

Kesan Kepekatan Glukopon 215 CSUP Terhadap Saiz dan Sifat Magnet Nanozarah Co-Ni-Cu yang Disediakan dengan Kaedah Elektropengendapan (Effects of Glucopone 215 CSUP Concentration on Size and Magnetic Property of Co-Ni-Cu Nanoparticles Prepared by Electrodeposition Method)

ABDUL RAZAK DAUD*, SETIA BUDI & SHAHIDAN RADIMAN

ABSTRAK

Nanozarah Co-Ni-Cu telah disediakan dengan kaedah elektropengendapan pada keupayaan pengendapan -925 mV (SCE) menggunakan larutan sulfat ($0.018M Co^{2+} + 0.180M Ni^{2+} + 0.002M Cu^{2+}$) yang mengandungi surfaktan Glukopon 215 CSUP dan juga tanpa surfaktan. Kesan kepekatan surfaktan terhadap saiz dan sifat magnet nanozarah Co-Ni-Cu yang terhasil telah dikaji. Analisis morfologi permukaan endapan yang diperoleh dilakukan dengan menggunakan mikroskop elektron imbasan pancaran medan (FESEM) manakala sifat magnetnya diselidiki dengan menggunakan magnetometer getaran sampel (VSM). Nanozarah Co-Ni-Cu yang disediakan daripada larutan yang mengandungi Glukopon 215 CSUP didapati berbentuk sfera dengan saiz berskala nanometer. Saiz zarah paling kecil ialah lebih kurang 50 nm, diperoleh pada kepekatan surfaktan 5 %v, iaitu kepekatan paling tinggi yang dikaji dalam kajian ini. Kepaksaan (H_c) didapati lebih tinggi pada sampel yang disediakan daripada elektrolit yang mengandungi surfaktan berbanding tanpa surfaktan.

Kata kunci: Elektropengendapan; nanozarah Co-Ni-Cu; sifat magnet; surfaktan

ABSTRACT

Co-Ni-Cu nanoparticles were prepared by electrodeposition method at co-deposition potential of -925 mV (SCE) from sulphate solution ($0.018M Co^{2+} + 0.180M Ni^{2+} + 0.002M Cu^{2+}$), both in the presence and in the absence of surfactant, Glucopone 215 CSUP. The effect of surfactant concentration on size and magnetic properties of Co-Ni-Cu nanoparticles produced was investigated. Surface morphology was analyzed using a field emission scanning electron microscope (FESEM) while its magnetic properties were investigated by a vibrating sampel magnetometer (VSM). Co-Ni-Cu nanoparticles prepared from the Glucopone 215 CSUP- containing solution were spherical with nanometer size. The finest particles were about 50 nm obtained when 5 v% of surfactant was used which was the highest surfactant concentration studied in this work. Coercivity (H_c) of the samples prepared from electrolytes containing surfactant was higher than those of prepared without surfactant.

Keywords: Co-Ni-Cu nanoparticles; electrodeposition; magnetic properties; surfactant

PENGENALAN

Bahan nanofasa dan nanostruktur adalah suatu bidang baru dalam penyelidikan bahan yang menarik kerana ia berpotensi digunakan dalam pelbagai bidang seperti elektronik, optik, mangkin, dan penyimpanan data magnetik. Penyelidikan mengenai bahan bersifat magnet banyak dilakukan semenjak beberapa dekad lepas dan ia digunakan dalam pelbagai peralatan seperti alat pengubah tenaga, sensor, penyimpan data dan alat ingatan (Jiles 2003). Aloi Co-Ni-Cu merupakan antara bahan bersifat magnet dan juga bersifat magnetoresistif serta memiliki kemuluran yang sesuai untuk menghasilkan bentuk yang kompleks (Mondal et al. 2008).

