

Infiltrasi Opal dengan Titanium Dioksida (TiO_2) Menggunakan Metode Sol Gel

Muftahul Rizka^{*}, Muldarisnur

Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Andalas Kampus Unand Limau Manis, Padang, 25163, Indonesia

*muftahulrizka@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan infiltrasi opal dengan metode *sol-gel*. Bahan utama yang digunakan dalam pembuatan opal adalah polystyrene dengan ukuran diameter 252 nm. Opal *polystyrene* diinfiltrasi menggunakan Titanium Tetraisopropoxide (TTIP) dan etanol untuk menghasilkan lapisan tipis TiO_2 . Konsentrasi TTIP divariasikan 3%, 6% dan 10%. *Polystyrene* yang telah diinfiltrasi dihilangkan dengan perlakuan panas pada suhu 600 °C. Hasil karakterisasi mikroskop optik, UV-Vis dan SEM menunjukkan bahwa opal dan lapisan TiO_2 terbentuk dengan ukuran partikel $\pm 0,68 \mu\text{m}$. Opal yang terbentuk memiliki nilai absorbansi 1,8943 pada panjang gelombang 598 nm. Ukuran partikel TiO_2 yang besar disebabkan karena penggunaan suhu yang terlalu tinggi pada saat kalsinasi yang menyebabkan rongga pada *polystyrene* tidak dapat diinfiltrasi sehingga TiO_2 hanya tumbuh pada permukaan substrat.

Kata kunci: Opal, kalsinasi, infiltrasi, *sol-gel*, *polystyrene*, TiO_2 .

ABSTRACT

Opal infiltration has been carried out with the sol-gel method. The main material used in the making of opal is polystyrene with 252 nm of diameter. Polystyrene opal is infiltrated using Titanium Tetraisopropoxide (TTIP) and ethanol to produce thin layer of TiO_2 . TTIP concentrations are varied by 3%, 6% and 10%. Infiltrated polystyrene was removed by heat treatment at 600 °C. The characterization of optical microscopy's result, UV-Vis and SEM showed that the formed opal and TiO_2 layers were formed with a particle size of $\pm 0,68 \mu\text{m}$. The formed opal has an absorbance level of 1.8943 at a wavelength of 598 nm. The large TiO_2 particle size is caused by the use of tempratures that are too high during calcination which causes the cavity in polystyrene to be infiltrated so that TiO_2 only grows on the surface of the substrate.

Keywords: Opal, calcination, infiltration, sol-gel, polystyrene, TiO_2 .

I. PENDAHULUAN

Kristal fotonik merupakan bahan optik buatan yang memiliki karakteristik unik. Kristal fotonik dapat mengontrol pergerakan foton sebagaimana bahan semikonduktor mengontrol elektron. Distribusi potensial dari susunan atom pada kristal fotonik menyebabkan munculnya energi gap, dimana elektron dengan energi tertentu tidak diperbolehkan berada di dalam kristal tersebut (Hidayat dkk., 2013). Hal serupa terjadi di dalam kristal fotonik yang merupakan susunan material dielektrik dengan indeks bias berubah secara periodik. Di dalam struktur kristal fotonik akan muncul celah optik yang akan mempengaruhi penjalaran, lokalisasi dan emisi foton di dalam kristal.

Kristal fotonik telah difabrikasi menggunakan teknik litografi (Joannopoulos dkk., 2004). Teknik litografi memiliki resolusi tinggi dan kontrol sangat akurat terhadap struktur yang terbentuk, namun teknik ini membutuhkan biaya yang sangat mahal dan proses dalam pembuatan opal yang lambat. Disamping itu teknik ini menghasilkan kristal fotonik dengan ketebalan hanya beberapa lapis sehingga tidak menghasilkan celah pita optik lengkap (*full optical bandgap*). Sebagai alternatif, teknik *self-assembly* lebih sering digunakan karena lebih sederhana, cepat dan murah. Disamping itu, teknik *self-assembly* ini dapat digunakan untuk menghasilkan banyak sampel secara bersamaan dengan ketebalan hingga ratusan lapis (Stein dkk., 2002).

Self assembly memanfaatkan kecenderungan alami nanopartikel koloid seperti silika, PMMA (*Poly methyl methacrylate*), dan *polystyrene* untuk membentuk kristal koloid yang lebih dikenal dengan opal buatan. Terdapat banyak metode lapisan tipis opal yang sudah dikembangkan (Marlow dkk., 2009). Ada empat metode deposisi opal yang umum digunakan, yaitu metode elektrodeposisi, sedimentasi, deposisi horizontal dan deposisi vertikal. Diantara metode diatas, metode deposisi vertikal merupakan metode yang paling banyak digunakan

karena menghasilkan opal dengan kualitas tinggi dan konsentrasi cacat yang relatif rendah (Vlasov, 2001).

