

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI LAPISAN TIPIS
CARBON NANOTUBE (CNT) MENGGUNAKAN Ni
SEBAGAI KATALIS MAGNETIK
HASIL PROSES MILLING ENERGI TINGGI**

SKRIPSI

Untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan Memperoleh Gelar Sarjana Sains



NURHAYATI

NIM 00329

**PROGRAM STUDI FISIKA
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG**

2014

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Lapisan Tipis *Carbon Nanotube (CNT)* Menggunakan Ni sebagai Katalis Magnetik Hasil Proses *Milling* Energi Tinggi

Nama : Nurhayati

NIM : 00329

Program Studi : Fisika

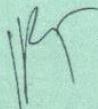
Jurusan : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 24 Januari 2014

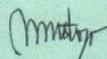
Disetujui Oleh

Pembimbing I,



Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si
NIP. 19690120 199303 2 002

Pembimbing II,



Dr. Salim Mustofa
NIP. 19711110 199101 1 001

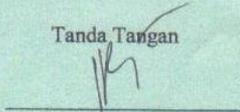
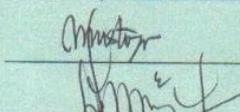
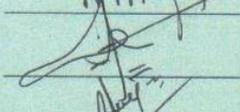
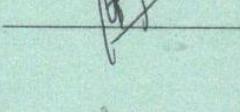
PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

**Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Fisika Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang**

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Lapisan Tipis *Carbon Nanotube (CNT)* Menggunakan Ni sebagai Katalis Magnetik Hasil Proses *Milling* Energi Tinggi
Nama : Nurhayati
NIM : 00329
Program Studi : Fisika
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 24 Januari 2014

Tim Penguji

Nama	Tanda Tangan
1. Ketua : Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si	
2. Sekretaris : Dr. Salim Mustofa	
3. Anggota : Dr. Hj. Djusmaini Djamas, M.Si	
4. Anggota : Dr. Yulkifli, S.Pd, M.Si	
5. Anggota : Dr. Hamdi, M.Si	

SURAT PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa Skripsi ini benar-benar karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan atau kutipan dengan mengikuti tata cara penulisan karya ilmiah yang lazim.

Padang, 24 Januari 2014

Yang menyatakan,

Nurhayati

Nim. 00329

ABSTRAK

Nurhayati: Sintesis dan Karakterisasi Lapisan Tipis *Carbon Nanotube* (CNT) Menggunakan Ni Sebagai Katalis Magnetik Hasil Proses *Milling* Energi Tinggi

Studi tentang *Carbon Nanotube* (CNT) sedang berkembang dengan cepat sebagai bagian dari riset nanoteknologi dewasa ini. Pemanfaatan bahan karbon pada piranti elektronik sebagian besar dilakukan dengan berbagai metoda konvensional, salah satunya teknik metalurgi serbuk dengan *sputtering*, namun teknik ini membutuhkan biaya yang mahal. Oleh karena itu, seiring dengan perkembangan teknologi maka terjadi minimalisasi ukuran piranti elektronik yaitu dengan digunakannya teknik pembuatan lapisan tipis. Salah satu cara yang digunakan untuk menghasilkan lapisan tipis yaitu dengan teknik *spin coating*, karena dengan prosedur pembuatan yang lebih sederhana dan biaya operasional relatif murah. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis struktur kristal, melihat morfologi permukaan dan menganalisis nilai *magnetoresistance* (MR).

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen yang dilakukan di Laboratorium Bidang Karakterisasi dan Analisis Nuklir (BKAN), PTBIN-BATAN. Dengan menggunakan alat *milling* energi tinggi sebagai alat pembuatan sampel. Pembuatan lapisan tipis Ni-CNT yang ditumbuhkan diatas substrat silikon dengan menggunakan teknik *spin coating*, yang kemudian akan dikarakterisasi menggunakan XRD untuk melihat struktur kristal, SEM untuk melihat morfologi permukaan dan *Four Point Probe* untuk analisis nilai *magnetoresistance*.

Proses *milling* yang dilakukan terhadap campuran serbuk Ni-CNT menyebabkan penurunan *grain size*. Hal ini menandakan bahwa *grain size* bahan semakin halus seiring dengan bertambahnya waktu *milling*. Berdasarkan hasil analisis struktur kristal lama *milling* dapat mengakibatkan intensitas puncak difraksi semakin berkurang. Hasil pengamatan SEM terhadap morfologi permukaan lapisan tipis Ni-CNT menunjukkan bahwa Ni telah berfungsi dengan baik sebagai katalis penumbuh, dalam penumbuhan lapisan tipis Ni-CNT. Begitupun dengan analisis nilai *magnetoresistance* (MR) menunjukkan bahwa ukuran partikel sangat mempengaruhi nilai MR, dimana semakin kecil ukuran partikel bahan maka nilai MR semakin besar. Sehingga, Ni-CNT telah berhasil ditumbuhkan diatas substrat Silikon dengan menggunakan teknik *spin coating*.

Kata Kunci : *Grain Size*, Lapisan tipis, *Magnetoresistance*, *Spin Coating*

KATA PENGANTAR



Puji dan syukur penulis haturkan kehadirat Allah SWT atas segala nikmat, hidayah dan inayah-Nya yang selalu dilimpahkan kepada penulis dalam menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Lapisan Tipis *Carbon Nanotube (CNT)* Menggunakan Ni Sebagai Katalis Magnetik Hasil Proses *Milling* Energi Tinggi”. Shalawat dan salam semoga senantiasa tercurahkan kepada Rasulullah SAW yang diutus kemuka bumi ini sebagai penyempurna akhlak manusia.

Dalam penulisan skripsi ini penulis banyak mendapat bantuan dan saran dari berbagai pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung, Maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada kedua orang tua, kakak dan adik yang selalu memberikan motivasi dan semangat untuk selalu berkarya. Selanjutnya penulis juga mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ibu Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si selaku Pembimbing I yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk membimbing dan mengarahkan penulis dalam penelitian serta penulisan skripsi ini.
2. Bapak Dr. Salim Mustofa selaku Pembimbing II sekaligus selaku Kepala Bidang Karakterisasi dan Analisis Nuklir (BKAN), PTBIN-BATAN, yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk membimbing dan mengarahkan penulis dalam penelitian serta penulisan skripsi ini.

3. Ibu Dr. Hj. Djusmaini Djamas, M.Si, Bapak Dr. Yulkifli, S.Pd, M.Si dan Bapak Dr. Hamdi, M.Si selaku tim penguji.
4. Pembimbing Akademik, Bapak Zuhendri Kamus, S.Pd, M.Si yang selalu membantu dan memotivasi penulis selama kuliah.
5. Bapak Drs. Akmam, M.Si selaku Ketua Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
6. Bapak Drs. Gunawan, M.Sc selaku Kepala PTBIN-BATAN
7. Bapak Drs. Yunasfi, M.Eng selaku Ketua Kelompok Bahan Sensor Nanokomposit yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk mengarahkan penulis dalam penelitian serta penulisan skripsi ini.
8. Ibu Dra. Hidayati, M.Si selaku Ketua Prodi Fisika, FMIPA UNP.
9. Staff dan dosen pengajar Jurusan Fisika yang telah banyak memberikan ilmunya kepada penulis.
10. Semua pihak yang telah membantu penulis yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Menyadari keterbatasan penulis dalam menyelesaikan skripsi ini, penulis banyak berharap kritik dan saran yang membangun demi kesempurnaan skripsi ini nantinya.

Padang, Januari, 2014

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	6
1.3 Batasan Masalah.....	6
1.4 Pertanyaan Penelitian.....	7
1.5 Tujuan Penelitian.....	7
1.6 Kontribusi Penelitian.....	8
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	9
2.1 Karbon (C)	9
2.2 <i>Carbon Nanotube</i> (CNT)	11
2.2.1 Sintesis CNT dengan <i>High Energy Milling</i> (HEM)	13
2.2.2 Pengaruh Waktu <i>Milling</i> Terhadap Struktur Kristal	15

2.2.3 Pengaruh Waktu <i>Milling</i> Terhadap Morfologi Permukaan	18
2.2.4 Pengaruh Waktu <i>Milling</i> Terhadap Sifat Magnetik	19
2.3 Nikel (Ni)	22
2.3.1 Struktur Kristal Nikel	23
2.3.2 Katalis	24
2.3.3 Nikel sebagai katalis magnetik	24
2.4 Lapisan Tipis	25
2.4.1 Struktur Lapisan Tipis	26
2.4.1.1 <i>Scanning Elektron Mikroscope (SEM)</i>	26
2.4.1.2 Difraksi Sinar-X	31
2.4.2 <i>X- Ray Diffraction (XRD)</i>	34
2.4.2.1 Struktur Kristal	35
2.4.2.2 Sistem Kristal	36
2.4.3 Sifat Magnetik	38
2.4.3.1 Sifat Magnetik Bahan Material	38
2.4.3.1.1 Diamagnetik	39
2.4.3.1.2 Paramagnetik	40
2.4.3.1.3 Ferromagnetik	41
2.4.3.2 Domain Magnetik	42
2.4.3.3 <i>Magnetoresistance (MR)</i>	43
2.5 <i>Spin Coating</i>	45
2.5.1 Proses <i>Spin coating</i>	46
2.5.1.1 Tahap penetesannya cairan (<i>dispense</i>)	46

2.5.1.2	Tahap percepatan (pemutaran) <i>spin coating</i>	47
2.5.1.3	Tahap pengeringan (penguapan)	47
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN		49
3.1	Jenis Penelitian	49
3.2	Tempat dan Waktu Penelitian	49
3.3	Bahan dan Alat	49
3.3.1	Bahan (Sampel)	49
3.3.1.1	Persiapan Bahan	50
3.3.1.2	Pembuatan larutan PVA 5%	50
3.3.1.3	Pencampuran larutan PVA dengan Ni-CNT	50
3.3.1.4	Pembuatan Larutan Piranha	51
3.3.1.5	Pembuatan Lapisan Tipis dengan Teknik Spin Coating	51
3.3.2	Alat	52
3.3.2.1	Alat Karakterisasi	52
3.3.2.2	Alat Pendukung	54
3.4	Variabel Penelitian	56
3.5	Teknik Pengumpulan Data	57
3.6	Teknik Analisis Data	57
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN		58
4.1	Deskripsi Data	58
4.2	Analisis Data	64

4.2.1 Hasil Analisis Struktur kristal Lapisan Tipis Ni-CNT	64
4.2.2 Analisis Morfologi Permukaan Lapisan Tipis Ni-CNT	65
4.2.3 Hasil Analisis Nilai <i>Magnetoresistance</i> Lapisan Tipis Ni-CNT	68
4.3 Pembahasan	72
BAB V. PENUTUP.....	76
5.1 Kesimpulan	76
5.2 Saran	77
DAFTAR PUSTAKA	78
LAMPIRAN	84

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Data analisis regangan kisi dan ukuran butir (D) grafit	17
Tabel 2.2 Harga magnetisasi jenuh (M_s), magnetisasi sisa (M_r) dan koersivitas (H_c)	20
Tabel 2.3 Sistem kristal, Parameter kisi dan Kisi Bravais	38
Tabel 3.1 Spesifikasi sampel penelitian	49
Tabel 4.1 Data hasil pengukuran intensitas dengan sudut 2 theta	61
Tabel 4.2 Data hasil pengukuran nilai MR dengan medan magnet (kOe)	64
Tabel 4.3 Data hasil analisis data XRD lapisan tipis Ni-CNT	66
Tabel 4.4 <i>Grain size</i> Ni dan C pada lapisan tipis Ni-CNT	66

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur <i>Carbon Nanotube (CNT)</i>	12
Gambar 2.2 Citra TEM, a) Grafit hasil milling 50 jam, b) Ni-C hasil <i>milling</i> 50 jam	12
Gambar 2.3 <i>SPEX CertilPrep 8000- series Mixer/Mill</i>	14
Gambar 2.4 Pola difraksi sinar-X untuk serbuk grafit hasil proses <i>milling</i> dengan variasi waktu (0 - 100 jam)	15
Gambar 2.5 Morfologi <i>SEM</i> serbuk grafit sebelum dan sesudah proses <i>Milling</i> dengan variasi waktu (0 - 100 jam)	19
Gambar 2.6 Kurva histerisis Co standar dan Co-Al <i>milling</i> 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam	20
Gambar 2.7 Kurva <i>Magnetoresistance (MR)</i> dari komposit Fe-C variasi waktu <i>milling</i>	21
Gambar 2.8 Struktur Kubus Pusat Muka (<i>fcc</i>)	23
Gambar 2.9 Prinsip/skema kerja SEM	30
Gambar 2.10 Pola difraksi sinar-X pada hukum Bragg	32
Gambar 2.11 Skema dan prinsip kerja <i>X-Ray Diffraction</i>	35
Gambar 2.12 Sel satuan dengan koordinat x , y , z (a , b dan c adalah panjang aksis) dan sudut interaksial α , β dan γ	37
Gambar 2.13 Perilaku magnetik dalam atom, pada bahan diamagnetik	40

