

Pengaruh Waktu *Pra-etching* Dan Ketebalan Film Pada *Residual Stress* Dari Thin Film Aluminium Nitrida Pada Sensor Magnetoelektrik

Hafid Suharyadi

Sekolah Tinggi Energi dan Mineral Akamigas, Cepu

ABSTRAK

Komposit magnetoelektrik (ME) terdiri dari lapisan piezoelektrik dan lapisan magnetoelektrik yang disusun secara bergantian. Masalah yang paling sering ditemukan pada hasil deposisi *thin film* aluminium nitrida (AlN) sebagai lapisan piezoelektrik adalah *residual stress*. Riset ini bertujuan untuk mengoptimalkan parameter deposisi AlN dalam menghasilkan film AlN dengan *residual stress* yang mendekati nol tanpa mengorbankan sifat mikrostruktural dan respon piezoelektrik.

Pengaruh waktu *pra-etching* dan ketebalan film AlN pada *residual stress*, mikrostruktural, dan respon piezoelektrik telah dipelajari, masing-masing melalui dengan *stylus profilometer*, difraktometri sinar-X, dan metode *4-point bending*. Urutan lapisan film yang dideposisikan pada substrat Si/SiO₂ adalah Ta/Pt/AlN. Metode *pulsed DC reactive sputter* telah dilakukan untuk mendeposisikan film AlN.

Pengaruh waktu *pra-etching* pada *residual stress* AlN tidak menunjukkan perubahan yang signifikan. Nilai *residual stress* dari film AlN semakin rendah dengan meningkatkan ketebalan film akibat dari peningkatan arah tumbuh preferensial dari kristal AlN. FWHM dari puncak AlN (0002) hampir konstan dalam rentang waktu *pra-etching*. Dengan meningkatnya ketebalan film, penurunan FWHM dikaitkan dengan pertumbuhan kristal berbentuk kolom yang lebih baik. Hal ini juga menghasilkan magnitudo dari nilai $e_{31,f}$ yang lebih tinggi.

Kata kunci: aluminium nitrida, waktu *pra-etching*, ketebalan *thin film*, *residual stress*, koefisien piezoelektrik transversal.

ABSTRACT

Magnetolectric composite (ME) consists of a piezoelectric layer and a magnetolectric layer which is arranged alternately. The problem mostly found in thin film deposition of aluminum nitride (AlN) as a piezoelectric layer is residual stress. This research aims to optimize AlN deposition parameters in producing AlN films with near zero residual stress without sacrificing microstructural properties and piezoelectric responses.

The effects of pre-etching time and AlN film thickness on residual stress, microstructure, and piezoelectric response have been studied, via stylus profilometer, X-ray diffractometry, and 4-point bending method. The sequence of film layers deposited on the Si/SiO₂ substrate is Ta/Pt/AlN. The pulsed DC reactive sputter method has been done to deposition of AlN film.

The influences of pre-etching time on AlN residual stress are not significant. The residual stress of AlN film are lowered by increasing AlN film thickness due to the increase in the preferential growth of AlN crystal. FWHM of AlN (0002) peaks are nearly constant in the pre-etching period. With increasing film thickness, a decrease of FWHM is associated with better columnar growth. This also leads to higher $e_{31,f}$ magnitude.

Keywords: aluminum nitride, pre-etching time, film thickness, residual stress, transverse piezoelectric coefficient.

Email: hafid.suharyadi@esdm.go.id

PENDAHULUAN

Film piezoelektrik aluminium nitrida (AlN) saat ini digunakan sebagai lapisan penyusun dalam komposit magnetoelektrik (ME). Karena lapisan piezoelektrik digabungkan secara mekanis dengan lapisan magnetostriktif, hubungan mekanik masing-masing penyusun menjadi penting. *Residual stress* yang berasal dari proses deposisi film dapat menjadi faktor utama penyebab kegagalan sebuah film. *Residual stress* yang tinggi dapat menyebabkan kerusakan pada sensor yang dibangun. Oleh karena itu, optimasi *residual stress* dari film hasil deposisi diperlukan untuk menghasilkan film yang bebas dari *residual stress* tanpa merusak sifat piezoelektrik dari AlN.

Riset ini bertujuan untuk mengoptimalkan proses deposisi AlN. Luaran yang diharapkan adalah *residual stress* film AlN yang mendekati nol. Untuk melakukannya, parameter *sputtering*, seperti waktu *pra-etching* dan ketebalan film AlN, divariasikan. Perubahan pada sifat film AlN hasil deposisi, yaitu *residual stress*, mikrostruktural, dan respons piezoelektrik, akan dipelajari.

Teori dasar tentang sifat piezoelektrik, metode deposisi *physical vapor deposition* (PVD), pertumbuhan film, *stress* pada *thin film*, dan difraktometri x-ray akan disajikan. Tahap-tahap eksperimental akan dibahas secara rinci, yaitu persiapan sampel, fabrikasi film dengan menggunakan *pulsed DC reactive sputter*, dan karakterisasi *thin film* yang meliputi pengukuran residual stress, XRD, dan metode 4-point bending. Hasil *residual stress* film AlN akan dianalisis. Hasil pemindaian θ - 2θ dan ω disajikan untuk menggambarkan kristalinitas film AlN hasil deposisi. Koefisien piezoelektrik transversal efektif $e_{31,f}$ yang terukur juga disajikan.

TINJAUAN PUSTAKA

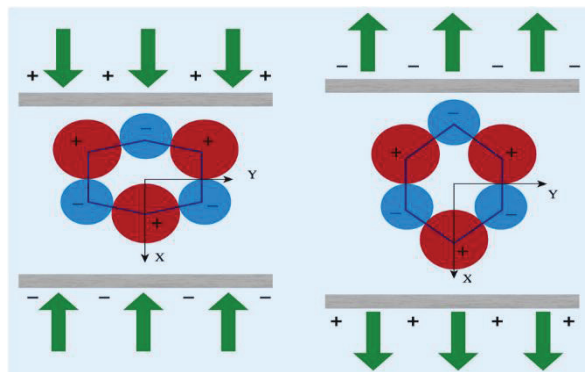
Fabrikasi *thin film* AlN menggunakan PVD menunjukkan adanya pengaruh pada sifat bahan piezoelektrik. Pemahaman dalam fenomena piezoelektrik, sifat material, proses *sputtering*, dan pengaruh parameter *sputtering* pada residual stress, mikrostruktural kristal, dan respon piezoelektrik sangat diperlukan.