Bagi penghasilan zarah, elektropengendapan merupakan kaedah yang telah diketahui memiliki keistimewaan kerana parameter penumbuhan zarah dapat dikawal dengan mudah melalui keupayaan, ketumpatan arus, nilai pH dan suhu (Sasikala et al. 1997). Kehadiran

surfaktan dalam elektrolit dipercayai dapat memberikan perubahan terhadap morfologi dan struktur sesuatu bahan. Glukopon 215 CSUP adalah surfaktan nonionik yang mesra alam dan memiliki sifat fizikokimia yang baik (Siddig et al. 2006).

Kertas ini melaporkan hasil kajian mengenai penghasilan nanozarah Co-Ni-Cu dengan kaedah elektropengendapan menggunakan surfaktan Glukopon 215 CSU. Laporan ini difokuskan kepada kesan kepekatan surfaktan terhadap saiz dan sifat magnet nanozarah Co-Ni-Cu yang terhasil.

BAHAN DAN KAEDAH

Surfaktan Glukopon 215 CSUP gred teknikal diperoleh daripada Fluka. Bahan kimia seperti kobalt sulfat ($CoSO_4 \cdot 7H_2O$), nikel sulfat ($NiSO_4 \cdot 6H_2O$), kuprum sulfat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) dan asid borik (H_3BO_3) adalah gred teknikal

diperoleh daripada Sigma-Aldrich. Manakala substrat indium-stanum oksida (*indium tin oxide, ITO*) dengan nilai kerintangan $10 \Omega/$ terendap pada permukaan kaca dibeli daripada Praezisions Glas & Optik GmbH Germany.

Kajian elektrokimia dilakukan menggunakan sel tiga elektrod dengan ITO sebagai elektrod kerja, elektrod kalomel tepu (*saturated calomel electrode, SCE*) sebagai elektrod rujukan dan wayar platinum sebagai elektrod pembilang. Nanozarah Co-Ni-Cu dihasilkan daripada larutan sulfat yang mengandungi campuran ion kobalt (0.018M), ion nikel (0.180M) dan ion kuprum (0.002M) dengan kaedah elektropengendapan. Untuk mengetahui kesan kepekatan surfaktan terhadap sifat bahan nanozarah Co-Ni-Cu, elektropengendapan dilakukan menggunakan elektrolit tanpa surfaktan dan elektrolit yang mengandungi surfaktan dengan kepekatan 1, 2 dan 5%v pada keupayaan elektropengendapan -925 mV (SCE).

Pencirian morfologi bahan yang dihasilkan dilakukan menggunakan mikroskop elektron imbasan pancaran medan (FESEM) model SUPRA 55VP. Sifat magnet nanozarah Co-Ni-Cu pula diselidiki menggunakan magnetometer getaran sampel (VSM), LakeShore model 7400 series. Analisis kimia dilakukan dengan menggunakan penganalisis sinar-X sebaran tenaga (EDX) yang terdapat pada FESEM.

