

GAZONG

**Jurnal
UiTM Cawangan Pahang**



Jilid 6 (1 & 2)

Jan. - Dis. 2001

ISSN 0128-5599

Kertas Kerja Penyelidikan/ Research Papers

Connecting Accounting and Communication: A Survey of Accounting Students Throughout Universities in Malaysia.

Halil Bin Paino

Foreign Elements in the English Language Vocabulary.

Kamisah Ariffin

Pendidikan Non-formal Dalam Mengukuh Minat dan Kefahaman Terhadap Sains.

Badrul Hisham Mohd Nor, Zulkifley Mohamed, Ahmad Saat

Male and Female Speech Styles: Evidence from Literary Texts.

Kamisah Ariffin, Sabariah Md. Rashid

Kajian Kelakuan Tidak Sosial dan Sosial Lotong Cengkuang di Lapangan di Zoo Melaka.

M. Muzamil, Z.Z. Zainuddin, H. Sarina, M.N. Ramlan

Wood Quality Assesment of Rubberwood: The Effect of Clone and Age on Specific Gravity and Strength Properties.

Suhaimi Muhammed, Mansur Ahmad, Mohd Hamami Sahri

Manufacture of Melamine Urea Formaldehyde Particleboard from Hujan Panas.

Jamaludin Kasim, Shaikh Abdul Karim Yamani, Abdul Jalil Hj. Ahmad, Saimin Basir, Jalali Hj. Salleh

Sifat magnet Komposit Ferit ($\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{0.5-0.4}\text{Ni}_{0.3}\text{Zn}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$) - Termoplastik Getah Asli

Siti Atkah Abdul Hamid, Abdul Aziz Mansor

MIKROSTRUKTUR DAN MORFOLOGI KOMPOSIT GETAH ASLI TERMOPLASTIK – GARNET ITRIMUM BESI (PP/NR -Y₃Fe₅O₁₂)

ABDUL AZIZ MANSOR & SITI ATKAH ABDUL HAMID

UiTM Cawangan Pahang, Lintasan Semarak

26400 Jengka, Pahang.

ABSTRAK

Komposit polipropilena - getah asli (PP/NR) berpengisi serbuk YIG (Y₃Fe₅O₁₂) telah disediakan dengan menggunakan mesin Brabender. Kesan penambahan serbuk pengisi YIG di dalam komposit PP/NR/YIG telah dikaji dari segi mikrostruktur dan morfologi. Teknik-teknik pembelauan sinar-X (XRD) dan mikroskopi imbasan elektron (SEM) masing-masing telah digunakan bagi menentukan mikrostruktur, morfologi dan kehomogenan taburan pengisi di dalam komposit PP/NR/YIG. Difraktogram daripada kajian pembelauan sinar-X menunjukkan struktur pengisi YIG dalam komposit tidak berubah. Keputusan ujikaji menunjukkan bahawa zarah-zarah pengisi YIG bertabur secara sekata di dalam komposit PP/NR/YIG.

PENDAHULUAN

Menurut Sahrin et al. (1995), getah asli dengan rantai polimer yang panjang, umumnya, agak tidak begitu serasi dengan kebanyakan polimer sintetik seperti termoplastik polietilena (PE) dan polipropilena (PP) yang mengakibatkan berlakunya morfologi dua fasa dalam adunan getah asli termoplastik (Thermoplastic Natural Rubber, TPNR) (Elliot 1981). Ini bermakna wujud masalah ketidakhomogenan fasa antara termoplastik dan fasa getah asli (Sahrin et al. 1994). Oleh itu, pengserasi sebagai fasa ketiga perlu ditambahkan dalam adunan TPNR untuk membantu mengaruhi interaksi antara fasa getah asli dan fasa termoplastik, serta menambahkan kehomogenan adunan TPNR (Sahrin et al. 1994; 1995). Ibrahim & Zuriati (1989) dan Ibrahim & Dahlan (1998) telah menggunakan getah asli cecair (Liquid Nature Rubber, LNR) sebagai pengserasi untuk adunan TPNR. Sahrin et al. (1992; 1994; 1995) juga mengkaji kesan LNR terhadap sifat fizikal bagi adunan NR-PP, NR-HDPE, dan NR-LLDPE.