Gambar 2.14 Arah domain dan perilaku magnetik dalam atom pada bahan Paramagnetik	41
Gambar 2.15 Arah domain dan perilaku magnetik dalam atom pada bahan Ferromagnetik	42
Gambar 2.16 <i>Spin Coating</i> Model WS-400BZ-6NPP/LITE	46
Gambar 2.17 Tahap proses/skema kerja <i>spin coating</i>	48
Gambar 3.1 <i>X-Ray Diffractometer (XRD) Shimadzu 7000</i>	52
Gambar 3.2 <i>High Resolution Scanning Electron Microscopy (HRSEM)</i>	53
Gambar 3.3 Alat <i>Four Point Probe</i>	54
Gambar 3.4 Timbangan analitik ER-180A	55
Gambar 3.5 <i>Hotplate Magnetic Stirrer</i>	55
Gambar 3.6 Ultrasonic/ sonolysis dengan frekuensi 20 kHz	56
Gambar 4.1 Lapisan tipis Ni-CNT, a) Ni-CNT hasil <i>milling</i> 25 jam, b) Ni-CNT hasil <i>milling</i> 50 jam, c) Ni-CNT hasil <i>milling</i> 75 jam.....	58
Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X lapisan tipis Ni-CNT hasil <i>Milling</i> 25 jam	59
Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X lapisan tipis Ni-CNT hasil <i>Milling</i> 50 jam	60
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X lapisan tipis Ni-CNT hasil <i>Milling</i> 75 jam	60
Gambar 4.5 Hasil pengukuran <i>magnetoresistance ratio (MR)</i> lapisan tipis Ni-CNT hasil proses <i>Milling</i> 25 jam	62

Gambar 4.6 Hasil pengukuran <i>magnetoresistance ratio (MR)</i> lapisan tipis Ni-CNT hasil proses <i>Milling</i> 50 jam	62
Gambar 4.7 Hasil pengukuran <i>magnetoresistance ratio (MR)</i> lapisan tipis Ni-CNT hasil proses <i>Milling</i> 75 jam	63
Gambar 4.8 Pola XRD lapisan tipis Ni-CNT hasil <i>milling</i> dengan variasi waktu (25-75 jam)	65
Gambar 4.9 Citra SEM morfologi permukaan lapisan tipis Ni-CNT hasil <i>milling</i> 25 jam, perbesaran 500x, b) perbesaran 3000x	67
Gambar 4.10 Citra SEM morfologi permukaan lapisan tipis Ni-CNT hasil <i>milling</i> 50 jam, perbesaran 500x, b) perbesaran 2000x	68
Gambar 4.11 Citra SEM morfologi permukaan lapisan tipis Ni-CNT hasil <i>milling</i> 75 jam, perbesaran 500x, b) perbesaran 2000x	69
Gambar 4.12 Kurva Nisbah MR Lapisan Tipis Ni-CNT hasil <i>milling</i> dengan variasi waktu (25-75 jam)	71

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	
Data Hasil Pengukuran XRD	84
Lampiran 2	
Data Hasil Pengukuran <i>Magnetoresistance</i>	88

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dalam perkembangan dunia penelitian di bidang material, penelitian dari sisi pandang skala nano saat ini sangat banyak dilakukan oleh para peneliti seluruh dunia. Material berukuran nanometer memiliki sejumlah sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar (*bulk*). Material nanopartikel adalah material-material buatan manusia yang berskala nano, yakni berukuran lebih kecil dari 100 nm, termasuk di dalamnya adalah *nanodot* atau *quantum dot*, *nanowire* dan *carbon nanotube* (Yunasfi, 2011). Nanopartikel dapat terjadi secara alamiah ataupun melalui proses sintesis oleh manusia. Salah satu contoh penelitian material nanostruktur adalah pemanfaatan *Carbon Nanotube (CNT)*.

Di sisi lain, studi tentang *Carbon Nanotube* (yang selanjutnya di singkat CNT) sedang berkembang dengan cepat sebagai bagian dari riset nanoteknologi dewasa ini, karena material ini tersusun atas karbon yang keberadaannya di alam diketahui sangat melimpah serta memiliki banyak keunggulan, oleh karena itu CNT menjadi suatu obyek penelitian yang terus diminati oleh para peneliti baik secara teoritis maupun percobaan (Latununuwe, 2008). Sebagaimana dikatakan oleh sejumlah peneliti bahwa salah satu potensi aplikasi material CNT dalam bidang elektronik adalah sebagai kawat transmisi dengan resistansi yang sangat kecil, disamping kegunaannya sebagai material dasar dalam pembuatan piranti

nanoelektronik mengingat bahwa material CNT ini mempunyai sifat superior dengan struktur pori yang teratur berukuran nanometer (Yunasfi, 2007).

Keunggulan-keunggulan sifat karbon, terutama dalam bentuk CNT yang mendukung aplikasi bahan karbon sebagai piranti sensor. Salah satu sifat unggul dari bahan karbon yang terkait dengan aplikasinya sebagai sensor adalah sifat elektrik dan sifat *magnetoresistance*, dimana sifat-sifat ini banyak dipengaruhi oleh komposisi bahan dan parameter proses pembuatan bahan. Selain itu, pengembangan bahan karbon dalam bentuk struktur nano diharapkan dapat memunculkan dan menghasilkan sifat ataupun fenomena baru yang unggul dan mendukung aplikasi bahan karbon sebagai bahan penyusun piranti sensor (Yunasfi, 2012) .

Berbagai teknik telah dikembangkan untuk menghasilkan karbon berstruktur nanometer, salah satunya adalah teknik *milling* secara mekanik. Mesin *milling* atau secara sederhana disebut dengan mesin penghancur dan penghalus ini mampu mengubah suatu sampel padatan yang keras menjadi sampel analitis yang berbentuk serbuk, bisa juga digunakan untuk mengubah ke bentuk emulsi, serta untuk melakukan proses paduan mekanis (*mechanical alloying*) (Mustofa, 2009). Pada penelitian ini dipelajari perubahan yang terjadi pada struktur grafit sebagai akibat dari proses *milling* dengan metode *HEM*.

Perkembangan teknologi material merupakan salah satu bagian yang mendapat perhatian besar para peneliti di dunia, salah satunya yaitu bahan karbon. Pemanfaatan bahan karbon sebagai elektroda atau komponen penyusun lainnya pada piranti elektronik sebagian besar dilakukan dengan berbagai

metoda konvensional, seperti teknik metalurgi serbuk, sintering dan lain-lain, karena proses pembuatannya mudah dan biayanya murah (Yunasfi, 2012). Namun pada saat ini seiring dengan perkembangan teknologi maka terjadi minimalisasi ukuran piranti elektronik, yaitu dengan digunakannya teknik pembuatan lapisan tipis.

Lapisan tipis merupakan lapisan yang mempunyai ketebalan pada orde nanometer sampai beberapa mikrometer, sedangkan lapisan tebal mempunyai orde yang lebih besar dari mikrometer (Ahzan, 2011). Lapisan tebal dapat ditemukan dengan mudah karena banyak dijumpai, sedangkan untuk pembuatan lapisan tipis diperlukan teknik dan cara khusus untuk menumbuhkannya. Pada saat ini banyak teknik untuk menumbuhkan lapisan tipis, seperti teknik *sol-gel spin coating* (Ahzan, 2011), teknik *DC- Unbalanced Magnetron Sputtering* (Lubis, 2009), teknik *Chemical Solution Deposition (CVD)* (Irzaman, 2010), dan teknik *Evaporasi Termal Tipe Ladd Research* (Mahmudi, 2000).

Penelitian sebelumnya tentang penumbuhan lapisan tipis nanopartikel nikel telah dilakukan Lubis (2009) dan Yunasfi (2012), menggunakan teknik *DC-Unbalanced Magnetron Sputtering*. Teknik *sputtering* adalah suatu teknik dimana terjadi pelucutan atom-atom nikel dengan menggunakan plasma gas argon, sehingga atom-atom nikel tersebut dapat terdeposisi pada substrat. Akan tetapi ada kelemahan dari teknik *Sputtering* salah satunya yaitu biaya pembuatan/operasional yang mahal. Oleh karena itu pada penelitian ini akan dilakukan penumbuhan lapisan tipis dengan menggunakan teknik *spin coating*.

Teknik *spin coating* merupakan sebuah teknik yang mampu menghasilkan lapisan tipis dengan prosedur pembuatan yang lebih sederhana dan biaya operasional relatif murah. Selain itu keuntungan lain adalah proses penumbuhan dapat dilakukan pada temperatur ruang, simpel, dan film yang ditumbuhkan mempunyai homogenitas yang tinggi. Bahan yang akan dibentuk lapisan dibuat dalam bentuk larutan kemudian diteteskan di atas substrat yang disimpan di atas piringan yang dapat berputar, karena adanya gaya sentripetal ketika piringan berputar, maka bahan tersebut dapat tertarik ke pinggir substrat dan tersebar merata. Teknik ini juga sangat sederhana dan efektif untuk membuat lapisan tipis dengan ketebalan yang dikendalikan oleh parameter waktu, dan kecepatan putaran, kekentalan juga kerapatan dari bahan pelapis yang digunakan. Semakin tinggi kecepatan sudut putar, lapisan yang diperoleh akan semakin tipis (Girsang, 2012).

Proses yang khas dari teknik *spin coating* yaitu pelapisan cairan atau gel pada substrat dan kemudian perputarannya dengan kecepatan yang sangat tinggi, yakni sekitar 3000 rpm. Ketebalan akhir dari lapisan tipis yang dibuat bergantung kepada properti alami dari *resin*, seperti nilai viskositas, laju pengeringan, tingkat padatan, tegangan permukaan, dan lainnya. Selain itu, kecepatan putar merupakan salah satu faktor terpenting dalam proses *spin coating*. Kecepatan putar pada substrat berpengaruh terhadap sudut gaya sentrifugal yang mengenai cairan *resin* selain kecepatan dan *turbulence* udara di atasnya. Secara lebih spesifik tingkat kecepatan putar yang tinggi menentukan ketebalan lapisan yang terbentuk (Rustami, 2008).

Dalam pembentukan lapisan tipis CNT diperlukan suatu katalis untuk mempercepat reaksi penumbuhannya, karena katalis memiliki efek yang kuat terhadap mekanisme pertumbuhan CNT. Suatu katalis berperan dalam reaksi tapi bukan sebagai pereaksi ataupun produk. Telah diketahui bahwa beberapa material logam dapat menjadi katalis untuk mensintesis karbon. Material logam yang telah sering dipergunakan sebagai katalis adalah besi (Fe), kobalt (Co) dan nikel (Ni). Dalam usaha untuk penumbuhan CNT dengan diameter ukuran nano, maka diperlukan penumbuhan material logam dalam dimensi nanopartikel. Salah satu material logam tersebut adalah nikel (Lubis, 2009). Ni merupakan logam transisi yang dapat digunakan sebagai katalis murni logam untuk pertumbuhan CNT. CNT yang dikatalisasi oleh Ni memiliki keselarasan yang baik, permukaan dinding yang halus dan bersih. Oleh karena itu, Ni dianggap sebagai katalis yang paling cocok untuk pertumbuhan CNT (Huang, 2002).

Berdasarkan uraian di atas maka penulis tertarik untuk melakukan penelitian tentang pembuatan lapisan tipis Ni-CNT yang didepositkan diatas substrat Silikon (Si) dengan teknik *spin coating* . Dalam penelitian ini akan dianalisis struktur kristal, morfologi permukaan dan nilai *magnetoresistance* (MR) dari lapisan tipis *Carbon Nanotube* (yang selanjutnya di kenal dengan lapisan tipis Ni-CNT) yang terbentuk, dengan Ni sebagai katalis magnetik. Adapun judul penelitian ini adalah: **“Sintesis dan Karakterisasi Lapisan Tipis *Carbon Nanotube* (CNT) Menggunakan Ni Sebagai Katalis Magnetik Hasil Proses *Milling* Energi Tinggi”**.

1.2 Perumusan Masalah

Dari uraian latar belakang di atas, maka dapat disusun rumusan permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi waktu *milling* terhadap struktur kristal
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu *milling* terhadap morfologi permukaan lapisan tipis Ni-CNT.
3. Bagaimana pengaruh variasi waktu *milling* terhadap karakteristik nilai *magnetoresistance* (MR) lapisan tipis Ni-CNT.

1.3 Batasan Masalah

Untuk menghindari adanya pembahasan di luar materi dalam mengerjakan penelitian ini dilakukan penumbuhan lapisan tipis komposit Ni-CNT dengan variasi waktu *Milling* yaitu 25 jam, 50 jam, dan 75 jam yang ditumbuhkan diatas substrat silikon, maka penelitian yang akan dilakukan difokuskan pada:

1. Analisis struktur Kristal (struktur kristal yang dimaksud adalah ukuran butir (*grain size*) partikel CNT) lapisan tipis Ni-CNT dengan menggunakan alat *X-Ray Diffraction (XRD)*.
2. Analisis morfologi permukaan lapisan tipis Ni-CNT menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.
3. Analisis nilai *magnetoresistance* (MR) lapisan tipis Ni-CNT menggunakan alat *Four Point Probe*.

