

Potensi *Dynamic Mechanical Analyzer* (DMA) dalam analisis *interfacial bonding* komposit-Review singkat

Nur Aini Fauziyah¹

¹Prodi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur, Surabaya, Indonesia.

¹E-mail: nur.aini.fisika@upnjatim.ac.id

Abstrak. Artikel review singkat ini akan membahas tentang *interfacial bonding* dengan menggunakan *Dynamic mechanical analyzer* (DMA). *Interfacial bonding* merupakan salah satu faktor terpenting yang mendukung kekuatan sebuah material komposit. Saat partikel pengot ditambahkan ke dalam polimer, dua *layer interfacial bonding* akan terbentuk di sekitar partikel. Kedua daerah tersebut adalah *innermost layer (surrounding zone)* dan *outer layer (depleting zone)*. Daerah *innermost layer* memiliki ikatan yang lebih kuat dibandingkan *outer layer* sehingga peran *interfacial bonding* ini sangat berpengaruh pada kekuatan mekanik komposit. DMA menjadi salah satu karakterisasi untuk menganalisis kualitas *interfacial bonding* komposit. $\tan \delta$ (faktor redaman) menunjukkan pola yang semakin rendah dan bergeser ke temperatur yang lebih tinggi jika kualitas *interfacial bonding*-nya semakin baik, dan begitupun sebaliknya. Oleh karenanya, analisis DMA menjadi salah satu rujukan dalam menganalisis kualitas *interfacial bonding* komposit.

Kata kunci: *DMA, Interfacial bonding, innermost layer (surrounding zone), outer layer (depleting zone).*

Abstract. *This brief review article will discuss interfacial bonding using Dynamic mechanical analyzer (DMA). Interfacial bonding is one of the most important factors that support the strength of a composite material. When adhesive particles are added to the polymer, two interfacial bonding layers are formed around the particles. The two areas are the innermost layer (surrounding zone) and the outer layer (depleting zone). The innermost layer has a stronger bond than the outer layer, so the role of this interfacial bond greatly affects the mechanical strength of the composite. DMA is one of the characterizations to analyze the interfacial bonding quality of composites. $\tan \delta$ (damping factor) shows a lower pattern and shifts to a higher temperature if the interfacial bonding quality is getting better, and vice versa. Therefore, DMA analysis is one of the references in analyzing the interfacial bonding quality of composites.*

Keywords: *DMA, Interfacial bonding, innermost layer (surrounding zone), outer layer (depleting zone).*

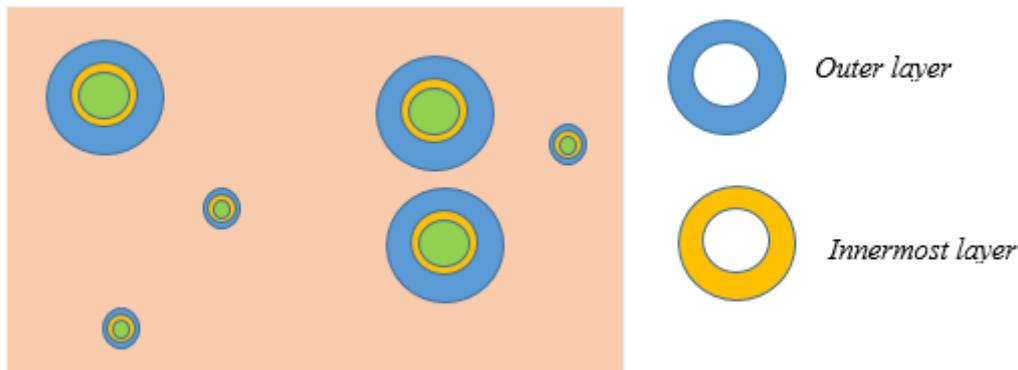
1. Pendahuluan

Beberapa dekade belakangan ini, penggunaan komposit telah meluas, tidak hanya dalam dunia otomotif [1,2], kesehatan [3,4], namun juga dalam banyak aplikasi yang lain [5–7]. Umumnya, proses manufaktur komposit ditujukan untuk memodifikasi suatu material sesuai aplikasinya dengan harapan sifat akhir material sangat unggul dan memiliki performa yang baik [8].

Komposit terdiri atas matriks dan pengisi (*filler*). Berdasarkan referensi yang ada, pengisi (*filler*) memiliki sifat mekanik yang lebih unggul dibanding matriks [9,10]. Saat pengisi ditambahkan ke dalam matriks, interaksi antara matriks dan filler akan terbentuk. Interaksi ini sangat berpengaruh terhadap kekuatan komposit. Jika interaksi yang terbentuk sangat lemah, maka sifat mekanik komposit akan juga turut lemah. Selain itu, sifat fisis yang lain juga akan mengalami penurunan.

