidang kristal (111), (200), (102), (112) dan (022) mempunyai ukuran *grain* yang hampir sama dan tidak mengalami peningkatan yang cukup signifikan.

4.5 Analisis Data SEM

Hasil pencitraan dengan SEM menampilkan penampang melintang dari lapisan tipis PZT dalam skala mikrometer dengan perbesaran 2000 kali. Ketebalan lapisan tipis PZT dapat ditentukan secara langsung dari hasil SEM. Ketebalan yang diperoleh masih berada dalam orde mikrometer seperti yang terlihat pada tabel 4.2. Data ketebalan yang diperoleh sejumlah 5 data dengan distribusi lapisan yang berbeda-beda. Dari data tersebut terlihat adanya peningkatan nilai ketebalan yang sebanding dengan penambahan jumlah volume larutan yang diberikan.

Tabel 4.2 Distribusi data ketebalan untuk tiap lapisan tipis PZT dengan volume larutan 100, 200 dan 300 μL

Data no.	Ketebalan (μm)		
	100 μL	200 μL	300 μL
1	1,6090	3,3510	10,0700
2	3,7910	3,4290	11,9600
3	2,4770	3,0600	10,7900
4	2,4810	2,9180	9,6700
5	1,4640	3,6690	8,8100
Rata-rata	2,3644	3,2854	10,2600



Gambar 4.13 Grafik perbandingan antara volume larutan PZT terhadap ketebalan rata-rata lapisan

Pada gambar 4.13 menunjukkan adanya perubahan laju ketebalan rata-rata yang signifikan pada volume larutan $\geq 200 \mu\text{L}$. Grafik yang terbentuk menyerupai grafik fungsi eksponensial. Faktor yang menyebabkan perubahan yang signifikan tersebut yaitu karena gambar penampang melintang dari lapisan yang sulit ditentukan ketebalannya serta permukaan lapisan yang sangat kasar. Faktor lain yang juga berpengaruh disebabkan karena peneteskan larutan pada saat *spin coating* yang memungkinkan adanya laju hidrolisis dan kondensasi yang begitu cepat ketika larutan yang terakhir diteteskan di atas silikon.

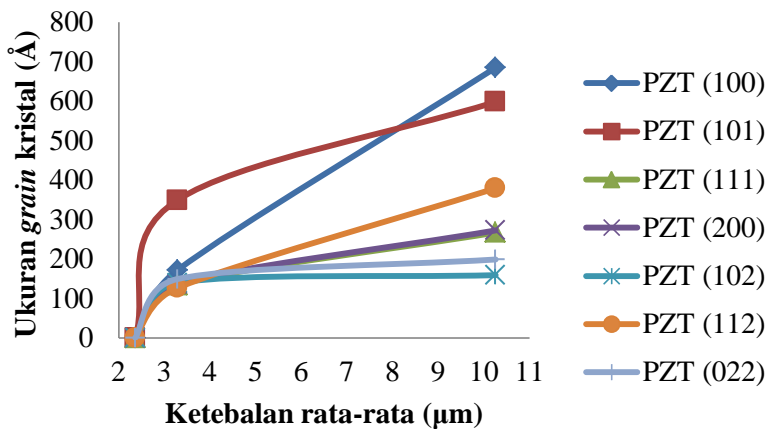
Ketebalan juga dapat dikorelasikan terhadap ukuran *grain* kristal. *Grain* kristal dari masing-masing orientasi bidang kristal

mempunyai hubungan tersendiri terhadap ketebalan. Perbandingan tersebut hampir menyerupai perbandingan antara volume larutan terhadap *grain* kristal.

Tabel 4.3 Perbandingan antara ketebalan rata-rata lapisan terhadap ukuran *grain* kristal untuk masing-masing orientasi bidang kristal

No.	2 θ (derajat)	Bidang kristal	Ketebalan rata-rata (μm)	FWHM (derajat)	Ukuran <i>grain</i> kristal (\AA)
1	21,6410	100	2,3644	~	0,0000
			3,2854	0,4723	171,2491
			10,2600	0,1181	684,8513
2	30,8019	101	2,3644	~	0,0000
			3,2854	0,2362	348,8648
			10,2600	0,1378	597,9816
3	37,9713	111	2,3644	~	0,0000
			3,2854	0,6298	133,3966
			10,2600	0,3149	266,7933
4	44,1848	200	2,3644	~	0,0000
			3,2854	0,6298	136,1351
			10,2600	0,3149	272,2702
5	49,6017	102	2,3644	~	0,0000
			3,2854	0,6298	138,9556
			10,2600	0,5510	158,8280
6	54,9389	112	2,3644	~	0,0000
			3,2854	0,7085	126,3764
			10,2600	0,2362	379,0756
7	64,2592	022	2,3644	~	0,0000
			3,2854	0,6298	148,9523
			10,2600	0,4723	198,6241

Pada tabel 4.3 menunjukkan kesebandingan antara nilai ketebalan rata-rata terhadap ukuran *grain* kristal. Apabila ketebalan lapisan bertambah maka ukuran *grain* juga akan bertambah. Ukuran *grain* untuk setiap orientasi bidang kristal berbeda-beda pada ketebalan yang sama, terkecuali pada ketebalan 2,445 μm .



