Akreditasi LIPI Nomor : 536/D/2007 Tanggal 26 Juni 2007

APLIKASI RESIN EPOKSI SEBAGAI MATRIKS PADA PEMBUATAN KOMPOSIT MAGNETOSTRIKTIF TERFENOL-D

Aloma Karo Karo, Ari Handayani dan Sudirman

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

ABSTRAK

APLIKASI RESIN EPOKSI SEBAGAI MATRIKS PADA PEMBUATAN KOMPOSIT

MAGNETOSTRIKTIF TERFENOL-D. Aplikasi bahan magnetostriktif pada frekuensi tinggi memerlukan resistivitas yang tinggi dari bahan yang digunakan. Resin epoksi adalah salah satu yang sesuai untuk dipakai sebagai perekat bahan magnet karena bersifat insulator, perekat kuat dan mudah diproses. Karena epoksi sangat kental maka diperlukan perlakuan pengenceran resin epoksi dengan pelarut hidrofobik sehingga memungkinkan memperoleh fraksi volume bahan magnet yang optimum pada pembuatan komposit magnetostriktif Terfenol-D. Juga diamati pengaruh pemanasan (*curing*) yang dilakukan akhir proses pembuatan komposit terhadap kekerasan dan nilai magnetostriksi (λs) komposit. Fraksi volume serbuk magnet tertinggi dalam komposit diperoleh sebesar 80% untuk Terfenol-D dengan nilai magnetostriksi (λs) maksimum sebesar 580 *ppm*. Proses *curing* berperan dalam mengurangi porositas, meningkatkan kekerasan, menghasilkan kurva magnetostriksi yang halus dan memperbaiki sifat magnetostriktif komposit tersebut.

Kata kunci: Magnetostriksi, Epoksi, Magnet, Curing

ABSTRACT

APPLICATION OF EPOXY RESIN AS A MATRIX ON MAGNETOSTRICTIVE TERFENOL-D

COMPOSITE SYNTHESIS. Application of magnetostrictive Terfenol-D on high frequency requires material with high resistivity. Epoxy resin is suitable to be used as bounded magnetic material especially because it has insulator characteristic, strong adhesive and easy to be processed. Because epoxy is too viscous it need to be diluted with hydrophobic solvent to make it possible to get optimum fraction volume magnetic material on composite magnetostriktif Terfenol-D production process. Effect of the curing process at the end of the sample preparation to the hardness and magnetostriksi (λ s) composite value is also observed. The highest magnetic powder volume fraction on composite is 80 % for Terfenol-D with magnetostriksi (λ s) maximum value 580 ppm. The curing process has a function in reducing porosity and increase the hardness and give a smooth magnetostriction curve but also improves the magnetostrictive properties of the composite.

Key words: Magnetostrictive, Epoxy, Magnetic, Curing

PENDAHULUAN

Berdasarkan definisi, komposit atau materi komposit merupakan suatu materi yang tersusun atas lebih dari dua elemen penyusunnya. Komposit bersifat heterogen dalam skala makroskopik. Bahan penyusun komposit tersebut masing-masing memiliki sifat yang berbeda, dan ketika digabungkan dalam komposisi tertentu terbentuk sifat-sifat baru, yang disesuaikan dengan keinginan [1]. Matriks adalah bagian dari komposit, yang mengelilingi partikel penyusun komposit, yang berfungsi sebagai bahan pengikat partikel dan ikut membentuk struktur fisik komposit. Matriks tersebut bergabung bersama dengan bahan penyusun lainnya, oleh karena itu secara

tidak langsung mempengaruhi sifat-sifat fisis dari komposit yang dihasilkan. Beberapa sifat dan kelebihan yang dimiliki oleh resin sebagai matriks dalam komposit antara lain ketahanannya terhadap pelarut-pelarut organik, ketahanan terhadap panas, oksidasi, dan kelembaban, ringan, serta kemudahannya dalam modifikasi dan pembuatannya. Selain itu, terdapat beberapa kelebihan sifat mekanik yang dimiliki oleh resin antara lain meliputi modulus elastisitas, kekuatan tensile, tekan dan shear. Penggunaan jenis resin tertentu dalam pembuatan suatu komposit banyak ditentukan oleh tujuan pembuatan komposit tersebut [2].