1.4 Pertanyaan Penelitian

Untuk menjawab permasalahan dalam penelitian ini perlu dikemukakan pertanyaan penelitian. Adapun pertanyaan penelitiannya yaitu:

1. Bagaimana pengaruh variasi waktu *milling* terhadap struktur kristal lapisan tipis Ni-CNT, setelah diamati menggunakan XRD?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu *milling* terhadap morfologi permukaan lapisan tipis Ni-CNT setelah diamati menggunakan SEM?
3. Bagaimana pengaruh variasi waktu *milling* terhadap nilai *magnetoresistance* (MR) dari lapisan tipis Ni-CNT setelah dilakukan pengukuran menggunakan alat *Four Point Probe* ?

1.5 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Menganalisis pengaruh variasi waktu *milling* terhadap struktur kristal lapisan tipis Ni-CNT dengan menggunakan alat XRD.
2. Menganalisis pengaruh variasi waktu *milling* terhadap morfologi permukaan lapisan tipis Ni-CNT menggunakan alat SEM.
3. Menganalisis pengaruh variasi waktu *milling* terhadap nilai *magnetoresistance* (MR) lapisan tipis Ni-CNT menggunakan alat *Four Point Probe*.

1.6 Kontribusi Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat dan informasi kepada:

1. Para peneliti dan masyarakat bahwa bahan karbon dapat digunakan sebagai bahan penyusun piranti sensor / elektronik.
2. Bidang keilmuan fisika material dan biofisika untuk menambah wawasan ilmu pengetahuan di bidang Nanoteknologi.
3. Pembaca untuk menambah pengetahuan dan memperluas wawasan dalam hal pemanfaatan, pengolahan dan pengembangan. Bagi penulis dapat memperoleh pengetahuan nyata yang akan berguna untuk meningkatkan kemampuan penelitian yang relevan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karbon (C)

Karbon adalah bahan yang paling menarik diantara sekian banyak jenis bahan yang dapat dijadikan sebagai matriks untuk membungkus partikel-partikel nano ferromagnetik. Karbon merupakan salah satu dari beberapa unsur yang diketahui keberadaannya sejak zaman kuno. Telah ditemukan bahwa sifat-sifat ferromagnetik dan superkonduktivitas muncul pada karbon, walaupun bahan tersebut ada dalam bentuk *pyrolytic graphite* yang terorientasi tinggi (Yunasfi, 2011).

Karbon sebagai salah satu unsur yang paling banyak ditemukan secara bebas dalam bentuk kristal dengan struktur berbeda-beda yang dikenal sebagai alotrop karbon. Karbon memiliki beberapa jenis alotrop, yang paling terkenal diantaranya adalah grafit. Alotrop yaitu kemampuan suatu zat untuk memiliki lebih dari satu macam bentuk. Sifat fisika dari bentuk alotrop suatu unsur ini sama, tetapi berbeda dalam sifat kimianya. Kelebihan tersebut membuat grafit dianggap sebagai salah satu material dengan fitur yang menarik untuk digunakan dalam bidang elektronik (Mustofa, 2009).

Potensi penggunaan alotrop-alotrop karbon termasuk grafit dalam bidang elektronik telah dipelajari semenjak lebih dari 50 tahun yang lalu. Negara-negara telah meneliti bahan-bahan karbon ini secara intensif, dan kemudian merancang divais elektronik yang berbasis pada bahan-bahan ini.

Kelebihan dari karbon yaitu memiliki kestabilan yang relatif dan mudah dimanfaatkan, salah satunya yaitu untuk katalis logam mulia dalam hidrogenisasi suhu rendah dan reaksi senyawa organik, khususnya dalam reaksi fase cair (Chorkendroff, 2003).

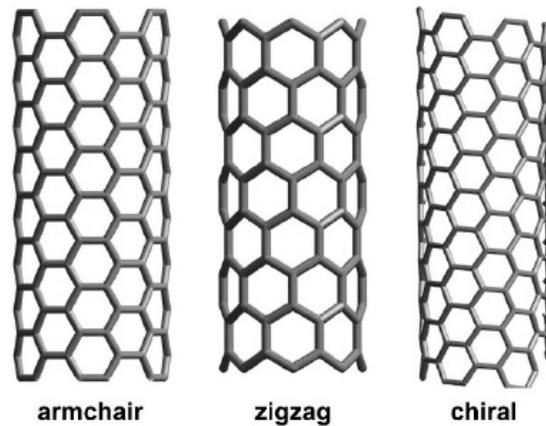
Salah satu dari alotrop karbon yang dapat digolongkan ke dalam kelompok keramik tahan panas adalah grafit karena kekuatannya pada temperatur tinggi serta mempunyai konduktivitas listrik dan konduktivitas termal yang baik dalam dua dimensi (Cotton, 2009). Semua alotrop karbon berbentuk padat dalam kondisi normal, tetapi grafit merupakan alotrop yang paling stabil secara termodinamik di antara alotrop-alotrop lainnya. Grafit adalah suatu modifikasi dari karbon dengan sifat yang mirip logam (penghantar panas dan listrik yang baik) (Rahayu, 2009).

Sifat-sifat fisika karbon bervariasi bergantung pada jenis alotroponya. Sifat grafit adalah penghantar listrik dan panas yang cukup baik tetapi bersifat rapuh. Pada temperatur yang lebih tinggi, grafit teroksidasi oleh asam nitrat, beracun, klorin atau oksigen. Grafit hanya dapat dilarutkan dalam besi leleh. Ditinjau dari segi ketahanan terhadap korosi, grafit merupakan bahan yang bidang penggunaannya sangat luas. Bahan tersebut tahan terhadap semua asam dan sebagian besar basa hingga di atas 100°C (Yunasfi, 2011).

2.2 Carbon Nanotube (CNT)

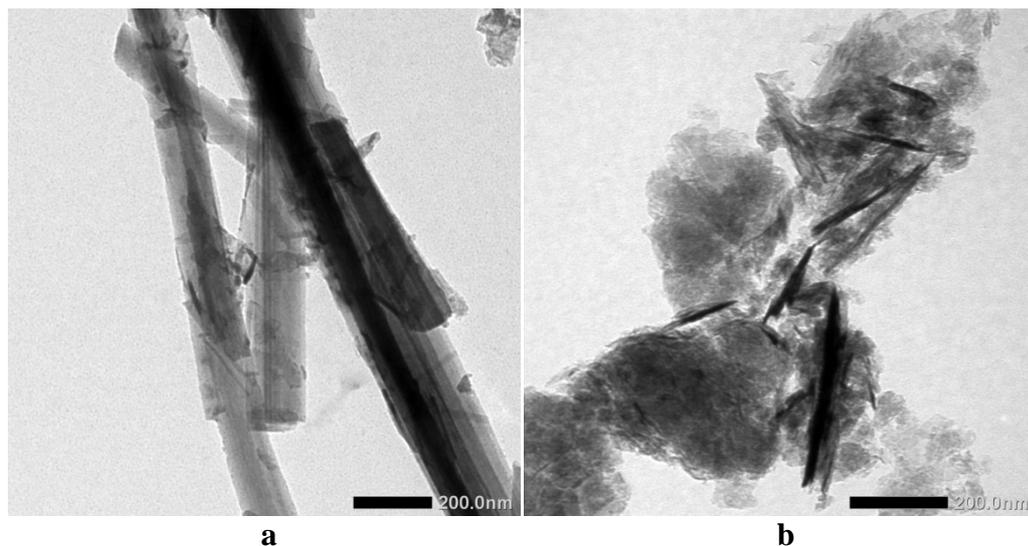
Carbon nanotube yang kemudian dikenal dengan singkatan CNT, mempunyai bentuk seperti pipa, yang di kulitnya tersusun atas unsur karbon dan di dalamnya terdapat ruang/rongga. Istilah *nanotube* muncul karena ukuran diameternya yang mempunyai orde nanometer dengan panjang beberapa centimeter. Material ini ditemukan pertama kali oleh peneliti dari perusahaan *Nippon Electronics Company (NEC)* Jepang bernama Sumio Iijima pada tahun 1991 (Endo, 1996). CNT adalah material yang menarik sebagai elektroda alat penyimpan energi elektrokimia, yang memiliki karakteristik kerapatan masa yang rendah, resistivitas yang rendah, dan memiliki luas permukaan yang besar. CNT banyak digunakan dalam pembuatan baterai Li-Ion, dan pembuatan super kapasitor (Sharma, 2007).

Berdasarkan bentuk penyusun atom-atomnya, CNT dapat juga dipandang sebagai grafit yang digulung. Hasil bentuk gulungan tersebut membentuk tiga struktur CNT yaitu *zig-zag*, *armchair*, dan *chiral* seperti terlihat pada Gambar 2.1 (Abdullah, 2004). Hal ini ditentukan oleh arah penggulungan dari lembaran grafit yang dibentuk. Bila arah pembentukan grafitnya adalah *zig-zag* maka bisa dihasilkan nanotube yang bersifat semikonduktor, sedangkan yang *chiral* dan *armchair* mempunyai sifat elektrik seperti metal. Perbedaan cara menggulung ini mengakibatkan CNT bersifat metal, semikonduktor atau insulator yang potensi aplikasinya sangat besar dalam divais elektronik berkecepatan tinggi (Nur Adrian, 2007).



Gambar 2.1 Struktur *Carbon Nanotube (CNT)*
<http://coecs.ou.edu/Brian.P.Grady/images/nanotube.jpg>.

Berdasarkan hasil penelitian Yunasfi (2013), bahwa karbon hasil *milling* 50 jam telah terlihat tube-tube nya seperti batang dengan ukuran 200 nm, setelah diamati menggunakan TEM. Begitupun juga dengan karbon yang dikatalisasi oleh nikel (Ni-C), sudah tumbuh tube nya walaupun tidak terlihat jelas seperti grafit hasil *milling* 50 jam. Cira TEM karbon dan Ni-C hasil *milling* 50 jam dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Citra TEM, a) Grafit hasil *milling* 50 jam, b) Ni-C hasil *milling* 50 jam (Yunasfi, 2013).

2.2.1 Sintesis CNT dengan *High Energy Milling (HEM)*

High Energy Milling (HEM) merupakan alat penggiling bola yang digunakan untuk melakukan proses pemaduan mekanik skala kecil dalam laboratorium. *Milling* secara mekanik merupakan suatu teknik yang sederhana dan efektif untuk menumbuhkan kristal padat (ukuran butiran kristal menjadi lebih kecil) tanpa melalui fasa vaporasi atau reaksi kimia, seperti yang biasanya diperlukan dalam proses sintesa lainnya. Mesin penghalus ini mampu mengubah sampel yang keras dan mudah pecah menjadi sampel analitis yang berbentuk serbuk, dan bisa juga membuat menjadi emulsi atau untuk melakukan *mechanical alloying* (Mustofa, 2009).

High Energy Milling (HEM) umumnya digunakan dalam industri keramik atau bidang teknik material (*material engineering*). *HEM* ini memiliki pola gerakan elips tiga dimensi yang mengoptimalkan tumpukan bola-bola dalam jar, sehingga meningkatkan efektifitas penghancuran dan mempersingkat waktu *milling*. Contoh alat *milling* atau salah satu jenis dari *HEM* adalah *SPEX CertilPrep 8000-series Mixer/Mill* yang dapat dilihat pada Gambar 2.3. *HEM* jenis ini mampu menghancurkan sampel pada range 10 gram dan prinsip kerjanya seperti mesin pengocok tabung *container* dengan putaran 1080 putaran per menit (Suryanarayana, 2004).



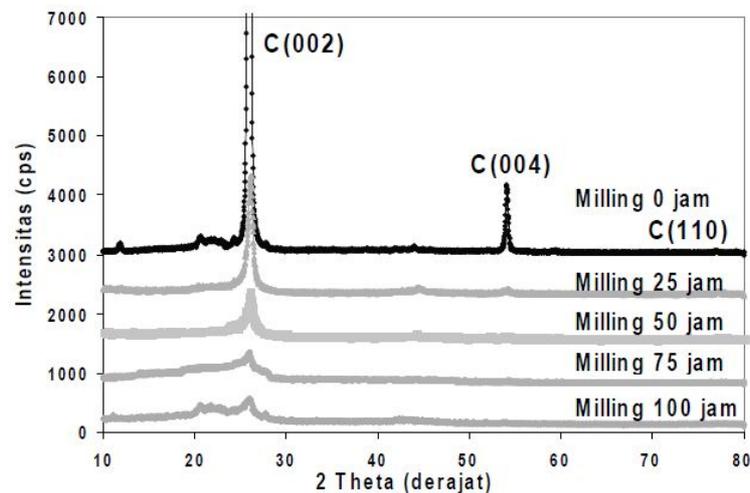
Gambar 2.3 SPEX CertilPrep 8000-series Mixer/Mill (Suryanarayana, 2004)

Keunggulan dari HEM adalah gerak tiga dimensi dan putaran pada vial, sehingga mekanisme proses amorfisasi dan pembentukan nanopartikel lebih cepat dan efektif. *HEM* dapat digunakan untuk pengadukan, homogenisasi, penggilingan mekanik, pemaduan mekanik, dan membuat emulsi. *HEM* adalah salah satu jenis *shaker ball mill*, merupakan generasi termutakhir alat penggiling bola yang dapat melakukan proses pemaduan mekanik dengan tingkat efektifitas dan efisiensi yang tinggi.