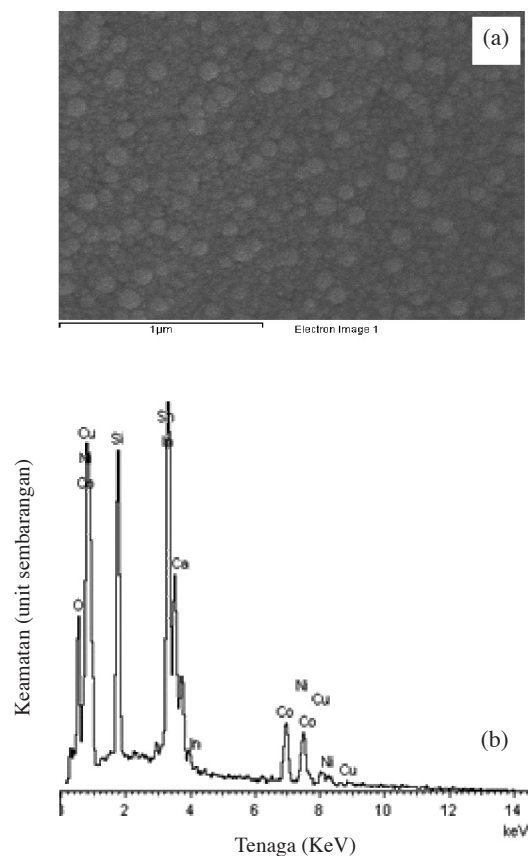
HASIL DAN PERBINCANGAN

Endapan yang terhasil pada substrat ITO didapati mengandungi Co, Ni dan Cu. Rajah 1(a) menunjukkan mikrograf dan Rajah 1(b) menunjukkan spektrum EDX daripada sampel yang disediakan pada keupayaan pengendapan -925 mV (SCE). Hasil kajian ini menunjukkan bahawa zarah yang dihasilkan mengandungi ketiga-tiga unsur logam yang wujud sebagai ion-ion dalam elektrolitnya iaitu Co, Ni dan Cu. Puncak-puncak lain yang dikesan pada spektrum berpunca daripada ITO dan substrat kaca.

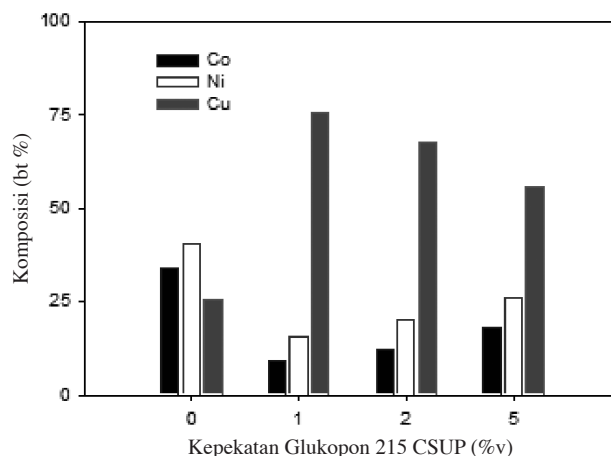
Rajah 2 menunjukkan komposisi bagi unsur-unsur yang wujud dalam sampel. Pada sampel yang diperoleh tanpa Glukopon 215 CSUP, komposisi unsur Co, Ni dan Cu kelihatan tidak berbeza secara signifikan iaitu masing-masing 32.4, 34.2 dan 33.4 %bt. Manakala dengan kehadiran Glukopon 215 CSUP, kandungan Cu didapati jauh lebih tinggi berbanding Co dan Ni. Ini kerana kehadiran Glukopon 215 CSUP menyebabkan berlakunya lampau keupayaan (*overpotential*) pada proses pengendapan Co, Ni dan Cu (Gomez & da Silva Pereira 2006).

Mikrograf FESEM pada Rajah 3a menunjukkan morfologi permukaan sampel yang disediakan daripada larutan sulfat tanpa Glukopon 215 CSUP, kelihatan zarah halus Co-Ni-Cu bergumpal, tidak berbentuk sfera tersusun secara padat tetapi tertabur secara sekata di atas permukaan substrat ITO.

Rajah 3(b)-(d) menunjukkan morfologi daripada sampel yang dihasilkan daripada larutan sulfat (0.018M Co^{2+} + 0.180M Ni^{2+} + 0.002M Cu^{2+}) yang mengandungi pelbagai kepekatan Glukopon 215 CSUP. Kehadiran Glukopon 215 CSUP menghasilkan zarah lebih berbentuk sfera berbanding dengan tanpa Glukopon 215 CSUP. Anggaran



RAJAH 1. (a) Mikrograf dan (b) spektrum EDX bagi nanozarah Co-Ni-Cu terendap pada permukaan substrat ITO bagi kepekatan Glukopon 215 CSUP 1%v



RAJAH 2. Komposisi kimia zarah Co-Ni-Cu

berdasarkan mikrograf FESEM (Rajah 3) menunjukkan saiz zarah semakin mengecil dengan peningkatan kepekatan Glukopon 215 CSUP iaitu daripada kira-kira 90 nm pada kepekatan Glukopon 215 CSUP 1%v (Rajah 3b) menurun kepada kira-kira 50 nm apabila kepekatan Glukopon 215 CSUP 5%v (Rajah 3d). Tiada penggumpalan berlaku pada endapan yang dihasilkan dengan elektrolit mengandungi surfaktan. Fenomena ini disebabkan oleh agregat molekul

