*Jurnal Sains Materi Indonesia*
*Indonesian Journal of Materials Science*

*Edisi Khusus Oktober 2007, hal : 182 - 186*
*ISSN : 1411-1098*

Akreditasi LIPI Nomor : 536/D/2007
Tanggal 26 Juni 2007

# KARAKTERISTIK STRUKTUR MIKROSKOPIK LAPISAN TIPIS BAHAN FEROMAGNETIK Ni YANG DIDEPOSISI DENGAN TEKNIK MAGNETOELEKTROLITIK

**Jusman Mansyur**
*Program Studi Pendidikan, Fisika, FKIP-Universitas Tadulako*
*Palu 94117*

## ABSTRAK

**KARAKTERISTIK STRUKTUR MIKROSKOPIK LAPISAN TIPIS BAHAN FERROMAGNETIK Ni YANG DIDEPOSISI DENGAN TEKNIK MAGNETOELEKTROLITIK**. Telah dilakukan deposisi lapisan tipis bahan feromagnetik Ni dengan sistem magnetoelektrolitik di atas substrat *PCB* (berlapis Cu) dalam larutan $NiSO_4$. Modifikasi alat deposisi dengan penambahan sistem peng*anil* magnetik serta variasi parameter kuat medan magnet dalam interval (0,00-7,79) mT menunjukkan bahwa semua lapisan tipis yang diperoleh kualitas penampilannya baik. Berdasarkan difraktogram, dapat dilihat bahwa interferensi konstruktif terjadi pada sudut rerata (2θ) masing-masing 44,493°; 51,860° dan 76,417°. Dari hasil analisis *XRD* dapat diketahui bahwa keseluruhan sampel merupakan polikristal berstruktur dasar *FCC* yang memiliki orientasi bidang *hkl* [111], [200] dan [220] dengan orientasi yang paling dominan (*preferential orientation*) terbentuk dengan mantap adalah [200]. Ukuran butir (*grain size*) bagi krital [200] dengan orientasi tersebut berkisar (175-295)Å. Hasil deposisi dengan sistem magnetoelektrolitik (magnetoelektrodeposisi) memberikan hasil struktur mikroskopik yang lebih baik dibanding sistem elektrodeposisi biasa.

***Kata kunci*** : Difraksi sinar-X, Elektrodeposisi, *FCC*, Magnetoelektrolitik, Struktur mikroskopik

## ABSTRACT

**CHARACTERISTIC OF MICROSCOPIC STRUCTURE OF THE FERROMAGNETIC MATERIAL THIN FILMS Ni DEPOSITED BY MAGNETO-ELECTROLYTIC SYSTEM**. Deposition of the ferromagnetic materials thin films Ni have been done by using magneto-electrolytic system onto PCB (Cu) substrates in the $NiSO_4$ bath solution. Modification of electrodeposition system by adding the magnetic annealing, and varying the magnetic field intensity parameter in the range (0.00-7.79) mT show that all the samples are visually good performance. Based on the diffractograms can be seen that constructive interferences were (2θ) angles: 44.493°; 51.860° and 76.417°. Results of the XRD show that all the samples are *FCC* polycrystalline with the plane orientation *hkl* [111], [200] and [220], and the preferred orientation is [200]. The grain size of [200] crystals are in the interval (175-295)Å. Results of the magneto electrolytic deposition system better than the conventional electrodeposition system, based on the microscopic structure analysis.

***Key words*** : X-Ray diffraction, Electrodeposition, FCC, Magneto-electrolytic deposition, Microscopic structure

## PENDAHULUAN

Dewasa ini proses elektrodeposisi menjadi metode yang sangat menarik untuk preparasi lapisan tipis. Cukup banyak percobaan yang menggunakan sistem elektrodeposisi untuk menghasilkan lapisan dengan sifat listrik yang baik dan lapisan *soft magnetic* untuk sistem perekam. Bahkan elektrodeposisi banyak digunakan untuk preparasi *nanostructure* atau *nanowires.*

Meskipun proses elektrodeposisi yang digambarkan dalam beberapa literatur sebagai metode yang sangat sederhana, murah dan tanpa sistem vakum *(non-vacuum-based technology),* namun parameter-parameter deposisi sangat besar pengaruhnya terhadap sifat-sifat fisis lapisan yang diperoleh. Diperlukan penelitian yang sistematis dengan berbagai parameter deposisi untuk menemukan sifat-sifat fisis yang baru dan unggul.