A. Sifat Piezoelektrik

Sifat piezoelektrik adalah kemampuan bahan kristal tertentu untuk menghasilkan muatan listrik pada permukaan kristal setelah mengalami *mechanical stress* atau *strain*. Muatan listrik per satuan luas, atau disebut Polarisasi P [C/m²], adalah proporsional dengan stress yang diterapkan dan akan hilang ketika stress dihilangkan, seperti yang terlihat di Persamaan 1 (Uchino 2010).

$$P = d\sigma \quad [1]$$

dimana d [m/V] adalah koefisien piezoelektrik dan σ [N/m²]. Efek ini disebut juga efek piezoelektrik langsung (lihat Gambar 1). Bahan piezoelektrik juga dapat memiliki efek piezoelektrik invers dimana bahan mengalami deformasi mekanis yang proporsional ke medan listrik yang diterapkan (Uchino 2010).

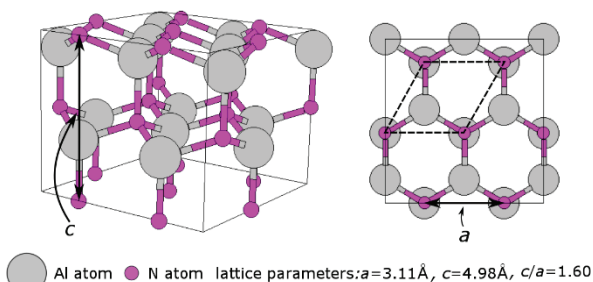


Gambar 1. *Compressive stress* menginduksi polarisasi dalam arah -z, sedangkan *tensile stress* menginduksi polarisasi dalam arah +z.

B. Aluminium Nitrida

AlN memiliki struktur *hexagonal wurtzite*, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2 (Jahns et al. 2014). Dalam struktur ini, satu atom Al dikelilingi oleh empat atom N yang membentuk tetrahedron terdistorsi (*distorted tetrahedron*) dan juga empat atom Al yang berdekatan terikat pada atom N yang membentuk tetrahedron terdistorsi yang ekuivalen (Gould and Borchardt-Ott 2011). Parameter *wurtzite lattice* meliputi: a adalah parameter *basal plane lattice* yang sama dengan panjang tepi *hexagonal basal plane* dan c adalah parameter *axial lattice* yang sama dengan tinggi dari satu sel unit heksagonal. c/a adalah

rasio parameter *lattice c* terhadap *a* (Kittel 2004).



Gambar 2. Struktur kristal wurtzite dari AlN. Gambar kiri adalah perspektif 3 dimensi dengan sumbu-*c* vertikal; lapisan Al (abu-abu) dan N (ungu) yang bertumpuk dapat dilihat. Gambar kanan melihat ke bawah sumbu-*c* pada *basal plane*.

Polarisasi pada AlN diinduksi sepanjang sumbu-*c*. Hal ini berasal dari elektronegativitas tinggi dari anion N dan elektronegativitas rendah dari kation Al, di samping tidak adanya pusat simetri pada sumbu-*c*. Atom Al dan N yang membentuk ikatan kovalen yang mendistribusikan jumlah elektron tidak sama dimana mayoritas elektron lebih tertarik ke atom N. Pemisahan muatan dalam lapisan *hexagonal closed packed* yang berisi anion dan kation menginduksi momen dipol di sepanjang sumbu-*c* pada sel unit (Hummel 2012).

Untuk memiliki polarisasi tertinggi, *thin film* AlN harus tumbuh dengan orientasi sumbu-*c*, yaitu dengan arah (0002) tegak lurus terhadap bidang substrat. Tingkat orientasi preferensial akan berkurang dengan penyebaran arah kolom pertumbuhan AlN yang juga merugikan sifat-sifat piezoelektrik. Selain itu, daerah dalam *thin film* AlN yang memiliki orientasi pertumbuhan yang berbeda dengan arah sumbu polar, sifat piezoelektrik akan berkurang (Eason 2007).

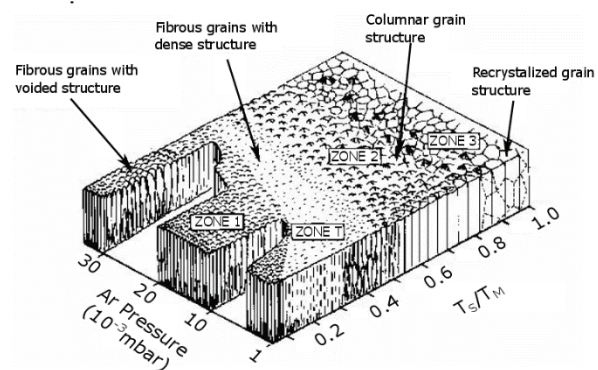
C. Physical Vapor Deposition

Physical Vapor Deposition (PVD) adalah proses deposisi *thin film* di mana atom atau molekul dikeluarkan dari target padat dan dibawa melalui lingkungan vakum tinggi (plasma) ke substrat di mana atom atau molekul tersebut berkumpul menjadi benda padat. Ada beberapa metode PVD, salah satunya adalah *sputtering*. Dalam *sputtering*, atom dari material target dikeluarkan

karena pemboman partikel yang berenergi tinggi. Atom yang dikeluarkan kemudian diendapkan pada substrat silikon dan diikuti dengan proses nukleasi film pada permukaan substrat (Ohring 2001).

D. Pertumbuhan Film AlN

Mikrostruktur film hasil deposisi dipengaruhi oleh parameter deposisi selama pertumbuhan film. Model zona struktur ditunjukkan pada Gambar 3 untuk menggambarkan pengaruh proses fisik terhadap mikrostruktur *thin film*. Tergantung pada rasio suhu substrat T_s terhadap suhu leleh T_M , 3 zona utama ditambah 1 zona transisi dapat dibedakan (Ohring 2001).

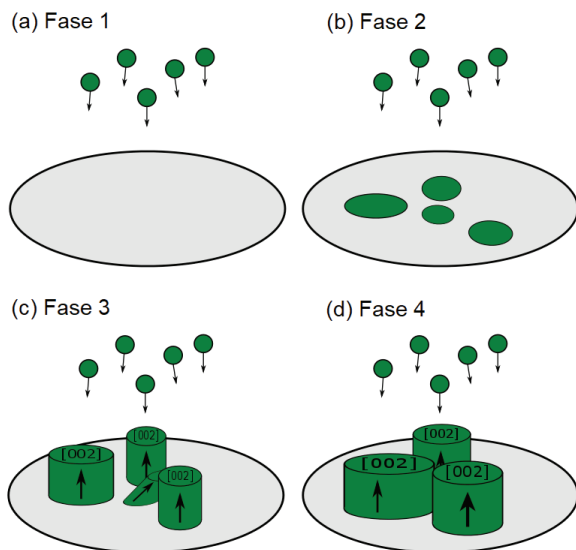


Gambar 3. Representasi skematis model zona struktur yang diperkenalkan oleh Thornton.