Dalam proses pemaduan mekanik, *HEM* bekerja dengan cara menghancurkan campuran serbuk melalui mekanisme pembenturan bola-bola giling yang bergerak mengikuti pola gerakan wadahnya yang berbentuk *elips* tiga dimensi. Pola gerakan tiga dimensi inilah yang memungkinkan partikel-partikel serbuk berskala nanometer akibat tingginya frekuensi tumbukan. Tingginya frekuensi tumbukan yang terjadi antara campuran serbuk dengan bola-bola giling disebabkan karena wadah yang berputar dengan kecepatan tinggi, yaitu mencapai 500 rpm, dan bentuk pola gerakan yang berbentuk *elipstiga* dimensi tersebut, sehingga menimbulkan beberapa pengaruh terhadap serbuk yang telah di *Milling* (Nurul, 2007).

2.2.2 Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Struktur Kristal

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh (Yunasfi, 2009, Rahman, 2011), hasil identifikasi dengan XRD menunjukkan bahwa terjadi penurunan intensitas puncak difraksi dan pergeseran sudut difraksi karena adanya proses *milling*. Pola difraksi sinar-X untuk bahan serbuk grafit yang diproses dengan *milling* menggunakan teknik *ball milling* jenis *High Energy Milling (HEM)* pada suhu ruang dengan berbagai variasi waktu 0 jam sampai 100 jam ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Pola difraksi sinar-X untuk serbuk grafit hasil proses *milling* dengan variasi waktu (0 - 100 jam) (Yunasfi, 2009).

Pada Gambar 2.4 juga terlihat bahwa dengan adanya proses *milling* terhadap serbuk grafit menunjukkan penurunan intensitas puncak difraksi dan semakin lama serbuk grafit diproses dengan *milling* maka intensitas puncak difraksi semakin rendah. Dengan adanya proses *milling* terhadap serbuk grafit menunjukkan peningkatan sudut puncak difraksi dan semakin lama serbuk grafit

diproses dengan *milling* maka sudut puncak difraksi semakin besar (Yunasfi, 2009, Mustofa, 2009).

Berdasarkan hasil penelitian (Mustofa, 2009) hasil pengamatan dengan SEM menunjukkan bahwa ukuran serbuk semakin mengecil (sampai ukuran skala nano) seiring dengan bertambahnya waktu *milling*, hal ini diperkuat dengan adanya penelitian (Yunasfi, 2009), yaitu berdasarkan hasil analisis pola *XRD* diperoleh bahwa semakin lama serbuk grafit diproses dengan *milling* maka regangan kisi semakin kecil sehingga *grain size* dalam serbuk grafit semakin kecil. Hal ini menunjukkan bahwa dengan adanya proses *milling* telah terjadi penghancuran serbuk grafit oleh bola-bola *milling*.

Dengan menggunakan persamaan Scherer (Bardhan, 2009), maka dapat dihitung ukuran butiran rata-rata berdasarkan lebar puncak difraksi :

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (2.1)$$

Dimana, D menyatakan *grain size* kristal, K merupakan konstanta scherer (yang nilainya 0,9), $\lambda_{\text{Cu-K}\alpha}$ adalah panjang gelombang (15,404 nm), β adalah besar setengah puncak (*full width half maximum*, FWHM dalam radian) dan θ menyatakan sudut difraksi. Berdasarkan Persamaan (2.1) maka ukuran rata-rata butiran terhadap waktu *milling* ini dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Data regangan kisi dan ukuran butir (D) grafit (Mustofa, 2009)

Waktu <i>milling</i> karbon	Fase	$\beta \cos \theta / \lambda$	$\sin \theta / \lambda$	<i>Strain</i> (η)	D (nm)
0 jam	C(002)	0,0014	0,145	0,00405	394,013
	C(004)	0,0026	0,295		
	C(110)	0,0035	0,403		
25 jam	C(002)	0,0030	0,147	0,00285	41,223
	C(004)	0,0039	0,295		
	C(110)	0,0045	0,403		
50 jam	C(002)	0,0039	0,147	0,00165	26,419
	C(004)	0,0044	0,296		
	C(110)	0,0047	0,404		
75 jam	C(002)	0,0042	0,147	0,00150	23,606
	C(004)	0,0047	0,297		
	C(110)	0,0050	0,405		
100 jam	C(002)	0,0051	0,148	0,00070	18,493
	C(004)	0,0053	0,299		
	C(110)	0,0054	0,405		

Berdasarkan Tabel 2.1 data regangan kisi dan ukuran butir (D) grafit setelah diproses dengan *milling* selama 0 jam sampai 100 jam dapat terlihat bahwa dengan adanya proses *milling* dengan teknik *ball milling* jenis *HEM* terhadap serbuk grafit menyebabkan regangan kisi dalam serbuk grafit tersebut menjadi lebih kecil sehingga *grain size* dalam serbuk grafit semakin kecil pula seiring lamanya proses *milling*. Fenomena mengecilnya ukuran partikel serbuk grafit ini disebabkan karena adanya tumbukan antara bola-bola *milling* dan serbuk grafit serta tumbukan serbuk grafit ke dinding *vial*, sehingga terjadilah proses penghancuran serbuk grafit menjadi serbuk grafit berukuran yang lebih kecil. Hal ini membuktikan bahwa proses *milling* yang dilakukan terhadap serbuk grafit dapat menimbulkan penghancuran butiran-butiran dalam serbuk grafit tersebut (Yunasfi, 2009).

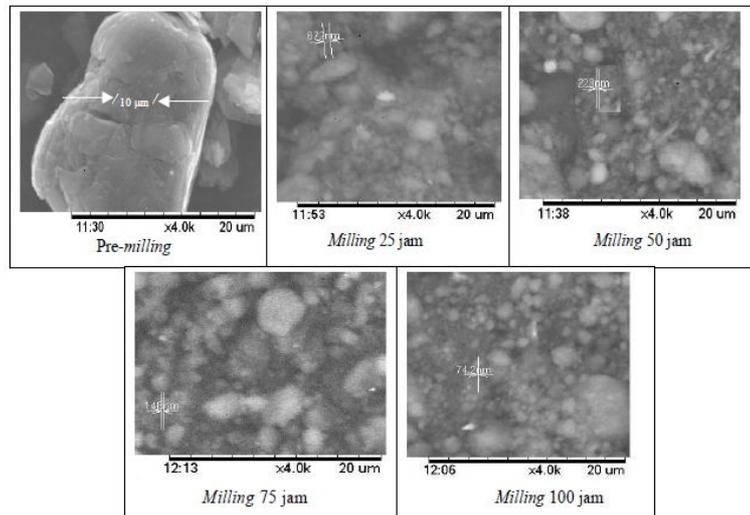
2.2.3 Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Morfologi Permukaan

Setelah di ketahui dari hasil identifikasi dengan *XRD* menunjukkan penurunan intensitas puncak difraksi yang sangat signifikan akibat proses *milling* terhadap serbuk grafit. Hasil ini lebih lanjut dibuktikan dan didukung dengan hasil pengamatan morfologi serbuk grafit menggunakan *SEM*, yaitu dapat diketahui bahwa semakin lama proses *milling* dilakukan terhadap serbuk grafit maka ukuran struktur serbuk grafit yang terbentuk menjadi semakin kecil pula (Yunasfi, 2009).

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh (Mustofa, 2009), bahwa hasil pengamatan morfologi serbuk grafit sebelum dan sesudah diproses (0 jam hingga 100 jam) *milling* ditunjukkan pada Gambar 2.5. Pada Gambar 2.5 terlihat bahwa gambar mikro permukaan serbuk grafit *pre-milling* (0 jam waktu *milling*) menunjukkan bahwa bahan serbuk awal yang dipakai pada aktualnya adalah berukuran sekitar 10 μm , hal ini sesuai dengan spesifikasi yang diterima dari pemasok bahan serbuk tersebut.

Selanjutnya, seiring dengan semakin lamanya proses *milling*, dari foto pada Gambar 2.5 ditunjukkan dengan jelas bahwa ukuran serbuk mengalami pengecilan akibat penghancuran oleh bola-bola *milling*. Untuk serbuk grafit yang diproses *milling* selama 25 jam, maka ukuran serbuk menjadi sekitar 670 nm, untuk proses *milling* 50 jam, maka ukuran serbuk menjadi sekitar 220 nm, untuk proses *milling* 75 jam, maka ukuran serbuk menjadi sekitar 140 nm, dan untuk proses *milling* 100 jam maka ukuran serbuk menjadi sekitar 70 nm. Dengan

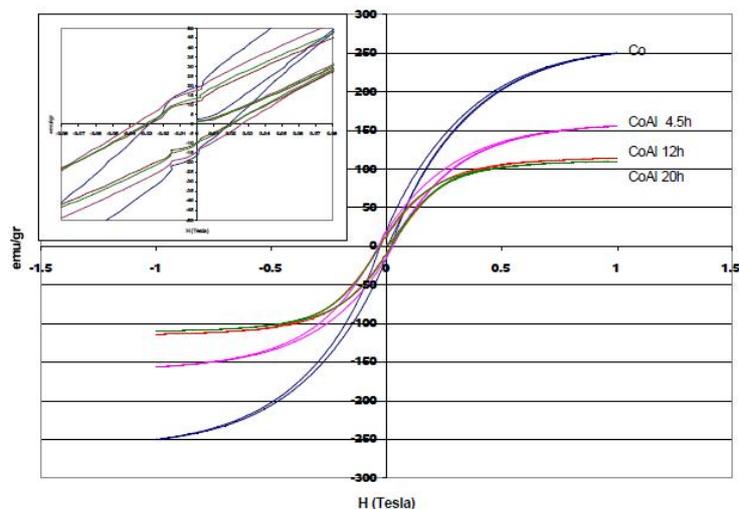
demikian, serbuk grafit diposes *milling* dengan teknik *HEM* dapat menghasilkan karbon berstruktur nanometer (Mustofa, 2009).



Gambar 2.5 Morfologi SEM serbuk grafit sebelum dan sesudah proses *milling* dengan variasi waktu (0 - 100 jam) (Mustofa, 2009).

2.2.4 Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Sifat Magnetik

Untuk mengetahui sifat magnetik bahan akibat pengaruh proses *milling* dilakukan pengukuran magnetisasi bahan dengan memakai alat *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)* dan dapat juga diketahui nisbah *Magnetoresistance Ratio (MR)* dengan menggunakan *Giant Magnetoresistance (GMR)*. Berdasarkan penelitian (Mulyaningsih, 2006) telah dilakukan pengukuran terhadap sampel Co standar dan sampel campuran serbuk Co-Al setelah proses *milling*. Pola yang terjadi dapat dilihat pada kurva histerisis Gambar 2.6, dan Tabel 2.2.



Gambar 2.6 Kurva histerisis Co standar dan Co-Al *milling* 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam (Mulyaningsih, 2006)

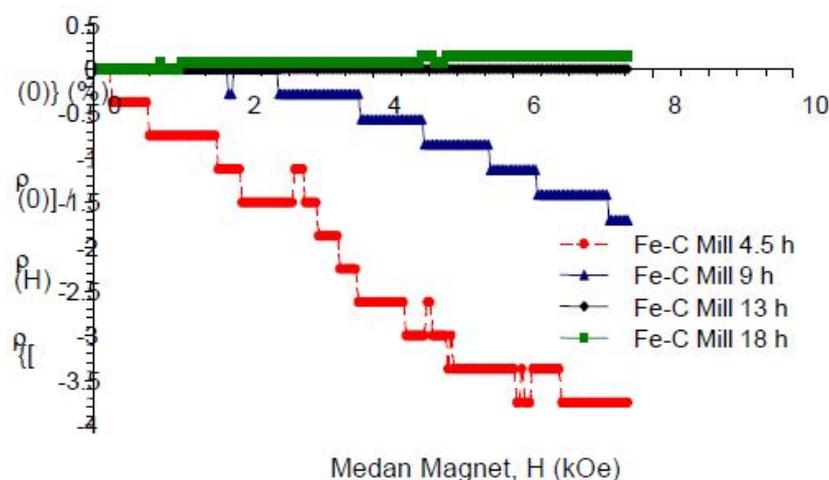
Tabel 2.2 Harga magnetisasi jenuh (M_s), magnetisasi sisa (M_r) dan koersivitas (H_c) (Mulyaningsih, 2006)

Sampel	M_s (emu/gr)	M_r (emu/gr)	H_c (Oe)
Co standar	250	19	275
CoAl <i>milling</i> 4,5 jam	156	17,5	367
CoAl <i>milling</i> 12 jam	113	9,27	275
CoAl <i>milling</i> 20 jam	110	13,5	317

Berdasarkan data hasil pengukuran *VSM* pada Tabel 2.2 sampel Co standar dan Co-Al hasil proses *milling* selama 4,5 jam, 12 jam, 20 jam menunjukkan nilai (M_s) semakin menurun seiring bertambah waktu proses *milling*. Karena harga M_s untuk Co-HCP hampir sama dengan Co-FCC, maka hal ini kemungkinan disebabkan oleh pengaruh *granular* Al. Semakin lama proses *milling* akan menyebabkan *granular* Al maupun Co semakin mengecil sehingga semakin banyak *granular* Al yang menghalangi interaksi antar

granular Co. Hal ini menunjukkan bahwa proses *miling* berpengaruh terhadap sifat magnetik bahan (Mulyaningsih, 2006).

