



STUDI KARAKTERISASI XRD PADA MATERIAL CNT MELALUI VARIASI TEGANGAN HOT WIRE

Kurniati Abidin^{1*}, Rahmaniah Ilham¹, Hernawati¹, Sefrilita R.A.R¹, Dirwan¹

¹Jurusan Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar.

*Corresponding Address: kurniati.abidin@uin-alauddin.ac.id

Info Artikel

Riwayat artikel

Dikirim: Jan 20, 2023
Direvisi : Feb 15, 2023
Diterima: Feb 19, 2023

Kata Kunci:

Carbon Nanotube;
XRD;;
HWC in plasma VHF PECVD;
Hot Wire;

DOI:

10.24252/jpf.v11i1.35554

ABSTRAK

Analisis XRD menggunakan *software search-match* telah dilakukan pada material *Carbon Nanotube* (CNT). Analisis tersebut bertujuan untuk mengetahui senyawa yang terbentuk di permukaan substrat. CNT berkatalis Ag yang ditumbuhkan diatas substrat kaca preparat (SiO₂) dideposisi melalui metode HWC-in plasma VHF PECVD dengan variasi tegangan *hot wire*. Ditemukan senyawa yang terbentuk pada permukaan substrat berturut turut pada tegangan 2,6 V, 4 V dan 6 V yaitu C₆₀(TiCl₄)₃, C₆₀Br₄Cl₄(TiCl₄), serta C₆₀S₁₆. Dari ketiga jenis tegangan yang digunakan terlihat adanya senyawa C₆₀ yang merupakan salah satu dari struktur fullerenes. Sedangkan unsur lain yang terbentuk pada hasil senyawa merupakan puritas yang diperkirakan diperoleh dari sisa gas sebelum proses deposisi. Dari ketiga tegangan *hot wire* dalam deposisi, dihasilkan CNT dengan tegangan 2,6 V yang merupakan tegangan *hot wire* terbaik. Hal ini disebabkan karena puncak dengan intensitas tertinggi berada pada posisi 2θ yang terdekat dari *database* CNT.

ABSTRACT

XRD analysis using *search-match* software has been carried out on Carbon Nanotube (CNT) material. The analysis aims to determine the compounds formed on the surface of the substrate. Ag-catalyzed CNTs grown on a glass preparation substrate (SiO₂) were deposited via the HWC-in plasma-VHF-PECVD method with variations in hot wire voltage. The compounds formed on the substrate surface at 2.6 V, 4 V and 6 V, respectively, were C₆₀(TiCl₄)₃, C₆₀Br₄Cl₄(TiCl₄), and C₆₀S₁₆. Of the three types of stress used, it can be seen that there is a C₆₀ compound which is one of the fullerenes structures. At the same time, the other elements formed in the resulting compound are purities estimated to be obtained from the remaining gas before the deposition process. Of the three hot wire voltages in deposition, the best CNT was produced from the hot wire with applied voltage of 2,6 V since its highest peak closely match the CNT database.

PENDAHULUAN

Sejak awal abad 19 material *Carbon Nanotube* (CNT) telah mendapat perhatian khusus disebabkan oleh pengaplikasiannya yang meluas diberbagai bidang. Dari bidang elektronik (transistor dan penyimpan energi) sampai bidang bioteknologi (sensor, aktuator dan drug delivery). Hal tersebut tidak terlepas dari sifat sifat unik yang dimiliki CNT seperti kekuatan mekanik yang tinggi, aspek rasio serta luas permukaan yang besar, konduktivitas listrik dan termal yang tinggi [1].

CNT, fullerenes dan graphene merupakan beberapa dari alotrof karbon. *Fullerenes* merupakan lembaran graphene berbentuk cincin dengan kisi heksagonal dan pentagonal. Sedangkan graphene terdiri dari satu lapisan atom karbon yang tersusun dalam kisi heksagonal dua dimensi. Lembaran graphene [2] yang tergulung membentuk tabung dikenal dengan istilah carbon nanotube (CNT).