Pada riset ini, pertumbuhan film pada zona 2 yang lebih disukai dengan pertumbuhan struktur yang membentuk kolom (*columnar structure growth*). Difusi atom pada permukaan mendominasi dan jarak antara batas butirnya menjadi semakin rapat.

Mekanisme pertumbuhan *thin film* AlN dengan deposisi *reactive sputtering* ditunjukkan pada Gambar 4. (Fase 1) Molekul AlN yang terbentuk pada plasma mengalami kondensasi pada area substrat dan membentuk *nucleation sites*. (Fase 2) Dengan semakin banyaknya molekul yang terkondensasi, *nucleation sites* tumbuh menjadi *islands* AlN (tiga dimensi) yang terpisah. (Fase 3) *Islands* terus tumbuh dan melebur dengan *islands* terdekat, menyebabkan *islands* untuk membentuk grain boundaries dan bergabung satu sama lain untuk membentuk sebuah island tunggal.

Karena masing-masing island memiliki orientasi kristal yang independen, film yang digabungkan bukan merupakan film dengan orientasi kristal tunggal tetapi kumpulan kristal atau *grains* yang masing-masing memiliki orientasi kristal masing-masing. (Fase 4) Pertumbuhan film ditentukan oleh laju pertumbuhan *normal crystal faces* dari kristal. Kristal AlN dengan orientasi (0002) memiliki laju pertumbuhan tertinggi sehingga ketika deposisi berlanjut, kristal ini dapat menggerakkan pertumbuhan kristal lain dengan bidang orientasi berbeda yang memiliki laju pertumbuhan yang lebih lambat dan kemudian mengkonsumsinya (Eason 2007; Martinez Guerrero and Vargas-garcia 2000).



Gambar 4. Mekanisme pertumbuhan film dalam empat tahap selama deposisi dengan metode *sputtering* pada *thin film* AlN.

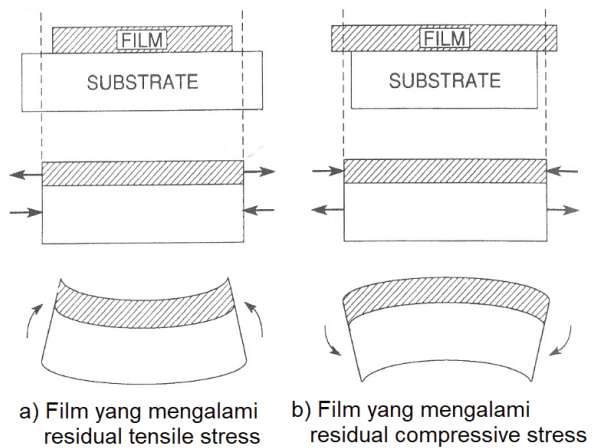
E. Stress pada Thin Film

Stress (Pa atau N/m²) didefinisikan sebagai gaya yang diterapkan per satuan luas penampang. *Thin film*, tanpa kehadiran gaya eksternal, dapat mengalami *stress* dan menunjukkan *internal stress* atau *residual stress*. *Residual stress* dari *thin film* σ_f adalah kombinasi dari *thermal stress* σ_T dan *intrinsic stress* σ_i , seperti yang diberikan oleh Persamaan 2 (Ohring 2001). *Thermal stress* muncul dari ketidaksesuaian koefisien ekspansi termal antara substrat dan film. Karena perubahan

suhu, substrat dan film mengembang atau menyusut dengan laju yang berbeda. Karena film terikat kuat pada substrat dan regangan komposit dipertahankan, respon mekanik kedua lapisan akan dibatasi sehingga menghasilkan *thermal stress* (Madou 2018).

$$\sigma_f = \sigma_T + \sigma_i \quad [2]$$

Intrinsic stress terjadi selama deposisi *thin film*, baik yang bersifat *compressive* atau *tensile*. *Intrinsic stress* bersifat *tensile* ketika film cenderung berkontraksi relatif terhadap substrat, sedangkan *compressive stress* diperoleh saat film cenderung meregang relatif terhadap substrat (lihat Gambar 5). *Intrinsic stress* dapat bersumber dari beberapa faktor, antara lain interaksi antar *grains*, *atomic peening*, *microvoids*, gas yang terjebak, dan *lattice mismatch* antara substrat dan film (Madou 2018).



Gambar 5. Urutan kejadian yang mengarah pada (a) *residual tensile stress* dan (b) *residual compressive stress* pada film.

E.1. Epitaxial Growth

Kualitas film yang tumbuh secara *epitaxial* sangat dipengaruhi oleh substrat. Ketika film yang dideposisi memiliki bahan yang berbeda dengan substrat, prosesnya disebut pertumbuhan *heteroepitaxial*. Karena atom pada lapisan awal film yang tumbuh dan terikat pada atom substrat, atom-atom ini dipaksa untuk mengikuti *lattice* dari substrat. Film meregang dengan mendistorsi sel unit untuk mengakomodasi *lattice mismatch*.

Misfit strain ϵ_f didefinisikan pada Persamaan 3, dengan a_f adalah *lattice constant* untuk film dan a_s adalah *lattice constant* untuk substrat (Smith 1995).

$$\epsilon_f = \frac{|a_s - a_f|}{a_f} \quad [3]$$

Strain energy yang disimpan di dalam film yang meregang sebanding dengan volume dan ketebalan film. Di bawah ketebalan kritis (*critical thickness*), ketebalan di mana *dislocation* sangat mudah terbentuk, *misfit dislocation* tidak stabil dan tidak akan terbentuk. Dalam hal ini, misfit diakomodasi oleh *elastic strain*. Ketika ketebalan film melebihi ketebalan kritis, *strain energy* cukup tinggi sehingga *misfit dislocation* cenderung terbentuk pada antarmuka film-substrat untuk mengurangi sebagian *strain energy*. Dengan bertambahnya ketebalan film, *misfit* secara penuh diakomodasi oleh *dislocation* dan tidak ada *elastic strain* yang dihasilkan. Tergantung pada *lattice constant* dari film dan substrat, *compressive stress* ($a_f > a_s$) atau *tensile stress* ($a_f < a_s$) dapat dihasilkan (Smith 1995).

Martin (Martin et al. 2004) menunjukkan bahwa *compressive stress* yang besar pada AlN dengan ketebalan rendah dihasilkan dari *lattice mismatch* yang besar antara film AlN dan seed layer Pt. *Lattice constant* pada AlN adalah 12% lebih besar dari jarak Pt-Pt pada bidang (111). *Mismatch* ini dikompensasi oleh *dislocation* dalam 100 nm pertama dari ketebalan film (Dubois and Murali 2001).