Untuk pengukuran nisbah *Magneto-resistance Ratio (MR)* dengan menggunakan *Giant Magneto-resistance (GMR)*, secara intrinsik bahan grafit karbon diketahui memiliki nisbah *magneto-resistance* bernilai negatif. Hal ini dapat dilihat dari hasil penelitian (Purwanto, 2007), yaitu hasil akibat proses *Mechanical Alloying* dengan *High Energy Milling (HEM)* terlihat adanya proses evolusi sifat *magneto-resistance* seperti diperlihatkan pada Gambar 2.7. Pada cuplikan pasca *milling* 4,5 jam nilai nisbah MR sekitar -4 % yang diukur pada medan luar $H = 0,8$ Tesla, kemudian berubah menjadi -2% untuk cuplikan 9 jam, mulai menjadi positif 0,1% untuk cuplikan pasca *milling* 13,5 jam dan terakhir menjadi +0,2 % untuk cuplikan hasil *milling* 18 jam.



Gambar 2.7 Kurva *Magneto-resistance (MR)* dari komposit Fe-C variasi waktu *milling* (Purwanto, 2007)

Hasil pengukuran dengan teknik *milling* ini evolusi fenomena *MR* adalah dari *negative MR (NMR)* menuju *PMR* seiring dengan bertambahnya waktu proses *milling* yang berkorelasi dengan penghalusan ukuran kristalit

grafit. Sifat *magnetoresistance* bahan diketahui mengalami evolusi dari negatif *magnetoresistance* sebesar -4% untuk cuplikan 4,5 jam menjadi positif 0,2% pada cuplikan pasca *milling* 18 jam. Evolusi *magnetoresistance* ini disebabkan oleh masuknya partikel Fe ke dalam matriks *graphite* akibat proses *milling* (Purwanto, 2007).

2.3 Nikel (Ni)

Nikel adalah unsur kimia metalik dalam tabel periodik yang memiliki simbol Ni dan nomor atom 28. Nikel mempunyai sifat yang keras, bentuk struktur kristalnya FCC dan juga bersifat magnetis. Nikel merupakan logam berwarna putih keperak-perakan yang berkilat, keras dan mulur, tergolong dalam logam peralihan, sifat tidak berubah bila terkena udara, tahan terhadap oksidasi dan kemampuan mempertahankan sifat aslinya di bawah suhu yang ekstrim (Cotton , 2009).

Nikel tergolong dalam grup logam besi-kobal, yang dapat menghasilkan alloy yang sangat berharga, dan memiliki senyawa bivalen meskipun mengasumsikan valensi lainnya. Nikel sebagai konduktor listrik yang baik, dan mempunyai sifat tahan karat. Dalam keadaan murni, nikel bersifat lembek, tetapi jika dipadukan dengan besi, krom, dan logam lainnya dapat membentuk baja tahan karat (*stainless steel*) yang keras. Perpaduan nikel, krom dan besi banyak diaplikasikan pada peralatan dapur (sendok, dan peralatan memasak), ornamen-ornamen rumah dan gedung, serta komponen industri (Davis, 2000).

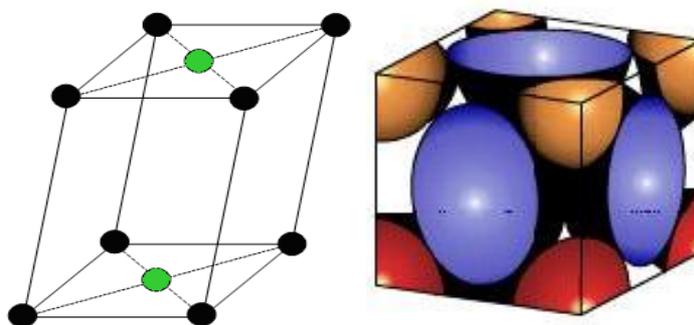
2.3.1 Struktur Kristal Nikel

Struktur kristal nikel yaitu, kubus pusat muka (*face centered cubic* , *fcc*). Kisi berpusat muka memiliki atom di tiap-tiap sudut unit sel dan memiliki atom di masing-masing pertengahan muka unit sel. Setiap unit sel memiliki 6 muka, atom yang berada pada muka unit sel dimiliki secara bersama oleh dua unit sel yaitu masing-masing unit sel memiliki setengah atom. Dengan demikian jumlah atom yang dimiliki setiap unit sel yaitu:

$$N = 0 + 6 / 2 + 8 / 8 = 4 \text{ atom.}$$

Jadi unit sel kisi berpusat muka mempunyai atom 4 buah (Callister, 2009).

Unsur-unsur Ag, Al, Au, Cu, Co, Pb, Pt, Ni berstruktur kubus berpusat muka (*fcc*). Pada struktur ini atom pusat bidang muka kristal bersinggungan dengan keempat atom sudut pada bidang yang bersangkutan. Sedang antara atom-atom sudut itu sendiri tidak bersentuhan, dan masih ada jarak diantaranya. Jadi atom-atom hanya bersinggungan disepanjang diagonal bidang muka kristal (Suud, 2003). Struktur kubus pusat muka dapat dilihat pada Gambar 2.8, yaitu skema yang melukiskan kedudukan atom-atom dalam kisi kristal *fcc* dan model susunan bola-bola atom dalam struktur *fcc*.



Gambar 2.8 Struktur Kubus Pusat Muka (*fcc*) (<http://image.wistatutor.com>)

2.3.2 Katalis

Katalis adalah zat yang ditambahkan ke dalam suatu reaksi dengan maksud memperbesar kecepatan reaksi. Katalis terkadang ikut terlibat dalam reaksi tetapi tidak mengalami perubahan kimiawi yang permanen, dengan kata lain pada akhir reaksi katalis akan dijumpai kembali dalam bentuk dan jumlah yang sama seperti sebelum reaksi (Cotton, 2009). Katalis mempercepat reaksi kimia pada suhu tertentu, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Suatu katalis berperan dalam reaksi tapi bukan sebagai pereaksi ataupun produk.

2.3.3 Nikel sebagai katalis magnetik

Telah diketahui bahwa beberapa material logam dapat menjadi katalis untuk mensintesis karbon. Menurut (Lubis, 2009), material logam yang telah sering dipergunakan sebagai katalis adalah besi (Fe), kobalt (Co) dan nikel (Ni). Dalam usaha untuk penumbuhan CNT dengan diameter dalam ukuran nano, maka diperlukan penumbuhan material logam dalam dimensi nanopartikel. Salah satu kandidat material logam tersebut adalah nikel. Peranan komponen aktif logam nikel pada permukaan katalis adalah untuk mengadsorpsi reaktan dalam hal ini adalah karbon, yang telah terdifusi pada permukaan katalis, sehingga dapat mempercepat reaksi antar reaktan, dan dapat memandu penumbuhan CNT.

Nikel merupakan golongan logam transisi yang memiliki konfigurasi elektron pada orbital *d*. Logam jenis ini memiliki daya adsorpsi yang sangat kuat. Hal ini berhubungan dengan adanya karakteristik orbital *d* yang memiliki pasangan elektron belum penuh sehingga dapat menjadi komponen aktif sebagai katalis (Lubis, 2009). Katalis memiliki efek yang kuat terhadap mekanisme

pertumbuhan *carbon nanotube* tidak hanya diameter, ketebalan dinding, laju pertumbuhan tetapi juga morfologi dan mikrostrukturnya. Nikel menghasilkan tingkat pertumbuhan yang tinggi, diameter yang besar dan dinding yang tebal. CNT yang dikatalisasi oleh nikel memiliki keselarasan yang baik permukaan dinding halus dan bersih, Oleh karena itu, nikel dianggap sebagai katalis yang paling cocok untuk pertumbuhan CNT (Huang, 2002).

2.4 Lapisan Tipis

Lapisan tipis (*thin film*) adalah lapisan yang mempunyai ketebalan pada orde nanometer sampai beberapa mikrometer, lapisan tipis dapat di buat dari bahan organik, anorganik, metal, maupun campuran metal-organik yang dapat memiliki sifat-sifat konduktor, semikonduktor, superkonduktor, maupun isolator (Wasa, 1992). Deposisi film tipis telah menjadi subjek studi intensif selama hampir satu abad, banyak metode yang telah dikembangkan dan ditingkatkan. Untuk membuat lapisan tipis ini suatu bahan pelapis dilapiskan pada suatu bahan yang disebut substrat yang berbentuk keping (Mahmudi, 2000).

Lapisan tipis dibuat adalah untuk melapisi permukaan substrat dengan suatu bahan (target) untuk berbagai tujuan. Perangkat semikonduktor elektronik dan lapisan optik merupakan aplikasi utama yang bermanfaat dari konstruksi lapisan tipis (Iriani, 2009). Lapisan tipis telah banyak digunakan dalam pabrik-pabrik yang membuat komponen elektronika. Jadi, dengan lapisan tipis ukuran dari komponen alat-alat elektronika dapat diperkecil, tetapi mempunyai kemampuan listrik yang besar (Thompson, 1970). Penemuan lapisan tipis

merupakan suatu terobosan besar dalam industri elektronika, karena sifat-sifat yang dihasilkannya, maka pembuatan lapisan tipis dari berbagai material sangat menarik untuk diteliti dan dikembangkan.

Teknik seperti yang telah dikembangkan dan banyak digunakan dalam industri, yang selanjutnya memberikan kekuatan besar untuk pendorong pengembangan lebih lanjut dan perbaikan teknik deposisi pada lapisan tipis. Lapisan tipis merupakan lapisan yang mempunyai ketebalan pada orde nanometer sampai beberapa mikrometer, sedangkan lapisan tebal mempunyai orde yang lebih besar dari micrometer, sedangkan lapisan tipis mempunyai orde yang lebih besar dari micrometer (Ahzan, 2011). Lapisan tebal dapat di temukan dengan mudah karena banyak dijumpai sedangkan lapisan tipis perlu metode dan cara khusus untuk menumbuhkannya. Penumbuhan lapisan tipis ini salah satunya menggunakan metode *spin coating* yaitu untuk melapisi substrat dengan material yang akan ditumbuhkan.

2.4.1 Struktur Lapisan Tipis

Untuk menentukan struktur lapisan tipis dapat dilihat dari struktur dua dimensi yaitu dengan melihat struktur permukaan menggunakan alat *scanning electron microscopy (SEM)*, dan struktur tiga dimensi dengan difraksi sinar-X.

2.4.1.1 *Scanning Elektron Mikroskop (SEM)*

Scanning Elektron Mikroskop (SEM) adalah mikroskop yang menggunakan berkas elektron sebagai sumber pencahayaannya yang mempunyai daya pisah yang tinggi, sehingga dapat difokuskan kedalam titik (*spot*) yang sangat kecil. SEM salah satu instrumen yang paling fleksibel yang di gunakan

untuk pemeriksaan dan analisis struktur mikro serta karakteristik benda padat. SEM merupakan teknik yang cukup mudah untuk menentukan ukuran dan bentuk suatu partikel. Hal ini juga dapat mengungkapkan informasi mengenai komposisi dan struktur internal suatu partikel, misalnya dengan mendeteksi karakteristik sinar-X yang dihasilkan oleh interaksi elektron dengan materi, atau dengan menganalisis bagaimana elektron terdifraksi (Chorkendroff, 2003).

SEM memiliki keunggulan dibandingkan dengan mikroskop optik. Kelebihan dari SEM adalah memiliki daya resolusi yang tinggi yaitu berkisar pada orde 1-5 nm (10-50Å) dan bekerja pada tegangan antara 2 sampai 50 kV, serta diameter berkasnya yang scan spesimen yaitu antara 5 nm – 2 µm. Ada beberapa signal penting yang dihasilkan oleh SEM, yaitu dari pantulan inelastis di dapatkan signal elektron sekunder dan karakteristik sinar-X sedangkan dari pantulan elastis di dapatkan signal *backscattered electron* (Goldstein, 2003).

