

Sintesis dan Karakterisasi Epoksi Nanokomposit Berpenguat Fe-Ni Nanopartikel Dengan Variasi Fraksi Berat Serta Waktu Sonikasi Untuk Aplikasi *Hybrid Capsulated Circuit*

Satrio Herbirowo

Jl.Lumba-lumba D3/12 Kunciran, Tangerang, 15144
Email : satrio.herbirowo@gmail.com

Abstrak

Nanokomposit adalah proses penggabungan dua atau lebih material antara matriks dengan *reinforced* pada skala nanostruktur untuk membentuk material baru yang lebih bermanfaat dalam industri manufaktur maupun rekayasa bahan. Nanokomposit memiliki keunggulan seperti dapat menghasilkan bahan komposit yang ringan, kuat, ramah lingkungan serta ekonomis. Pada penelitian ini, terdapat empat fraksi berat dan variasi waktu sonikasi untuk mengetahui fraksi berat terbaik dari hasil sintesis dan didapatkan nilai pengujian kekerasan dan *thermal* yang semakin meningkat seiring bertambahnya jumlah fraksi berat dari *filler* nanopartikel. Dua varian waktu sonikasi yang dilakukan untuk mengetahui waktu sonikasi terbaik dalam proses terdispersinya nanopartikel di dalam matriks epoksi resin yang berpengaruh pada sifat mekanik nanokomposit polimer yang dihasilkan dari proses sintesis dan hasil pengujian *hardness* tertinggi didapatkan pada komposisi fraksi berat 10 %wt dan waktu sonikasi 30 menit dengan nilai kekerasan sebesar 80 shore D serta memiliki nilai temperatur Tg tertinggi dari hasil pengujian *thermal* sebesar 83°C. Pada pengamatan hasil foto struktur permukaan patahan yang dilakukan terlihat nanopartikel sudah terdispersi secara homogen pada waktu sonikasi 30 menit lebih baik daripada waktu sonikasi 60 menit karena tidak timbul sifat *porous* atau void pada hasil sintesis nanokomposit.

Kata kunci : *Nanokomposit, nanopartikel, epoksi resin, waktu sonikasi, fraksi berat, hardness*

2. Metode Penelitian

1. Pendahuluan

Nanokomposit dianggap sebagai bahan revolusi industri selanjutnya. Polimer nanokomposit adalah mengidentifikasi sebuah material dengan mendispersikan *filler* skala nano ke dalam matriks polimer untuk mendapatkan komposit yang ringan, ramah lingkungan, mudah didaur ulang, biaya proses efektif, dan berorientasi pada peningkatan performa yang sesuai dengan berbagai aplikasi. Tujuan akhir dari penelitian ini adalah untuk mengidentifikasi nanokomposit yang cocok dengan komponen elektromagnetik dari sifat kekerasan tinggi, temperatur transisi gelas yang meningkat, dan morfologinya. Adapun aplikasi dalam penelitian ini adalah sebagai elektromagnetik *shielding* yang terdapat dalam komponen *Hybrid Capsulated Circuit*. Aplikasi tersebut sangat kompatibel dengan produk yang akan dibuat dalam penelitian ini yaitu berbahan Fe-Ni nanopartikel dan epoksi resin yang dapat meningkatkan nilai kekerasan dan sifat termalnya, serta dapat meningkatkan sifat listrik maupun magnetnya yang bisa meningkatkan kualitas dari aplikasi tersebut yang bisa diproyeksikan kepada perkembangan *advanced material*.

