

PENGARUH LAJU ALIR GAS NITROGEN TERHADAP INTENSITAS EMISI OPTIK PLASMA NITROGEN YANG DIBANGKITKAN OLEH GELOMBANG MIKRO 2,45 GHZ DENGAN METODA *OPTICAL EMISSION SPECTROSCOPY*

Heri Sutanto^{1,2)}, A. Subagio^{1,2)}, E. Supriyanto^{1,3)}, P. Arifin¹⁾, M. Budiman¹⁾, Sukirno¹⁾, M. Barmawi¹⁾

¹⁾ *Laboratorium Fisika Material Elektronik, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia*

²⁾ *Jurusan Fisika, Universitas Diponegoro, Semarang, Indonesia*

³⁾ *Jurusan Fisika, Universitas Negeri Jember, Jember, Indonesia*

ABSTRAK

Telah dilakukan pengujian intensitas emisi optik plasma nitrogen yang dibangkitkan oleh sumber plasma gelombang mikro 2,45 GHz dengan metoda *Optical Emission Spectroscopy (OES)*. Eksperimen dilakukan dengan memvariasi laju aliran gas nitrogen 99,999% sebesar 90 sccm sampai 120 sccm. Spektrum dari puncak emisi optik plasma nitrogen yang telah dibangkitkan berupa keadaan tereksitasi molekul netral nitrogen N_2^* pada sistem *fourth positive system (4.PS)* dengan transisi tingkat energi $D^3\Sigma_u^+ \rightarrow B^3\Pi_g$ pada panjang gelombang 260 nm dan pada sistem *second positive system (2.PS)* dengan transisi tingkat energi $C^3\Pi_u \rightarrow B^3\Pi_g$ pada panjang gelombang 283, 319 dan 364 nm. Kenaikan laju alir gas nitrogen pada proses pembangkitan plasma nitrogen akan menghasilkan intensitas emisi optik plasma nitrogen yang terukur semakin kecil. Diperoleh parameter optimum laju alir gas nitrogen sebesar 90 sccm. Parameter yang diperoleh digunakan dalam penumbuhan semikonduktor film tipis GaN dan $Al_xGa_{1-x}N$ dengan metode plasma assisted-metalorganic chemical vapor deposition (*PA-MOCVD*) dengan morfologi permukaan dan penampang lintang yang halus dan rata.

Kata-kata kunci: *OES, plasma nitrogen, intensitas emisi optik, PA-MOCVD, gelombang mikro 2,45 GHz*

ABSTRACT

The measurement of optical emission intensity of nitrogen plasma induced by 2.45 GHz microwave plasma source with optical emission spectroscopy (*OES*) method has been done. The experiment is conducted with variation of 99.999% nitrogen gas flow rate were in the range of 90 to 120 sccm. The spectrum peaks of optical emission of nitrogen plasma show the excitation state of neutral molecule N_2^* . The first peak at 260 nm is categorized as *fourth positive system (4.PS)* with energy level transition of $D^3\Sigma_u^+ \rightarrow B^3\Pi_g$, while the rest of the peaks at 283, 319, and 364 nm are categorized as *second positive system (2.PS)* with energy level transition of $C^3\Pi_u \rightarrow B^3\Pi_g$. The value of emission intensity decreases with the increase of nitrogen gas flow rate. The optimum parameter of nitrogen gas flow rate of 90 sccm is obtained. The optimum parameter can be used to deposition GaN and $Al_xGa_{1-x}N$ thin films by plasma assisted-metalorganic chemical vapor deposition (*PA-MOCVD*) method with flat and smooth surface morphology and cross-section.

Keywords: *OES, nitrogen plasma, optical emission intensity, PA-MOCVD, microwave 2.45 GHz*