Resin Epoksi merupakan polimer termoset yang banyak digunakan sebagai salah satu bahan dalam pembuatan komposit. Keunggulan yang dimiliki resin epoksi ini adalah ketahanannya terhadap panas dan kelembaban, sifat mekanik yang baik, tahan terhadap bahan-bahan kimia, sifat insulator, sifat perekatnya yang baik terhadap berbagai bahan, dan resin ini mudah diproses [3].

Penelitian tentang sifat-sifat magnetoelastisitas sudah dimulai pada bahan-bahan feromagnet lunak sejak pertengahan abad 19. Namun perkembangannya sangat lambat. Baru pada awal abad 20, dengan ditemukannya INVAR (36,4% at Fe-Ni) yang mempunyai magnetostriksi volume besar, ada sedikit kemajuan dalam penelitian tersebut, khususnya yang menelaah sifat magnetostriktif. Pada sekitar tahun 1930-1940, aplikasi teknologi bahan magnetostriktif feromagnet lunak mulai dikenal, seperti oscilator, torquemeter dan sonar. Namun segera sesudah itu, aktivitas litbang bahan magnetostriktif feromagnet lunak menurun, karena ditemukannya bahan-bahan keramik piezoelektrik yang lebih unggul. Baru pada tahun 1960-an, aktivitas tentang magnetostriksi meningkat kembali ketika diamati magnetostriksi sangat besar pada Dy dan Tb di suhu rendah [4]. Magnetostriksi tersebut 100 kali hingga 10.000 kali yang dikenal sebelumnya pada saat itu dan melebihi unjuk keria bahan piezoelektrik. Tidak heran bahwa sejak itu, terjadi peningkatan besar-besaran dalam aktivitas riset di bidang magnetostriksi.

Terfenol-D (${\rm Tb}_{0.3}{\rm Dy}_{0.7}{\rm Fe}_2$) dikenal sebagai bahan yang bersifat magnetostriktif unggul, bahan ini mempunyai potensi untuk digunakan sebagai komponen transduser, actuator dan motor [5]. Sifat magnetostriktif yang terbaik dari Terfenol-D diperoleh ketika bahan tersebut dalam bentuk kristal tunggal namun sintesis kristal tunggal Terfenol-D ini sangat sulit, sehingga banyak cara dilakukan untuk mengoptimalkan pembuatan polikristal Terfenol-D biarpun mutunya lebih rendah dari kristal tunggalnya [6]. Salah satu cara tersebut adalah dengan pembuatan komposit Terfenol-D bermatriks polimer. Aplikasi komposit magnetostriktif pada frekuensi tinggi memerlukan suatu bahan dengan tahanan jenis yang tinggi, dalam hal ini matriks komposit harus bersifat insulator dan resin epoksi sangat sesuai untuk digunakan sebagai matriks.

Tujuan dari penelitian ini adalah optimalisasi pembuatan komposit magnetostriktif Terfenol-D bermatriks resin epoksi, juga dipelajari pengaruh perlakuan pemanasan *curing* terhadap kualitas komposit yang dihasilkan.

METODE PERCOBAAN

Bahan

Resin epoksi, Epoksi 7120 dan bahan pengeras versamid diperoleh dari PT. Justus Chemical dengan

kualitas teknis, Toluen, Serbuk Terfenol-D yang digunakan dibuat dengan metode Reduksi-Difusi [7]. Serbuk Terfenol-D di sintesis di laboratorium Bidang Karakterisasi dan Analisis Nuklir, Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir, BATAN.

Prosedur Pembuatan Terfenol-D [7]

Pembuatan cuplikan Terfenol-D dilakukan berdasarkan prosedur berikut : Pertama, serbuk-serbuk oksida Tb, Dy dan serbuk besi masing-masing ditimbang sesuai jumlah dan perbandingan yang diinginkan. Jumlah Tb $_4$ O $_7$ bervariasi antara 2 gram hingga 5 gram. Jumlah serbuk-serbuk yang lain disesuaikan menurut perbandingan molar dalam reaksi kimia.

