

## Pembentukan Cekung Berkualiti Tinggi Menggunakan Tempoh Penganodan yang Singkat bagi Penghasilan AAO

(Formation of High Quality Concave using Short Anodization Duration for Fabrication of AAO)

N.U. SAIDIN, M.H.H. JUMALI\*, K.Y. KOK & I.K. NG

### ABSTRAK

Kualiti membran AAO yang disediakan melalui teknik penganodan dua peringkat adalah sangat dipengaruhi oleh pra-pembentukan cekung yang dihasilkan semasa penganodan pertama. Kajian ini dijalankan untuk menentukan tempoh penganodan yang optimum bagi menghasilkan cekung yang berkualiti. Penganodan dilakukan menggunakan larutan 0.3 M  $H_2C_2O_4$  sebagai elektrolit dengan beza keupayaan dan suhu masing-masing ditetapkan pada 40 V dan 18°C. Proses penganodan dilakukan sehingga 6 jam. Perubahan nilai arus sepanjang tempoh penganodan direkodkan. Selepas penyingkiran lapisan oksida, kualiti cekung yang terbentuk dikaji menggunakan FESEM. Mikrograf FESEM mengesahkan pembentukan cekung berstruktur heksagon adalah seragam. Selain memperbaiki keseragaman, pertambahan tempoh penganodan telah membentuk cekung yang lebih jelas, tersusun serta kecacatan yang minimum. Keputusan kajian mendapati bahawa tempoh optimum bagi mendapatkan cekung yang seragam dan sempurna adalah antara 4 dan 6 jam. Ini kerana pertambahan tempoh penganodan seterusnya akan menyebabkan keruntuhan dinding cekung yang akhirnya menjadi punca kepada pembentukan liang yang bersentuhan antara satu sama lain. Selain itu, mekanisme penghasilan bentuk cekung turut dibincangkan.

**Kata kunci:** AAO; cekung; heksagon; pra-pembentukan; seragam

### ABSTRACT

The quality of the AAO membrane prepared using two-step anodization technique is strongly influenced by the pre-textured concave indented during the first-step of anodization. This work was conducted to determine the optimum duration of anodization to produce a high quality of concaves. The anodization process was conducted using 0.3 M  $H_2C_2O_4$  solution as an electrolyte at 40 V and 18°C applied voltage and temperature, respectively. Anodizing process was performed up to 6 h. The changes of the current during anodization process was recorded. After removal of the resulting oxide layer, the concaves formed were studied using FESEM. FESEM micrograph confirmed the formation of a uniform hexagonal concaves. Beside improving the uniformity, the extension of anodizing duration formed a well-defined arrangement of concaves with minimum defects. This work found that the optimum period to obtain a uniform and perfect concaves is between 4 and 6 h. This is because the extension of anodizing period caused the wall to collapse and creating larger, irregular pores. In addition, the underlying mechanism for concave formation was described in detail.

**Keywords:** AAO; concave; hexagon; pre-textured; uniform

### PENGENALAN

Penyelidikan yang melibatkan proses sintesis bahan nanostruktur seperti nanowayar dan nanotub semakin mendapat perhatian para penyelidik. Hal ini disebabkan oleh struktur ini mempamerkan ciri yang unik dan sesuai digunakan untuk pelbagai aplikasi seperti diod pemancar cahaya (Tan et al. 2013), bateri (Ortiz et al. 2016; Wang et al. 2015), sel suria (Ahn et al. 2013), sensor biologi (Spain et al. 2015), sensor gas (Hwang et al. 2011) dan nanogenerator (Kok et al. 2016).

Pelbagai teknik digunakan untuk menghasilkan struktur ini seperti elektroputaran, pengkalsinan (Ahn et al. 2013), hidroterma (Politi et al. 2015), pemendapan denyutan laser (Tan et al. 2013), penyejukan haba (Hwang et al. 2011) dan elektropemendapan (Zagorskiy et al. 2015). Walaupun kebanyakan kajian yang disenaraikan berjaya

menumbuhkan nanostruktur ke atas substrat secara terus, namun pengawalan yang sistematik bagi menghasilkan struktur yang seragam dan lurus, kecacatan rendah, tatasusunan menegak dan kebolehulangan tinggi adalah sukar dicapai.

Alternatif bagi menumbuhkan nanostruktur dengan keseragaman dan kebolehulangan yang tinggi adalah dengan menggunakan templat. Templat yang lazim digunakan adalah sejenis membran berliang yang mempunyai diameter dan kedalaman yang khusus.

Antara membran yang menjadi pilihan utama para penyelidik adalah membran alumina berliang (AAO) (Han et al. 2015; Maleki et al. 2015; Schelhas et al. 2015; Zhang & Jiao 2015). Ini kerana AAO mempamerkan ciri liang yang tegak, berserenjang dengan permukaan membran, seragam di samping mempunyai kestabilan terma, mekanik

dan kimia yang baik. Walaupun boleh didapati di pasaran, malangnya AAO komersial ini kurang sesuai digunakan sebagai acuan bagi penumbuhan nanostruktur berikutan kewujudan banyak liang bercabang, dinding liang yang runtuh selain harganya yang mahal. Kekurangan pada AAO komersial ini menyebabkan ramai penyelidik memilih untuk menghasilkan AAO sendiri lantas menjadikan kajian terhadap penghasilan AAO masih rancak dilaporkan (Balde et al. 2015; Kikuchi et al. 2015; Michalska-Domańska et al. 2013; Stępniewski et al. 2011).

