

Sains & Teknologi Keadaan Pepejal 1991, ms. 23-29
 Pros. Seminar Sains Keadaan Pepejal VIII (UPM)
 ISSN 0128-5785

**KAJIAN STRUKTUR FILEM ULTRA-NIPIS LANGMUIR-BLODGETT
 TIMAH STEARAT DENGAN MENGGUNAKAN TEKNIK BELAUAN SINAR-X**

(STRUCTURAL STUDIES ON LANGMUIR-BLODGETT ULTRA-THIN
 FILMS OF TIN (IV) STEARATE USING X-RAY
 DIFFRACTION TECHNIQUE)

¹Mohamad Deramen, ¹Muhamad Mat Salleh,
²Mohd Ali Sulaiman dan ²Mohd Ali Sufi

¹Jabatan Fizik,
 Universiti Kebangsaan Malaysia,
 43600 Bangi, Selangor.

²Unit Tenaga Nuklear,
 Kompleks PUSPATI, Bangi,
 43000 Kajang, Selangor

ABSTRAK

Ekspirimen belauan sinar-X telah dilakukan ke atas filem ultra-nipis Langmuir-Blodgett (LB) timah (IV) stearat yang disediakan supaya mempunyai bilangan lapisan yang berbeza. Maklumat struktur seperti jarak antara satah, panjang sel unit, panjang molekul dan orientasi rantai molekul telah diperolehi daripada data belauan. Maklumat ini dibincang dan dibandingkan dengan data yang telah diterbitkan untuk filem-filem ultra-nipis LB manganan stearat, dan kadmium stearat.

ABSTRACT

X-ray diffraction measurements were carried out on Langmuir-Blodgett (LB) ultra-thin films of tin (IV) stearate for different numbers of layers. The structural information such as interplanar spacing, unit cells spacing, molecular length and orientation of molecular chains were obtained from the diffraction data. This information is discussed and compared with that previously published for LB ultra-thin films of manganese stearate and cadmium stearate.

PENGENALAN

Teknik belauan sinar-X digunakan untuk mengkaji sifat filem nipis kerana kaedah ini dapat memberi maklumat struktur filem nipis seperti jarak antara satah, panjang sel unit, panjang molekul, taburan elektron dalam molekul dan orientasi rantai molekul. Maklumat-maklumat ini penting kerana ia mempunyai kaitan dengan mutu filem nipis LB.

Kertas ini melaporkan keputusan yang diperolehi daripada data belauan sinar-X bagi filem nipis garam stearat logam bervalensi empat iaitu timah (IV) stearat yang disediakan di Jabatan Fizik, Universiti Kebangsaan Malaysia. Keputusan yang diperolehi dibandingkan dengan data filem nipis garam logam bervalensi dua iaitu mangan stearat, MnSt_2 (Fomerantz dan Segmuller, 1980) dan kadmium stearat, CdSt_2 (Mohamad Deraman et al., 1990).

KAEDAH KAJIAN

Filem monolapis timah (IV) stearat diendapkan ke atas permukaan substrat kaca dengan menggunakan alat KSV LB 5000 dan sampel-sampel yang mempunyai bilangan lapisan 7 (sampel I), 15 (sampel II) dan 21 (sampel III) telah disediakan. Kaedah penyediaan filem yang lengkap diterangkan di dalam kertas seminar sebelum ini (Muhamad Mat Salleh et al., 1991).

Eksperimen belauan sinar-X telah dilakukan ke atas sampel filem timah (IV) stearat dengan menggunakan meter belauan sinar-X model Siefert (XRD 3000 SYSTEM) yang terdapat di Unit Tenaga Nuklear. Meter belauan ini dilaras supaya beroperasi pada 30mA, 40kV, dengan sudut belauan 2θ berubah dari 3° hingga 15° . Halaju imbasan ialah $0.07^\circ/\text{saat}$ dan panjang gelombang (λ) sinar-X monokromat $\text{CuK}\alpha$ ialah 1.54\AA . Data belauan sinar-X direkodkan dengan komputer dalam bentuk keamatan belauan sinar-X melawan sudut belauan 2θ .

HASIL DAN PERBINCANGAN

Pada data belauan sinar-X terdapat puncak-puncak Bragg $00l$ ($l = 1, 2, 3, 4, \dots$) dan jarak antara satah, d ($= \lambda/2\sin\theta$) yang sepadan dengan sudut-sudut Bragg, θ . Panjang sel unit, dapat dikira daripada nilai-nilai parameter l dan d dengan menggunakan rumus $c = 00l \times d$. Seperti yang telah dipaparkan (Mohamad Deraman et al., 1990), nilai c untuk nilai-nilai l yang berlainan didapati hampir sama (lihat Jadual 1).

