

Penumbuhan Lapisan Tipis Barium Titanat (BaTiO_3) menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Mol

Ayu Uswatu Lissa Sapta Setyadi¹, Yofentina Iriani², Fahru Nurosyid³

¹Program Studi S2 Ilmu Fisika, Pascasarjana Universitas Sebelas Maret
Jl. Ir. Sutami 36A Ketingan, Surakarta 57126

^{2,3}Jurusan Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret
Jl. Ir. Sutami 36A Ketingan, Surakarta 57126

Email : yopen_2005@yahoo.com

Abstract: Preparation of Barium Titanate thin film (BaTiO_3) has been done on Quartz substrate using sol gel method with spin coating technique. A thin film BaTiO_3 was made with a mole variation of 0.4 mol and 0.8 mol at a rotation speed of 3000 rpm. The samples were annealed at 400 ° C with 30 minutes stand-up time and at 900 ° C with 2 hours stand-up time and a heating rate of 5 ° C per minute. Characterization of optical properties samples was performed using UV-Vis spectrometers and characterization of microstructure samples using X-Ray Diffraction (XRD). The particle size was calculated by Scherer's formula. Based on the results of the analysis it was found that mole variation of the solution influenced the absorbance value, intensity, crystallinity level and BaTiO_3 thin film particle size. The greater mole of BaTiO_3 solution the higher then absorbance value. The fewer then number of layers the greater then diffraction peak intensity. More number of layers the greater the level of crystallinity and particle size.

Keywords: Mol, Barium Titanate, Sol Gel, absorbance, structure Micro

Abstrak: Pembuatan lapisan tipis Barium Titanat (BaTiO_3) telah dilakukan di atas substrat Quartz menggunakan metode sol gel dengan teknik spin coating. Lapisan tipis BaTiO_3 dibuat dengan variasi mol 0.4 mol dan 0.8 mol pada kecepatan putar 3000 rpm. Sampel diannealing pada suhu 400°C dengan waktu tahan 30 menit dan pada suhu 900°C dengan waktu tahan 2 jam dan kenaikan suhunya 5°C per menit. Karakterisasi sifat optik sampel dilakukan menggunakan spektrometer UV-Vis dan karakterisasi struktur mikro sampel menggunakan X-Ray Diffraction (XRD). Ukuran partikel dihitung dengan formula Scherer. Berdasarkan hasil analisis didapat bahwa variasi mol larutan mempengaruhi mempengaruhi nilai absorbansi, intensitas, tingkat kekristalan dan ukuran partikel lapisan tipis BaTiO_3 . Semakin besar mol larutan BaTiO_3 maka semakin tinggi nilai absorbansinya. Semakin sedikit jumlah lapisan maka intensitas puncak difraksi semakin besar. Semakin banyak jumlah lapisan maka semakin besar pula tingkat kekristalan dan ukuran partikel.

Kata kunci: Mol, Barium Titanat, sol gel, absorbansi, struktur mikro.

1. Pendahuluan

Lapisan tipis ferroelektrik telah dimanfaatkan dalam berbagai macam aplikasi dalam bidang elektronik dan listrik optik [1]. Material ferroelektrik merupakan salah satu bukti dari perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi yang dikembangkan sejak tahun 1960an sampai saat ini [2]. Ferroelektrik merupakan suatu bahan yang memiliki polarisasi spontan tanpa adanya gangguan medan listrik dari luar bahan dengan temperatur Curie. Salah satu contoh material ferroelektrik adalah Barium Titanat (BaTiO_3) [3].

