

Pengukuran Magnetoresistance Berbasis Lapisan Tipis Giant-Magnetoresistance (GMR) Pada Polyethylen Glicol (PEG)-Coated-Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4)

Alfrie Musa Rampengan ^a, Ma'arif ^a, Seveny Nuzully ^a, Takeshi Kato ^b, Satoshi Iwata ^b, dan Edi Suharyadi ^{a*}

^aJurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Gadjah Mada, Sekip Utara PO BOX BLS. 21, Yogyakarta 55281, Indonesia

^bDepartment of Quantum Engineering, Nagoya University, Furo-cho Chikusaka-ku, Nagoya, Jepang

*corresponding author : esuharyadi@ugm.ac.id

Abstrak – Telah dilakukan pengujian Magnetoresistance berbasis lapisan tipis Giant-Magnetoresistance (GMR) pada Plythylen Glicol (PEG)-coated-nanopartikel magnetit (Fe_3O_4). Penambahan lapisan nanopartikel magnetit Fe_3O_4 dan lapisan nanopartikel magnetit Fe_3O_4 yang dimodifikasi dengan PEG menyebabkan pergeseran nilai resistance pada lapisan tipis GMR dan mempengaruhi pergerakan domain-wall free layer FeCoB seiring dengan bertambahnya medan eksternal. Hasil ini ditunjukkan dengan pergeseran nilai resistansi sebesar $\pm 55,5\%$, sebelum dan setelah dilapisi oleh nanopartikel magnetit Fe_3O_4 . Resistansi $\pm 45,6\%$, sebelum dan setelah dilapisi oleh nanopartikel magnetit Fe_3O_4 yang dimodifikasi dengan PEG.

Kata kunci: Magnetoresistance, Giant-Magnetoresistance, Nanopartikel Fe_3O_4

Abstract – It has been tested Magnetoresistance-based thin film Giant magnetoresistance (GMR) in Plythylen Glicol (PEG)-coated magnetite-nanoparticles (Fe_3O_4). The addition of magnetite Fe_3O_4 nanoparticle layers and layers of magnetite Fe_3O_4 nanoparticles modified with PEG causes a shift in the value of resistance in a thin layer of GMR and affect the movement of domain-wall free layer FeCoB along with increasing external field. These results indicated a shift in resistance value of $\pm 55.5\%$, before and after being coated by magnetite Fe_3O_4 nanoparticles. Resistance $\pm 45.6\%$, before and after being coated by magnetite Fe_3O_4 nanoparticles modified with PEG.

Key words: Magnetoresistance, Giant-Magnetoresistance, Nanoparticle Fe_3O_4

I. PENDAHULUAN

Telah banyak peneliti yang meneliti mengenai nanopartikel magnetik karena sifatnya yang aplikatif dalam berbagai bidang ilmu, seperti fluida, gel magnetik, bioteknologi, biomedis, katalis, magnetic resonance imaging (MRI), dan penyimpanan data. Ukuran partikel sangat menentukan sifat kemagnetan, dimana semakin kecil ukuran butir maka nanopartikel Fe_3O_4 akan memiliki responsibilitas magnetik yang tinggi (mudah termagnetisasi oleh medan magnet eksternal). Dengan kata lain, efek superparamagnetik akan semakin dominan seiring dengan semakin kecilnya diameter butir nanopartikel Fe_3O_4 [1].

Perkembangannya diikuti dengan kebutuhan pasar global yang menginginkan kualitas dan kuantitas kandungan bahan magnetic tersebut. Salah satu divais maupun instrumentasi yang popular untuk menguji kualitas bahan magnetic tersebut adalah sensor Giant-Magnetoresistance (GMR) [2,3]. Lapisan tipis GMR mempunyai struktur yang berbeda-beda. Masing-masing struktur memiliki efek magnetoresistance (MR) yang berbeda pula. Struktur GMR terdiri dari struktur sandwich, spin valve (sandwich pinned) dan multilayer. Struktur sandwich merupakan struktur dasar GMR yang terdiri dari tiga lapisan dengan susunan bahan ferromagnetic / nonmagnetic / ferromagnetic (FM-NM-FM).

