

PENGARUH DOSIS IMPLANTASI ION NITROGEN PADA SIFAT KAPASITANSI POLIMER PVDF DAN PVDF-HFP

EFFECT OF NITROGEN ION IMPLANTATION DOSE ON CAPACITANCE PROPERTIES OF PVDF AND PVDF-HFP POLYMER

Riza Nor Hidayawan¹, Darsono², Damar Yoga Kusuma^{1*}

¹Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam-Universitas Ahmad Dahlan,
Jl. Ring Road Selatan, Tamanan, Banguntapan, Tamanan, Banguntapan, Bantul,
Daerah Istimewa Yogyakarta 55191, Indonesia

²Pusat Sains dan Teknologi Akselerator, BATAN, Jl. Babarsari, Yogyakarta 55281, Indonesia
e-mail: damar.kusuma@fisika.uad.ac.id

ABSTRAK

PENGARUH DOSIS IMPLANTASI ION NITROGEN PADA SIFAT KAPASITANSI POLIMER PVDF DAN PVDF-HFP.

Material berdensitas energi elektrik tinggi sebagai bahan dielektrik kapasitor sangat diperlukan dalam industri bidang elektronika. Tujuan penelitian ini ialah mengkarakterisasi dan menganalisis polimer PVDF (Poly vinylidene fluoride) dan PVDF-HFP (Poly vinylidene fluoride-co-hexafluoropropene) sebelum dan sesudah diimplan ion nitrogen. Metode penelitian yang dilakukan ialah menyiapkan sampel lapisan tipis Polimer PVDF dan PVDF-HFP kemudian diimplantasi menggunakan ion nitrogen pada dosis $4,69 \times 10^{16}$ ion/cm² hingga $1,41 \times 10^{18}$ ion/cm² pada energi 10 keV. Selanjutnya nilai kapasitansi, faktor disipasi dan kekuatan dielektrik sampel dikarakterisasi menggunakan LCR meter GW-Instek 800. Morfologi dan ikatan struktur dari sampel dikarakterisasi menggunakan SEM dan FTIR. Hasil percobaan menunjukkan bahwa terjadi peningkatan nilai kapasitansi sebesar 4,3 kali pada polimer PVDF dan 1,4 kali pada polimer PVDF-HFP. Peningkatan nilai kapasitansi disebabkan bertambahnya ikatan rangkap C=C pada PVDF dan PVDF-HFP yang diimplan ion nitrogen. Hal tersebut dibuktikan dari hasil karakterisasi FTIR dan SEM. Namun demikian nilai kekuatan dielektrik mengalami penurunan akibat semakin konduktifnya polimer PVDF dan PVDF-HFP. Kapasitansi optimum pada PVDF dan PVDF-HFP dicapai pada dosis $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm² sedangkan untuk sampel PVDF-HFP dosis lebih dari $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm² memperlihatkan gejala saturasi. Nilai kapasitansi optimal diperoleh berturut-turut sebesar 0,0895 nF, faktor disipasi 0,13 % pada polimer PVDF dan 0,1349 nF, faktor disipasi 0,01 % untuk polimer PVDF-HFP.

Kata kunci : kapasitansi, implantasi, ion nitrogen, polimer, karakterisasi

ABSTRACT

INFLUENCE OF NITROGEN ION IMPLANTATION DOSAGE ON THE CAPACITANCE OF THE POLYMER OF PVDF AND PVDF-HFP.

A high electrical energy density materials to dielectric capacitors is needed in the field of electronics industry. The purpose of this investigation is to characterize and analyze the PVDF (Poly vinylidene fluoride) and PVDF-HFP (Poly vinylidene fluoride-co-hexafluoropropene) polymers before and after implanted nitrogen ions. The method used, first is to prepare a thin layer of PVDF and PVDF-HFP polymer samples, then samples were implanted by using nitrogen ions at doses of $4,69 \times 10^{16}$ ion /cm² up to $1,41 \times 10^{18}$ ion /cm² at 10 keV energy. Then the electrical characteristic of the samples such as capacitance, dissipation factor and dielectric strength of samples were measured by using LCR meter GW-instek 800. The morphology and structure bonds of the samples were characterized using SEM and FTIR. The experimental results showed that there was an increase in the capacitance value of 4.3 times for PVDF polymer and 1.4 times for PVDF-HFP polymer. That is proven by the characterization of FTIR and SEM. However, the dielectric strength value decreases due to the conductivity of PVDF and PVDF-HFP polymers. For PVDF and PVDF-HFP sample, there is optimum capacitance was achieved at dose $9,38 \times 10^{17}$ ion /cm² whereas for PVDF-HFP sample more than that dose show saturation symptom. The optimal capacitance value was obtained respectively of 0.0895 nF, dissipation factor 0.13% for PVDF polymer and 0.1349 nF, 0.01% dissipation factor for PVDF-HFP polymer.

Keywords : capacitance, implantation, nitrogen ion, polymer, characterization

PENDAHULUAN

Bahan dielektrik dengan densitas energi elektrik tinggi telah banyak mendapat perhatian dan menunjukkan potensi yang menjanjikan dalam bidang elektronika seperti perangkat elektronik otomatis, IC (Integrated Circuit), FET (Field Effect Transistors) dan senjata berbasis pulsa tinggi [1,2]. Penggunaan lain yang telah dikembangkan dari bahan dielektrik berdensitas tinggi adalah sebagai bahan penyimpan muatan elektrostatik (kapasitor) [3]. Bahan polimer elektroaktif yang mempunyai struktur semi-kristal dipilih sebagai bahan dielektrik [4,5]. Bahan ini digunakan dengan cara menggabungkan

konstanta dielektrik tinggi dari bahan pengisi (*filler*) dengan sifat kekuatan dielektrik (*dielectric strength*) tinggi dari bahan matriks polimer [6]. Polimer elektroaktif seperti PVDF (*poly vinylidene fluoride*) memiliki kekuatan dielektrik (*dielectric strength*) yang tinggi, sehingga mampu menahan tegangan listrik hingga 500 kV dengan ketebalan 1 cm tetapi konstanta dielektriknya terbatas pada nilai 8–12, dengan karakteristiknya tersebut PVDF biasa digunakan dalam bidang industri elektronika dan semikonduktor, seperti dalam pembuatan baterai ion lithium dan lapisan *photovoltaic* [7]. Selain itu beberapa bahan dielektrik seperti *poly(-ether imide-)* (PEI) dan *poly(-ether ether ketone-)* (PEEK) memiliki ketahanan suhu cukup tinggi yang mampu beroperasi pada suhu lebih dari 150 °C dalam sebuah kapasitor [8].