Xanthos et al. (1988, 1991) melaporkan bahawa molekul kecil atau polimer pendek yang mempunyai terminal aktif akan bertindak sebagai agen pengikat antara matriks dengan zarah-zarah yang tertabur. Dengan itu sebarang interaksi kimia antara rantai getah asli dan terminal aktif LNR dijangka menyebabkan pembentukan ikatan kimia dalam fasa getah asli. Keadaan yang sama juga dijangka bagi termoplastik (Sahrim et al. 1994). Dengan kata lain, terminal aktif LNR seperti kumpulan $-OH$ dijangka bertindakbalas dengan zarah-zarah termoplastik dan mengikatnya dengan matriks getah asli (Sahrim et al. 1995). Oleh itu, LNR dalam adunan TPNR berfungsi sebagai agen taut-silang dalam fasa getah asli, dan sebagai pengikat antarafasa bagi fasa getah asli dan fasa termoplastik. Dengan itu, adunan TPNR akan menjadi lebih bersifat homogen dengan kehadiran LNR (Choudhury & Bhowmick 1988; Qin et al. 1990).

Sifat fizikal adunan diperbaiki dan diperhatikan berkadar dengan peningkatan kandungan LNR (Sahrim et al. 1995) di mana darjah taut-silang bertambah (Sahrim et al. 1994). Daripada kajian-kajian Sahrim et al. (1992, 1994, 1995), kandungan optimum bagi LNR dalam adunan NR-PP ialah 10%, 10 - 27% dalam adunan NR-HDPE, dan 10 -15% dalam adunan NR/LLDPE. Ini bermakna dengan penambahan pengserasi, LNR telah berjaya memperbaiki sifat-sifat fizikal adunan dengan menghasilkan interaksi antara fasa getah dan termoplastik iaitu mengatasi masalah ketidakhomogenan fasa dalam adunan. Kehomogenan adunan bukan sahaja ditentukan oleh kandungan LNR, tetapi juga oleh cara percampuran polimer, iaitu kadar percampuran dan suhu ketika polimer di masukkan ke dalam mesin pencampur, yang merupakan parameter yang penting dalam pengadunan TPNR. Kajian mendapati sifat fizikal optimum adunan NR-PP diperolehi pada suhu pemprosesan 170 °C dengan kadar percampuran 50 putaran seminit (Sahrim et al. 1995).

KAEDAH KAJIAN DAN PENCIRIAN

Penyediaan sampel tulen YIG

Bagi kajian morfologi, sampel yang berbentuk pelet digunakan. Pelet tersebut disediakan dengan menimbang lebih kurang 1.000 g serbuk ferit YIG dan dicampurkan polivinil alkohol (PVA) yang digunakan sebagai agen pengikat. Campuran tersebut dikisar dengan menggunakan lesung selama beberapa minit. Campuran tersebut kemudiannya di masukkan dalam acuan dan dikenakan tekanan sebanyak 3 kN untuk membentuk pelet dengan ketebalan ~ 3 mm. Sampel kemudiannya disinter pada suhu 1050 °C selama 10 jam sebelum disejukkan secara perlahan-lahan ke suhu bilik. Bagi penentuan mikrostruktur, serbuk YIG yang telah dibekalkan digunakan.

Penyediaan matriks polipropilena-getah asli (Matriks PP/NR)

Matriks PP/NR yang disediakan berdasar peratus berat bahan adalah PP/NR(70/30) dengan 10 peratus berat LNR sebagai pengserasi (Sahrim et al. 1994; Sahrim et al. 1995; Ibrahim & Dahlan 1998). Mesin pengadun leburan dalam (Model Brabender Plastic-Corder PL 2000) dan pencampur (Model W50E/2) digunakan untuk mengadunkan matriks tersebut.