E.2. Peleburan Grain Boundaries

Pada tahap awal pertumbuhan, film terdiri dari kristal-kristal kecil di Z1. Sejumlah kristal yang terbentuk pada tahap awal melekat kuat pada substrat dan pada pertumbuhan selanjutnya. *Internal elastic strain* pada kristal cenderung mengalami relaksasi karena jari-jari grains menjadi lebih besar dan *internal stress* menjadi lebih kecil. Namun relaksasi dicegah karena film diikat secara kuat oleh substrat. Dalam keadaan ini, *compressive stress* dihasilkan (Ohring 2001).

Ketika film bergerak ke arah struktur ZT

atau Z2 yang lebih padat, jarak antara kristal berkurang dan menjadi menguntungkan bagi kristal untuk saling berinteraksi dan mengurangi energi permukaan. Di beberapa titik, interaksi di antara kristal cukup kuat untuk menutup celah dengan deformasi elastis dari *islands* dan untuk membentuk *grain boundaries*. *Elastic strain energy* yang dihasilkan sebanding dengan *tensile stress* yang dihasilkan (Ohring 2001).

Ketika sejumlah *adatom* digunakan dalam *grain boundaries*, *compressive stress* dihasilkan. Pada Ts/TM yang lebih tinggi dalam Z3, yield lebih mudah terjadi dan merelaksasi sebagian *tensile stress* dari mikrostruktur (Ohring 2001).

E.3. Mekanisme Lain

Penjelasan dari mekanisme lain yang berkontribusi pada *residual stress* dari *thin film* dijelaskan, sebagai berikut:

1. *Atomic peening* $\sigma_i < 0$: Tumbukan ion dan atom netral pada permukaan film dapat memadatkan film sehingga menghasilkan *compressive stress*. Bombardir dari ion-ion energetik menghantam atom-atom permukaan. Beberapa dari mereka masuk ke voids dan *interstitial sites* dalam *lattice* pada wilayah permukaan film yang menghasilkan densifikasi yang tinggi dan morfologi film yang padat. Pembentukan *defects*, seperti voids dan *dislocations*, juga dihasilkan oleh bombardir ion dengan meningkatkan energi ion yang diarahkan ke substrat (Carter 1994).
2. *Vacancy annihilation*: Beberapa *defects* dapat dihasilkan selama pertumbuhan film dan difusi *adatom* pada permukaan film terlalu rendah untuk mengisi posisi yang kosong. Namun kontribusi ini sangat jarang terjadi pada deposisi dengan suhu rendah (Madou 2018).
3. Atom dan gas yang tidak diinginkan masuk ke dalam film yang tumbuh dan mengotori permukaan substrat sebelum deposisi film juga dapat berkontribusi pada *intrinsic stress* (Madou 2018).

E.4. Perhitungan Stress

Film yang menderita *residual stress* hanya dapat meregang atau berkontraksi dengan menekuk (*bending*) dan deformasi (*deforming*) substrat dalam arah vertikal dan tidak ada stress yang diinduksi karena komposit diasumsikan bebas bergerak dalam arah vertikal. Kondisi ini memungkinkan seseorang untuk menerapkan *disk method* dimana *stress* film dihitung dengan mengukur jari-jari kelengkungan substrat sebelum (R_{pre} [m]) dan setelah (R_{post} [m]) deposisi film (lihat Persamaan 4) (Dubois and Muralt 2001).

$$\sigma_f = \frac{Y_s}{6(1-\nu_s)} \frac{T^2}{t} \left[\frac{1}{R_{post}} - \frac{1}{R_{pre}} \right] \quad [2]$$

dimana Y_s [GPa] adalah *Modulus Young* dari substrat, ν_s adalah *Poisson's ratio* dari substrat, T [m] dan t [m] masing-masing adalah ketebalan dari substrat dan film. Beberapa asumsi dilakukan, seperti substrat disk tipis dan memiliki sifat elastis isotropik transversal terhadap film normal, tebal film yang dideposisi jauh lebih tipis daripada tebal substrat, dan film terdeposisi seragam di atas substrat (Madou 2018).

Defleksi balok sebelum dan sesudah deposisi film dapat dianggap menyerupai kurvatur dari bola dan sebagai fungsi kontinu ($y = f(x)$) sepanjang bagian kurvatur yang diukur (l). Pengukuran defleksi dilakukan dengan menggunakan metode mekanis (*stylus scan*). Kelengkungan kurvatur tidak tergantung pada bentuk atau ukuran substrat karena panjang dan lebar film jauh lebih kecil dari jari-jari kelengkungannya. Jari-jari kelengkungan balok dihitung dengan derivasi pertama dan derivasi kedua, seperti yang ditunjukkan dalam Persamaan 5 (Smith 1995).

$$R(x) = \frac{\left[1 + \left(\frac{dy}{dx} \right)^2 \right]^{3/2}}{\frac{d^2y}{dx^2}} \quad [3]$$

F. X-ray Diffractometry

X-ray Diffractometry (XRD) adalah cara untuk menentukan mikrostruktur kristal dari *thin film* hasil deposisi serta orientasi preferensial dari polikristal dan tekstur kristal. Difraksi sinar-x

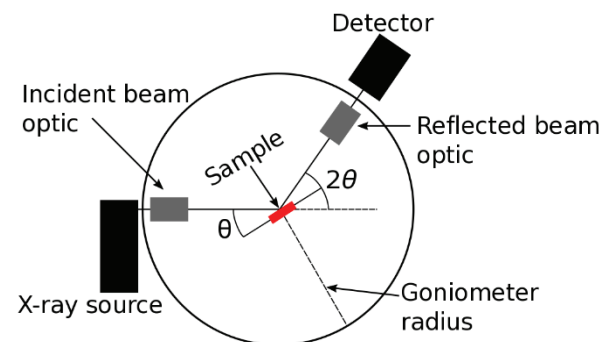
dalam padatan kristal didasarkan pada hukum Bragg (lihat Persamaan 6) (Kittel 2004). Reaksi Bragg terjadi ketika sudut datang sinar-x sama dengan sudut sinar-x yang dipantulkan. Radiasi sinar-x yang dipantulkan dari dua bidang paralel yang berurutan dapat berinteraksi secara konstruktif dan menghasilkan intensitas maksimum pada detektor. Interaksi yang konstruktif terjadi ketika perbedaan jalur antara sinar-x yang berinteraksi ($2d \sin \theta$) sama dengan kelipatan bilangan bulat dari panjang gelombang sinar-x, λ [nm].