Opal tidak memiliki celah pita optik lengkap, melainkan hanya memiliki *stop band* dalam arah tertentu saja didalam kristal. Celah pita optik lengkap ke segala arah dalam ruang hanya dapat diperoleh pada struktur yang dikenal dengan *inverse opal* ketika kontras indeks bias lebih tinggi dari 2,8. *Inverse opal* dibuat dengan menginfiltirasi opal dengan material berindeks bias tinggi seperti silikon (Si) atau germanium (Ge). Kemudian partikel koloidnya dihilangkan dengan kalsinasi atau menggunakan cairan kimia.

Bai (2006) telah melakukan fabrikasi *inverse opal* silikon dan germanium menggunakan metode *Chemical Vapor Deposition* (CVD). *Inverse opal* yang dihasilkan menunjukkan terbentuknya celah pita optik. *Inverse opal* silikon dan germanium hanya cocok untuk aplikasi pada rentang spektrum gelombang mikro (*microwave*). Penyerapan cahaya tampak oleh silikon dan germanium membatasi aplikasi material ini. Untuk berbagai aplikasi dibutuhkan material dengan indeks bias tinggi namun tidak menyerap cahaya tampak. TiO₂ banyak diteliti untuk pembuatan *inverse opal* karena memiliki permitivitas tinggi, tidak menyerap cahaya tampak, tidak beracun, dan stabil (Ganapathi dkk., 2013). TiO₂ sering digunakan sebagai material pengisi pada *inverse opal* karena memiliki indeks bias dan aktivitas fotokatalistik yang tinggi.

Inverse opal TiO₂ telah disintesis dengan menggunakan metode *Electrochemical Deposition* (Braun dan Wiltzius., 2002), *Atomic Layer Deposition* (Lijun dkk., 2011), *Chemical Vapor Deposition* (Ralchenko dkk., 2011) dan metode sol gel (Sharifi, 2013). Dibandingkan metode lain, metode sol gel lebih banyak digunakan karena cukup sederhana dan kehomogenan komposisi kimianya mudah dikontrol, temperatur proses rendah, dan biaya murah. Pada metode sol-gel, larutan mengalami perubahan bentuk dari sol menjadi gel (Phumying dkk., 2013).

Penelitian terhadap sintesis *inverse opal* menggunakan metode *sol-gel* telah dilakukan oleh Waterhouse dkk (2006). Penelitian tersebut menggunakan PMMA yang ukurannya divariasikan sebagai partikel koloid pembentuk opal. Dalam fabrikasi opal digunakan metode deposisi horizontal. Pembuatan *inverse opal* menggunakan TiO₂ sebagai material pengisi. *Inverse opal* yang dihasilkan tidak memiliki celah pita optik lengkap karena TiO₂ yang dihasilkan tidak homogen dan berpori. Selanjutnya, Sharifi (2013) juga melakukan penelitian fabrikasi *inverse opal* menggunakan metode *sol-gel* dengan memvariasikan suhu dan menggunakan *polystyrene* sebagai partikel koloid pembentuk opal. Opal difabrikasi menggunakan *Capillarity Deposition Method* (CDM). Hasil penelitian menunjukkan bahwa tingkat kehomogenan *inverse opal* belum sempurna.

Penelitian Waterhouse dkk dan Sharifi yang telah dilakukan menunjukkan kualitas opal yang belum sempurna dan hasil infiltrasi TiO₂ yang tidak merata. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis *inverse opal* dengan metode *sol gel* dan menggunakan *polystyrene* sebagai partikel koloid pembentuk opal. *Inverse opal* disintesis dengan menginfiltirasi opal menggunakan prekursor TiO₂ yang konsentrasinya divariasikan untuk mendapatkan kualitas *inverse opal* yang lebih baik serta didapatkan struktur *inverse opal* yang homogen. Opal disintesis dari suspensi koloid *polystyrene* menggunakan metode deposisi vertikal. *Inverse opal* yang dihasilkan akan dikarakterisasi dengan menggunakan SEM, UV-Vis dan mikroskop optik.