Proses pembuatan sampel menggunakan metode sintesis pencampuran lelehan yang mana digunakan bahan berupa fasa liquid yang langsung dicampurkan dan di fungsionalisasi agar menghasilkan produk tanpa cacat. Percobaan simulasi (*trial*) dilakukan untuk memprediksi berbagai parameter secara kimia dalam percobaan penelitian yang akan dianalisa serta sebagai pembandingan dengan eksperimen sesungguhnya. Adapun langkah percobaan dalam metode ini sebagai berikut :

1. Menentukan geometri dari cetakan sampel yang disesuaikan dengan alat pengujian, kemudian membuat cetakan dari bahan kaca berukuran 40 x 12 x 3 mm dengan bantuan alat pemotong kaca berupa intan dan perekat silikon rubber.
2. Menimbang secara teliti bahan resin epoksi dan Fe-Ni nanopartikel dengan komposisi 0 (*pristine epoxy*), 0.01, 0.1, 1, 10 persen berat di dalam beker gelas menggunakan neraca analitis.
3. Mencampur epoxy dengan nanopartikel di dalam beker gelas 25 mL yang ditutup dengan aluminium foil agar tidak terkontaminasi dan dibiarkan selama semalaman untuk

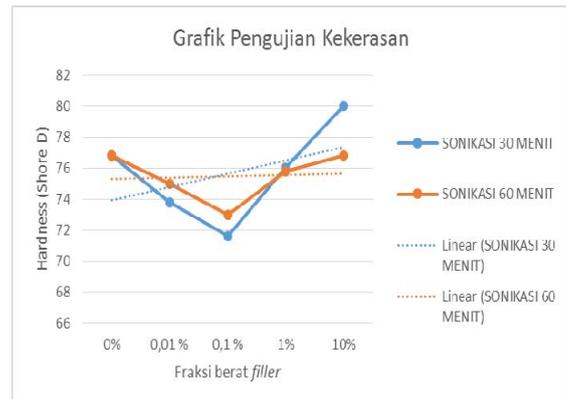
- memastikan permukaan Fe-Ni nanopartikel terbasahi oleh polimer epoksi.
4. Melakukan proses *mixing* Fe-Ni nanopartikel dan polimer epoksi resin dengan alat *magnetic stirrer* selama 6 jam dalam temperatur kamar (25°C).
 5. Menambahkan *hardener* untuk setiap sampel dengan perbandingan 2:1.
 6. Melakukan proses *mixing* kembali dengan *magnetic stirrer* selama 5 menit.
 7. Melakukan sonikasi dengan variasi waktu 30 dan 60 menit dan temperatur media air dijaga dengan kontrol temperatur bantuan es agar tidak panas yang bisa menyebabkan sampel menjadi keras dan tidak terlalu dingin yang bisa menimbulkan pengembunan maka temperatur dilakukan diantara 20-35°C.
 8. Mencetak sampel kedalam cetakan sampel untuk pembuatan spesimen.
 9. Mendinginkan sampel jangka waktu 1 hari agar proses *curing* selesai dalam temperatur kamar (25°C). Melepaskan spesimen dari cetakan dengan bantuan spatula.
 10. Melakukan pengamatan secara visual untuk memastikan pembuatan spesimen dalam keadaan baik dari segi kekerasan yang baik maupun ukuran dimensi sesuai dan nanopartikel terdispersi secara homogen.
 11. Melakukan Pengujian *Hardness Shore D*.
 12. Melakukan Pengujian *Thermal DSC*.
 13. Melakukan Pengujian Morfologi SEM-EDS.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Pengaruh fraksi berat dan waktu sonikasi terhadap hasil pengujian kekerasan

Sifat mekanik dari material komposit perlu diperhatikan karena dapat meningkatkan kualitas dari produk yang disesuaikan dengan kondisi lingkungan. Pada umumnya, dalam *Rule of Mixture Composite* dengan matriks polimer dan filler nanopartikel akan meningkatkan nilai kekerasan permukaan sebanding dengan penambahan komposisi fraksi berat dari reinforced (filler nanopartikel). [S.Ma, 2007] Dari sampel hasil sintesis epoksi Fe-Ni nanokomposit dilakukan pengujian material kekerasan jenis *Shore D Hardness* dengan metoda durometer dan standar pengujian mengacu pada ASTM D2240. Standar pengujian tersebut digunakan untuk menentukan kekerasan relatif dari bahan lunak, biasanya berupa material plastik atau karet. Pengujian ini mengukur kedalaman penetrasi indenter yang mengenai permukaan material sampel dengan kondisi pembebanan dan waktu tertentu.