Terdapat dua metode dalam mensistesis CNT yaitu melalui metode physical vapor deposition (PVD) dan chemical vapor deposition (CVD). Metode PVD atau melalui proses fisika metode tersebut dibagi ke dalam dua kategori yaitu sputtering dan thermal evaporation [3]. Adapun metode CVD atau merupakan metode penguapan secara kimiawi diantaranya adalah Atmospheric Pressure CVD (APCVD), Low-pressure CVD (LPCVD) dan Plasma Enhanced CVD (PECVD) [4].

PECVD merupakan proses deposisi thin film di atas substrat dengan temperatur yang rendah jauh lebih rendah dibandingkan dengan metode CVD lainnya. Serta menggunakan plasma sebagai sumber energi yang berfungsi mengurai gas reaktif. Salah satu cara untuk membangkitkan plasma dalam chamber PECVD yaitu menggunakan radio frekuensi (rf) [5], dengan frekuensi sebesar 13,56 MHz. Sedangkan PECVD yang menggunakan frekuensi sebesar 70 MHz dikenal dengan sebutan VHF-PECVD [2].

Terdapat beberapa jenis pengujian dalam mengkarakterisasi CNT yang dideposisi, diantaranya *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk melihat morfologi, *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) untuk mengetahui unsur lapisan, Spektroskopi Raman untuk mengetahui kualitas CNT, serta uji *X-Ray Disfraction* (XRD) untuk mengetahui struktur fasa dan membuktikan keberadaan CNT pada lapisan, hasil XRD tersebut dapat dianalisa menggunakan *software search-match*, MAUD, maupun *rietveld* [6].

Dalam tulisan ini, dipaparkan hasil karakterisasi XRD pada material CNT/Ag di atas substrat SiO₂ yang dideposisi menggunakan metode HWC *in plasma* VHF PECVD. Metode ini dilakukan dengan variasi tegangan *hot wire*, yang sekaligus merupakan kebaruan dalam penelitian ini. Dimana sebelumnya belum pernah dilakukan hal serupa, terkhusus dengan menggunakan metode yang dilakukan penulis.

METODE

Terdapat 5 (lima) tahap utama dalam penelitian ini, meliputi tahap persiapan sampel, tahap deposisi katalis, annealing, deposisi CNT serta tahap karakterisasi sampel. Tahap deposisi katalis menggunakan metode thermal evaporation dengan source Ag. Serta deposisi CNT menggunakan metode HWC *in plasma* - VHF-PECVD.



Gambar 1. Alat *Digital Ultrasonic Cleaner*, berfungsi untuk membersihkan permukaan *substrate*.

Tahap persiapan dilakukan dengan membersihkan kaca preparat menggunakan *digital ultrasonic cleaner* (Gambar 1) dengan 3 (tiga) jenis larutan yang berbeda. Larutan pertama menggunakan *methanol*, dilanjutkan dengan larutan *acetone*, serta terakhir menggunakan *aquades*. Larutan tersebut secara bergantian dimasukkan ke dalam gelas pembersih, tempat *substrate* diletakkan secara rapi. *Ultrasonic* tersebut dinyalakan masing-masing 30 menit untuk setiap larutan.

Tahap selanjutnya adalah deposisi katalis menggunakan metode *vacuum thermal evaporation* (Gambar 2). Logam Ag sebesar 2,8 mg merupakan logam yang bertindak sebagai katalis, dievaporasi selama 20 detik. Tekanan chamber 10^{-5} Torr dengan arus 50 A. Dilanjutkan dengan tahap *annealing* menggunakan *furnace* (Gambar 3), pada suhu 400°C selama 3 jam.



Gambar 2. Alat *Vacuum Thermal Evaporation*, BATAN Yogyakarta.



Gambar 3. Alat *Furnace*, LABORATORIUM MOVCD, ITB Bandung.