Kemudian serbuk-serbuk tersebut dicampur sampai rata dengan cara digerus dalam mortar, dalam media Argon. Setelah rata, ditambahkan Ca dan NaCl sebanyak 10% dari berat total bahan awal. Fungsi dari NaCl adalah mempermudah terjadinya difusi. Campuran bahan-bahan awal tersebut kemudian dimasukkan ke dalam cawan terbuat dari bahan steinles steel, lalu ditutup. Cawan tersebut dimasukkan ke dalam tungku tabung yang lalu ditutup rapat. Udara dalam tabung dipompa keluar dan diganti dengan gas Argon *UHP*, *flasing* dilakukan sebanyak tiga kali, sebelum dipanaskan. Sampel dipanaskan pada suhu di atas 842°C, namun di bawah titik leleh Terfenol-D selama 4 jam hingga 6 jam.

Diharapkan setelah 4 jam hingga 6 jam, reaksi difusi sudah sempurna dan paduan sudah terbentuk. Setelah itu, cuplikan didinginkan sampai suhu kamar, masih dalam media gas Argon *UHP*.

Prosedur Pembuatan Komposit Terfenol-D-Epoksi

Pembuatan komposit Terfenol-D-epoksi dilakukan dalam kondisi matriks (epoksi: versamid = 1:1). Serbuk Terfenol-D ditambahkan pada campuran homogen dari resin epoksi dan bahan pengeras versamid di dalam gelas arloji, diaduk hingga homogen, didiamkan selama 8 menit, kemudian dimasukkan kedalam *dies* berdiameter 0,6 cm, dan tinggi 2 cm, lalu diberi tekanan 2 ton. Setelah 2 jam dalam tekanan, komposit yang terbentuk dikeluarkan dan dipanaskan dalam *oven* selama 5 jam pada suhu 80 °C. Perbandingan berat serbuk Terfenol-D: matriks disesuaikan sehingga diperoleh komposisi fraksi volume Terfenol-D 50 %, 75 % dan 80 %.

Untuk pembuatan komposit dengan fraksi volume serbuk magnet tinggi (diatas 50 % (v/v)), maka bahan perekat (epoksi:versamid) yang digunakan diberikan perlakuan pengenceran dengan toluen untuk menurunkan viskositasnya sehingga tetap mampu mengikat serbuk meskipun jumlahnya sedikit.

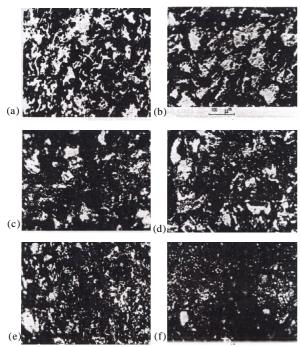
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian sebelumnya kondisi matriks yang optimum diperoleh pada perbandingan antara resin epoksi dengan bahan pengerasnya (versamid) adalah 1:1, kondisi ini tetap dipertahankan dalam pembuatan komposit dengan fraksi volume (f_v) magnet yang tinggi (80%). Peningkatan fraksi volume magnet dapat diperoleh dengan menggunakan sesedikit mungkin bahan perekat polimer dan sebanyak mungkin serbuk magnet, akan tetapi tentu saja ada keterbatasan dari polimer untuk dapat berfungsi sebagai perekat.

Tabel 1. Komposisi serbuk Terfenol-D dan bahan perekat.

