JKTI, Vol. 16, No. 1, Juni 2014 : 49 - 52

ISSN 0853 – 2788
Akreditasi No : 540/AU1/P2MI-LIPI/06/2013

SINTESIS DAN KARAKTERISASI *NANOFIBER* KOMPOSIT Zn-PVDF KOPOLIMER

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION of Zn-PVDF COPOLYMER NANOFIBER COMPOSITE

Yelfira Sari[1], Muhamad Nasir[2*], Chandra Risdian[2], dan Syukri[1]

[1)]Kimia Pascasarjana FMIPA, Universitas Andalas, Padang
[2)]Pusat Penelitian Kimia LIPI, Bandung
*Email:*mnasir71@yahoo.com

Diterima : 10 April 2014, Direvisi : 23 April 2014, Disetujui : 2 Mei 2014

ABSTRAK

Sintesis *nanofiber* komposit Zn-PVDF kopolimer dengan metoda elektrospinning telah berhasil dilakukan. Proses pembuatan *nanofiber* komposit serta morfologi yang terbentuk dipengaruhi oleh penambahan Zn-asetat dengan perubahan diameter rata-rata serat dari 357,13 nm menjadi 777,24 nm. Analisis FTIR menunjukkan bahwa struktur kristal *nanofiber* komposit Zn-PVDF kopolimer didominasi oleh strukturβ-*phase*, dengan bilangan gelombang 1190,08 cm^{-1} dan 487,99 cm^{-1} untuk struktur α-*phase* dan 1404,18 cm^{-1}; 1280,73 cm^{-1}; 1074,35 cm^{-1}; 881,47 cm^{-1}; dan 840,96 cm^{-1} untuk struktur β-*phase*.

Kata kunci *: nanofiber* komposit, Zn-PVDF kopolimer, elektrospinning.

ABSTRACT

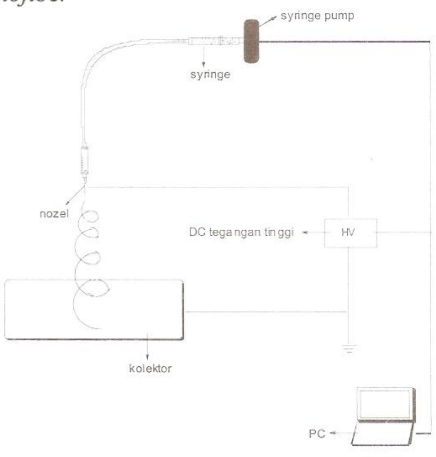
The fabrication of Zn-PVDF copolymer nanofiber composite has been investigated in this research study by using electrospinning method. Fabrication and morphology of nanofiber composite is influenced by the addition of Zn-acetate. The average diameter of nanofiber composites increase with an addition of Zn-acetate, from 357,13 to 777,24nm. FTIRanalysisshowedthat thecrystalstructure ofPVDFnanofiberis dominatedby β-phase , thewave number 1190,08 cm^{-1} and 487,99 cm^{-1} for α-phase structure and 1404,18cm^{-1}; 1280,73cm^{-1}; 1074,35cm^{-1}; 881,47cm^{-1}and840,96cm^{-1} for β-phase structure respectively.

Keywords: *nanofiber composite, Zn-PVDF copolymer, electrospinning*

PENDAHULUAN

Saat ini *nanofiber*merupakan salah satu hasil temuan yang tengah mendapat perhatian khusus karena potensi pemanfaatannya yang begitu luas pada berbagai bidang. Serat nano atau *nanofiber* adalah serat yang mempunyai diameter kurang dari 500 nanometer (1 nm = 10^{-9} meter)[(1)]. Serat nano mempunyai sifat yang sangat khas, yaitu sangat kuat, rasio permukaan terhadap volume yang besar, dan *pori yang kecil*[(2-4)].

