

## Analisis Nilai Fraksi $\beta$ dari Film Tipis Polimer Komposit PVDF/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ terhadap Konsentrasi $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Gizelda Larasati Anindita <sup>†</sup>, Ambran Hartono, Ryan Rizaldy

Program Studi Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah  
Jakarta, Jalan. Ir. H. Djuanda No.95, Cempaka Putih, Ciputat, Kota Tangerang Selatan, Banten 15412,  
Indonesia

[†gizelda.larasati15@mhs.uinjkt.ac.id](mailto:gizelda.larasati15@mhs.uinjkt.ac.id)

### Abstrak

Film tipis telah dibuat dengan mengompositkan PVDF yang berperan sebagai matriks dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang menjadi pengisi dengan menggunakan metode celup sederhana. Penelitian ini dilakukan dengan pengujian XRD setiap sampel dengan 4 variasi konsentrasi 2%, 4%, dan 6% dari  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  untuk diketahui pengaruh konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terhadap nilai fraksi  $\beta$ . Hasil pengujian menunjukkan bahwa film tipis dengan variasi konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  masing-masing memiliki nilai fraksi  $\beta$  sebesar 57,8%; 70,6%; dan 72,90% sedangkan untuk sampel yang tidak mengandung  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki nilai fraksi  $\beta$  sebesar 55,80%. Hasil ini menunjukkan pengaruh penambahan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dapat meningkatkan sensitivitas karena rantai PVDF yang akan mengalami perubahan dalam konformasi polimer dan menjadikan fase  $\beta$  lebih dominan.

**Kata Kunci:**  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Film Tipis, Komposit, Polimer, PVDF.

### Abstract

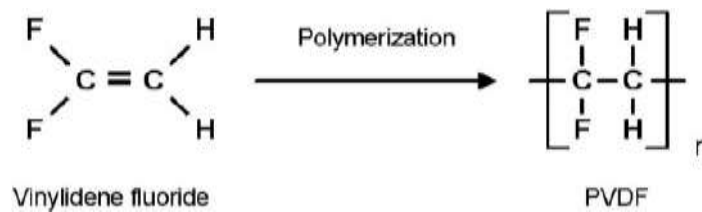
Thin films have been made by composing PVDF which acts as a matrix and  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  which becomes a filler by using a simple dipping method. This research was conducted by XRD testing of each sample with 4 variations, the concentration of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  are 2%, 4%, and 6% to determine the effect of the  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  concentration on the  $\beta$  fraction value. The results showed that thin films with variations of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  concentrations had a  $\beta$  fraction value of 57.8%; 70.6%; and 72.90% while sample that not contain  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  have a  $\beta$  fraction value of 55.80%. These results indicates the effect of adding  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  can increase the sensitivity of PVDF because the chain will changes in polymer conformation and make the  $\beta$  phase more dominant.