II. METODE

Pembuatan sampel dilakukan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Universitas Andalas, karakterisasi UV-Vis di Laboratorium Kimia Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang, Mikroskop Optik dilakukan di Laboratorium Genetika Jurusan Biologi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas dan SEM di Laboratorium *Scanning Electron Microscopy* Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (PPPGL) Bandung. Penelitian dilakukan dari Januari 2018 sampai Agustus 2018. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca digital, *magnetic stirrer*, *furnace*, *tweezer*, *hair dryer*, *ultrasonic bath*, pipet tetes dan alat uji karakterisasi yaitu UV-Vis, Mikroskop Optik dan SEM. Bahan yang digunakan adalah suspensi *polystyrene*, *Titanium Tetra Isopropoxide* (TTIP), etanol, *Aqua ProInjection* dan Aquades.

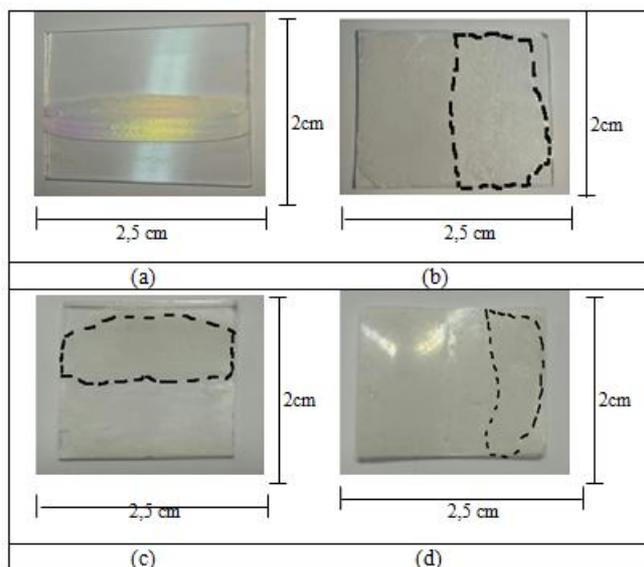
Langkah-langkah pembuatan sampel opal yang di infiltrasi menggunakan larutan TiO_2 adalah sebagai berikut:

1. Opal dibuat menggunakan suspensi *polystyrene* dan disintesis menggunakan metode deposisi vertikal.
2. Kemudian dibuat larutan TiO_2 dengan mencampurkan prekursor *Titanium Tetra Isopropoxide* (TTIP) dan etanol. Konsentrasi TTIP divariasikan menjadi 3%, 6% dan 10%.
3. Celah diantara opal di *infiltrasi* menggunakan larutan TiO_2 .
4. Setelah celah tertutupi sampel dibiarkan pada suhu ruang 3-4 jam hingga sampel mengering.
5. Sampel yang sudah mengering kemudian dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 600°C
6. Padatan nanopartikel disimpan dalam botol plastik untuk kemudian dikarakterisasi.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Sintesis Lapisan Tipis Opal dan *Inverse* Opal

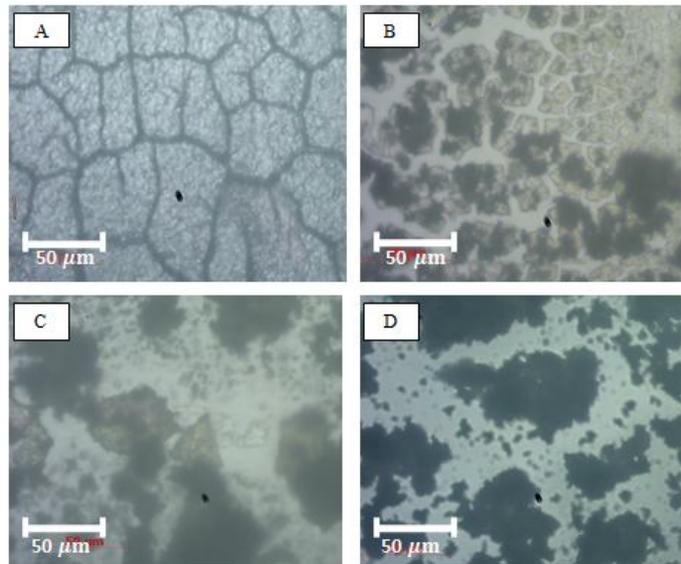
Lapisan tipis yang disintesis seperti Gambar 1 merupakan lapisan tipis opal dan *inverse* opal. Hasil sintesis ini dilihat menggunakan kamera *handphone*. Gambar 1 merupakan hasil sintesis opal dan *inverse* opal dengan variasi konsentrasi. Gambar 1(a) merupakan lapisan tipis opal yang terbentuk cukup tebal dan merata pada permukaan substrat kaca. Gambar 1 (b, c dan d) merupakan lapisan tipis *inverse* opal yang telah diinfiltrasi. Pada gambar dapat dilihat bahwa *polystyrene* sebagai bahan utama sudah mengalami penguapan dan terbentuknya TiO_2 yang ditandai dengan bagian berwarna putih (bagian yang diberi garis putus-putus).