Berikut adalah pembuatan grafik dari hasil data pengujian *hardness* yang didapatkan dengan sistem linear :



Gambar 1. Grafik Pengujian Kekerasan dengan standar ASTM D2240

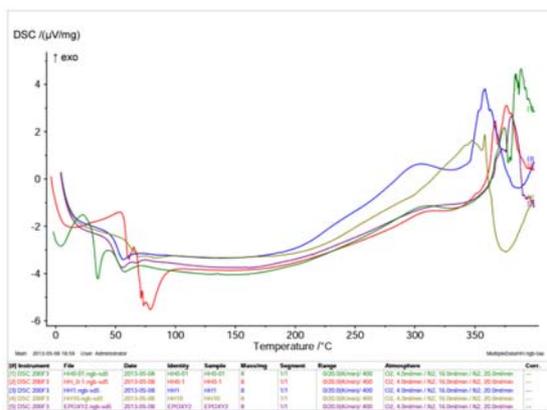
Dapat dilihat dari hasil grafik pada Gambar 1 yang diperoleh bahwa penambahan komposisi filler mempengaruhi nilai kekerasan dari spesimen secara fluktuatif, kemudian dapat dibandingkan pengaruh fungsionalisasi waktu sonikasi selama 30 menit dan 60 menit terhadap nilai kekerasannya yang mana untuk waktu sonikasi 60 menit cenderung lebih tinggi nilai kekerasannya. Karena diproyeksikan semakin lama waktu sonikasi maka proses terdispersinya filler nanopartikel semakin baik dan ikatan antar partikel semakin baik yang dapat meningkatkan nilai kekerasan dari spesimen.

Apabila dilihat dari grafik, terjadi penurunan nilai kekerasan mulai dari komposisi fraksi berat *pristine epoxy* (0 %wt filler) sampai dengan 0,1 %wt yang diakibatkan oleh terbentuknya *interface* antara matriks epoksi resin dengan Fe-Ni nanopartikel yang mana ikatan kimianya tidak membentuk *crosslinked* dengan baik yang dapat melunakkan permukaan sampel akan tetapi terjadi peningkatan kembali pada nilai kekerasan mulai dari komposisi fraksi berat 1 – 10 %wt yang disebabkan jumlah filler yang semakin banyak maka mudah terjadi proses penyerapan antar molekul yang mengakibatkan ikatan kimia *crosslinked* terbentuk dengan baik antar Fe-Ni nanopartikel dengan epoksi resin.

Dari analisa tersebut dapat diproyeksikan bahwa nilai kekerasan akan terus meningkat pada penambahan komposisi fraksi berat filler lebih dari 10 %wt, akan tetapi untuk nilai kekerasan pada komposisi fraksi berat 10 %wt dengan waktu sonikasi 60 menit kurang terjadi peningkatan yang signifikan. Jika dilihat dari *trend linear* regresi grafik maka terjadi peningkatan nilai kekerasan yang besar terhadap penambahan komposisi fraksi berat filler untuk spesimen dengan waktu sonikasi 30 menit dan peningkatan nilai kekerasan yang sedikit untuk spesimen dengan waktu sonikasi 60 menit. Oleh karena itu, fungsionalisasi waktu sonikasi cukup dilakukan dengan waktu 30 menit yang mana sudah terdispersi sempurna dan tidak ada *void* dibandingkan dengan waktu sonikasi 60 menit.

