

KARAKTERISASI MATERIAL POLIMER PVDF DENGAN POLARISASI PERMUKAAN

Aditya Nugraha, Masri Bin Ardin, dan Rivandra Rezani

Teknik Perawatan dan Perbaikan Mesin Politeknik Negeri Subang, Subang-Indonesia Jl. Arif Rahman Hakim No.8 (Islamic Centre), Cigadung, Subang, Jawa Barat 41211.

Telp. (0260) 417648

E-mail: aditya@polsub.co.id

Abstract

Polyvinylidene fluoride (PVDF) is one type of polymer. PVDF is commonly used as a force, heat and strain sensors due to its piezoelectric properties. However, it needs a special process to create the piezoelectric properties of PDVF. One of the special process to create the piezoelectric properties is surface polarization of PVDF. Two electrodes were placed on the surface of PVDF and a high-voltage DC electricity was used for polarization process. In this study, Piezoresponse Force Microscopy (PFM) and Fourier Transformed Infrared (FTIR) was used to determine the results of the surface polarization. The results showed that PVDF with lateral polarization has a more orderly domain direction and a higher β phase compared to unpolarized PVDF. In addition, the quality decreased with increasing the electrode distance in the lateral polarization.

Keywords: PVDF, Surface Polarization, PFM, FTIR.

PENDAHULUAN

Polyvinylidene fluoride (PVDF) adalah bahan *fluoropolymer* yang memiliki sifat piezoelektrik dan sifat pyroelektrik yang kuat. Bahan ini banyak digunakan karena memiliki sifat kekakuan yang rendah, respon yang baik, fleksibel, dan ringan. Oleh karena itu, dalam beberapa dekade terakhir, PVDF telah banyak digunakan sebagai sensor dan aktuator [1-4]. Material PVDF diketahui memiliki tiga bentuk struktur molekul yaitu fase α , fase β dan fase γ . Di antara tiga struktur tersebut, PVDF dengan struktur fase β yang tinggi paling banyak digunakan sebagai sensor dan aktuator karena memiliki efek piezoelektrik terbesar. Semua material PVDF dapat memiliki fase β , tetapi harus dilakukan suatu teknik fabrikasi tertentu untuk mendapatkannya. Cara agar memiliki fasa β yang tinggi PVDF harus melalui proses *stretching* (penarikan) dengan suhu tertentu dan dilanjutkan dengan polarisasi dengan listrik DC tegangan tinggi [5, 6].

Beberapa penelitian menunjukkan bahwa PVDF dapat memiliki fasa β tertinggi apabila ditarik dengan suhu 80°-90°C [5, 6]. Kestabilan dan pemerataan suhu ketika PVDF ditarik tentunya sangat berpengaruh terhadap kualitas dari PVDF. Ketika PVDF dengan fase β diberikan tegangan tinggi, akan ada sebuah

sumbu yang berorientasi ke arah sesuai dengan bidang tertentu. Sehingga struktur utama dari PVDF memiliki polaritas yang sesuai dengan orientasi arah medan listrik yang diberikan [7]. Tentunya ada beberapa arah polarisasi yang sering diterapkan pada berbagai material piezoelektrik. Arah polarisasi tersebut dilakukan sesuai kebutuhan. Namun polarisasi PVDF banyak dilakukan dengan meletakkan kedua elektroda di atas dan di bawah lapisan PVDF yang biasa disebut *thickness poling* [8, 9]. Sedangkan tidak banyak penelitian yang membahas tentang polarisasi dengan memasang kedua elektroda di atas permukaan PVDF (polarisasi permukaan). Oleh karena itu, penelitian ini mengkaji tentang PVDF dengan polarisasi permukaan. Ruang lingkup penelitian ini adalah untuk mempelajari polarisasi permukaan pada fase dan arah domain kristal PVDF. Piezoresponse Force Microscopy dan Fourier Transformed Infrared (FTIR) digunakan untuk mengetahui arah domain dan besarnya fase β .

