

## ANALISIS STRUKTUR SAPUT TIPIS ALOI EUTEKTIK SnSe-SnSe<sub>2</sub>

Sabar D. Hutagalung\*, Samsudi Sakrani dan Yussof Wahab  
Makmal Saput Tipis, Jabatan Fizik  
Universiti Teknologi Malaysia  
Karung Berkunci 791  
80990 Johor Bahru

### Abstrak

Timah selenida (SnSe) dan timah diselenida (SnSe<sub>2</sub>) adalah bahan semikonduktor sebatian kumpulan IV-VI jadual berkala. Saput tipis aloi eutektik SnSe-SnSe<sub>2</sub> disediakan secara penselenidan tertudung-tebat yang meliputi dua proses iaitu penyediaan lapisan Sn/Se dengan penyejatan vakum dan penyepuhlindapan. Analisis struktur saput dilakukan dengan kajian XRD, XRF dan SEM. Eutektik terjadi pada saput yang disediakan dengan nisbah ketebalan Sn/Se = 1:2, disepuh lindap 200 °C selama 3, 6 dan 9 jam. Daripada kajian XRD diperolehi enam puncak belauan SnSe iaitu (031), (600), (011), (002), (511) dan (203) dan tiga puncak SnSe<sub>2</sub> iaitu (001), (101) dan (003) pada sampel yang disepuh lindap selama 6 jam (masa optimum). Kajian XRF terhadap saput ini menunjukkan peratus berat atom elemen Sn = 71.8 % dan Se = 28.2 %, manakala saiz butiran yang dikira daripada mikrograf SEM lebih kurang 0.85 µm.

### Abstract

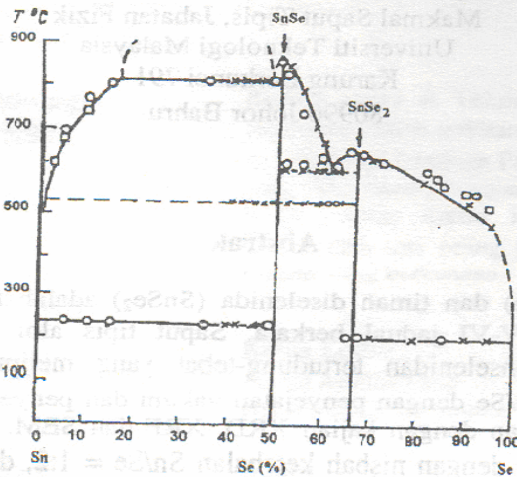
Tin selenide (SnSe) and tin diselenide (SnSe<sub>2</sub>) are semiconductor compounds of group IV-VI from periodic table of elements. Thin films of SnSe-SnSe<sub>2</sub> eutectic alloy were prepared by encapsulated selenization including two process steps such as vacuum deposition of Sn/Se layers and annealing. The structure analysis of the films were done by XRD, XRF and SEM analysis. The Eutectic formed for films prepared by Sn/Se thickness ratio 1:2 and annealed 200 °C for 3, 6 and 9 hours. From XRD results were detected six of SnSe peaks, i. e. (031), (600), (011), (002), (511) and (203) and three of SnSe<sub>2</sub> peaks i.e. (001), (101) and (003). The XRF results showed that the percentage atomic weight of elements were 71.2 % Sn and 28.8 % Se, while the grain size was about 0.85 µm deduced from SEM micrograph.

### PENDAHULUAN

Daripada gambar rajah fasa sistem Sn-Se diperolehi hanya dua jenis sebatian yang mantap, iaitu SnSe dengan 39.95 peratus berat atom Se dan fasa lain dengan 60-70

\* Alamat tetap: Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Sumatera Utara, Medan 20155, Indonesia

peratus berat atom Se yang dianggap sebagai  $\text{SnSe}_2^{(1,2)}$ . Lihat Rajah 1.  $\text{SnSe}$  melebur pada suhu  $880^\circ\text{C}$ , manakala  $\text{SnSe}_2$  pada suhu  $675^\circ\text{C}$  dan dapat berbentuk eutektik pada suhu  $625^\circ\text{C}$  dengan 61 peratus berat atom Se.