No	Serbuk Terfenol D (g)		Versamid (g)	Toluen	f _v (%)	Rapat Jenis g/cm ³
1	2,4004	0,1506	0,1506	50 ul	47,76 (~50)	6,21
2	2,4002	0,0500	0,0501	100 ul	74,88 (~75)	7,03
3	2,7005	0,0403	0,0402	100ul	80,66 (~80)	6,60

Dari Tabel 1 dapat dilihat fungsi pelarut toluena dalam bahan perekat, data ini menunjukkan penggunaan toluen sebagai pelarut bahan perekat harus seminimal mungkin (terkontrol), karena pelarut berlebih dapat merusak bahan perekat, sehingga kemampuan bahan perekat mengikat serbuk magnet menurun. Dari bentuk tampilan fisik, penggunaan pelarut toluen dapat meminimalkan udara yang terperangkap di dalam matriks polimer pada saat mengering. Juga penggunaan pelarut toluen ikut mempengaruhi waktu *curing*, sifat fisik dan mekanik matriks (bahan perekat) tersebut.



Gambar 1. Foto mikroskop optik (200x) dari permukaan komposit Terfenol-D: (a) f_v 50%-atas, (b) f_v 50%-bawah, (c) f_v 75%-atas, (d) f_v 75%-bawah, (e) f_v 80%-atas dan (f) f_v 80%-bawah

Gambar 1 menunjukkan foto mikroskopi optik dari permukaan sisi atas dan bawah untuk komposit Terfenol-D dengan fraksi volume serbuk masing-masing 50 %, 75 % dan 80 %, yang sudah dipotong sepanjang 9 mm dari ukuran semula 12 mm. Terlihat bahwa kedua sisi permukaan tersebut tampak sama untuk ketiga jenis komposit tersebut. Ini menandakan bahwa bagian komposit yang telah dipotong tersebut relatif homogen dari sisi distribusi serbuk di dalam perekatnya. Di samping itu, tampak bahwa tidak ada lagi lubang-lubang yang berbentuk lingkaran, ciri adanya porositas. Jadi penekanan telah berhasil mengurangi porositas, paling tidak dalam batas deteksi yang telah dilakukan.

Meskipun demikian, tampilan komposit f_v 50 % lebih halus dibanding f_v 75 % atau f_v 80 %, fotonya pun tampak lebih jelas. Foto-foto komposit f_v 75 % dan f_v 80 % tampak kabur, karena permukaan cuplikan tidak rata. Ini disebabkan ketika sampel dipotong dan dipoles sebelum pengambilan foto, ada partikel-partikel serbuk yang lepas dari perekatnya. Jadi untuk komposit dengan fraksi volume tinggi, kualitas adhesi antara matriks dan serbuk Terfenol-D masih kurang sempurna.

Tabel 2. Data kekerasan mikro vickers komposit terfenol-D

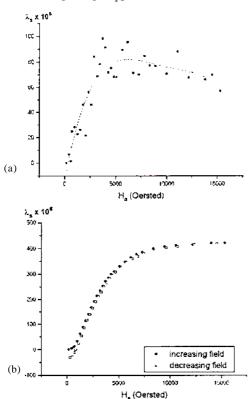
No	Cuplikan	HVN		
1	Komposit 50%, permukaan atas			
	Polimer	54,84 (5,9)		
	Partikel Serbuk	180,96 (46,3)		
2	Komposit 50%, permukaan bawah			
	Polimer	47,71 (10,1)		
	Partikel Serbuk	183 (129)		
3	Komposit 75%, permukaan atas			
	Polimer	75,05 (19,6)		
	Partikel Serbuk	333,74 (39)		
4	Komposit 75%, permukaan bawah			
	Polimer	67,79 (11,9)		
	Partikel Serbuk	214,19 (32,9)		
5	Komposit 80%, permukaan atas			
	Polimer	63,26 (11,3)		
	Partikel Serbuk	318,25 (36,4)		
6	Komposit 80%, permukaan bawah			
	Polimer	62,85 (9,2)		
	Partikel Serbuk	222,84 (13,5)		