METODE PENELITIAN

Stretching (Penarikan)

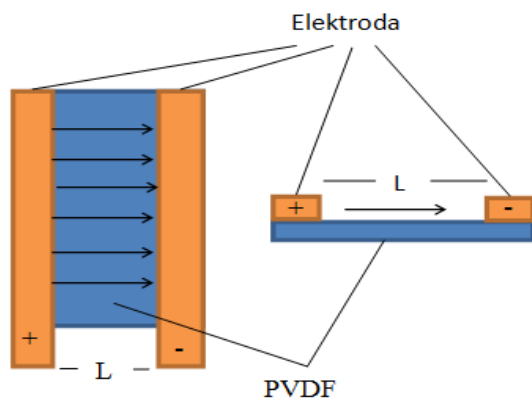
Suhu pemanasan dan rasio penarikan adalah faktor penentu yang mempengaruhi perubahan dari fase α ke fase β . Penelitian ini

menggunakan lembar tipis PVDF dengan ukuran 100x100 mm dengan ketipisan sebesar 120 μ m. PVDF ditarik di dalam mesin penarik dengan suhu tetap hingga mendapatkan rasio perpanjangan adalah 6. Dalam penelitian ini, suhu yang digunakan adalah 80°. Ketipisan rata-rata PVDF yang dihasilkan setelah dilakukan penarikan dengan rasio 6 adalah 25 μ m.

Polarisasi

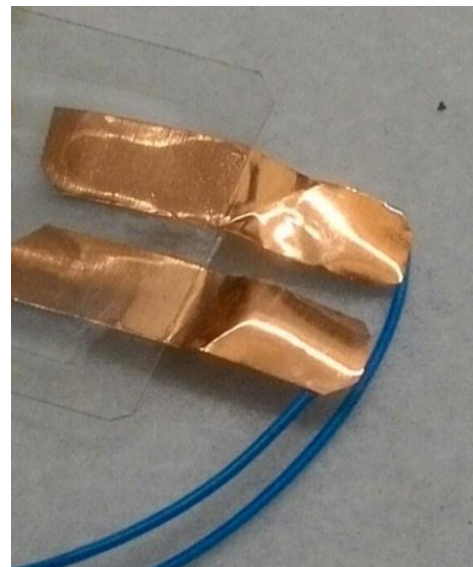
PVDF memiliki domain feroelektrik yang tidak beraturan. Melalui proses polarisasi dengan tegangan tinggi, domain feroelektrik pada PVDF berubah menjadi lebih beraturan. Kualitas polarisasi ini tentunya dipengaruhi oleh tegangan dan jarak elektroda ketika melakukan polarisasi. Material PVDF dengan arah domain yang lebih beraturan lebih baik untuk dijadikan sensor dibandingkan dengan yang tidak beraturan [5-9].

Gambar 1 merupakan gambaran bagaimana peletakan elektroda pada PVDF dan arah polarisasi yang diberikan. Proses polarisasi dalam penelitian ini menggunakan dua buah elektroda berupa lembar tembaga tipis yang direkatkan di atas permukaan PVDF. Masing-masing elektroda dipasangkan kabel agar lebih mudah melakukan proses polarisasi. Agar tidak mudah rusak, PVDF diberikan laminasi plastik.



Gambar 1. Polarisasi permukaan pada PVDF

Polarisasi dilakukan dengan nilai L (jarak elektroda) bervariasi yaitu 2, 4, 6, dan 8 mm. Polarisasi menggunakan tegangan DC sebesar 3.5 kV selama 15 menit dengan suhu ruangan. Gambar PVDF yang telah diberikan elektroda ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. PVDF dengan kedua elektroda di atasnya

Pengujian dengan Piezoresponse Force Microscopy (PFM)

Piezoresponse Force Microscopy (PFM) adalah variasi dari *Atomic Force Microscopy* (AFM). AFM adalah alat yang digunakan untuk pencitraan dan pengukuran permukaan pada suatu material. AFM memanfaatkan *cantilever* dengan ukuran yang sangat kecil. Sebuah sinar laser digunakan untuk mengukur kekasaran pada permukaan sampel. Sinar laser dipancarkan ke arah *cantilever* yang kemudian dibelokkan ke sensor fotodiode. Sistem umpan balik digunakan untuk menjaga kekonstanan dalam pengukuran [10-12].

Efek invers piezoelektrik diterapkan pada PFM. Ketika AFM sedang memindai sampel, listrik AC tegangan rendah dialirkan melalui ujung *cantilever*. Hal ini membuat bahan piezoelektrik menghasilkan deformasi pada permukaan yang sedang diukur. Material dengan domain arah ke bawah akan menyusut ketika diberikan muatan negatif. Sebaliknya, material dengan domain ke atas akan menyusut jika diberikan muatan positif pada *cantilever* [12]. Dalam penelitian ini PFM digunakan untuk melihat hasil polarisasi PVDF dalam bentuk gambar 2D. Keselarasan domain sebelum dan sesudah melakukan polarisasi dapat dilihat menggunakan alat ini.