Struktur spin valve merupakan struktur sandwich yang diberi lapisan pengunci (pinning layer), sedangkan struktur multilayer, adalah struktur dengan pengulangan lapisan ferromagnetic / nonmagnetic (FM/NM)n dengan indeks n adalah jumlah pengulangan.

Efek GMR dalam multilayer magnetic magnet dengan rekayasa spin, struktur GMR menampilkan perubahan yang sangat besar ketika diberi medan magnet yang kecil [4]. Dalam spin valve NiO/CoFeB/Cu/CoFeB, perubahan ketebalan free layer CoFeB dengan memvariasikan kandungan boron (B). Untuk kandungan B yang kecil, rasio MR naik dengan cepat seiring naiknya tebal free layer, dan untuk kandungan B yang besar, nilai rasio MR maksimum ditunjukkan dengan ketebalan (secara kasar) rata-rata gerak bebas elektron pada lapisan maknetik [5].

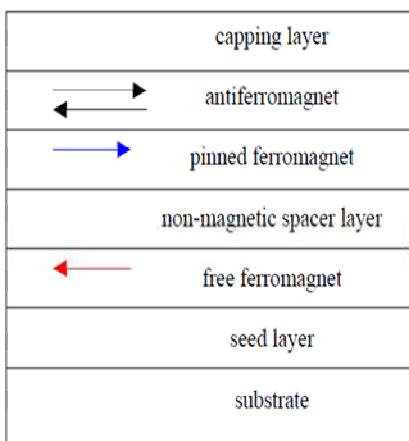
Variasi struktur lapisan tipis menyebabkan perubahan nilai resistansinya. Pada penelitian ini akan diteliti bagaimana perubahan resistance atau MR yang berbasis lapisan tipis GMR ketika dilapisi lapisan nanopartikel Fe_3O_4 dan lapisan nanopartikel Fe_3O_4 yang termodifikasi dengan polyethylen glycol (PEG).

II. EKSPERIMENT

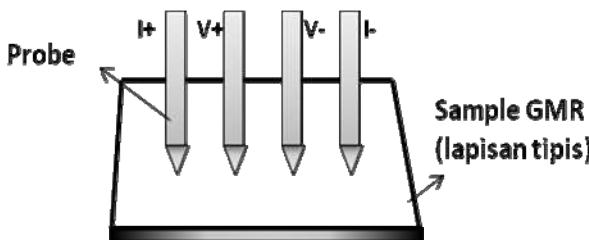
Sintesis nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan metode kopolimerisasi berbasiskan senyawa hidrat $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.005 mol, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.001 mol dan NH_4OH 10% dengan konsentrasi suhu pengadukan 60°C, kecepatan pengadukan 450 rpm, lama pengadukan 90 menit. Kemudian dimodifikasi terhadap nanopartikel hasil sintesis menggunakan *Polyethylen glicol* 4000.

Gambar 1 menunjukkan struktur *spin valve* lapisan tipis GMR dengan ketebalan masing-masing yang difabrikasi dengan metode *sputtering*. Gambar 2 adalah pengukuran MR dengan menggunakan teknik probe 4 sistem standar dilakukan pada lapisan tipis GMR, lapisan tipis GMR yang dilapisi nanopartikel Fe_3O_4 konsentrasi 4%, dan Fe_3O_4 yang termodifikasi oleh PEG konsentrasi 4%, secara berturut-turut. Penentuan konsentrasi 4% Fe_3O_4 adalah 0,4 gram Fe_3O_4 yang dilarutkan dalam 10 mL aquabides, begitu juga untuk Fe_3O_4 yang dimodifikasi dengan PEG.