Gambar 4.14 Grafik Perbandingan antara ketebalan rata-rata lapisan terhadap ukuran *grain* kristal

Grafik 4.14 menunjukkan adanya perbedaan ukuran *grain* kristal untuk masing-masing bidang. Laju peningkatan *grain* kristal pada bidang (100) dan (101) cenderung lebih cepat dibanding yang lainnya. Peningkatan *grain* kristal pada bidang (101) cenderung lebih cepat pada ketebalan 2,445-3,295 μm . Pada bidang (100) peningkatan *grain* kristal cenderung lebih cepat pada ketebalan 3,295-10,260 μm . Orientasi bidang kristal (111), (200), (102), (112) dan (022) mempunyai ukuran *grain* yang hampir sama dan sedikit mengalami peningkatan yang cukup signifikan pada ketebalan 2,445-3,295 μm , tetapi masih berada di bawah laju perubahan ukuran *grain* pada bidang (101). Grafik yang dihasilkan membentuk sebuah grafik fungsi logaritmik.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Telah dilakukan sintesis PZT dengan tehnik *sol-gel* dan penumbuhan lapisan tipis PZT dengan metode *spin coating* di atas substrat silikon. Ketebalan lapisan tipis PZT dilakukan dengan variasi volume larutan sebesar 100 μL , 200 μL , 300 μL . Dari hasil XRD, lapisan tipis PZT membentuk orientasi bidang kristal yang terdistribusi secara acak. Orientasi bidang kristal yang terbentuk terdiri dari (100), (101), (111), (200), (102), (112), dan (022) yang mengindikasikan polikristal.

Intensitas dari orientasi bidang kristal mengalami peningkatan sebanding dengan penambahan jumlah volume larutan. Penambahan jumlah larutan berarti meningkatnya ketebalan serta ukuran *grain* dari masing-masing bidang kristal lapisan tipis yang terbentuk terutama pada orientasi bidang kristal (100) dan (101).

5.2 Saran

Pada pembuatan lapisan tipis PZT diharapkan dapat menentukan pelarut yang digunakan sebagai penyetabil yang lebih baik serta perlu dilakukan pengukuran terhadap konsentrasi dari masing-masing unsur logam dalam lapisan tipis PZT sehingga dapat dibandingkan dengan perbandingan konsentrasi yang diberikan. Variasi temperatur *annealing* serta pengeringan ataupun evaporasi setelah *spin coating* perlu diperhatikan agar lapisan yang terbentuk homogen dan tidak terdapat butiran maupun pecahan pada permukaan lapisan.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



DAFTAR PUSTAKA

- Ajitasaria, J.K. 2008. *Modeling and Analysis of PZT Micropower Generator (Dissertation)*. Auburn University. Alabama. hal. 18-19.
- Anonymous. 2012. *Piezo Theory*. American Piezo Ceramics International, Ltd. USA.
- Azizahwati. 2002. Studi Morfologi Permukaan Film Tipis $\text{PbZr}_{0,525}\text{Ti}_{0,475}\text{O}_3$ yang Ditumbuhkan dengan Metode DC *Unbalanced Magnetron Sputtering*. *Jurnal Natur Indonesia*. Vol. 5(1): 50-56.
- Bhushan, B. 2007. *Handbook of Nanotechnology*. Ohio State University. Columbus USA. hal. 316.
- Brinker, C.J. 1990. *Sol-Gel Science*. Academic Press, Inc. London. hal. 2.
- Callister, W.D. 2001. *Fundamentals of Materials Science and Engineering*. John Wiley & Sons, Inc. New York. hal. S-124.
- Ciupina, V., S. Zamfirescu, dan G. Prodan. 2007. Evaluation of Mean Diameter Values Using Scherrer Equation Applied to Electron Diffraction Images. *Nanotechnology-Toxicological Issues and Enviromental Safety*. Ovidius University of Constanta. Romania. hal. 231-232.
- Cullity, B.D. 1956. *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. Massachusetts. hal. 17-18.
- Fava, R. 1980. *Methods of Experimental Physics*. Academic Press, Inc. New York. Hal. 300.
- Giurgiutiu, V. 2008. *Structural Health Monitoring with Piezoelectric Wafer Active Sensors*. Elsevier. USA. hal. 29.
- He, B.B. 2009. *Two-Dimensional X-Ray Diffraction*. John Wiley & Sons, Inc. New Jersey.
- Hellstrom, S.L. 2007. Basics Models of Spin Coating. *Submitted As Coursework For Physics 210*. Stanford University.
- Khursheed, A. 2011. *Scanning Electron Microscope Optics and Spectrometers*. World Scientific Publishing Co. Singapore. hal. 3.
- Lappalainen, J., J. Frantti dan V. Lantto. 1998. Particulate Formation in PZT Thin Films during Pulsed Laser Ablation Deposition. *Journal of the Korean Physical Society*. Vol. 32: S1183-S1186.