Gambar 1 Hasil sintesis (a) lapisan tipis opal (b) lapisan tipis *inverse* opal dengan konsentrasi 10% (c) lapisan tipis *inverse* opal dengan konsentrasi 6% (d) lapisan tipis *inverse* opal dengan konsentrasi 3%

3.2 Morfologi Lapisan Tipis

Opal dan *Inverse* opal dikarakterisasi menggunakan mikroskop optik untuk melihat morfologi dari lapisan tipis dalam skala mikro seperti Gambar 2. Morfologi dari lapisan tipis ini dilihat dengan perbesaran 40 kali. Gambar 2 (a) memperlihatkan adanya retakan pada sampel. Dimana retakan menandakan lapisan yang terbentuk cukup tebal ($>25 \mu\text{m}$) dan teratur. Sedangkan untuk Gambar 2 (b, c dan d) memperlihatkan ketebalan yang tidak merata ditandai dengan masih adanya bagian yang belum tertutupi oleh larutan TiO_2 yaitu daerah berwarna hitam (Nuryani, 2009). Adanya daerah berwarna hitam muncul karena TiO_2 tumbuh pada permukaan kaca substrat dan tidak dapat menyusupi rongga atau pori antara *polystyrene*. Sehingga pada saat pemanasan, TiO_2 yang berada pada permukaan kaca substrat mengalami penguapan bersama cetakan opal.

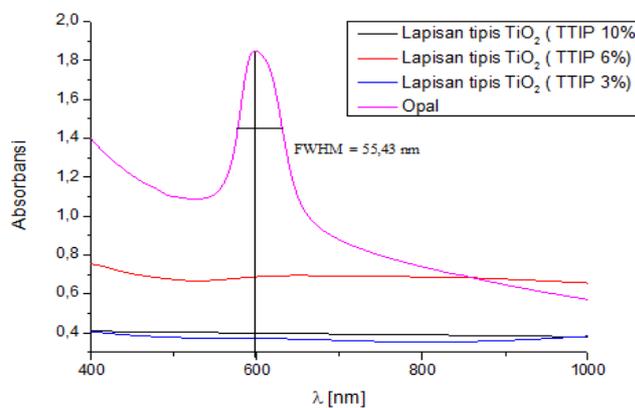


Gambar 2. Hasil pengukuran Mikroskop Optik dengan perbesaran 40 kali (a) lapisan tipis opal (b) lapisan tipis *inverse* opal dengan konsentrasi 3% (c) lapisan tipis *inverse* opal dengan konsentrasi 6% (d) lapisan tipis *inverse* opal dengan konsentrasi 10%

Homogenitas lapisan tipis dapat dilihat dari ketebalan lapisan yang terbentuk dan terdapatnya daerah yang belum tertutupi. Ketebalan lapisan dapat diketahui dengan adanya retakan pada sampel. Retakan pada sampel terjadi akibat substrat tidak dapat mengikuti perubahan volume substrat, ketika pelarut yang masih mengisi ruang kosong diantara nanopartikel *polystyrene* menguap.

3.3 Analisis Karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis

Dari sintesis lapisan tipis opal dan *inverse* opal menggunakan metode deposisi vertikal dilakukan pengukuran nilai absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui absorbansi maksimum dan panjang gelombang absorbansi maksimum (panjang gelombang Bragg). Spektrum absorbansi UV-Vis dari keempat sampel ditunjukkan oleh Gambar 3. Spektrum UV-Vis untuk lapisan tipis opal yang disintesis memperlihatkan adanya puncak. Hal ini disebabkan karena partikel-partikel membentuk kristal sehingga terbentuknya celah pita optik. Terbentuknya celah pita optik ditandai dengan terbentuknya puncak pada spektrum absorbansi. Nilai absorbansi maksimum untuk opal sebesar 1,8943 terbentuk pada panjang gelombang 598 nm dengan nilai FWHM 55,43 nm. Sedangkan untuk lapisan TiO₂ dengan konsentrasi 3%, 6% dan 10% tidak terlihat adanya puncak absorbansi sehingga tidak terbentuknya celah pita optik.