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad [6]$$

dimana d [nm] adalah jarak *interplanar* antara bidang atom, $[\theta]$ adalah sudut sinar datang, dan n adalah urutan pantulan sinar-x terkait dengan perbedaan jalur, dalam hal jumlah panjang gelombang, antara bidang atom yang berdekatan.

F.1. X-ray Diffractometer

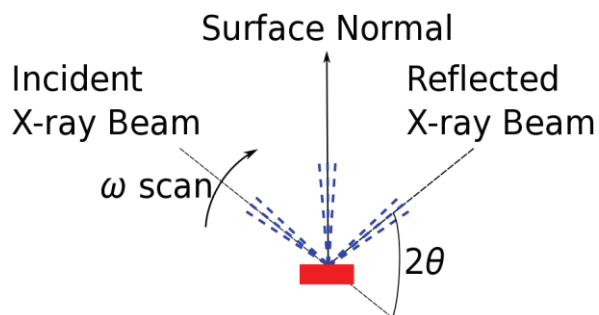
Pengaturan pengukuran XRD secara sederhana ditunjukkan pada Gambar 6. Tiga komponen dari pengaturan pengukuran XRD adalah sumber sinar-x, sampel, dan detektor sinar-x. Sampel terletak di pusat diffractometer atau lingkaran goniometer. Sumber sinar-x dan detektor diatur pada keliling lingkaran. Jari-jari lingkaran diatur tetap. Goniometer itu sendiri menyediakan dudukan sampel dimana tempat sampel dipasang (Sardela 2014).



Gambar 1. Skematik dari sistem pengukuran XRD (θ - 2θ scanning).

Gambar 6. Skematik dari sistem pengukuran XRD (θ - 2θ scanning).

θ - 2θ scanning adalah salah satu konfigurasi geometri dalam mengukur intensitas sinar-x yang dipantulkan dari sampel untuk menyelidiki orientasi struktur kristal yang ada dalam sebuah bahan (Ohring 2001). Selain itu, ω scanning (lihat Gambar 7) dilakukan dengan mengatur sudut θ dan 2θ pada puncak Bragg dan memutar sampel sepanjang sumbu ω . ω scanning sangat sensitif terhadap adanya cacat dan orientasi preferensial.



Gambar 7. Skematik dari sistem pengukuran XRD (ω scanning).

METODE PENELITIAN

Gambaran umum tentang parameter proses *sputtering* disampaikan pada bagian ini. Studi ini fokus pada pengaruh waktu *pra-etching* dan ketebalan film AlN pada sifat film AlN hasil deposisi, seperti residual stress, FWHM dan $e_{31,f}$. Lebih lanjut, metode investigasi seperti pengukuran stress, pengukuran XRD, dan metode *4-point bending* dijelaskan.

A. Penyiapan Substrat

Substrat silikon 4 inci dan 6 inci (Tabel 1) dipotong menjadi sampel dengan berbagai dimensi, misalnya poligon dengan diameter 32 mm, balok kantilever 2 mm × 10 mm, chip 25 mm × 30 mm, dan kotak 10 mm × 10 mm. Pemotongan dilakukan dengan mesin potong otomatis DAD3350. Setelah dipotong, sampel dibersihkan secara ultrasonik dalam aseton selama 10 menit untuk menghilangkan debu silikon yang berasal dari proses pemotongan dan partikel organik yang mungkin menempel pada permukaan substrat. Sampel kemudian dibilas dengan isopropanol, dihujani dengan air deionisasi, dan dikeringkan dengan hembusan N₂. Semua sampel dipanaskan

hingga suhu 150°C untuk memastikan pembuangan residu organik.

Tabel 1. Parameter *sputtering* Ta, Pt, Cr, dan Au.

Target	Ta	Pt	Cr	Au
Diameter target (inci)	4	4	8	8
Tekanan sputtering (mbar)	4×10^{-3}	8×10^{-3}	4×10^{-3}	6×10^{-3}
Laju aliran udara (sccm)	30	25	25	25
Tipe sputtering	RF	DC	DC	DC
Daya (W)	200	100	200	200
Laju deposisi (nm/s)	4.95	8.71	0.55	1.10

B. Pengaturan Sputtering

Proses *sputtering* dilakukan oleh sistem kluster magnetron Von-Ardenne CS 730 S, yang terdiri dari dua kamar *sputtering* dan satu kamar *etching* dengan total 9 posisi target. Sampel berbagai dimensi disusun pada *substrate holder* 6 inci untuk proses deposisi.

Konfigurasi kamar *etching* dimana deposisi AlN dilakukan dijelaskan sebagai berikut. Medan magnet dihasilkan oleh satu set magnet di atas target aluminium. Sistem pendingin air diterapkan pada target aluminium dan magnetron. Sebuah pompa turbomolekular Pfeiffer dioperasikan untuk menghasilkan ruang hampa udara yang tinggi dan didukung oleh *forepump* (pompa membran). Pfeiffer *pressure gauge* dan MKS Baratron *pressure gauge* digunakan masing-masing untuk memantau tekanan dasar dan tekanan *sputtering*. Tekanan selama *sputtering* dikendalikan dengan menggunakan *throttle valve* melalui sebuah *pressure control unit* (PCU). Laju aliran gas yang disuplai baik N₂ atau Ar dikontrol oleh pengontrol aliran massa MKS dan disuplai ke kamar vakum selama proses deposisi.

C. Parameter Sputtering

Parameter *sputtering* dari deposisi semua *thin film* dan khususnya *thin film* dari AlN dirangkum dalam Tabel 2 dan Tabel 3.

Tabel 2. Parameter *sputtering* untuk AlN.

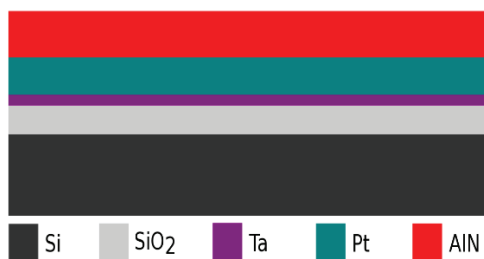
Parameter	Besaran
Diameter Target (Al)	8 inch
Jarak target-substrat	8 cm
Tekanan deposisi	2×10^{-3}
Laju aliran N ₂	10 sscm
Daya pulsed DC	1500 W
Frekuensi pulsa	250 kHz
Reverse time	1.6 μ m
Laju deposisi	0.89 nm/s

Tabel 3. Parameter *sputtering* untuk AlN.