- Luurtsema, G.A. 1997. *Spin Coating for Rectangular Substrates (Thesis)*. University of California. Berkeley. hal. 4-7.
- Masruroh dan M. Toda. 2011. Asymmetric Hysteresis Loops, Leakage Current and Capacitance Voltage Behaviors in Ferroelectric PZT Films Deposited on a Pt/Al₂O₃/SiO₂/Si Substrate by MOCVD method with a vapor-deposited Gold Top Electrode. *International Journal of Applied Physics and Mathematics*. Vol. 1(2): 144-148.
- Masruroh, M. Umeda dan M. Toda. 2012. Influence of Temperature Annealing on the Crystallization, Hysteresis Loops and Leakage Current in Au/PZT/Pt/TiO₂/Si(100) Films Grown by Low Temperature MOCVD Method. *International Journal of Applied Physics and Mathematics*. Vol. 2(6): 454-457.
- Mitzi, D.B. 2009. *Solution Processing of Organic Materials*. John Wiley & Sons, Inc. New Jersey. hal. 50-51.
- Niederberger, M. dan N. Pinna. 2009. Aqueous and Nonaqueous Sol-Gel Chemistry. *Metal Oxide Nanoparticles in Organic Solvents: Synthesis, Formation, Assembly and Application*. hal. 10.
- Pandey, S.K., dkk. 2005. *Structural, Ferroelectric and Optical Properties of PZT Thin Films*. Pilani Goa Campus. India. hal. 135.
- Rahmayeni, dkk. 2007. Pembuatan Lapisan Tipis dan Serbuk Timbal Titanat dengan Metode Sol-Gel. *J. Ris. Kim.* Vol. 1(1): 33.
- Sahu, N., B. Parija dan S. Panigrahi. 2009. *Fundamental Understanding and Modeling of Spin Coating Process: A Review*. National Institute of Technology. India. hal. 493-494.
- Sebayang, P., dkk. Optimasi Proses Sinter dari Keramik Timbal Zirkonat Titanat (PZT) dan Kajian Sifat Fisisnya. *Teknologi Indonesia*. Vol. 28: 5.
- Shin, K.Y., dkk. 2006. Methodology for Force Measurement Using Piezoelectric Ceramic. *World Congress on Medical Physics and Biomedical Engineering 2006 (Proceedings)*. Vol. 2 Track 06. COEX Seoul. hal. 853.
- Suneel, S.D. 1956. *Nanotechnology: Bottom-Up Approach*. Gitam University. India.
- Sutanto, H., dkk. 2008. Penumbuhan Lapisan Tipis Semikonduktor GaN Di Atas Substrat Silikon dengan Metode Sol-Gel. *Rekayasa Kimia dan Proses 2008 (Proceedings)*. hal. H-008-1.

- Schweitzer, Jim. 2010. *Scanning Electron Microscope*. Purdue University. West Lafayette. USA.
- Wang, Chun. 2007. *Investigation of Sputtered Ferroelectric Thin Films on Si Substrates (Dissertation)*. Carnegie Mellon University. Pittsburgh. hal. 16.
- Yi-Chu Hsu. 2006. *1-10 μm PZT Films Grown by Modified Sol-Gel Method*. Southern Taiwan University of Technology. Taiwan.
- Zhong-Cheng Qiu, dkk. 2009. Hydrothermal Synthesis of $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ Powders at Low Temperature and Low Alkaline Concentration. *Bull. Mater. Sci.* Vol. 32(2): 193-197.



UNIVERSITAS BRAWIJAYA

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



LAMPIRAN

Lampiran 1 Data hasil uji XRD

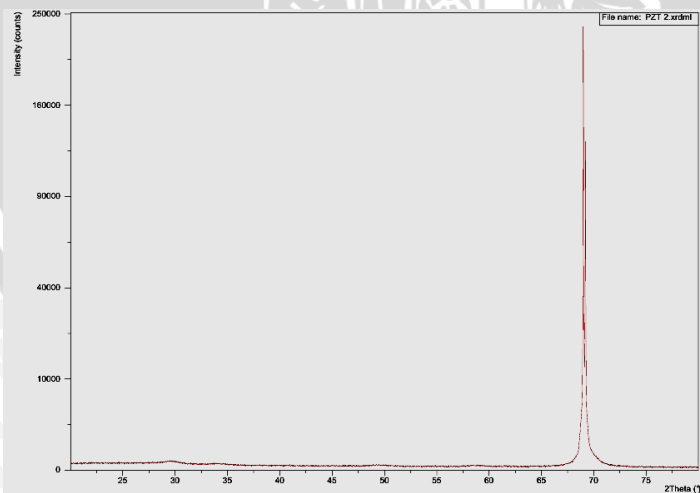
1. Lapisan tipis PZT dengan volume larutan 100 μL

