

ANALISIS PENAMBAHAN Fe TERHADAP SIFAT LISTRIK DAN MAGNET KOMPOSIT MWCNT-Fe

(ANALYSIS OF THE INCREASEMENT OF Fe ON THE ELECTRICAL AND MAGNETIC PROPERTIES OF MWCNT-Fe COMPOSITE)

P. Purwanto dan Salim Mustofa

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir – BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang -15314

Email: ppurwanto88@gmail.com

Received : 30 September 2014 ; revised : 10 Oktober 2014 ; accepted : 20 Oktober 2014

ABSTRAK

Bahan komposit *MWCNT-Fe* dibuat dengan mencampurkan serbuk *MWCNT* (*Multi-Walled Carbon Nanotube*) dan *Fe* dengan variasi kandungan *Fe* mulai dari 1% sampai 5%. Selanjutnya bahan komposit diproses *milling* selama 3 jam memakai teknik *High Energy Milling (HEM)*. Hasil pola difraksi sinar-x komposit *MWCNT-Fe* menunjukkan adanya puncak *MWCNT* dan *Fe* dengan pola yang sama. Spektroskopi Raman menunjukkan puncak *D band* muncul pada 1310 cm^{-1} sampai dengan 1320 cm^{-1} , puncak harmonik kedua *G band* (*G' band*) muncul pada Raman *shift* 1605 cm^{-1} sampai dengan 1615 cm^{-1} , dan puncak tangensial *G band* muncul pada 1580 cm^{-1} sampai dengan 1595 cm^{-1} . Hasil pengukuran konduktivitas *MWCNT-Fe* dengan alat ukur LCR meter, menunjukkan bahwa nilai konduktivitas mengalami kenaikan sebanding dengan kenaikan berat *Fe*. Hasil parameter magnetik dengan metode *VSM* (*Vibrating Sample Magnetometer*) menunjukkan Magnetik Rimanen (*Mr*), Magnetik Jenuh (*Ms*) mengalami kenaikan, sedangkan Medan Koersif (*Hc*) mengalami penurunan sebanding dengan kenaikan berat *Fe*.

Kata Kunci: Karbon *MWCNT*, Difraksi sinar-X, Spektroskopi raman, Konduktivitas

ABSTRACT

*The composite of MWCNT –Fe were made by mixing MWCNT (Multi-Walled Carbon Nanotube) and Fe powder with the variance of Fe starting from 1% until 5% weight. Then the sample was milling for 3 hours by using High Energy Milling (HEM). The pattern of X-Ray Diffraction of MWCNT-Fe composite indicates the same pattern of MWCNT and Fe. Spectroscopy Raman indicated that D band visible at wave number 1310 cm^{-1} to 1320 cm^{-1} , peak of second harmonic (G' band) at wave number 1605 cm^{-1} to 1615 cm^{-1} was Raman shift, and peak of tangensial G band at wave number 1580 cm^{-1} to 1595 cm^{-1} . The result of electrical parameter measured by using LCR instrument indicated that conductivities value of MWCNT –Fe was increased with the increasing of concentration Fe (weight percent). The result of magnetic parameter with VSM (Vibrating Sample Magnetometer) method shows that the remanent magnetic (*Mr*) and saturation magnetic (*Ms*) increased, and the coesive magnetic (*Hc*) decreased with the increasing weight percent of Fe.*

Keywords: Carbon *MWCNT*, X-Ray diffraction, Raman spectroscopy, Conductivity.

PENDAHULUAN

Carbon nanotube (CNT) memiliki berbagai macam tipe diantaranya adalah *Single Walled Nanotube (SWCNT)*, yang merupakan gulungan lembaran grafit dengan ukuran lebih pendek, yang memiliki struktur satu dimensi. Bentuk lain dari *CNT* adalah *Multi walled Carbon Nanotube (MWCNT)* yang memiliki struktur lebih dari satu

dimensi dan ukurannya pendek (Shanov *et al.* 2006).