Parameter	Besaran
Diameter Target (Al)	8 inch
Jarak target-substrat	8 cm
Tekanan deposisi	2×10^{-3}
Laju aliran N ₂	10 sscm
Daya pulsed DC	1500 W
Frekuensi pulsa	250 kHz
Reverse time	1.6 μ m
Laju deposisi	0.89 nm/s

D. Variasi Waktu *Pra-etching* dan Tebal AlN.

Parameter *sputtering* dari Ta, Pt, Cr, dan Au pada Tabel 2 dan AlN pada Tabel 3 dijaga konstan. Dua tumpukan yang dihasilkan dalam percobaan berikut ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Skematik *thin film* yang dideposisikan di atas substrat Si/SiO₂.

Untuk variasi waktu *pra-etching*, kurvatur substrat Si sebelum dideposisikan film diukur dengan profilometer. Proses *pra-etching* selama 30 s dan 60 s secara individual diterapkan pada substrat dan sebelum tahap deposisi film

berikutnya. Setelah deposisi film Pt dan AlN, defleksi sampel diukur secara berurutan. Ketebalan nilai film hasil deposisi adalah 15 nm Ta, 0.15 m Pt, dan 0.5 m AlN. Pengukuran XRD dilakukan untuk menentukan pengaruh waktu *pra-etching* pada kualitas pertumbuhan kristal film AlN.

Untuk variasi ketebalan film, AlN dideposisikan dengan masing-masing tebal, yaitu 0.5, 1.0, 1.5, dan 2.0 μ m di atas Pt, yang berfungsi sebagai *seed layer* dan elektroda bawah. *Stylus scan* dengan profilometer diterapkan secara berurutan pada sampel setelah deposisi film Pt dan AlN. Pengukuran XRD juga dilakukan. Sampel *chip* dengan tumpukan film Ta/Pt/AlN kemudian ditutup dengan 10 nm Cr dan 100 nm Au sebagai elektroda bagian atas terkait pengukuran $e_{31,f}$. Struktur elektroda atas difabrikasi oleh proses fotolitografi.

E. Pengukuran Stress

Stylus scan diterapkan untuk mengukur defleksi sampel. Jari-jari kelengkungan sampel diukur dengan pendekatan polinomial orde dua dengan sejumlah titik data defleksi sampel. Profil kurvatur dari sampel poligon disesuaikan dengan menggunakan Origin Lab. Adapun pengukuran *residual stress* rata-rata menggunakan program Matlab.

F. Pengukuran XRD

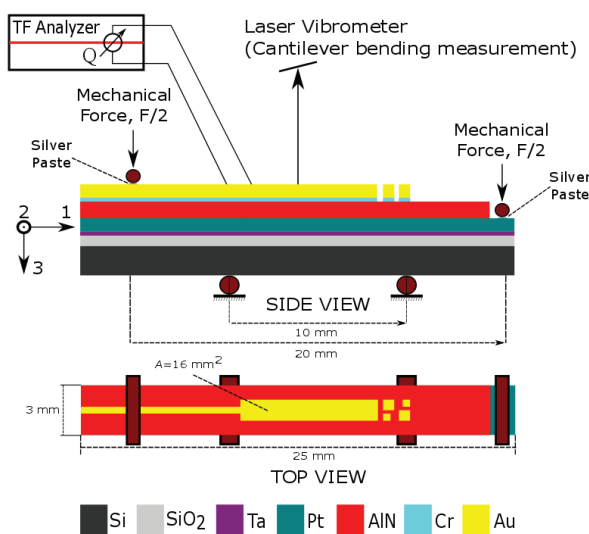
Sampel berbentuk kotak digunakan untuk investigasi mikrostruktural oleh XRD System 3000 PTS dari Seifert. Tegangan dan arus katoda yang diterapkan masing-masing adalah 40 kV dan 40 mA. θ - 2θ scan dilakukan secara bertahap dengan variasi 2θ dari 30° sampai dengan 90°. ω scan dilakukan di mana 2θ diatur tetap pada sudut dimana puncak Bragg dari AlN (0002) ditunjukkan. ω scan bervariasi dari 12° sampai dengan 28°. Tingkat kenaikan sudut dan waktu hitung untuk θ - 2θ scan dan ω scan masing-masing adalah 0.05° dan 1 s. FWHM dari *rocking curve* diukur dengan menerapkan *Gaussian fit* dengan sejumlah titik data intensitas sinar-x.

G. Litography

Proses *litography* dilakukan untuk strukturisasi elektroda atas dari sampel yang digunakan pada pengukuran $e_{31,f}$. Hexamethyldisilazane (HMDS) diaplikasikan pada sampel untuk meningkatkan daya rekat dari *resist* ke film. 0.5 ml *positive resist* (AZ6332) diaplikasikan pada sampel dengan menggunakan *spin coater*. Setelah aplikasi *resist*, sampel dipanggang di atas hot plate dengan suhu 110°C selama 50 s dan kemudian didinginkan di suhu lingkungan. Mode *hard contact* digunakan selama paparan UV untuk mentransfer struktur dari *mask* ke *resist*. Selanjutnya sampel dikembangkan dalam AZ726MIF selama 45 s. Setelah dibilas dengan air deionisasi dan dikeringkan dengan N₂, sampel tersebut dikeringkan pada suhu 125°C selama 50 s. *Etching* dilakukan pada lapisan Cr dan Au dengan masing-masing *etchant*. *Resist* yang tersisa pada sampel dilucuti dengan rendaman aseton-ultrasonik, kemudian dibilas dengan isopropanol dan air deionisasi. Sampel kemudian dipotong menjadi bentuk balok, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 9.

H. Metode 4-point Bending

Koefisien piezoelektrik transversal efektif $e_{31,f}$ diperoleh dengan menggunakan sistem aix-ACCT 4-point Bending (aix4PB). Prinsip pengukuran ditunjukkan pada Gambar 9. Kapasitansi masing-masing sampel diukur dengan multimeter untuk perhitungan permitivitas relatif.



Gambar 9. Skematik struktur sampel dan pengaturan pengukuran 4-point bending.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Pengaruh Variasi Waktu *Pra-etching*

Pengaruh variasi waktu *pra-etching* (PE) terhadap parameter *residual stress* dan FWHM yang diukur dapat dirangkum pada Tabel 4. Variasi waktu *pra-etching*, 30 s dan 60 s, tidak mempengaruhi *residual stress* dari film AlN secara signifikan dan FWHM dari puncak (0002). Meskipun demikian, peningkatan kecil pada nilai *residual stress* diamati dengan meningkatkan waktu *pra-etching*. Dalam waktu *pra-etching* yang lebih lama, permukaan lapisan film Pt dan substrat dibombardir oleh ion argon yang energetik lebih lama. Bombardir ion argon memunculkan sejumlah *vacancy clusters* atau *voids* pada permukaan *thin film* yang dideposit sebelumnya. Film AlN kemudian menunjukkan kecenderungan untuk berkontraksi dengan peningkatan jumlah *voids*.