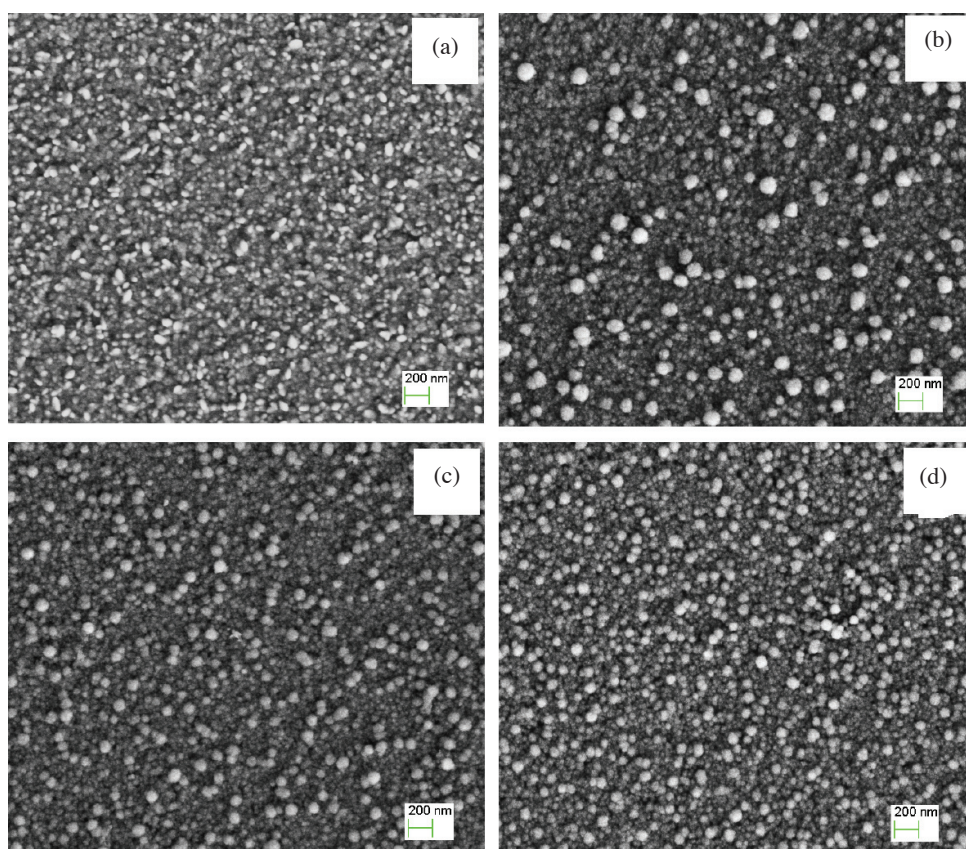
surfaktan terjerap terhadap permukaan elektrod kerja kesan hidrofobik yang dimiliki oleh molekul surfaktan tersebut (Rusling 1997). Agregat ini menjadi templat kepada proses pengendapan logam ke atas permukaan elektrod dan mempengaruhi keadaan morfologi endapan (Inamdar et al. 2008). Saiz zarah yang dihasilkan dengan kepekatan Glukopon 215 CSUP 5%v adalah lebih seragam iaitu kira-kira 50 nm dengan bilangannya lebih banyak berbanding dengan hasil daripada elektrolit yang kepekatan glukoponnya lebih rendah. Ini membuktikan banyak molekul surfaktan Glukopon 215 CSUP telah terjerap pada permukaan elektrod dan memainkan peranan dengan berkesan sebagai templat bagi proses pengendapan.