Proses pengadunan dijalankan dengan kadar putaran 50 putaran perminit dan suhu pencampuran 170 °C. Suhu ini dipilih berdasarkan suhu lebur PP (170 °C) dan getah asli (130 °C) bagi memastikan adunan PP dan NR adalah seragam. NR dimasukkan ke dalam Brabender dan dibiarkan selama 1 minit. Seterusnya diikuti pula oleh LNR sebelum dibiarkan berputar selama 2 minit. Pada minit keempat, PP di masukkan dan dibiarkan selama 12 minit sebelum adunan dikeluarkan dari Brabender. Ketulan matriks PP/NR yang terhasil dihancurkan selepas dibiarkan matang selama lebih kurang 24 jam dengan menggunakan pengisar (Model Refer Granulator PH 300S).

Penyediaan komposit PP/NR/YIG

Komposit yang disediakan terdiri dari matriks PP/NR (70/30) berpengisi serbuk YIG sebanyak 5, 10, 15, 20, 25, dan 30 peratus berat. Pengadunan dilakukan pada kadar putaran 50 putaran perminit dan suhu percampuran 170 °C. Butiran matriks PP/NR yang telah dihancurkan dimasukkan ke dalam Brabender dan dibiarkan selama 3 minit. Pada minit keempat, serbuk ferit YIG di masukkan dengan kuantiti yang ditetapkan dan dibiarkan berputar selama 12 minit. Selepas itu komposit tersebut dikeluarkan dan ditekan dengan mesin penekan panas (Carver Laboratory Press) yang telah dipanaskan pada suhu 175 °C. Penekanan dilakukan selama 2 minit pada 8 kN untuk membentuk kepingan komposit setebal 5 mm, 3 mm atau 1 mm. Ketebalan bergantung kepada dimensi sampel yang diperlukan dalam setiap ujian yang dijalankan.

Kajian morfologi

Kajian morfologi ke atas permukaan sampel tulen YIG, matriks PP/NR(70/30) dan komposit PP/NR/YIG dengan menggunakan mikroskop imbasan elektron (SEM Model Philips XL-30). Kajian ini dilakukan untuk memeriksa taburan pengisi di dalam komposit PP/NR/YIG dan menentukan kehomogenan adunan komposit tersebut.

Sampel tulen YIG dipecahkan sementara matriks PP/NR(70/30) dan komposit PP/NR/YIG dipatahkan selepas dicelup di dalam cecair nitrogen dan di lekatkan pada penyokong spesimen. Setiap sampel ujian disalut dengan lapisan emas dengan

menggunakan mesin sputter coater (Model SC500). Penyalutan ini bertujuan menghasilkan permukaan yang bersifat konduktor bagi membolehkan elektron mengalir melaluinya, mengelakkan kepanasan melampau bila sampel terkena elektron semasa pengujian dan untuk menghasilkan elektron sekunder dalam proses pemeriksaan. Sebelum pengimbasan dilakukan, sampel di masukkan ke dalam kebuk vakum SEM dan divakumkan selama 4 minit. Pengimbasan dilakukan melalui kawalan komputer ke atas setiap sampel.