Dalam beberapa sumber [1-2], deposisi logam atau paduan logam *(alloy)* dengan menggunakan arus listrik dan berada dalam medan magnet dikenal sebagai magnetoelektrolisis *(Magneto Electrolysis, ME*) atau *Magneto Electrolytic Deposistion* (*MED*). Terdapat beberapa informasi dalam literatur tersebut yang menyatakan tentang pengaruh pemberian medan magnet selama deposisi, baik terhadap sifat-sifat larutannya, transportasi massa elektrolit dan sifat kinetik ion selama pergerakan menuju katoda. Pada

umumnya, efek-efek medan magnet dikaji dengan menyelidiki struktur dan morfologi lapisan yang terbentuk dengan menerapkan medan magnet eksternal sejajar dengan permukaan lapisan.

Medan magnet dapat digunakan selama deposisi untuk memperkaya laju deposisi spesies magnetik dan juga untuk menginduksikan aliran *turbulen (turbulent flow)* [3]. Ditemukan pula bahwa morfologi dari lapisan yang dideposisi secara radial sangat sensitif terhadap medan magnet eksternal. Hasil-hasil pengamatan dalam beberapa kasus di atas dapat dihubungkan dengan efek magnetohidrodinamik *(magnetohydrodynamic, MHD***)** yang ditimbulkan oleh gaya *Lorentz*, karena adanya interaksi muatan yang bergerak dengan medan elektromagnetik [1].

Khusus untuk Ni, terdapat penelitian yang mengungkapkan tentang pengaruh medan magnet terhadap sifat fisis bahan tersebut. Penelitian sebelumnya menyelidiki pengaruh medan magnet terhadap perilaku elektrokimia dari Ni [4]. Diperoleh bahwa peningkatan rapat arus dapat meningkatkan arus konveksi yang sesuai dengan efek *MHD*. Pengamatan terhadap formasi dari butiran halus lapisan dapat dikaitkan dengan peningkatan arus konveksi yang juga menunjukkan peningkatan laju deposisi.

Medan magnet yang membentuk sudut 45$^o$ terhadap permukaan elektroda, menyelidiki pengaruh orientasi medan magnet tersebut terhadap morfologi dan beberapa sifat lapisan [1]. Hasil *Scanning Electron Microscope (SEM)* menunjukkan bahwa lapisan yang diperoleh butirannya lebih halus dengan sedikit mengandung ketidakteraturan ranah *(domain)* serta kekakasaran *(roughness)* yang ada dalam skala kecil. Sementara hasil *XRD* menunjukkan struktur kristalnya adalah *FCC* dengan indeks *Miller* yang dominan adalah [220] diikuti [111].

Deposisi dengan metode elektrolisis dapat dikembangkan untuk mengkaji lebih banyak parameter deposisi dan sifat-sifat fisisnya. Dari penelitian yang telah dilakukan, telah deposisi lapisan tipis Ni dengan optimasi parameter rapat arus, konduktivitas, pH dan suhu larutan. Kajian sifat fisisnya terbatas pada struktur kristal lapisan [5-7].

Studi pendahuluan yang telah dilakukan, yaitu telah berhasil dideposisi lapisan tipis bahan feromagnetik Ni dengan menggunakan larutan $NiSO_4$ pada substrat PCB berlapis tembaga (Cu) pada parameter terbaik, yaitu: rapat arus 300 mA/cm$^2$ dan suhu larutan 70 $^o$C dan pH larutan 1,47. Terdapat puncak difraksi pada sudut 2θ sebesar 44,1$^o$; 51,5 $^o$ dan 76,1$^o$ dengan orientasi kristal yang dominan adalah juga [111] diikuti [200]. Difraktogram-difraktogram dari penelitian tersebut sangat tajam dan lebih baik jika dibandingkan terhadap difraktogram pada penelitian dengan metode evaporasi vakum [8].

Penelitian ini merupakan pengembangan dari penelitian sebelumnya yang mencakup deposisi dan karakterisasi lapisan tipis bahan ferromagnetik Ni. Dalam hal ini, dilakukan modifikasi terhadap sistem elektrodeposisi yang sudah dimiliki menjadi sistem magnetoelektrolitik melalui penambahan sumber medan magnet eksternal [5]. Kajian ditekankan pada sifat fisis khususnya struktur mikroskopik. Data yang diperoleh dalam penelitian ini sebagai data awal untuk memilih parameter deposisi dan mengkaji lebih lanjut sifat-sifat bahan tersebut yang mencakup magnetisasi jenuh, anisotropi magnetik dan magnetoresistansinya.