Hasil kajian terhadap sifat magnet bahan dengan menggunakan VSM ditunjukkan oleh gegelung histerisis (Rajah 4). Zarah Co-Ni-Cu yang diendapkan daripada elektrolit tanpa Glukopon 215 CSUP memiliki nilai kepekatan (H_c) sebesar 78.15 Oe. Manakala kehadiran surfaktan dalam elektrolit telah menghasilkan sampel yang mempunyai kepekatan yang lebih tinggi iaitu 114.53, 122.12 dan 115.97 Oe, masing-masing untuk kepekatan Glukopon 215 CSUP 1%v, 2%v dan 5%v. Saiz zarah aloi Co-Ni-Cu yang lebih halus hasil daripada elektrolit yang mengandungi surfaktan (Rajah 3b-d) turut menyumbang kepada peningkatan nilai kepekatan berbanding dengan zarah aloi Co-Ni-Cu yang dihasilkan

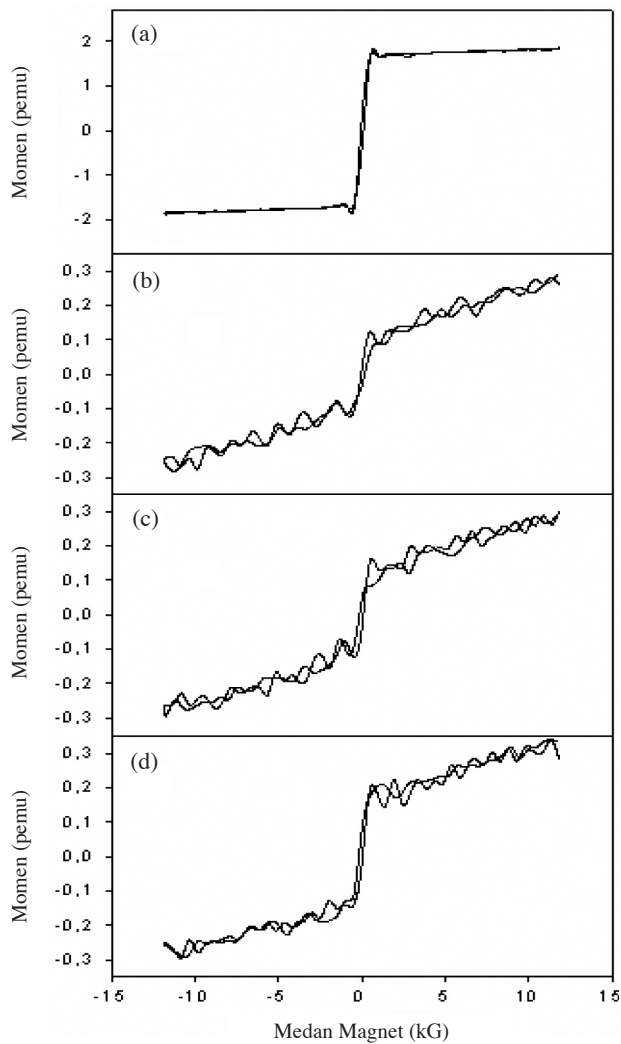
daripada elektrolit tanpa surfaktan. Hal ini bersetuju dengan hasil kajian (Chipara et al. 2007, Kaewrawang et al. 2009). Selain daripada itu, nilai kepekatan yang tinggi pada nanozarah Co-Ni-Cu yang diperolehi dengan bantuan surfaktan Glukopon 215 CSUP adalah kerana ia mempunyai kandungan Cu yang lebih tinggi berbanding nanozarah Co-Ni-Cu yang diperolehi tanpa bantuan surfaktan (Rajah 2), selaras dengan hasil kajian yang telah dilaporkan oleh Gopalan et al. (2009) yang menunjukkan bahawa Cu meningkatkan nilai kepekatan bahan aloi magnet. Menurut Zhang et al. (2004), kandungan Cu yang tinggi dalam aloi akan menyebabkan berlakunya salah atur pada struktur hablur dimana wujud tapak pengancangan dinding yang berperanan terhadap peningkatan kepekatan bahan.

