

DOI: doi.org/10.21009/03.SNF2017.02.MPS.06

ANALISIS PENGARUH TEMPERATUR *HOT PRESS* TERHADAP PENINGKATAN NILAI FRAKSI β FILM PVDF

Ahmad Novi Muslimin^{1,a)}, Ambran Hartono^{1,b)}, Arif Tjahjono^{1,c)},
Nurul Fadilah^{1,d)}, Priyambodo¹⁾

¹Program Studi Fisika Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Syarif Hidayatullah Jakarta,
Jalan Ir. H. Juanda no 85 Jakarta Indonesia 15412.

Email: ^{a)}ahmad.novi17@mhs.uinjkt.ac.id, ^{b)}ambranhartono@yahoo.com, ^{c)}ariftjahjono_07@yahoo.co.id,
^{d)}nurfad7@gmail.com

Abstrak

Film PVDF merupakan bahan piezoelektrik yang masih terus dikembangkan sebagai transduser maupun sensor piezoelektrik hingga saat ini. Hal ini disebabkan karena besarnya konstanta piezoelektrik dan keunggulan sifat mekanik yang dimiliki PVDF lebih besar daripada bahan piezoelektrik polimer yang ada. Banyaknya kebutuhan akan penggunaan film PVDF memungkinkan untuk dilakukannya pembuatan film PVDF dengan biaya produksi yang murah namun memiliki sifat piezoelektrik yang tinggi. Terdapat bermacam-macam teknik yang digunakan untuk menghasilkan film PVDF dengan nilai fraksi fasa β yang tinggi. Dalam penelitian ini dilakukan pembuatan film tipis PVDF menggunakan alat *hot press* sederhana, dengan variasi temperature *hot press* sebesar 165°C, 180°C dan 195°C dan lama waktu pemanasan selama 15, 30 dan 45 menit. Dari penelitian yang dilakukan dihasilkan film PVDF dengan ketebalan terkecil 200 μ m dan terbesar sebesar 345 μ m. Nilai fraksi β terbesar sebesar 40.47% pada temperature 180°C dengan lama waktu pemanasan *hot press* 30 menit dan nilai fraksi β terkecil diperoleh sebesar 31.05% pada temperature *hot press* 165 °C dalam waktu pemanasan 45 menit. Berdasarkan pada nilai fraksi β yang diperoleh, pada temperature *hot press* 180 °C dan waktu pemanasan 30 menit merupakan proses yang cukup baik digunakan untuk membuat film PVDF.

Kata-kata kunci: Film PVDF, *hot press*, fraksi β , piezoelektrik.

Abstract

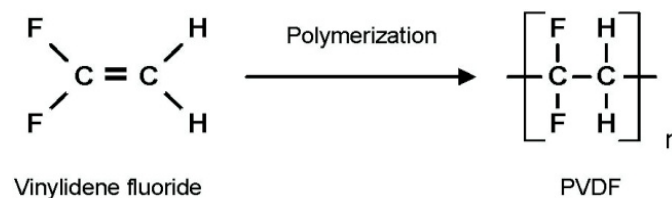
PVDF film is a piezoelectric material that is still being developed as transducer and piezoelectric sensor. It is caused by the piezoelectric constant and the mechanical properties of PVDF are larger than the existing polymer piezoelectric. The high demand for the use of PVDF films makes it possible to make low-cost PVDF films with high piezoelectric properties. There are a variety of techniques used to make PVDF films especially PVDF films that have high β -phase fractions. In this research, PVDF film was made using simple *hot press*, at temperature 165°C, 180°C and 195°C and heating time 15, 30 and 45 minutes. From the research results, PVDF film produced with the smallest thickness of 200 μ m and the largest is 345 μ m. The largest fraction of β obtained was 40.47% at 180 ° C with 30 minutes heat heating time and the smallest fraction of β obtained was 31.05% at a *hot press* temperature of 165 °C at heating time of 45 minutes. Based on the value of β fraction obtained, at a press temperature of 180 °C and a 30 minute heating time is a good process used for PVDF filmmaking.

Keywords: PVDF film, *hot press*, β fraction, piezoelectric.