Anchor Scan Parameter

Dataset Name	PZT dengan volume larutan 100 μL
File name	E:\X'Pert Data\UB\Fisika\Mukhlis\010712\ dengan volume larutan 100 μL .xrdml
Comment	untuk mineral Configuration=Stage Flat Samples, Owner=User-1, Creation date=9/15/2009 2:20:30 PM Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001 Sample stage=PW3071/xx Bracket Diffractometer system=XPERT-PRO Measurement program=20-80 step0.02, Owner=User-1, Creation date=8/20/2010 9:53:31 AM 25 min mineral
Measurement Date / Time	7/2/2012 11:22:32 AM
Operator	State Univ of Malang
Raw Data Origin	XRD measurement (*.XRDML)
Scan Axis	Gonio
Start Position [$^{\circ}2\text{Th.}$]	200.100
End Position [$^{\circ}2\text{Th.}$]	799.900
Step Size [$^{\circ}2\text{Th.}$]	0.0200
Scan Step Time [s]	0.5000
Scan Type	Continuous
Offset [$^{\circ}2\text{Th.}$]	0.0000

Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.9570
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	0.1000
Measurement	25.00
Temperature [°C]	
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	154.060
K-Alpha2 [Å]	154.443
K-Beta [Å]	139.225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	11063758
Diffractometer Number	0
Goniometer Radius [mm]	240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Graphics



Document History

Insert Measurement:

- | | |
|-----------------------|---|
| - File name | "PZT dengan volume larutan
100 µL.xrdml" |
| - Modification time | "7/2/2012 11:49:05 AM" |
| - Modification editor | "State Univ of Malang" |

Default properties:

- | | |
|--|------------------------|
| - Measurement step axis | "None" |
| - Internal wavelengths used from
anode material | Copper (Cu) |
| - Original K-Alpha1 wavelength | "1.54060" |
| - used K-Alpha1 wavelength | "1.54060" |
| - Original K-Alpha2 wavelength | "1.54443" |
| - used K-Alpha2 wavelength | "1.54443" |
| - Original K-Beta wavelength | "1.39225" |
| - used K-Beta wavelength | "1.39225" |
| - Dist. focus to div. slit | "91.00000" |
| - Irradiated length | "10.00000" |
| - Spinner used | "No" |
| - Linear detector mode | "None" |
| - length Linear detector | "2" |
| - step axis value | "0.00000" |
| - Offset | "0.00000" |
| - Sample length | "10.00000" |
| - Modification time | "7/2/2012 11:49:05 AM" |
| - Modification editor | "State Univ of Malang" |

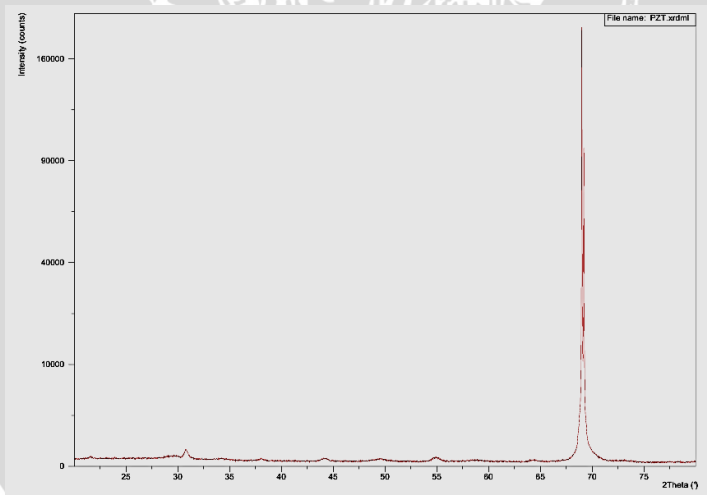
2. Lapisan tipis PZT dengan volume larutan 200 μ L

Anchor Scan Parameter

Dataset Name	PZT dengan volume larutan 200 μ L
File name	E:\X'Pert Data\UB\Fisika\Mukhlis\010712\PZT dengan volume larutan 200 μ L.xrdml
Comment	thin film series Si Configuration=Stage Flat Samples, Owner=User-1, Creation date=9/15/2009 2:20:30 PM Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.01 Sample stage=PW3071/xx Bracket Diffractometer system=XPERT-PRO Measurement program=20-80 deg step0.02 deg, Owner=User-1, Creation date=8/25/2010 8:43:23 AM Silikon film series
Measurement Date / Time	7/2/2012 10:13:31 AM
Operator	State Univ of Malang
Raw Data Origin	XRD measurement (*.XRDML)
Scan Axis	Gonio
Start Position [$^{\circ}$ 2Th.]	200.100
End Position [$^{\circ}$ 2Th.]	799.900
Step Size [$^{\circ}$ 2Th.]	0.0200
Scan Step Time [s]	0.5000
Scan Type	Continuous
Offset [$^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [$^{\circ}$]	0.9570
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	0.1000