3.2. Pengaruh fraksi berat dan waktu sonikasi terhadap hasil pengujian thermal

Pengujian sifat *thermal* sama pentingnya dengan sifat mekanik dan listrik karena memberikan acuan pada hasil sintesis yang disesuaikan dengan kondisi daerah aplikasi yang akan diterapkan. Berikut adalah grafik hasil pengujian *thermal* dengan waktu sonikasi 30 menit yang didapatkan dengan nilai *heat flow* DSC di sumbu Y terhadap temperatur pemanasannya di sumbu X dan grafik di plot berdasarkan reaksi eksoterm.



Gambar 2. Grafik Pengujian *Thermal* spesimen waktu sonikasi 30 menit dengan standar ASTM E961

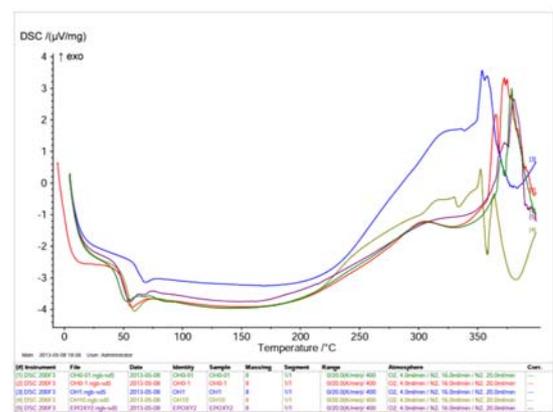
Jika dilihat dari gambar 2 yang merupakan hasil pengujian untuk waktu sonikasi 30 menit dengan variasi komposisi fraksi berat *filler* bahwa grafik yang terbentuk antara temperatur terhadap *heat flow* DSC secara eksoterm memiliki pola yang hampir sama yaitu terdapat grafik indikasi Tg dan puncak grafik sebagai terdegradasinya material spesimen yang mendekati temperatur akhirnya.

Tg menunjukkan suhu dimana suatu gelas mengalami transformasi dari padatan yang rigid menjadi cairan supercooled dan sangat viscous. Titik transisi gelas merupakan sifat penting dari gelas karena sifat ini merepresentasikan batas suhu atas dimana suatu gelas dapat digunakan dan juga memberikan suatu parameter yang dapat diukur secara cepat untuk mempelajari gelas.

Untuk identifikasi titik *Transition Glass* (Tg) dari grafik hasil pengujian dilakukan perbandingan spesimen *Pristine Epoxy* dengan nanokomposit variasi fraksi berat *filler*, penambahan *filler* cenderung meningkatkan nilai Tg secara bertahap yang terjadi di komposisi 0,01 dan 0,1 %wt yang menunjukkan pergeseran grafik Tg ke arah kanan atau lebih besar. Peningkatan nilai Tg terjadi karena penambahan Fe-Ni nanopartikel yang cukup banyak membuat penurunan laju reaksi dan meningkatkan *curing* temperatur serta menunjukkan ikatan saling silang yang efektif membuat material nanokomposit ini semakin keras.

Akan tetapi, pada komposisi 0,01 dan 0,1 terjadi ketidakstabilan *thermal* di daerah Tg yang disebabkan proses curing tidak baik akibatnya mengurangi kepadatan ikatan kimia *crosslink* efektif antara matriks dengan *filler*-nya dan mempercepat laju reaksi serta mengurangi suhu curing yang menjadikan melemahnya atau melunakkan spesimen nanokomposit yang membuat terjadinya penurunan ketahanan *thermal* pada daerah Tg. Sedangkan pada komposisi 1 %wt nilai Tg kembali menurun yang disebabkan oleh perlakuan proses sintesis yang kurang baik yang bisa dikarenakan tumbuhnya void. Hal ini juga menciptakan kelebihan volume bebas dan rantai keterikatan dalam sistem matriks dan menyebabkan penurunan nilai-nilai Tg pada komposisi fraksi berat 0,01 karena Tg dikaitkan dengan mobilitas molekul yaitu membuat molekul untuk bergerak bebas antara rantai matriks dengan rantai interface-nya. Dikarenakan spesimen menggunakan bahan termoset maka *transition melting* (Tm) tidak teridentifikasi karena spesimen ini terjadi degradasi *thermal* yang ditunjukkan puncak (*peak*) pada grafik di sekitar temperatur 350-400°C. Semakin bertambahnya komposisi *filler* maka temperatur terdegradasinya material nanokomposit semakin cepat dan semakin sedikit komposisi *filler* maka ketahanan *thermal* akan temperatur degradasi semakin lama atau semakin meningkat.