Elektrospinning adalah sebuah metoda untuk membuat serat *(fiber)* dengan diameter dari beberapa nanometer (nm) hingga 1 μm. Serat nano *(nanofiber)* hasil elektrospinning memiliki karakteristik yang menarik dan unik, seperti luas permukaan yang lebih besar dari volume, memiliki sifat kimiawi, konduktivitas, dan sifat optik tertentu. Teknik elektrospinning adalah proses yang relatif cepat, sederhana, dan murah dalam menghasilkan *nanofiber*[(5-7)].



Gambar 1. Skema pembuatan *nanofiber* secara elektro-spinning

Serat nano *(nanofiber)* dan elektrospinning merupakan material dan teknologi yang sangat penting untuk menunjang perkembangan nanoteknologi pada berbagai bidang produk industri, seperti di bidang elektronik, kedokteran, farmasi, konstruksi, industri makanan, tekstil, keramik, dan lain-lain [5-7].

PVDF (Polivinilidin fluorida) merupakan polimer semikristal. PVDF secara komersial tersedia dalam bentuk *powder,* pellet, dan film semitransparan [8]serta tersedia dalam bentuk homopolimer dan kopolimer [9]. Kopolimer PVDF yang paling banyak diproduksi saat ini adalah kopolimer dari bahan dasar vinilidin fluorida (VDF) dengan klorotrifluoroetilen (CTFE) dan heksafluoropropen (HFP) [9].

Membran PVDF kopolimer dapat digunakan sebagai filter karena mempunyai sifat yang luar biasa seperti kekuatan mekanik yang tinggi, stabil terhadap panas, tahan terhadap senyawa kimia, dan memiliki sifat hidrofobik yang tinggi [10,11,12].

Pada beberapa tahun terakhir, penambahan partikel anorganik ke dalam larutan polimer telah menjadi metoda yang menarik dalam pembuatan membran polimer. Penambahan partikel anorganik tersebut dapat meningkatkan sifat mekanik *nanofiber*, meningkatkan selektifitas pemisahan, dan meningkatkan kinerja *nanofiber* sebagai alat filtrasi. Beberapa partikel anorganik yang dapat ditambahkan ke dalam polimer PVDF meliputi TiO_2, Al_2O_3, ZrO, ZnO, dan SiO_2 [10].

Penelitian ini bertujuan untuk mencari kondisi optimum dalam sintesis *nanofiber* komposit Zn-PVDF kopolimer serta mempelajari morfologi dan strukturnya sehingga nantinya dapat digunakan sebagai filter aerosol yang memiliki efisiensi tinggi.

BAHAN DAN METODA

Bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan adalah polivinilidin fluorida kopolimer (PVDF copolymer) (Arkema,USA), N,N-dimetil asetamida (DMAc) (Merck, Jerman), Zn-asetat (Merck, Jerman), dan aluminium foil.

Peralatan

Peralatan yang digunakan diantaranya mesin elektrospinning, *magnetic stirrer, magneticbar*, syringe plastik (5 mL), jarum suntik/nozel (0,70 x 38 mm).

Untuk keperluan analisis digunakan*Scanning Electron Microscopy* (SEM) – *Energy Dispersive X-Ray* (EDX), dan *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (FTIR).

Metoda

Pembuatan larutan komposit Zn-PVDF kopolimer untuk elektrospinning

Untuk pembuatan komposit Zn-PVDF kopolimer, sebanyak 0.1% (b/b polimer) Zn-asetat ditambahkan ke dalam powder PVDF kopolimer 24%. Powder kemudian dilarutkan ke dalam DMAc dan distirrer selama ± 12 jam untuk mendapatkan larutan polimer yang homogen. Setelah polimer sempurna larut, kemudian larutan didiamkan untuk menghilangkan udara yang terperangkap.