Pengukuran resistivitas dengan probe 4 titik standar yaitu 2 probe tengah dihubungkan dengan Voltmeter dan 2 probe luar dihubungkan dengan sumber arus (gambar 2). Resistansinya dapat dirumuskan sebagai $R_s = (V/I)C$, dimana C bergantung pada perbedaan jarak probe. Untuk lapisan tipis yang sangat tipis dan tak berhingga, $C = \pi/\ln 2 \approx 4.5324$. Untuk sampel persegi nilai C dapat dilihat direferensi [6]



Gambar 1. Struktur *spin valve* lapisan tipis Giant Magnetoresistance (GMR)



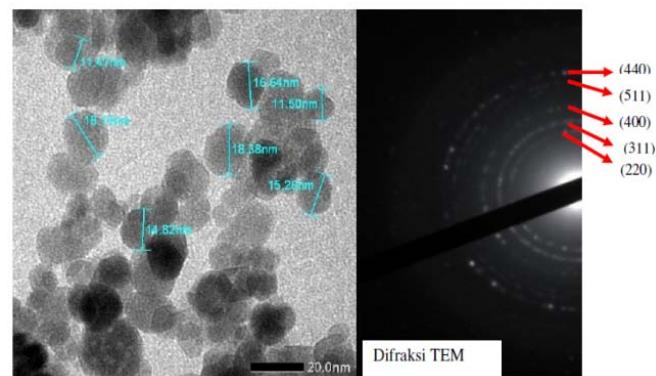
Gambar 2. Geometri pengukuran pada sampel GMR dengan metode probe 4 titik standar.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

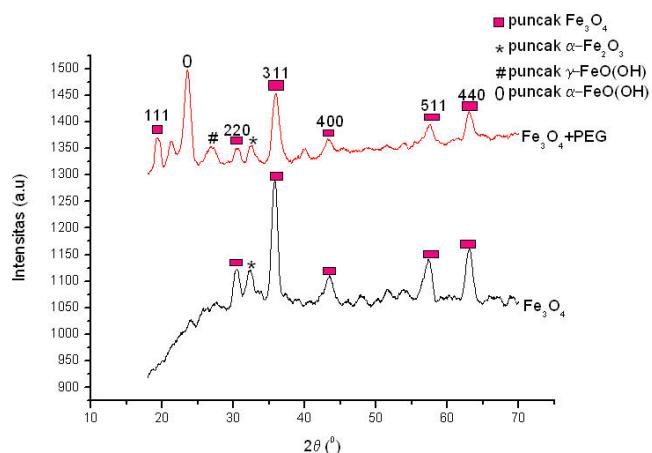
Pengkarakterisasian bahan hasil sintesis nanopartikel dilakukan melalui pengujian *Transmission Electron Microscopy* (TEM), *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Gambar 3 merupakan hasil TEM Fe_3O_4 dimana menunjukkan distribusi ukuran butir nanopartikel sekitar 10-20 nanometer yang menampilkan bentuk bulat, serta pola cincin yang mencirikan struktur kristalininya.

Pengukuran dengan menggunakan TEM menghasilkan ukuran partikel 14,27 nm, dan dengan analisis XRD terukur 14,4 nm. Pengujian dengan XRD terlihat pada gambar 6, untuk menunjukkan sifat kristalin dari bahan nanopartikel tersebut, dengan adanya puncak-puncak difraksi Fe_3O_4 : (220) (311) (400) (511) (440), dan puncak difraksi $\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{PEG}$: (111) (220) (311) (400) (511) (440). Adapun puncak-puncak difraksi yang lain seperti puncak $\alpha\text{-Fe}_3\text{O}_4$, puncak $\gamma\text{-FeO(OH)}$ dan puncak $\alpha\text{-Fe(OH)}$.

Ketika arus listrik diinjeksi terjadi proses aliran menyertai arus spin sehingga dapat merubah orientasi arus spin. Perubahan orientasi arus spin ini sangat berhubungan dengan pergerakan domain dalam bahan ferromagnetik yang kita kenal dengan fenomena Giant Magnetoresistance (GMR). Secara sederhana arus listrik yang diinjeksikan akan mengalir pada dua lapisan tipis ferromagnetik yang diselingi bahan non-magnetik. Ketika domain magnet dalam lapisan ferromagnetik berorientasi sejajar, arus listrik mengalir lebih mudah dibandingkan berlawanan arah [8].