Tabel 4. Hasil pengukuran *residual stress* AlN dan FWHM pada sampel yang memperoleh variasi waktu *pra-etching*.

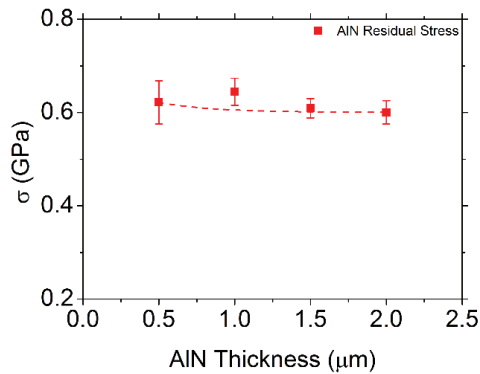
Layer	Waktu PE (s)	σ_f (GPa)	FWHM (°)
AlN	30	0.65 ± 0.05	1.83
AlN	60	0.70 ± 0.04	1.77

Rocking curve FWHM yang lebih sempit pada waktu *pra-etching* 60 s dikaitkan dengan permukaan Pt yang lebih halus dengan bombardir ion yang lebih lama. Dengan meningkatnya waktu *pra-etching*, sejumlah kontaminan yang terikat lemah pada permukaan substrat dan film semakin dibersihkan. Hal ini menghasilkan permukaan yang lebih halus untuk menghindari *shadowing* dan meningkatkan mobilitas atom pada permukaan substrat dan film sehingga mendukung pertumbuhan kristal berbentuk kolom. Oleh karena itu kristalinitas film AlN lebih baik pada waktu *pra-etching* 60 s.

B. Pengaruh Variasi Ketebalan Film AlN

Pengaruh variasi ketebalan film AlN terhadap parameter *residual stress*, FWHM, dan koefisien piezoelektrik transversal efektif ($e_{31,f}$) yang diukur dapat dirangkum pada Tabel 5. Dengan

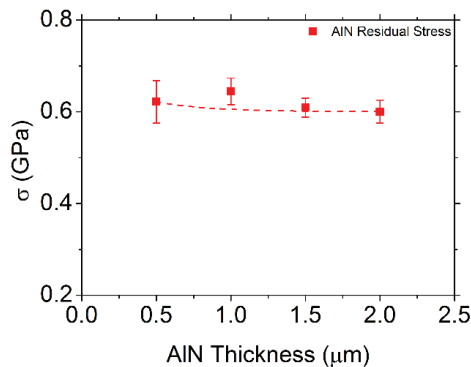
meningkatnya ketebalan film, *residual stress* AlN cenderung untuk menurun (lihat Gambar



10) sebagai akibat dari penggabungan atom ke dalam *grain boundaries* dan proses pertumbuhan *grains*. Ketika ketebalan film AlN terus meningkat, sejumlah molekul dan adatom mulai berdifusi ke dalam *grain boundaries*. Ketika difusi berlanjut, densitas *grain boundaries* menurun, ukuran *grains* meningkat, dan gaya tarik menarik antara *columnar grains* yang berdekatan menjadi berkurang. Dengan demikian *columnar grains* yang padat tumbuh secara preferensial dan *tensile stress* berkurang.

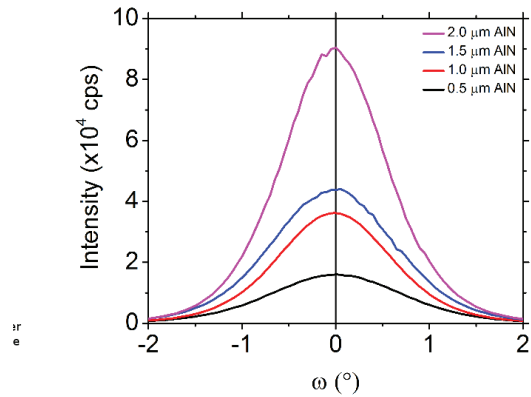
Tabel 5. Hasil pengukuran residual stress AlN, FWHM, dan $e_{31,f}$ pada sampel yang memperoleh variasi ketebalan film AlN.

Tebal AlN (μm)	σ_f (GPa)	FWHM (°)	$e_{31,f}$ (C/m ²)
0.5	0.62 ± 0.05	1.66	-1.34
1.0	0.64 ± 0.03	1.42	-1.47
1.5	0.61 ± 0.02	1.55	-1.38
2.0	0.60 ± 0.03	1.29	-1.40

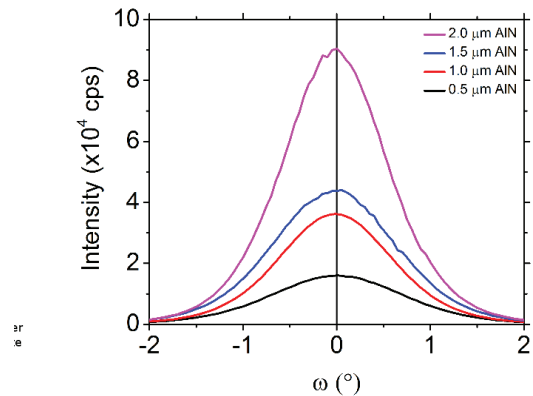


Gambar 10. *Residual stress* dari film AlN sebagai fungsi tebal film AlN.

θ - 2θ scan menunjukkan semua film AlN tumbuh dengan kristal berbentuk kolom dan memiliki orientasi pada sumbu-c. Peningkatan intensitas puncak pada Gambar 11 dijelaskan oleh



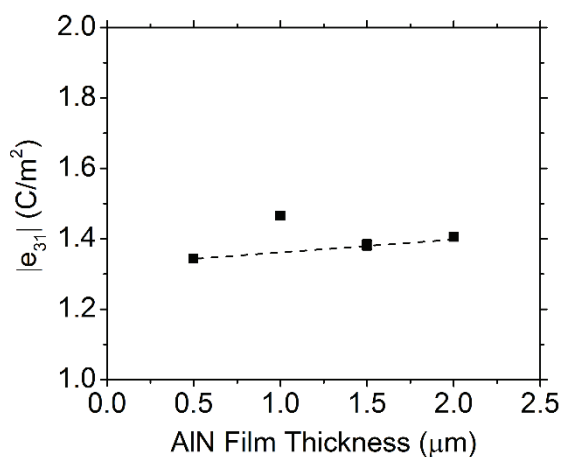
peningkatan jumlah dan ukuran *grains* dengan orientasi preferensial, yaitu kristal AlN dengan orientasi (0002). Dengan meningkatnya ketebalan film AlN, *grains* dengan orientasi (0002) tumbuh lebih besar dan mengkonsumsi *grains* lain dengan orientasi yang berbeda. *Grains* dengan orientasi (0002) kemudian mendominasi pada film AlN. Oleh karena itu, hasil difraksi x-ray lebih didominasi oleh interaksi sinar-x dengan bidang (0002).