Bahan konduktor padat mempunyai sifat konduktivitas tergantung pada frekuensi dan suhu, dimana pada suhu tertentu suatu bahan konduktor padat dapat mengalami cacat atau transisi fasa (Yulkifli *et al.* 2009; Blanton *et al.*

2011). Nilai resistivitas listrik untuk *SWCNT* adalah sekitar 10^{-6} ohm.cm, sedangkan untuk *MWCNT* 3×10^{-5} ohm.cm. Hal ini menunjukkan bahwa *CNT* adalah konduktor yang memiliki nilai resistiviti lebih baik dari metal seperti Cu pada suhu ruang. Adanya cacat atau pengotor yang terbentuk selama penumbuhan *CNT* menunjukkan nilai konduktivitas *CNT* lebih rendah dari pada *CNT* yang berstruktur bebas cacat (Qingwen *et al.* 2007; Harris 2007).

Pada penelitian ini dilakukan pengamatan terhadap bahan komposit *MWCNT-Fe* hasil *milling* menggunakan difraksi sinar-x dan spektroskopi Raman serta dilakukan pengujian sifat listrik dan sifat magnet terhadap bahan tersebut. Penelitian ini merupakan kelanjutan dari penelitian sebelumnya dalam rangka pengaplikasian bahan nanokomposit berbasis karbon untuk sensor dan untuk biomedik (Purwanto *et al.* 2012; Sinha *et al.* 2005).

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk *Multi Walled Carbon Nanotube (MWCNT)* buatan *Merck*, dan serbuk besi (Fe) produk *Aldrich* yang memiliki tingkat kemurnian 99,9%. Serbuk Fe dan *MWCNT* ditimbang dengan komposisi sebagai berikut: Fe(1%)-*MWCNT* (99%), Fe(3%)- *MWCNT* (97%) dan Fe(5%)- *MWCNT* (95%).

Metode

Berat total masing-masing campuran serbuk adalah 2 gram. Campuran serbuk ini kemudian diproses *milling* selama 3 jam menggunakan *High Energy Milling (HEM)*, merk *SPEX CertiPrep 8000M Mixer/Mill* yang tersedia

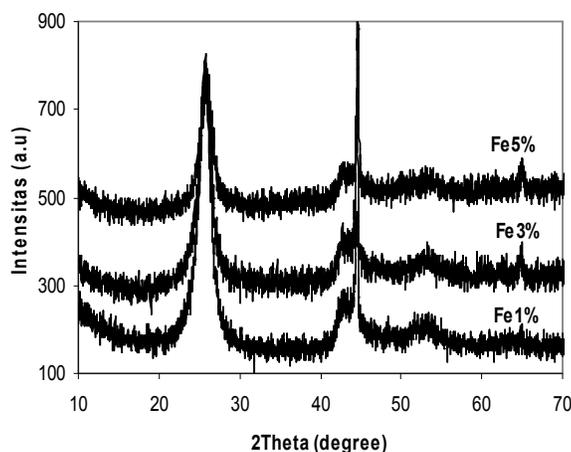
di Bidang Karakterisasi dan Analisis Nuklir (BKAN), PTBIN-BATAN. Kemudian campuran serbuk hasil proses *milling* kemudian dikarakterisasi dengan difraksi sinar-x dan Raman spektroskopi serta sifat listrik diuji dengan *LCR-meter* dan sifat magnet *VSM (Vibrating Sample Magnetiser)*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Difraksi Sinar-X

Hasil identifikasi dengan difraksi sinar-X menunjukkan bahwa bahan komposit *CNT-Fe* yang dibuat melalui proses metalurgi serbuk (*milling*) adalah berfasa tunggal dengan struktur *MWCNT* seperti terlihat pada Gambar 1. Komposit telah mengalami deformasi kristal, yang ditunjukkan oleh menurunnya puncak difraksi. Sedangkan pelebaran puncak difraksi dapat dikaitkan dengan ukuran partikel, dimana puncak yang melebar menunjukkan kehalusan butir atau sebaliknya setelah mengalami proses metalurgi serbuk (Williamson and Hall 2006).

Proses deformasi dan masuknya partikel Fe kedalam *CNT* tentunya akan sangat berpengaruh pada sifat listrik komposit *MWCNT-Fe*. Kenaikan sifat listrik bahan akibat adanya cacat kristal ini sangat diharapkan terjadi pada setiap bidang kristal agar gerakan ion-ion mudah bergerak dengan energi aktivasi yang kecil. Dari pola difraksi ada bidang kristal yang mengalami cacat, sehingga konduktivitas bahan diperkirakan dapat meningkat. Peningkatan konduktivitas ini disebabkan adanya penambahan Fe ke dalam fasa *MWCNT* yang menyebabkan cacat pada kristal. Menurut P. R. Bandaaru, (2007), cacat pada kristal akan menimbulkan mobilisasi ion di dalam kristal dan dapat meningkatkan konduktivitas bahan.