AAO dapat dihasilkan dengan menggunakan proses penganodan satu peringkat (Palibdora et al. 1995). Teknik penganodan konvensional ini adalah teknik yang mudah, namun liang yang terhasil tidak tersusun dengan baik. Pelbagai teknik telah digunakan oleh para penyelidik dalam usaha meningkatkan kualiti AAO yang dihasilkan seperti penggunaan tip mikroskopi daya atom (AFM) (Jaafar et al. 2009; Masuda et al. 2002), fokus alur elektron (FIB) (Choi et al. 2003, 2002; Liu et al. 2001) serta teknik acuan, bertujuan untuk menghasilkan pra-tekstur pada permukaan Al. Pra-tekstur merupakan cekung awal yang dihasilkan pada permukaan Al yang membolehkan liang AAO terhasil sebagai mana bentuk ini.

Walaupun teknik ini mampu menghasilkan AAO yang sempurna, namun kelemahan seperti penggunaan alat yang mahal, keluasan fabrikasi yang terhad serta tempoh penyediaan yang panjang memberi kekangan daripada segi teknologi dan ekonomi. Pada 1998, Masuda et al. telah memperkenalkan teknik penganodan dua peringkat. Teknik penganodan dua peringkat merupakan kaedah yang proses penganodannya dilakukan sebanyak dua kali. Peringkat pertama penganodan merupakan proses bagi membentuk cekung pra-tekstur manakala penganodan peringkat kedua adalah bagi menghasilkan produk akhir AAO. Teknik ini bukan sahaja mampu menghasilkan struktur liang yang baik, malah ia lebih murah dan mudah. Malah saiz AAO yang dihasilkan juga dapat ditingkatkan daripada beberapa mm<sup>2</sup> kepada beberapa cm<sup>2</sup>. Sejak dari itu, usaha giat dilakukan oleh para penyelidik bagi memperbaiki kaedah ini.

Pada umumnya, ciri akhir AAO yang terhasil daripada teknik penganodan dua peringkat ini bergantung kepada beberapa faktor iaitu jenis elektrolit (Sulka 2008), kepekatan elektrolit (Sulka 2008), suhu elektrolit (Stępniewski et al. 2014a), beza keupayaan dan ketumpatan arus yang dikenakan (Alaa et al. 2013) serta tempoh penganodan (Stępniewski et al. 2014b) pada kedua-dua peringkat. Walaupun penganodan ini merupakan suatu teknik yang mudah, namun setiap parameter yang disenaraikan ini saling berkait antara satu sama lain justeru mengenakan pengaruh besar ke atas ciri-ciri AAO yang terhasil. Maka, tidaklah menghairankan apabila ramai penyelidik menggunakan parameter penyediaan yang serupa bagi kedua-dua peringkat tanpa memberikan tumpuan khusus bagi setiap peringkat.

Oleh kerana pembentukan AAO pada peringkat kedua penganodan bermula daripada pra-tekstur, kesempurnaan cekung yang dihasilkan daripada penganodan peringkat pertama amat penting (Chowdhury et al. 2011). Lantaran,

kawalan setiap parameter pada penganodan peringkat pertama perlu dilakukan secara teliti. Walau bagaimanapun, kekurangan laporan terperinci ke atas parameter penyediaan ke atas cekung pra-tekstur menjadikan kajian seumpama ini penting.

Skop kajian ini terfokus kepada penghasilan cekung pra-tekstur yang unggul. Bentuk cekung unggul ditakrifkan sebagai cekung yang mempunyai bentuk heksagon yang hampir sempurna dengan kelengkungan yang seragam serta kecacatan yang minimum. Walaupun sudah terdapat laporan berkaitan, namun terdapat kerencaman daripada segi kepekatan elektrolit, suhu, beza keupayaan dan arus selain perbezaan tempoh yang besar antara 30 minit (Stępniewski et al. 2013) dan 24 jam (Lee et al. 2012). Oleh kerana kepekatan dan jenis elektrolit, suhu, beza keupayaan dan arus merupakan faktor termodinamik yang penting, maka parameter ini telah ditetapkan sepanjang kajian sementara tempoh penganodan divariasi. Selain daripada memerhatikan evolusi mikrograf dan mikrostruktur cekung pra-tekstur, perubahan arus sepanjang tempoh penganodan turut direkodkan.

#### KAEDAH PENYELIDIKAN

Kerajang Al dengan ketulenan 99.9995% dan ketebalan 0.25 mm keluaran Alfa Aesar digunakan sebagai bahan asas untuk menghasilkan AAO. Kerajang ini pada mulanya dipotong kepada 2x2 cm<sup>2</sup> dan kemudiannya direndam dalam aseton sebelum digetarkan menggunakan mandian ultrasonik. Seterusnya kerajang dibilas menggunakan air ternyah ion dan dikeringkan.

Kerajang seterusnya diapit dengan kepingan teflon berlubang bagi menetapkan luas kawasan penganodan kepada 1.8±0.05 cm<sup>2</sup> dan direndam di dalam larutan 1 M NaOH untuk menyingkirkan lapisan oksida yang mungkin terbentuk pada permukaan. Seterusnya ia dibilas dengan menggunakan air ternyah ion.