Disisi lain, perlakuan bahan dengan teknik implantasi ion telah menghasilkan perubahan yang fundamental pada sifat elektrik, optik, *rheologis* dan absorpsi pada polimer sebagaimana sifat *micro hardness*, hambatan dan biocompabilitinya [9]. Implantasi ion pada polimer juga telah dikenal untuk proses pembuatan membran polimer, polimer elektrolit, serta polimer konduktif [10]. Implantasi ion logam seperti emas (Au⁺), selenium (Se) dan timbal (Sn) pada energi tinggi antara 90-150 keV telah dilakukan untuk mengubah sifat konduktivitas polimer jenis *polyimide* [9,11].

Penelitian implantasi ion nitrogen pada bahan polimer PVDF dan PVDF-HFP belum pernah dilakukan. Bahan PVDF dan PVDF-HFP dipilih karena sangat baik untuk bahan kapasitor tegangan tinggi akan tetapi nilai konstanta dielektriknya perlu ditingkatkan. Implantasi ion nitrogen dapat mengubah ikatan polimer dari bahan PVDF dan PVDF-HFP dan juga dapat berfungsi sebagai *filler* pada matrik polimer. Selain itu bahan PVDF dipilih karena memiliki sifat feroelektrik dengan kekuatan dielektrik besar, memiliki daya tahan terhadap pelarut, asam, dan panas [12-15]. Banyaknya dosis ion nitrogen akan sangat mempengaruhi perubahan ikatan polimer sehingga perlu dilakukan variasi dosis ion nitrogen. Mengingat sampel polimer pada penelitian ini sangat tipis (orde 8 μ m) maka energi ion nitrogen yang diperlukan cukup 10 keV agar mampu mengubah ikatan sampel polimer. Oleh karena itu dalam penelitian ini akan dikaji pengaruh dosis ion nitrogen terhadap sifat elektrik kapasitor berbahan polimer PVDF dan PVDF-HFP yang memiliki kekuatan dielektrik yang cukup besar menggunakan mesin implantasi ion PSTA-BATAN sehingga dapat meningkatkan nilai kapasitansinya.

Tujuan penelitian ini ialah mengkarakterisasi dan menganalisis polimer PVDF (*Poly vinylidene fluoride*) dan PVDF-HFP (*Poly vinylidene fluoride-co-hexafluoropropene*) sebelum dan sesudah diimplantasi ion nitrogen. Metode penelitian yang dilakukan ialah menyiapkan sampel lapisan tipis Polimer PVDF dan PVDF-HFP kemudian diimplan menggunakan ion nitrogen untuk berbagai dosis pada energi tetap. Kemudian lapisan tipis polimer tersebut dibuat kapasitor dan diukur sifat kapasitansi dan disipasinya menggunakan LCR meter. Adapun morfologi dan ikatan molekul polimer ditentukan menggunakan SEM dan FTIR. Sasaran penelitian ialah implantasi ion nitrogen pada sampel diharapkan dapat meningkatkan nilai kapasitansi dari kapasitor dari bahan tersebut.

METODOLOGI

Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah polimer PVDF dan PVDF-HFP dengan pelarut acetone, dan gas nitrogen sebagai bahan ion yang diimplankan. Bahan PVDF dipilih karena memiliki sifat feroelektrik dengan kekuatan dielektrik besar, memiliki daya tahan terhadap pelarut, asam, dan panas [12-15]. Dengan sifat feroelektriknya tersebut, menjadikan PVDF memiliki nilai konstanta dielektrik ϵ lebih tinggi bila dibandingkan jenis polimer lainnya. Bentuk polimorf kristal PVDF dapat dikelompokkan menjadi lima bentuk yaitu α -, β -, γ -, δ -, ϵ - dengan bentuk rantai utama adalah α -, β -, dan γ - [16]. Pada penelitian ini digunakan jenis fase β - yang memiliki fase polar dengan polarisasi spontan yang terbesar [17]. Sementara itu *Polyvinylidene fluoride-hexafluoropropylene* (PVDF-HFP) dipilih sebagai varian dari polimer PVDF yang berikatan dengan *hexafluoropropylene* (HFP) dengan sifat amorf lebih tinggi sehingga mampu mengikat elektron lebih besar, sebagaimana pada larutan elektrolit yang biasa digunakan sebagai material gel polimer elektrolit dalam pembuatan baterai [18].

Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah kaca konduktif (ITO), filter 4 μm , *injector* (suntikan), implantor ion, *spin coater*, LCR meter, alat ukur kekuatan dielektrik, mesin vakum evaporator.

Prosedur Percobaan

Pembuatan larutan polimer

Polimer PVDF produksi Aldrich Chemistry berbentuk butiran pellet sebanyak 2 gram dicampur dengan acetone 20 mL kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 650 rpm selama 4 jam. Kemudian difilter dengan ukuran pori-pori 4 μm . Untuk polimer PVDF-HFP dilakukan hal serupa pada suhu 80 °C saat diaduk dengan *magnetic stirrer*.

Preparasi polimer

Kaca konduktif ITO yang dilapisi permukaannya dengan *papper tape* pada kedua sisinya dengan lebar 8 mm dan dibersihkan permukaannya dengan *acetone* diletakkan pada ruang sampel *spin coater*. Kemudian pompa vakum pemegang *holder* sampel dan larutan polimer yang telah difilter ditetaskan pada permukaan kaca ITO. Setelah itu tegangan pemutar diset sebesar 85 volt atau setara dengan kecepatan putar 2189 ± 150 rpm dengan lama proses spin selama 60 detik.

Implantasi ion nitrogen

Proses implantasi ion dilakukan dengan mesin implantor ion milik PSTA BATAN dengan prosedur meliputi : Lapisan polimer PVDF pada kaca ITO diletakkan pada *holder* sampel implantor ion, sistem pemvakuman mesin implantor ion dihidupkan hingga diperoleh tekanan mencapai 2×10^{-6} mbar, kemudian dilakukan proses implantasi ion nitrogen dengan parameter energi 10 keV, arus 10 μA dan lama waktu implantasi dilakukan pada variasi lama waktu 0,5, 3, 7, 10 dan 15 menit. Besar energi pemercepat ion dipilih sebesar 10 keV dengan mempertimbangkan jenis ion nitrogen merupakan unsur dan lapisan polimer PVDF yang memiliki ketebalan pada orde 8 μm sehingga energi yang besar akan merusak ikatan polimer hingga kedalaman paling bawah.