Kajian struktur

Kajian struktur sampel dilakukan dengan menggunakan difraktometer (Model Siemens D5000) dengan sumber sinar $\text{CuK}\alpha_1$ dengan panjang gelombang, $\lambda = 1.541\text{\AA}$. Teknik pembelauan sinar-X digunakan untuk mengesahkan struktur hablur garnet adalah fasa tunggal dan seterusnya menentukan pemalar kekisi (a) bagi ferit YIG. Difraktometer adalah lakaran keamatan sinar-X (I) yang terbelau melawan sudut pembelauan, 2θ , dengan θ adalah sudut Bragg. Suatu hablur kubus akan memberikan puncak-puncak pembelauan di mana nilai $\sin^2\theta$ nya mematuhi persamaan yang merupakan gabungan persamaan Bragg dan persamaan ruang satah (Cullity 1967) iaitu

$$\sin^2\theta / (h^2 + k^2 + l^2) = \sin^2\theta / s = \lambda^2 / 4a^2 \quad (1)$$

Di sini h , k , dan l ialah indeks-indeks Miller, s = suatu integer, λ = panjang gelombang sinar-X yang digunakan iaitu 1.541\AA dan a = pemalar kekisi sel-unit lazim. Daripada integer-integer s yang didapati, set indeks Miller yang berpadanan ditentukan daripada jadual bentuk kuadrat bagi indeks-indeks Miller (Cullity 1967). Satah-satah pembelauan yang telah diindekskan dibandingkan dengan indeks-indeks Miller bagi struktur garnet yang diambil daripada JCPDS (Bayliss et al. 1974). Seterusnya pemalar kekisi a ditentukan.

KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

Pemeriksaan morfologi

Rajah-rajah 1, 2, 3 dan 4 menunjukkan mikroskopi imbasan elektron (SEM) ke atas permukaan sampel tulen YIG yang dipecahkan, matriks PP/NR(70/30) dan komposit-komposit yang dipatahkan di dalam cecair nitrogen. Keputusan yang ditunjukkan oleh mikrograf menggambarkan bahawa pengisi YIG bertabur dengan sekata di dalam matriks PP/NR. Ini membuktikan bahawa parameter-parameter pemprosesan yang digunakan adalah sesuai dan optimum. Parameter-parameter pemprosesan yang

dimaksudkan adalah suhu pengadunan, kadar putaran rotor dan masa pengadunan dijalankan. Kehomogenan fasa adunan dan parameter-parameter pemprosesan yang dipilih adalah antara parameter yang boleh menentukan kualiti komposit yang dihasilkan (Willis & Favis 1988; Gelling & Tinker 1988 ; Tinker 1987 ; Al-Malaika & Amir 1986 ; Sahrim et al. 1994; Elliot & Tinker 1988). Kehomogenan sampel juga boleh dikaitkan dengan kehadiran LNR sebagai pengserasi dengan kuantiti yang optimum iaitu sebanyak 10 peratus berat bagi matriks PP/NR (Sahrim et al. 1992).

Pemeriksaan mikrostruktur

Rajah 5 mempamerkan spektrum pembelauan sinar-X bagi sampel tulen YIG, matriks PP/NR, dan komposit PP/NR/YIG. Pencerapan dibuat ke atas sifat mikrostruktur berdasarkan kepada ujian sinar-X, menunjukkan bahawa ferit tulen $Y_3Fe_5O_{12}$ adalah berstruktur garnet dengan indeks miller bagi satah-satah cirian yang utama adalah (400), (420), (422), (521), (611), (444), (640), (642) dan (800) dengan satah (420) adalah puncak dengan keamatan yang paling maksimum. Nilai pemalar kekisi purata yang dikira adalah $(12.38 \pm 0.01) \text{ \AA}$ di mana keputusan ini adalah bersesuaian dengan keputusan yang telah dilaporkan oleh beberapa penyelidik seperti Standley, Geller & Gilleo, Wolf & Rodrigue dengan nilai pemalar kekisi, (a) masing-masing adalah 12.37 Å, 12.38 Å dan 12.36 Å (Gilleo 1980). Mikrostruktur YIG tulen yang berfasa tunggal adalah kekal tidak berubah di dalam matriks PP/NR dengan mengekalkan puncak-puncak utamanya dalam julat sudut antara 20 hingga 60 darjah seperti yang terdapat dalam Rajah 5. Matriks PP/NR pula adalah bersifat semihablur dengan kemunculan puncak-puncaknya dalam julat sudut 13 hingga 22 darjah. Komposit mempunyai dua fasa iaitu fasa hablur dan semihablur masing-masing disumbangkan oleh YIG dan PP/NR tulen. Ini menunjukkan bahawa tiada pembentukan hablur baru bagi komposit yang tersebut. Keamatan puncak bagi fasa semihablur dilihat berkurangan dengan peningkatan pengisi YIG di dalam matriks PP/NR(70/30), sementara keamatan puncak-puncak fasa hablur di lihat bertambah. Peningkatan keamatan puncak-puncak hablur sumbangan YIG tulen adalah disebabkan oleh pertambahan kandungan pengisi di dalam matriks PP/NR(70/30).