Gambar 11. Hasil *rocking curves* dari AlN (0002).

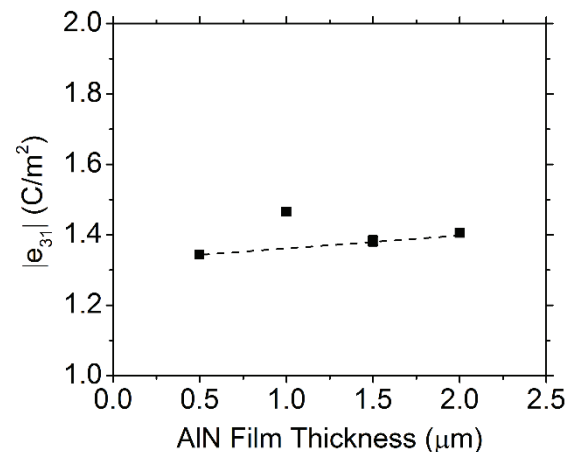
FWHM dari *rocking curve* semakin kecil dengan penambahan ketebalan film AlN (lihat Gambar 12) yang diakibatkan oleh peningkatan jumlah dan ukuran kristal AlN dengan orientasi (0002). Penyempitan lebar FWHM juga dapat dijelaskan oleh penurunan distribusi

inhomogeneous strain dan peningkatan *coherence length* pada ketebalan film AlN yang lebih tinggi. Pada ketebalan film $1.5 \mu\text{m}$, penyimpangan FWHM diamati tetapi nilai ini masih dapat diterima. Hal ini dapat diduga akibat kesalahan pengukuran XRD, misalnya, pemasangan sampel yang tidak presisi pada goniometer. Kemungkinan lain adalah implantasi ion selama deposisi film AlN yang mengakibatkan *inhomogeneous strain* pada permukaan film AlN. Lattice di lapisan atas mengembang sedemikian rupa sehingga jarak *interplanar* menjadi lebih besar daripada lapisan di bawah yang menyebabkan perluasan FWHM.



Gambar 12. FWHM sebagai fungsi dari ketebalan film AlN.

Peningkatan kualitas kristal pada ketebalan film AlN yang lebih tinggi berkorelasi dengan peningkatan koefisien piezoelektrik transversal efektif. Dengan struktur kristal kolumnar yang lebih baik, polarisasi sepanjang sumbu-c cenderung dipertahankan dalam film dengan *residual stress* yang rendah. Dalam studi ini, $|e_{31f}|$ menjadi maksimum karena *residual stress* dari film AlN yang minimum. Deviasi kecil diamati pada ketebalan film $1 \mu\text{m}$.



Gambar 13. $|e_{31f}|$ dari AlN sebagai fungsi dari ketebalan film AlN.

KESIMPULAN

Optimalisasi *stress* dari *thin film* aluminium nitrida telah dilakukan dengan variasi parameter sputtering tanpa menurunkan sifat piezoelektrik dari *thin film* AlN. Parameter sputtering yang divariasikan meliputi waktu *pre-etching* dan ketebalan film AlN. Pengaruh parameter tersebut terhadap *residual stress*, mikrostruktural, dan respon piezoelektrik telah disajikan.

Pengaruh waktu *pre-etching* pada *residual stress* dan mikrostruktural AlN tidak signifikan. *Tensile stress* tetap diamati dalam film AlN. Pada waktu *pre-etching* yang lebih lama, penurunan kecil dari FWHM telah dihasilkan. Hal ini disebabkan oleh permukaan film yang lebih halus akibat dari bombardir ion yang menghasilkan desorpsi kontaminan yang terikat lemah pada permukaan film.

Tensile stress yang lebih rendah telah diamati pada film AlN dengan ketebalan yang lebih tinggi. Mikrostruktural AlN yang berbentuk kolom tumbuh lebih baik pada film AlN dengan ketebalan yang tinggi. Hal ini juga berdampak pada peningkatan nilai e_{31f} . Sebuah korelasi antara

residual stress yang rendah, kualitas pertumbuhan kristal berbentuk kolom yang ditingkatkan, dan respon piezoelektrik yang lebih tinggi telah disajikan dari penambahan ketebalan film AlN.

DAFTAR PUSTAKA

- Carter, G. 1994. "Peening in Ion-Assisted Thin-Film Deposition: A Generalized Model." *Journal of Physics D: Applied Physics* 27(5):1046–55.
- Dubois, Marc-Alexandre and Paul Muralt. 2001. "Stress and Piezoelectric Properties of Aluminum Nitride Thin Films Deposited onto Metal Electrodes by Pulsed Direct Current Reactive Sputtering." *Journal of Applied Physics* 89(11):6389–95.
- Eason, R. 2007. *Pulsed Laser Deposition of Thin Films: Applications-Led Growth of Functional Materials*. Wiley.
- Gould, R. O. and W. Borchardt-Ott. 2011. *Crystallography: An Introduction*. Springer Berlin Heidelberg.
- Hummel, R. E. 2012. *Electronic Properties of Materials*. Springer Berlin Heidelberg.
- Jahns, Robert, S. Zabel, Stephan Marauska, B. Gojdka, B. Wagner, R. Knoechel, R. Adelung, and Franz Faupel. 2014. "Microelectromechanical Magnetic Field Sensor Based on ΔE Effect." *Applied Physics Letters* 105:52414.
- Kittel, C. 2004. *Introduction to Solid State Physics*. Wiley.
- Madou, M. J. 2018. *Fundamentals of Microfabrication: The Science of Miniaturization*, Second Edition. CRC Press.
- Martin, F., Paul Muralt, Marc-Alexandre Dubois, and Aurélie Pezous. 2004. Thickness Dependence of the Properties of Highly C-Axis Textured AlN Thin Films. Vol. 22.
- Martinez Guerrero, Reynaldo and Jorge Roberto Vargas-garcia. 2000. "Preparation of Aluminum Nitride Thin Films by CVD." *Materials and Manufacturing Processes - MATER MANUF PROCESS* 15:259–67.
- Ohring, M. 2001. *Materials Science of Thin Films*. Elsevier Science.
- Sardela, M. 2014. *Practical Materials Characterization*. Springer New York.
- Smith, D. L. 1995. *Thin-Film Deposition: Principles and Practice*. McGraw-Hill Education.
- Uchino, K. 2010. *Advanced Piezoelectric Materials: Science and Technology*. Elsevier Science.