## METODE PERCOBAAN

Keseluruhan sampel dalam penelitian ini dideposisi menggunakan larutan $NiSO_4$ pada substrat *PCB* berlapis tembaga (Cu) sehingga lapisan yang diperoleh berupa sistem *bilayers* Ni/Cu. Luas bagian substrat yang terlapisi 1 cm$^2$. Sebagai sumber medan magnet digunakan sepasang kumparan *Helmholtz.*

Parameter deposisi yang diterapkan mengikuti rekomendasi penelitian sebelumnya [6,9,10], yaitu : lama deposisi = 4 menit, pH larutan = 1,47 (pada suhu 28$^o$), rapat arus = 300 mA/cm$^2$ dan suhu larutan = 70 $^o$C. Orientasi medan magnet yang diterapkan selama deposisi adalah 0° (sejajar) terhadap permukaan substrat. Medan magnet yang diterapkan bervariasi dari (0-7,79) mT. Sampel-sampel ini selanjutnya dianalisis struktur mikroskopik.

Struktur mikroskopik dikaji melalui karakterisasi dengan difraksi sinar-X (X-*Ray Diffraction, XRD).* Analisis ini menggunakan difraktometer tipe PW1710 BASED merk Philips Analytical X-Ray B.V dengan panjang gelombang (λ) = 1,54056Å. Analisis dilaksanakan di Laboratorium Teknik Metalurgi-ITB. Parameter yang ditentukan dari difraktogram meliputi jarak antar bidang, parameter kekisi, indeks *Miller* dan struktur kristal. Besaran lain yang dapat ditentukan dari difraktogram tersebut adalah ukuran butir (*grain size*) kristal dengan menggunakan persamaan *Scherrer* [1]

$$L = \frac{0{,}9\lambda}{B(2\theta)\cos\theta} \quad \text{..... (1)}$$

dengan B(2$\theta$) adalah lebar setengah puncak (*Full Width at Half Maximum, FWHM*) (dalam radian).

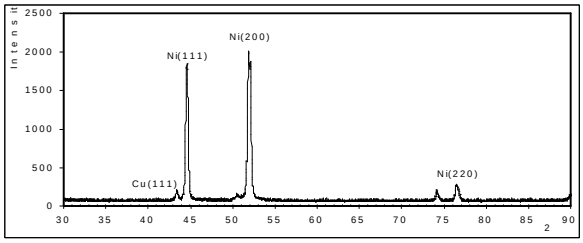
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika FKIP Universitas Tadulako. Percobaan ini menggunakan alat yang telah dibuat sebelumnya [5] dengan melakukan modifikasi alat tersebut melalui penambahan sistem penganil magnetik. Sebagai sumber medan magnet yang berfungsi sebagai sistem penganil magnetik, dipasang kumparan *Helmhotz*. Variasi parameter deposisi yang dilakukan yaitu kuat medan magnet. Indikator awal hasil deposisi untuk setiap parameter didasarkan pada pengamatan secara langsung *(visual)* terhadap

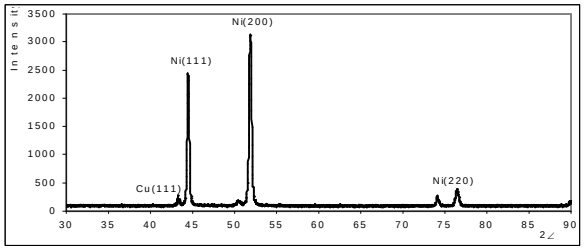
*Edisi Khusus Oktober 2007, hal : 182 - 186*
*ISSN : 1411-1098*

penampilan *(performance)* lapisan yang dihasilkan. Lapisan yang dianggap kualitasnya baik adalah lapisan yang permukaannya nampak mengkilap sesuai dengan ciri dari lapisan tipis Ni. Indikator inilah yang menjadi dasar untuk memilih sampel yang dianalisis lebih lanjut. Keseluruhan hasil penelitian, selengkapnya dilihat dalam uraian berikut.

Hasil difraksi sinar-X (*X-Ray Diffraction, XRD*) dari sampel terpilih berupa difarktogram yang menampilkan puncak-puncak karakteristik hubungan antara intensitas cacahan dengan sudut 2θ. Contoh difraktogram 2 sampel dari 9 sampel yang terpilih untuk analisis XRD, disajikan pada Gambar 1dan Gambar 2.