Rajah 1. Gambar rajah fasa sistem Sn-Se

Timah selenida ( $\text{SnSe}$ ) mempunyai struktur hablur ortorombik dengan parameter kekisi  $a = 4.448 \text{ \AA}$ ,  $b = 11.496 \text{ \AA}$  dan  $c = 4.158 \text{ \AA}$ , manakala timah diselenida ( $\text{SnSe}_2$ ) struktur heksagon dengan parameter kekisi  $a = 3.811 \text{ \AA}$  dan  $c = 6.137 \text{ \AA}^{(3)}$ . Kedua sebatian ini termasuk dalam kumpulan bahan semikonduktor dengan kekonduksian jenis-p ( $\text{SnSe}$ ) dan jenis-n ( $\text{SnSe}_2$ ), ketumpatan cas  $\sim 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , kerintangan  $10^2\text{-}10^3 \Omega \text{ cm}$ , pekali penyerapan besar  $\sim 10^5 \text{ cm}^{-1}$  dan tenaga jurang jalur optiknya  $0.8\text{-}1.3 \text{ eV}$  ( $\text{SnSe}$ ) dan  $0.9\text{-}2.1 \text{ eV}$  ( $\text{SnSe}_2$ ) sehingga bahan ini amat menggalakkan untuk digunakan sebagai peranti elektronik, sel suria<sup>(4-7)</sup>.

Sifat elektrik dan tenaga jurang jalur optik saput tipis aloi eutektik  $\text{SnSe-SnSe}_2$  yang disediakan secara tindak balas bahan pepejal pada substrat dengan suhu berbeza telah dikaji oleh Siddiqui dan rakan<sup>(8, 9)</sup>. Kerintangan dan tenaga pengaktifan saput telah diperolehi berkurang untuk suhu substrat bertambah, kekonduksian saput adalah jenis-p dengan tenaga jurang jalur optiknya lebih kurang  $1.1 \text{ eV}$ . Kertas kerja ini mengkaji struktur saput tipis aloi eutektik  $\text{SnSe-SnSe}_2$  yang disediakan dengan suatu kaedah baru iaitu penselenidan tertudung-tebat.

## EKSPERIMEN

Sampel disediakan dengan kaedah penselenidan terdudung-tebat<sup>(10)</sup>. Kaedah ini meliputi dua proses iaitu penyediaan lapisan Sn/Se dan penyepuhlindapan. Lapisan Sn/Se disediakan secara penyekatan vakum keatas substrat kaca pada suhu bilik dengan dua

sumber penyejat perahu molibdenum. Bahan pukal adalah Sn dan Se dengan ketulinan 5 N yang dibekalkan oleh syarikat Balzers. Tekanan kebuk semasa penyejatan lebih kurang  $10^{-5}$  torr, kadar pemendapan 0.2 nm/s dan ketebalan lapisan Sn/Se 200/400 nm (nisbah 1:2), dimonitor dengan hablur kuartza. Lapisan Sn/Se yang tersedia disepuh lindap di dalam blok karbon dan gas argon mengalir pada suhu 200 °C selama 1, 3, 6 dan 9 jam dan penyejukan secara perlahan sehingga suhu bilik.

Sampel dianalisis dengan pembelauan sinar-X menggunakan peralatan XRD Seifert 3000 dan corak pembelauan dirakamkan pada chart rekorder dengan sumber pancaran radiasi  $\text{CuK}_\alpha$  dan filter nikel. Peratus berat atom elemen dikaji dengan peralatan fluoresens sinar-X (XRF), manakala morfologi saput dengan mikroskop imbas elektron (SEM).

