



PENGARUH VARIASI WAKTU ANNEALING TERHADAP PERSEN MASSA Ag MELALUI UJI SPEKTROSKOPI EDX

Kurniati Abidin^{1,a*}

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

^akurniati.abidin@uin-alauddin.ac.id

ABSTRACT: The EDX spectroscopy test is a test that aims to determine the composition of the elements contained in the test material. Therefore, in the synthesis of catalysts that require certain metals on the surface, characterization is important. Glass substrate (SiO_2) as a substrate and Silver metal (Ag) as a source are deposited using the vacuum thermal evaporation method. The sample (SiO_2/Ag) was then annealed at a temperature of 400°C with variations in time annealing (15, 30 and 45 minutes). The annealing process causes a shift in the atomic mass on the surface, resulting in a difference in the mass of Ag. However, on the other hand annealing aims to improve the surface structure. Of the three annealing times, the best time with the highest Ag composition occurred at 30 minutes. This time is estimated to occur at the stage of recrystallization of Ag material.

ABSTRAK: Uji spektroskopi EDX merupakan pengujian yang bertujuan untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung dalam material uji. Oleh karena itu, dalam pembuatan katalis yang memerlukan logam tertentu pada permukaan merupakan karakteristik wajib untuk dilakukan. Kaca preparat (SiO_2) sebagai *substrate* serta logam Silver (Ag) sebagai *source* dideposisi menggunakan metode *vacuum thermal evaporation*. Sampel tersebut (SiO_2/Ag) selanjutnya di *annealing* pada temperatur 400°C dengan variasi waktu *annealing* (15, 30 dan 45 menit). Proses *annealing* menyebabkan terjadinya pergeseran massa atom pada permukaan, sehingga terjadi perbedaan massa Ag dalam proses ini. Namun, di sisi lain *annealing* bertujuan untuk memperbaiki struktur permukaan. Dari ketiga waktu *annealing*, dihasilkan waktu terbaik dengan komposisi massa Ag terbanyak terjadi pada waktu 30 menit. Waktu ini diperkirakan terjadi pada tahap rekristalisasi material Ag.

Kata Kunci: Spektroskopi EDX, Waktu *Annealing*, Massa Ag, *Vacuum Thermal Evaporation*.

PENDAHULUAN

Spektroskopi merupakan studi tentang absorpsi serta emisi cahaya dan radiasi lainnya oleh materi, yang terkait dengan panjang gelombang radiasi. Atau dengan kata lain, teknik yang menggunakan radiasi untuk mendapatkan informasi tentang struktur dan

**corresponding author*

kurniati.abidin@uin-alauddin.ac.id

DOI:

sifat materi. Teknik spektroskopi biasanya diklasifikasikan berdasarkan panjang gelombang yang digunakan, interaksi yang terlibat, serta jenis material yang diuji. *Infrared (IR) spectroscopy* adalah spektroskopi yang menggunakan Foton di wilayah spektrum elektromagnetik *infrared* dikenal dengan istilah *Infrared Spectroscopy*, di panjang gelombang *ultraviolet* dan *visible* dikenal dengan istilah *Ultraviolet-Visible (UV-VIS) Spectroscopy*, dan dua jenis spektroskopi yang menggunakan panjang gelombang di wilayah *X-Ray* yaitu *Wavelength-dispersive X-Ray Spectroscopy* dan *Energy-dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX)*.

Teknik EDX Spektroskopi pada umumnya digunakan untuk analisa kualitatif material melalui identifikasi unsur penyusun dalam sampel, serta memberikan hasil semikuantitatif yaitu dengan estimasi perkiraan konsentrasi atau banyaknya unsur pada sampel. Batas deteksi EDX bergantung pada kondisi permukaan sampel, semakin halus permukaan sampel maka semakin rendah batas deteksi (Nasrazadani & Hassani, 2016). EDX dapat mendeteksi unsur mayor dan minor, dengan konsentrasi lebih besar dari 10% massa (mayor) dan konsentrasi minor antara 1 sampai 10% massa. Batas deteksi untuk material bulk adalah 0,1% massa, sehingga EDX tidak dapat mendeteksi unsur *trace* atau unsur yang hanya ada dalam jumlah kecil (Goldstein et al., 2017).