PENDAHULUAN

Sampai saat ini teknologi plasma, khususnya plasma nitrogen telah banyak digunakan pada bidang industri, salah satunya untuk pemrosesan material semikonduktor dalam bentuk film tipis yang berstruktur nano pada aplikasi divais elektronik dan optoelektronik, seperti: LED, LASER dan transistor^[1,2]. Plasma nitrogen juga digunakan pada aplikasi nitridasi baja dan titanium untuk meningkatkan kekerasan, perubahan warna permukaan, perubahan sifat dielektrik dan dapat menahan proses pengkaratan bahan^[3,4]. Plasma nitrogen yang digunakan tersebut biasanya dibangkitkan dengan beberapa jenis sumber daya antara lain: dc dan ac frekuensi rendah, radio frekuensi (rf), lucutan pijar dc dan gelombang mikro (*microwave*)^[5]. Saat ini beberapa peneliti telah beralih ke sumber daya gelombang mikro untuk membangkitkan plasma karena pembangkit gelombang mikro tidak memerlukan peralatan elektroda sehingga dapat menghindari proses kontaminasi. Eksitasi gelombang mikro sangat efisien untuk menghasilkan konsentrasi radikal nitrogen dan rapat plasma yang tinggi. Di samping itu harga generator gelombang mikro sebanding dengan generator rf yang biasa digunakan untuk membangkitkan plasma.

Prinsip kerja dari plasma nitrogen temperatur rendah pada aplikasi industri dapat dibagi dalam 4 tahap, yaitu: (1) pembangkitan medan listrik oleh macam-macam sumber daya, (2) pemanasan gas elektron, (3) transfer energi kepada partikel berat dengan tumbukan menyebabkan disosiasi, eksitasi dan ionisasi, dan (4) interaksi dinding-plasma pada permukaan target^[6].

Material-material semikonduktor berupa film tipis seperti silicon nitride (SiN) dan galium nitrida (GaN) merupakan komponen yang sangat penting dan utama pada berbagai divais elektronik daya tinggi. Deposisi film tipis semikonduktor berbasis nitrida tanpa menggunakan sumber pembangkit plasma, umumnya dilakukan pada temperatur tinggi karena diperlukan untuk mengaktifasi atom-atom nitrogen. Untuk menghindari kerusakan material film tipis berukuran nano, dapat dilakukan dengan mendeposisi film tipis pada

temperatur rendah yaitu sekitar 500 °C. Deposisi film tipis SiN atau GaN pada temperatur rendah memerlukan suatu pembangkit plasma. Peranan sumber pembangkit plasma seperti: rf dan gelombang mikro diperlukan untuk mengaktifasi spesies aktif nitrogen sebagai sumber elemen N untuk menghasilkan film tipis SiN atau GaN^[7]. Spesies aktif yang dihasilkan dari plasma nitrogen dapat berupa atom nitrogen, molekul tereksitasi, dan ion-ion nitrogen. Untuk mengetahui jenis spesies aktif yang dihasilkan dari plasma nitrogen dapat dilakukan dengan metode *optical emission spectroscopy* (OES), *time-of-flight mass spectroscopy*, *laser induced fluorescence spectroscopy*, *interferometry*, dan *Langmuir probe method*. Diantara berbagai metode deteksi spesies kimia, metode OES mempunyai beberapa kelebihan antara lain: teknik pengujiannya sederhana, mempunyai resolusi yang tinggi, dan dapat mengkarakterisasi proses reaksi di dalam reaktor tanpa mengganggu plasma^[8].

Dalam makalah ini, dilaporkan hasil optimasi parameter laju alir gas nitrogen terhadap besar intensitas emisi optik yang dihasilkan dengan metode OES dan digunakan pada deposisi semikonduktor film tipis GaN dan $Al_xGa_{1-x}N$.