### HASIL DAN PERBINCANGAN

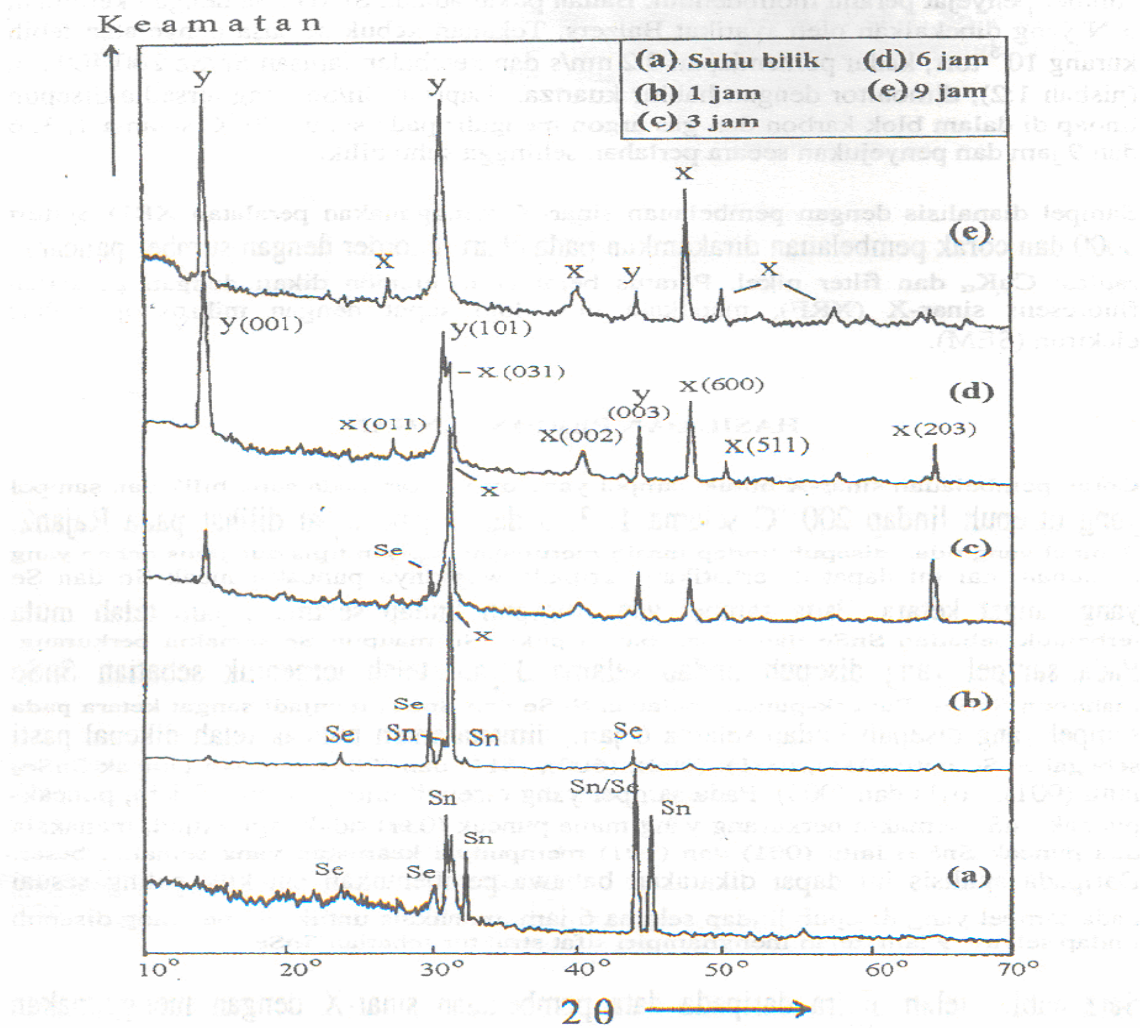
Corak pembelauan sinar-X untuk sampel yang disediakan pada suhu bilik dan sampel yang disepuh lindap 200 °C selama 1, 3, 6 dan 9 jam dapat dilihat pada Rajah 2. Sampel yang tidak disepuh lindap masih merupakan lapisan tipis dua jenis bahan yang berlainan, hal ini dapat diperhatikan daripada wujudnya puncak-puncak Sn dan Se yang sangat ketara. Pada sampel yang disepuh lindap selama 1 jam telah mula terbentuk sebatian SnSe dan kesan bahan pukal Sn maupun Se semakin berkurang. Pada sampel yang disepuh lindap selama 3 jam telah terbentuk sebatian SnSe mahupun SnSe<sub>2</sub>. Puncak-puncak belauan SnSe dan SnSe<sub>2</sub> menjadi sangat ketara pada sampel yang disepuh lindap selama 6 jam, dimana enam puncak telah dikenal pasti sebagai SnSe iaitu (011), (031), (002), (600), (511) dan (203) dan tiga puncak SnSe<sub>2</sub> iaitu (001), (101) dan (003). Pada sampel yang disepuh lindap selama 9 jam, puncak-puncak SnSe semakin berkurang yang mana puncak (031) tidak lagi wujud, manakala dua puncak SnSe<sub>2</sub> iaitu (001) dan (101) mempunyai keamatan yang semakin besar. Daripada analisis ini dapat dikatakan bahawa pembentukan eutektik paling sesuai pada sampel yang disepuh lindap selama 6 jam, manakala untuk sampel yang disepuh lindap selama 9 jam, telah menghampiri sifat struktur sebatian SnSe<sub>2</sub>.