Pembuatan elektrode Cu

Logam Cu sebesar 0,5 mg ditimbang dan bersama sampel yang telah diimplan ion nitrogen di letakkan pada *holder* sampel. Kemudian mesin vakum *evaporator* dihidupkan sistem pemvakumannya hingga mencapai tekanan 2×10^{-5} Torr. Setelah itu logam Cu dievaporasikan menuju substrat/sampel dengan memberikan arus dan tegangan sebesar 20 A dan 3 Volt.

Pengukuran kapasitansi dan faktor disipasi

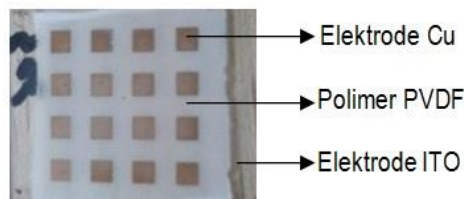
Pengukuran kapasitansi dan faktor disipasi dilakukan dengan menggunakan LCR meter GW Instek 200 dengan parameter set tegangan 1 V, frekuensi 1 kHz dan mode ukur C-D. Proses pengukuran tiap sampel dilakukan selama 10 detik dengan pengulangan sebanyak 5 kali tiap sampel.

Pengukuran kekuatan dielektrik

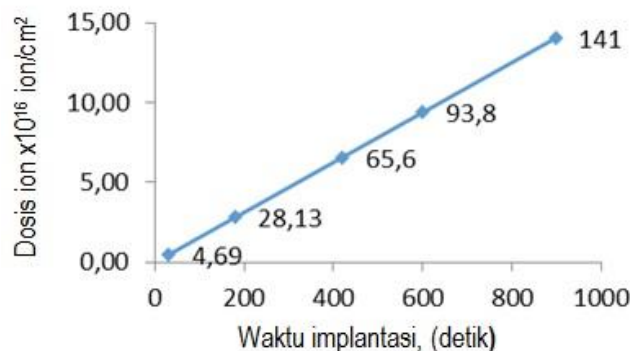
Sumber tegangan tinggi dengan spesifikasi tegangan 250 V hingga 50 kV dihubungkan dengan probe yang memiliki ujung luasan 5 μm . Kedua ujung probe dihubungkan dengan kedua elektrode kapasitor lapisan tipis *single layer*, kemudian tegangan diterapkan dan dinaikkan secara perlahan tiap 10 detik hingga terdeteksi arus mengalir. Faktor yang mempengaruhi nilai kekuatan dielektrik dilakukan pengukuran diantaranya adalah suhu lingkungan, durasi pengukuran, dan kelembaban ruangan [11].

Karakterisasi SEM dan FTIR

Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan dengan spesifikasi alat seri JSM-6510LA yang dilakukan untuk mendapatkan gambar morfologi permukaan lapisan tipis polimer PVDF dalam skala mikro sebelum dan sesudah diimplan ion nitrogen. Sedangkan karakterisasi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan dengan menggunakan spesifikasi alat *spectrophotometer 8201PC Shimadzu* yang dilakukan untuk mengetahui ikatan molekul polimer PVDF dan PVDF-HFP sebelum dan sesudah diimplan ion nitrogen. Karakterisasi FTIR dilakukan dengan menyertakan kaca preparat yang dilapisi dengan elektroda ITO dengan menjadikan kaca ITO sebagai blangko referensi awal, hal itu dilakukan untuk menghindari kerusakan pada kapasitor lapisan tipis yang dibuat.



Gambar 1. Kapasitor *single layer* berbahan dielektrik polimer PVDF.



Gambar 2. Besar dosis ion nitrogen diimplan pada polimer PVDF dan PVDF-HFP berbanding lama waktu implantasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Perhitungan Dosis Ion

Proses penelitian yang dilakukan menghasilkan kapasitor lapisan tipis *single layer* dengan ukuran 2×2 mm² sebagaimana pada Gambar 1. Jumlah dosis ion nitrogen yang diimplan pada PVDF dan PVDF-HFP dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$D = \frac{Q}{e \cdot A} = \frac{I \cdot t}{e \cdot A} \quad (1)$$

Dengan Q muatan total (C), t waktu implantasi (s), I arus ion (A), e muatan elektron ($1,6 \times 10^{-19}$ C), dan A luas permukaan sasaran (cm²). Hasil perhitungan yang diperoleh diplot pada grafik sebagaimana pada Gambar 2. Hasil perhitungan dosis ion menunjukkan semakin lama waktu implantasi dilakukan, semakin besar pula jumlah ion yang terimplan di dalam polimer. Sebagaimana persamaan (1) nilai dosis ion sebanding dengan lama waktu implan yang diberikan.

Kapasitansi dan Faktor Disipasi

Hasil pengukuran kapasitansi dan faktor disipasi dari sampel PVDF dan PVDF-HFP yang diimplantasi ion nitrogen diperlihatkan pada Tabel 1. Untuk mempermudah analisis maka hasil pada Tabel 1 dibuat grafik seperti pada Gambar 3. Dari data Tabel 1 menunjukkan terjadinya peningkatan nilai kapasitansi terhadap polimer yang diimplan dengan ion nitrogen.

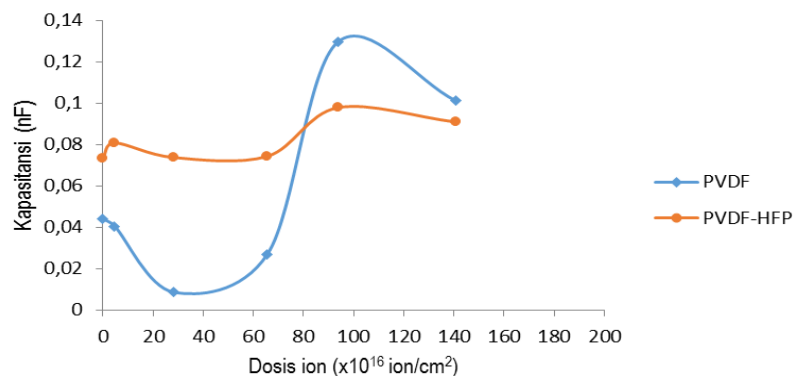
Tabel 1. Data pengukuran kapasitansi kapasitor lapisan tipis *single layer* berbahan polimer PVDF dan PVDF-HFP.