Material *thin film* juga merupakan material yang sering dikarakterisasi menggunakan EDX. Selain untuk mengetahui unsur serta persen massa yang terdapat pada lapisan, EDX juga dapat digunakan untuk mengukur ketebalan lapisan melalui *cross-section image*. Disamping itu spektroskopi EDX memungkinkan analisis yang cepat, *non-destructive* (Sokolov et al., 2016), serta murah dengan tambahan resolusi lateral dalam kisaran mikron (Stenberg & Boman, 1996). Hal tersebut menyebabkan spektroskopi EDX menjadi hal penting dalam sintesis *thin film*.

Sintesis *thin film* melalui metode *thermal evaporation* (Abidin, Yusuf, et al., 2021), *chemical vapour deposition* (Yusuf et al., 2021), *electron beam evaporation* (McNerny et al., 2014), *vacuum gas jet deposition* (Safonov et al., 2019), *DC magnetron sputtering* (Habibi et al., 2020), *chemical bath deposition (CBD)* (Kadhim & Mohammed, 2022a, p. 1) serta beberapa metode sintesis *thin film* lainnya memerlukan tahap *annealing* untuk preparasi selanjutnya. Hal tersebut bertujuan untuk memodifikasi struktur, ketebalan lapisan serta tingkat kekasaran permukaan. Secara kualitatif, hal tersebut dapat dihasilkan melalui variasi temperatur dan waktu *annealing*.

Peristiwa *annealing* pada *thin film* yang disintesis melalui metode CBD, terjadi peningkatan ketebalan serta laju penumbuhan lapisan seiring meningkatnya temperatur *annealing*. Hal tersebut disebabkan akibat pemanasan yang memberikan energi kinetik ion, sehingga terjadi peningkatan jumlah tumbukan. Tahap ini berlangsung sampai mencapai titik jenuh (Kadhim & Mohammed, 2022b, p. 6). Ketika temperatur *annealing* dinaikkan melewati tahap titik jenuh, maka ketebalan menurun akibat desorpsi dan disolusi

(Ouachtari et al., 2011, p. 4). Demikian halnya pada variasi waktu *annealing*, meningkatnya waktu *annealing* menyebabkan meningkatnya ketebalan lapisan, hal tersebut karena adanya perubahan fase dari hexagonal ke kubik (Kadhim & Mohammed, 2022b, p. 7). Namun kembali menurun akibat pengurangan batas butir serta perbaikan struktur kristal *thin film* (*Variation of the Structural, Optical and Electrical... - Google Scholar*, n.d., p. 4).

Metode CBD melalui proses presipitasi menghasilkan bentuk kristal kecil yang kurang baik untuk semikonduktor dibandingkan ukuran kristal yang dihasilkan melalui metode deposisi lainnya (Hodes, 2007, p. 3), demikian halnya untuk deposisi katalis sebagai *cite* penumbuhan CNT. Deposisi katalis sangat tepat ditumbuhkan melalui metode *thermal vacuum evaporation* (Abidin, Keintjem, et al., 2021), namun dalam metode tersebut terdapat beberapa parameter yang dapat divariasikan untuk menghasilkan massa *source* yang banyak. Baik setelah proses deposisi (Abidin, Malago, et al., 2021, p. 1) maupun setelah proses *annealing*.

Banyaknya massa *source* katalis setelah proses *annealing* menjadi sasaran utama selain ukuran *island* yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan katalis akan dijadikan sebagai *cite* penumbuhan CNT, semakin banyak massa katalis yang terdapat pada permukaan substrat maka semakin banyak CNT yang bisa ditumbuhkan. Oleh karena itu dalam tulisan ini disajikan teori, metode serta hasil yang diperoleh dari massa katalis perak (Ag) setelah deposisi melalui metode *vacuum thermal evaporation*.

METODE PENELITIAN

Terdapat 5 (lima) tahap penelitian yang dilakukan dalam kajian ini, yaitu: tahap preparasi sampel, *cleaning substrate*, deposisi Ag, *annealing* serta tahap karakterisasi EDX. Tahap preparasi sampel difokuskan pada pemotongan dan penimbangan logam Ag sebagai *source* katalis. Logam Ag yang digunakan merupakan perak murni dengan kemurnian sekitar 99 - 99,6%, dengan bentuk seperti pada gambar 1. Logam tersebut dipotong sedemikian rupa dan ditimbang sampai mencapai 46 mg.