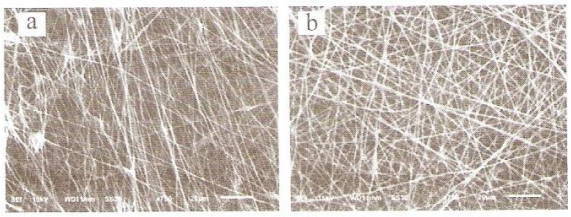
Pembuatan *nanofiber* komposit secara elektrospinning

Larutan Zn-PVDF kopolimer diisikan pada *syringe* plastik 5 mL kemudian dipasangkan pada alat elektrospinning. Nozel dihubungkan dengan arus listrik yang alirannya arus searah (DC) dengan tegangan sebesar 18 kV. Jarak antara nozel ke kolektor 15 cm, diamana kolektor yang dipakai adalah aluminium foil. Laju alir larutan polimer dalam *syringe* diatur kecepatannya 0.05 mL/min. Semua percobaan dilakukan dalam suhu ruang. *Nanofiber* komposit yang terbentukselanjutnya dianalisis dengan mikroskop cahaya, SEM-EDX, dan FTIR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Morfologi *Nanofiber* komposit Zn-PVDF kopolimer

Morfologi dan diameter *nanofiber* komposit Zn-PVDF kopolimer dianalisis dengan SEM. Gambar 2 menunjukkan gambar SEM dari Zn-PVDF kopolimer dalam DMAc. Dari gambar dapat dilihat bahwa *nanofiber* yang terbentuk berupa serat yang lurus. Namun, pada *nanofiber* PVDF kopolimer masih terlihat adanya *beads*.



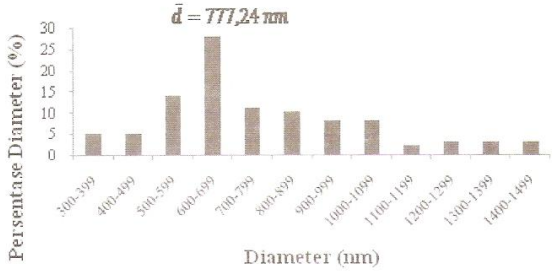
Gambar 2. Foto SEM *nanofiber* dengan perbesaran 750x (a) PVDF kopolimer dan (b) Zn-PVDF kopolimer

Pembentukan *beads* dalam proses ini dapat disebabkan oleh beberapa hal, diantaranya viskositas larutan (konsentrasi larutan), tegangan permukaan larutan, dan *net charge density.* Semakin tinggi viskositas dan *net charge density* dari suatu larutan, maka serat yang dihasilkan tidak akan membentuk *beads. Net charge density* yang tinggi juga dapat mempengaruhi kehalusan serat yang terbentuk. Sedangkan untuk teganganpermukaan larutan, akan memberikan hasil yang bagus jika tegangan permukaan larutan yang digunakan semakin kecil[13,14].

Penambahan aditif garam seperti Zn asetat merupakan salah satu cara untuk menghilangkan *beads* dalam sintesis *nanofiber.*Namun, penambahan aditif garam tersebut juga dapat menyebabkan terjadinya peningkatan diameter *nanofiber* yang dihasilkan [15]. Dengan adanya penambahan aditif garam ke dalam larutan, maka akan terjadi peningkatan konduktivitas larutan sehingga menghasilkan diameter serat dengan ukuran yang lebih besar [15].Penambahan garam ataupun zat aditif lainnya juga dapat meningkatkan viskositas larutan.

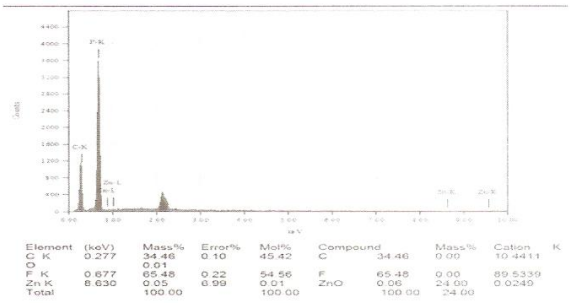
Dari Gambar 2 di atas dapat dilihat bahwa diameter serat PVDF kopolimer lebih kecil dibandingkan diameter serat Zn-PVDF kopolimer. Diameter rata-rata serat PVDF kopolimer adalah 357,13 nm sedangkan untuk Zn-PVDF kopolimer adalah 777,24 nm.