Dosis ion/cm ²	C (nF)	
	PVDF	PVDHF
0	0,0206	0,0967
$4,69 \times 10^{16}$	0,0316	0,0968
$2,81 \times 10^{17}$	0,0413	0,1012
$6,56 \times 10^{17}$	0,0565	0,1234
$9,38 \times 10^{17}$	0,0895	0,1349
$1,41 \times 10^{18}$	0,0361	0,1342

Peningkatan terjadi pada dosis implantasi ion nitrogen $4,69 \times 10^{16}$ ion/cm², $2,81 \times 10^{17}$ ion/cm², $6,56 \times 10^{17}$ ion/cm² dan $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm², adapun untuk dosis $1,41 \times 10^{18}$ ion/cm² mulai terjadi penurunan nilai kapasitansi. Perilaku yang demikian terjadi pada kedua bahan polimer yang digunakan. Peningkatan nilai kapasitansi ini menunjukkan terjadinya perubahan pada struktur molekul polimer akibat dari ion nitrogen yang diimplantasikan. Polimer yang diimplantasi ion nitrogen memiliki perubahan sifat elektrik yang ditandai dengan meningkatnya nilai permitivitas bahan dielektrik (ϵ) yang sebanding dengan nilai kapasitansi [19,20]. Sedangkan penurunan nilai kapasitansi saat diimplantasi dengan ion hingga mencapai orde 10^{16} ion/cm² menunjukkan bahwa struktur molekul ion mengalami kerusakan dengan area dan tingkat kedalaman yang lebih besar sehingga bersifat lebih konduktif dengan ditandai mulai berkurangnya nilai kapasitansi [21,22].

Adapun jika dilakukan perbandingan nilai kapasitansi antara kedua bahan, hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa nilai kapasitansi dari bahan PVDF-HPF lebih besar bila dibandingkan PVDF. Kondisi yang demikian juga terjadi ketika keduanya dilakukan implan ion dari mulai dosis $4,69 \times 10^{16}$ ion/cm² hingga dosis $1,41 \times 10^{18}$ ion/cm² sebagaimana pada Gambar 4. Rasio peningkatan nilai kapasitansi polimer PVDF lebih besar dibanding dengan PVDF-HPF, dimana peningkatan optimum keduanya terjadi pada saat dosis implan $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm² dengan rasio sebesar 1:4,3 untuk polimer PVDF dan 1:1,4 untuk polimer PVDF-HFP. Namun demikian penurunan nilai kapasitansi pada saat dilakukan implantasi ion dengan dosis $1,41 \times 10^{18}$ ion/cm² pada polimer PVDF lebih tinggi bila dibanding PVDF-HFP. Hal ini menunjukkan daya tahan PVDF-HFP lebih tinggi bila dibandingkan PVDF. Hasil pengukuran nilai faktor disipasi kedua bahan sebagaimana ditunjukkan Tabel 2 dan diplot pada Gambar 4.

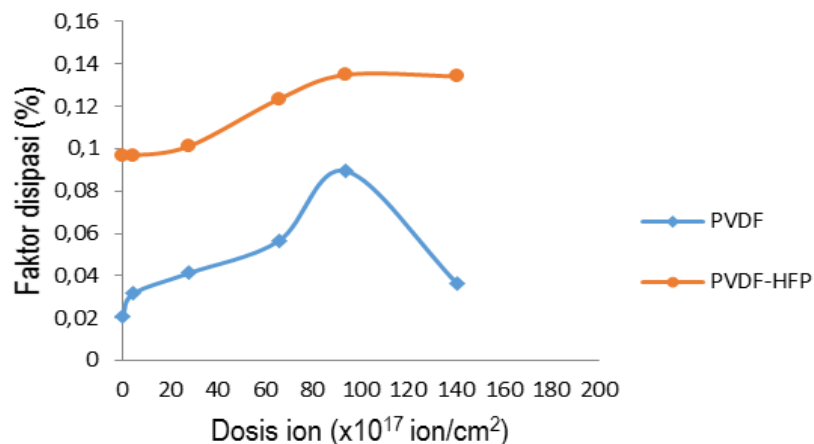
Terlihat pada Gambar 4 besarnya nilai faktor disipasi bersifat fluktuatif terhadap besarnya dosis ion nitrogen. Dengan faktor disipasi terbesar terjadi saat dilakukan implantasi dengan dosis $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm² dengan nilai berturut-turut 0,130 % pada PVDF dan 0,098 % pada PVDF-HFP. Keadaan tersebut kemungkinan disebabkan faktor penyebab disipasi yang bekerja pada tiap sampel berbeda akibat dari perbedaan distribusi ion pada material [23]. Faktor tersebut diantaranya seperti distorsional, dipolar, interface piranti dan loss konduksi [11]. Namun demikian perlu dilakukan pengujian lebih lanjut untuk mendapatkan penjelasan yang lebih meyakinkan.



Gambar 3. Pengaruh dosis ion nitrogen terhadap nilai kapasitansi PVDF dan PVDF-HFP.

Tabel 2. Data pengukuran faktor disipasi kapasitor lapisan tipis single layer berbahan polimer PVDF dan PVDF-HFP.

Dosis ion/cm ²	Df (%)	
	PVDF	PVDF
0	0,044	0,073
$4,69 \times 10^{16}$	0,045	0,081
$2,81 \times 10^{17}$	0,009	0,074
$6,56 \times 10^{17}$	0,027	0,074
$9,38 \times 10^{17}$	0,130	0,098
$1,41 \times 10^{18}$	0,101	0,091



Gambar 4. Pengaruh dosis ion nitrogen terhadap faktor disipasi PVDF dan PVDF-HFP.