Untuk SEM signal yang sangat penting adalah electron sekunder dan electron terpantul karena kedua signal ini bervariasi sebagai akibat dari perbedaan topografi permukaan manakala berkas electron tersebut menyapu permukaan sampel. Emisi elektron sekunder terkungkung pada volume di sekitar permukaan di mana berkas elektron menumbuk, sehingga memberikan bayangan dengan resolusi yang relatif tinggi. Pada elektron sekunder menghasilkan topografi dari benda yang di analisa dan permukaan yang tinggi memiliki warna yang cerah dari permukaan yang rendah. Sedangkan *backscattered electron* memberikan perbedaan berat molekul dari atom-atom yang menyusun

permukaan, atom dengan berat molekul tinggi akan berwarna lebih cerah dari pada atom dengan berat molekul rendah (Niemantsverdiel, 2000).

a. Elektron Sekunder (SE)

Pada SEM digunakan berkas elektron yang dibangkitkan dari filamen, lalu diarahkan pada sampel. Untuk elektron yang energinya di bawah 50 keV berinteraksi langsung dengan elektron pada atom sampel di permukaan. Akibatnya elektron – elektron yang ada ada di kulit terluar atom pada permukaan sampel terlempar ke luar dan oleh detektor dikumpulkan dan dihasilkan gambar topografi permukaan sampel. Oleh karena electron sekunder memiliki kerapatan yang tinggi sebelum mereka memperoleh kesempatan untuk menyebar, maka electron sekunder ini memiliki resolusi ruang (spatial) yang tinggi dibandingkan dengan signal yang lain yang mungkin timbul akibat interaksi berkas electron ini dengan sample (Chorkendroff, 2003).

Elektron sekunder hanya membawa sedikit informasi tentang komposisi unsur dari sample, namun sensitivitas topografi dan resolusi ruang yang tinggi menyebabkan electron sekunder ini dipakai untuk memperoleh bayangan mikroskopik. Karena alasan sensitivitas topografi inilah maka bayangan yang dihasilkan dari electron sekunder sangat mudah diinterpretasikan secara visual karena gambar yang dihasilkan sama dengan lokasinya, itulah sebabnya lekuk-lekuk permukaan sampel dapat dilihat dengan SEM.

b. Elektron terpantul (*Backscattered electron* – BSE)

Jika electron primer (elektron dari berkas yang datang) berinteraksi dengan inti atom atau satu electron dari atom sample, electron primer ini dapat

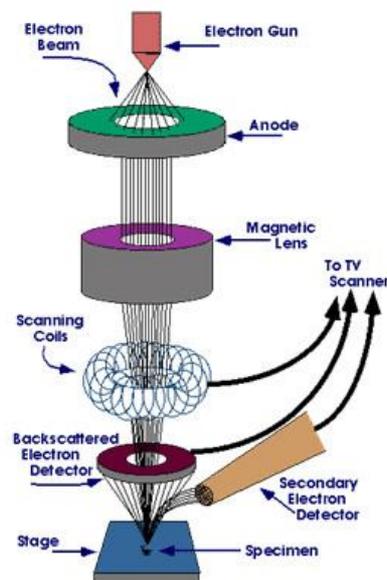
dipantulkan ke suatu arah dengan mengalami sedikit kehilangan energi. Sebagian dari beberapa electron terpantul ini dapat saja mengarah keluar sample sehingga, setelah beberapa kali pantulan dapat dideteksi. Elektron terpantul ini lebih energik dibandingkan dengan electron sekunder meskipun sudah terpendam didalam sample masih dapat dipantulkan, oleh karena itu bila dibandingkan dengan electron sekunder, signal electron terpantul tidak dapat memberikan informasi tentang topografi sample dan juga resolusi ruang pada sample. Namun keuntungannya sebagai kompensasi antara satu samalain. Jika nomor atom dalam sample semakin besar maka besar gaya pantulan inti positifnya lebih besar sehingga electron terpantul ini dapat memberikan juga informasi tentang komposisi sample (Chorkendroff, 2003).

Prinsip kerja SEM yaitu dengan menggunakan pantulan berkas sekunder dan hamburan balik elektron setelah berkas elektron tersebut berinteraksi dengan materi pada permukaan sampel, yang selanjutnya informasi yang didapatkan diubah menjadi gambar. Pantulan elektron-elektron sekunder, elektron - elektron terhambur dan radiasi sinar-X akan memberikan informasi mengenai keadaan sampel seperti bentuk permukaan (tofografi) dan komposisi kimia yang dikandung sampel (Goldstein, 2003). Untuk lebih jelasnya prinsip/skema kerja dari SEM dapat dilihat pada Gambar 2.9.

Pada sebuah mikroskop elektron (SEM) terdapat beberapa peralatan utama antara lain:

1. Pistol elektron, biasanya berupa filamen yang terbuat dari unsur yang mudah melepas electron, misalnya tungsten.

2. Lensa untuk elektron, berupa lensa magnetis karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.
3. Sistem vakum, karena elektron sangat kecil dan ringan maka jika ada molekul udara yang lain elektron yang berjalan menuju sasaran akan terpecah oleh tumbukan sebelum mengenai sasaran sehingga menghilangkan molekul udara menjadi sangat penting.



Gambar 2.9 Prinsip/skema kerja SEM (*sumber:iastate.edu*)

Berdasarkan Gambar 2.9 dapat dilihat bahwa skema kerja SEM ada empat tahap yaitu:

1. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
2. Lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel.
3. Sinar elektron yang terfokus memindai (scan) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.

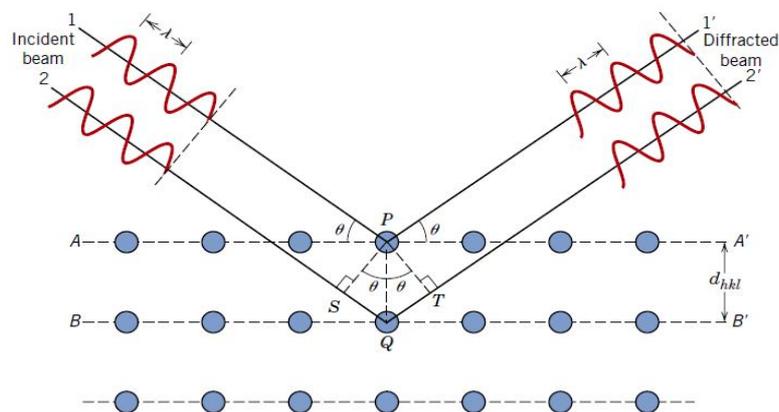
4. Ketika elektron mengenai sampel maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor CRT (*Cathode Ray Tube*). Di layar CRT inilah gambar struktur obyek yang sudah diperbesar bisa dilihat.

2.4.1.2 Difraksi Sinar-X

Sinar X merupakan radiasi elektromagnetik yang memiliki energi tinggi sekitar 200 eV sampai 1 MeV, dan diproduksi ketika partikel bermuatan dengan energi tinggi yaitu elektron yang dipercepat dengan tegangan sekitar 30 kV. Sinar X dihasilkan oleh interaksi antara berkas elektron eksternal dengan elektron pada kulit atom. Spektrum Sinar X memiliki panjang gelombang 0,01 – 1 nm, berfrekuensi 10^{17} – 10^{20} Hz dan memiliki energi 10^3 - 10^6 eV. Panjang gelombang sinar X memiliki orde yang sama dengan jarak antar atom sehingga dapat digunakan sebagai sumber difraksi kristal (Van Vlack, 1985).

Difraksi sinar-X adalah alat penting yang di gunakan untuk mengidentifikasi fase, mengukur perubahan dalam parameter sel, orientasi, ukuran kristal dan parameter struktur lainnya. Apabila suatu bahan dikenai sinar-X maka intensitas sinar-X yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang dihantarkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi (Suryanarayana, 1995).

Sinar X dapat didifraksikan melalui sebuah kristal, karena panjang gelombangnya hampir sama dengan jarak bidang kisi. Pendekatan paling awal pada analisis pola difraksi yang dihasilkan oleh kristal, dengan menganggap bidang kisi sebagai cermin dan kristal sebagai tumpukan bidang kisi pemantul dengan jarak antar kisi d . Data yang diperoleh dari metode karakterisasi XRD adalah sudut hamburan (Sudut Bragg) dan intensitas. Sudut difraksi bergantung kepada lebar celah kisi sehingga mempengaruhi pola difraksi, sedangkan intensitas cahaya difraksi bergantung dari berapa banyak kisi kristal yang memiliki orientasi sama (Cullity, 1956). Pola difraksi sinar-X sesuai dengan hukum Bragg seperti ditunjukkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Pola difraksi sinar-X pada hukum Bragg (Callister, 2009)

Persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan merupakan berkas difraksi dikenal sebagai Hukum Bragg. Hukum Bragg menyatakan bahwa perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X harus merupakan kelipatan panjang gelombang, secara matematis dirumuskan:

$$2d \sin \theta = n\lambda \dots\dots\dots(2.2)$$

Dimana n adalah orde difraksi, yaitu $n = 1,2,3,\dots$, d adalah jarak antar kisi, θ adalah sudut difraksi dan λ adalah panjang gelombang sinar-X (Chorkendroff,2003). Keadaan ini membentuk pola interferensi yang saling menguatkan untuk sudut-sudut yang memenuhi hukum Bragg.

Panjang gelombang sinar-X ini merupakan dasar digunakannya teknik difraksi sinar-X (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur mikroskopis suatu bahan. Radiasi yang dipancarkan oleh sinar-X terbagi menjadi dua komponen, yaitu spektrum kontinu dan spektrum garis. Spektrum kontinu mempunyai rentang panjang gelombang yang lebar sedangkan spektrum garis merupakan karakteristik dari logam yang ditembak. Sinar-X dari proses kejadiannya ada 2 macam, yaitu:

1. Sinar-X *Bremsstrahlung*

Spektrum sinar-X kontinu dihasilkan dari peristiwa *bremsstrahlung*. Pada saat elektron menumbuk logam, elektron dari katoda (elektron datang) menembus kulit atom dan mendekati kulit inti atom. Pada saat mendekati inti atom, elektron ditarik mendekati inti atom yang bermuatan positif, sehingga lintasan elektron berbelok dan kecepatan elektron berkurang atau diperlambat. Karena perlambatan ini, maka energi elektron berkurang. Energi yang hilang ini dipancarkan dalam bentuk sinar-X. Proses inilah yang dikenal dengan proses *bremsstrahlung* (Smallman, 1999).

2. Sinar-X Karakteristik

Elektron dari katoda yang bergerak dengan percepatan yang cukup tinggi, dapat mengenai elektron dari atom target (anoda) sehingga menyebabkan

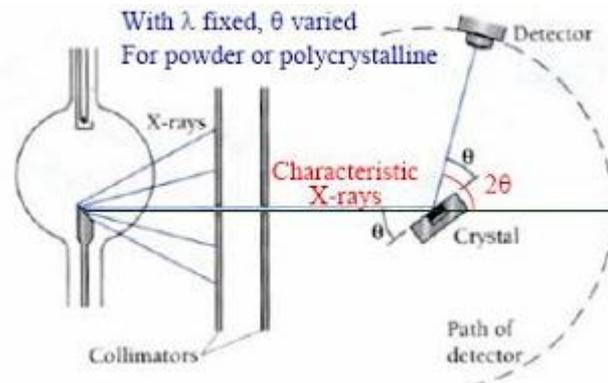
elektron tereksitasi dari atom. Kemudian elektron lain yang berada pada sub kulit yang lebih tinggi akan mengisi kekosongan yang ditinggalkan oleh elektron tadi, dengan memancarkan sinar-X yang memiliki energi sebanding dengan level energi elektron. Karena sinar-X karakteristik memiliki panjang gelombang tertentu yang dapat difilter, maka jenis ini banyak diaplikasikan untuk XRD dalam menentukan struktur material.

X-Ray Diffraction merupakan salah satu alat yang memanfaatkan prinsip tersebut dengan menggunakan metoda karakterisasi material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Sampel biasanya berupa bubuk, padatan, film, atau pita dengan minimum bahan yang diperlihatkan hanya mg namun sampel dengan jumlah gram yang besar didapatkan juga keakuratan yang lebih baik (Girsang, 2012).