TATAKERJA DAN PERCOBAAN

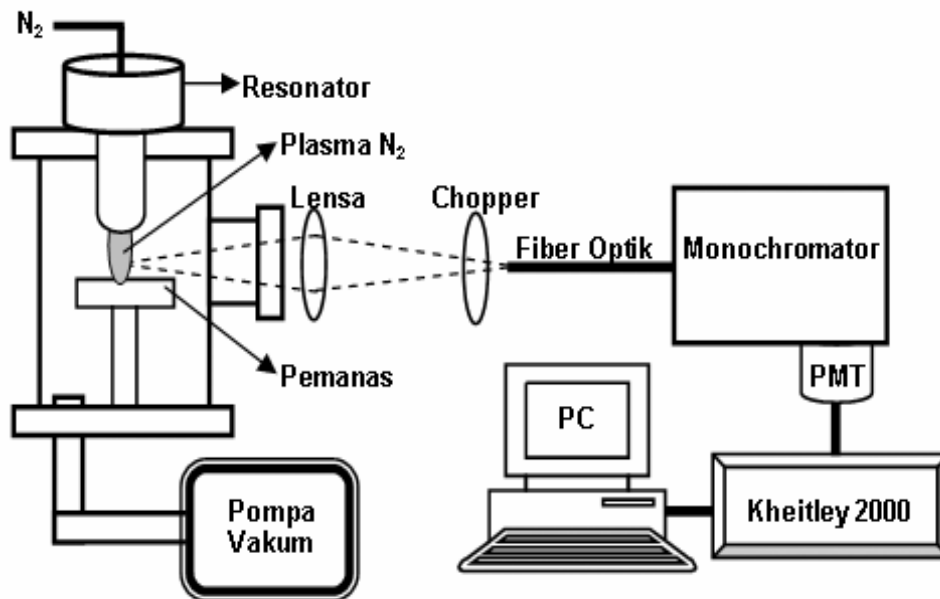
Eksperimen pembangkitan sumber plasma nitrogen dilakukan di dalam reaktor PA-MOCVD, Laboratorium Fisika Material Elektronika, Departemen Fisika, ITB. Proses pembangkitan plasma diawali dengan proses pemvakuman reaktor dengan pompa vakum ganda yang terdiri dari *rotary vane vacuum pump* (Balzer, DUO 030A) dan *roots vacuum pump* (Balzers, WKP 250A) dengan tingkat kevakuman hingga 10^{-4} Torr. Reaktor PA-MOCVD dilengkapi dengan tabung resonator (ASTeX AX.7300) tipe *downstream* yang dilalui gas nitrogen, dihubungkan dengan sumber pembangkit gelombang mikro 2,45 GHz dengan daya maksimum 250 watt. Sumber nitrogen reaktif berasal dari gas N_2 (99,999%) yang dibangkitkan oleh gelombang mikro 2,45 GHz. Plasma nitrogen yang terbentuk

selanjutnya di analisa spektrumnya dengan metode OES untuk mengetahui jenis spesies aktif dari plasma nitrogen yang terjadi. Spesies aktif plasma nitrogen selanjutnya diukur spektrumnya dengan metode OES. Berkas plasma nitrogen yang dihasilkan di fokuskan dengan menggunakan suatu lensa dan *chopper* agar dapat masuk ke dalam fiber optik (tipe BIUV636). Berkas plasma pada fiber optik selanjutnya diteruskan ke monokromator (tipe SPEX 1681 0.22m Spectrometer) yang telah dilengkapi dengan detektor *photo multiplier tube* (PMT) untuk mengidentifikasi jenis spektrumnya sesuai dengan panjang gelombang yang dimiliki. Sinyal yang telah diterima detektor diteruskan ke voltmeter Kheitley 2000 dan selanjutnya dapat dibaca dengan komputer. Eksperimen dilakukan dengan memvariasi laju aliran gas nitrogen sebesar 90-120 sccm, temperatur pemanas sebesar 700°C dan daya pembangkit gelombang mikro tetap sebesar 200 watt. Intensitas emisi optik plasma nitrogen yang diperoleh digrafiskan dan selanjutnya di analisis. Deposisi film tipis GaN dan $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ di atas substrat Si(111) dilakukan pada temperatur pemanas 700°C, tekanan reaktor sekitar 0,42 torr dan laju gas nitrogen sebesar

90 sccm menggunakan sumber metal organik trimethylgalium (TMGa) dan trimethylaluminum (TMAI) masing-masing sebagai sumber prekursor Ga dan Al. Skema sistem pengukuran spektrum plasma nitrogen dengan metode OES ditunjukkan pada Gambar 1.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Plasma nitrogen biasanya terdiri dari ion (N^+ dan N_2^+); molekul netral (N dan N_2); dan keadaan tereksitasi (N^* , N_2^* , dan N_2^{+*}). Spektrum emisi plasma nitrogen dapat berada pada *first positive system* (1.PS) pada panjang gelombang 580 - 900 nm dengan transisi tingkat energi $B^3 \Pi_g \rightarrow A^3 \Sigma_u^+$; *second positive system* (2.PS) pada panjang gelombang 275 - 450 nm dengan transisi tingkat energi $C^3 \Pi_u \rightarrow B^3 \Pi_g$; *fourth positive system* (4.PS) pada panjang gelombang 225 - 290 nm dan transisi tingkat energi $D^3 \Sigma_u^+ \rightarrow B^3 \Pi_g$; dan *first negative system* (1.NS) pada panjang gelombang 391 dan 427 nm dengan transisi tingkat energi $B^2 \Sigma_u^+ \rightarrow X^2 \Sigma_g^+$ [9,10,11].