Gambar 1. Pola difraksi pada komposit *MWCNT-Fe*

Tabel 1a. Hasil analisis puncak-puncak difraksi komposit *MWCNT-Fe*.

<i>MWCNT-1%Fe</i>		<i>MWCNT-3%Fe</i>		<i>MWCNT-5%Fe</i>	
2θ	FWHM	2θ	FWHM	2θ	FWHM
25,6793	0,8393	25,7115	0,8066	25,8875	0,7570
44,4744	0,0567	44,4884	0,0319	44,6272	0,0235
52,8621	8,6615	52,9713	5,8229	53,1709	4,2893

Tabel 1b. Ukuran Kristal *MWCNT-Fe*

Sampel	Ukuran Kristal (Å)
<i>MWCNT-1%Fe</i>	0,2418
<i>MWCNT-3%Fe</i>	0,4090
<i>MWCNT-5%Fe</i>	0,6302

Pola difraksi sinar-X dari komposit *MWCNT-Fe*, memperlihatkan adanya perubahan pada intensitas yang menurun seiring dengan naiknya kandungan Fe serta adanya pergeseran pada sudut difraksi dari bahan komposit tersebut. Untuk mengetahui pergeseran sudut difraksi, maka dilakukan analisis puncak difraksi sinar-X komposit *MWCNT-Fe* menggunakan program *Igor*. Dari analisis tersebut diperoleh identifikasi fasa seperti ditunjukkan Tabel 1.

Dari Gambar 1, dilakukan analisis dengan program *Igor* untuk menghitung sudut 2 theta dan lebar setengah puncak β (FWHM), yang hasilnya ditunjukkan pada Tabel 1. Analisa dilakukan memakai persamaan Williamson and Hall (Rehani *et al.* 2006)

$$(\beta \cdot \cos \theta) = 0,9 \cdot \lambda / D + (2 \cdot \eta \cdot \sin \theta) \quad (1)$$

dimana: β adalah lebar setengah puncak difraksi (FWHM) dalam (rad), θ sudut Bragg ($^{\circ}$), λ panjang gelombang sinar-x ($^{\circ}$ A), D adalah ukuran kristalit ($^{\circ}$ A) dan η regangan kristal. Dari data pada Tabel 1a, dengan menggunakan persamaan 1 dapat dihitung regangan kristal

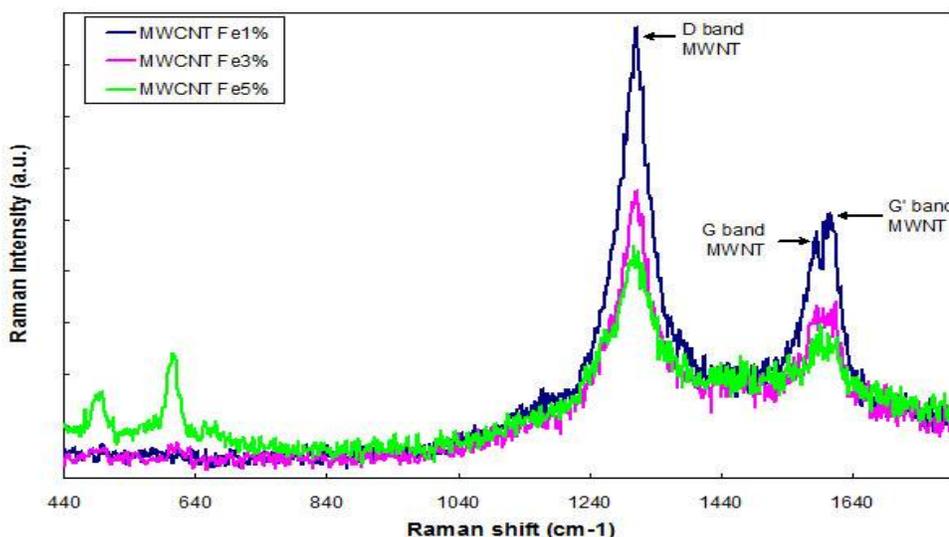
pada bahan *MWCNT-Fe*. Dari kurva ($\beta \cdot \cos \theta$) terhadap ($\sin \theta$), kita dapat menentukan ukuran kristalit dan nilai regangan. Hasil perhitungan ditunjukkan pada Tabel 1b, dimana tampak terlihat bahwa ukuran kristal naik seiring dengan naiknya Fe. Hal ini menunjukkan telah terjadi difusi Fe ke dalam *MWCNT*. Terjadinya difusi pada komposit *MWCNT-Fe* ditunjukkan juga dengan turunnya intensitas difraksi dan lebar puncak difraksi pada komposit *MWCNT-Fe*.