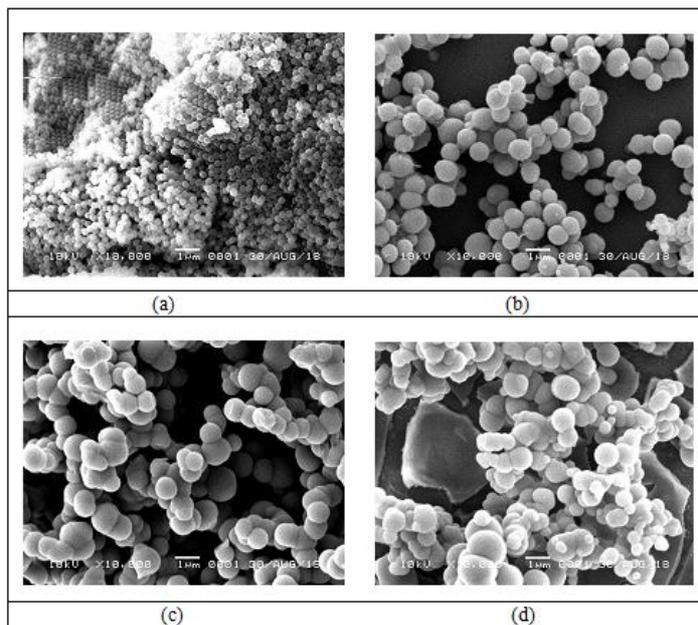


Gambar 3. Spektrum absorpsi UV-Vis lapisan tipis opal dan *inverse* opal yang disintesis menggunakan metode deposisi vertikal dengan variasi konsentrasi TiO₂ 3% , 6% dan 10%.

Celah pita optik hanya muncul jika terbentuk struktur periodik dari *polystyrene* atau TiO_2 . Puncak absorbansi bergantung pada kristalisasi sampel. Opal memiliki kristalinitas yang jauh lebih baik dibandingkan dengan lapisan tipis TiO_2 . Hasil yang lebih baik terlihat pada nilai absorbansi opal lebih tinggi dari pada lapisan tipis TiO_2 .

3.4 Analisis Scanning Electron Microscope (SEM)

Morfologi permukaan dan diameter partikel dapat diamati dengan menggunakan alat SEM. Gambar 4 merupakan hasil SEM yang memperlihatkan *polystyrene* dapat membentuk opal dan nanopartikel TiO_2 yang berukuran lebih dari $\pm 0,68 \mu\text{m}$, namun tidak membentuk struktur periodik.



Gambar 4 (a) Morfologi permukaan opal (b) Morfologi permukaan lapisan tipis nanopartikel TiO_2 dengan konsentrasi 3%, (c) Morfologi permukaan lapisan tipis nanopartikel TiO_2 dengan konsentrasi 6% dan (d) Morfologi permukaan lapisan tipis nanopartikel TiO_2 dengan konsentrasi 10%.

Gambar 4 merupakan perbandingan morfologi dari lapisan tipis opal dan lapisan tipis nanopartikel TiO_2 menggunakan SEM untuk semua sampel. Gambar 4(a) memperlihatkan struktur dan kualitas opal yang bagus dengan ketebalan yang berlapis-lapis (*multilayer*). Gambar 4(b, c dan d) memperlihatkan hasil SEM untuk lapisan tipis nanopartikel TiO_2 . Dari gambar dapat dilihat sekumpulan partikel yang tersusun rapat tanpa adanya rongga kosong di dalam partikel itu sendiri. Partikel tersebut merupakan partikel TiO_2 berukuran $\pm 0,68 \mu\text{m}$ dan partikel lain yang dapat dilihat pada tabel 1 hasil SEM-EDS. Ukuran partikel TiO_2 yang besar mengakibatkan partikel tidak dapat menyusupi celah atau rongga pada *polystyrene* sehingga partikel-partikel tersebut hanya tumbuh pada permukaan opal.