Measurement	25.00
Temperature [°C]	
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	154.060
K-Alpha2 [Å]	154.443
K-Beta [Å]	139.225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	11063758
Diffractometer Number	0
Goniometer Radius [mm]	240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Graphics



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel.Int. [%]
21.5725	25.66	0.4723	4.1195	0.01
30.7880	191.88	0.2362	2.9042	0.10
34.1123	13.72	0.9446	2.6284	0.01
38.0648	25.51	0.6298	2.3641	0.01
44.2007	28.78	0.6298	2.0491	0.01
49.5581	25.26	0.6298	1.8394	0.01
54.8426	44.74	0.7085	1.6740	0.02
64.2930	17.22	0.6298	1.4489	0.01
69.0037	194218.10	0.0720	1.3599	100.00
69.1964	101636.50	0.0720	1.3600	52.33

Document History

Insert Measurement:

- File name "PZT dengan volume larutan 100 µL.xrdml"
- Modification time "7/2/2012 11:15:10 AM"
- Modification editor "State Univ of Malang"

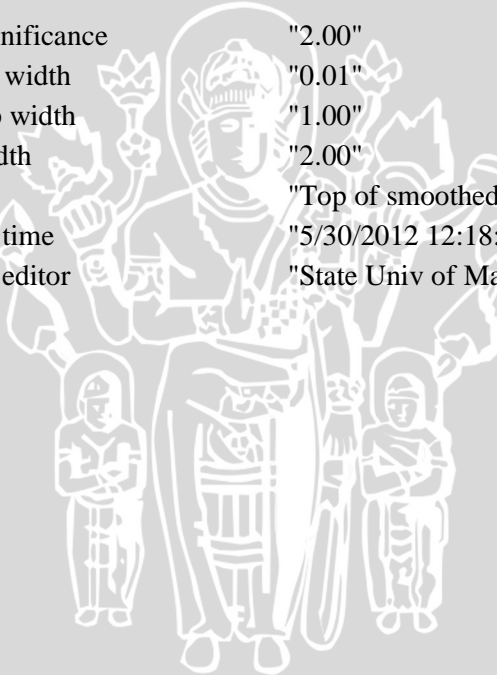
Default properties:

- Measurement step axis "None"
- Internal wavelengths used from anode material Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength "1.54060"
- used K-Alpha1 wavelength "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength "1.54443"
- used K-Alpha2 wavelength "1.54443"
- Original K-Beta wavelength "1.39225"
- used K-Beta wavelength "1.39225"
- Dist. focus to div. slit "91.00000"

- Irradiated length	"10.00000"
- Spinner used	"No"
- Linear detector mode	"None"
- length Linear detector	"2"
- step axis value	"0.00000"
- Offset	"0.00000"
- Sample length	"10.00000"
- Modification time	"7/2/2012 11:15:10 AM"
- Modification editor	"State Univ of Malang"

Search Peaks:

- Minimum significance	"2.00"
- Minimum tip width	"0.01"
- Maximum tip width	"1.00"
- Peak base width	"2.00"
- Method	"Top of smoothed peak"
- Modification time	"5/30/2012 12:18:53 PM"
- Modification editor	"State Univ of Malang"



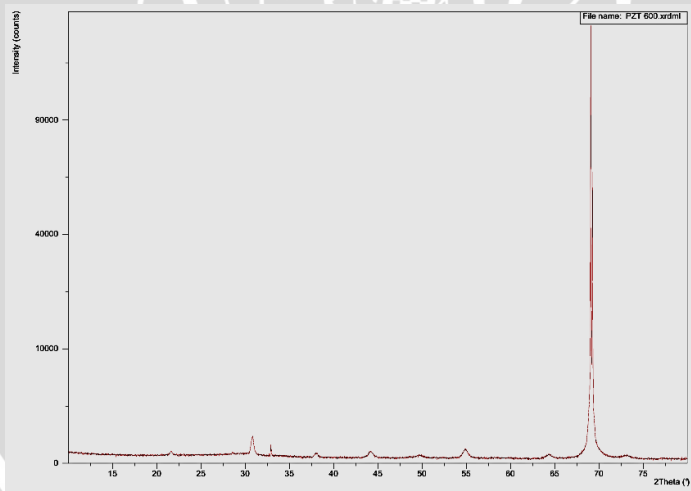
3. Lapisan tipis PZT dengan volume larutan 300 μ L