Tabel 2 menunjukkan data pengujian kekerasan mikro yang dilakukan pada kedua permukaan tiap komposit, baik polimer maupun serbuk, masing-masing sebanyak tiga kali. Dari data tersebut terlihat bahwa ada kecenderungan peningkatan kekerasan dengan naiknya f_v. Ini dapat dimengerti sebagai akibat peningkatan kuantitas partikel serbuk yang lebih keras dibanding polimer didalam komposit. Tidak ada peningkatan kekerasan ketika konsentrasi volume serbuk dinaikkan dari 75 % ke 80 %. Dengan memperhatikan data kekerasan komposit 75 % dan 80 %, terlihat bahwa ada sedikit perbedaan kekerasan ketika penjejakan dilakukan pada komposit dipermukaan atas dan bawah. Ini bisa disebabkan oleh adanya perbedaan kerapatan serbuk dalam perekat antara kedua permukaan tersebut, suatu

yang belum tampak dari karakterisasi mikroskopi cahaya saja. Kemungkinan penjelasan untuk hal ini adalah ; ketika penekanan dalam alat press dilakukan, polimer cenderung mengalir kearah bawah, sehingga di bagian bawah relatif lebih banyak polimernya dan lebih kecil kekerasannya.

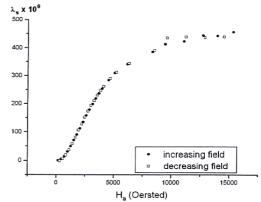
Pengaruh Curing

Hasil pengukuran berupa kurva λ_s terhadap medan luar (H_a) dari dua macam komposit ditampilkan pada Gambar 2. Komposit yang pertama adalah yang telah mengalami proses pemanasan (*curing*) pada suhu 80 °C selama 5 jam dan yang kedua adalah yang tidak mengalami pemanasan. λ_s yang ditampilkan adalah setelah dikurangi harga λ_s pada medan luar nol.



Gambar 2. Data Magnetostriksi (λ s) terhapap medan magnet Luar cuplikan komposit terfenol-D: (a) tidak mengalami *curing*, (b) mengalami *curing*

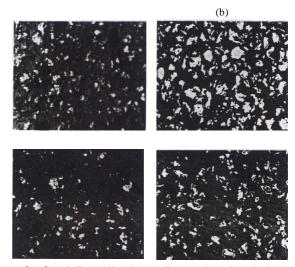
Dari hasil tersebut tampak jelas bahwa komposit Terfenol-D yang telah dipanaskan pada tahap akhir pembuatan menampilkan kurva magnetostriksi yang teratur (kurva b). Sedangkan data λ_s dari komposit yang tidak mengalami pemanasan sangat tidak beraturan, seolah-olah tidak ada korelasi antara partikel satu dan yang lainnya dalam muatan. Dengan kata lain, matriks polimernya belum bertindak sebagai pengikat. Hal ini dikonfirmasi dengan membandingkan profil kurva λ_s dari cuplikan Terfenol-D (Gambar 3). Dari perbandingan tersebut tampak jelas bahwa komposit Terfenol-D yang telah mengalami *curing* mempunyai profil yang sama dengan *bulk* Terfenol-D. Hal ini menguatkan dugaan



Gambar 3. Kurva magnetostriksi terhadap medan luar Ha cuplikan Terfenol-D yang telah dianil

bahwa tahap *curing* sangat penting untuk menghasilkan komposit yang berlaku sebagai *bulk materials*.

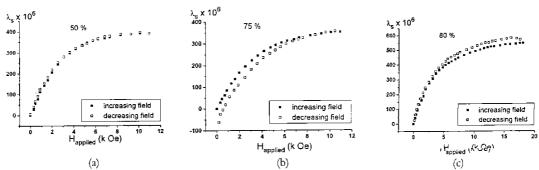
Gambar 4 menunjukkan hasil pengamatan dengan mikroskop optik, dapat dilihat bahwa pada komposit porositas semakin berkurang pada Terfenol-D *cured* bila dibandingkan dengan komposit Terfenol-D *uncured*. Hal ini diduga sebagai akibat dari proses pemanasan yang dilakukan pada komposit Terfenol-D *cured*. Pada saat pemanasan, gaya adhesi dari muatan serbuk dan matriks semakin bertambah sebagai akibat dari gerak molekul di dalam komposit yang cenderung lebih aktif. Gaya adhesi yang semakin bertambah ini membuat porositas dalam komposit menjadi terdesak keluar dari komposit sehingga jumlahnya didalam komposit menjadi berkurang. Dugaan ini didukung oleh hasil karakterisasi yang lain yaitu uji kekerasan mikro dan pengukuran magnetostriktif.