Raman Spektroskopi

Gambar 2, menunjukkan spektrum Raman pada komposit *MWCNT-Fe* dan hasil analisis intensitas ditunjukkan pada Tabel 2. Gambar 2 diatas menunjukkan spektra Raman yang diperoleh dari laser dengan panjang gelombang 780 nm, yang dikumpulkan dari sampel MWNT murni dan campuran MWNT dengan serbuk Fe (persen berat 3% dan 5%). Karakter penting dari hasil analisis spektra Raman diatas adalah diperolehnya spektra yang tipikal muncul dari sampel MWNT yaitu munculnya puncak utama D band dan G band (Reich *et al.* 2004).

Tabel 2. Intensitas Raman bahan *MWCNT-Fe*

Fe (%)	ID	IG	ID/IG
1	0,017330	0,009328	1,857847
3	0,011067	0,006567	1,685244
5	0,008829	0,005804	1,521192



Gambar 2. Raman Spektroskopi dari komposit *MWCNT - Fe*.

Puncak *D band* muncul pada 1310-1320 cm^{-1} , puncak harmonik kedua *G band* (*G' band*) muncul pada Raman shift 1605 cm^{-1} sampai dengan 1615 cm^{-1} , dan puncak tangensial *G band* muncul pada 1580 cm^{-1} sampai dengan 1595 cm^{-1} . Munculnya 2 buah puncak G dan G' adalah berkaitan dengan mode tangensial grafit aktif E2g Raman di mana dua atom dalam sel unit *graphene* yang bergetar tangensial satu terhadap yang lain. *D band* diaktifkan pada urutan yang pertama dari proses hamburan karbon sp² melalui keberadaannya di dalam *vacancies*, di batas butiran serbuk, atau cacat (*defect*) lainnya, yang kesemuanya menurunkan kesimetrian kisi kristal (Antunes *et al.* 2007). Maksudnya adalah puncak *D band* berasal dari gangguan di dalam sp² karbon dan dapat juga muncul karena disebabkan adanya pengotor (*impurities*) dan atau distorsi kisi pada *MWNT*. Oleh karena itu keberadaan puncak *D band* menunjukkan gangguan (kekacauan) di dalam

kerangka heksagonal *MWNT* (Thomsen *et al.* 2004) dalam hal ini adalah gangguan dari dicampurnya serbuk katalis Fe ke dalam *MWNT*. Nilai intensitas Raman mengalami penurunan seiring dengan semakin besarnya nilai persen berat Fe di dalam *MWNT*, atau dengan kata lain semakin besar kandungan pengotor yang menimbulkan kekacauan atau distorsi kisi pada kerangka heksagonal *MWNT*. Keberadaan puncak *G band* sendiri adalah berhubungan dengan modus E2g (Bakobza *et al.* 2012) dari grafit berorientasi tinggi dan menunjukkan adanya karbon kristal pada sampel *MWNT*. Nilai intensitas Raman dari puncak *G band* juga menurun seiring dengan penurunan persen berat Fe di dalam *MWNT*. Perbandingan nilai intensitas puncak *D band* dan puncak *G band* (I_D/I_G) yang ditampilkan pada Tabel 2 di dalam gambar hasil Raman menunjukkan adanya penurunan seiring dengan bertambahnya persen berat Fe di dalam *MWNT*.

Hasil ini mengindikasikan turunnya derajat kristalinitas di dalam sampel *MWNT* dan naiknya tingkat pengotor di dalam *MWNT*.