Anchor Scan Parameter

Dataset Name	PZT dengan volume larutan 300 μ L
File name	E:\X'Pert Data\UB\Fisika\Mukhlis\010812 (PZT 500,600,700)\PZT dengan volume larutan 300 μ L.xrdml
Comment	thin film series Si Configuration=Stage Flat Samples, Owner=User-1, Creation date=9/15/2009 2:20:30 PM Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001 Sample stage=PW3071/xx Bracket Diffractometer system=XPERT-PRO Measurement program=10-80 0.02, Owner=User-1, Creation date=8/25/2010 1:58:01 PM Silikon film series
Measurement Date / Time	08/02/2012 8:47:03 AM
Operator	State Univ of Malang
Raw Data Origin	XRD measurement (*.XRDML)
Scan Axis	Gonio
Start Position [$^{\circ}$ 2Th.]	100.100
End Position [$^{\circ}$ 2Th.]	799.900
Step Size [$^{\circ}$ 2Th.]	0.0200
Scan Step Time [s]	0.5000
Scan Type	Continuous
Offset [$^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [$^{\circ}$]	0.9570
Specimen Length [mm]	10.00

Receiving Slit Size [mm]	0.1000
Measurement	25.00
Temperature [°C]	
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	154.060
K-Alpha2 [Å]	154.443
K-Beta [Å]	139.225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	11063758
Diffractometer Number	0
Goniometer Radius [mm]	240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Graphics



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel.Int. [%]
21.6217	66.11	0.1181	4.1102	0.04
30.8366	483.59	0.1378	2.8998	0.33
32.8947	202.37	0.0590	2.7229	0.14
38.0254	48.91	0.3149	2.3665	0.03
44.1784	79.00	0.3149	2.0501	0.05
49.7740	19.45	0.5510	1.8319	0.01
54.8822	122.67	0.2362	1.6729	0.08
64.3875	36.60	0.4723	1.4470	0.02
69.0738	146946.70	0.0720	1.3587	100.00
69.2684	64676.98	0.0960	1.3587	44.01
73.0884	20.38	0.9600	1.2937	0.01

Document History

Insert Measurement:

- File name "PZT dengan volume larutan
300 µL.xrdml"
- Modification time "8/2/2012 9:52:29 AM"
- Modification editor "State Univ of Malang"

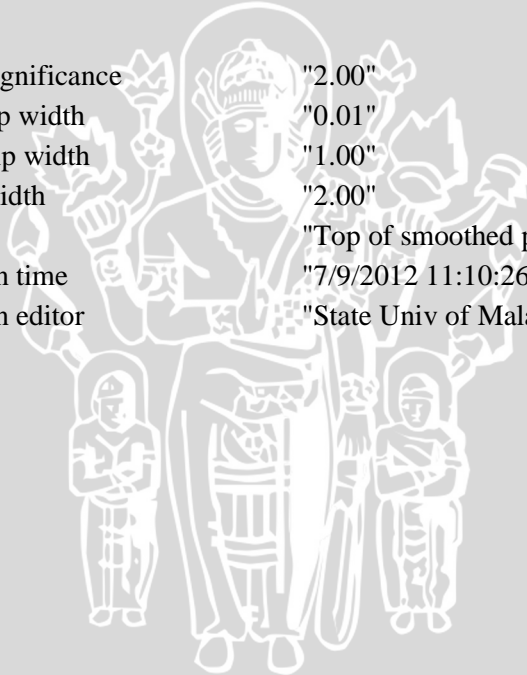
Default properties:

- Measurement step axis "None"
- Internal wavelengths used from
anode material Copper (Cu)
- Original K-Alpha1 wavelength "1.54060"
- used K-Alpha1 wavelength "1.54060"
- Original K-Alpha2 wavelength "1.54443"
- used K-Alpha2 wavelength "1.54443"
- Original K-Beta wavelength "1.39225"
- used K-Beta wavelength "1.39225"

- Dist. focus to div. slit	"91.00000"
- Irradiated length	"10.00000"
- Spinner used	"No"
- Linear detector mode	"None"
- length Linear detector	"2"
- step axis value	"0.00000"
- Offset	"0.00000"
- Sample length	"10.00000"
- Modification time	"8/2/2012 9:52:29 AM"
- Modification editor	"State Univ of Malang"

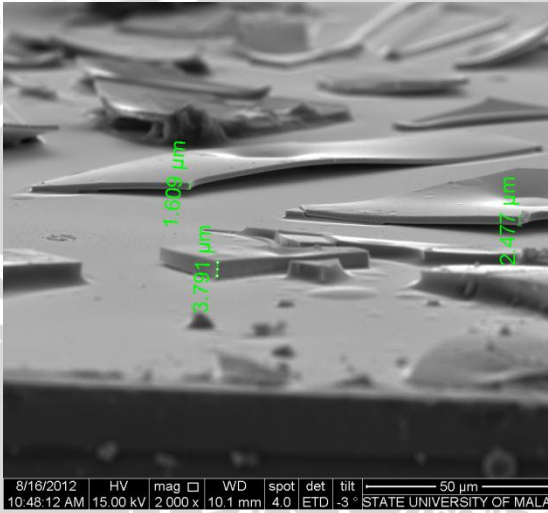
Search Peaks:

- Minimum significance	"2.00"
- Minimum tip width	"0.01"
- Maximum tip width	"1.00"
- Peak base width	"2.00"
- Method	"Top of smoothed peak"
- Modification time	"7/9/2012 11:10:26 AM"
- Modification editor	"State Univ of Malang"

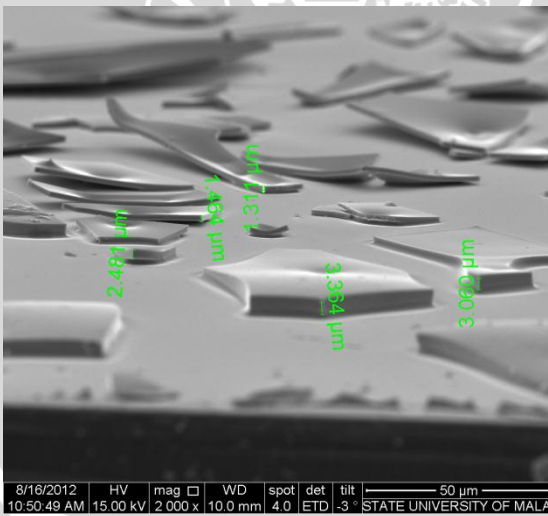


Lampiran 2 Data hasil uji SEM

1. Permukaan dan penampang melintang lapisan tipis PZT dengan volume larutan 100 μL

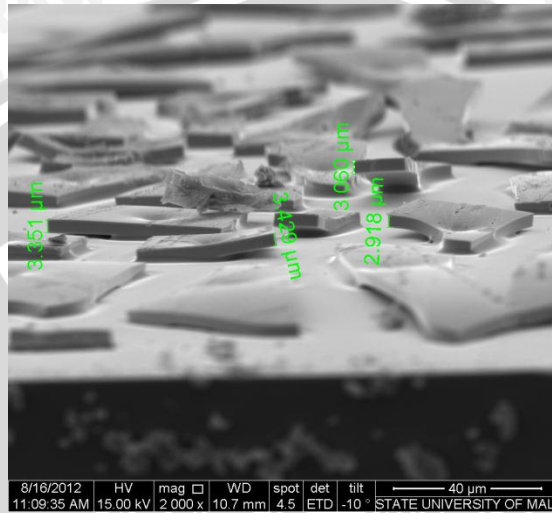


Permukaan dan penampang melintang lapisan di sisi a

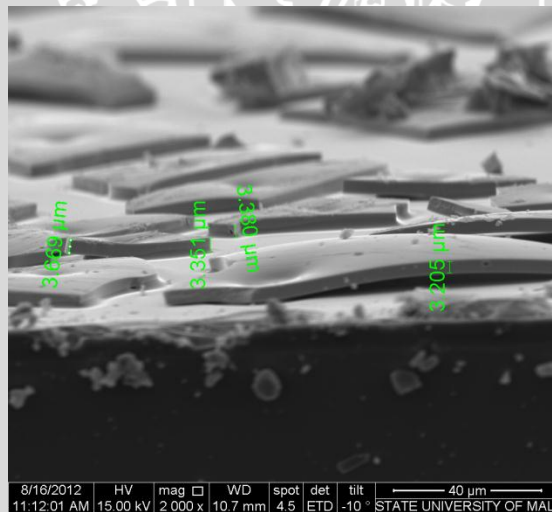


Permukaan dan penampang melintang lapisan di sisi b

2. Permukaan dan penampang melintang lapisan tipis PZT dengan volume larutan 200 μL

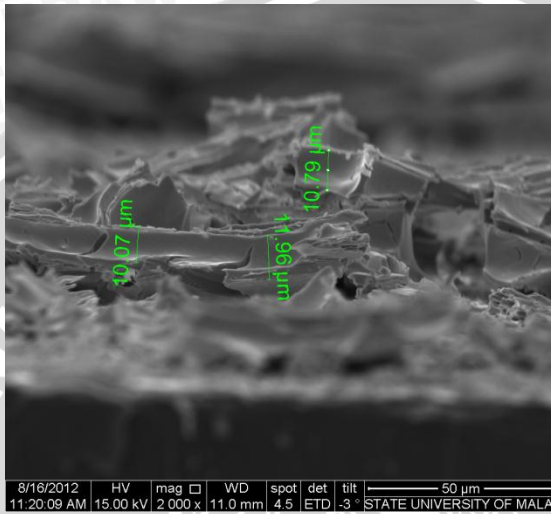


Permukaan dan penampang melintang lapisan di sisi a

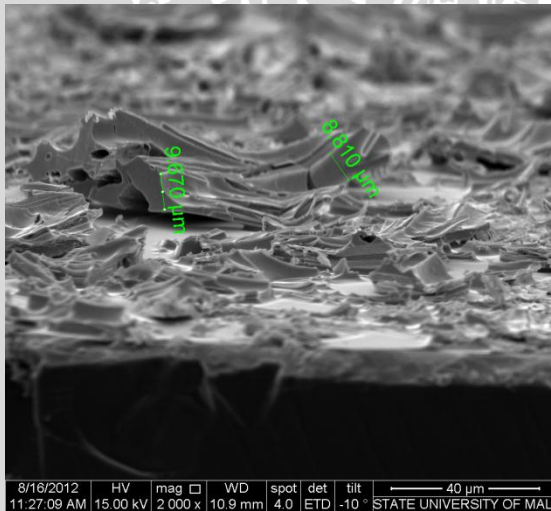


Permukaan dan penampang melintang lapisan di sisi b

3. Penampang melintang lapisan tipis PZT dengan volume larutan 300 μL



Permukaan dan penampang melintang lapisan di sisi a



Permukaan dan penampang melintang lapisan di sisi b

Lampiran 3 Gambar alat dan bahan

1. Gambar alat yang digunakan dalam penelitian



Oven Memmert UL30



Furnace Thermolyne 48000



X-Ray Diffraction Panalytical Expert Pro



Scanning Electron Microscope FEI Inspect-S50

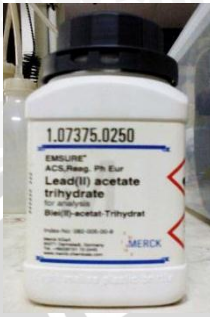


Spin coater VTC-100 + vacuum pump



Sonicator Branson 2510

2. Gambar bahan yang digunakan dalam penelitian



Timbal (II) asetat trihidrat