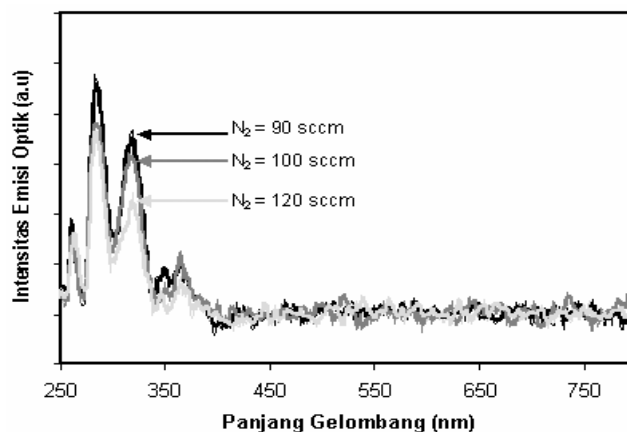


Gambar 1. Skema sistem pengukuran spektrum plasma nitrogen dengan metode OES.

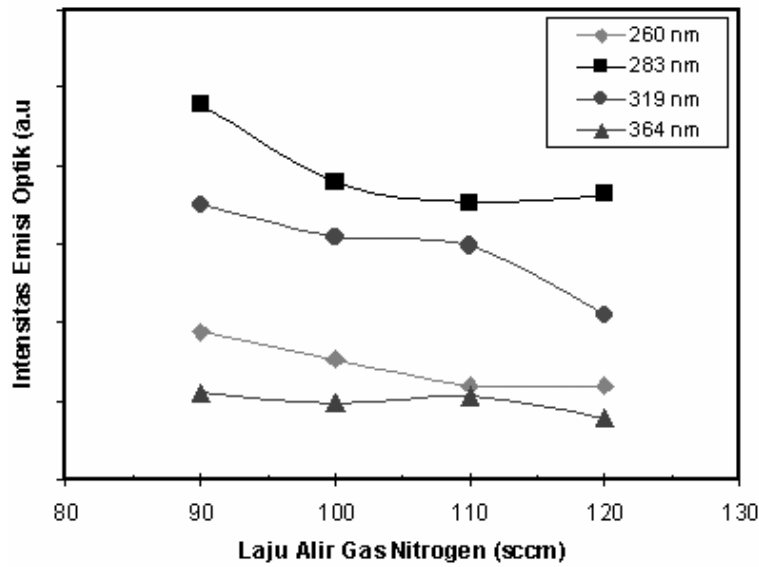
Gambar 2 menunjukkan hasil pengukuran spektrum emisi optik plasma nitrogen yang dihasilkan pada temperatur pemanas 700 °C dan daya pembangkit gelombang mikro sebesar 200 watt dengan variasi laju alir gas nitrogen dengan metode OES. Pada Gambar 2 tampak terdeteksi adanya puncak-puncak dominan pada panjang gelombang 260, 283, 319 dan 364 nm yang menunjukkan adanya keadaan tereksitasi molekul-molekul netral N_2^* . Puncak spektrum emisi optik plasma nitrogen pada 260 nm menunjukkan spesies aktif nitrogen berada pada *fourth positive system* (4.PS) dengan transisi tingkat energi $D^3\Sigma_u^+ \rightarrow B^3\Pi_g$. Sedangkan puncak spektrum emisi optik pada panjang gelombang 283, 319 dan 364 nm berada pada *second positive system* (2.PS) dengan transisi tingkat energi $C^3\Pi_u \rightarrow B^3\Pi_g$. Untuk spesies nitrogen lainnya seperti molekul netral N_2 yang berada pada 1.PS dan atom nitrogen tampak tidak dominan. Demikian juga untuk molekul ion nitrogen (N_2^+) pada panjang gelombang 391 tidak tampak secara signifikan. Spektrum yang dihasilkan oleh sumber plasma dalam penelitian ini serupa dengan nitrogen reaktif yang dibangkitkan oleh sumber plasma ECR, tetapi pada ECR umumnya terdeteksi adanya ion molekul nitrogen sedangkan pada plasma rf puncak dari atom nitrogen lebih dominan^[12]. Sedangkan hasil pengukuran intensitas emisi optik pada empat puncak dominan pada panjang gelombang 260, 283, 319 dan 364 nm

dengan variasi laju alir nitrogen secara lengkap ditunjukkan pada Gambar 3.