Konduktivitas Listrik.

Pengukuran konduktivitas listrik dilakukan dengan menggunakan *LCR* meter HITESTER-3522-5 HIOKI. Perhitungan konduktivitas listrik *MWCNT-Fe* dilakukan memakai persamaan berikut :

$$R = \rho \cdot L/A \quad (2)$$

$$\text{dan } \sigma = 1/\rho \quad (3)$$

Persamaan 2 dan 3 dapat digabungkan, sehingga diperoleh persamaan berikut ini:

$$R = L/(A \cdot \sigma) \text{ atau } \sigma = L/(A \cdot R)$$

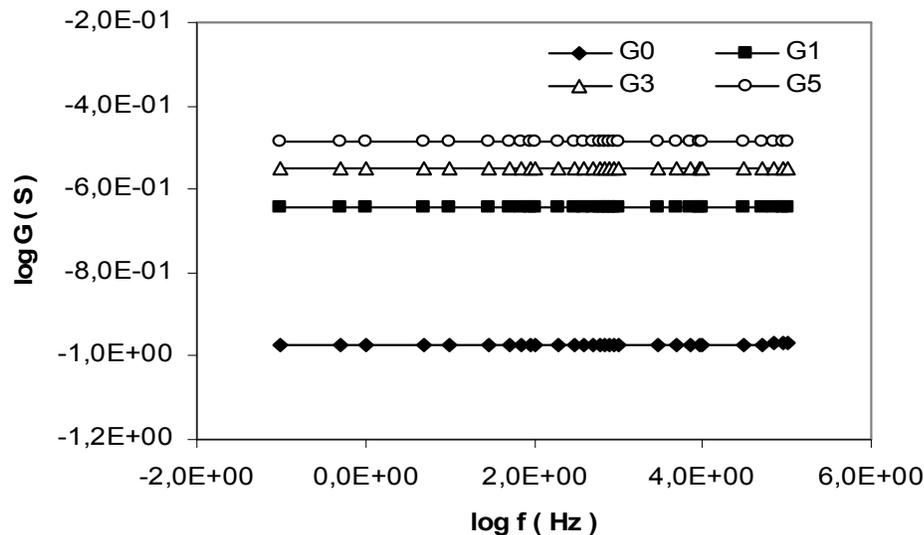
$$\sigma = G \cdot (L/A) \quad (4)$$

dimana *R* adalah tahanan listrik, *L* adalah panjang atau tebal sampel, ρ adalah resistivitas bahan, *A* adalah luas permukaan, σ adalah konduktivitas, dan $G = 1/R$ adalah konduktansi.

Pada Gambar 3, menunjukkan nilai konduktivitas listrik pada bahan *MWCNT - Fe* naik seiring dengan naiknya konsentrasi *Fe*. Pada umumnya konduktivitas suatu bahan akan

meningkat bila bahan tersebut ditambahkan suatu bahan yang bersifat konduktor dan akan meningkat juga bila bahan mengalami suatu *defect Frenkel* atau *Shockly* (Bandaru *et al.* 2007).

Perhitungan konduktivitas komposit *MWCNT-Fe* dilakukan dengan menggunakan persamaan (2). Hasil perhitungan konduktivitas ditunjukkan pada Tabel 3, dimana terlihat bahwa konduktivitas komposit naik seiring dengan bertambahnya *Fe* ke dalam fasa *MWCNT*. Naiknya konduktivitas dikarenakan adanya difusi *Fe* ke dalam *MWCNT* yang menyebabkan bertambahnya jumlah pembawa muatan. Adanya difusi *Fe* ke dalam *MWCNT* akan menurunkan energi aktifasinya yang diperlukan partikel untuk bergerak dari satu kisi ke kisi yang lain, sehingga pada akhirnya meningkatkan mobilitas ion positif sehingga konduktivitas akan meningkat (Kumar and Yasonath 2006). Peneliti lain telah melakukan penelitian tentang sifat konduktivitas yang tergantung frekuensi, suhu, dan komposisi serta transformasi fasa, dimana pada suhu tertentu suatu bahan mengalami cacat atau transformasi fasa (Qingwen *et al.* 2007; Harris 2004; Purwanto *et al.* 2012; Kumar and Yasonath 2006), sehingga memberi pengaruh peningkatan sifat listrik seperti konduktansi dan lainnya.