3.5 Hasil Analisis Dengan Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS)

Komposisi unsur kimia yang terdapat pada permukaan sampel yang diuji dapat diketahui dengan EDS. Tabel 1 menunjukkan bahwa sampel mengandung unsur-unsur yang terbentuk dari penggabungan bahan pembuat opal dan bahan pembuat TiO_2 yaitu O, Na, Si, Ca dan Ti. Setiap sampel memiliki % massa unsur yang berbeda-beda karena pengukuran EDS ini tidak bisa digunakan untuk analisis kuantitatif karena pengukuran ini berdasarkan pada permukaan sampel dan titik pengambilan gambar pada sampel. Pengukuran seperti ini akan memberikan hasil yang berbeda pada setiap sampel. Pada penelitian ini, SEM-EDS digunakan untuk memastikan bahwa Ti dan O ada pada sampel.

Tabel 1 Partikel yang terdapat pada sampel dengan TTIP 10%

| Unsur | Massa % | Senyawa | Massa % |
|-------|---------|-------------------|---------|
| O | 42,84 | Na ₂ O | 3,06 |
| Na | 2,27 | SiO ₂ | 27,86 |
| Si | 13,02 | CaO | 3,95 |
| Ca | 2,82 | TiO ₂ | 65,13 |
| Ti | 39,5 | | |

Tabel 1 merupakan unsur dan senyawa yang terdapat pada sampel dengan 10% TTIP. Pada tabel dapat dilihat unsur yang paling banyak terdapat pada sampel adalah unsur O dan Ti dimana unsur tersebut berasal dari penggabungan berbagai partikel dalam pembuatan larutan TiO₂. Dari reaksi penggabungan prekursor Titanium *Tetraisopropoxide* dan Etanol didapatkan senyawa yang paling dominan yaitu TiO₂ sesuai yang diharapkan, dengan persentase massa 65,13%.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa fabrikasi lapisan tipis menggunakan metode deposisi vertikal menghasilkan opal dengan kualitas yang baik. Hasil SEM menunjukkan bahwa lapisan tipis TiO₂ terbentuk dengan ukuran partikel $\pm 0,68 \mu\text{m}$. Puncak absorbansi untuk opal terbentuk pada panjang gelombang 598 nm. Sedangkan untuk lapisan TiO₂ tidak terbentuk puncak absorbansi karena TiO₂ yang terbentuk tidak tersusun periodik.

DAFTAR PUSTAKA

- Bai, L., 2006, *Fabrikasi Kristal Inverse Opal Semikonduktor Foton*, University of Alabama. Tuscalooca, Amerika.
- Ganaphati, K.R., Ashok, CH., Venkateswara, K.R. dan Shilpa, C.CH., 2013, Structural properties of MgO₂ Nanoparticle : Synthesized by Co-Precipitation Technique, *International Journal of Science and Reseach (IJSR)*, India. Vol : 9, Hal 43-46
- Hidayat, S., Safriani, L., dan Nurhilal, O., 2013. Fabrikasi dan karakterisasi kristal fotonik satu dimensi untuk aplikasi biosensor optik. *Bionatura-Jurnal Ilmu-ilmu Hayati dan Fisik*. Vol. 15, No.1, Hal 24 – 28.
- Nuryani, I., 2009. Studi Fabrikasi Lapisan Tipis Tiga Lapis Bahan *Polystyrene* dan *Polymethyl Methacrylate* (PMMA) dengan Teknik *Spin Coating*. ITS Surabaya.
- Marlow F, Muldarisnur, Sharifi P, Brinkmann R, Mendive C. 2009. *Opale: Status und Perspektiven*. *Angew Chem*. 121: 6328 – 6351.
- Phumying, S., Labuayai, S., Thomas, C., Amornkit bamrung, V., Swatsitang, E., Maensiri, S., 2013, Aloe vera plant-extracted solution hydrothermal synthesis and magnetic properties of magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles, *Applied Physics A*, Vol. 111, No.4, hal. 1187–1193.
- Sharifi, P., R, 2013, Structural Characterization of Opal- based Photonic Crystal, disertasi, Ruhr-Universität Bochum, Bochum, Jerman.
- Stein, VL., Colvin, J, RC Schroden, M, Al-Daous., 2002, *Chem.Mater* 14: 3305.
- Vlasov, Y.A. Bo. X.Z. Sturm, J.C. Norris, D. J., 2001, [On-chip natural assembly of silicon photonic bandgap crystals](#), *Nature*, Vol. 414, Hal. 289.
- Waterhouse, GIN., Mark R, Waterland, 2006, *Opal and Inverse Opal of Photonic Crystal : Fabrication and Characterization*. Chemistry Dept., University of Auckland, Selandia Baru, Vol. 26, Hal 356-368.
- Khair, 2016, Penjelasan lengkap mengenai mikroskop cahaya, <http://berkahkhair.com>, diakses April 2018.