PENDAHULUAN

Penelitian dan pengembangan material cerdas *polyvinylidene fluoride* (PVDF) hingga saat ini masih terus dilakukan. Tercatat dari sebelum tahun 1970 hingga tahun 1980-an, terdapat sekitar ribuan publikasi dan ratusan paten yang dihasilkan dari penelitian tentang polimer PVDF. Hal menarik dari PVDF yaitu terdapatnya sifat piezoelektrik dan pieroelektrik yang dimilikinya. Sifat-sifat tersebut telah teridentifikasi berdasarkan pada penelitian Kawai tahun 1969 mengenai sifat piezoelektrik PVDF dan penelitian Nakamura dan Wada pada tahun 1971 mengenai sifat pieroelektrik PVDF [1,2].

PVDF dihasilkan melalui proses polimerisasi radikal bebas *1,1-difluoroethylene* ($\text{CH}_2=\text{CF}_2$) yaitu sebuah monomer yang diperoleh dari sintesis *acetylene* atau *vinylidene chloride* melalui rantai ikatan *1-chloro-1,1-difluoroethane*. Secara umum polimerisasi atau proses pembentukan polimer PVDF melalui proses suspensi atau emulsi yaitu; dengan menggunakan air sebagai medium reaksi dan memberikan senyawa *peroxy* sebagai katalis untuk proses suspensi dan emulsi polimerisasi PVDF. PVDF dengan kemurnian tinggi biasanya dihasilkan dari kopolimer *vinyl fluoride*, *trifluoro ethylene*, *tetrafluoroethylene*, *hexafluoropropylene*, dan *hexafluoroisobutylene*[1].



GAMBAR 1. Proses polimerisasi PVDF [3].

Bahan polimer PVDF memiliki tiga bentuk struktur molekul padat yaitu bentuk I atau β phase, bentuk II atau α phase dan bentuk III atau γ phase. Diantara ketiga bentuk struktur molekul tersebut bentuk I atau β phase yang memberikan efek piezoelektrik yang paling besar. Bentuk fasa β ini merupakan fasa yang sangat penting bagi aplikasi piezoelektrik. Rantai-rantai bentuk β ini tersusun dalam arah sepanjang longitudinal dari sel satuan. Setiap ikatan atom karbon (C) dengan atom fluor (F) memiliki arah resultan momen dipol tertentu dan atom karbon juga berikatan dengan hidrogen (H) memiliki arah resultan momen dipol yang searah dengan resultan antara ikatan atom karbon dengan fluor. Jadi, keduanya memiliki resultan yang saling menjumlahkan sehingga bentuk fasa β memperlihatkan sifat kristal polar[4].

Metode atau teknik pembuatan film PVDF untuk memperoleh fasa β telah banyak dilakukan oleh para peneliti. Besarnya nilai fasa β yang diperoleh disajikan dalam bentuk persentase fraksi β dari jumlah keseluruhan kristal yang terbentuk. Menurut Sencadas dkk, secara sistematis persamaan perhitungan nilai fraksi β dari data FTIR maupun XRD sebagai berikut[5].

$$F(\beta) = \frac{A_{\beta}}{1.26A_{\alpha} + A_{\beta}} \times 100\% \quad (1)$$

dengan: $F(\beta)$ = Besar fraksi β yang dihasilkan

A_{α} = Luas total daerah dibawah puncak fasa α

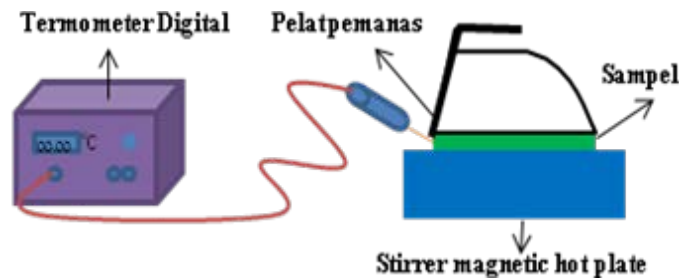
A_{β} = Luas total daerah dibawah puncak fasa β

Terdapat beberapa metode yang pernah dilakukan untuk memperoleh serta meningkatkan nilai fraksi β dalam film PVDF. Metode-metode tersebut yaitu metode *calendering*, *deep coating*, *drawing spin coating* dan *evaporasi*. Metode *deep coating* disertai *annealing* yang dilakukan oleh A.Hartono dkk pada 2013 menghasilkan nilai faraksi β sebesar 58% [6]. Metode *drawing* dan

annealing dilakukan oleh Sencadas pada 2006 diperoleh film PVDF dengan fraksi β sebesar 80% [5]. Metode *casting* dalam pembuatan film PVDF telah dikembangkan oleh Chetan dkk pada 2011 menghasilkan nilai fraksi β sebesar 62% [7]. Metode *calendaring* yang dilakukan A.Hartono dkk dan oleh Vijayakumar menghasilkan fraksi β secara berturut-turut sebesar 44% dan 74% [8,9].