***Gambar 1.*** Difraktogram Sampel Ni-0 yang dideposisi tanpa medan magnet




***Gambar 2.*** Difraktogram Sampel Ni-2 yang dideposisi pada kuat medan magnet 3,12 mT.

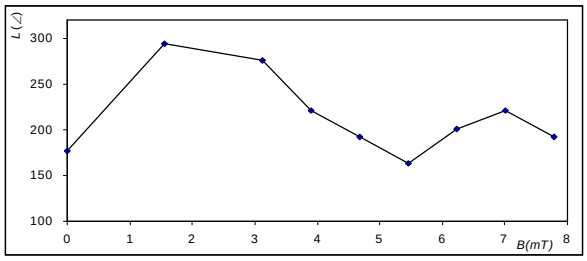
Berdasarkan difraktogram masing-masing sampel, dapat dinyatakan bahwa lapisan tipis yang diperoleh pada variasi kuat Medan magnet memiliki struktur yang sangat baik (kristal). Hal ini didasarkan pada fakta bahwa spektrum (puncak-puncak) yang dihasilkan dalam difraktogram merupakan spektrum puncak yang sangat tajam**.** Ini berarti bahwa interferensi yang terjadi merupakan interferensi konstruktif yang sangat mantap antara dua sinar sejajar. Keadaan ini dapat terjadi hanya jika susunan atom yang menghamburkan sinar-sinar tersebut dalam keadaan teratur. Dengan kata lain, lapisan yang diperoleh adalah kristal yang terbentuk dengan mantap.

Berdasarkan gambar-gambar difraktogram, dapat dilihat bahwa interferensi konstruktif terjadi pada sudut rerata (2$\theta$) masing-masing 44,493°; 51,860° dan 76,417° dengan jarak antar bidang rerata *d* untuk sudut difraksi tersebut masing-masing 2,035Å; 1,762Å dan 1,245Å. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 1.

Informasi lain yang dapat diperoleh dari difraktogram tersebut adalah parameter kekisi *a* dari kristal Ni. Berdasarkan data jarak antar bidang dan indeks *Miller*, maka parameter kekisi (*lattice parameter*) rerata dari bahan yang bersangkutan adalah 3,523Å. Nilai *a* tersebut mendekati nilai yang tercantum dalam literatur [11]. Dengan membandingkan difraktogram sampel dengan difraktogram untuk substrat serta mengkonsultasikannya pada tabel yang disusun oleh *JCPDS* (*Joint Commite on Powder Diffraction Standards*) maka puncak-puncak yang merupakan milik bahan/unsur Ni adalah puncak [111], [200] dan [220].

Sedangkan puncak yang merupakan milik Cu (substrat) adalah [111], [200] dan [220] namun pada sudut (2θ) yang berbeda. Dihasilkannya puncak-puncak yakni [111], [200] dan [220] menunjukkan bahwa lapisan tipis yang terbentuk, tersusun dari polikristal (*polycrystalline*) dengan struktur dasar *Face Centered Cubic* (*FCC*).

Dari Tabel 1, dibuat grafik hubungan ukuran butir krsital Ni(200) terhadap kuat medan magnet eksternal selama deposisi disajikan pada Gambar 3. Dari tabel dan grafik tersebut dapat dilihat bahwa ukuran butir kristal untuk puncak Ni [200] berada dalam interval (175 – 295)Å.




***Gambar 3.*** Grafik hubungan ukuran butir dengan kuat medan magnet untuk puncak Ni [200].

Secara umum, ukuran butir kristal yang dioperoleh melalui sistem magnetoelektrolitik lebih besar dibanding dengan sistem elektrodeposisi biasa. Ukuran butir terbesar diperoleh pada kuat medan magnet 1,56mT.

Namun, ukuran butir ini tidak tergantung secara konsisten terhadap kuat medan magnet yang diterapkan. Selanjutnya dari difraktogram juga diperoleh data intensitas difraksi untuk masing-masing puncak yang disajikan pada Tabel 2.