KESIMPULAN

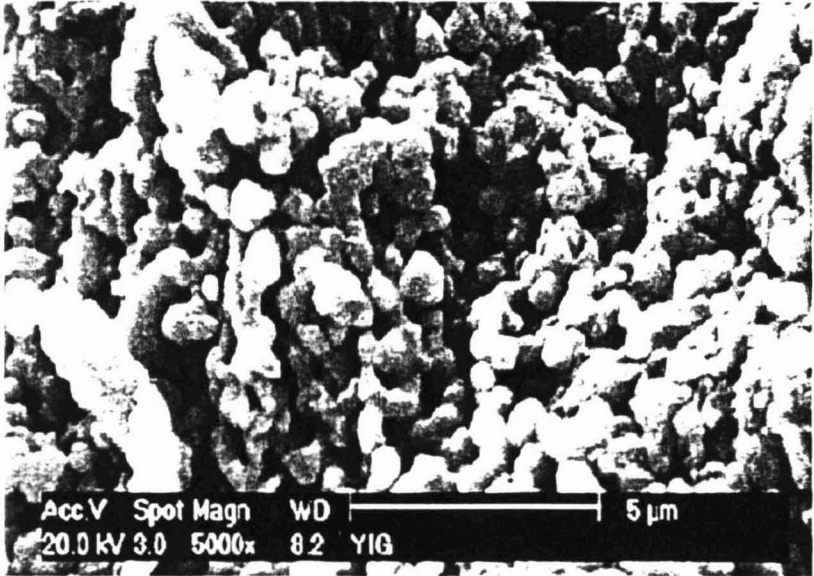
Kajian ini telah dapat mengesahkan struktur garnet berfasa tunggal dengan menggunakan teknik pembelauan sinar-X bagi sampel tulen YIG yang digunakan sebagai pengisi untuk sampel-sampel komposit. Struktur ini tidak berubah di dalam komposit manakala komposit yang dihasilkan menunjukkan wujud dua fasa berlainan iaitu fasa hablur disumbangkan oleh pengisi YIG dan fasa semihablur disumbangkan oleh PP. Zarah-zarah pengisi YIG didapati bertabur secara sekata di dalam matriks PP/NR. Ini mengesahkan bahawa parameter pemprosesan yang digunakan semasa

pengadunan dengan kandungan 10 peratus berat LNR sebagai pengserasi adalah optimum. Kandungan NR yang tinggi di dalam komposit telah meng'kat dengan kuat zarah-zarah pengisi di dalam matriks PP/NR.