BaTiO_3 memiliki sifat yang menarik yang telah digunakan selama 60 tahun yaitu secara kimiawi dan mekanis sangat stabil [4], menunjukkan sifat ferroelektrik di atas suhu kamar,

memiliki Temperatur Curie 120°C [5], konstanta dielektriknya yang tinggi pada suhu kamar [4], kehilangan dielektrik rendah [6], memiliki energi band gap yang luas [6], densitas tinggi pada *dynamic random access memory* (DRAM) [7], *Nonvolatile Ferroelectric Random Access Memories* (NvFeRAMs) [8], *Ferroelectric Random Access Memory* (FRAM), *Solar Cell* [9]. Material ferroelektrik BaTiO_3 dapat digunakan sebagai bahan sel surya, karena secara umum memiliki energi *band gap* ± 3 eV dan konduktivitas 10^5 S/cm sehingga band gap yang kecil dapat meningkatkan efek fotovoltaiik dari ferroelektrik[10].

Penumbuhan lapisan tipis BaTiO_3 dapat dilakukan menggunakan beberapa metode metode vakum dan metode non vakum. Metode vakum terdiri dari PVD, *Laser Ablasi*, *Ion Planting* dan CVD [11]. Metode non vakum terdiri dari *electrodeposited*, *Dip Coating*, *Spin Coating*, *Electrophoresis*, *Screen Printing*, and *Spray Pyrolysis* [4], *Chemical Solution Deposition* (CSD) atau sol gel [2]. Metode sol gel merupakan proses fase cair untuk pembuatan bahan lapisan tipis. Metode sol gel memiliki keunggulan yaitu dapat mengontrol stokiometri film dengan kualitas yang baik, prosedur yang mudah[11], membutuhkan biaya yang murah dan diterapkan pada temperatur yang rendah [2].

Pada penelitian ini, BaTiO_3 dibuat menggunakan metode sol gel dengan proses spin coating. Annealing pada suhu 400°C ditahan selama 30 menit, 900°C ditahan selama 2 jam dengan *heating rate* $5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. Variasi yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu variasi mol sebesar 0.4 dan 0.8. Lapisan tipis BaTiO_3 di karakterisasi menggunakan XRD untuk memperoleh informasi mengenai struktur kristal. Karakterisasi sifat optik BaTiO_3 menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

2. Metode Penelitian

2.1. Pembuatan larutan

Lapisan tipis BaTiO_3 ditumbuhkan dengan metode sol gel. 3 tahapan dalam metode ini yaitu persiapan sol, gelation dari sol dan penguraian pelarut. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Asam Asetat [(CH_3COOH)], Barium Asetat [$\text{Ba}(\text{CH}_3\text{COO})_2$], Titanium Isopropoksida [$\text{Ti}(\text{C}_{12}\text{O}_4\text{H}_{28})$] dan *Etylen Glicol* ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$).

Pembuatan material ferroelektrik diawali dengan penghitungan mol bahan agar didapatkan massa masing-masing bahan. Penghitungan massa bahan dengan variasi mol yaitu 0,4 mol dan 0,8 mol. Pembuatan larutan BaTiO_3 memiliki beberapa tahap yaitu pertama dengan mencampurkan larutan Asam Asetat dengan bubuk Barium Asetat. Kedua larutan ditambah dengan Titanium Isopropoksi. Ketiga *Etylen Glicol* ditambahkan ke dalam larutan. Masing-masing tahapan pembuatan larutan setelah pencampuran bahan, distirer selama 30 menit kemudian di panaskan diatas *hotplate* pada suhu 90°C selama 30 menit.

Langkah selanjutnya dengan pendeposisian larutan diatas substrat Quartz dengan teknik spin coating pada kecepatan putar 3000 rpm selama 30 detik. Untuk mendapatkan beberapa lapisan yang diinginkan dapat diulang dengan meneteskan larutan diatas substrat Quartz kemudian diputar dengan kecepatan putar yang telah ditetapkan. Langkah selanjutnya yaitu sampel dipanaskan diatas *hotplate* dengan suhu 120°C selama 5 menit. Kemudian substrat yang telah di lapisi, di annealing dengan suhu 400°C dengan waktu tahan selama 30 menit, 900°C dengan waktu tahan selama 2 jam dengan *heating rate* $5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$.