**Keywords:** Composite,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , Polymer, PVDF, Thin Film.

DOI : 10.15408/fiziya.vi1.15020

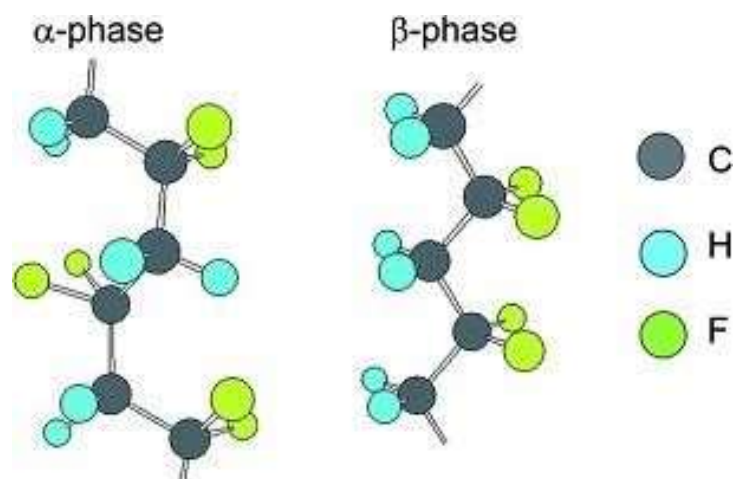
## PENDAHULUAN

Perkembangan film tipis berbahan dasar polimer banyak yang dikompositkan dengan menggunakan bahan lainnya. Teknologi pembuatan dan pemanfaatan film polimer meningkat pesat, terutama polimer *polyvinylidene fluoridae* (PVDF). PVDF adalah bahan yang biasanya digunakan untuk aplikasi yang membutuhkan kemurnian tinggi bila dibandingkan dengan *fluoropolymer* lainnya, ia lebih murni, lebih kuat, dan tahan terhadap pelarut asam. PVDF lebih mudah meleleh karena memiliki titik leleh yang rendah. PVDF dapat disintesis dari gas monomer VDF melalui proses polimerisasi radikal bebas [1]. PVDF adalah polimer semi-kristal, termoplastik *fluoropolymer* dengan kemurnian tinggi. Bahan ini memiliki stabilitas termal, ketahanan kimia yang baik dan sifat piezoelektrik serta piroelektrik yang sangat baik diantara polimer lainnya [2].



**Gambar 1.** Struktur Molekul dari PVDF [1].

PVDF juga memiliki sifat tidak mudah larut dan sifat listrik yang dihasilkan dari polaritas gugus  $\text{CH}_2$  dan  $\text{CF}_2$  bolak-balik pada rantai polimer. Struktur polimer PVDF dinamakan dari 1.1 *difloroethylene* ( $\text{CH}_2 - \text{CF}_2$ ) sedangkan monomernya adalah  $\text{CH}_2 = \text{CF}_2$  [3]. Terdapat lima fasa kristal berbeda terkait dengan konformasi rantai yang berbeda dan dikenal sebagai  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ , dan  $\epsilon$  [2]. Bahan ini banyak dimanfaatkan dalam aplikasi elektronik yang membutuhkan bahan dengan sifat piroelektrik maupun piezoelektrik yang baik. Penelitian tentang sifat piezoelektrik PVDF masih dikembangkan, baik dalam hal meningkatkan bahan piezoelektrik dan analisis parameter fisik yang terkait dengan fraksi  $\beta$  sampel maupun dalam penerapannya pada sensor. Pada Gambar 2. fase  $\beta$ , ikatan C – F adalah polar dan momen dipol tertinggi diperoleh dengan menyelaraskan semua dipol polimer dalam arah yang sama, sesuai dengan fase  $\beta$  dari PVDF. Sedangkan pada gambar fase  $\alpha$ , momen dipol kristalit  $\alpha$  diorientasikan dalam arah yang berlawanan, menghasilkan polarisasi netto nol [4].



**Gambar 2.** Struktur Alfa dan Beta-Fase PVDF [4].

Perkembangan ini dikarenakan fasa  $\beta$  pada PVDF memiliki sifat piezoelektrik yang paling baik [4]. Penggunaan PVDF sebagai matriks dalam pembuatan komposit adalah salah satu parameter kunci untuk berbagai aplikasi. Salah satu material yang digunakan sebagai pengisi untuk membuat komposit PVDF ini adalah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (*magnetite*) yang telah banyak

digunakan diberbagai bidang karena sifat elektrik dan magnetik yang unik. Material  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  memiliki sifat unggul dan potensi aplikasi yang bagus dalam bidang *baterai lithium-ion*, *wastewater treatment*, dan *drug delivery* [5]–[7]. Sifat dari *bulk magnetite* (fisik, struktur, termal, elektrik, dan magnetik) ini yang menjadi pertimbangan dalam berbagai aplikasi sesuai dengan kebutuhan.

Menggunakan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebagai *filler* dengan tujuan membuat struktur magnetoelektrik nanokomposit berbasis polimer. Material magnetoelektrik menjadi menarik untuk diteliti lebih lanjut karena menjanjikan untuk desain untuk perangkat multifungsi. Material ini dipilih untuk melengkapi sifat film tipis yang dibuat dari polimer PVDF yang telah memiliki sifat feroelektrik, piezoelektrik, piroelektrik dan sifat optik yang non-linear [8].