Gambar 4. Foto mikroskop optik permukaan bawah dan atas dari komposit Terfenol-D, (a) uncured dan (b) cured

Gambar 5 menunjukkan data magnetostriktif dari komposit Terfenol-D dengan variasi f_v , yaitu 50 %, 75 % dan 80 %. Terlihat bahwa telah terjadi peningkatan harga maksimal λ_s ketika f_v dinaikkan dari 50 % ke 80 %. Gambar tersebut menunjukkan nilai magnetostriktif λ_s paling tinggi sekitar 580 ppm untuk komposit Terfenol-D fraksi volume 80 %. Namun

Aplikasi Resin Epoksi Sebagai Matriks Pada Pembuatan Komposit Magnetostriktif Terfenol-D (Aloma Karo Karo)



Gambar 5. Data Koefisien Magnetostriktif λ_s fungsi Medan Magnet Luar untuk Komposit Terfenol-D dengan fraksi volume (fv): (a) 50%, (b) 75% dan (c) 80%

demikian, untuk sampel dengan f_v 75 %, diperoleh harga maksimal λ_s yang lebih kecil dibandingkan dengan sampel f_v 50 %. Hasil ini menyimpang dari asumsi semula, yang menduga nilai λ_s sampel f_v 75 % berada antara f_v 50 % dan f_v 80 %. Juga diperoleh, harga kerapatan jenis (lihat Tabel 2) cuplikan dengan fv 75 % lebih besar dibandingkan dengan fv 80 %.

KESIMPULAN

Kesimpulan yang dapat diambil dari analisis data kekerasan, magnetostriktif dan pengaruh *curing* adalah:

- a) Peningkatan volume fraksi magnet pada komposit berhasil dilakukan hingga f_v 80 % dengan nilai magnetostriktif λ_c 580 ppm.
- b) Hasil uji magnetostriktif dan uji kekerasan menunjukkan bahwa proses *curing* dapat mengurangi porositas komposit, meningkatkan gaya adhesi antara serbuk Terfenol-D dengan matriks epoksi sehingga berlaku sebagai suatu *bulk*.

DAFTARACUAN

- [1]. KREVELEN, D.W. VAN., Properties of Polymers, Their Correlation With Chemical Structure, Their Numerical Estimated and Prediction From Additional Group Contributions, 3rd Ed. Elsevier Science B.V-Amsterdam, Nederlands (1994)
- [2]. ARNOLD, C. A., HERGENROTHER, P. M., MCGRATH, J. E., An overview of Organic Polymer Matrix resins for Composites, Composites Application, The Role of Matrix, Fibre, and Interface, VCH Publishers, Inc., (1992)
- [3]. FRED W. BILLMEYER, JR., Texbook of Polymer Science, 3^{Ed.}, John Wiley & Sons, (1994) 445-446,470-471
- [4]. DARNELL, F.J., Phys. Rev., 132 (1) (1963) 128
- [5]. M.I.MAYA FEBRI, IVONNE.M.L, DJOKO TRIYONO, Y. YAMAGUCHI, H. YAMAGUCHI, Preliminary Investigation of Magnetostriction of Terfenol-D Composites Made of Powder Obtained by the RD Method, *Prosiding Pertemuan Ilmiah* Sains Materi III, Serpong, (1998) 161-165

- [6]. CLARK, A.E, Magnetostrictive RE-Fe2 Intermetallic Compounds, in: Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths, Ed. K.A. GSCHNEIDER, JR. and L.EYING, North Holland Publishing Company, (1979) 246-247
- [7]. M.I.MAYA FEBRI, ALOMA KARO KARO dan DJOKO TRIYONO, Penelitian dan Pengembangan Teknologi Proses Pembuatan Bahan Unggul Magnetostriktif (Tb,Dy)Fe₂, *Laporan Akhir Riset Unggulan Terpadu V.3/42*, (2000)