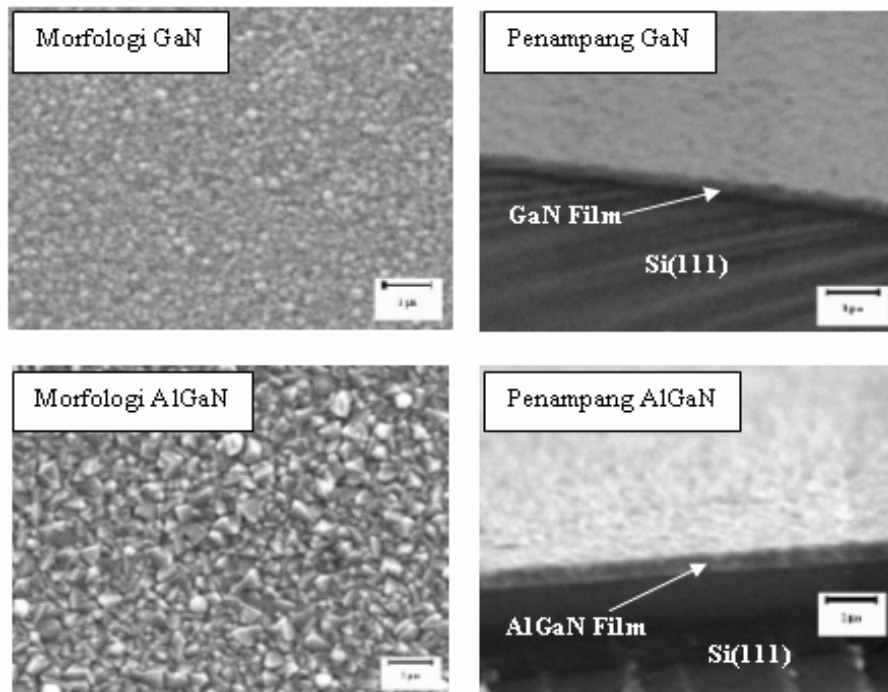
Dari Gambar 3 tampak bahwa dengan penambahan laju alir gas nitrogen dari 90 sccm ke 120 sccm menghasilkan intensitas emisi optik yang terukur semakin kecil. Semakin besar laju alir gas nitrogen akan menyebabkan energi atom yang melewati resonator sumber plasma semakin kecil karena energi dari sumber plasma terdistribusi pada seluruh atom-atom yang melewati celah resonator, sedangkan besar sumber daya pembangkit plasma tetap. Makin rendahnya energi radikal atom nitrogen ini akan berpengaruh terhadap energi tumbukan yang terjadi semakin kecil pula menyebabkan intensitas emisi optik yang terukur semakin rendah. Di samping itu kenaikan laju alir gas nitrogen dapat menyebabkan jarak bebas rata-rata antar atom nitrogen di dalam sistem reaktor semakin kecil, mengakibatkan tumbukan antar atom dari spesies aktif dari plasma nitrogen yang terjadi semakin melemah, sehingga nilai intensitas emisi optik yang terukur juga semakin kecil. Dari hasil tersebut, diperoleh parameter laju alir gas nitrogen sebesar 90 sccm menghasilkan jumlah spesies aktif molekul nitrogen paling besar yang teramati sebagai nilai intensitas emisi optik dari plasma nitrogen. Besar jumlah spesies aktif molekul nitrogen akan memungkinkan banyaknya ikatan yang akan terjadi pada saat deposisi bahan berbasis nitrida seperti GaN dan $Al_xGa_{1-x}N$.



Gambar 2. Spektrum emisi optik plasma nitrogen pada temperatur pemanas sebesar 700 °C dan daya sumber plasma sebesar 200W terhadap variasi laju alir gas nitrogen.