Sampel-sampel		Puncak-puncak Bragg				
		001	002	003	004	005
Sampel I (7 lapisan)	$\theta(^{\circ})$	-	1.8	2.8	3.7	-
	$d(\text{\AA})$	-	24.1	16.0	11.9	-
	$c(\text{\AA})$	-	48.3	48.0	48.1	-
Sampel II (15 lapisan)	$\theta(^{\circ})$	-	1.8	2.7	4.2	4.7
	$d(\text{\AA})$	-	24.4	16.3	12.2	9.6
	$c(\text{\AA})$	-	48.8	48.7	48.7	48.0
Sampel III (21 lapisan)	$\theta(^{\circ})$	-	1.8	2.8	3.7	4.6
	$d(\text{\AA})$	-	24.1	15.9	11.9	9.6
	$c(\text{\AA})$	-	48.2	47.7	47.8	48.3

Jadual 1 : Sudut Bragg θ , jarak antara satah d dan panjang sel unit c bagi filem timah (IV) stearat 7, 15 dan 21 lapisan.

Panjang molekul filem adalah setengah daripada nilai panjang sel unit kerana untuk setiap sel unit terdapat dua molekul. Sebagai contoh, nilai purata panjang molekul untuk sampel I ialah setengah daripada nilai purata c (lihat Jadual 1) iaitu 24.1\AA . Cara pengiraan yang sama dilakukan ke atas sampel-sampel II dan III. Nilai purata panjang molekul untuk kesemua sampel ditunjukkan dalam Jadual 2.

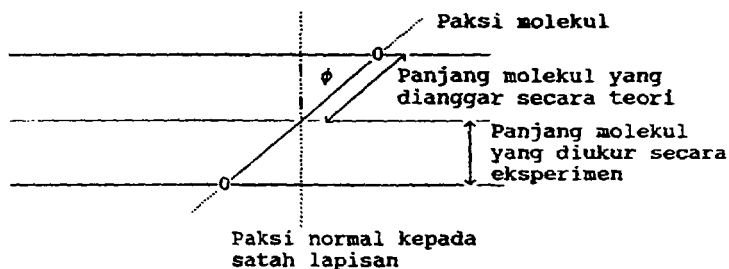
Sampel	Panjang molekul, R_c (\AA)
Sampel I (7 lapis)	24.1
Sampel II (15 lapis)	24.3
Sampel III (21 lapis)	24.0
Purata	24.1

Jadual 2 : Nilai purata eksperimen panjang molekul bagi filem timah (IV) stearat 7, 15 dan 21 lapisan dan bagi semua sampel.

Ion	Jejari, Å
H ⁺	0.6 ^(#)
COO ⁻	2.5 ^(*)
Cd ²⁺	1.4 ^(#)
Mn ²⁺	1.3 ^(#)
Sn ⁴⁺	1.4 ^(#)
(H-C-H) ²⁻	20.8 ^(*)

Jadual 3 : Panjang jejari ion bagi ikatan tunggal kovalen yang digunakan dalam perhitungan. (#) (Donald, 1964) dan (*) (Pomerantz dan Segmuller, 1980)

Nilai panjang molekul boleh dianggarkan secara teori jika panjang jejari ion ikatan kovalen diketahui. Dengan menggunakan nilai-nilai jejari ion dalam Jadual 3, nilai panjang molekul bagi sampel-sampel garam stearat telah dihitung dan hasilnya disenaraikan dalam Jadual 4.



Rajah 1 : Orientasi molekul filem terhadap paksi normal kepada satah lapisan.

Rajah 1 menunjukkan orientasi molekul dengan paksinya berada pada sudut ϕ daripada paksi normal kepada satah lapisan filem. Orientasi molekul, ϕ boleh dikira dengan menggunakan rumus

$$\phi = \text{Kos}^{-1} \left(\frac{R_e}{R_l} \right)$$

iaitu, R ialah panjang molekul yang diperolehi secara eksperimen dan R_t ialah panjang molekul yang diperolehi secara anggaran teori. Nilai untuk orientasi molekul yang dikira ditunjukkan dalam Jadual 4.

Filem	(#) $CdSt_2$	(*) $MnSt_2$	$SnSt_2$
Anggaran Panjang molekul secara teori, R_t (Å)	25.3	25.4	25.3
Panjang molekul secara eksperimen, R_e (Å)	23.4	24.4	24.2
Perbezaan panjang molekul, $\Delta R = R_t - R_e$ (Å)	1.9	1.0	1.1
Orientasi molekul filem, ϕ	22.6°	16.1°	17.3°

Jadual 4 : Perbandingan panjang molekul antara filem $CdSt_2$, $MnSt_2$ dan $SnSt_2$ yang diperolehi secara eksperimen dan anggaran pengiraan secara teori. (#) (Mohamad Deraman et al., 1990) (*) (Pomerantz dan Segmuller, 1980)