KESIMPULAN

Nanozarah Co-Ni-Cu telah berjaya disediakan melalui kaedah elektropengendapan daripada elektrolit sulfat. Glukopon 215 CSUP sebagai surfaktan non-ionik menunjukkan berperanan dengan baik dalam mengawal bentuk dan saiz nanozarah yang dihasilkan. Ia juga mempengaruhi sifat magnet nanozarah Co-Ni-Cu yang dihasilkan melalui kawalan terhadap kandungan kimia bahan dan saiz nanozarah berkenaan.



RAJAH 3. Mikrograf FESEM bagi sampel yang disediakan daripada larutan sulfat dengan kepekatan Glukopon 215 CSUP yang berbeza a) 0%v, b) 1%v, c) 2%v, dan d) 5 %v.



RAJAH 4. Gelung histerisis nanozarah Co-Ni-Cu yang disediakan daripada elektrolit dengan kandungan Glukopon 215 CSUP, a) 0%v, b) 1%v, c) 2%v dan d) 5%v

PENGHARGAAN

Penghargaan ditujukan kepada Universiti Kebangsaan Malaysia yang telah menyokong pelaksanaan penyelidikan ini melalui geran UKM-ST-07-FRGS0033-2009 dan UKM-OUP-NBT-29-143/2010

RUJUKAN

Chipara, M., Skomski, R. & Sellmyer, D.J. 2007. Electrodeposition and magnetic properties of polypyrrole-Fe nanocomposites. *Materials Letters* 61: 2412-2445.

- Gomez, A. & da Silva Pereira, M.I. 2006. Pulsed electrodeposition of Zn in the presence of surfactants. *Electrochimica Acta* 51: 1342-1350.
- Gopalan, R., Hono, K., Yan, A. & Gutfleisch, O. 2006. Direct evidence for Cu concentration variation and its correlation to coercivity in $\text{Sm}(\text{Co}_{0.74}\text{Fe}_{0.1}\text{Cu}_{0.12}\text{Zr}_{0.04})_{7.4}$ ribbons. *Scripta Materialia* 60: 764-767.
- Inamdar, A.I., Mujawar, S.H., Ganesan, V. & Patil, P.S. 2008. Surfactant-mediated growth of nanostructured zinc oxide thin films via electrodeposition and their photoelectrochemical performance. *Nanotechnology* 19: 1-7.
- Jiles, D.C. 2003. Recent advances and future directions in magnetic materials. *Acta Materialia* 51: 5907-5939.
- Kaewrawang, A., Ghasemi, A., Liu, X. & Morisako, A. 2009. Crystallographic and magnetic properties of SrM thin films on Pt underlayer prepared at various substrate temperatures. *Journal Magnetism and Magnetic Materials* 321: 1939-1942.
- Mondal, B.N., Basumallick, A. & Chattopadhyay, P.P. 2008. Magnetic behavior of nanocrystalline Cu-Ni-Co alloys prepared by mechanical alloying and isothermal annealing. *Journal of Alloys and Compounds* 457: 10-14.
- Rusling, J.F. 1997. Molecular aspects of electron transfer at electrodes in micellar solutions. *Colloids Surfaces A* 123-124: 81-88.
- Sasikala, G., Dhanasekaran, R. & Subramanian, C. 1997. Electrodeposition and optical characterisation of CdS thin films on ITO-coated glass. *Thin solid films* 302: 71-76.
- Siddig, M.A., Radiman, S., Jan, L.S. & Muniandy, S.V. 2006. Rheological behaviours of the hexagonal and lamellar phases of glucopone (APG) surfactant. *Colloids surface A* 276: 15-21.
- Zhang, Y., Gabay, A., Wang, Y. & Hadjipanayis, G.C. 2004. Microstructure, microchemistry, and coercivity in Sm-Co-Cu and Pr-Co-Cu 1:5 Alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 272-276: E1899-E1900.

Pusat Pengajian Fizik Gunaan
Fakulti Sains dan Teknologi
Universiti Kebangsaan Malaysia
43600 UKM Bangi, Selangor
Malaysia

*Pengarang untuk surat-menyurat; email: ard@ukm.my

Diserahkan: 16 Jun 2010

Diterima: 7 Januari 2011