## METODE

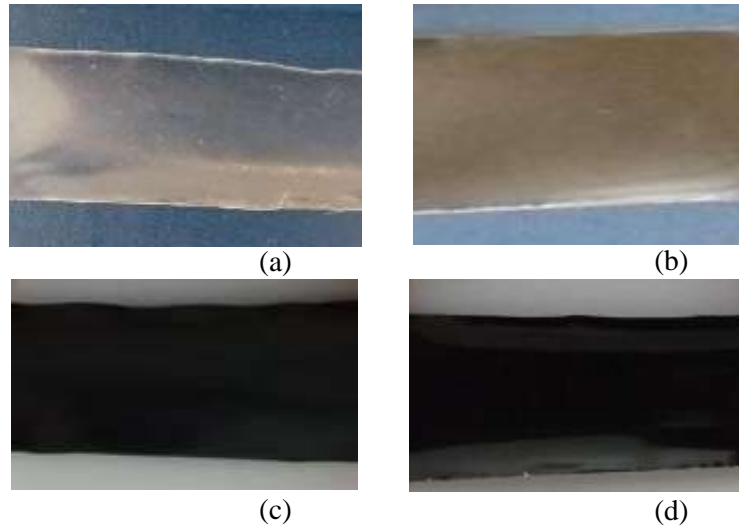
Penelitian yang dilakukan berupa eksperimen yang meliputi pembuatan material PVDF/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan berbagai konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , karakterisasi fase, dan perhitungan nilai fraksi  $\beta$  pada material. Sintesis material PVDF/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dilakukan menggunakan metode *sol gel*. Konsentrasi PVDF yang dilarutkan oleh Dimetilformamida (DMF) sebesar 10% konsentrasi dan ditambahkan sejumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang telah ditentukan dengan variasi fraksi berat pengisi 2%, 4%, dan 6% konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dalam matriks PVDF dengan kode sampel G0, G1, G2, dan G3. Penggunaan Dimetilformamida (DMF) dimaksudkan agar kristalisasi PVDF membentuk fase  $\beta$  [8]. Kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Pembuatan sampel dimulai dengan menimbang bahan, melarutkan bahan, proses pencelupan dengan alat celup sederhana, pengeringan menggunakan oven, dan pengujian yang meliputi karakterisasi XRD yang diperoleh menggunakan radiasi  $\text{Cu K}_\alpha$  ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ) untuk  $2\theta$  dari  $5^\circ$  sampai  $80^\circ$  dalam *X-Ray Diffractometer* tersebut akan diolah untuk mengetahui nilai fraksi  $\beta$  pada sampel yang dihitung berdasarkan Persamaan (1).

$$F(\beta) = \frac{A_\beta}{1,26A_\alpha + A_\beta} \times 100 \quad (1)$$

dengan  $F(\beta)$  yang menunjukkan besar fraksi  $\beta$  yang dihasilkan,  $A_\beta$  dan  $A_\alpha$  yang masing-masing merupakan luas total daerah di bawah puncak  $\beta$  dan puncak  $\alpha$ .

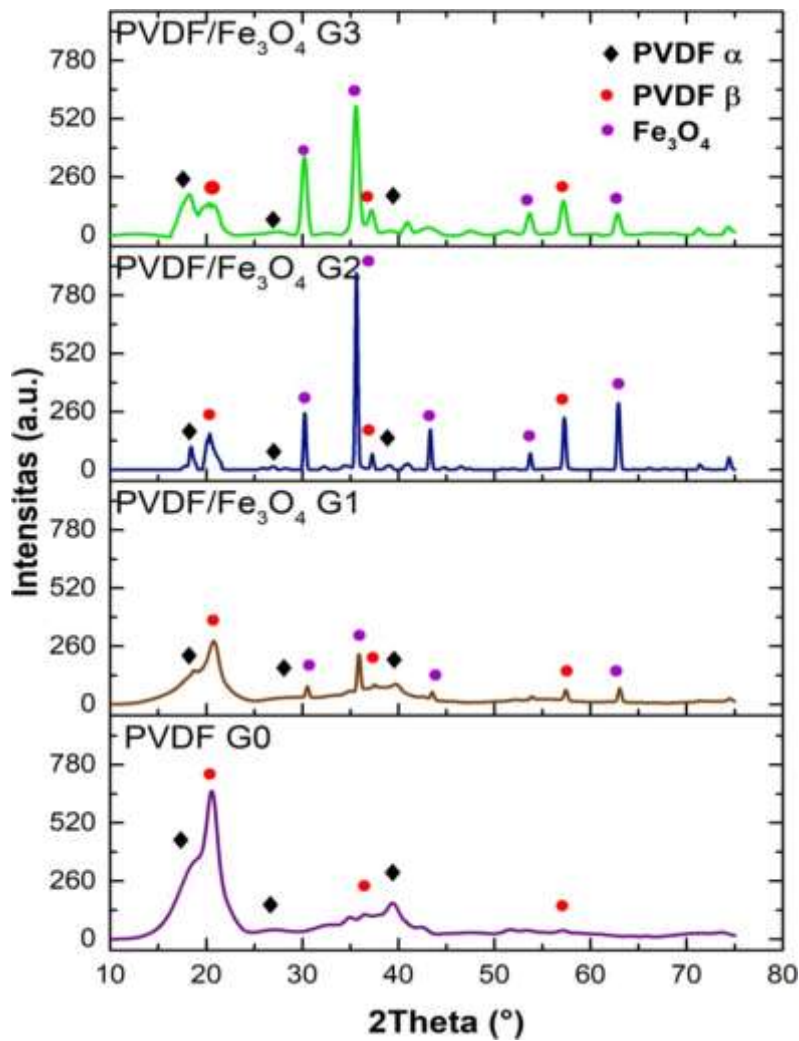
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Sampel film tipis yang telah dibuat sesuai dengan alur penelitian terdapat 4 sampel dengan konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang berbeda. Hasil sampel film tipis G0 yang tidak mengandung  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  akan terlihat transparan Sedangkan untuk tiga sampel lainnya, film tipis akan terlihat berbeda karena tidak transparan melainkan berwarna hitam. Hal ini disebabkan karena film tipis sampel G1, G2, dan G3 mengandung  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebagai *filler*-nya seperti yang ditunjukkan pada gambar 3 di bawah ini:



**Gambar 3.** Film Tipis Sampel (a) G0, (b) G1, (c) G2, dan (d) G3.

Hasil karakterisasi sampel yang merupakan film tipis PVDF dengan dan tanpa filler menunjukkan pola grafik yang dipertegas dengan analisis menggunakan metode *rietveld* yang merujuk pada referensi [9],[10] seperti gambar 4.



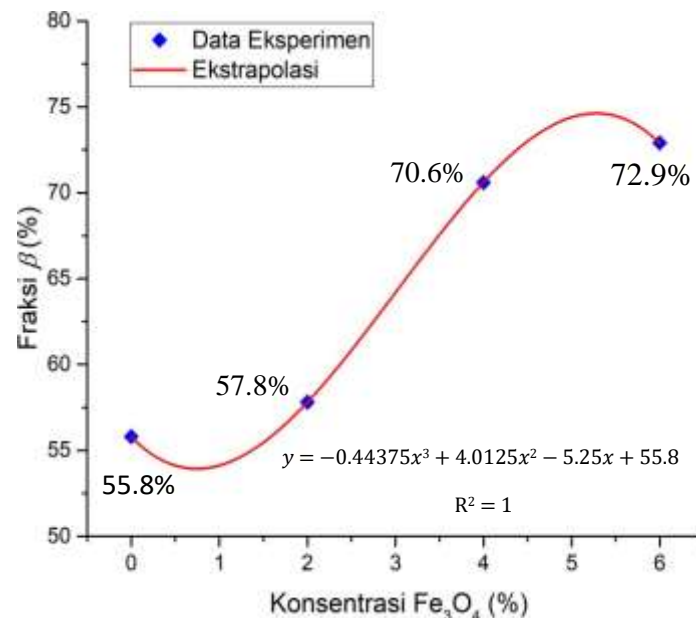
**Gambar 4.** Hasil Pola XRD dari PVDF/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Grafik menunjukkan fase  $\alpha$ , fase  $\beta$ , dan puncak  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat dilihat pada sudut-sudut yang telah ditandai. Intensitas puncak yang sesuai dengan fase  $\beta$  lebih kuat daripada fase  $\alpha$ , menyiratkan dominasi fase  $\beta$  pada fase PVDF. Dari grafik hasil XRD dapat kita ketahui pada sudut berapa saja yang merupakan fase dari PVDF dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Perubahan bentuk grafik film tipis yang hanya menggunakan PVDF saja kini dapat terlihat dengan adanya puncak-puncak yang menunjukkan keberadaan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada film tipis yang telah dikompositkan. Selain itu, tidak ada puncak baru yang ditemukan dalam pola kecuali untuk mereka dari PVDF dan partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , yang menunjukkan bahwa tidak ada fase baru yang dihasilkan. Berdasarkan hasil dari karakterisasi XRD dapat dianalisa nilai fraksi  $\beta$  menggunakan program-program tertentu. Pada penelitian ini peneliti menghitung nilai fraksi  $\beta$  yang dihasilkan dari pembuatan film tipis PVDF/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebagai berikut:

**TABEL 1.** Fraksi  $\beta$  Film Tipis PVDF/  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Nama Sampel	Konsentrasi $\text{Fe}_3\text{O}_4$	Nilai $F(\beta)$
Sampel G0	0%	55,8%
Sampel G1	2%	57,8%
Sampel G2	4%	70,6%
Sampel G3	6%	72,9%

Hasil perhitungan yang dilakukan menunjukkan peningkatan nilai fraksi  $\beta$  seiring dengan peningkatan konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dapat lebih jelas terlihat pada grafik Gambar 5.