Gambar 1. Perak murni yang dijadikan *source* katalis

Cleaning substrate merupakan tahap pembersihan *substrate* menggunakan 3 (tiga) jenis cairan pembersih, yaitu *methanol* (CH_3OH), *acetone* ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) serta *aquades* (H_2O). Cairan tersebut digunakan secara bergantian dan ditempatkan pada gelas pembersih. Kaca preparat (*substrate*) yang tersusun rapi di dalam gelas pembersih diletakkan di atas *ultrasonic cleaner* dan dinyalakan masing masing selama 30 menit. Diantara cairan yang satu ke cairan berikutnya dikeringkan menggunakan semprotan gas Nitrogen.

Setelah *substrate* dan *source* Ag disiapkan, maka tahap selanjutnya adalah deposisi *thin film*. Deposisi ini menggunakan metode *vacuum thermal evaporation* dengan tipe TH-350 (Gambar 2). Dioperasikan pada tekanan *chamber* 10^{-5} Torr, arus elektroda 50 A serta jarak antara *substrate* dan massa *source* sejauh 7,5 cm. Melalui parameter tersebut, dihasilkan ketebalan lapisan sebesar 0,242 Å. *Substrate* berkatalis Ag tersebut selanjutnya di-*annealing* pada temperatur 400 °C selama 15, 30 dan 45 menit.



Gambar 2. *Vacuum Thermal Evaporation*, tipe TH-350

HASIL DAN PEMBAHASAN

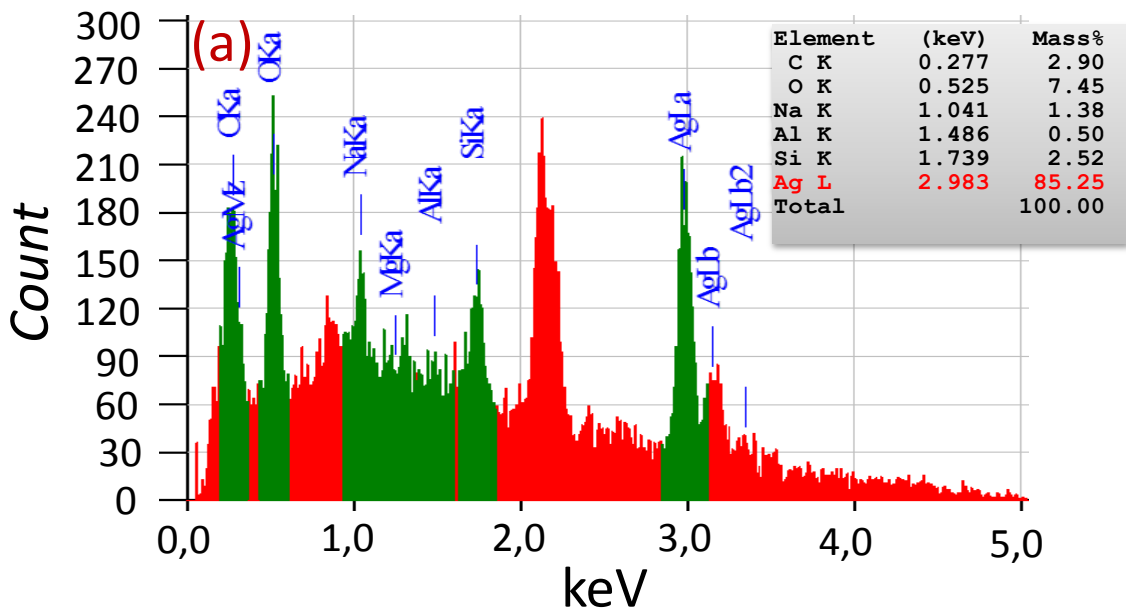
Sampel dengan variasi waktu *annealing* dikarakterisasi menggunakan EDX yang berada di bawah naungan FMIPA ITB Bandung. EDX tersebut dioperasikan dengan tegangan pemercepat sebesar 5 kV. Elektron yang dihasilkan oleh *gun electrone* memiliki energi kinetik yang sebanding dengan tegangan pemercepat tersebut. Elektron datang yang memiliki energi yang cukup untuk menyerang elektron dari kulit atom, menyebabkan terjadinya lubang elektron. Sebuah elektron dari kulit terluar akan mengisi lubang tersebut