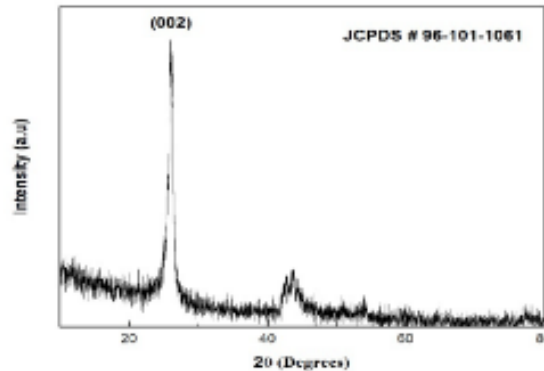
Deposisi CNT merupakan tahap penting dalam penelitian ini, karena merupakan tahap yang menjadi penentu kualitas CNT yang terbentuk. CNT tersebut dideposisi menggunakan metode HWC *in plasma* VHF-PECVD (Gambar 4). Dengan variasi tegangan *hot wire* (2,6 V, 4 V serta 6 V). Laju alir gas methane sebesar 50 sccm, temperatur substrat sebesar 275°C, serta lama penumbuhan 1 jam. Dilanjutkan dengan tahap karakterisasi menggunakan *X Ray diffraction* (XRD), serta *software search-match* untuk menganalisa data yang dihasilkan.



Gambar 4. Alat PECVD, dengan metode HWC *in plasma* VHF-PECVD, ITB Bandung.