($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)



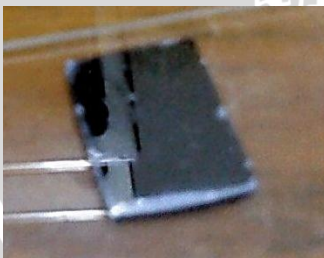
Zirkonium (IV) propoksida
($\text{Zr}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$)



Titanium (IV) propoksida
($\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$)

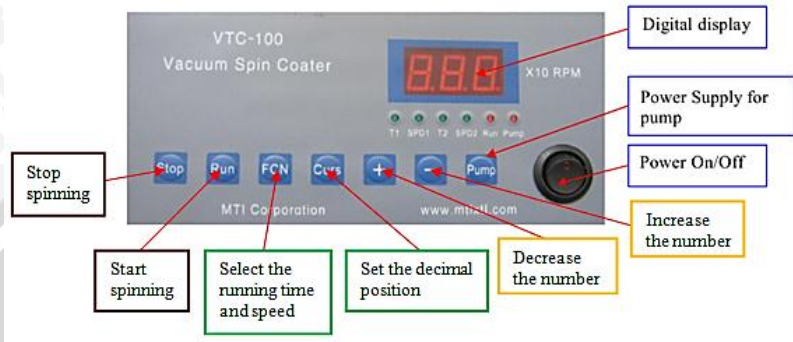


Polietilen Glikol (PEG 400)



Silicon wafer

Lampiran 4 Manual operasi *spin coater* VTC-100



Berikut merupakan manual operasi dari *spin coater* yang digunakan dalam pembuatan lapisan tipis:

1. *Spin coater* dinyalakan dengan cara menekan tombol *power*.
2. Tekan FCN dan jika lampu indikator tepat berada di atas T1 maka waktu putaran pertama dapat diatur dengan menekan tombol “+” atau “-” dan tombol “Curs” untuk mengatur posisi desimal. Rentang waktu yang dapat diatur berkisar antara 1-60 detik.
3. Ulangi langkah ke-2 untuk mengatur kecepatan putaran pertama SPD1. Rentang kecepatan yang dapat diatur berkisar antara 500-8000 RPM. Kecepatan putaran yang ditentukan dapat dilihat pada *display digital* dengan faktor pengali 10 RPM.
4. Ulangi langkah ke-2 dan ke-3 untuk mengatur T2 (waktu putaran kedua) dan SPD2 (kecepatan putaran kedua).
5. Tekan tombol “Pump” untuk merekatkan substrat pada rotor.
6. Tekan tombol “Run” untuk memulai SPD1 dan T1 dan kemudian secara otomatis berpindah ke SPD2 dan T2.
7. Tunggu hingga keseluruhan proses *spinning* selesai.
8. Pompa akan berhenti secara otomatis.
9. Sampel dikeluarkan dari *spin coater*.