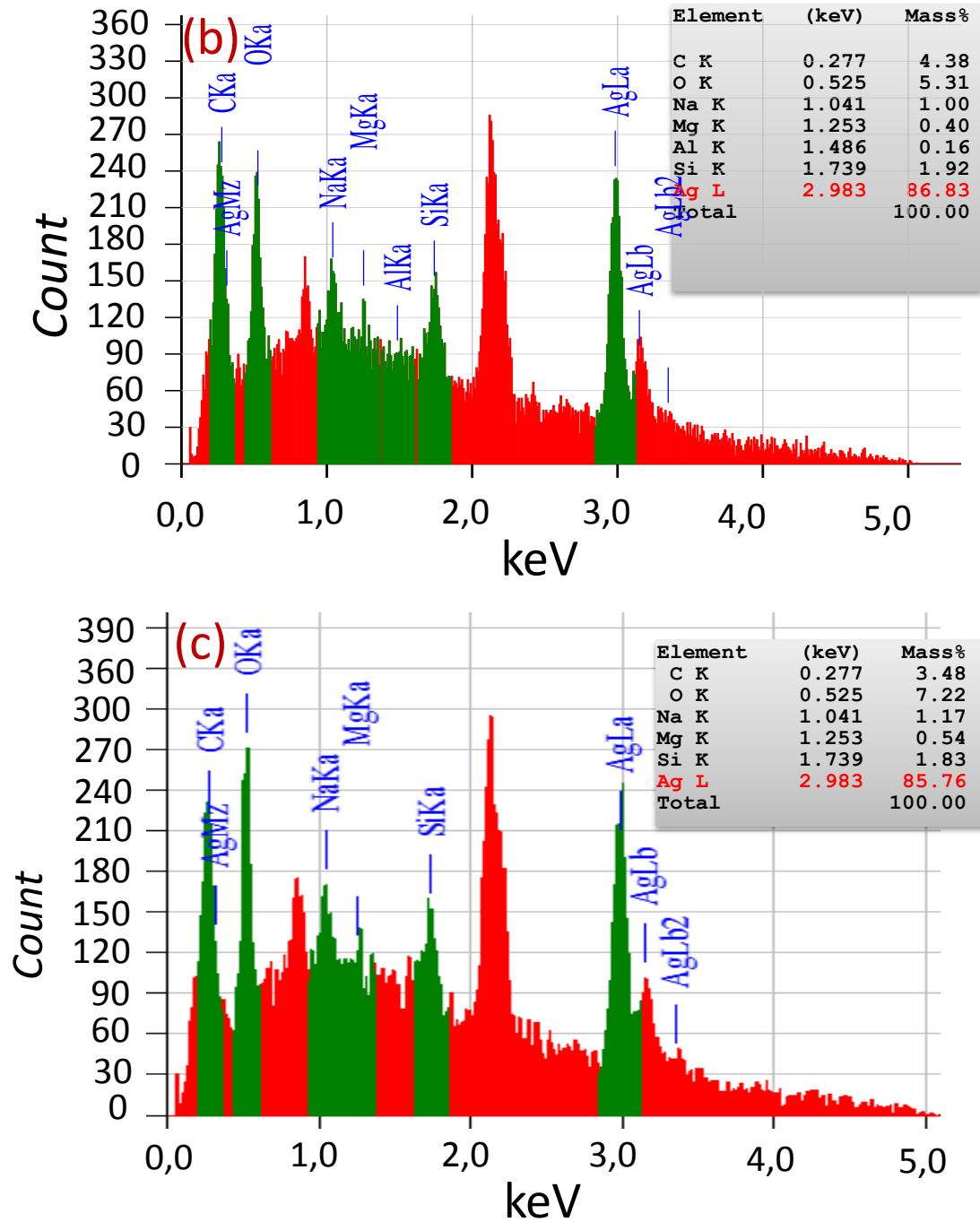
dan memancarkan sinar-X sebagai karakteristik. Sinar-X inilah yang memberikan informasi terkait sampel.

Berdasarkan karakteristik tersebut, dihasilkan spektrum dalam bentuk digital dengan sumbu-x mewakili energi sinar-X dan sumbu-y mewakili jumlah intensitas per *channel*. Terlihat pada gambar spektrum ketiga sampel menampilkan pita absorpsi yang kuat untuk elemen Ag berada di sekitar 3 keV (Gambar 3), hal tersebut diperkuat oleh penelitian Du L, dkk (Du et al., 2016, p. 4) yang juga memperlihatkan spektrum EDX dari Ag yang berada di sekitar nilai tersebut.

Adapun huruf L setelah nama unsur (pada tabel komposisi massa) menandakan perpindahan elektron ke kulit L. Hal tersebut disebabkan adanya kekosongan setelah radiasi elektromagnetik sinar-X menumbuk elektron dekat inti. Kemampuan radiasi elektromagnetik sinar-X mengeluarkan elektron “inti” (elektron yang tidak berada di kulit terluar) dikenal dengan prinsip Hukum Moseley, yaitu prinsip bahwa adanya korelasi antara frekuensi cahaya yang dilepaskan dengan nomor atomik pada atom.