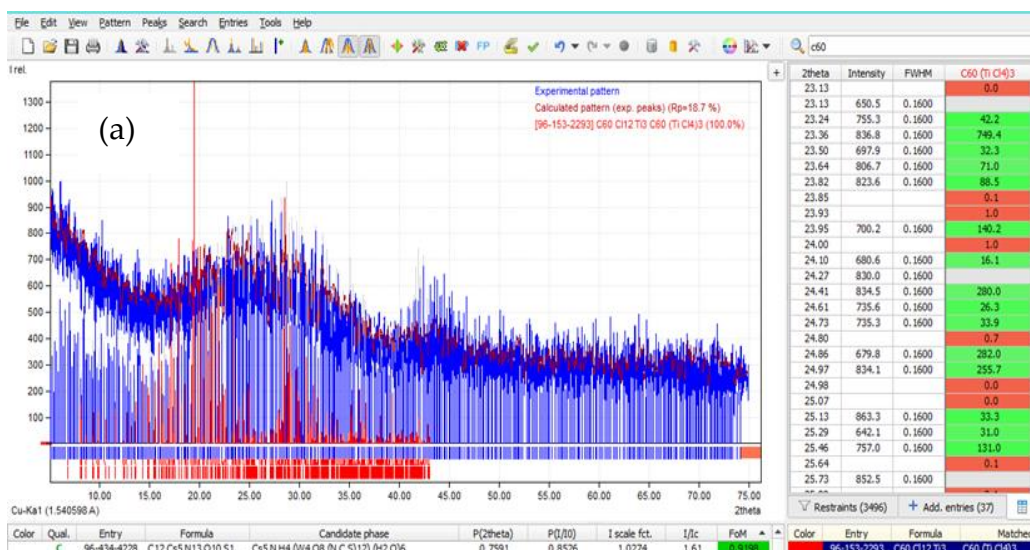
HASIL DAN PEMBAHASAN

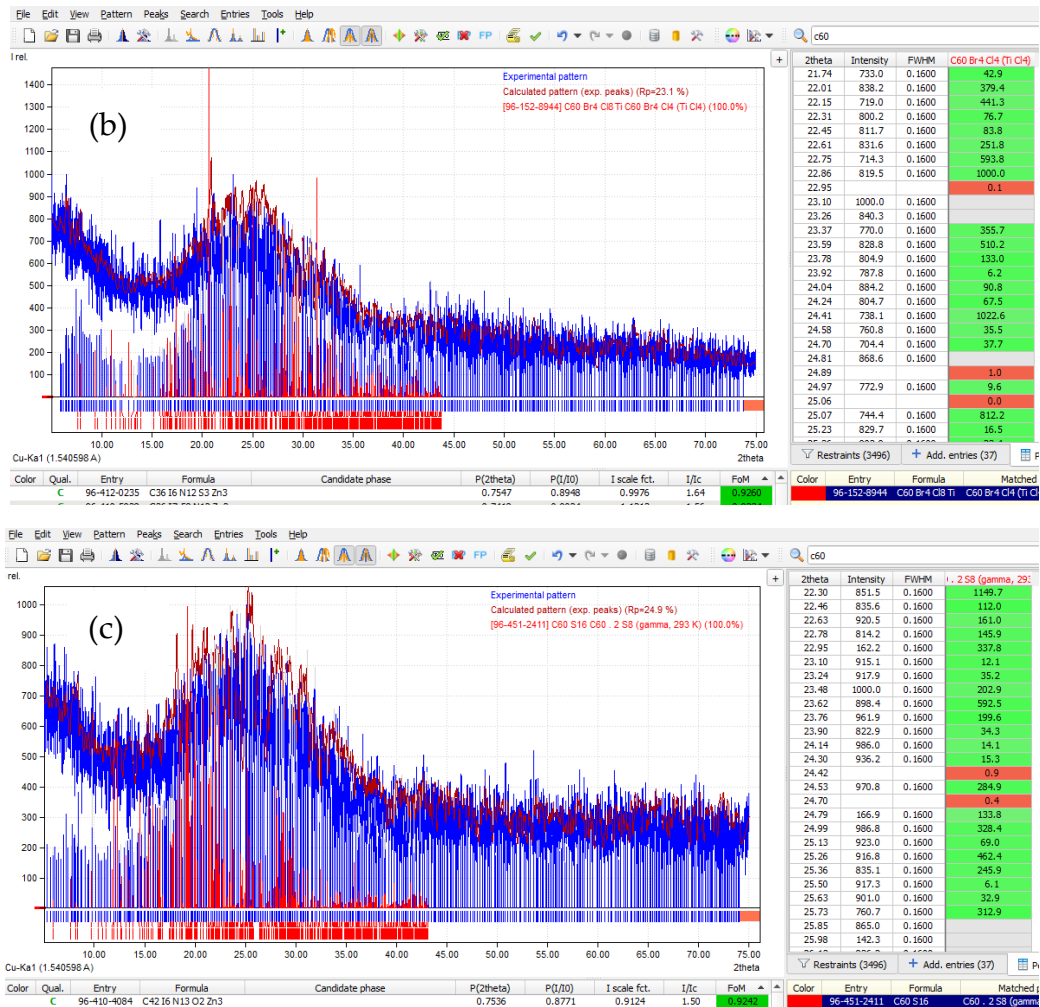
Hasil uji XRD pada tiga jenis sampel dilanjutkan dengan analisa data menggunakan *software search-match*. Software tersebut dapat digunakan untuk membuktikan ada atau tidak adanya CNT yang terbentuk pada sampel yang diuji. Hal tersebut dapat dilakukan dengan membandingkan pola pada *reference* CNT yang diperoleh dari *crystallography open database* (Gambar 5). Berdasarkan database pola XRD CNT tersebut terdapat puncak pada $2\theta = 26,2989^\circ$. Puncak ini merupakan pola acuan pada sampel CNT yang diuji. Sehingga, keberadaan puncak ini merupakan eksistensi CNT.



Gambar 5. Pola XRD CNT (Database JSPDDS#95-101-1061)

Berdasarkan database pola XRD CNT (Gambar 5) terdapat puncak pada $2\theta = 26,2989^\circ$. Puncak ini merupakan pola acuan pada sampel CNT yang diuji. Sehingga, keberadaan puncak ini merupakan eksistensi CNT. (Gambar 6).





Gambar 6. Analisa data difraksi XRD CNT, pada hot wire (a) 2,6 V, (b) 4 V dan (c) 6 V.