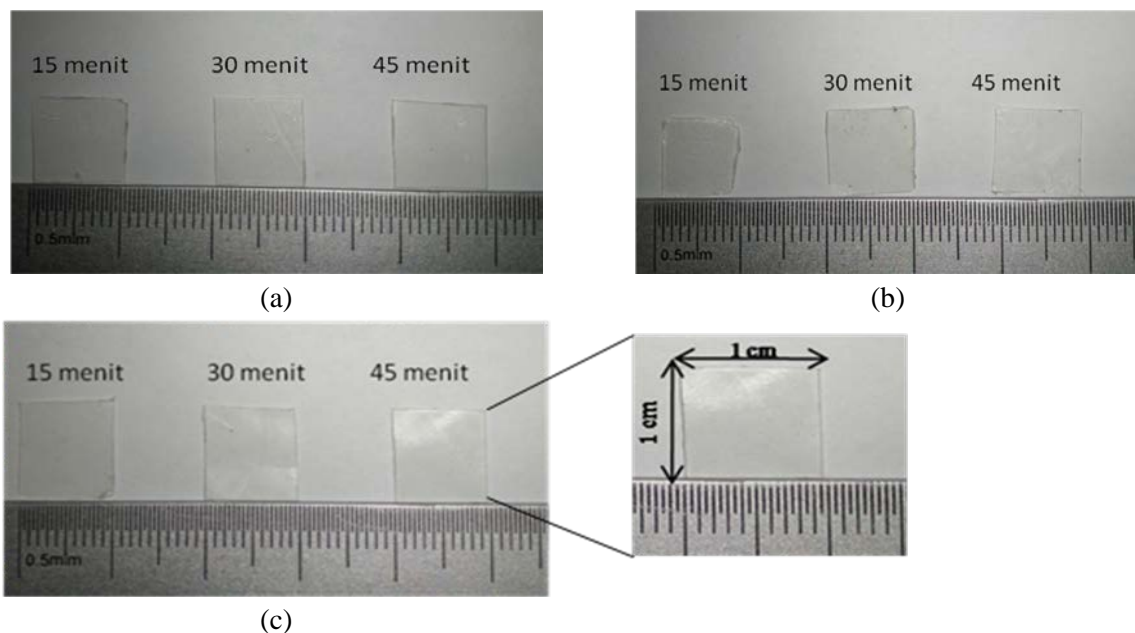
METODE

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu; Serbuk PVDF, aluminium foil, alat *hot press*, termometer digital dan micrometer sekrup. Proses pembuatan film PVDF diawali dengan *set up* alat *hot press* sederhana yang terdiri dari *stirrer magnetic hot plate* dan pelat pemanas. Skema set up alat *hot press* tersebut dapat dilihat pada gambar berikut:



GAMBAR 2. Set up alat *hot press*.

Film PVDF yang dibuat dengan menggunakan alat *hot press* dalam penelitian ini diberikan dua bentuk perlakuan. Perlakuan pertama yaitu pembuatan film PVDF dengan temperature pemanasan sebesar 165 °C, 180 °C dan 195 °C. Kemudian perlakuan kedua yaitu lamanya waktu pemanasan dibagi atas tiga variasi waktu selama 15 menit, 30 menit dan 45 menit.