Penelusuran lanjut mengenai interaksi antara *filler* dan matriks sangatlah menarik untuk dipelajari. Berdasarkan beberapa penelitian terdahulu, Alter et al. menyampaikan bahwa *interfacial bonding* antara matriks dan *filler* sangat dipengaruhi oleh ukuran partikel [11]. Temuan ini semakin diperkuat oleh beberapa penelitian lainnya, salah satunya oleh Fauziyah dkk. [12]. Pada komposit polyethylene glycol/zirkon, pengisi nanozirkon akan memiliki luasan daerah *innermost layer* (*surrounding layer*) sama besar dengan ukuran partikel pengisi. Sedangkan pada mikrozirkon, ketebalan *innermost layer* (*depleting zone*) jauh lebih kecil dibanding ukuran pengisi.

Dua daerah yang muncul di sekitar *filler* juga turut diamati oleh Bashir [13] dimana penyebutan daerah interaksi antara *filler* dan matriks disebut dengan *iner* dan *outer layer* (Gambar 1).



Gambar 1. Dua daerah (*iner* dan *outer layer*) disekitar nano- dan mikropartikel pada komposit bermatriks polimer [13].

Berdasarkan pengamatan kualitatif, lapisan pertama (*innermost layer*) (berjarak sekitar 1–20 nm dari permukaan partikel) mengandung rantai polimer yang sangat terbatas pergerakannya karena perlekatan yang kuat dengan permukaan partikel. Sedangkan lapisan kedua (*outer layer*) lebih tebal dari lapisan pertama, yang terbentuk sekitar 25-90 nm dari permukaan partikel dan mengandung rantai polimer yang terikat longgar pada nanopartikel.

Analisis daerah *interfacial bonding* yang dilakukan pada penelitian sebagai besar adalah secara kualitatif dengan menggunakan analisis morfologinya. Sehingga pendekatan kuantitatif sangat diperlukan. Sebuah teknik khusus sangat diperlukan jika ingin mengamati daerah *interfacial bonding* pada material polimer, apalagi berbasis polimer termoplastis. Polimer termoplastis rata-rata memiliki temperatur leleh yang cukup rendah sehingga apabila dianalisis dengan menggunakan *Transmission electron microscopy* (TEM), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), maupun analisis morfologi lainnya, polimer akan cenderung mengalami degradasi akibat temperatur yang melebihi temperatur leleh (T_m) polimer.

Berdasarkan permasalahan inilah, sebuah pendekatan lain diperlukan untuk menganalisis kualitas *interfacial bonding*, salah satunya dengan menggunakan *Dynamic mechanical analyzer* DMA. DMA merupakan sebuah karakterisasi secara insitu dimana pengaruh temperatur juga ikut teraplikasikan sekaligus beban dinamis pada sampel. Sehingga sampel akan merespon dengan modulus simpan (E') dan modulus hilang (E''). Sedangkan perbandingan antara modulus hilang terhadap modulus simpan disebut dengan faktor redaman ($\tan \delta$). Faktor redaman inilah yang akan direview penggunaannya untuk pendekatan kualitas *interfacial bonding* pada komposit berbasis polimer. Artikel ulasan singkat ini bertujuan untuk memberikan gambaran umum tentang studi tersebut, yang menggunakan DMA untuk memahami *interfacial bonding* polimer yang diperkuat partikel.