Kerajang kemudiannya dimasukkan ke dalam sel penganodan yang mengandungi 100 mL larutan C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> berkepekatan 0.3 M. Kerajang seterusnya disambungkan kepada anod manakala kepingan platinum (Pt) berukuran 2.5x12.8x0.1 cm<sup>3</sup> disambungkan kepada katod bagi melengkapkan proses tindak balas. Jarak antara anod dan katod ditetapkan pada 2.0±0.05 cm. Suhu elektrolit ditetapkan pada 18°C dengan menggunakan sistem penyejuk Protech 630 D. Penggunaan suhu yang terlalu rendah (<10°C) hanya menyebabkan pertambahan tempoh penganodan sehingga 40 jam akibat proses penganodan yang perlahan (Zaraska et al. 2010; Zhang et al. 2010). Walaupun peningkatan suhu boleh mempercepatkan proses penganodan, penggunaan suhu yang tinggi (>25°C) menyebabkan proses pembubaran menjadi terlalu aktif dan sukar dikawal. Oleh itu, liang yang seragam sukar untuk dihasilkan (Stępniewski et al. 2013). Maka dengan itu suhu 18°C digunakan dalam kajian ini. Tambahan pula, beberapa kajian mendapati bahawa suhu sekitar 17°C sehingga 20°C adalah sesuai bagi penghasilan AAO (Lee et al. 2012; Sulka et al. 2010; Tang et al. 2006). Bagi

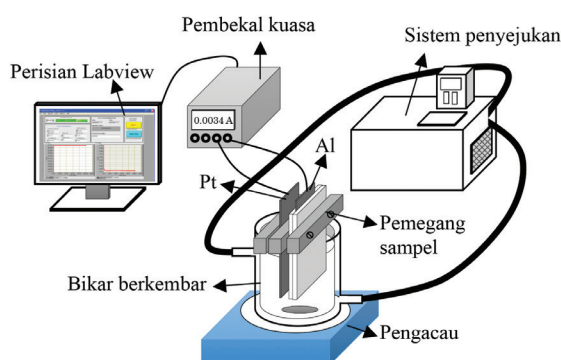
memastikan keseragaman suhu elektrolit, bikar jaket-berkembar digunakan serta elektrolit dikacau pada 600 rpm semasa proses penganodan.

Kedua-dua anod dan katod disambung kepada pembekal kuasa Agilent E3641A yang telah disambung ke komputer untuk merekod bacaan arus. Penganodan dilakukan sehingga 6 jam. Nilai keupayaan ditetapkan pada 40 V. Susun atur radas semasa kajian ditunjukkan dalam Rajah 1.

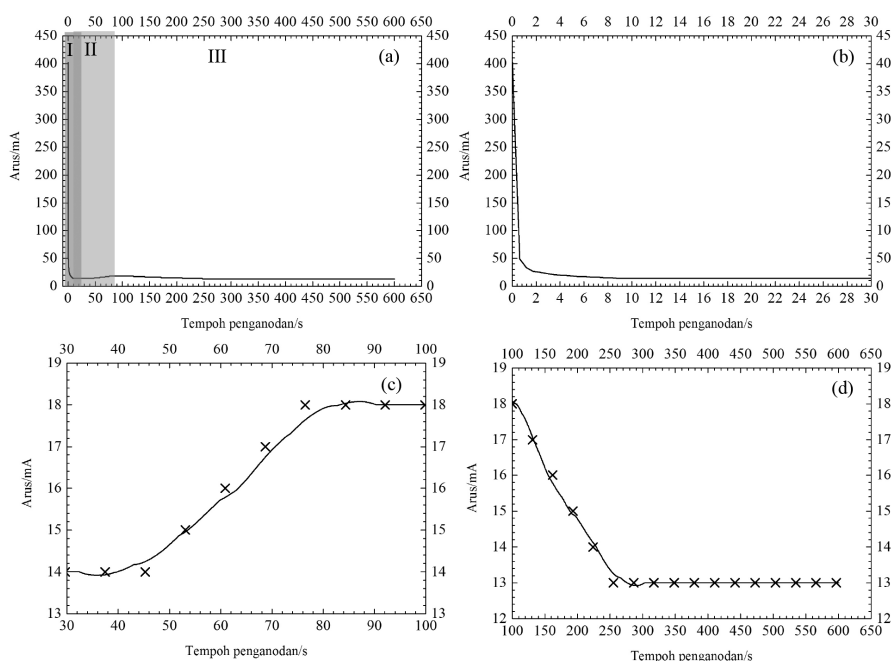
Lapisan oksida yang terhasil daripada proses penganodan seterusnya disingkirkan menggunakan 6% bt.  $H_3PO_4$  dan 1.8% bt.  $H_2CrO_4$  pada  $25^\circ C$  sehingga semua lapisan  $Al_2O_3$  yang terbentuk disingkirkan. Sampel akhirnya dibilas dengan air ternyah ion, dikeringkan dan bersedia untuk proses pencirian. Struktur dan mikrograf AAO diperhatikan menggunakan mikroskop imbasan elektron pancaran medan (FESEM) model MERLIN Compact keluaran Carl Zeiss.

## KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

Lengkuk arus-masa (I-t) bagi proses penganodan peringkat pertama untuk 600 s pertama ditunjukkan dalam Rajah 2(a). Lengkuk yang terhasil ini boleh dibahagikan kepada 3 rantau iaitu Rantau 1, 2 dan 3 masing-masing bagi tempoh 0-30, 30-100 dan 100-600 s. Kadar pengaliran arus didapati menyusut dengan mendadak dari 400 kepada 50 mA pada saat pertama penganodan diikuti pengurangan secara perlahan sehingga mencapai nilai malar 14 mA (Rajah 2(b)). Mulai saat ke 40, nilai arus didapati mula mencatatkan peningkatan dan mencapai nilai 18 mA pada saat ke 75 (Rajah 2(c)). Nilai arus ini kekal sehingga hampir 25 s sebelum menyusut kembali ke 14 mA dan kekal sehingga akhir proses penganodan (Rajah 2(d)). Profil lengkuk I-t yang diperoleh berpadanan dengan keputusan penyelidikan lain (Chowdhury et al. 2011; Stępniewski & Bojar 2011; Stępniewski et al. 2014a) dan

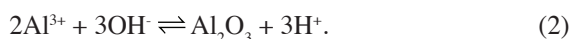
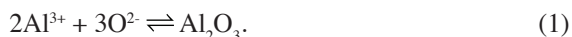


RAJAH 1. Gambarajah skema susun atur radas semasa kajian dijalankan



RAJAH 2. (a) Cekung arus-masa selepas 600 s penganodan langkah pertama, dibahagikan kepada Rantau I, II dan III (b) Cekung Rantau I (c) Cekung Rantau II (d) Cekung Rantau III

dapat diterangkan melalui persamaan tindak balas kimia. Kewujudan medan elektrik akibat dikenakan beza keupayaan menyebabkan kation  $H^+$  yang terdapat di dalam elektrolit bergerak ke katod dan dibebaskan sebagai gas  $H_2$  sementara anion  $(C_2O_4)^{2-}$ ,  $(OH)^-$  dan  $O^{2-}$  pula bergerak ke anod. Pada masa yang sama, di anod, permukaan Al mengalami proses penurunan dengan membebaskan elektron bagi membentuk kation  $Al^{3+}$ . Kation ini kemudiannya bertindak balas dengan anion bagi menghasilkan sama ada  $Al_2O_3$  atau  $Al_2(C_2O_4)_3$  berdasarkan persamaan berikut:



Namun begitu, berbanding ion  $(C_2O_4)^{2-}$ ,  $Al^{3+}$  lebih cenderung bertindak balas dengan  $O_2$ . Kecenderungan ini dapat diterangkan oleh nilai entropi  $O_2$  ( $205 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) yang lebih tinggi berbanding  $(C_2O_4)^{2-}$  ( $45.6 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Semakin tinggi nilai entropi, susunan sistemnya semakin tidak tersusun seperti yang dijelaskan melalui hukum termodinamik kedua. Ketidaksusunan ini mendorong kepada pergerakan ion yang lebih bebas menyebabkan keupayaan untuk ion  $O^{2-}$  bertindak balas dengan  $Al^{3+}$  adalah lebih tinggi bagi menghasilkan logam oksida.

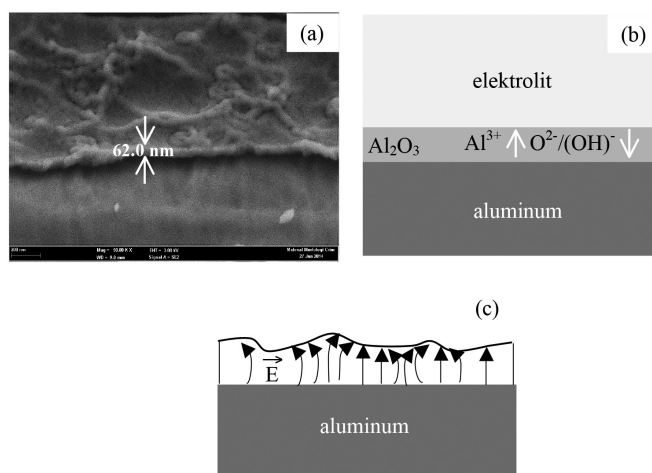
Logam oksida yang terbentuk kemudiannya termendak pada permukaan anod membentuk gumpalan lapisan penghalang dengan ketebalan berbeza (Rajah 3(a)) sementara  $Al_2(C_2O_4)_3$  yang mungkin terbentuk pula bermigrasi ke dalam elektrolit. Lapisan penghalang ini yang semakin menebal dengan pertambahan tempoh penganodan telah menyukarkan pengaliran arus dan menyebabkan nilai arus minimum selepas 9 s penganodan.

Kewujudan gumpalan lapisan penghalang dengan ketebalan berlainan ini adalah akibat daripada perbezaan ketumpatan arus setempat yang terhasil disebabkan oleh kecacatan pada permukaan Al (Poinern et al. 2011). Oleh itu, medan elektrik menumpu pada kawasan tertentu (Rajah 3(b)) yang dimanifestasikan oleh nilai arus tetap selepas 9 s. Lapisan oksida ini turut menghalang proses pergerakan ion daripada melepaskannya dan nilai arus yang mantap telah menyebabkan kepekatan  $H^+$  meningkat.

Peningkatan kepekatan  $H^+$  telah meningkatkan tindak balas kimia dengan menyerang lapisan penghalang yang menghasilkan  $Al^{3+}$ ,  $H_2O$  dan elektron. Oleh kerana tindak balas ini lebih aktif di kawasan tumpuan medan elektrik, maka ia telah mendorong proses pembubaran lapisan penghalang yang agresif berlaku pada kawasan bercekung sehingga menyebabkan kawasan ini menipis dan terbentuknya liang (Rajah 4) (O'Sullivan & Wood 1970). Tindak balas ini juga telah menyebabkan peningkatan kecil nilai arus sebelum menjadi mantap.