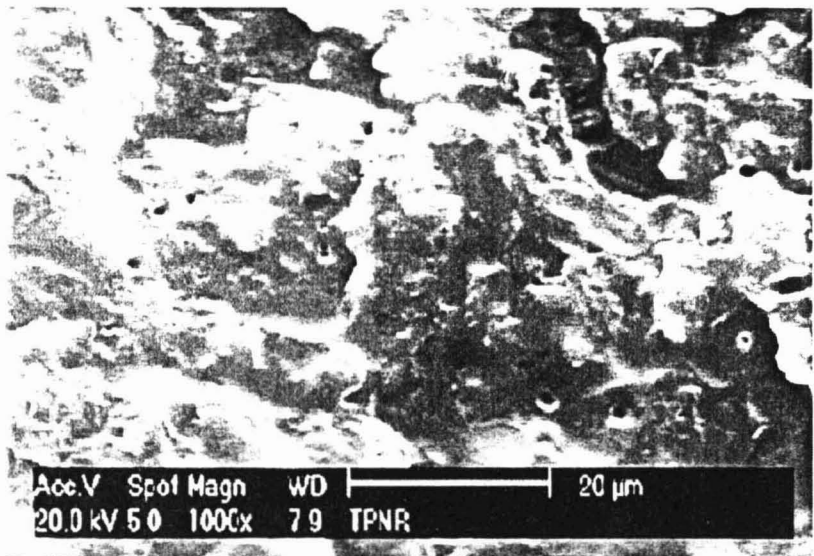
RUJUKAN

- Al-Malaika, S. & Amir, E. J. 1986. Thermoplastic elastomer I. Effect of processing variables on tensile properties of natural rubber/polypropylene blends. *J. Nat. Rubb. Res.* **1**(2) : 104 – 121.
- Bayliss, P., Berry, L. G., Mrose, M. E. & Smith, D. K. 1974. *Selected powder diffraction data for minerals*. USA : Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS).
- Choudhury, N. R. & Bhowmick, A. K. 1988. Influence of interaction promoter on the properties of thermoplastic-elastomer blends of natural rubber and polyethylene. *J. Materials Science.* **23** : 2187 – 2194.
- Cullity, B. D. 1967. *Elements of X-ray diffraction*. USA : Addison-Wesley Publishing Company, Inc.
- Elliot, D. J. & Tinker, A. J. 1988. Blends of natural rubber with thermoplastics. Dlm. Roberts, A. D. (pnyt.) *Natural rubber Science and technology*. Oxford : Oxford university Press.
- Elliot, D. J. 1981. Development with thermoplastic natural rubber blends. *Natural Rubber Technology.* **12** : 59 – 66.
- Gelling, I. R. & Tinker, A. J. 1988. Thermoplastic natural rubber, performance and applications. *Proceeding International Rubber Technology Conference.* 212 – 218.
- Gilleo, M. A. 1980. Ferromagnetic insulators : Garnet. Dlm. Wohlfarth, E. P. (pnyt.) *Ferromagnetic materials : A handbook on the properties of magnetically ordered substances, Vol. 2*. New York : North-Holland Publishing.
- Ibrahim, A. & Dahalan, M. 1998. Thermoplastic natural rubber blends. *Prog. Polym. Sci.* **23** : 665 – 706.
- Qin, C., Yin, J. & Huang, B. 1990. Compatibilization of natural rubber / polyethylene blends by polyethylene-b-polyisoprene diblock copolymers. *Polymer.* **31** : 663 – 667.

- Sahrim, A. & Ibrahim, A. 1992. Mechanical and thermal behaviour of liquid natural rubber compatibilized natural rubber – polypropylene blends. *Material Forum*. **16** : 277 – 280.
- Sahrim, A., Ibrahim, A. & Che Som, S. 1995. Blending of natural rubber with linear low-density polyethylene. *J. Applied Polymer Science*. **58** : 1125 - 1133.
- Sahrim, A., Ibrahim, A., Che Som, S., Kohiya, S. & Yoon, S. R. 1994. Natural rubber – HDPE blends with liquid natural rubber as a compatibilizer. I. Thermal and mechanical properties. *J. Applied Polymer Science*. **51** : 1357 - 1363.
- Tinker, A. J. 1987. Thermoplastic natural rubber blends : development and commercial prospects. *Proceeding UNIDO workshop :Industrial composites base on natural rubber*. Jakarta : 58 – 67.
- Willis, J. M. & Favis, B. D. 1988. Processing morphology relationships of compatibilized polyolefin/polyamide blends. Part I : The effect of an ionomer compatibilizer on blend morphology. *Polym. Eng. Sci.* **28**(2) : 1416 –1425.
- Xanthos, M. & Dagli, S. S. 1991. Compatibilization of polymer blends by reactive processing. *Polym. Eng. Sci.* **31** : 929 – 935.
- Xanthos, M. 1988. Interfacial agent for multiphase polymer system : Recent advances. *Polym. Eng. Sci.* **28** : 1391 – 1399.