2.2. Karakterisasi lapisan

Lapisan tipis BaTiO_3 yang telah dibuat, di karakterisasi menggunakan XRD untuk memperoleh informasi struktur kristal dengan panjang gelombang 1.54184 \AA , *increment* sebesar 0,11054, θ sebesar 10° - 60° serta λ_{Cu} sebesar $1,5406 \text{ \AA}$. Data hasil pengujian XRD diperoleh dengan menampilkan hubungan antara 2θ dengan intensitas. Data diplotkan di

software origin sehingga muncul grafik yang menunjukkan puncak-puncak difraksi dari sampel. Puncak puncak difraksi dibandingkan dengan database ICDD sehingga dapat diketahui puncak-puncak tersebut adalah puncak difraksi dari sampel. Dari puncak difraksi dapat diketahui nilai *full Width Half Maximum* (FWHM), dapat diketahui tingkat kekristalan, ukuran partikel dan struktur kristal dari sampel. Tingkat kekristalan suatu material dapat ditentukan dengan persamaan dibawah ini:

$$\text{Crystallinity} = \frac{I_{\text{puncak max}} - I_{\text{puncak min}}}{I_{\text{puncak max}}}$$

(1)

Ukuran partikel pada lapisan tipis BaTiO₃ dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer pada pers. (2) yang menunjukkan hubungan antara FWHM dengan ukuran partikel (D) dari setiap sampel dengan variasi mol. Nilai FWHM dari sampel BaTiO₃ dihitung dengan software origin digunakan untuk menghitung ukuran kristal. Nilai β merupakan nilai FWHM, θ merupakan sudut difraksi, k merupakan konstanta Scherrer yaitu 0,9, dan λ merupakan panjang gelombang sinar X

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

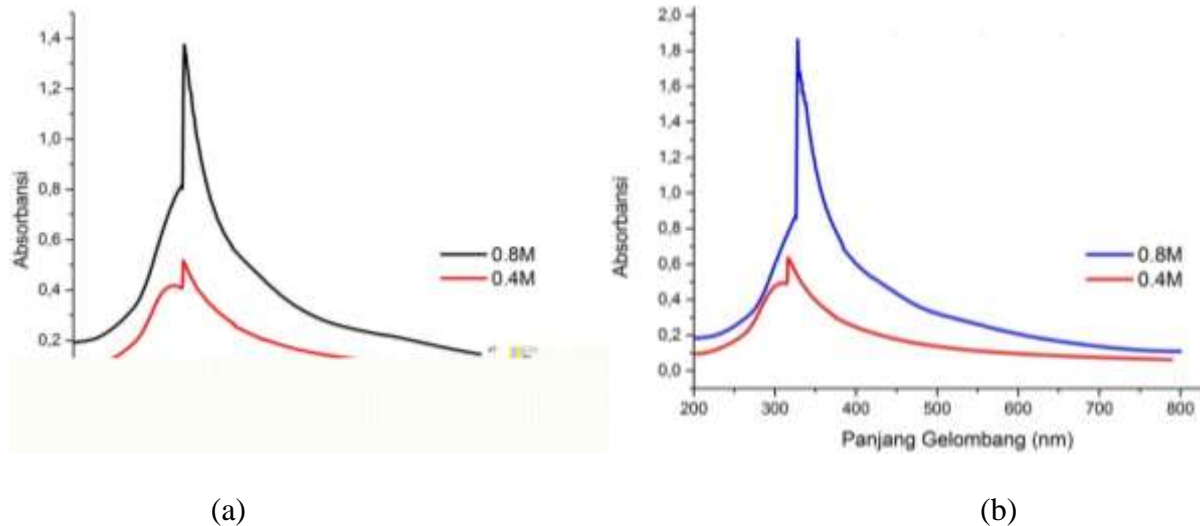
(2)