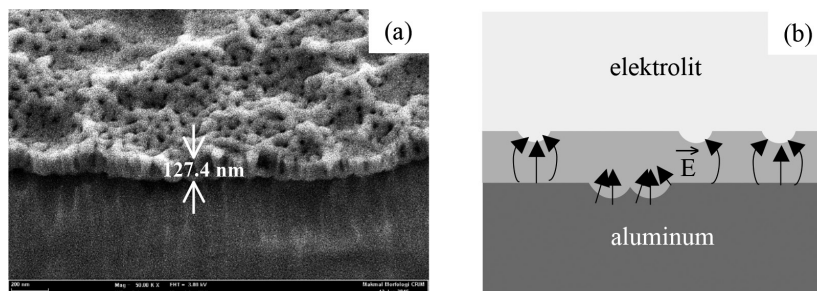
Lapisan penghalang yang semakin tipis telah membolehkan anion meresap masuk dan tindak balas berlaku semula sesuai dengan persamaan kimia yang diberikan. Keadaan ini mendorong pembentukan lapisan penghalang yang baru dan diperhatikan oleh nilai arus yang mantap selama hampir 25 s. Persaingan antara pembubaran lapisan penghalang dan pembentukan lapisan baru yang lebih agresif telah menyebabkan nilai arus menyusut secara perlahan-lahan kepada 13 mA. Nilai arus ini kekal mantap sehingga 6 jam penganodan menandakan proses pembubaran dan penghasilan lapisan penghalang baru telah mencapai keadaan mantap. Tambahan pula, liang yang semakin dalam menyebabkan kedua-dua proses semakin perlahan.

Cekung yang terhasil selepas penyingkiran liang pada lapisan penghalang ditunjukkan dalam Jadual 1. Diperhatikan bahawa bentuk cekung masih tidak jelas



RAJAH 3. (a) Mikrograf FESEM selepas 30 s pertama penganodan menunjukkan filem  $Al_2O_3$  mula terbentuk pada tempoh ini (keratan rentas) dan (b) gambarajah skematik menunjukkan semakin menebal lapisan oksida, semakin sukar anion  $O^{2-}$  atau  $(OH)^-$  menembusnya bagi menghasilkan  $Al_2O_3$  (c) taburan medan setempat disebabkan oleh ketebalan lapisan oksida yang tidak sekata





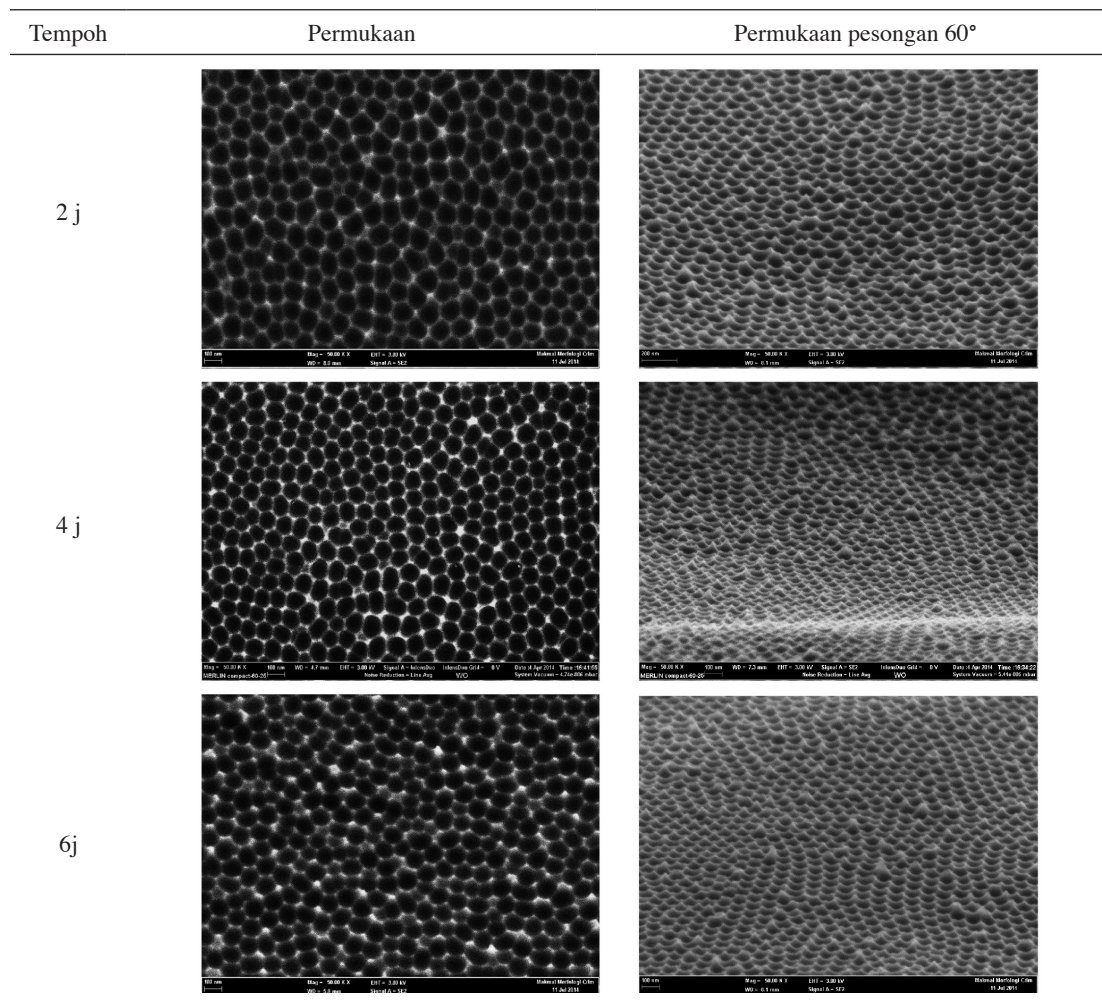
RAJAH 4. (a) Mikrograf FESEM selepas 80 s pertama penganodan mewakili rantau II. Imej menunjukkan liang poros telah mula terbentuk pada tempoh ini (b) gambarajah skema pembentukan liang

JADUAL 1. Mikrograf FESEM bagi AAO selepas penyingkiran lapisan  $Al_2O_3$  hasil penganodan pertama pada tempoh berbeza

Tempoh	Permukaan	Permukaan pesongan 60°
30s		
150s		
300s		
1 j		

bersambung...