Pengujian dengan Fourier Transformed Infrared (FTIR)

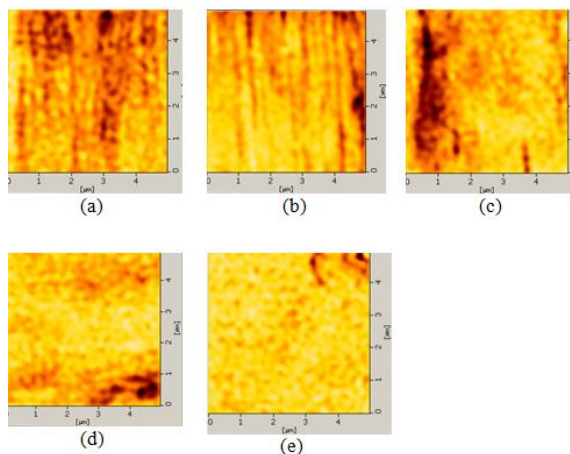
Fourier Transformed Infrared (FTIR) adalah instrumen yang dapat digunakan untuk menganalisis sampel jenis organik maupun anorganik. Dalam penelitian ini, FTIR digunakan untuk mengukur kandungan fase β pada PVDF. Rentang gelombang yang digunakan dalam pengukuran ini adalah 650-1100 cm^{-1} . Tujuan pengukuran ini adalah untuk mengetahui fraksi β pada PVDF. Fraksi β dihitung dengan Persamaan 1.

$$F(\beta) = \frac{A_{\beta}}{(X_{\beta}/X_{\alpha})A_{\alpha} + A_{\beta}} \quad (1)$$

Dimana X_{α} dan X_{β} adalah koefisien absorpsi pada bilangan gelombang masing, sementara A_{α} dan A_{β} adalah nilai absorbansi pada puncak α dan β [13].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 3 menunjukkan gambar respon piezoelektrik yang diukur secara lateral (*Lateral PFM*). Ketika mengukur dengan PFM, tinta perak (Ag) digunakan sebagai elektroda di bagian bawah PVDF yang ditempelkan dengan besi. Luas permukaan tiap sampel yang diukur adalah $5 \times 5 \mu\text{m}^2$.



Gambar 3. Pencitraan PVDF menggunakan PFM pada: (a) PVDF sebelum dipolarisasi, (b) PVDF dengan jarak polarisasi 8 mm, (c) PVDF dengan jarak polarisasi 6 mm, (d) PVDF dengan jarak polarisasi 4 mm, (e) PVDF dengan jarak polarisasi 2 mm

PFM diatur dengan tegangan AC sebesar 15V dengan frekuensi 5 KHz. Warna gelap dan terang pada gambar PFM menunjukkan polarisasi ke arah positif dan negatif [14-17]. Gambar 3a merupakan hasil tes PFM pada PVDF sebelum dilakukan polarisasi. Pada gambar 3a, tampak sangat jelas warna gelap dan terang saling berbaur, hal ini dikarenakan arah domain yang masih acak (tidak searah). Berbeda halnya dengan gambar 3(b)-3(e) yang merupakan hasil tes PVDF setelah dipolarisasi. Pada hasil tes menggunakan PFM, PVDF yang terpolarisasi terlihat warna terang lebih dominan dan mulai merata. Semakin dekat jarak elektroda ketika polarisasi, maka arah domain yang dihasilkan terlihat semakin searah dan merata.

Tabel 1 menunjukkan nilai koefisien d_{33} dari PVDF yang diukur menggunakan kurva ZV pada PFM. d_{33} adalah koefisien perubahan volume material PVDF ketika diberi tegangan. Semakin tinggi nilai d_{33} pada PVDF maka semakin baik untuk dijadikan sensor [18]. Pada tabel tersebut, terlihat nilai PVDF yang belum dipolarisasi memiliki nilai d_{33} hanya 21,81 pm/V. Sedangkan nilai d_{33} PVDF yang sudah terpolarisasi memiliki nilai d_{33} lebih tinggi. Semakin jauh jarak elektroda untuk polarisasi, maka semakin kecil nilai d_{33} -nya.