Karakterisasi sifat optik Barium Titanat menggunakan Spektrofotometer UV-Vis Ocean Optics USB4000 dengan panjang gelombang antara 200-800 nm. Data hasil pengujian UV-Vis diplotkan di software origin sehingga muncul grafik yang menunjukkan nilai hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang. Pengujian absorbansi dilakukan untuk melihat spektrum serapan lapisan tipis BaTiO₃. Spektroskopi yang digunakan dapat mendeteksi sifat absorbansi, transmitansi dan reflektansi lapisan tipis BaTiO₃. Data yang diperoleh dari hasil pengukuran ini selanjutnya diolah untuk mendapatkan karakteristik absorbansi dari BaTiO₃. Absorpsi di dalam film terjadi melalui eksitasi elektron dari keadaan-keadaan terisi atau valensi ke keadaan-keadaan kosong (konduksi).

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Sifat Optik

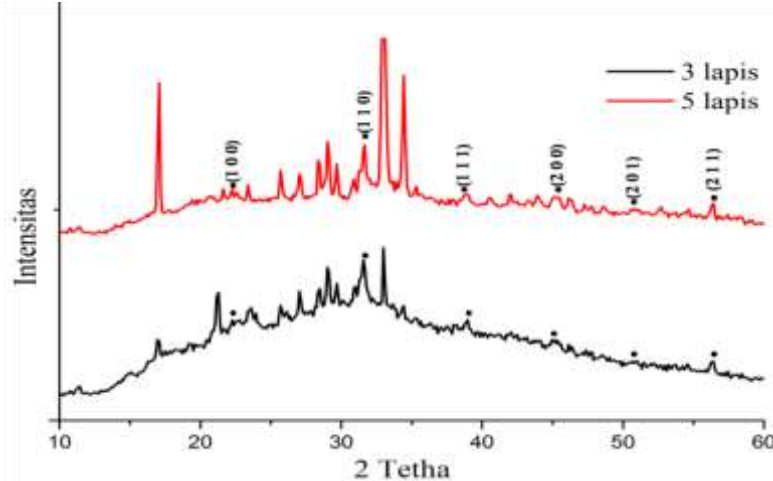
Gambar 1 menunjukkan spektrum serapan lapisan BaTiO₃ dengan variasi mol sebanyak (a) 3 lapis (b) 5 lapis. Hasil karakterisasi absorbansi pada gambar 1 (a) menunjukkan bahwa sampel dengan jumlah lapisan 3 lapis 0,8 mol maksimum menyerap cahaya pada rentang 320-350 nm memiliki puncak 1,386 dan minimum menyerap cahaya pada rentang 780-800. Sampel dengan jumlah lapisan 3 lapis 0,4 mol maksimum menyerap cahaya pada rentang 305-340 nm memiliki puncak 0,517 minimum menyerap cahaya pada rentang 784-800.



(a) (b)
Gambar 1. Gravit absorbansi BaTiO₃ dengan variasi mol (a) 3 Lapis (b) 5 Lapis

Gambar 1(b) menunjukkan bahwa sampel dengan jumlah lapisan 5 lapis 0,8 mol maksimum menyerap cahaya pada rentang 327-357 nm memiliki puncak 1,863 dan minimum menyerap cahaya pada rentang 780-800. Sampel dengan jumlah lapisan 5 lapis 0,4 mol maksimum menyerap cahaya pada rentang 327-342 nm memiliki puncak 0,637 minimum menyerap cahaya pada rentang 780-800. Sampel dengan jumlah lapisan 3 lapis dan 5 lapis dengan variasi mol 0,4 dan 0,8 menunjukkan nilai absorbansi yang berbeda. Sampel BaTiO₃ 3 lapis dengan 0,8 mol memiliki nilai absorbansi lebih besar dibanding dengan sampel BaTiO₃ 3 lapis 0,4 mol. Sampel BaTiO₃ 5 lapis dengan 0,8 mol memiliki nilai absorbansi lebih besar dibanding dengan sampel BaTiO₃ 5 lapis 0,4 mol. Kekentalan saat pembuatan larutan mempengaruhi nilai absorbansi. Semakin kental larutan maka semakin tinggi pula nilai absorbansinya. Pada titik absorbansi maksimum menunjukkan bahwa elektron tidak dapat menyerap energi pada panjang gelombang tersebut sehingga energi yang diberikan hanya dilewatkan saja [1].