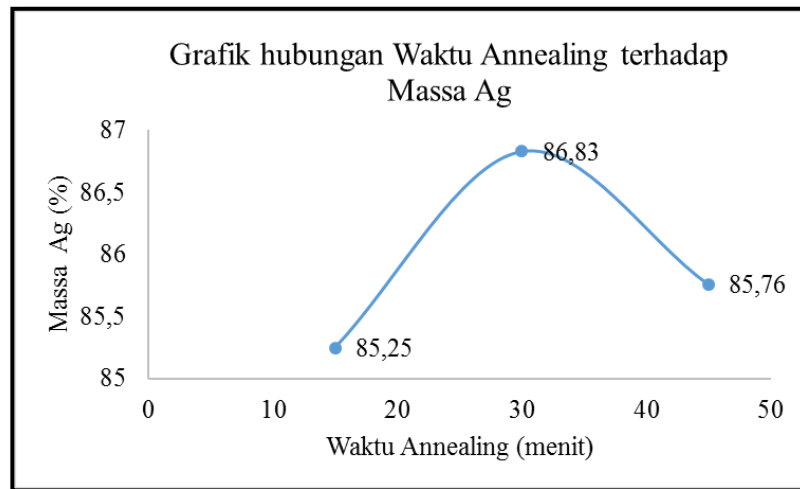
Terdapat banyak faktor yang mempengaruhi massa Ag, baik setelah deposisi maupun setelah proses *annealing*. Faktor yang mempengaruhi setelah deposisi khususnya melalui metode *vacuum thermal evaporation* yaitu massa *source* Ag yang digunakan, jarak antara *substrate* dan *source*, serta arus deposisi. Sedangkan temperatur dan waktu *annealing* merupakan faktor yang berpengaruh setelah *annealing*. Dalam penelitian ini terlihat pada gambar 3a-c adanya perbedaan massa unsur Ag untuk ketiga variasi waktu *annealing*. Terlihat bahwa massa Ag terbanyak terdapat pada waktu *annealing* 30 menit, berbeda halnya dengan waktu *annealing* yang lebih singkat (15 menit) dan waktu *annealing* lebih lama (45 menit) (Gambar 4).





Gambar 3. Spektrum EDX pada sampel SiO₂/Ag dengan variasi waktu *annealing* sebesar a) 15 menit, b) 30 menit dan c) 45 menit.

Pada dasarnya perlakuan *annealing* bertujuan untuk mengubah sifat fisik dan kimia suatu material, hal tersebut melalui tahap nukleasi dan tahap rekristalisasi. Namun, saat proses pemanasan berlangsung terjadi migrasi atom ke dalam kisi kristal yang menyebabkan jumlah dislokasi berkurang (*What Is Annealing?*, n.d., p. 1), proses ini menyebabkan berkurangnya massa atom di permukaan. Hal tersebut tidak diinginkan pada unsur dengan tujuan katalis. Karena dengan berkurangnya unsur sebagai katalis di permukaan *substrate* menyebabkan berkurangnya fungsi katalis tersebut.



Gambar 4. Grafik hubungan waktu *annealing* terhadap massa Ag

SIMPULAN

Logam Ag sebagai *source* logam untuk penumbuhan katalis, dideposisi menggunakan metode *vacuum thermal evaporation*. *Substrate* berkatalis tersebut di-*annealing* dengan variasi waktu *annealing*. Melalui karakterisasi spektroskopi EDX Dihilangkan massa Ag terbanyak pada waktu *annealing* 30 menit. Waktu tersebut merupakan waktu sebelum tahap rekristalisasi material Ag. Sehingga disimpulkan bahwa untuk tujuan logam katalis khususnya logam Ag. Maka disarankan untuk menggunakan temperatur *annealing* 400 °C selama 30 menit.