GAMBAR 3. Film PVDF dengan Temperatur *hot press* : (a). 165 °C, (b).180 °C, (c).195°C

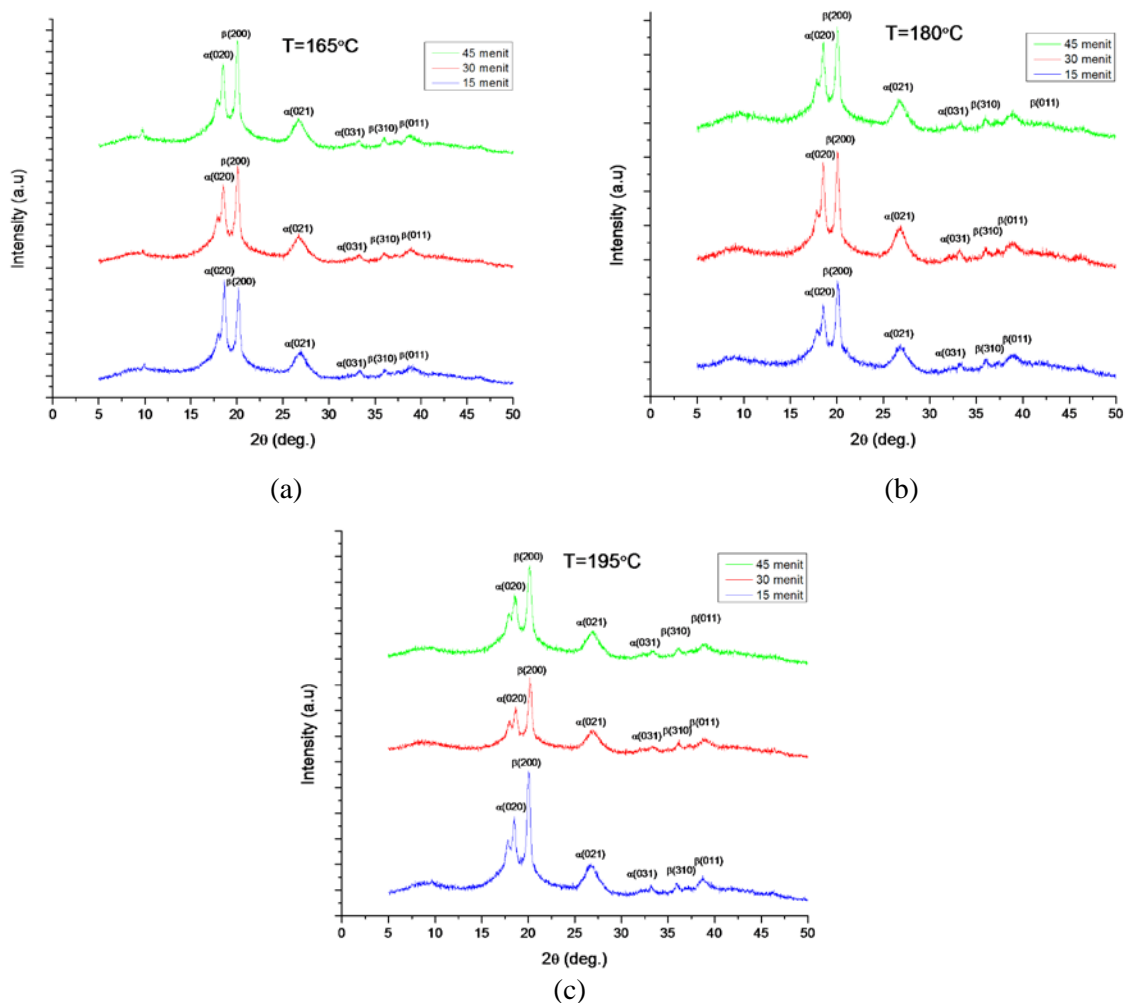
HASIL DAN PEMBAHASAN

Telah berhasil diperoleh film PVDF dengan ukuran ketebalan PVDF seperti pada tabel 1.

TABEL 1. Tebal film PVDF yang dihasilkan

Temperatur dan Waktu	165°C	180°C	195°C
15 menit	261.20µm	345.00µm	269.00µm
30 menit	249.00µm	270.00µm	220.00µm
45 menit	220.00µm	220.00µm	200.00µm