3.2. Struktur Mikro



Gambar 2. Pola difraksi BaTiO₃ 0,8 mol

Karakterisasi struktur kristal dilakukan menggunakan XRD. Dari pengujian didapat hasil berupa pola difraksi yaitu grafik yang menunjukkan hubungan antara intensitas (I) dengan sudut difraksi (2θ). Terbentuknya bidang kristal pada karakterisasi menggunakan XRD

ditandai dengan munculnya puncak-puncak pola difraksi yang telah dicocokkan dengan data ICDD database. Komposisi BaTiO₃ telah diidentifikasi dengan database # 812205. Gambar 2 merupakan pola difraksi BaTiO₃ 0,8 mol sebanyak 3 lapis dan 5 lapis yang telah dicocokkan database ICDD. Adanya puncak BaTiO₃ menunjukkan bahwa larutan BaTiO₃ bereaksi secara sempurna (homogen). Intensitas tertinggi pada sampel 3 lapis dan 5 lapis 0,8 mol berada pada bidang kristal BaTiO₃ (1 1 0). Secara kuantitatif besar intensitas puncak tertinggi sampel 0.8 mol pada masing-masing pola difraksi ditunjukkan pada tabel 1. Semakin sedikit jumlah lapisan maka intensitas puncaknya semakin besar.

Tabel 1. Intensitas puncak tertinggi (1 1 0) dari BaTiO₃ 0.8 mol

Jumlah Lapisan	Intensity (Count)
3 lapis	3805
5 lapis	2533

Tabel 2. Tingkat kekristalan, FWHM ukuran partikel lapisan tipis BaTiO₃

Sample	Crystallinity (%)	FWHM	Ukuran partikel(nm)
3 lapis	61,13	0,382	3,77
5 lapis	61,19	0,300	4,79

Berdasarkan tabel 2 menunjukkan sampel BaTiO₃ dengan jumlah lapisan 3 lapis dan 5 lapis memiliki tingkat kekristalan masing-masing sebesar 61.13% dan 61.19%. Pada sampel BaTiO₃ 0,8 mol 5 lapis memiliki tingkat kekristalan lebih besar dibanding dengan sampel 3 lapis. Dari hasil perhitungan ukuran partikel lapisan tipis BaTiO₃ 0.8 mol, sampel 5 lapis memiliki ukuran partikel lebih besar dibandingkan sampel 3 lapis. Hal ini menunjukkan bahwa kekentalan dan banyaknya lapisan mempengaruhi tingkat kekristalan dan ukuran partikel sampel. Semakin banyak jumlah lapisan maka semakin besar pula tingkat kekristalan dan ukuran partikelnya.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa variasi mol pada lapisan tipis BaTiO₃ sebanyak 3 lapis dan 5 lapis memiliki pengaruh terhadap struktur mikro dan nilai absorbansi. Kekentalan saat pembuatan larutan mempengaruhi nilai absorbansi. Semakin kental larutan BaTiO₃ maka semakin tinggi pula nilai absorbansinya. Variasi mol berpengaruh terhadap struktur mikro lapisan tipis BaTiO₃. Semakin sedikit jumlah lapisan maka intensitas puncaknya semakin besar. Kekentalan larutan dan jumlah lapisan mempengaruhi tingkat kekristalan dan ukuran partikel sampel. Semakin banyak jumlah lapisan maka semakin besar pula tingkat kekristalan dan ukuran partikelnya.