UCAPAN TERIMA KASIH (*optional*)

Ucapan terima kasih ditujukan kepada tim peneliti di LAB PECVD Fisika ITB Bandung serta tim di LAB SEM EDX FMIPA ITB Bandung atas kontribusinya pada penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Abidin, K., Keintjem, A. C., Yusuf, A. M., Eliyana, A., Malago, J. D., Noor, F. A., & Winata, T. (2021). Optimization of Ag catalyst growth by vacuum thermal evaporation. *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 29(9), 695–702.
- Abidin, K., Malago, J. D., Noor, F. A., & Winata, T. (2021). PENGARUH MASSA SOURCE TERHADAP KETEBALAN THIN FILM MELALUI DEPOSISI VACUUM THERMAL EVAPORATION. *JFT: Jurnal Fisika Dan Terapannya*, 8(1), 1–9.
- Abidin, K., Yusuf, M. A., Eliyana, A., Noor, F. A., Malago, J. D., & Winata, T. (2021). Study of growth of silver nano catalyst for carbon nano tube growth. *Materials Today: Proceedings*, 44, 3412–3414.
- Du, L., Zeng, S., Xu, Q., & Feng, J.-X. (2016). Biosynthesis of Ag nanoparticles using liquefied cassava mash and its antibacterial activity against staphylococcus aureus and escherichia coli. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 16(8), 8741–8747.
- Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W. M., Scott, J. H. J., & Joy, D. C. (2017). *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer.
- Habibi, A., Vatandoust, L., Aref, S. M., & Naghsara, H. (2020). Formation of high performance nanostructured ZnO thin films as a function of annealing temperature: Structural and optical properties. *Surfaces and Interfaces*, 21, 100723.
- Hodes, G. (2007). Semiconductor and ceramic nanoparticle films deposited by chemical bath deposition. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 9(18), 2181–2196.
- Kadhim, K. R., & Mohammed, R. Y. (2022a). Effect of Annealing Time on Structure, Morphology, and Optical Properties of Nanostructured CdO Thin Films Prepared by CBD Technique. *Crystals*, 12(9), 1315.
- Kadhim, K. R., & Mohammed, R. Y. (2022b). Effect of Annealing Time on Structure, Morphology, and Optical Properties of Nanostructured CdO Thin Films Prepared by CBD Technique. *Crystals*, 12(9), 1315.
- McNerny, D. Q., Viswanath, B., Copic, D., Laye, F. R., Prohoda, C., Brieland-Shoultz, A. C., Polsen, E. S., Dee, N. T., Veerasamy, V. S., & Hart, A. J. (2014). Direct fabrication of graphene on SiO₂ enabled by thin film stress engineering. *Scientific Reports*, 4(1), 5049.
- Nasrazadani, S., & Hassani, S. (2016). Chapter 2—Modern analytical techniques in failure analysis of aerospace, chemical, and oil and gas industries. In A. S. H. Makhlof & M. Aliofkhaezrai (Eds.), *Handbook of Materials Failure Analysis with Case Studies from the Oil and Gas Industry* (pp. 39–54). Butterworth-Heinemann. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100117-2.00010-8>

- Ouachtari, F., Rmili, A., Elidrissi, B., Bouaoud, A., Erguig, H., & Elies, P. (2011). Influence of bath temperature, deposition time and S/Cd ratio on the structure, surface morphology, chemical composition and optical properties of CdS thin films elaborated by chemical bath deposition. *Journal of Modern Physics*, 2011.
- Safonov, A. I., Starinskiy, S. V., & Timoshenko, N. I. (2019). Synthesis of gold nanoparticles by annealing its thin film under a layer of fluoropolymer coating. *Journal of Physics: Conference Series*, 1359(1), 012113.
- Sokolov, S. A., Kelm, E. A., Milovanov, R. A., Abdullaev, D. A., & Sidorov, L. N. (2016). Non-destructive determination of thickness of the dielectric layers using EDX. *International Conference on Micro-and Nano-Electronics 2016*, 10224, 551–556.
- Stenberg, G., & Boman, M. (1996). Thickness measurement of light elemental films. *Diamond and Related Materials*, 5(12), 1444–1449.
- Variation of the structural, optical and electrical...* - Google Scholar. (n.d.). Retrieved February 8, 2023, from https://scholar.google.com/scholar?hl=en&as_sdt=0%2C5&q=Variation+of+the+structural%2C+optical+and+electrical+properties+of+CBD+CdO+with+processing+temperature&btnG=
- What is Annealing? A Complete Process Guide.* (n.d.). Retrieved February 11, 2023, from <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/what-is-annealing.aspx>
- Yusuf, M. A., Abidin, K., Eliyana, A., Malago, J. D., Noor, F. A., & Winata, T. (2021). Nickel thin film preparation and its characterization as catalyst for HWC-in plasma-PECVD-growth graphene. *Materials Today: Proceedings*, 44, 3420–3425.