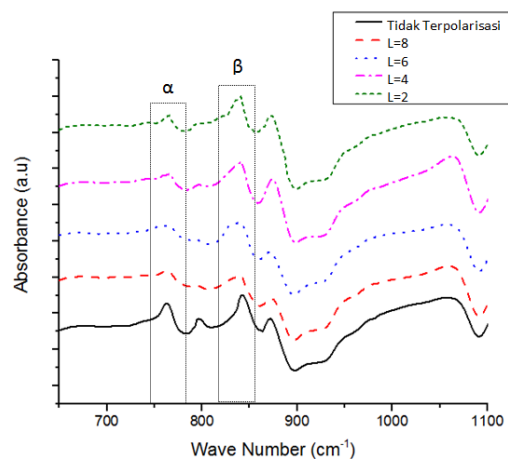
Tabel 1. Nilai d_{33} menggunakan PFM

d33 (pm/V)				
Tidak Terpolarisasi	L= 8 mm	L= 6 mm	L= 4 mm	L= 2 mm
21.81	23.25	26.67	28.21	29.47

Gambar 4 menunjukkan hasil tes PVDF menggunakan FTIR. Hasil tes tersebut terdapat puncak pada grafik yang menunjukkan adanya fraksi α dan β pada PVDF. Puncak dari fraksi α dan β tersebut berlokasi pada nilai wave number 763 cm^{-1} dan 840 cm^{-1} . Nilai wave number tersebut merupakan koefisien absorpsi (X_{α} dan X_{β}). Sedangkan nilai puncak grafik merupakan nilai absorbansi A_{α} dan A_{β} .

Tabel 2, menunjukkan besarnya nilai fraksi β dari PVDF, A_{α} dan A_{β} . Dari pengukuran FTIR, terlihat bahwa PVDF yang tidak terpolarisasi memiliki fraksi β lebih rendah dari pada PVDF yang terpolarisasi. Hal ini dapat dilihat dari jumlah persentasi fraksi β PVDF yang tidak terpolarisasi hanya memiliki fraksi β

sebesar 75,4%. Selain itu, jarak elektroda mempengaruhi nilai fraksi β . Semakin jauh jarak elektroda maka semakin kecil nilai fraksi β yang dihasilkan. Hal ini dapat terjadi karena medan polarisasi mempengaruhi tingkat fase β [19].

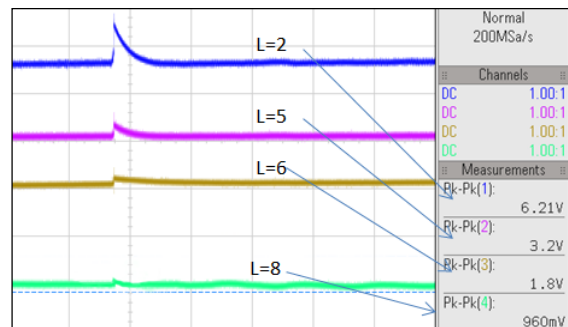


Gambar 4. Hubungan antara Absorbance dan Wave Number dalam Pengetesan PVDF menggunakan FTIR.

Tabel 2. Nilai Absorbansi dan Fraksi β

Jarak Polarisasi	A_{α}	A_{β}	F (β) (%)
Tidak Terpolarisasi	-0,0036	-0,0149	0,788177
L= 8 mm	0,00247	0,01256	0,822029
L= 6 mm	0,00758	0,04672	0,848453
L= 4 mm	0,00631	0,0426	0,859793
L= 2 mm	0,00453	0,03541	0,876547

Dalam penelitian ini, PVDF yang telah terpolarisasi digunakan sebagai sensor gaya. Keempat PVDF dengan jarak elektroda berbeda dijatuhkan benda dari ketinggian 50 mm dengan berat benda sebesar 1 kg. Sinyal listrik yang dihasilkan oleh PVDF diukur menggunakan *digital oscilloscope*. Hasil PVDF sebagai sensor menunjukkan bahwa respon PVDF dengan elektroda yang lebih dekat dapat menghasilkan sinyal listrik yang lebih tinggi.



Gambar 5. Sinyal Tegangan PVDF ketika diberi gaya

KESIMPULAN

Karakterisasi PVDF menggunakan polarisasi lateral dengan jarak yang berbeda berhasil dilakukan. PVDF dengan polarisasi lateral memiliki arah domain yang lebih teratur dan nilai fasa β yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan PVDF yang belum dipolarisasi. Jarak elektroda pada polarisasi lateral mempengaruhi kualitas dari PVDF sebagai sensor dari segi kesearahan domain, nilai d33, nilai β dan tegangan output. Semakin jauh jarak elektroda dalam melakukan polarisasi lateral, maka kualitasnya semakin menurun.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Mechanical Engineering departement, Chung Yuan Christian University, Taiwan dan Prodi TPPM Politeknik Negeri Subang yang telah memberikan kesempatan untuk mengambil data tentang PVDF sehingga penelitian ini berjalan dengan lancar.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Spanu, A., Pinna, L., Viola, F., Seminara, L., Valle, M., Bonfiglio, A., & Cosseddu, P., 2016. A high-sensitivity tactile sensor based on piezoelectric polymer PVDF coupled to an ultra-low voltage organic transistor, *Organic Electronics*, 36, 57-60.
- [2]. Kwon, K. S., & Ng, T. N., 2014. Improving electroactive polymer actuator by tuning ionic liquid concentration, *Organic Electronics*, 15(1), 294-298.
- [3]. Saketi, P., Latifi, S. K., Hirvonen, J., Rajala, S., Vehkaoja, A., Salpavaara, T., & Kallio, P., 2015. PVDF microforce