Berikut adalah grafik hasil pengujian *thermal* dengan waktu sonikasi 60 menit yang didapatkan dengan nilai *heat flow* DSC di sumbu Y terhadap temperatur pemanasannya di sumbu X dan grafik di plot berdasarkan reaksi eksoterm.



Gambar 3. Grafik Pengujian *Thermal* spesimen waktu sonikasi 60 menit dengan standar ASTM E961

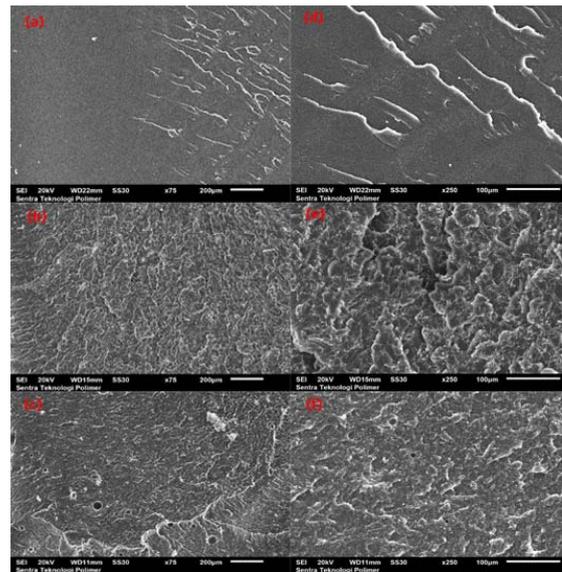
Untuk hasil pengujian *thermal* dengan waktu sonikasi 60 menit yang ditunjukkan pada gambar 3 dapat dianalisa bahwa pola grafik DSC di daerah *transition glass* (Tg) memiliki kesamaan di setiap penambahan komposisi fraksi berat *filler*. Jika dibandingkan dengan nilai Tg dari *Pristine Epoxy* maka komposisi *filler* 10 %wt terjadi penurunan

dari temperatur Tg akibat ikatan saling silang yang kurang sempurna pada saat proses curing akibatnya rantai antar molekul tidak memiliki ikatan yang kuat di tandai oleh sifat mekanik khususnya kekerasan yang menurun akibatnya ketahanan *thermal* juga ikut menurun. Tetapi pada saat penambahan *filler* 0,01 sampai 1 %wt terjadi peningkatan nilai Tg secara bertahap yang sesuai hipotesis. Dapat diidentifikasi waktu sonikasi mempengaruhi proses fungsionalisasi dari sintesis produk nanokomposit bahwa semakin lama maka *filler* semakin terdispersi dengan baik dan ikatan *crosslink* dapat membentuk dengan baik juga antara matriks epoksi dan Fe-Ni nanopartikel.

Sehingga kenaikan nilai Tg yang didapatkan pada penelitian ini dikarenakan struktur kimia dari rantai polimer yang didapatkan memiliki banyak percabangan. Dengan semakin banyak percabangan, maka ukuran partikel dan berat molekul akan meningkat yang menyebabkan volume bebasnya menjadi kecil sehingga gerak rantai-rantai terbatas. Hal inilah yang mengakibatkan nilai Tg meningkat. Faktor-faktor lain yang mempengaruhi nilai Tg adalah kondisi pada saat pengukuran atau preparasi sampel, kapasitas kalor, dan kekakuan.