Gambar 3. Konduktivitas komposit *MWCNT - Fe* dengan variasi *Fe*.

Tabel 3. Konduktivitas dan Kapasitansi komposit *MWCNT-Fe*

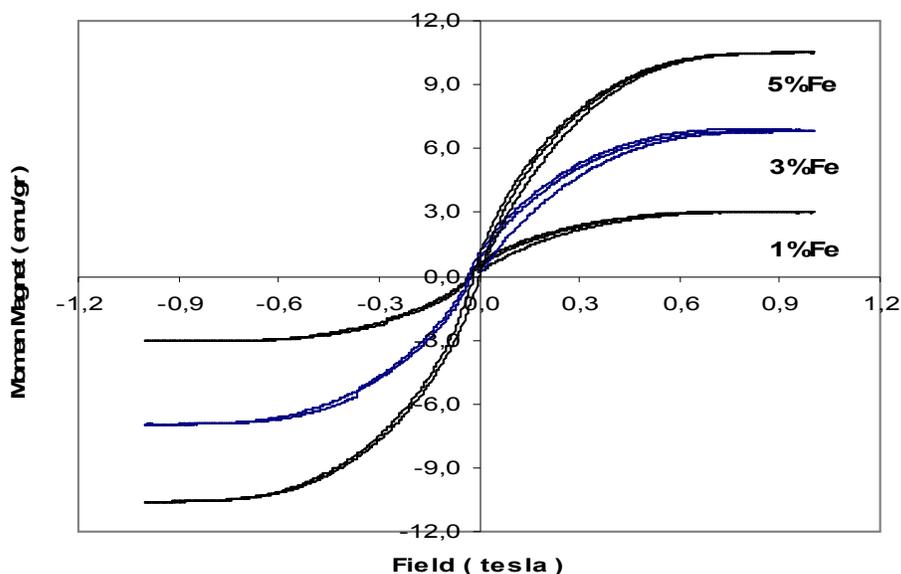
Konsentrasi Fe (%)	Konduktivitas σ_0 (S/cm)
0	0,1065
1	0,2274
3	0,2812
5	0,3271

Sifat Magnetik.

Gambar 4, menunjukkan hubungan antara momen magnet dengan kuat medan magnet pada bahan *MWCNT-Fe* dengan variasi konsentrasi Fe, dimana tampak bahwa moment magnetik jenuh (M_s) dan momen magnet rimanen (M_r) pada bahan *MWCNT-Fe* naik seiring dengan naiknya konsentrasi Fe. Sedangkan kuat medan H_c pada bahan *MWCNT-Fe* naik seiring dengan naiknya konsentrasi Fe. Parameter momen magnetik ditunjukkan pada Tabel 4. Momen magnet jenuh (M_s) menunjukkan kemampuan bahan komposit *MWCNT-Fe* untuk menerima kuat medan magnet bertambah dengan naiknya Fe,

sehingga Fe memperkuat spin pada campuran bahan *MWCNT-Fe*. Sedangkan momen magnet rimanen (M_r) menunjukkan sifat bahan masih bersifat magnet bila tanpa adanya medan magnet. Dari hasil percobaan tampak bahwa momen magnet rimanen naik seiring dengan naiknya Fe, yang berarti Fe berperan dalam pembuatan bahan magnet. Kuat medan magnet koersif (H_c) menunjukkan apakah bahan bersifat isotropi atau non isotropi bila dikenakan medan magnet tersebut.

Dari hasil percobaan menunjukkan kuat medan koersif (H_c) naik terhadap penambahan konsentrasi Fe.