- sensor for the measurement of Z-directional strength in paper fiber bonds, *Sensors and Actuators A: Physical*, 222, 194-203.
- [4]. Guzmán, E., Cugnoni, J., & Gmür, T., 2015. Monitoring of composite structures using a network of integrated PVDF film transducers, *Smart Materials and Structures*, 24(5), 055017.
 - [5]. Hartono, A., & Priyambodo, P., 2016. Pengaruh Polling Medan Listrik Tinggi terhadap Struktur β Polyvinylidene Fluoride (PVDF), *Al-Fiziya*, 9(2), 62-73.
 - [6]. Gregorio, R., 1994, JR. and M. Cestari. *J. Polym. Sci.: B: Polym, Phys*, 32, 857.
 - [7]. Mizuno, M., 2014. Piezoelectric Effects and Materials. In *Encyclopedia of Thermal Stresses*, Springer Netherlands, pp. 3728-3735.
 - [8]. Fukada, E., 2000. History and recent progress in piezoelectric polymers. *IEEE Transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control*, 47(6), 1277-1290.
 - [9]. Divya, S., & Hemalatha, J., 2017. Study on the enhancement of ferroelectric β phase in P (VDF-HFP) films under heating and poling conditions. *European Polymer Journal*, 88, 136-147.
 - [10]. Miao, H., Sun, Y., Zhou, X., Li, Y., & Li, F., 2014. Piezoelectricity and ferroelectricity of cellular polypropylene electrets films characterized by piezoresponse force microscopy. *Journal of Applied Physics*, 116(6), 066820.
 - [11]. Sharma, P., Poddar, S., Korlacki, R., Ducharme, S., & Gruverman, A., 2014. Investigation of ferroelectric domains in thin films of vinylidene fluoride oligomers, *Applied Physics Letters*, 105(2), 022906.
 - [12]. Soergel, E., 2011. Piezoresponse force microscopy (PFM), *Journal of Physics D: Applied Physics*, 44(46), 464003.
 - [13]. Cai, X., Lei, T., Sun, D., & Lin, L., 2017. A critical analysis of the α , β and γ phases in poly (vinylidene fluoride) using FTIR, *RSC Advances*, 7(25), 15382-15389.
 - [14]. Sharma, P., Wu, D., Poddar, S., Reece, T. J., Ducharme, S., & Gruverman, A., 2011. Orientational imaging in polar polymers by piezoresponse force microscopy, *Journal of Applied Physics*, 110(5), 052010.
 - [15]. Wang, F., Yang, B., Wei, J., & Zhang, K., 2014. Microstructure and Nanometer Scale Piezoelectric Properties of c-BN Thin Films With Cu Buffer Layer by Piezoresponse Force Microscopy, *IEEE Transactions on Nanotechnology*, 13(3), 442-445.
 - [16]. Schaab, J., Trassin, M., Scholl, A., Doran, A., Yan, Z., Bourret, E., ... & Meier, D., 2015. Ferroelectric domains in the multiferroic phase of ErMnO₃ imaged by low-temperature photoemission electron microscopy, In *Journal of Physics: Conference Series* (Vol. 592, No. 1, p. 012120). IOP Publishing.
 - [17]. Baji, A., Mai, Y. W., Li, Q., & Liu, Y., 2011. Nanoscale investigation of ferroelectric properties in electrospun barium titanate/polyvinylidene fluoride composite fibers using piezoresponse force microscopy, *Composites Science and Technology*, 71(11), 1435-1440.
 - [18]. Mohammadi, B., Yousefi, A. A., & Bellah, S. M., 2007. Effect of tensile strain rate and elongation on crystalline structure and piezoelectric properties of PVDF thin films, *Polymer testing*, 26(1), 42-50.
 - [19]. Furukawa, T., Date, M., & Fukada, E., 1980. Hysteresis phenomena in polyvinylidene fluoride under high electric field, *Journal of Applied Physics*, 51(2), 1135-1141.