2. Metode

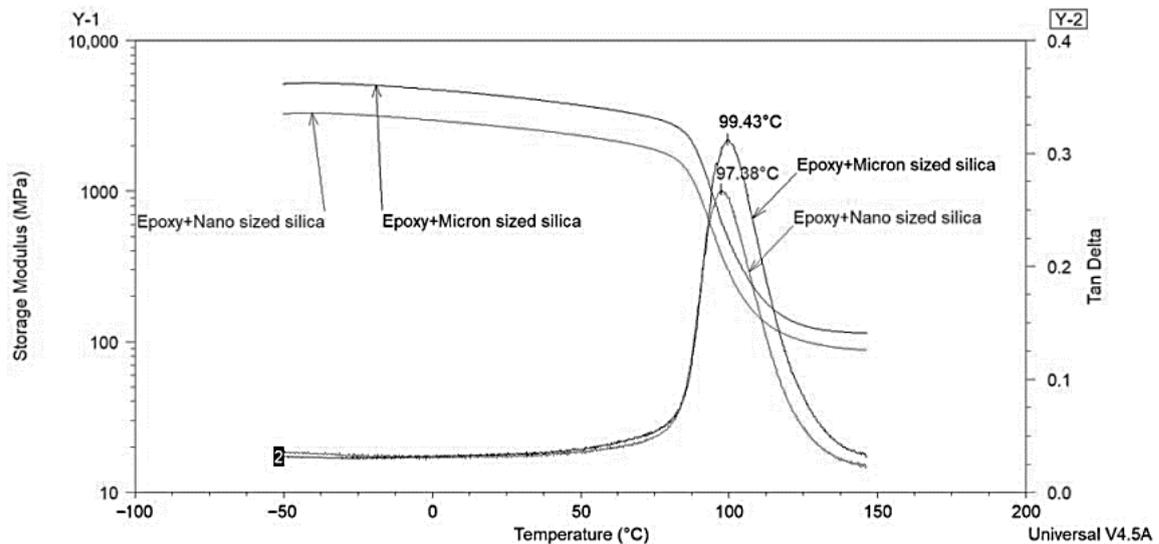
Metode yang dilakukan dalam menganalisis kualitas *interfacial bonding* pada komposit berbasis polimer diawali dengan preparasi sampel uji sesuai dengan standar sampel yang dipersyaratkan. Sampel yang akan dianalisis lanjut harus dipastikan homogenitas sebaran filler pada polimer, karena jika *filler*

memiliki sebaran yang tidak homogen akan terjadi pemusatan beban eksternal dan berakibat hasil pengujian kurang representatif.

Pengujian DMA dapat dilakukan dengan berbagai mode, diantaranya mode tarik (*tensile*), mode geser (*shear*), kompresi, *three point bending*, dan *clamping*. Dengan memperhatikan T_m maupun T_g dari polimer yang digunakan, temperatur uji dapat dilakukan pada rentang sekitar T_m maupun T_g polimer. Sedangkan luaran pengujian DMA adalah modulus simpan (E') yang menunjukkan energi yang disimpan komposit, modulus hilang (E'') menunjukkan energi yang terdisipasi saat dilakukan pengaplikasian gaya, dan faktor redaman yang di dapatkan dari puncak $\tan \delta$. Selanjutnya, puncak $\tan \delta$ ini akan menunjukkan kualitas *interfacial bonding* komposit yang diuji.

3. Hasil dan Pembahasan

Pembahasan puncak $\tan \delta$ dalam mengetahui kualitas *interfacial bonding* dapat dilakukan dengan melihat data yang telah disajikan pada penelitian sebelumnya [12,13]. Puncak $\tan \delta$ merupakan perbandingan antara modulus hilang (E'') terhadap modulus simpan (E'). Dengan melihat profil puncak modulus simpan pada polimer epoksi dengan pengisi berukuran mikron akan memiliki intensitas $\tan \delta$ yang lebih tinggi dibanding polimer berpengisi nanosilika, Gambar 2.



Gambar 2. Profil $\tan \delta$ dari sampel epoksi berpengisi nano dan mikro silika [13].

Berdasarkan penelitian sebelumnya, Fauziyah dkk. [12] juga menunjukkan hasil yang selaras dengan hasil pada sampel epoksi berpengisi mikro dan nano silika. Namun, pada penelitian Fauziyah dkk., sampel yang dianalisis adalah polimer polyethylene glycol/zirkon. Dengan menampilkan data $\tan \delta$ dari DMA, *interfacial bonding* antara polimer dan *filler* akan menurun seiring dengan penambahan pengisi yang berukuran mikron. Penurunan ini ditunjukkan dengan semakin meningkatnya puncak $\tan \delta$. Sehingga dapat diartikan bahwa akan semakin besar disipasi energi akibat semakin bebasnya rantai polimer untuk bergerak. Akan tetapi, pengisi yang digunakan pada penelitian sebelumnya [12,13] berbentuk heksagonal (feldspar).

Penting untuk digarisbawahi bahwa *interfacial bonding* ada di hampir semua jenis polimer yang diisi dengan besaran yang bervariasi tergantung pada beberapa faktor, dan ini telah digambarkan di sini dengan membahas secara singkat penelitian yang dipublikasikan di berbagai bidang seperti komposit. Semua polimer akan memiliki daerah *interfacial bonding* yang berbeda-beda bergantung bentuk dan ukurannya.

Ketika ukuran partikel feldspar dipertahankan konstan, peningkatan jumlah feldspar menurunkan nilai puncak $\tan \delta$ sambil menggeser T_m maupun T_g ke nilai yang sedikit lebih tinggi. Hal ini menunjukkan ketergantungan interaksi pengisi-polimer. Namun, pada kandungan feldspar yang sama, diharapkan mendapatkan nilai $\tan \delta$ yang lebih rendah untuk pelapis dengan feldspar yang lebih kecil

dibandingkan dengan yang memiliki feldspar berukuran lebih besar (karena partikel yang lebih kecil memiliki luas permukaan yang tinggi yang mengarah ke interaksi antarmuka lebih tinggi dari pada partikel dengan ukuran lebih besar).