Gambar 3 menunjukkan distribusi diameter serat dari *nanofiber* komposit Zn-PVDF kopolimer. Dari gambar dapat dilihat bahwa *nanofiber* komposit yang terbentuk sudah homogen dengan distribusi ukuran diameter dari 300-1500 nm.



Gambar 3. Distribusi ukuran diameter serat Zn-PVDF kopolimer.

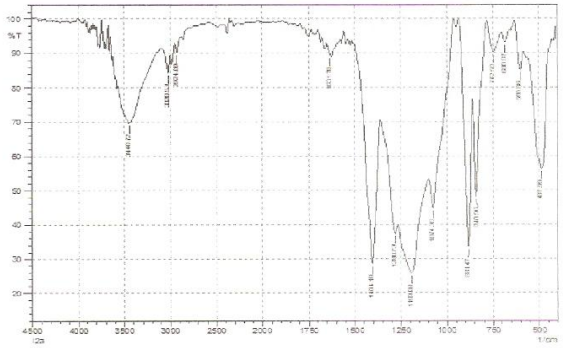
Nanofiber komposit juga dikarakterisasi dengan EDX untuk mengetahui konsentrasi unsur-unsur di dalamnya, terutama konsentrasi dari unsur Zn yang ditambahkan. Dari pemeriksaan EDX diketahui konsentrasi Zn sebesar 0.05 % sehingga dapat diketahui bahwa di dalam nanofiber tersebut terkandung logam Zn.



Gambar 4. Analisis EDX dari Zn-PVDF kopolimer *nanofiber* komposit

Analisis Struktur Zn-PVDF kopolimer

Selain dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX, *nanofiber* komposit Zn-PVDF kopolimer juga dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk melihat gugus fungsi yang terdapat dalam *nanofiber* tersebut.



Gambar 5. Spektrum FTIR *nanofiber* komposit Zn-PVDF kopolimer

Gambar 5 di atas menunjukkan spektrum infra merah dari *nanofiber* komposit Zn-PVDF kopolimer. Spektroskopi infra merah ini banyak digunakan untuk mengkarakterisasi adanya*conformers* berbeda dari sampel. Dari spektrum dapat terlihat puncak serapan PVDF kopolimerα-*phase* pada 1190,08 cm^{-1} dan 487,99 cm^{-1}serta β-*phase*pada 1404,18 cm^{-1}; 1280,73 cm^{-1}; 1074,35 cm^{-1}; 881,47 cm^{-1}; dan 840,96 cm^{-1}[16,17].

KESIMPULAN

Proses pembuatan *nanofiber* komposit serta morfologi yang terbentuk sangat dipengaruhi oleh penambahan Zn-asetat, dimana dengan adanya penambahan Zn-asetat terjadi perubahan diameter rata-rata serat dari 357,13 nm menjadi 777,24 nm. Struktur kristal yang dominan pada *nanofiber* komposit Zn-PVDF kopolimer adalah struktur α-*phase* dan β-*phase*. Struktur ini memiliki sifat listrik seperti piezolektrik dan pieroelektrik yang sangat berguna bagi industri. Oleh karena itu, saat ini sedang dilakukan uji *nanofiber*komposit sebagai filter aerosol.