Gambar 3. Intensitas emisi optik plasma nitrogen pada temperatur pemanas 700°C dan daya sumber plasma 200 W dengan variasi laju alir gas nitrogen, pada puncak panjang gelombang: 260, 283, 319 dan 364 nm.



Gambar 4. Hasil penumbuhan film tipis GaN dan AlGaIn dengan metoda PA-MOCVD.

Hasil pengujian spesies aktif plasma nitrogen ini digunakan dalam penumbuhan GaN dan paduannya seperti $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ dengan metode PA-MOCVD diperlihatkan pada Gambar 4. Dari hasil penumbuhan film tipis GaN dan $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ tampak bahwa morfologi permukaan film tipis yang telah ditumbuhkan rata. Hasil foto SEM tampak lintang juga memperlihatkan bahwa film tipis GaN yang ditumbuhkan mempunyai ketebalan yang rata yang berarti ikatan yang terjadi antara Ga-N homogen. Hasil permukaan film tipis GaN dan AlGaN yang rata ini berkaitan dengan jenis spesies aktif atom nitrogen yang dihasilkan oleh pembangkit plasma menggunakan gelombang mikro 2,45 GHz yang berupa keadaan tereksitasi molekul netral nitrogen (N_2^*). Di samping itu jenis spesies aktif plasma nitrogen berupa N_2^+ sangat menguntungkan dalam penumbuhan multilayer karena mempunyai energi yang lebih rendah dibandingkan dengan ion N^+ dan N_2^+ sehingga dapat diperoleh permukaan film hasil deposisi yang rata. Sedangkan bila deposisi film tipis dengan sumber radikal nitrogen berupa ion N^+ dan N_2^+ umumnya menghasilkan permukaan film yang tidak rata.

KESIMPULAN

Telah dilakukan pengujian intensitas emisi optik plasma nitrogen dengan variasi laju alir gas nitrogen yang dibangkitkan oleh sumber plasma gelombang mikro 2,45 GHz dengan metoda *optical emission spectroscopy*. Hasil pengukuran spektrum emisi optik dengan metode OES, diperoleh empat puncak dominan spektrum plasma nitrogen yang dihasilkan pada panjang gelombang 260, 283, 319 dan 364 nm yang semuanya berupa keadaan molekul netral tereksitasi N_2^* . Puncak intensitas emisi optik pada 260 nm berada pada *fourth positive system* (4.PS) dan puncak intensitas emisi optik pada 283, 319 dan 364 nm berada pada *second positive system* (2.PS). Pengukuran nilai intensitas emisi optik plasma nitrogen dengan penambahan laju alir gas menyebabkan penurunan nilai emisi optik karena tumbukan antar atom dan energi spesies aktif plasma semakin melemah. Diperoleh parameter optimum yang menghasilkan nilai tertinggi intensitas emisi

optik plasma nitrogen untuk laju alir gas nitrogen sebesar 90 sccm. Hasil pengujian spektrum plasma nitrogen yang mayoritas berupa molekul nitrogen tereksitasi dapat digunakan untuk menumbuhkan film tipis GaN dan AlGaN dengan morfologi permukaan dan tampak lintang yang rata dan homogen.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini didanai oleh proyek penelitian Riset Unggulan Terpadu (RUT) XII, Tahun I (2005) dengan nomor kontrak: 01/Perj/Dep.III/RUT/PPKI/II/2005 Kementerian Riset dan Teknologi Republik Indonesia.

DAFTAR ACUAN

- [1] H. CARRERE, A. ARNOULT, A. RICARD, X. MARIE, TH. AMAND, E. BEDEL-PEREIRA, *Nitrogen Plasma Study For Plasma Assisted MBE Growth of 1.3 μm Laser Diodes*, Solid-State Electronics 47 (2003) 419-422.
- [2] E.G. WANG, Z.G. GUO, J. MA, M.M. ZHOU, Y.K. PU, S. LIU, G.Y. ZHANG, D.Y. ZHONG, *Optical Emission Spectroscopy Study of the Influence of Nitrogen on Carbon Nanotube Growth*, Carbon 41 (2003) 1827-1830.
- [3] B.K. PAWLAK, W. ZYRNICKI, J. WALKOWICZ, J. SMOLIK, *Optical Emission Diagnostic of Cathodic Arc Plasmas Used For Deposition of Tin and Ti(C,N) Coatings*, Surface and Coatings Technology 180 (2004) 401-405.
- [4] M. TSUJIKAWAA, N. YAMAUCHIB, N. UEDAB, T. SONEB, Y. HIROSE, *Behavior of Carbon in Low Temperature Plasma Nitriding Layer of Austenitic Stainless Steel*, Surface and Coatings Technology 193, (2005) 309-314.
- [5] N. RENEVIER, P. COLLIGNON, H. MICHEL, T. CZERWIEC, *New Trends on Nitriding in Low Pressure Arc Discharge Studied by Optical Emission*