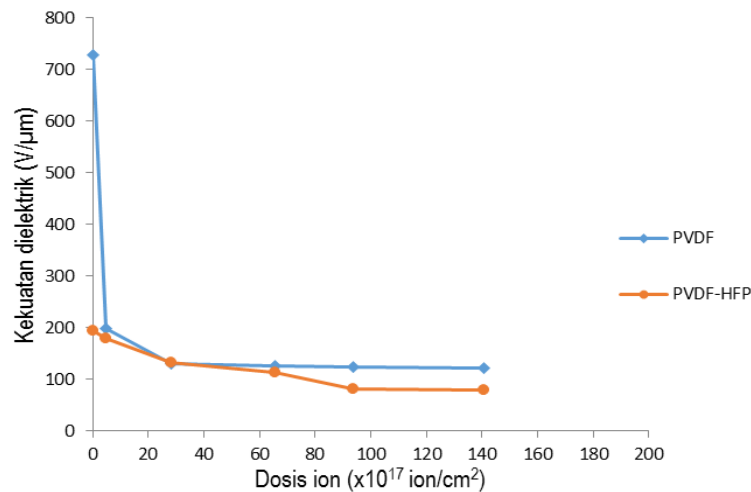
Tabel 3. Nilai kekuatan dielektrik polimer PVDF dan PVDF-HFP dengan konsentrasi 100 mg/mL.

Dosis ion/cm ²	PVDF(V/ μ m)		PVDF-HFP (V/ μ m)	
	Rata-rata	Rentang	Rata-rata	Rentang
0	728	558-898	194	157-230
$4,69 \times 10^{16}$	198	151-244	180	146-213
$2,81 \times 10^{17}$	130	111-148	132	114-150
$6,56 \times 10^{17}$	126	97-155	114	82-146
$9,38 \times 10^{17}$	124	92-156	82	38-126
$1,41 \times 10^{18}$	122	88-156	80	45-115

Kekuatan Dielektrik

Pengukuran kekuatan dielektrik dilakukan pada suhu ruangan 27,78 °C dengan kelembaban 77% dan tiap titik diukur selama rentang waktu 10 detik. Hasil pengukuran kekuatan dielektrik kapasitor diperoleh sebagaimana Tabel 3.

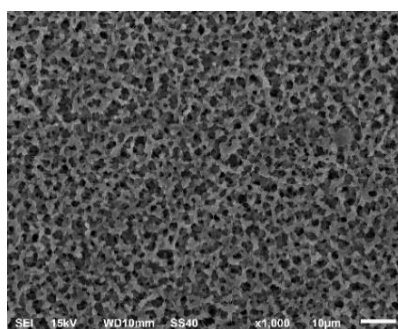
Hasil pengukuran sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 5 menunjukkan penurunan nilai kekuatan dielektrik pada polimer PVDF dan PVDF-HFP setelah dilakukan implantasi ion nitrogen. Penurunan secara drastis terjadi pada polimer PVDF saat mulai dilakukan implantasi pada dosis $4,69 \times 10^{16}$ ion/cm² dimana nilai semula sebesar 728 V/ μ m turun menjadi 198 V/ μ m. Setelah itu penurunan menjadi lebih kecil ketika diimplan dengan dosis ion lebih besar dari mulai $2,81 \times 10^{17}$ ion/cm² dan nilai kekuatan dielektrik cenderung stabil mulai dosis implantasi $6,56 \times 10^{17}$ ion/cm² hingga $1,41 \times 10^{18}$ ion/cm² dengan rentang nilai antara 88-156 V/ μ m. Pada polimer PVDF-HFP penurunan nilai kekuatan dielektrik bersifat linear dengan nilai 180 V/ μ m hingga 80 V/ μ m. Hasil tersebut menunjukkan polimer PVDF-HFP memiliki tingkat ketahanan elektrik lebih besar dibanding polimer PVDF terhadap tegangan yang diberikan sehingga lebih mampu mempertahankan ikatan molekul atom penyusunnya dalam menahan muatan setelah dilakukan implantasi ion. Kondisi ini tidak lepas dari struktur PVDF berbentuk kristal sedangkan PVDF-HFP lebih amorf [24]. Selain itu PVDF-HFP memiliki nilai konduktivitas yang lebih besar dan kestabilan mekanik sebagai polimer elektro aktif [25].



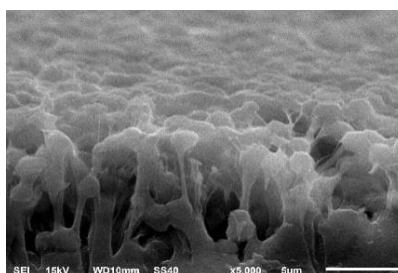
Gambar 5. Pengaruh dosis ion nitrogen terhadap faktor kekuatan dielektrik PVDF dan PVDF-HFP.

Karakterisasi SEM

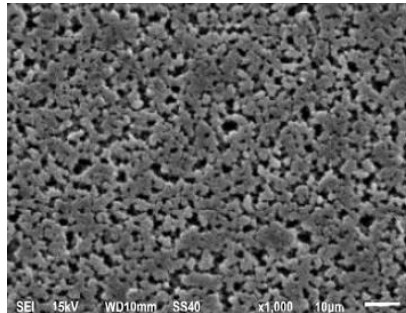
Karakterisasi SEM dilakukan untuk membandingkan kondisi morfologi permukaan polimer PVDF yang telah dilakukan implantasi ion nitrogen dan sebelum dilakukan implan ion. Hasil yang diperoleh ditunjukkan sebagaimana Gambar 6. Berdasarkan Gambar 6 dapat dilihat bagaimana struktur ikatan polimer PVDF dalam skala 10 μm, terdapat pori-pori antar ikatan yang membentuk pola yang menunjukkan jenis ikatan molekul polimer PVDF. Struktur ikatan berupa semi-kristal dengan terjadinya gumpalan ikatan pada beberapa tempat yang membentuk area *amorphous*. Pada lapisan PVDF sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 7 juga menunjukkan keadaan permukaan yang tidak rata atau homogen. Kondisi ini terjadi karena pada tahapan preparasi sampel tidak dilakukan proses *annealing* setelah penumbuhan lapisan tipis polimer. Sedangkan pada lapisan PVDF dengan dosis implan ion nitrogen $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm² sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 8 memperlihatkan perubahan pola struktur permukaan dengan berkurangnya pori-pori dan bertambahnya ikatan akibat implantasi ion yang menyebabkan terjadinya *cross-linking* [26]. Selain itu bagian permukaan menjadi lebih homogen ketika dilihat secara *cross-section* dengan SEM sebagaimana Gambar 9.