DAFTAR PUSTAKA

1. M.A. Hassan, B.Y. Yeom, A. Wilkie, B. Pourdeyhimi, S.A.Khan. Fabrication of Nanofiber Meltblown Membranes and Their Filtration Properties. *J. Membr. Sci.* 427 : 336-344 (2013).
2. V. Beachley, X. Wen. Effect of Electrospinning Parameters on the Nanofiber Diameter and Length. *J. Mater. Sci. Eng. C*: 663-668 (2009).
3. R. Gopal,S. Kaur, Z. Ma, C. Chan,S. Ramakrishna, T. Matsuura. Electrospun nanofibrous filtration membrane. *J. Membr. Sci.* 281 : 581-586 (2006).
4. P. Heikkila. Nanostructured Fibers Composites, and Materials for Air Filtration. *Tampere University of Technology*, 2008.
5. A. Chinnappan,H. Kim, I.T. Hwang. An Efficient and Recyclable PVDF-IL Nanofiber Composite for the Reduction of Functionalized Carbonyl Compounds. *Chem. Eng. J.* 191 : 451-456 (2012).
6. Z.M. Huang, Y.Z. Zhang, M. Kotaki, S. Ramakrishna. A Review on Polymer Nanofibers by Electrospinning and Their Applications in Nanocomposites. *Compos. Sci. Technol.* 63 : 2223-2253 (2003).
7. S. Ramakrishna, K. Fujihara, W.E. Teo, T. Yong, Z. Ma, R. Ramaseshan. Electrospun Nanofibers: Solving Global Issues. *Materials Today* 9 (3) : 40-50 (2006).
8. V. Ostasevicius, I. Milasauskaite, R. Dauksevicius, V. Baltrusaitis, V. Grigaliunas, I. Prosycevas. Experimental Characterization of Material Structure of Piezoelectric PVDF Polymer. *Mechanika 6 (86) : 78-82 (2010).*
9. A. Bruno. From Vinylidene Fluoride (VDF) to the Applications of VDF-containing Copolymers: Recent Developments and Future Trends. *Chemicals Review* 109 : 6632-6686 (2009).
10. F. Liu, N.A. Hashim, Y. Liu, M.R. Mo. Abed, K. Li. Review-Progress in the production and modification of PVDF membranes. *J. Membr. Sci.* 375 : 1–27 (2011).
11. Y.J. Kim, C.H. Ahn, M.O. Choi. Effect of Thermal Treatment on the Characteristics of Electrospun PVDF-Silica Composite Nanofibrous Membrane. *Eur. Polym. J.* 46 : 1957-1965 (2010).
12. M. Nasir, H. Matsumoto, M. Minagawa, A. Tanioka, T. Danno, H. Horibe. Preparation of Porous PVDF Nanofiber from PVDF/PVP Blend by Electrospray Deposition. *Polym. J.* 39 (10) : 1060-1064 (2007).
13. H. Fong, I. Chun, D.H. Reneker. Beaded nanofibers formed during electrospinning. *Polymer* 40 : 4585-4592 (1999).
14. Y. Liu, J.H. He, J.Y. Yu, H.M Zeng. Controlling Numbers and Sizes of Beads in Electrospun Nanofibers. *Polym Int.* 57 : 632-636 (2008).
15. P. Heikkila, A. Harlin. Electrospinning of polyacrylonitrile (PAN) solution : Effect of conductive additive and filler on the process. *eXPRESS Polymer Letters* 3 (7) : 437-445 (2009).
16. Y. Peng, P. Wu. A Two Dimensional Infrared Correlation Spectroscopic Study on the Structure Changes of PVDF during the Melting Process. *Polymer* 45 : 5295-5299 (2004).
17. J.W. Park, Y.A. Seo, I. Kim, C.S. Ha, K. Aimi, S. Ando. Investigating the Crystalline Structure of Poly(vinylidene fluoride) (PVDF) in PVDF/Silica Binary and PVDF/Poly(methyl methacrylate)/ Silica Ternary Hybrid Composites Using FTIR and Solid-State 19F MAS NMR Spectroscopy. *Macromolecules* 37 : 429-436 (2004).