2.4.2 *X-Ray Diffraction (XRD)*

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. XRD juga digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam katalis dengan menggunakan parameter kisi, dan untuk memperoleh indikasi ukuran partikel. Semua bahan yang mengandung kristal tertentu ketika dianalisa menggunakan XRD akan memunculkan puncak – puncak yang spesifik (Chorkendroff, 2003). XRD digunakan untuk identifikasi material berupa srtuktur kristal, kelebihan menggunakan XRD yaitu dapat mengidentifikasikan kandungan material yang

belum diketahui, dan penafsiran data secara luas. Skema dan prinsip kerja *X-Ray Diffraction* dapat dilihat pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Skema dan prinsip kerja *X-Ray Diffraction* (Smallman,1999)

Berdasarkan Gambar 2.11 dapat dilihat bahwa sinar-X tersebut menembak sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya (Cullity, 1956).

2.4.2.1 Struktur Kristal

Memahami struktur dari kristal sangat penting dalam mengkarakterisasi suatu material yang memiliki sifat teratur (*ordered material*). Banyak material baru yang dikembangkan memakai istilah dan definisi yang sering dipakai dalam kristalografi ketika mendeskripsikan sifat-sifatnya. Salah satu alat yang memakai

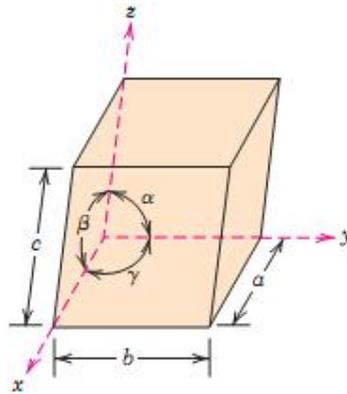
konsep dasar kristalografi dalam mengkarakterisasi suatu bahan adalah *X-Ray Diffraction (XRD)*. Sehingga untuk menginterpretasi hasil analisa dari alat tersebut memerlukan pengetahuan dasar mengenai kristalografi.

Kristal merupakan zat padat yang atom-atom penyusunnya teratur dan periodik. Setiap kristal memiliki struktur dan tekstur yang berbeda. Struktur kristal mempunyai beberapa tipe yang bergantung pada geometri dari susunan atomnya. Struktur kristal sangat mempengaruhi sifat-sifat dari suatu kristal. Struktur tersebut menjelaskan susunan atom, arah kristal, bentuk kristal dan yang lainnya. Sebuah kristal ideal disusun oleh satuan-satuan struktur yang identik secara berulang ulang yang tak hingga di dalam ruang. Semua struktur kristal dapat digambarkan atau dijelaskan dalam istilah-istilah *lattice* (kisi) dan sebuah basis yang ditempelkan pada setiap titik kisi. Kristal dapat terbentuk dari larutan, lelehan, uap atau gabungan dari ketiganya (Suud, 2003).

2.4.2.2 Sistim Kristal

Kisi kristal yang biasa disebut kisi dapat dikatakan sebagai abstraksi dari kristal, sehingga kisi merupakan pola dasar atau pola geometri dari kristal. Kisi dapat dikatakan sebagai susunan sejumlah besar unit sel yang susunannya sama, letaknya berdampingan satu sama lainnya. Struktur kristal dapat dipisahkan ke dalam suatu grup berdasarkan konfigurasi sel satuan atau susunan atom (Cullity, 1956). Pada kerangka ini, sistem kordinat x , y , z ditentukan dengan daerah asal dari sudut sel satuan, tiap-tiap sumbu x , y , z bertepatan dengan satu dari tiga tepi paralelepipedum yang melebar dari sudut ini. Sebagai ilustrasi diberikan pada Gambar 2.12. Geometri sel satuan seluruhnya ditentukan

dalam enam parameter, yaitu tiga panjang tepi a , b , c dan tiga interaksial α , β , γ . Keterkaitan masing-masing parameter tersebut dinamakan sebagai parameter kisi dari struktur kristal (Callister, 2009).



Gambar 2.12 Sel satuan dengan koordinat x , y , z (parameter a , b dan c merupakan panjang aksis) dan sudut interaksial α , β dan γ (Callister, 2009)

Jika atom-atom dalam kristal membentuk susunan teratur yang berulang maka atom-atom dalam kristal haruslah tersusun dalam salah satu dari 14 bentuk kisi-kisi tersebut. Ada dua jenis kisi yaitu kisi Bravais dan kisi non Bravais. Pada kisi Bravais, semua titik-titik kisi adalah sama sehingga diperlukan semua atom dalam kristal sama (sejenis). Sedangkan dalam kisi non Bravais, beberapa titik kisinya tidak sama. Berdasarkan parameter kisi tersebut maka berbagai sel satuan dapat digolongkan dalam tujuh sistem kristal (Suud, 2003). Tujuh sistem kristal dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Sistem kristal, Parameter kisi dan Kisi Bravais (Charles, 2005)

Sistem	Panjang sumbu dan sudut	Kisi Bravais	Simbol Kisi
Kubus	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simple	P
		Body-centered	I
		Face-centered	F
Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simple	P
		Body-centered	I
Ortorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simple	P
		Body-centered	I
		Base-centered	C
		Face-centered	F
Rombohedral/Trigonal	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	Simple	P
Hexagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$	Simple	P
Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ, \neq \beta$	Simple	P
		Body-centered	I
Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Simple	P

2.4.3 Sifat Magnetik

2.4.3.1 Sifat Magnetik Bahan Material

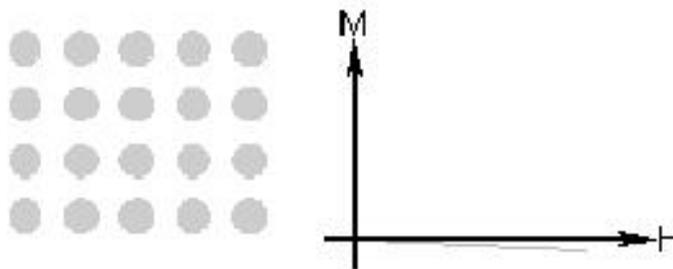
Bahan-bahan yang ada di alam semesta ini masing-masing memiliki sifat yang khas (karakteristik) yang dapat dimanfaatkan untuk proses industri. Salah satu jenis bahan di alam yang banyak digunakan untuk proses industri adalah jenis bahan magnetik. Magnet adalah suatu benda yang dapat menarik benda-benda yang terbuat dari besi, baja, dan logam-logam tertentu (Istiyono, 2009). Berdasarkan sifat kemagnetannya bahan magnetik di kelompokkan menjadi tiga jenis yaitu diamagnetik, paramagnetik dan

ferromagnetik. Masing-masing jenis bahan tersebut memiliki sifat dan karakteristik yang khas dan berbeda-beda.

2.4.3.1.1 Diamagnetik

Bahan diamagnetik adalah bahan yang resultan medan magnet masing-masing atom atau molekulnya nol, tetapi orbit dan spinnya tidak nol (Valenzuela, 2005). Bahan diamagnetik tidak mempunyai momen dipol magnet permanen. Sehingga, diamagnetik merupakan senyawa yang tidak dapat ditarik oleh medan magnet. Jika bahan diamagnetik diberi medan magnet luar, maka elektron-elektron dalam atom akan berubah gerakannya sehingga menghasilkan resultan medan magnet atomis yang arahnya berlawanan.

Sifat diamagnetik bahan ditimbulkan oleh gerak orbital elektron sehingga semua bahan bersifat diamagnetik karena atomnya mempunyai elektron orbital. Bahan dapat bersifat magnet apabila susunan atom dalam bahan tersebut mempunyai spin elektron yang tidak berpasangan. Dalam bahan diamagnetik hampir semua spin elektron berpasangan, akibatnya bahan ini tidak menarik garis gaya (Istiyono, 2009). Perilaku magnetik dalam atom, pada bahan diamagnetik memiliki suseptibilitas kecil dan negatif, seperti terlihat pada Gambar 2.13. Contoh bahan diamagnetik yaitu: bismut, perak, emas, tembaga dan seng.

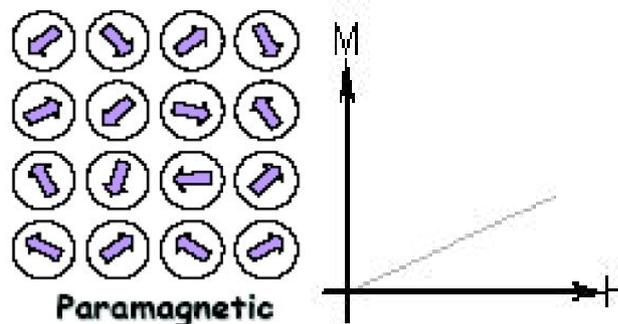


Gambar 2.13 Perilaku magnetik dalam atom, pada bahan diamagnetik (Afandi, 2006)

2.4.3.1.2 Paramagnetik

Bahan paramagnetik adalah bahan yang resultan medan magnet atomis masing-masing atom/molekulnya tidak nol, tetapi resultan medan magnet atomis total seluruh atom/molekul dalam bahan nol. Hal ini disebabkan karena gerakan atom/molekul acak, sehingga resultan medan magnet atomis masing-masing atom saling meniadakan. Bahan ini jika diberi medan magnet luar, maka elektron-elektronnya akan berusaha sedemikian rupa sehingga resultan medan magnet atomisnya searah dengan medan magnet luar. Sifat paramagnetik ditimbulkan oleh momen magnetik spin yang menjadi terarah oleh medan magnet luar (Valenzuela, 2005).

Paramagnetik adalah senyawa yang dapat ditarik oleh medan magnet. Seperti dijelaskan di atas, paramagnetik terjadi bila ada elektron yang berkedudukan paralel (sejajar) satu sama lain dalam satu orbital. Namun jika spin elektron dibuat antiparalel satu sama lain, maka efek magnet akan meniadakan satu sama lain. Arah domain dan perilaku magnetik dalam atom pada bahan paramagnetik dapat di lihat pada Gambar 2.14 (Istiyono, 2009). Contoh bahan/senyawa paramagnetik adalah platina, mangan, aluminium dll.



Gambar 2.14 Arah domain dan perilaku magnetik dalam atom pada bahan paramagnetik <http://www.tcd.ie/Physics/Magnetism/Lectures/5006/5006-1.pdf>.

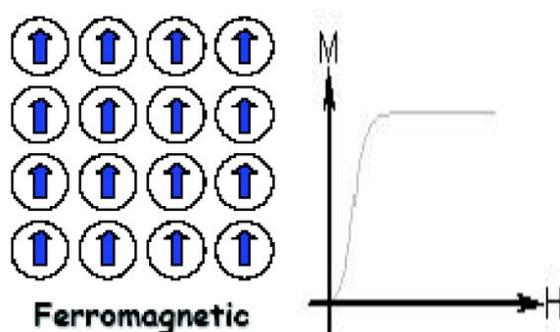
2.4.3.1.3 Ferromagnetik

Bahan ferromagnetik adalah bahan yang mempunyai resultan medan atomis besar. Hal ini terutama disebabkan oleh momen magnetik spin elektron. Pada bahan ferromagnetik banyak spin elektron yang tidak berpasangan, misalnya pada atom besi terdapat empat buah spin elektron yang tidak berpasangan. Masing-masing spin elektron yang tidak berpasangan ini akan memberikan medan magnetik, sehingga total medan magnetik yang dihasilkan oleh suatu atom lebih besar. Medan magnet dari masing-masing atom dalam bahan ferromagnetik sangat kuat, sehingga interaksi diantara atom-atom tetangganya menyebabkan sebagian besar atom akan mensejajarkan diri membentuk kelompok-kelompok (Valenzuela, 2005).

Bahan ferromagnetik mula-mula memiliki magnetisasi nol pada daerah yang bebas medan magnetik, bila mendapat pengaruh medan magnetik yang lemah saja akan memperoleh magnetisasi yang besar. Jika diperbesar medan magnetnya, akan semakin besar pula magnetisasinya. Eksperimen menunjukkan bahwa bila medan magnetik ditiadakan, magnetisasi bahan tidak kembali menjadi nol. Jadi bahan ferromagnetik dapat mempunyai magnetisasi walaupun

tidak ada medan, sehingga bahan dikatakan memiliki magnetisasi spontan (Valenzuela, 2005).

Dengan sifat dan karakteristiknya ternyata jenis bahan ferromagnetik paling banyak dipilih sebagai bahan untuk teknik dan industri, seperti pada aplikasi untuk motor listrik, generator, loudspeaker dan beberapa aplikasi yang lain. Arah domain dan perilaku magnetik dalam atom pada bahan ferromagnetik dapat di lihat pada Gambar 2.15. Contoh bahan yang bersifat ferromagnetik adalah besi, baja, nikel dan kobalt (Afandi,2006).



Gambar 2.15 Arah domain dan perilaku magnetik dalam atom pada bahan ferromagnetik <http://www.tcd.ie/Physics/Magnetism/Lectures/5006/5006-1.pdf>

2.4.3.2 Domain Magnetik

Domain magnetik adalah suatu area dimana seluruh momen magnet mengarah ke arah yang sama dan memberikan pengaruh yang sama pada magnetisme material tersebut. Bahan yang mudah sekali ditarik oleh magnet seperti besi, nikel, kobalt dan baja disebut bahan ferromagnetik. Bila berada dalam medan magnetik, bahan ini akan menarik banyak sekali garis-garis medan magnetik luar. Pada bahan ferromagnetik, sekelompok spin elektron yang bertetangga dan searah membentuk daerah khusus yang dinamakan domain magnet. Domain-domain tersebut terorientasi dalam arah random hingga

mengalami magnetisasi dalam medan eksternal. Jika bahan ferromagnetik diberi medan magnet luar, maka domain-domain tersebut akan terorientasi dan menghasilkan medan magnetik (Afandi, 2006).