Saiz hablur telah dikira daripada data pembelauan sinar-X dengan menggunakan persamaan Scherrer<sup>(11)</sup>:

$$t = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta}$$

dengan t adalah saiz hablur,  $\lambda$  panjang gelombang sinar-X, B lebar puncak separuh keamatan maksimum dan  $\theta$  sudut Bragg.

Beberapa puncak belauan yang berkeamatan tinggi telah dipilih dan diperolehi saiz hablur purata seperti dalam Jadual 1. Saiz hablur untuk timah selenida dan timah diselenida diperolehi bertambah mengikut masa sepuh lindap, hal ini mungkin disebabkan oleh semakin membaiknya sifat kehabluran saput mengikut masa sepuh lindap.



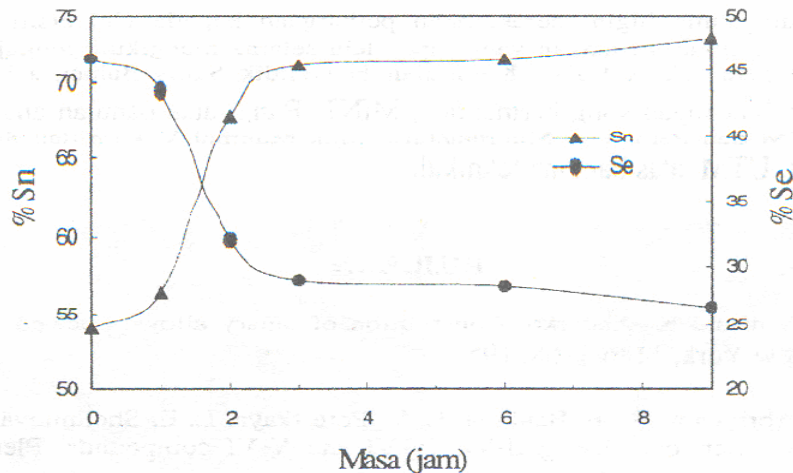
Rajah 2. Corak pembelauan sinar-X keatas sampel yang disediakan pada suhu bilik dan yang disepuh lindap 200 °C selama 1, 3, 6 dan 9 jam (x: SnSe dan y: SnSe<sub>2</sub>)

Jadual 1. Saiz hablur SnSe dan SnSe<sub>2</sub> dalam aloi eutektik SnSe-SnSe<sub>2</sub>, ketebalan sampel 600 nm disepuh lindap 200 °C selama 3, 6 dan 9 jam.

Masa sepuh lindap (jam)	Saiz hablur SnSe (nm)	Saiz hablur SnSe <sub>2</sub> (nm)
3	21.99	14.53
6	24.75	17.59
9	31.70	22.68

Peratus berat atom elemen Sn dan Se dalam sapat dikaji dengan analisis fluorensens sinar-X (XRF) dan graf peratus berat atom elemen Sn dan Se telah dilakarkan melawan masa sepuh lindap, lihat Rajah 3. Peratus berat atom Se diperolehi berkurang jika masa sepuh lindap bertambah, manakala peratus berat atom Sn bertambah mengikut masa sepuh lindap.