Keberadaan partikel pengisi berukuran nanometrik akan membantu mengabsorb energi luar yang diaplikasikan pada komposit. Sehingga akan semakin energi yang hilang akibat gaya eksternal. Dengan semakin kecilnya disipasi energi (E''), maka akan semakin rendah intensitas puncak $\tan \delta$ dan secara kuantitatif menandakan bahwa kualitas *interfacial bonding* polimer-*filler* semakin baik.

4. Simpulan

Pendekatan puncak $\tan \delta$ dari DMA telah mampu menentukan kualitas *interfacial bonding* berdasarkan review singkat beberapa penelitian terdahulu. Semakin kecil ukuran filler yang ditambahkan akan memiliki luasan daerah *innermost layer* sebanding dengan luasan *outer layer*. Sehingga ikatan kuat akan terbentuk antara polimer dan *filler* dan berakibat semakin berkurangnya disipasi energi akibat gaya eksternal. Keadaan ini membuat puncak $\tan \delta$ semakin rendah.

Daftar Pustaka

- [1] Masruhin N 2012 Pengembangan Komposit Polipropilena Berpenguat serat sisal dan sabut kelapa untuk material komponen otomotif *Universitas Indonesia*
- [2] Aisyah H A, Paridah M T, Sapuan S M, Ilyas R A, Khalina A, Nurazzi N M, Lee S H and Lee C H 2021 A Comprehensive Review on Advanced Sustainable Woven Natural Fibre Polymer Composites *Polymers* **13** 471
- [3] Peng Z, Miyanji E H, Zhou Y, Pardo J, Hettiarachchi S D, Li S, Blackwelder P L, Skromne I and Leblanc R M 2017 Carbon dots: promising biomaterials for bone-specific imaging and drug delivery *Nanoscale* **9** 17533–17543
- [4] Azmana M, Mahmood S, Hilles A R, Rahman A, Arifin M A B and Ahmed S 2021 A review on chitosan and chitosan-based bionanocomposites: Promising material for combatting global issues and its applications *International journal of biological macromolecules* **185** 832–848
- [5] Akhina H, Nair M R G, Kalarikkal N, Pramoda K P, Ru T H, Kailas L and Thomas S 2018 Plasticized PVC graphene nanocomposites: Morphology, mechanical, and dynamic mechanical properties *Polymer Engineering & Science* **58** E104–13
- [6] Amadji T A, Adjovi E C, Gérard J, Barés J and Huon V 2020 Experimental investigation on physical and mechanical properties of a recycled polymer composite material as a function of the filler size *HAL Archives Ouvertes* **2** 02922025
- [7] Bajer D, Janczak K and Bajer K 2020 Novel starch/chitosan/aloe vera composites as promising biopackaging materials *Journal of Polymers and the Environment* **28** 1021–1039
- [8] Dona R, Purnamasari N D, Wulandari W, Hilmi A R, Fauziyah N A and Pratapa S 2021 Tensile Strength of PMMA/n-ZrSiO₄ Composites Using Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) *Materials Science Forum* **1028** 228–33
- [9] Gapsari F, Purnowidodo A, Setyarini P H, Hidayatullah S, Izzuddin H, Subagyo R, Mavinkere Rangappa S and Siengchin S 2022 Properties of organic and inorganic filler hybridization on Timoho Fiber-reinforced polyester polymer composites *Polymer Composites* **43** 1147–1156
- [10] Xian Y, Kang Z and Liang X 2021 Effect of nanodiamonds and multi-walled carbon nanotubes in thermoset hybrid fillers system: Rheology, dynamic mechanical analysis, and thermal stability *Journal of Applied Polymer Science* **138** 50496
- [11] Alter H 1965 Filler particle size and mechanical properties of polymers *Journal of Applied Polymer Science* **9** 1525–31
- [12] Fauziyah N A, Nurmalasari M D, Hilmi A R, Triwikantoro T, Baqiya M A, Zainuri M and Pratapa S 2022 Filler-size-dependent dynamic mechanical properties of polyethylene glycol/zircon composites *Journal of Applied Polymer Science* **139** 51565
- [13] Bashir M A 2021 Use of Dynamic Mechanical Analysis (DMA) for Characterizing Interfacial Interactions in Filled Polymers *Solids* **2** 108–20