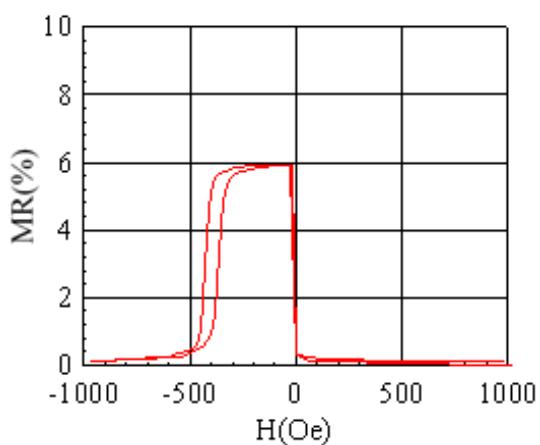
Gambar 3. Hasil TEM Fe_3O_4 yang disintesis pada suhu 60°C [7]



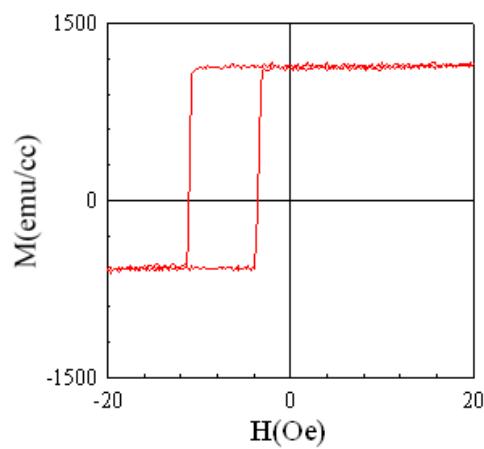
Gambar 4. Grafik XRD Fe_3O_4 dan $\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{PEG}-4000$ (Polyetilen Glikol) [7].

Kurva histerisis pada gambar 6 terlihat bahwa untuk membuat arah momen magnet termagnetasi menjadi satu arah membutuhkan medan eksernal yang kecil, ini menunjukkan bahwa lapisan tipis magnetic *free layer* FeCoB bersifat *soft magnetic* dan *easy direction*.

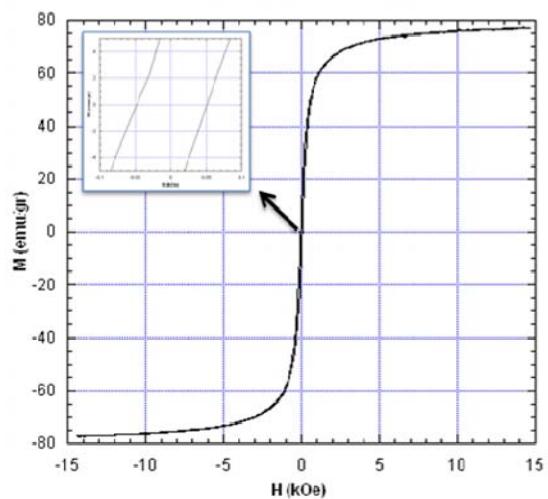
Material yang bersifat *soft magnetic*, pergeseran *domain-wall* sangat mudah ketika dipengaruhi medan eksternal. Ini menunjukkan saturasi dan permeabilitas tinggi yang medan saturasi ditentukan oleh kompisi campuran bahannya. Gambar 5 menunjukkan MR rasio untuk lapisan tipis FeCoB yang nilai rasional berkisar 6 % .