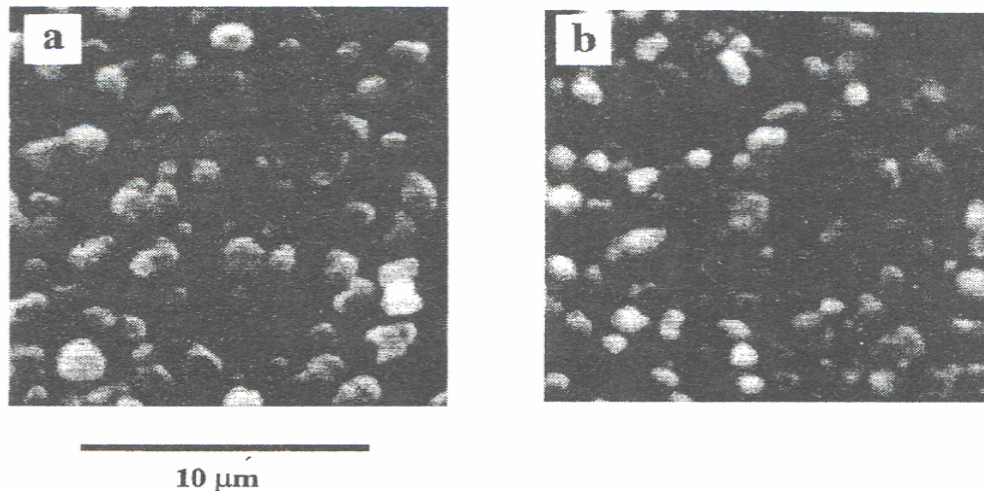
Secara stoikiometri, peratus berat atom elemen Sn dan Se dalam sebatian SnSe adalah Sn = 60 % dan Se = 40 %, manakala untuk sebatian SnSe<sub>2</sub> pula Sn = 43 % dan Se = 57 %. Daripada analisis XRF untuk sampel yang tidak disepuh lindap, diperolehi peratus berat atom Sn = 53.9 % dan Se = 46.1 %, nisbah ini berubah sehingga Sn = 73.4 % dan Se = 26.6 % untuk sampel yang disepuh lindap 200 °C selama 9 jam. Pada sapat yang disepuh lindap selama 1 jam, diperolehi peratus berat atom 56.5 % Sn dan 43.5 % Se. Nisbah sedemikian seharusnya membentuk sebatian SnSe<sub>2</sub> secara stoikiometri, tetapi daripada kajian XRD terhadap sapat ini menunjukkan tidak wujud puncak belauan SnSe<sub>2</sub> melainkan hanya satu puncak SnSe dan kesan bahan pukal Sn dan Se yang masih sangat ketara. Daripada corak belauan sinar-X dapat dikatakan bahawa keadaan eutektik SnSe-SnSe<sub>2</sub> yang paling sesuai terjadi pada sapat yang disepuh lindap 200 °C selama 6 jam. Peratus berat atom masing-masing elemen pada keadaan ini adalah 71.7 % Sn dan 28.3 %Se.



Rajah 3. Analisis fluorensens sinar-X untuk sampel pada suhu bilik dan sampel yang disepuh lindap 200 °C selama 1 - 9 jam.

Mikrograf mikroskop imbas elektron untuk sampel yang disepuh lindap 200 °C dan 250 °C masing-masing selama 6 jam, lihat Rajah 4. Pada rajah ini dapat dilihat morfologi permukaan sapat yang tidak seragam dengan saiz butiran yang bervariasi sesuai dengan kenyataan wujudnya dua jenis sebatian SnSe dan SnSe<sub>2</sub> dengan saiz hablur berbeza. Daripada Jadual 1 dapat dilihat bahawa saiz hablur SnSe lebih besar daripada saiz hablur SnSe<sub>2</sub>, hal yang sama untuk saiz butiran dapat diamati pada

6. M. Sharon and K. Basavaswaran, Effect of supporting electrolytes on photo-electrochemical properties of n-SnS & p-SnSe electrodes, *Indian J. Chemistry*, 28a, 698-699, 1989.
7. V. P. Bhatt, K. Gireesan and C. F. Desai, Preparation and characterization of SnSe-SnSe<sub>2</sub> heterojunctions, *Indian J. Pure & Appl. Phys.*, 29, 27-30, 1991.
8. S. S. Siddiqui, C. F. Desai and G. R. Pandya, Electrical properties of thin films of SnSe-SnSe<sub>2</sub> eutectic alloy, *Cryst. Res. Technol.*, 28, K59-K63, 1993.
9. S. S. Siddiqui and C. F. Desai, Optical band gap of thin films of SnSe-SnSe<sub>2</sub> eutectic alloy, *Thin Solid Films*, 239, 166-168, 1994.
10. S. D. Hutagalung, S. Sakrani dan Y. Wahab, Saput tipis SnSe disediakan dengan kaedah penselenidan tertudung-tebat, *Prosiding Kongres Sains dan Teknologi Malaysia '94*, Vol. II, 91-97, 1994.
11. B. D. Cullity, *Elements of X-ray diffraction*, Addison-Wesley, 96-99, 1956.
12. Y. Wahab, S. D. Hutagalung and S. Sakrani, Structure analysis of SnSe<sub>2</sub> thin films prepared by encapsulated selenization, Paper presented at *Symposium Fisika Nasional XV*, Surabaya, Indonesia, 11-13 December 1994.



Rajah 4. Mikrograf mikroskop imbas elektron untuk sampel yang disepuh lindap (a) 200 °C, (b) 250 °C masing-masing selama 6 jam