- Spectroscopy, Surface and Coatings Technology* 86 (1996) 285-287.
- [6] A. BROCKHAUS, D. KORZEC, F. WERNER, Y. YUAN, J. ENGEMANN, *Characterization of A Microwave Plasma by In Situ Diagnostics*, *Surface and Coatings Technology* 74 (1995) 431-435.
- [7] S.E. BABAYAN, G. DING, G.R. NOWLING, X. YANG, R.F. HICKS, *Characterization of the Active Species in the Afterglow of A Nitrogen and Helium Atmospheric Pressure Plasma*, *Plasma Chemistry and Plasma Processing* 22 no. 2 (2002) 255-258.
- [8] H. RIASCOS, G. ZAMBRANO, P. PRIETO, *Plasma Characterization of Pulsed Laser Ablation Process Used For Fullerene-Like C_n Thin Film Deposition*, *Brazilian Journal of Physics* 34 no. 4B (2004) 1583-1586.
- [9] R.J. MOLNAR, R. SINGH, T.D. MOUSTAKAS, *Operation of Compact Electron Cyclotron Resonance Source for the Growth of Gallium Nitride by Molecular Beam Epitaxy*, *J. Electron Matter* 24 (1995) 275279.
- [10] E.A.H. TIMMERMANS, J. JONKERS, A. RODERO, M.C. QUINTERO, A. SOLA, A. GAMERO, D.C. SCHRAM, V. VAN DER MULLEN, *The Behavior of Molecules in Microwave-Induced Plasmas Studied by Optical Emission Spectroscopy. 2: Plasmas at Reduced Pressure*, *Spectrochimica Acta Part B* 54 (1999) 1085-1090.
- [11] M. NUR, *Etude Des Discharge Couronne Dans L'argon Et L'azote Tres Purs: Transport Des Charges, Spectroscopie Et Influence De La Density*, PhD Thesis, Joseph Fourier University, Grenoble, France, (1997).
- [12] A.V. BLANT, O.H. HUGHES, T.S. CHENG, S.V. NOVIKOV, C.T. FOXON, *Nitrogen Species From Radio Frequency Plasma Sources Used For Molecular Beam Epitaxy Growth of GaN*, *Plasma Sources Science and Technology* 9 (2000) 12-14.

TANYA JAWAB

Suprpto

- Dengan gelombang mikro, bagaimana perbandingannya dikaitkan dengan pembentukan gelombang mikro dan rf mana yang lebih efisien?
- Setelah diketahui jenis spesies aktif plasma nitrogen dan pengaruh laju alir untuk apa hasil tersebut?
- Dengan pompa rotary (Duo 030) dan Roots tingkat kevakuman yang diinginkan berapa, karena plasma pada range (10^{-1} s/d 10^{-2} Torr sudah cukup.
- Hubungan intensitas emisi optik dengan intensitas plasma bagaimana?

Heri S.

- Dari kajian/penelusuran referensi mengatakan bahwa sumber plasma gelombang mikro lebih efisien (jumlah radikal yang diproduksi lebih banyak) karena frekuensi yang digunakan lebih tinggi (~ GHz).
- Hasil pengujian spesies aktif plasma ini yang berupa molekul netral tereksitasi digunakan pada deposisi film tipis GaN dan paduannya.
- Parameter tingkat kevakuman hingga 10^{-4} Torr yang digunakan sesuai/sama dengan parameter deposisi GaN (*Base Pressure*).
- Intensitas emisi optik menyatakan/sebanding dengan jumlah konsentrasi radikal nitrogen yang dihasilkan.