Sambungan JADUAL 1



selepas seawal 30 s penganodan. Hal ini disebabkan oleh proses pengoksidaan pada ketika ini hanya membentuk lapisan filem seperti yang dijelaskan sebelum ini. Permukaan lapisan yang terbentuk selepas penyingkiran lapisan oksida adalah sangat tidak seragam, perbezaan saiz yang besar tanpa susunan tertentu yang diakibatkan oleh perbezaan ketumpatan arus setempat.

Peningkatan tempoh penganodan telah memperbaiki kualiti cekung dan permukaan. Selepas 150 s, cekung yang terhasil semakin jelas dengan sempadan yang menipis. Cekung mula mempunyai sel berbentuk pentagon, heksagon dan heptagon pada tempoh ini. Walau bagaimanapun, tiada keseragaman morfologi, susunan mahu pun saiz cekung yang dapat diperhatikan. Selepas 300 s penganodan, cekung yang terhasil mula menunjukkan ciri bentuk heksagon seperti sudut antara sempadan 120°. Walau bagaimanapun, keseragaman morfologi dan saiz cekung masih rendah dan tiada corak susunan tertentu diperhatikan.

Selepas 1 jam penganodan, didapati permukaan cekung mula rata. Diameter cekung yang terbentuk pada ketika ini adalah  $(96.2 \pm 19.0)$  nm. Nilai sisihan piawai yang sangat tinggi ini menunjukkan diameter cekung yang terhasil

adalah tidak seragam. Bilangan sel cekung berbentuk pentagon dan heksagon semakin berkurang. Diperhatikan juga bahawa semakin lama tempoh penganodan, bentuk cekung yang dihasilkan semakin jelas dengan kecacatan yang semakin berkurangan. Kecacatan di sini bermaksud ketinggian puncak cekung yang tidak sama, diameter cekung yang tidak seragam serta bentuk yang tidak tetap. Pertambahan tempoh penganodan menyumbang kepada bentuk heksagon yang sempurna, seragam serta ketinggian cekung yang sama.

Mikrograf FESEM menunjukkan apabila tempoh penganodan ditingkatkan kepada 2 dan 4 jam, diameter cekung yang diperoleh hampir tidak berubah. Walau bagaimanapun, nilai sisihan piawai menyusut melebihi 35% daripada 13.9 kepada 8.9 nm (Jadual 2) yang menandakan peningkatan keseragaman diameter cekung. Hampir keseluruhan cekung yang dihasilkan selepas 4 jam penganodan menunjukkan sel berbentuk heksagon dengan 6 sel bersebelahan. Keputusan ini menunjukkan bahawa susunan liang selepas 4 jam sudah hampir mencapai keseragaman. Nilai sisihan piawai yang hampir tidak berubah walaupun selepas 6 jam penganodan menyokong keputusan bahawa tempoh minimum yang diperlukan bagi



JADUAL 2. Diameter cekung selepas penyingkiran lapisan oksida hasil penganodan pertama

Tempoh penganodan (j)	Diameter cekung (nm)	Sisihan piawai
1	96.2	19.0
2	96.1	13.9
4	96.7	8.9
6	98.9	8.4

mencapai susunan cekung yang seragam adalah 4 jam.

Walaupun nilai sisihan piawai adalah hampir malar, namun peningkatan tempoh penganodan sehingga 6 jam telah meningkatkan diameter cekung kepada 98.9 nm. Ini bermakna dinding sel menjadi semakin nipis. Kajian ini membuktikan bahawa peningkatan tempoh penganodan tidak banyak mengubah keseragaman susunan cekung sebaliknya hanya menambah pelebaran cekung akibat daripada proses pembubaran. Tempoh pembubaran yang terlalu panjang boleh menyebabkan keruntuhan dinding cekung dan seterusnya mengakibatkan percantuman antara liang atau terbentuknya liang bercabang.

Sebagai perbandingan, Tang et al. (2006) hanya melakukan penganodan pertama selama 1 jam dengan suhu ditetapkan pada 17°C. Namun begitu, AAO yang dihasilkan oleh kumpulan Tang ini mempunyai liang-liang yang bercantum. Selain itu, imej FESEM juga menunjukkan terdapat serpihan lapisan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terperangkap di dalam liang AAO yang dihasilkan. Keadaan ini mungkin disebabkan oleh pembentukan cekung yang tidak sempurna dalam tempoh 1 jam seperti yang dibuktikan melalui kajian ini (Jadual 1).

Berbeza dengan kumpulan Tang, Lee et al. (2012) melakukan penganodan pertama sehingga 24 jam pada suhu 13-17°C. Ternyata AAO yang terhasil adalah baik yang berpunca daripada kualiti cekung yang sempurna sebanding dengan keputusan kajian ini. Namun begitu, berbanding kajian ini, tempoh penganodan yang digunakan oleh Lee et al. (2012) adalah terlalu panjang, tidak efektif dan merupakan suatu pembaziran.