Gambar 6.(a) ditemukan puncak pada $2\theta = 25,13^\circ$ dengan intensitas 863,3; Gambar 6.(b) terdapat puncak pada $2\theta = 24,81^\circ$ dengan intensitas 868,6; serta Gambar 6.(c) terdapat puncak pada $2\theta = 24,99^\circ$ dengan intensitas 986,8. Berdasarkan ketiga gambar hasil analisa *search-match* tersebut, diperoleh sebuah puncak disekitar $2\theta = 25^\circ$ sesuai dengan referensi dalam database CNT pada Gambar 5. Hal ini menandakan lapisan yang dikarakterisasi merupakan lapisan CNT. Namun, dari ketiga jenis variasi CNT yang mendekati referensi posisi 2θ adalah CNT yang dideposisi dengan hot wire 2,6 V. Sehingga tegangan hot wire yang sesuai untuk deposisi CNT adalah pada tegangan hot wire 2,6 V.

Adapun fasa yang terbentuk dari ketiga jenis CNT tersebut adalah $C_{60}(TiCl_4)_3$; $C_{60}Br_4Cl_4(TiCl_4)$ serta $C_{60}S_{16}$ berturut-turut untuk 2,6 V, 4 V dan 6 V. C_{60} merupakan fasa dari fullerenes, adapun unsur lain yang membentuk senyawa merupakan furitas dari kaca preperat atau unsur lain yang dideposisi sebelumnya.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisa XRD terhadap tiga jenis sampel membuktikan bahwa sampel yang dianalisa merupakan lapisan CNT. Hasil tersebut dibuktikan dengan kesesuaian pola XRD terhadap *database cyrtallography* CNT. Selain itu, juga dihasilkan fasa yang terdapat C_{60} yang merupakan senyawa *fullerenes*. Dari ketiga jenis variasi *hot wire* 2,6 V, 4 V dan 6 V terdapat senyawa $C_{60}(TiCl_4)_3$, $C_{60}Br_4Cl_4(TiCl_4)$, serta $C_{60}S_{16}$. Sedangkan unsur lain yang bergabung dalam senyawa yang terbentuk merupakan puritas, hal tersebut dapat dihasilkan dari kaca preparat yang dihasilkan digunakan. Dari ketiga jenis CNT yang dideposisi dengan tegangan *hot wire* berbeda, dihasilkan CNT terbaik pada tegangan *hot wire* 2,6 V dikarenakan posisi intensitas tertinggi berada pada 2θ yang mendekati dengan *database* CNT.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. Venkataraman, E. V. Amadi, Y. Chen, and C. Papadopoulos, "Carbon Nanotube Assembly and Integration for Applications," *Nanoscale Res. Lett.*, vol. 14, no. 1, p. 220, Jul. 2019, doi: 10.1186/s11671-019-3046-3.
- [2] A. Asriani and I. Santoso, "Reduced Graphene Oxide/Polyvinyl Alcohol Nanofibers Fabricated by Electrospinning Technique as An Ideal Candidate for Organic Solar Cell Devices," *JPSE J. Phys. Sci. Eng.*, vol. 6, no. 1, pp. 10–18, 2021.
- [3] A. M. Yusuf *et al.*, "Effect of precursor gas inlet position relative to hot wire cells in HWC-IP-PECVD systems for low-temperature graphene growth," *Mater. Res. Innov.*, vol. 0, no. 0, pp. 1–7, Jun. 2022, doi: 10.1080/14328917.2022.2091353.
- [4] M. A. Yusuf, K. Abidin, A. Eliyana, J. D. Malago, F. A. Noor, and T. Winata, "Nickel thin film preparation and its characterization as catalyst for HWC-in plasma-PECVD-growth graphene," *Mater. Today Proc.*, vol. 44, pp. 3420–3425, 2021.
- [5] A. C. Dissanayake, *Deposition and characterization of carbon nanotubes (CNTS) based films for sensing applications*. Western Michigan University, 2015.
- [6] S. R. A. Rani, "Studi Analisis Data Difraksi Sinar-X Pada Material Zircon Pasir Alam Melalui Metode Rietveld," *JFT J. Fis. Dan Ter.*, vol. 9, no. 1, Art. no. 1, Aug. 2022, doi: 10.24252/jft.v9i1.25470.