Dari tabel 1 diatas diperoleh ketebalan film PVDF dengan menggunakan *hot press* antara 200-300 µm. Ketebalan film PVDF terkecil sebesar 200 µm yaitu pada temperatur pemanasan 195°C dan lama pemanasan 45 menit. Dengan lama pemanasan *hot press* selama 45 menit dari data diatas dapat dihasilkan ketebalan film PVDF relatif sama. Berdasarkan data hasil ketebalan film PVDF diatas juga dapat terlihat perubahan ketebalan film PVDF dalam setiap temperatur pemanasan yang digunakan. Ketebalan akan mengalami penurunan ukuran seiring dengan lamanya proses pemanasan. Hal ini disebabkan kaerena waktu pemanasan sangat mempengaruhi proses pembentukan kristal pada film PVDF. Semakin lama waktu yang diberikan pada proses pembentukan kristal film PVDF maka orientasi kristal-kristal yang terbentuk akan semakin merata seiring dengan seberapa besarnya *hot press* yang diberikan dari luar. Oleh karena itu, secara ukuran film PVDF yang memiliki kualitas baik jika ditinjau dari ukuran adalah film PVDF yang dibuat pada temperature tinggi dan memiliki waktu pemanasan yang lama.



GAMBAR 4. Pola XRD film PVDF 165°C, 180°C dan 195°C.

Jika dilihat dari pola XRD yang dihasilkan (gambar 4), posisi-posisi bidang kristal fasa α dan fasa β film PVDF dapat ditentukan dengan melihat posisi 2θ setiap peak tertinggi yang dihasilkan. Menurut Hasegawa dkk: 1972 fasa α memiliki dimensi unit sell $a=4.96 \text{ \AA}$, $b=9.64 \text{ \AA}$, $c=4.62 \text{ \AA}$ dan $\beta=90^\circ$, dengan space group P2cm dan merupakan golongan kristal monoklinik (pseudo ortorombik). Fasa α dapat ditemukan pada bidang hkl (020), (021), dan (031). Dengan menggunakan spesifikasi tersebut, maka jarak antar bidang kristal (d) fasa α secara berturut-turut 4.820 \AA , 3.335 \AA dan 2.638 \AA [10]. Menurut WW. Doll dkk fasa β memiliki dimensi unit sell $a=8.58 \text{ \AA}$, $b=4.91 \text{ \AA}$, $c=2.56 \text{ \AA}$ merupakan golongan kristal ortorombik dengan space group Cm2m. Fasa β terletak pada bidang (200), (310) dan (001) dengan jarak antar bidang kristal (d) sebesar 4.290 \AA , 2.471 \AA , dan 2.560 \AA [11]. Dari pola hasil XRD bahan semi kristalin film PVDF diatas dapat dilihat bahwa pada bidang (200) fasa β memiliki peak yang tajam jika dibandingkan dengan peak-peak hasil pengukuran yang lainnya. Hal ini menandakan bahwa kristal fasa β telah terbentuk dengan sempurna.

TABEL 2. Tebal film PVDF yang dihasilkan.

Waktu (menit)	Temperatur (°C)	A_α	A_β	Fraksi β (%)
15	165	97.205	69.092	36.07
	180	171.732	140.274	39.33
	195	138.780	80.443	31.51
30	165	145.283	103.340	36.08
	180	118.097	67.496	40.47
	195	168.508	136.282	39.09
45	165	118.982	67.496	31.05
	180	163.552	129.444	38.58
	195	164.979	95.873	31.56

Nilai fraksi fasa β sampel film PVDF yang dibuat dapat dilihat pada tabel 2. Fraksi β film PVDF tertinggi diperoleh pada temperature *hot press* 180°C dengan lama pemanasan 30 menit yaitu sebesar 40.47% dan nilai fraksi β terkecil sebesar 31.05 % diperoleh pada temperature *hot press* 195°C dengan waktu yang digunakan selama 15 menit. Selanjutnya dari data tersebut juga dapat terlihat dalam setiap waktu temperatur pemanasan nilai fraksi β yang dihasilkan pada temperature 180°C mengalami peningkatan dan pada temperature 195°C nilai fraksi yang dihasilkan menurun. Waktu pemanasan *hot press* 15, 30 dan 45 menit, pada temperature 165°C hingga 180°C nilai fraksi β yang dihasilkan mengalami peningkatan sedangkan pada temperatur 195°C nilai fraksi β yang dihasilkan mengalami penurunan dari nilai sebelumnya. Hal ini dapat terjadi karena pada temperature 165°C pembentukan kristal fasa β belum sepenuhnya terbentuk sehingga kemampuan molekul PVDF untuk menyelaraskan orientasi dipole-dipole pada rantai ikatannya masih mengalami hambatan.