#### KESIMPULAN

Berdasarkan kajian ini, ternyata bahawa kualiti cekung daripada proses penganodan peringkat pertama sangat dipengaruhi oleh tempoh penganodan. Kadar pembentukan liang tertakluk kepada kadar pembubaran dan pembentukan lapisan penghalang Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seperti yang digambarkan oleh graf arus melawan masa. Cekung ideal dengan bentuk heksagon yang sempurna, kedalaman yang seragam serta kecacatan yang minimum telah berjaya dihasilkan dalam tempoh lebih singkat ( $\leq 6$  jam) berbanding laporan terdahulu. Pertambahan tempoh penganodan akan menyebabkan runtuh dinding cekung yang akan menyebabkan diameter cekung melebar.

#### PENGHARGAAN

Pengarang ingin merakamkan setinggi-tinggi penghargaan

kepada Kerajaan Malaysia melalui Kementerian Sains, Teknologi dan Inovasi (MOSTI) dan Kementerian Pendidikan Tinggi (MOHE) untuk geran 03-03-01-SF0083, 03-03-01-SF0147, GUP-2014-12 dan FRGS/1/2014/SG02/UKM/02/2. Setinggi-tinggi penghargaan kepada Agensi Nuklear Malaysia dan Pusat Pengurusan Penyelidikan dan Instrumentasi (CRIM), Universiti Kebangsaan Malaysia di atas segala kemudahan yang disediakan.

#### RUJUKAN

- Ahn, J.Y., Kim, J.H., Moon, K.J., Kim, J.H., Lee, C.S., Kim, M.Y., Kang, J.W. & Kim, S.H. 2013. Incorporation on multiwalled carbon nanotubes into TiO<sub>2</sub> nanowires for enhancing photovoltaic performance of dye-sensitized solar cells via highly efficient electron transfer. *Solar Energy* 92: 41-46.
- Alaa, M. A-E., Mebed, A.M., Gaber, A. & Abdel-Rahim, M.A. 2013. Effect of the anodization parameters on the volume expansion of anodized aluminum films. *Int. J. Electrochem. Sci.* (8): 10515-10525.
- Balde, M., Vena, A. & Sorli, B. 2015. Fabrication of porous anodic aluminium oxide layers on paper for humidity sensors. *Sensors and Actuators B* 220: 829-839.
- Choi, J., Nielsch, K., R., Reiche, M., Wehrspohn, R.B. & Gösele, U. 2003. Fabrication of monodomain alumina pore arrays with an interpore distance smaller than the lattice constant of the imprint stamp. *J. Vac. Sci. Technol. B* 21(2): 763.
- Choi, J., Schilling, J., Nielsch, K., Hillebrand, R., Reiche, M., Wehrspohn, R.B. & Gösele, U. 2002. Large-area porous alumina photonic crystals via imprint method. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 722: L5.2.1.
- Chowdhury, P., Raghuvaran, K., Krishnan, M., Barshilia, H.C. & Rajam, K.S. 2011. Effect of process parameters on growth rate and diameter of nano-porous alumina templates. *Bull. Mater. Sci.* 34: 423-427.
- Han, G., Lu, J. & Gao, Y. 2015. FeCo nanowires deposited in a magnetic field. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 393: 199-203.
- Hwang, I-S., Lee, E-B., Kim, S-J., Choi, J-K., Cha, J-H., Lee, H-J., Ju, B-K. & Lee, J-H. 2011. Gas sensing properties of SnO<sub>2</sub> nanowires on micro-heater. *Sensors and Actuators B* 154: 295-300.
- Jaafar, M., Navas, D., Hernández-Vélez, M., Baldonado, J.L., Vázquez, M. & Asenjo, A. 2009. *Surf. Sci.* 603: 3155.
- Kikuchi, T., Nishinaga, O., Natsui, S. & Suzuki, R.O. 2015. Fabrication of self-ordered porous alumina via etidronic acid anodizing and structural color generation from submicrometer-scale dimple array. *Electrochimica Acta* 156: 235-243.
- Kok, K.Y., Ng, I.K., Choo, T.F., Saidin, N.B. & Abdullah, Y. 2016. Electrochemical synthesis and characterization of BiTe-based nanowire arrays as thermoelectric nanogenerators. *Materials*