**Gambar 5.** Grafik Nilai Fraksi  $\beta$  dari Film Tipis PVDF/  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Namun, berdasarkan perhitungan grafik nilai fraksi  $\beta$  dapat terlihat bahwa konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 6% telah menunjukkan penurunan nilai, dimana nilai maksimum konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang didapat menggunakan persamaan ekstrapolasi adalah 5,2% dengan nilai fraksi  $\beta$  sebesar 74,6%. Hal ini mengindikasikan adanya pengaruh penambahan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  terhadap nilai fraksi  $\beta$  pada film tipis. Penambahan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ke dalam rantai PVDF akan membuat perubahan dalam konformasi polimer sedemikian rupa sehingga kontribusi dari fase  $\alpha$  berkurang dan fase  $\beta$  meningkat, ini memastikan dominasi fase  $\beta$  dari fase dalam sampel komposit. Nilai fraksi  $\beta$  yang lebih tinggi menghasilkan derajat keteraturan yang lebih baik sehingga entropi akan turun dan menyebabkan peningkatan sensitivitas serta efek polarisasi pada sampel dengan cara membantu memperbaiki matriks PVDF.

## PENUTUP

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa penambahan konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada pembuatan film tipis dapat mempengaruhi karakteristik nilai fraksi  $\beta$  yang terlihat pada perhitungan dan grafik hasil uji XRD dimana terdapat konsentrasi  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang menghasilkan nilai fraksi  $\beta$  maksimum dan kemudian nilainya akan kembali menurun. Hasil analisis ini menunjukkan adanya peningkatan sensitivitas yang disebabkan oleh rantai PVDF yang akan mengalami perubahan dalam konformasi polimer sedemikian rupa sehingga kontribusi dari fase  $\alpha$  berkurang dan fase  $\beta$  meningkat, ini memastikan dominasi fase  $\beta$  dari fase dalam sampel komposit.

## REFERENSI

- [1] A. Hartono, S. Satira, M. Djamal, R. Ramli, H. Bahar, and E. Sanjaya, "Effect of Mechanical Treatment Temperature on Electrical Properties and Crystallite Size of PVDF Film," *Adv. Mater. Phys. Chem*, vol. 3, 2013, pp. 71–76, 2013.
- [2] A. Hartono, S. Satira, M. Djamal, and E. Sanjaya, "Poly ( vinylidene fluoride) Thin Film Prepared by Roll Hot Press," *Adv. Mater. Phys. Chem*, vol. 3, no. 1, pp. 7–11, 2013.
- [3] L. Andrew, "Poly-(vinylidene Fluoride)," New Jersey, Bell Lab, 1981.
- [4] A. Hartono, S. Satira, and M. Djamal, "Characterization Analysis of PVDF Thin Films Fabricated Using Deep Coating Machines," *Adv. Mater. Phys. Chem*, vol. 149, pp. 129–132, 2018.
- [5] J. M. H. and J. Spalek, "Electronic properties of  $\text{NiS}_2$ –?  $\text{Se}$ ? single crystals: from magnetic mott–hubbard insulators to normal metals," *Chem. of Materials*, vol. 10, no. 10, pp. 2910–2929, 1998.
- [6] K. C. N. R. Rao, S. R. C. Vivekchand, "Synthesis of inorganic nanomaterials," *Dalt. Trans.*, no. 34, pp. 3728–3749, 2007.
- [7] M. Z. and G. Diao, "Synthesis of porous  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanospheres and its application for the catalytic degradation of xylenol orange," *J. Phys. Chem. C*, vol. 115, no. 39, pp. 18923–18934, 2011.
- [8] T. Prabhakaran and J. Hemalatha, "Ferroelectric and magnetic studies on unpoled Poly ( vinylidene Fluoride )/  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  magnetoelectric nanocomposite structures," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 137, no. 3, pp. 781–787, 2013.
- [9] Claassen A A, "Proceedings of the Physical Society", London, no. 38. p. 482-487. 1926.
- [10] R.Hasegawa, Y.Takahashi, Y.Chatani, H.Tadokoro, *Polymer Journal*, Tokyo, no. 3, p. 600. 1972.