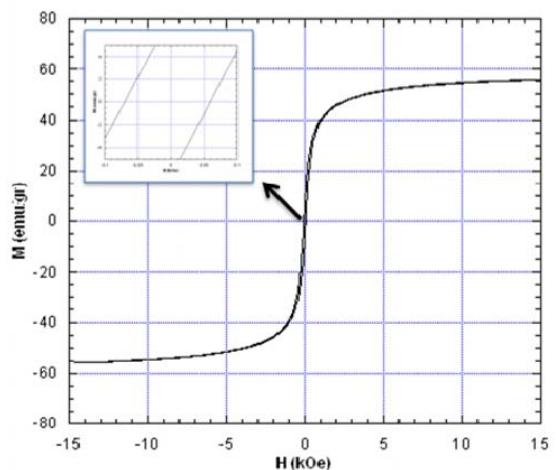
Gambar 5. MR Rasio lapisan tipis FeCoB



Gambar 6. Histerisis Loop lapisan tipis GMR



Gambar 7. Histerisis Loop nanopartikel magnetit Fe_3O_4



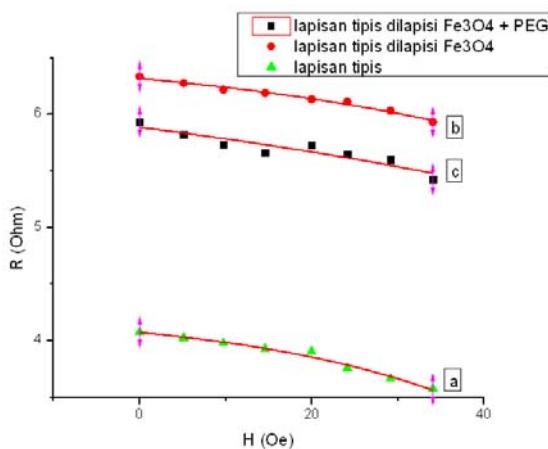
Gambar 8. Histerisis Loop nanopartikel magnetit Fe_3O_4 dimodifikasi PEG

Gambar 7 menunjukkan medan saturasi M_s berada pada nilai 68,2 emu/gr, medan koersifitas H_c sebesar 70 Oe, dan medan remanen M_r 7,7 emu/gram. Ketika medan eksternal dihilangkan pada saat mengalami saturasi, magnetisasi remanen akan cenderung mendekati nol. Maka nanopartikel Fe_3O_4 adalah bahan yang bersifat *soft magnetic* dan *hard direction*. Pergeseran *domain-wall* bahan Fe_3O_4 lebih lama dibanding dengan lapisan tipis FeCoB.

Ketika Fe_3O_4 dimodifikasi dengan PEG-4000 perbandingan 1 : 1 (gambar 8), yang bertujuan untuk merubah ukuran partikel lebih kecil menunjukkan medan saturasi M_s berada pada nilai 37,2 emu/gr, medan koersifitas H_c sebesar 60 Oe, dan medan remanen M_r 4,8 emu/gram. Ketika ukuran partikel semakin kecil maka koersifitas Fe_3O_4 akan menurun, seperti yang ditunjukkan pada gambar 7 nilai H_c 70 Oe dan gambar 8 nilai H_c 60 Oe.

Hasil pengukuran nilai *Magnetoresistance* dengan menggunakan probe 4 titik standar ditunjukkan pada gambar. Pemilihan material dan ketebalan lapisan tipis, sangat mempengaruhi nilai MR. Gambar 9a, menunjukkan grafik perubahan nilai resistance ketika dikenai medan eksternal. Resistansi bernilai 4,1 Ohm pada medan eksternal 0 Oe, dan turun secara eksponensial yang resistansinya 3,6 Ohm pada medan eksternal 34,1 Oe. Semakin besar medan eksternal menyebabkan berkurangnya nilai resistansi.

Ketika dilapisi Fe_3O_4 yang terlihat pada gambar 9b, menunjukkan pola yang sama (nilai resistansinya berkurang ketika medan eksternal bertambah), resistansi bernilai 6,336 Ohm pada medan eksternal 0 Oe, dan turun secara eksponensial yang resistansinya 5,9 Ohm pada medan eksternal 34,1 Oe. Terjadi pergeseran / peningkatan nilai resistansi $\pm 55,5 \%$. Pergeseran nilai resistansinya disebabkan oleh pergerakan *domain-wall* pada interlayer antara kedua bahan tersebut yang saling mempengaruhi, dimana lapisan free layer FeCoB yang sangat mudah termagnetisasi dipengaruhi oleh lapisan tipis nanopartikel Fe_3O_4 adalah bersifat hard direction.