- Science Forum* 840: 271-275.
- Lee, I., Jo, Y., Kim, Y.-T., Tak, Y. & Choi, J. 2012. Electrochemical thinning for anodic aluminum oxide and anodic titanium oxide. *Bull. Korean Chem. Soc.* 33: 1465-1469.
- Liu, C.Y., Datta, A. & Wang, Y.L. 2001. Ordered anodic alumina nanochannels on focused-ion-beam-prepatterned aluminum surfaces. *Appl. Phys. Lett.* 78(1): 120.
- Maleki, K., Sanjebi, S. & Alemipour, Z. 2015. DC electrodeposition of NiGa alloy nanowires in AAO template. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 395: 289-293.
- Masuda, H., Kanezawa, K. & Nishio, K. 2002. Fabrication of ideally ordered nanohole arrays in anodic porous alumina based on nanoindentation using scanning probe microscope. *Chem. Lett.* 31(12): 1218-1219.
- Masuda, H., Yada, K. & Osaka, A. 1998. Self-ordering of cell configuration of anodic porous alumina with large-size pores in phosphoric acid solution. *Japanese Journal of Applied Physics* 37: L1340-L1342.
- Michalska-Domańska, M., Norek, M., Stępniewski, W.J. & Budner, B. 2013. Fabrication of high quality anodic aluminum oxide (AAO) on low purity-Al comparative study with the AAO produced on high purity aluminum. *Electrochimica Acta* 105: 424-432.
- O'Sullivan, J.P. & Wood, G.C. 1970. Nucleation and growth of porous anodic films on aluminium. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences* 317(1531): 511-543.
- Ortiz, G.F., Cabello, M., López, M.C., Tirado, J.L., McDonald, M.J. & Yang, Y. 2016. Exploring a Li-ion battery using surface modified titania nanotubes versus high voltage cathode nanowires. *Journal of Power Sources* 303: 194-202.
- Palibodra, E., Farcas, T. & Lupan, A. 1995. A new image of porous aluminium oxide. *Materials Science and Engineering B* 32: 1-5.
- Poinern, G.E.J., Ali, N. & Fawcett, D. 2011. Progress in nano-engineered anodic aluminum oxide membrane development. *Materials* 4: 487-526.
- Politi, J., Rea, I., Dardano, P., Stefano, L.D. & Giofrè, M. 2015. Versatile synthesis of ZnO nanowires for quantitative optical sensing of molecular biorecognition. *Sensors and Actuators B* 220: 705-711.
- Schelhas, L.Y., Banholzer, M.J., Mirkin, C.A. & Tolbert, S.H. 2015. Magnetic confinement and coupling in narrow-diameter Au-Ni nanowires. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 379: 239-243.
- Spain, E., McCooney, A., Joyce, K., Keyes, T.E. & Forster, R.J. 2015. Gold nanowires and nanotubes for high sensitivity detection of pathogen DNA. *Sensors and Actuators B* 215: 159-165.
- Stępniewski, W.J., Nowak-Stępniewska, A., Presz, A., Czujko, T. & Varin, R.A. 2014a. The effect of time and temperature on the arrangement of anodic aluminum oxide nanopores. *Materials Characterization* 91: 1-9.
- Stępniewski, W.J., Forbot, K., Norek, M., Michalska-Domańska, M. & Król, A. 2014b. The impact of viscosity of the electrolyte on the formation of nanoporous anodic aluminum oxide. *Electrochimica Acta* 133: 57-64.
- Stępniewski, W.J., Norek, M., Michalska-Domańska, M. & Bojar, Z. 2013. Ultra-small nanoporous obtained by self-organized anodization of aluminum in oxalic acid at low voltage. *Materials Letters* 111: 20-23.
- Stępniewski, W.J., Zasada, D. & Bojar, Z. 2011. First step of anodization influence the final nanopore arrangement in anodized alumina. *Surface and Coatings Technology* 206(6): 1416-1422.
- Stępniewski, W.J. & Bojar, Z. 2011. Synthesis of anodic aluminum oxide (AAO) at relatively high temperatures. Study of the influence of anodization conditions of the alumina structural features. *Surface & Coatings Technology* 206: 265-272.
- Sulka, G.D., Brzózka, A., Zaraska, L. & Jaskula, M. 2010. Through-hole membranes of nanoporous alumina formed by anodizing in oxalic acid and their applications in fabrication of nanowire arrays. *Electrochimica Acta* 55: 4368-4376.
- Sulka, G.D. 2008. Highly ordered anodic porous alumina formation by self-organized anodizing. In *Nanostructures Materials in Electrochemistry*, edited by Eftekhari, A. Weinheim: Wiley-VCH. pp. 1-116.
- Tan, S.-S., Kee, Y.-Y., Wong, H.-Y. & Tou, T.-Y. 2013. Pulsed laser deposition of ITO nanorods in argon and OLED applications. *Surface & Coatings Technology* 231: 98-101.
- Tang, M., He, J., Zhou, J. & He, P. 2006. Pore-widening with the assistance of ultrasonic: A novel process for preparing porous anodic aluminum oxide membrane. *Materials Letters* 60: 2098-2100.
- Wang, G., Ma, Z., Shao, G., Kong, L. & Gao, W. 2015. Synthesis of LiFePO<sub>4</sub>@carbon nanotube core-shell nanowires with a high-energy efficient method for superior lithium ion battery cathodes. *Journal of Power Sources* 291: 209-214.
- Zagorskiy, D.L., Korotkov, V.V., Frolov, K.V., Sulyanov, S.N., Kudryavtsev, V.N., Kruglikov, S.S. & Bedin, S.A. 2015. Track pore matrixes for the preparation of Co, Ni and Fe nanowires: Electrodeposition and their properties. *Physica Procedia* 80: 144-147.
- Zaraska, L., Sulka, G.D. & Jaskula, M. 2010. Porous anodic alumina membranes formed by anodization of AA1050 alloy as templates for fabrication of metallic nanowire arrays. *Surface & Coatings Technology* 205: 2432-2437.
- Zhang, L. & Jiao, W. 2015. The effect of microstructure on the gas properties of NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sensors: nanotube and nanoparticle. *Sensors and Actuators B* 216: 293-297.
- N.U. Saidin, K.Y. Kok & I.K. Ng  
Agensi Nuklear Malaysia, Bangi  
43000 Kajang, Selangor Darul Ehsan  
Malaysia
- N.U. Saidin & M.H.H. Jumali\*  
Pusat Pengajian Fizik Gunaan  
Fakulti Sains dan Teknologi  
Universiti Kebangsaan Malaysia  
43600 Bangi, Selangor Darul Ehsan  
Malaysia

\*Pengarang untuk surat-menyurat; email: hafizhj@ukm.edu.my

Diserahkan: 31 Disember 2015

Diterima: 25 Mac 2016