Daftar Pustaka

- [1] Liman, J., Harsono, B., Rohman, T T., Trimukti, U., Khalid, M., Roharti, E., Irzaman. (2015). Uji Sifat Optik Film Tipis Ba_{0,55}Sr_{0,45}ti₀₃ di Atas Substrat *Corning Glass 705*. *Jurnal Fisika Indonesia*, 19, 45-48.
- [2] Hadiati, S., Ramelan, A H., Variansi, V I., Hikam, M., Soegijono, B., Saputri, D F., Iriani, Y., (2014). Kajian variasi temperatur annelaing dan holding time pada penumbuhan lapisan tipis BaZr_{0,15}Ti_{0,85}O₃ dengan metode sol gel. *jurnal fisika dan aplikasinya*, 10, 37-43.

- [3] Hutaaruk, F J., Kusumandari., Iriani, Y., (2016). Pembuatan Barium Stronsium Titanate ($Ba_{0,75} Sr_{0,25}TiO_3$) menggunakan metode Ko-presipitasi dengan variasi waktu tahan proses sintering. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, 12, 120-123.
- [4] Vijatovic, M.M., Babic, J.D., Stojanovic.(2008). Histori and challenges of Barium Titanate Part I. *Journal of Science of Sinterin.*, 40, 155-165.
- [5] Iriani, Y., Saputri, D F., Hadiati, S., Ramelan, A R., Variani, V I. (2014). Deposition of $BaZr_{0.10}Ti_{0.90}O_3$ Thin Films Doped Strontium by Sol Gel Method. *Advanced Material Research*. 911, 205-209.
- [6] Gao, H., Cao, J., Liu, L., Yang, Y., (2011). Theoretical investigation on the structure and electronic properties of barium titanate. *Journal of Molecular Structure*,1003, 75–81.
- [7]Irzaman, Marwan, A., Arief, A., Hamdani, R A., Komaro, M., (2008). Electrical conductivity and surface roughness properties of ferroelectric gallium doped $Ba_{0,5}Sr_{0,5}TiO_3$ (BGST) Thin Film. *Indonesian Journal of Phisics*, 19, 119-121.
- [8]Liao, H., Yang, Q., Zhou, Y., Zhang, Y., Jiang, L., (2015). Tuning the physical properties of BNT ferroelektrik film by miscut Si Substrat. *Ferroelectrics*. 478, 54-59.
- [9]Irzaman, Syafutra, H., Arif, A., Alatas, H., Hilaluddin, M N., Kurniawan, A., Iskandar, J., Dahrul, M., Ismangil, A., Yosman, D., Aminullah., Prasetyo, L B., Yusuf, A., Kadri, T M., (2014). *Formation of solar cells based on Ba 0.5 Sr 0.5 TiO 3 (BST) ferroelectric thick film. AIP Conference Proceedings*. 1586, 24-34.
- [10] Jiang, W., Cai, W., Lin, Z., Fu, C., (2013). Effects of Nd-doping on optical and photovoltaic properties of barium titanate thin films prepared by sol–gel method. *Materials Research Bulletin*. 48, 3092–3097.
- [11] Irzaman, Maddu, A., Syafutra, H., Ismangil, A., (2010). Uji konduktivitas listrik dan dielektrik film tipis Lithium Tantalate ($LiTaO_3$) yang didadah Niobium Pentaoksida (Nb_2O_5) menggunakan metode *chemical solution deposition*. *Prosiding Seminar Nasional Fisika*. 175-183.
- [12] Irzaman, Putra, I R., Aminullah., Syafutra, H., Alatas, H., (2016). Development of ferroelectric solar cells of Barium Strontiumtitanate ($Ba_xSr_{1-x}TiO_3$) for substituting conventional battery in LAPAN-IPB Satellite (LISAT). *ScienceDirect*. 33, 607 – 614.