Gambar 9. Hubungan Resistance R dengan Medan Magnet Eksternal H : (a) thin film GMR, (b) thin film GMR dilapisi Fe_3O_4 konsentrasi 4%, (c) thin film GMR dilapisi Fe_3O_4 yang termodifikasi PEG-4000 konsentrasi 4%.

Gambar 9c menunjukkan pola grafik eksponensial penurunan nilai resistansi ketika medan eksternal semakin besar, resistansi bernilai 5,9 Ohm pada medan eksternal 0 Oe, resistansi 5,4 Ohm pada medan eksternal 34,3 Oe. Pemodifikasi Fe_3O_4 dengan PEG-4000 menyebabkan ukuran partikel semakin kecil dan mempermudah Fe_3O_4 untuk melakukan switching atau perubahan arah magnetisasi. Nilai resistansinya bergeser sebesar $\pm 45,6 \%$. Hal ini sangat jelas ditunjukkan oleh gambar 9.

V. KESIMPULAN

Telah dilakukan sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dan nanopartikel Fe_3O_4 yang dimodifikasi dengan polyethylene Glicol (PEG-4000) yang sangat mempengaruhi ukuran partikel yang dihasilkan dan karakterisasinya menggunakan TEM, XRD dan FTIR. Kemudian, telah dilakukan pengujian *Magnetoresistance* pada lapisan tipis *Giant-Magnetoresistance* (GMR) menghasilkan pergeseran nilai resistansi sebesar $\pm 55,5 \%$, sebelum dan setelah dilapisi oleh nanopartikel Fe_3O_4 . Resistansi $\pm 45,6 \%$, sebelum dan setelah dilapisi oleh nanopartikel Fe_3O_4 yang dimodifikasi dengan PEG. Hal ini disebabkan karena pergerakan *domain-wall* tiap lapisan tipis berbeda, FeCoB yang *soft magnetic* (*easy direction*) sangat mudah *switching*, nanopartikel Fe_3O_4 yang *soft magnetic* (*hard direction*) mempengaruhi *switching* dari FeCoB. Perubahan ukuran nanopartikel Fe_3O_4 akibat *coating* oleh PEG menyebabkan terjadi penurunan / perubahan kecil pada pola pergerakan *domain-wall*.

PUSTAKA

- [1] A. Riyanto, Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dan Potensinya sebagai Material Aktif pada Permukaan Sensing Biosensor Berbasis SPR, *Tesis*, Program Pascasarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, 2012
- [2] Z. Barnett, Giant Magnetoresistance (ppt), University of Tennessee, 2008
- [3] C. Birlıksıven, A. Bek, H. Z. Durusoy, A Magnetization and GMR Study on Multilayered Fe/Ag/Co Thin Film, *Tr. Jurnal of Physics*, no. 13, 1999, pp. 1101-1106.
- [4] S. S. Parkin, Giant Magnetoresistance in Magnetic Nanostructures, Annual Review, Mater Sceince, no. 25, 1995, pp:307-88
- [5] Y. Shirota, S. Tsunashima, R. Imada, Y. Nomura, S. Iwata, M. Jimbo, Giant Magnetoresistance Effect in CoFeB/Cu/CoFeB Spin Valve, *Japan Journal Applied Physics*, vol. 38, part 1, no. 2A, 1999, pp:714-717
- [6] R. S. Popovic, Hall Effect Devices Magnetic Sensors and Chracterization of Semiconductors, Adam Hilger, New York. 1991
- [7] D. Listiyawati, Fabrikasi Superparamagnetic Iron Oxide Nanoparticles (SPIONs) Magnetit (Fe_3O_4) dengan Metode Kopresipitasi, *Skripsi*, Universitas Gadjah Mada, 2012.
- [8] V. Vlaminck and M. Baielleul, Characteristics of spin currents with Doppler effect. *Science* 322, 410. 2008