Gambar 4. Kurva hubungan antara kuat medan dan momen magnet *MWCNT-Fe*

Tabel 4. Parameter magnetik bahan *MWCNT-Fe*

Fe (%)	Ms (emu/g)	Mr (emu/g)	Hc (Tesla)
1	2,9981	0,3134	1,03.E-02
3	6,6639	0,4531	1,28.E-02
5	10,5286	0,7779	1,51.E-02

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa pola difraksi sinar-X pada komposit *MWCNT-Fe* dengan konsentrasi Fe berbeda, menunjukkan puncak *MWCNT* dengan pola yang sama. Ukuran kristal komposit naik seiring dengan naiknya berat Fe. Spektra Raman menunjukkan bahwa D band muncul pada 1310-1320 cm^{-1} , puncak harmonic kedua G band muncul pada Raman shift 1605-1615 cm^{-1} , dan puncak tangensial G band muncul pada 1581-1595 cm^{-1} . Konduktivitas *MWCNT-Fe* naik sebanding dengan naiknya konsentrasi Fe. Karakteristik sifat magnetik, menunjukkan bahwa moment magnetik jenuh (Ms) dan momen magnet rimanen (Mr) pada bahan *MWCNT-Fe* naik seiring dengan naiknya konsentrasi Fe. Sedangkan kuat medan Hc pada bahan *MWCNT-Fe* naik seiring dengan naiknya konsentrasi Fe

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terima kasih telah diperkenankan menggunakan peralatan yang ada di BKAN-PTBIN BATAN serta kepada staf BKAN yaitu Ibu Trea Madesa yang telah membantu dalam pembuatan cuplikan dan staf BKAN yang lain. Peneliti mengucapkan terima kasih atas kerja sama proyek DIPA "Penelitian dan Pengembangan Bahan GMR untuk Biosensor" sampai selesai penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

Thomsen, C., S. Reich, and J. Maultzsch. Resonant Raman Spectroscopy of Nanotubes. 2004. *Philosophical Transaction of Royal Society* 362 : 2337.

Antunes, E.F., A.O. Lobo, E.J. Corat, V.J. Trava Airoldi. 2007. Influence of Diameter in the Raman Spectra of Aligned

MMCNT. *Journal of Carbon* 45 : 913-921.

Rehani, K.N.R., P.B. Joshi, K.N. Lad and A. Pratap. 2006. Crystallite Size Estimation of Elemental and Composite Silver Nano Powder Using XRD Principle. *Indian Journal of Pure Physics* 44 : 157-161.

Bokobza, L. and J. Zhang. 2012. Raman Spectroscopy Characterization of Multiwall Carbon Nanotube and of composite. *Polymer letter* 6 : 601-608.

Sinha, N., T.W. John, Yeow. 2005. Carbon Nanotube for Biomedical Application. *Transaction on Nanobio science* 4 : 1-16.

Padma Kumar P. and S. Yashonath. 2006. Ionic Conduction in The Solid State. *Journal of Chemistry Science* 118(1): 134-154.

Purwanto, P., Mashadi dan Saeful Yusuf. 2012. Karakterisasi magnetik dan Sifat Listrik Bahan karbon Hasil Milling menggunakan Fe Prekursor. Seminar Fisika Nasional, Pusat Penelitian Fisika-LIPI, Serpong, 4-5 Juli.

Harris, P.J.F. 2004. Carbon Nanotube Composite. *International Material* 49 : 31-43.

Bandaru, P.R. 2007. Electrical Properties and Application of Carbon Nanotubes. *Journal of Nanoscience Nanotechnology* 7 : 1-29.

Qingwen Li, Yuan Li, Xiefei Zhang, et al. 2007. Structure Dependent Electrical Properties of Carbon Nanotube Fibers. *Advanced Material* 19 (20) : 3358-3363.

Reich, S. and C. Thomsen. 2004. Raman Spectroscopy of Graphite. *Philosophical Transaction of Royal Society* 362 : 2271-2288.

Blanton, T., S. Misture, N. Dontula and S. Zdzieszynski. 2011. In situ high temperature X-ray diffraction characterization of silver sulfide Ag_2S

- Journal Powder Diffraction* 26 : 114-118.
- Shanov, V., Y. Heung Yun, M.J. Schulz. 2006. Synthesis and Characterization of Carbon Nanotube Materials., *Journal of the University Of Chemical Technology and Metallurgy* 41 : 377-390.
- Yulkifli, K.J. Parwanta, Ramli dan M. Djamal. 2009. Pengukuran Magnetoresistansi Film Tipis dan Hubungannya Dengan Ketebalan Lapisan Tipis Feromagnetik/Non magnetik, *Jurnal Sains Materi Indonesia, Edisi Khusus Desember* : 161-166.