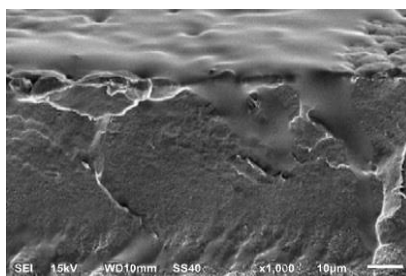
Gambar 6. Morfologi permukaan lapisan polimer PVDF sebelum diimplantasi ion nitrogen.



Gambar 7. Morfologi permukaan lapisan polimer PVDF secara *Cross-section*.



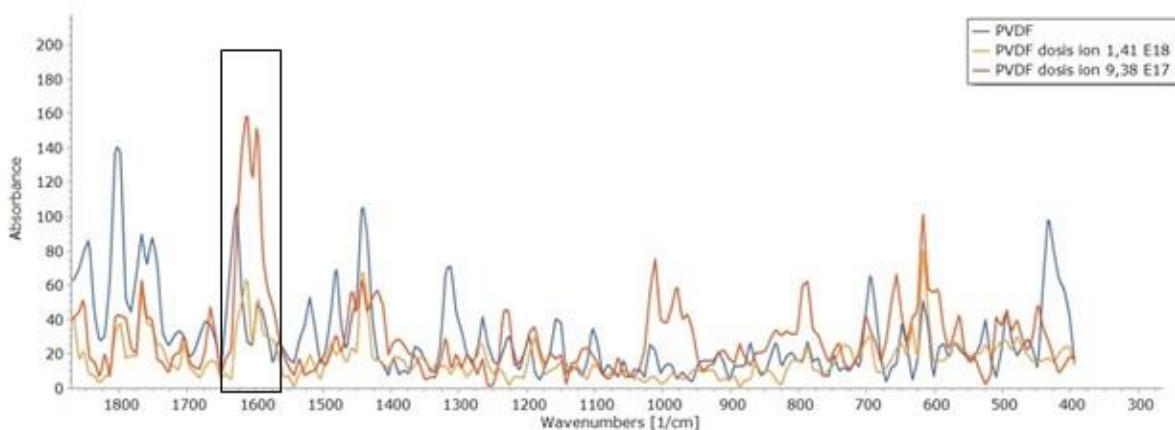
Gambar 8. Morfologi permukaan lapisan polimer PVDF setelah diimplantasi ion nitrogen dengan dosis $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm².



Gambar 9. Morfologi permukaan lapisan polimer PVDF secara *cross-section* setelah diimplantasi ion nitrogen dengan dosis $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm².

Karakterisasi FTIR

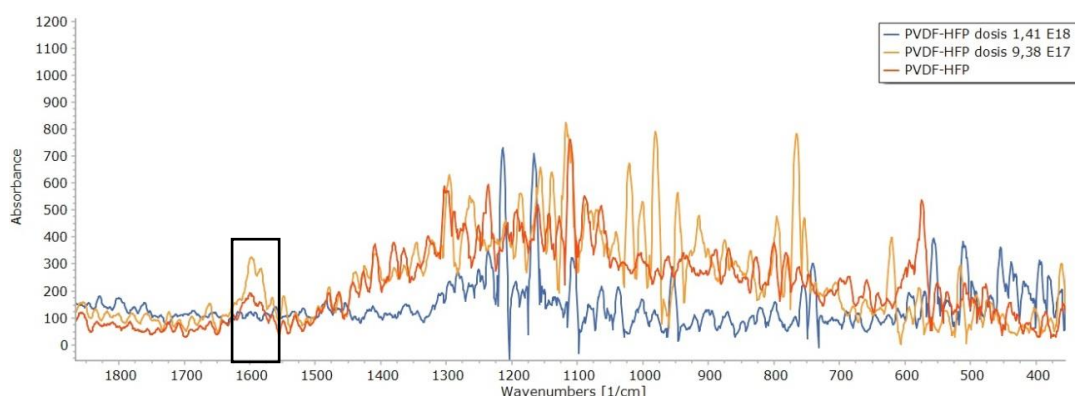
Karakterisasi FTIR dilakukan untuk mengetahui perubahan ikatan molekul polimer setelah dilakukan implantasi ion nitrogen dengan ditandai puncak serapan spektrum IR pada panjang gelombang tertentu. Sampel yang dikarakterisasi terdiri dari lapisan polimer PVDF dan PVDF-HFP sebelum diimplantasi ion nitrogen, lapisan polimer PVDF dan PVDF-HFP setelah diimplantasi ion nitrogen dengan dosis $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm² dan lapisan polimer PVDF dan PVDF-HFP setelah diimplantasi ion nitrogen dengan dosis $1,41 \times 10^{18}$ ion/cm². Ketiga sampel tersebut dipilih berdasarkan hasil pengukuran kapasitansi yang menunjukkan kapasitansi maksimum diperoleh saat dilakukan implantasi ion nitrogen sebesar $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm² dan penurunan nilai kapasitansi dibanding sampel sebelum diimplantasi ion terjadi pada saat dilakukan implantasi ion dengan dosis $1,41 \times 10^{18}$ ion/cm². Sedangkan sampel sebelum diimplantasi ion digunakan sebagai acuan (kontrol). Hasil karakterisasi ditunjukkan sebagaimana Gambar 10, 11 dan 12.



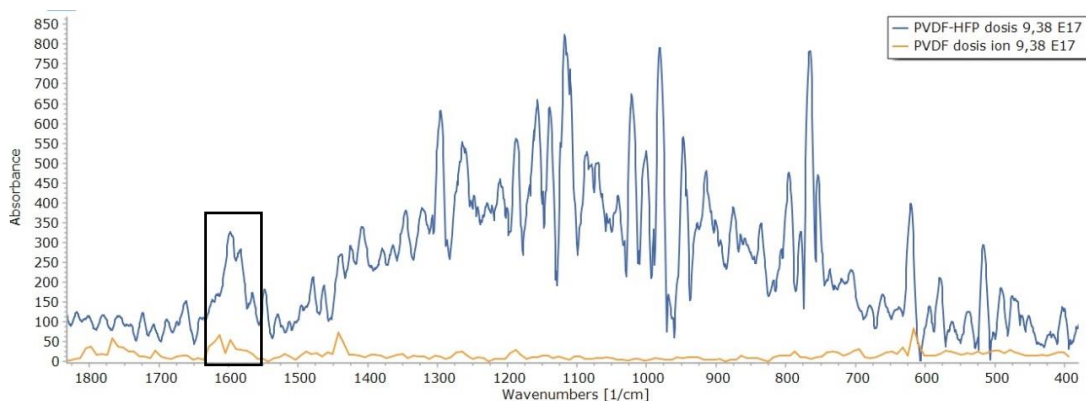
Gambar 10. Spektrum FTIR lapisan tipis PVDF tanpa implantasi ion, PVDF dengan dosis implantasi $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm² dan PVDF dengan dosis implantasi $1,41 \times 10^{18}$ ion/cm² pada bilangan gelombang 1800-400 cm⁻¹.