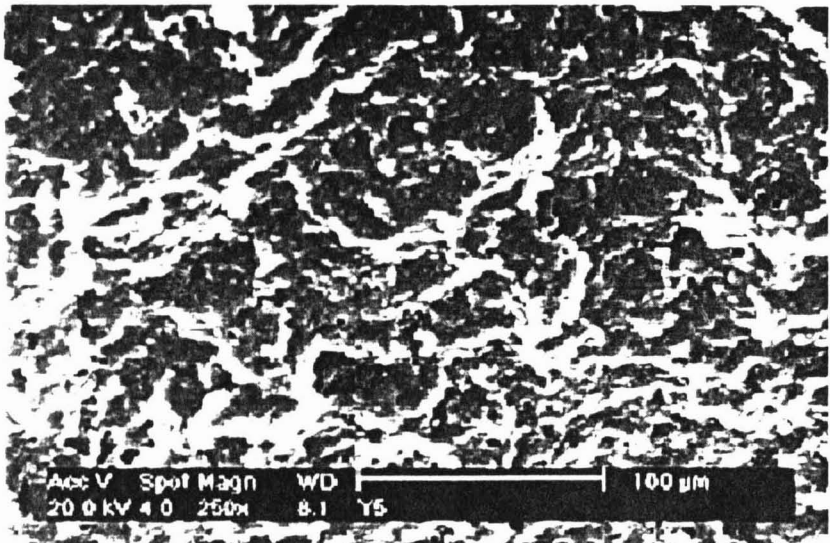


(a)

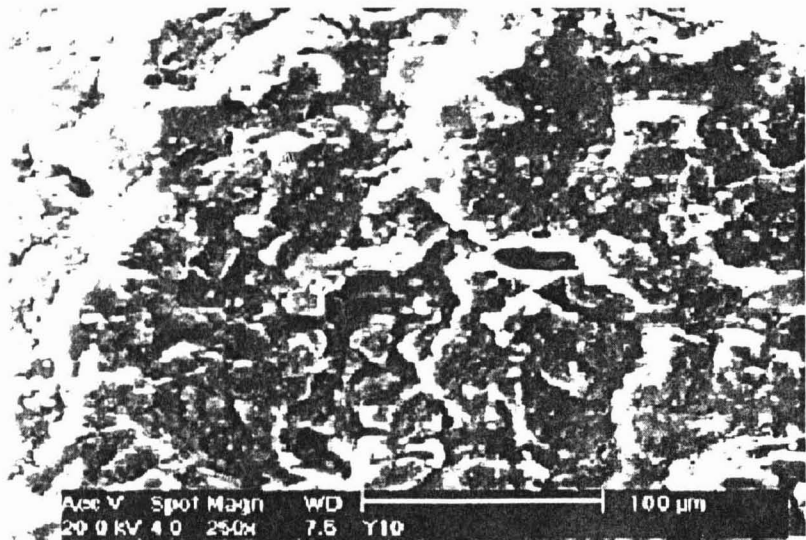


(b)

Rajah 1 Mikrograf SEM (a) sampel tulen YIG (5000x pembesaran) dan (b) matriks PP/NR (70/30) (1000x pembesaran)