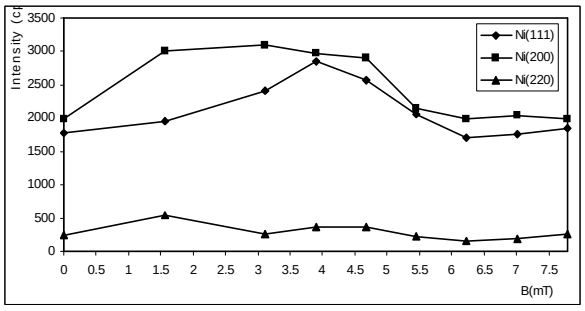
***Tabel 2.*** Data intensitas puncak difraksi untuk sampel yang dideposisi pada pH = 1,47 dan kuat medan magnet yang berbeda

| Kode | *B*(mT) | Intensitas puncak (cps) | | |
|---|---|---|---|---|
| | | (111) | (200) | (220) |
| Ni-0 | 0 | 1781 | 1989 | 240 |
| Ni-1 | 1,56 | 1945 | 3014 | 543 |
| Ni-2 | 3,12 | 2401 | 3102 | 262 |
| Ni-3 | 3,90 | 2841 | 2970 | 369 |
| Ni-4 | 4,68 | 2570 | 2905 | 372 |
| Ni-5 | 5,46 | 2061 | 2144 | 231 |
| Ni-6 | 6,23 | 1706 | 1989 | 151 |
| Ni-7 | 7,01 | 1756 | 2043 | 193 |
| Ni-8 | 7,79 | 1840 | 1989 | 262 |

***Tabel 1.*** Jarak antar bidang, indeks *Miller* dan parameter kekisi hasil variasi kuat medan magnet

| Kode Sampel | Kuat Medan magnet, *B* (mT) | Sudut difraksi, $2\theta$ | Jarak antar bidang, *d* (Å) | Grain size, L (Å) | Indeks Miller | Parameter kekisi rerata, *a* (Å) | Struktur kristal |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Ni-0 | 0 | 44,65 | 2,028 | 225.994 | (111) | 3.516 | fcc |
| | | 51,89 | 1,761 | 176.689 | (200) | | |
| | | 76,63 | 1,242 | 153.406 | (220) | | |
| Ni-1 | 1,56 | 44,43 | 2,037 | 268.157 | (111) | 3.525 | fcc |
| | | 51,81 | 1,763 | 294.382 | (200) | | |
| | | 76,47 | 1,245 | 210.702 | (220) | | |
| Ni-2 | 3,12 | 44,51 | 2,034 | 268.234 | (111) | 3.520 | fcc |
| | | 51,89 | 1,761 | 276.077 | (200) | | |
| | | 76,61 | 1,243 | 168.724 | (220) | | |
| Ni-3 | 3,90 | 44,49 | 2,035 | 268.215 | (111) | 3.524 | fcc |
| | | 51,79 | 1,764 | 220.768 | (200) | | |
| | | 76,51 | 1,244 | 163.169 | (220) | | |
| Ni-4 | 4,68 | 44,43 | 2,037 | 268.157 | (111) | 3.525 | fcc |
| | | 51,81 | 1,763 | 191.989 | (200) | | |
| | | 76,51 | 1,244 | 194.547 | (220) | | |
| Ni-5 | 5,46 | 44,57 | 2,031 | 268.292 | (111) | 3.522 | fcc |
| | | 51,77 | 1,764 | 163.518 | (200) | | |
| | | 76,49 | 1,244 | 144.501 | (220) | | |
| Ni-6 | 6,23 | 44,55 | 2,032 | 286.157 | (111) | 3.520 | fcc |
| | | 51,81 | 1,763 | 200.715 | (200) | | |
| | | 76,61 | 1,243 | 163.281 | (220) | | |
| Ni-7 | 7,01 | 44,47 | 2,036 | 238.396 | (111) | 3.525 | fcc |
| | | 51,73 | 1,766 | 220.712 | (200) | | |
| | | 76,57 | 1,243 | 168.677 | (220) | | |
| Ni-8 | 7,79 | 44,61 | 2,030 | 214.664 | (111) | 3.515 | fcc |
| | | 51,93 | 1,759 | 192.086 | (200) | | |
| | | 76,73 | 1,241 | 140.720 | (220) | | |

Berdasarkan tabel dibuat grafik hubungan intensitas puncak difraksi dengan kuat medan magnet sebagaimana disajikan pada Gambar 4.




***Gambar 4.*** Grafik hubungan intensitas puncak dengan kuat medan magnet

Pada tabel dan gambar di atas dapat dilihat bahwa intensitas puncak difraksi dengan *preferential orientation* keseluruhan sampel adalah Ni [200] dan tertinggi pada Sampel Ni-2 yang dideposisi dengan kuat medan magnet 3,12 mT.