Berdasarkan Gambar 11 pada area spektrum antara 1800-400 cm^{-1} yang merupakan area ikatan rangkap untuk atom C=C dengan intensitas lemah yaitu alkene pada bilangan gelombang 1680-1600 cm^{-1} dan cincin alifatik pada bilangan gelombang 1600-1400 cm^{-1} , diperoleh perbandingan puncak-puncak spektrum yang telah mengalami perubahan antara PVDF yang telah diimplantasi ion nitrogen dengan dosis $9,38 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$ dan PVDF yang telah diimplantasi ion nitrogen dengan dosis $1,41 \times 10^{18} \text{ ion/cm}^2$ terhadap PVDF sebelum diimplantasi ion. Pada puncak utama dengan bilangan gelombang 1614 cm^{-1} terjadi peningkatan intensitas absorpsi dari PVDF dengan dosis implantasi $9,38 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$ jika dibandingkan dengan PVDF sebelum diimplantasi ion. Sedangkan pada dosis ion $1,41 \times 10^{18} \text{ ion/cm}^2$ intensitas absorpsi menjadi semakin berkurang. Peningkatan tersebut menunjukkan semakin bertambahnya ikatan rangkap karbon C=C setelah diimplantasi ion nitrogen. Sedangkan berkurangnya intensitas absorpsi pada dosis ion $1,41 \times 10^{18} \text{ ion/cm}^2$ diduga disebabkan degradasi ikatan molekul akibat distribusi kedalaman ion semakin besar [19].

Sedangkan pada polimer PVDF-HFP peningkatan absorpsi spektrum IR ditandai pada puncak bilangan gelombang 1573 cm^{-1} sebagaimana ditunjukkan Gambar 12. Dari Gambar 12 terlihat bahwa PVDF-HFP yang telah diimplantasi ion nitrogen dengan dosis $9,38 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$ memiliki intensitas tertinggi dan PVDF-HFP yang telah diimplantasi ion nitrogen dengan dosis $1,41 \times 10^{18} \text{ ion/cm}^2$ memiliki intensitas absorpsi lebih kecil dibanding PVDF-HFP sebelum diimplantasi ion nitrogen. Adapun ketika dilakukan perbandingan terhadap puncak absorpsi tertinggi antara PVDF dan PVDF-HFP yang diimplantasi ion nitrogen dengan dosis $9,38 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$, menunjukkan selisih yang cukup besar. Dimana PVDF-HFP memiliki intensitas absorpsi lebih dari 300 sedangkan PVDF berada di bawah 200. Hasil ini mengkonfirmasi nilai pengukuran kapasitansi yang diperoleh dimana lapisan tipis polimer PVDF-HFP lebih besar lapisan tipis polimer dibanding PVDF.



Gambar 11. Spektrum FTIR lapisan tipis PVDF-HFP tanpa implantasi ion, PVDF-HFP dengan dosis implantasi $9,38 \times 10^{17} \text{ ion/cm}^2$ dan PVDF-HFP dengan dosis implantasi $1,41 \times 10^{18} \text{ ion/cm}^2$ pada bilangan gelombang 1800-400 cm^{-1} .



Gambar 12. Perbandingan spektrum FTIR lapisan tipis PVDF dengan dosis implantasi $4,69 \times 10^{16} \text{ ion/cm}^2$ dan PVDF-HFP dengan dosis im'plantasi $4,69 \times 10^{16} \text{ ion/cm}^2$.