Sekeping bahan ferromagnetik mengandung banyak domain yang arah momen magnetnya acak sehingga tidak bersifat sebagai magnet. Akan tetapi, apabila medan magnet luar diterapkan, domain magnet dapat berotasi sehingga seluruhnya menunjuk dalam arah yang sama dan bahan menjadi magnet. Jika medan magnet luar dihilangkan, sebagian domain magnet kembali menunjukkan arah yang acak. Bahan ferromagnetik keras, sisa magnetiknya sangat kuat karena hanya sedikit domain yang kembali ke arah yang acak, dan sebaliknya pada bahan ferromagnetik lunak. Dengan satu domain saja maka akan memiliki derajat kebebasan yang tinggi dan serbuk magnet yang berukuran kecil (nano) sifat-sifatnya lebih domain dan menjadi lebih baik (Valenzuela, 2005).

2.4.3.3 *Magnetoresistance* (MR)

Magnetoresistance adalah perubahan resistansi material dengan prinsip hamburan elektron yang mengakibatkan adanya perubahan resistansi pada suatu konduktor bila diberi medan magnet luar (Janice, 1995). Prinsip ini dinamakan *magnetoresistance* (MR) yang berkembang menjadi beberapa jenis, salah satunya *Giant Magnetoresistance* (GMR). GMR ditemukan pertama kali pada tahun 1988 dalam lapisan *multilayer* yang terdiri atas lapisan ferromagnetik dan lapisan pemisah non-magnetik (Tumanski, 2001).

Penemuan GMR telah membuka peluang untuk penerapannya dalam banyak bidang dan aplikasi, karena GMR mempunyai potensi yang sangat besar

sebagai devais pengindera medan magnet generasi mendatang, untuk dikembangkan pada berbagai aplikasi seperti sensor, pengukuran medan magnet, pengukuran arus, posisi linier dan rotasi, penyimpanan data, *heads recording* dan non *volatile Magnetic Random Access Memory (MRAM)* (Ramli, 2011).

Efek GMR memegang peranan yang sangat penting karena perubahan tahanan listrik yang sangat besar. Timbulnya perubahan resistansi pada GMR terutama disebabkan oleh hamburan partikel bermuatan yang bergantung pada spin, yaitu *spin up* (\uparrow) dan *spin down* (\downarrow). Oleh adanya medan magnet luar yang menyebabkan *exchange-coupling*, terjadi pergeseran state tenaga yang tergantung dari arah spin. Arah dari pergeseran tersebut adalah saling berlawanan untuk masing-masing spin (*up* dan *down*) (Atmono, 2003).

GMR merupakan suatu material yang memiliki karakteristik magnetoresistansi yang tinggi, sifat-sifat magnetik dan elektrik yang baik, sehingga berpotensi untuk dikembangkan sebagai sensor medan magnet. Sensor magnetik berbasis GMR merupakan sensor yang bekerja berdasarkan efek perubahan resistansi yang sangat besar pada bahan logam bila berada dalam medan magnet luar. Penggunaan material GMR sebagai sensor medan magnet memiliki beberapa kelebihan, yakni : sensitivitas dan kestabilan temperatur yang tinggi, konsumsi daya rendah, ukuran kecil dan harga murah, sifat magnetik dapat bervariasi dalam rentang yang sangat luas (Djamal, dkk).

2.5 *Spin Coating*

Spin coating berasal dari dua kata yaitu *spin* dan *coating*. Bila diterjemahkan dalam bahasa Indonesia, *spin* berarti putaran, dan *coating* berarti pelapisan. Maka secara singkat *spin coating* diartikan sebagai suatu metode pelapisan dengan menggunakan putaran. *Spin coating* merupakan prosedur yang digunakan untuk pembuatan lapisan tipis di atas substrat yang datar. Sejumlah bahan pelapis ditempatkan pada substrat, yang kemudian diputar dengan kecepatan tinggi untuk menyebarkan cairan dengan gaya sentrifugal. Sejumlah mesin yang digunakan untuk *spin coating* disebut *spin coater* atau *spinner* (Niranjan, 2009).

Spin Coating adalah alat yang digunakan untuk menghasilkan lapisan tipis (*thin film*). *Spin coating* dapat dilihat pada Gambar 2.16. Teknik *spin coating* adalah suatu cara yang sederhana dan efektif untuk membuat film tipis, Selain itu teknik yang digunakan cukup sederhana, tidak menggunakan peralatan yang rumit dan tidak memerlukan investasi yang tinggi dan biaya operasional relatif murah (Darvina, 2008). Dengan variasi ketebalan yang dikendalikan oleh parameter waktu, kecepatan putaran, kekentalan, dan kerapatan dari bahan pelapis yang digunakan, maka semakin tinggi kecepatan sudut putar, lapisan yang diperoleh akan semakin tipis. Ketebalan film ini juga tergantung pada konsentrasi larutan. Pada kecepatan putaran yang rendah, bahan pelapis menyebar pada *coater*, sedangkan pada kecepatan putaran yang tinggi (2.000-4.000 rpm) akan membentuk film tipis.



Gambar 2.16 *Spin Coating* Model WS- 400 BZ- 6NPP/LITE

Untuk memperoleh film yang homogen, beberapa faktor penting yang harus diperhatikan, yaitu laju penguapan pelarut, Viskositas larutan, Konsentrasi larutan, Kecepatan sudut (kecepatan putar), dan Waktu berputar. Pada proses pembentukan lapisan tipis, yang sangat perlu diperhatikan yaitu kekentalan larutan dan kecepatan putar. Untuk menghasilkan lapisan yang lebih tipis kekentalan larutan yang diteteskan harus lebih kecil, frekuensi putar yang tinggi dan waktu putar yang lebih cepat. Hal ini bertujuan untuk dapat menghasilkan lapisan film tipis yang lebih uniform.

2.5.2 Proses *Spin coating*

Menurut (Niranjan, 2009 dan Girsang, 2012), secara umum proses *spin coating* terdiri dari tiga tahap, yaitu :

2.5.2.1 Tahap peneteskan cairan (*dispense*)

Pada bagian ini cairan dideposisikan di atas permukaan substrat, kemudian diputar dengan kecepatan tinggi. Kemudian lapisan yang telah dibuat akan dikeringkan sampai pelarut pada lapisan tersebut benar-benar sudah

menguap. Proses ini dibagi menjadi dua macam, yaitu: *Static dispense* merupakan proses deposisi sederhana yang dilakukan pada larutan di atas pusat substrat dan *dynamic dispense* merupakan proses deposisi dengan kecepatan putar yang kecil kira-kira 500 rpm.

2.5.2.2 Tahap percepatan (pemutaran) *spin coating*

Setelah tahap penetesannya, larutan diputar dengan kecepatan yang relatif tinggi. Kecepatan yang digunakan pada substrat ini akan mengakibatkan adanya gaya sentrifugal dan turbulensi cairan. Kecepatan yang digunakan antara 1500-6000 rpm dan tergantung pada sifat cairan terhadap substrat yang digunakan. Waktu yang digunakan kira-kira 10 - 20 detik bahkan sampai 10 menit. Tahap pemutaran *spin coating* yaitu,

Spin Up : proses pemutaran menggunakan kecepatan awal, sehingga menyebabkan larutan terpercik keluar substrat, dan

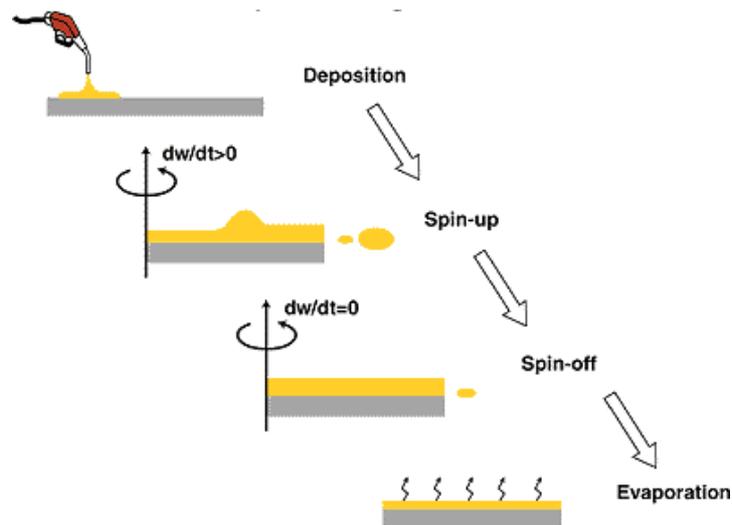
Spin Off : Proses pemutaran dengan kecepatan tetap, sehingga proses ini merupakan proses perataan lapisan dan penipisan lapisan.

2.5.2.3 Tahap pengeringan (penguapan)

Tahap ini merupakan tahap yang sangat penting untuk menghasilkan film tipis. Dalam hal ini, laju penguapan tergantung pada dua faktor, yaitu perbedaan tekanan parsial dari setiap pelarut antara permukaan bebas dari lapisan cair dan sebagian besar gas yang mengalir di dekatnya. Proses ini akan menghilangkan sisa-sisa pelarut dan bahan tambahan lain yang ada pada bahan pelapis. Pada tahap ini terbentuk lapisan tipis murni dengan suatu ketebalan tertentu. Tingkat ketebalan lapisan yang terbentuk bergantung pada kelembaban

dasar substrat. Adanya kelembaban yang kecil menyebabkan ketebalan lapisan murni yang terbentuk akan menjadi semakin besar.

Skema Kerja *Spin Coating* dapat dilihat pada Gambar 2.17.



Gambar 2.17 Tahap proses/skema kerja *spin coating*
<http://home.wanadoo.nl/tom.peeters/images/Spincoating/.gif>

Dari Gambar 2.17 dapat dilihat bahwa proses *spin coating* diawali dengan meneteskan precursor diatas substrat. Kemudian, substrat diputar dengan kecepatan awal yang tujuannya untuk menyebarkan larutan di atas substrat, dan kecepatan tetap untuk meratakan larutan di atas substrat. Untuk tahap terakhir yaitu tahap penguapan larutan, dimana saat proses pemutaran terjadi pelarut pada precursor akan menguap dan akan menghasilkan film tipis yang lebih homogen (Girsang, 2012).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Lama milling dapat mengakibatkan intensitas puncak difraksi semakin berkurang. Hal ini menandakan bahwa *grain size* bahan semakin halus seiring dengan bertambahnya waktu *milling*. *Grain size* paling kecil diperoleh untuk proses *milling* selama 50 jam sedangkan dengan penambahan waktu *milling* sampai 75 jam menunjukkan peningkatan ukuran butiran sedikit. Hal ini, kemungkinan disebabkan terbentuknya penggumpalan (aglomerasi) serbuk hasil *milling*. Dengan demikian, proses *milling* terhadap campuran Ni-CNT dengan teknik HEM menunjukkan bahwa waktu *milling* yang optimal adalah 50 jam dengan *grain size* paling kecil.
2. Hasil pengamatan SEM terhadap morfologi permukaan lapisan tipis Ni-CNT menunjukkan bahwa lapisan tipis Ni-CNT belum homogen (belum merata) terdeposisikan di atas permukaan substrat Si (100). Ketidakteraturan lapisan tipis ini kemungkinan disebabkan oleh kurang maksimalnya waktu yang digunakan saat *spin coating*, sehingga larutan tidak terdeposisikan secara merata di atas substrat.

3. Nilai MR untuk lapisan tipis Ni-CNT menunjukkan MR positif (*positive magnetoresistance*, PMR), dan nilai MR tertinggi diperoleh dari lapisan tipis Ni-CNT yang diproses *milling* selama 50 jam yaitu, 53,41 % pada medan magnet 7,5 kOe. Hal ini menunjukkan bahwa ukuran partikel sangat mempengaruhi nilai MR, dimana semakin kecil ukuran partikel bahan maka nilai MR semakin besar. Selain itu, nilai MR semakin besar seiring dengan penambahan medan magnet. Dengan demikian, ketergantungan nilai MR terhadap medan magnet sangat besar.

5.2 Saran

Adapun saran pada penelitian ini adalah :

1. Optimalisasi waktu dan kecepatan putar *spin coating*, karena kecepatan *spin coating* akan mempengaruhi tingkat kerataan sampel di atas substrat
2. Melakukan pengukuran terhadap penampang lintang dari lapisan tipis Ni-CNT untuk mengetahui seberapa tebal lapisan itu menempel diatas substrat.