Secara umum, intensitas puncak difraksi sampel yang dideposisi dalam pengaruh medan magnet eksternal (sistem magnetoelektrolitik) lebih tinggi dibanding tanpa medan magnet. Hal ini menggambarkan bahwa dari segi orde/jangkauan keteraturan struktur, adanya medan magnet cukup signifikan pengaruhnya terhadap struktur mikroskopik lapisan tipis yang diperoleh. Namun, tidak berpengaruh pada struktur dasar kristal, jarak antar bidang dan parameter kekisi kristal.

## KESIMPULAN

Berdasarkan uraian di atas maka dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

a. Hasil difraksi sinar-X menunjukkan bahwa lapisan tipis Ni yang diperoleh memiliki struktur mikroskopik sangat baik berstruktur mikroskopik *FCC* dengan orientasi bidang *hkl* [111], [200] dan [220]. Orientasi bidang *hkl* yang dominan untuk keseluruhan sampel adalah [200]. Struktur mikroskopik ini mengikuti struktur mikroskopik Ni *bulk*.
b. Hasil variasi kuat medan magnet dalam interval (2,34-7,79) mT, lapisan tipis yang memiliki sifat fisis dengan struktur mikroskopik yang baik adalah sampel yang dideposisi pada kuat medan magnet 3,12 mT. Hasil deposisi dengan sistem magnetoelektrolitik juga secara umum lebih baik dibanding dengan sampel yang dideposisi dengan sistem elektrodeposisi biasa.

*Edisi Khusus Oktober 2007, hal : 182 - 186*
*ISSN : 1411-1098*

c. Ukuran butir kristal untuk puncak Ni [200] berada dalam interval (175-295) Å. Secara umum, ukuran butir kristal yang dioperoleh melalui sistem magnetoelektrolitik lebih besar dibanding dengan sistem elektrodeposisi biasa. Namun ukuran butir ini tidak tergantung secara konsisten terhadap kuat medan magnet yang diterapkan.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kami sampaikan kepada Direktorat Pembinaan Penelitian dan Pengabdian pada Masyarakat atas dukungan dana yang diberikan. Terima kasih pula kepada Ketua Laboratorium Fisika FKIP-Universitas Tadulako atas dukungan fasilitas yang diberikan untuk pelaksanaan penelitian ini.

## DAFTAR ACUAN

[1]. GANESH, V., VIJAYARAGHAVAN, D., and LAKSHMINARAYANAN, V., *J. App. Surface Science*, **240** (1-4) (2005) 286 -295

[2]. FAHIDY, T.Z., *Progress in Surface Science*, **68** (4-6) (2001) 155-188

[3]. COEY, J. M. D and HINDS, G., Magnetic Electrodeposition. *Journal Alloys and Compounds*, **326** (1-2) (2001) 238-245

[4]. BUND, A., KOEHLER, S., KUEHNTEIN, H. H., and PLIETH, W., *J. Electrochimica Acta*, **49** (1) (2003) 147-152

[5]. JUSMAN dan IQBAL, Perancangan don Pembuatan Sistem Elektrodeposisi untuk Deposisi Lapisan Tipis Bahan Ferromagnetik, *Laporan Penelitian BBI*, Lembaga Penelitian Universitas Tadulako, Palu, (2002)

[6]. SARINTAN dan JUSMAN, Elektrodeposisi Lapisan Tipis Bahan Ferromagnetik Ni dan Karakterisasi Struktur Mikroskopiknya. *Laporan Penelitian BBI*, Lembaga Penelitian STMIK Bina Mulia, Palu, (2004)

[7]. IQBAL dan JUSMAN, Pengaruh Konduktivitas dan Temperatur Larutan dalam Proses Elektrodeposisi terhadap Struktur Kristal Lapisan Tipis Ni. *Laporan Penelitian BBI 2005*, Universitas Tadulako, Palu, (2005)

[8]. JUSMAN, Analisis Struktur Mikroskopik, Resistivitas dan Transisi Fase Lapisan Tipis Ni,Fe1 Hasil Evaporasi Vakum, *Tesis S2 UGM*, Yogyakarta, (1999)

[9]. JUSMAN dan IQBAL, Pengaruh Penganilan Magnetik dalam Proses Elektrodeposisi terhadap Sifat Fisis Lapisan Tipis Bahan Ferromagnetik, *Laporan Penelitian Dasar 2005*, Universitas Tadulako, Palu, (2005)

[10]. SARINTAN dan JUSMAN, *Jurnal Kimia*, Universitas Tadulko (2005)

[11]. KITTEL, C, *Introduction to Solid State Physics*, 6th Ed., John Wiley Et Sons, Inc.,USA, (1986)