KESIMPULAN

Karakteristik elektrik polimer PVDF dan PVDF-HPF sangat dipengaruhi oleh besarnya dosis ion nitrogen yang terimplantasi. Bentuk morfologi dan ikatan molekul polimer tersebut berubah setelah diimplantasi oleh ion nitrogen. Nilai kapasitansi kapasitor mengalami peningkatan setelah dilakukan implantasi ion nitrogen dengan dosis antara $4,69 \times 10^{16}$ ion/cm² hingga $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm² pada energi 10 keV. Peningkatan nilai kapasitansi sebesar 4,3 kali diperoleh pada polimer PVDF dan 1,4 kali pada polimer PVDF-HFP. Nilai kapasitansi optimal diperoleh pada dosis $9,38 \times 10^{17}$ ion/cm² berturut-turut sebesar 0,0895 nF dengan faktor disipasi 0,13 % pada polimer PVDF dan 0,1349 nF, faktor disipasi 0,01 % untuk polimer PVDF-HFP. Peningkatan terjadi akibat bertambahnya ikatan rangkap karbon C=C setelah diimplantasi ion nitrogen sehingga menjadi lebih kapasitif. Sedangkan kekuatan dielektrik mengalami penurunan setelah dilakukan implantasi ion nitrogen.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan banyak terimakasih kepada Bapak Suhartono, Agus Wijayanto, Agus Dwi Atmojo atas bantuan yang diberikan dalam proses penelitian yang dilakukan di PSTA BATAN.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Y. Feng, W. L. Li, J. P. Wang, J. H. Yin and W. D. Fei, "Core-shell structured BaTiO₃@carbon hybrid particles for polymer composites with enhanced dielectric performance," J. Mater. Chem. A, vol. 3, pp. 20313, 2015.
- [2]. L. Fei, R. Huo, X. Huang, Q. Lei, and P. Jiang, "Crystalline Properties, Dielectric Response and Thermal Stability of In-situ Reduced Graphene Oxide/Poly(vinylidene fluoride) Nanocomposites," IEEE T.Dielect. El. In., Vol. 21, no. 1, pp. 44, 2014.
- [3]. B. Decourt and R. Debarre, Electricity storage Factbook. Paris: Schlumberger Business Consulting Energy Institute, 2013.
- [4]. X. Tian and X. Jiang, "Poly(vinylidene fluoride-co-hexafluoropropene) (PVDF-HFP) membranes for ethyl acetate removal from water," J. Hazardous Mat., vol. 153, p. 128–135, 2008.
- [5]. H. Tang and H. A. Sodano, "Ultra High Energy Density Nanocomposite Capacitors with Fast Discharge Using Ba_{0.2}Sr_{0.8}TiO₃ Nanowires," J. Nano Letters, vol. 13, no. 4, pp. 1373-1379, 2013.
- [6]. B. Chu, X. Zhou, K. Ren, B. Neese, M. Lin, Q. Wang, F. Bauer, Q. M. Zhang, "A Dielectric Polymer with High Electric Energy Density and Fast Discharge Speed," J. Science Mag., vol. 313, iss. 5785, pp. 334-336, 2006.
- [7]. F. Baoyan, L. Feihua, Y. Guang, L. He, Z. Guangzu, J. Shenglin, W. Qing, "Dielectric materials for high-temperature capacitors," IET Nanodielectr, vol. 1 iss. 1, pp. 32-40, 2018.
- [8]. D. V. Sviridov, "Chemical aspects of implantation of high-energy ions into polymeric materials," Usp. Khim. Pp. 363-377, 2002; Russian Chem. Reviews, pp. 315–327, 2002.
- [9]. V.N. POPOK, "Ion Implantation of Polymers: Formation of Nanoparticulate Materials," J. Rev. Adv. Sci., vol. 30, pp. 1-26, 2012.
- [10]. C. Lothongkam, Dielectric strength behaviour and mechanical properties of transparent insulation materials suitable to optical monitoring of partial discharges. Dissertation in BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, 2014.
- [11]. G. Alici, A. Punning, R. S. Herbert, "Enhancement Of Actuation Ability Of Ionic-Type Conducting Polymer Actuators Using Metal Ion Implantation," J. Sens and Act Chem, vol. 157, pp. 1, 2011.
- [12]. Y. Feng, W.L. Li, Y. F. Hou, Y. Yu, W.P. Cao, T. D. Zhang and W.D. Fei, "Enhanced Dielectric Properties of PVDF HFP/BaTiO₃-nanowires Composite Induced by Interfacial Polarization and Wire-shape," J. Mat Chem C, vol. 1, p. 3, 2012.
- [13]. H. Younas, H. Bai, J. Shao, Q. Han, Y. Ling and Y. He, "Super-Hydrophilic And Fouling Resistant PvdF Ultrafiltration Membranes Based on a Facile Prefabricated Surface," J. Membr. Sci., vol. 541, pp. 529–540, 2017.

- [14].N. Li, Y. Fu, Q. Lu, and C. Xiao, "Microstructure And Performance Of A Porous Polymer Membrane With A Copper Nano-Layer Using Vapor-Induced Phase Separation Combined With Magnetron Sputtering," *J. Polymers*, vol. 9, p. 524, 2017.
- [15].F. Chen, X. Shi, X. Chen and W. Chen, "Preparation and Characterization of Amphiphilic Copolymer PVDF-G-Pmabs and Its Application In Improving Hydrophilicity And Protein Fouling Resistance of PVDF Membrane," *J. Appl. Surf. Sci.*, vol. 427, pp. 7877–7897, 2018.
- [16].Y. Koseki, K. Aimi, and S. Ando, "Crystalline structure and molecular mobility of PVDF chains in PVDF/PMMA blend films analyzed by solid-state ^{19}F MAS NMR spectroscopy," *J. Polymer*, vol. 44, p. 757–763, 2012.
- [17].Z. J. Hu, M. W. Tian, B. Nysten, and A.M. Jonas, "Regular arrays of highly ordered ferroelectric polymer nanostructures for non-volatile low-voltage memories," *J. Nat.Mater.* Vol. 8, No. 1, pp. 62-67, 2009.
- [18].W. Liu, X.K. Zhang, F. Wu and Y. Xiang, "A Study On PVDF-HFP Gel Polymer Electrolyte for Lithium-Ion Batteries," *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 012036, pp. 213, 2017.
- [19].W. Li, D. Pei, X. Guo, M.K. Cheng, S. Lee, Q. Lin, S.W. King and J. L. Shohet, "Effects of Cesium Ion-Implantation on Mechanical and Electrical Properties of Organosilicate Low-K Films," *J. App. Physics Let.*, vol. 108, pp. 202901, 2016.
- [20].S. Liu, S. Xiu, B. Shen, J. Zhai, and L.B. Kong, "Dielectric Properties and Energy Storage Densities of Poly(vinylidene fluoride) Nanocomposite with Surface Hydroxylated Cube Shaped $\text{Ba}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{TiO}_3$ Nanoparticles," *J. Polymers*, vol. 8, p. 45, 2016.
- [21].E.A. Hegazy, H. Abdel-Rehim, D.A. Diaa and A. El-Barbary, Controlling of Degradation Effects in Radiation Processing of Polymers, IAEA-TECDOC-1617, 2009.
- [22].V.Y. Kabanov, V. I. Feldman, B.G. Ershov, A. I. Polikarpov, D.P. Kiryukhin, and P.Y. Apel, "Radiation Chemistry of Polymers," *J. High Energy Chemistry*, vol. 43, pp. 1–18, 2009.
- [23].S. Abbrent, J. Plestil, D. Hlavata, J. Lindgren, J. Tegenfeldt and Å. Wendsjö, "Crystallinity and morphology of PVdF–HFP-based gel electrolytes," *J. Polymer*, vol. 42, p. 1407–1416, 2001.
- [24].A.L. Stepanov, S.N. Abdulin, V.Y. Petukhov, Y.N. Osin, R.I. Khaibullin and I.B. Kaibullin, "Formation of metal-polymer composites by ion implantation," *J. Phil. Mag. Part B*, vol. 80, iss.1, pp. 23-28, 2009.
- [25].A. M. Stephan, K.S. Nahm, M. A. Kulandainathan, G. Ravi and J. Wilson, "Electrochemical Studies on Nanofiller Incorporated Poly(Vinylidene Fluoride-Hexafluoropropylene) (Pvdf- HFP) Composite Electrolytes for Lithium Batteries," *J. Appl. Electrochem.*, vol. 36, pp. 1091-1097, 2006.
- [26].E.M. Kornacka, G. Przybytniak, and W. Świążkowski, "The influence of crystallinity on radiation stability of UHMWPE," *J. Radiat. Phys. Chem.*, vol. 84, pp. 151-156, 2013.