Jadual 1, 2 dan 4 jelas menunjukkan bahawa data struktur bagi filem nipis timah (IV) stearat yang disediakan mempunyai sifat kebolehulangan. Ini adalah kerana nilai-nilai bagi panjang sel unit c bagi ketiga-tiga sampel iaitu sampel I, II dan III didapati hampir sama. Nilai c yang paling rendah ialah 47.7 Å dan yang paling tinggi ialah 48.8 Å. Dalam bentuk peratus perbezaan ini ialah sekitar 2 peratus sahaja. Kecilnya angka ini memberi keyakinan kepada hasil kajian ini walaupun tanpa melibatkan puncak Bragg pada sudut rendah yang sepadan dengan pantulan 001. Pantulan ini tidak dapat diperolehi daripada eksperimen kerana sudut Bragg yang berkenaan adalah kecil dan terlalu hampir dengan alur terus dan pengaruh alur latarbelakang adalah terlalu besar. Oleh itu dapat kita simpulkan bahawa untuk kajian filem yang seumpama ini, data daripada puncak Bragg 001 tidak semestinya diperlukan.

Dari segi panjang molekul, Jadual 4 menunjukkan bahawa nilai teori dan eksperimen bagi sampel filem timah (IV) stearat yang dikaji amat hampir antara satu sama lain, iaitu perbezaannya sekitar empat peratus sahaja. Perbezaan yang sebesar ini juga berlaku pada filem mangan stearat yang

disediakan oleh Pomerantz dan Segmuller (Pomerantz dan Segmuller, 1980). Ini ditunjukkan dalam Jadual 4. Perbezaan yang agak besar antara nilai teori dan eksperimen didapati berlaku untuk filem kadmium stearat. Ini telah kami jangkaan (Mohamad Deraman et al., 1990) kerana filem ini tidak disediakan dengan cermat manakala filem timah (IV) stearat telah disediakan dengan lebih cermat.

Jadual 4 menunjukkan bahawa sudut yang mentakrifkan orientasi molekul dalam filem timah (IV) stearat adalah hampir sama dengan sudut orientasi molekul dalam filem mangan stearat, iaitu perbezaan sebesar 1.2° sahaja. Perbezaan yang besar berlaku antara kedua-dua filem ini dengan filem kadmium stearat, iaitu perbezaan sebesar 5.3° hingga 6.5° . Perbezaan yang besar ini berlaku oleh kerana penyediaan filem yang kurang cermat seperti yang telah diterangkan dalam paragraf di atas.

KESIMPULAN

Beberapa kesimpulan boleh dibuat daripada kajian ini: (i) dari segi struktur, mutu filem timah (IV) stearat (garam stearat logam bervalensi empat) yang disediakan di Jabatan Fizik, UKM adalah sebanding dengan mutu filem mangan stearat (garam stearat logam bervalensi dua) yang disediakan oleh Makmal IBM, di Amerika Syarikat; (ii) data struktur bagi filem timah (IV) stearat didapati mempunyai sifat kebolehlungan dan dalam konteks kajian yang seumpama ini, ketiadaan puncak Bragg 001 tidak mempengaruhi hasil kajian; (iii) adalah amat sukar untuk menyediakan filem yang mempunyai sudut orientasi molekul yang sangat kecil. Bagaimanapun data belauan sinar-X boleh digunakan untuk mengesan pengurangan sudut ini sebagai fungsi kepada parameter penyediaan filem, iaitu tekanan permukaan filem monolapis. Ini akan dilakukan sebagai kajian lanjut kepada kajian yang dipentangkan dalam kertas ini.

PENGHARGAAN

Kami merakamkan ucapan terima kasih kepada IRPA kerana membiayai projek ini. Terima kasih juga disampaikan kepada pihak Unit Tenaga Nuklear kerana membenarkan kami menggunakan meter belauan sinar-X, dan kepada kakitangannya yang bertugas terutamanya Pn. Nurul Haslinda Abdullah.

RUKUKAN

- Donald, K.S., (1964), *Electronic Structure and Chemical Bonding*, Ginn-Blaid & Dell a Xerox Company, London Hal. 44-50.
- Mohamad Déraman, Muhamad Mat Salleh, Chew Tat Tian, Mohd Ali Sufi and Kok Kuan Ying, (1990) *Structural Characterisation of Thin Film Cadmium Stearate By X-ray Diffraction Technique*, *Proseding Seminar Fizik Keadaan Pepejal ke VII*, 35-40.
- Muhamad Mat Salleh, Muhamad Yahaya, Mohd Ali Sulaiman dan Hariyadi Suteja, 1991, *Filem Langmuir-Blodgett TimaH (IV) Stearat*, *Laporan Teknik Fakulti Sains Fisis dan Gunaan*, 5: ____ (akan dikeluarkan).
- Pomerantz M. and Segmuller A., (1980), *High Resolution X-Ray Diffraction From Small Numbers of Langmuir-Blodgett Layers of Manganese Stearate. Thin Solid Films*, 68 : 33-45.
- Pauling, L. and Pauling, P., (1975), *Chemistry*, W.H. Freeman & Company, San Francisco, Hal. 182-185.