Menurut Nakamura dkk pada temperature 180°C polarisasi spontan balik film PVDF terjadi dengan ditandai adanya perputaran molekul disekitar sumbu rantai ikatan dan akan ditemukan energi barrier yang sangat tinggi. Pada temperature tersebut juga memungkinkan untuk dilakukannya proses poling film PVDF [12]. Berdasarkan pada pendapat tersebut maka temperatur 180°C merupakan temperature yang baik digunakan untuk memperoleh nilai fraksi β yang cukup tinggi. Penurunan nilai fraksi β pada temperature 195°C menandakan pada temperatur tersebut pembentukan kristal fasa β mengalami penurunan, hal ini disebabkan karena pada temperature tinggi tersebut, atom-atom pada kristal mengalami vibrasi yang sangat tinggi dan memungkinkan untuk meniggalkan kisi kristalnya.

PENUTUP

Berdasarkan hasil dari penelitian yang dilakukan dihasilkan ketebalan terkecil film PVDF sebesar $200 \mu\text{m}$ dengan temperatur *hot press* $195 \text{ }^\circ\text{C}$ dan lama pemanasan 45 menit. Ketebalan terbesar dihasilkan sebesar $345 \mu\text{m}$ dengan temperature *hot press* $180 \text{ }^\circ\text{C}$ dan waktu pemanasan 15 menit. Nilai fraksi terbesar diperoleh sebesar 40.47% pada temperature *hot press* $180 \text{ }^\circ\text{C}$ dengan lama pemanasan 30 menit dan nilai fraksi terkecil diperoleh sebesar 31.05% pada temperature *hot press*

165 °C dengan lama pemanasan 45 menit. Besarnya nilai fraksi yang diperoleh menandakan besarnya sifat piezoelektrik yang dihasilkan dari film PVDF yang telah dibuat dengan alat *hot press* sederhana.

REFERENSI

- [1] A. J. Lovinger, "Poly(vinylidene fluoride)," *Developments in crystalline polymers-1*, pp. 195-273, 1982.
- [2] H. Kawai, "The piezoelectricity of poly (vinylidene fluoride)," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 8, no. 7, p. 975, 1969.
- [3] C. Parmer. (2006, Agustus) Cole-Parmer, Fluid Handling and analysis. [Online]. <http://www.coleparmer.com/TechLibraryArticle/828>
- [4] A. Hartono, "Pengembangan Material PVDF Untuk Sensor Reaksi Kimia dan Contoh Penggunaannya Untuk Mengukur Kadar Glukosa," Ph.D. dissertation, FMIPA, ITB, Bandung, 2015.
- [5] R Sencadas *et al.*, " α -to β Transformation on PVDF films obtained by uniaxial stretch," *Materials science forum*, vol. 514, pp. 872-876, 2006.
- [6] A. Hartono *et al.*, "Preparation of PVDF film using deep coating method for biosensor transducer applied," in *Instrumentation, Communications, Information Technology, and Biomedical Engineering (ICICI-BME), 2013 3rd International Conference on*, Bandung, 2013, pp. 408-411.
- [7] V. C. Chetan and P. J. Jyoti, "Electrospun PVDF/BaTiO₃ nanocomposites: polymorphism and thermal emissivity studies," *International Journal of Plastics Technology*, vol. 15, no. 1, pp. 1-9, 2011.
- [8] A. Hartono, "Poly (vinylidene fluoride) thin film prepared by roll hot press," *IOSR Journal of Applied Physics*, vol. 3, pp. 7-11, 2013.
- [9] R. P. Vijayakumar, D. V. Khakhar, and A Misra, "Studies on α to β phase transformations in mechanically deformed PVDF films," *Journal of applied polymer science*, vol. 117, no. 6, pp. 3491-3497, 2010.
- [10] R. Hasegawa *et al.*, "Crystal Structures of Three Crystalline Form of Poly (vinylidene Fluoride)," *Polymer Journal*, vol. 5, no. 3, pp. 600-610, 1972
- [11] W. W. Doll and J. B. Lando, "Polymorphism of poly (vinylidene fluoride). III. The crystal structure of phase II," *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, vol. 4, no. 2, pp. 309-329, 1970.
- [12] K. Nakamura and Y. Wada, "Piezoelectricity, pyroelectricity, and the electrostriction constant of poly (vinylidene fluoride)," *Journal of Polymer Science Part A-2: Polymer Physics*, vol. 9, no. 1, pp. 161-173, 1971.