Pengaruh fraksi berat dan waktu sonikasi terhadap hasil pengujian morfologi

Dari pembahasan hasil pengujian kekerasan dan *thermal* dapat dikaitkan dengan hasil pengujian morfologi yang dilakukan untuk mengidentifikasi hasil dari sintesis polimer nanokomposit dengan metode *melt blending*, kemudian melihat pengaruh dari penambahan *filler* Fe-Ni nanopartikel khususnya pada komposisi fraksi berat 10%wt yang dibandingkan dengan *pristine epoxy* dan pengaruh dari variasi waktu sonikasi. Pada gambar 4 menunjukkan pemeriksaan dari permukaan patahan *pristine epoxy* dan nanokomposit berkomposisi 10 persen berat Fe-Ni nanopartikel. Pada gambar (a) menunjukkan permukaan fraktur yang relatif halus dan pada gambar (d) yang merupakan perbesarannya struktur mikro campuran sampel teratur tanpa gelombang menunjukkan patah permukaan getas (*brittle*) sehingga untuk ketangguhan patah menjadi rendah dari epoksi nanokomposit. Mengindikasikan bahwa sintesis yang dilakukan berhasil mencampur epoxy resin dengan hardener dengan baik dan terbukti bahwa epoksi termasuk pada jenis termoset yang bersifat kaku dan getas. Kemudian gambar (b) dan (c) merupakan nanokomposit dengan material pengisi 10 persen berat nanopartikel Fe-Ni, dapat diamati bahwa terdapat struktur mikro seperti



Gambar 4. Foto struktur mikro permukaan patahan pada beberapa spesimen dan variasi perbesaran antara lain : a) *Pristine Epoxy* 75X; b) HH 10%wt 75X; c) OH 10%wt 75X; d) *Pristine Epoxy* 250X; e) HH 10%wt 250X; f) OH 10%wt 250X

gelombang atau berbentuk *flake*. Struktur ini mengindikasikan patahan berubah menjadi patahan ulet. Perbedaan antara gambar (b) dan (c) adalah perlakuan sonikasinya, pada gambar (b) dengan perbesarannya gambar (e) sonikasi 30 menit menghasilkan struktur mikro patahan seperti gelombang yang kurang rata, mengindikasikan dispersi cukup baik. Tetapi dari morfologi tidak terlihat ada void atau *bubble*, maka dapat dihubungkan dengan hasil pengujian kekerasan untuk spesimen dengan komposisi 10 %wt dan waktu sonikasi 30 menit (HH 10%) nilai kekerasannya meningkat. Tidak halnya dengan gambar (c) dapat dilihat dengan perbesarannya gambar (f) menunjukkan struktur mikro patahan seperti gelombang yang rata dan merupakan indikasi bahwa dispersi yang sangat baik berhasil dicapai. Akan tetapi, terlihat adanya void atau *bubble* yang menandakan proses *degassing* kurang baik dan butuh fungsionalisasi selanjutnya. Kaitannya dengan nilai kekerasan adalah pada 10% Fe-Ni nanokomposit dengan sonikasi 1 jam lebih rendah dibanding 30 menit, berarti material yg tanpa *defect* berupa udara yang terjebak akan menghasilkan material yang lebih keras dan *ductile*. Serta dapat dianalisa bahwa nanopartikel mengendap turun ke bawah spesimen sedangkan yang dilakukan pengujian bagian permukaan bagian atas bukannya tersebar merata dalam matriks. Hal ini ditegaskan oleh morfologi SEM dari komposit penampang dalam adhesi antara partikel dan matriks epoksi sehingga mobilitas rantai polimer ini terbatas [Wei CL,2002].

Apabila ditinjau dari perencanaan aplikasi HCC nilai karakterisasi sampel yang didapatkan sesuai dengan standar spesifikasi produk bahkan melebihi dari segi nilai kekerasan dan nilai temperatur transisi gelasnya.

4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan didapat kesimpulan sebagai berikut :

1. Nilai kekerasan yang sudah di regresi dari hasil pengujian semakin meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah fraksi berat *filler*.
2. Nilai temperatur T_g tertinggi didapatkan pada waktu sonikasi 30 menit dan komposisi *filler* 10%wt, sekaligus memiliki nilai kekerasan tertinggi sebesar 80 shore D.
3. Terdispersinya *filler* komposit nanopartikel secara homogen sudah terbentuk pada waktu sonikasi 30 menit lebih baik daripada waktu sonikasi 60 menit yang menimbulkan sifat *porous*.
4. Standar aplikasi sudah tercapai karena penelitian nanokomposit ini mampu meningkatkan sifat kekerasan dan *thermal* dari epoksi murni.

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada Bapak Adhitya Trenggono ST.,M.Sc selaku pembimbing I penelitian, Ibu Anistasia Milandia ST.,MT selaku pembimbing II penelitian, Bapak Dr. Agung Sudrajat M.Eng pemberi bahan penelitian serta M.Haris Hidayat selaku rekan penelitian yang membantu dalam penelitian.

Daftar Pustaka

- A.Yasmin. 2006. *Processing of expanded reinforced polymer nanocomposite* Northwestern University USA : ScienceDirect
- Akovali, G. 2001. *Handbook of Composite Fabrication* Ankara : Rapra Technology
- ASM Handbook, 2001, Volume 21: Composites, USA : ASM International
- Billmeyer F. Fred. 1984. *Textbook of Polymer Science*. New York : John & Willey
- Callister, W. D 2007, *Material Science and Engineering Metallurgical Engineering*, University Utah, John Wiley Sons
- Chakradhar K.V.P, et al 2011. *Epoxy/Polyester Blend Nanocomposites: Effect of Nanoclay on Mechanical, Thermal and Morphological Properties*. Malaysian polymer journal Malaysia.
- Chen, Yuanzhi. 2009. *Synthesis of iron-nickel nanoparticles via a nonaqueous organometallic route*. Elsevier, Lausanne, SWISS
- Diharjo K., Triyono. T., 2000. *Material Teknik*. UNS Press
- Fang, T.H. 2004. *Nanomechanical properties of nanocrystalline Ni-Fe mold insert*. Taiwan. Southern Taiwan University of Technology.
- Gang Sui, Soumen Jana, Amin Salehi-Khojin, Sanjay Neema, Wei-Hong Zhong, Hui Chen, Qun Huo. *Macromol. Mater. Eng.* 2007, 292, 467-473
- Gibson R.F., 1994. *Principle processing and Composite Material*, Mc-Granhill Book Company, Inc New York
- Ismail. H ., 2004 *Komposit Polimer diperkuat pengisi*. Malaysia. Universitas Sains Malaysia
- Jang, Bor Z. 1994, *Advanced Polymer Composite*. USA : ASM International
- Progelhof R.C. and Throne J.L., "Polymer Engineering Principles: Properties, Process, Tests for Design", Hanser/Gardner Publications, Inc., Cincinnati, 1993
- R.M, Jones. 1975. *Mechanics of Composite Materials*. Washington. McGraw-Hill
- S.Ma.2007. *Rapid Tooling with particulate reinforced epoxy composite*" SIMTech Technical Report : Journal Volume 8
- Seymour R.B. and Carraher C.E., "Structure-Property Relationships in Polymers", Plenum Press, New York, 1984
- Shackelford J.F.,1996, *The Mechanical Properties Composite*. Acta. Metall. 40 pp. 177-184
- Wei CL ,Tensile performance improvement of low nanoparticles filled-polypropylen composites. *ComposSciTechnol* 2002;62:1327-40
- Zhu Jiahua, et al. 2010. *Magnetic Epoxy Resin Nanocomposites Reinforced with Core-Shell Structured Fe@FeO Nanoparticles: Fabrication and Property Analysis*. American chemical