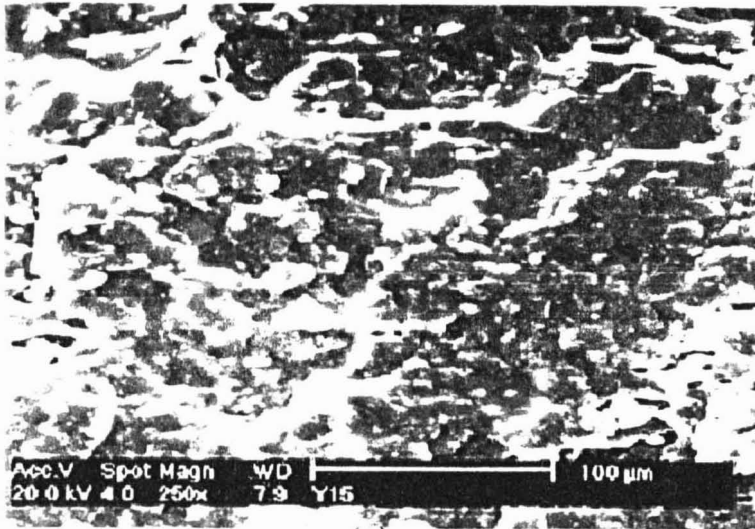


(a)

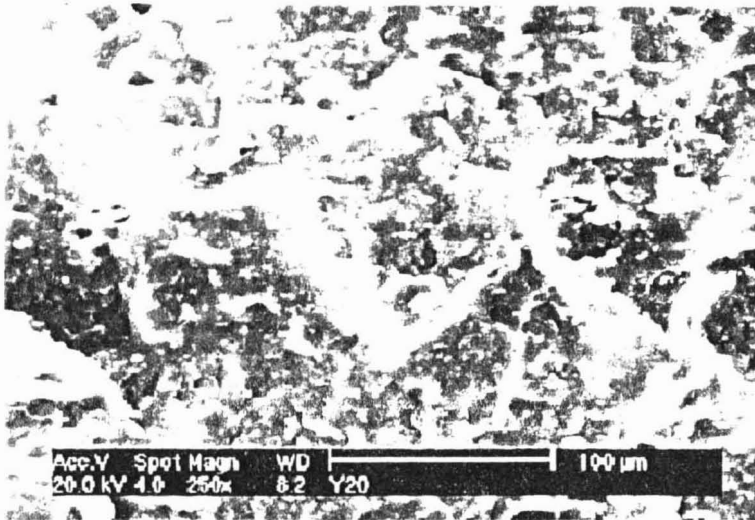


(b)

Rajah 2 Mikrograf SEM dengan 250x pembesaran bagi komposit PP/NR(70/30) berpengisi YIG sebanyak (a) 5 dan (b) 10 peratus berat

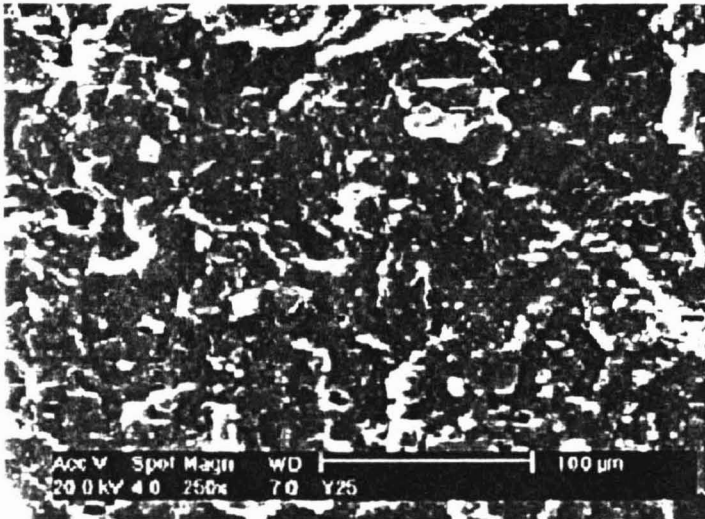


(a)

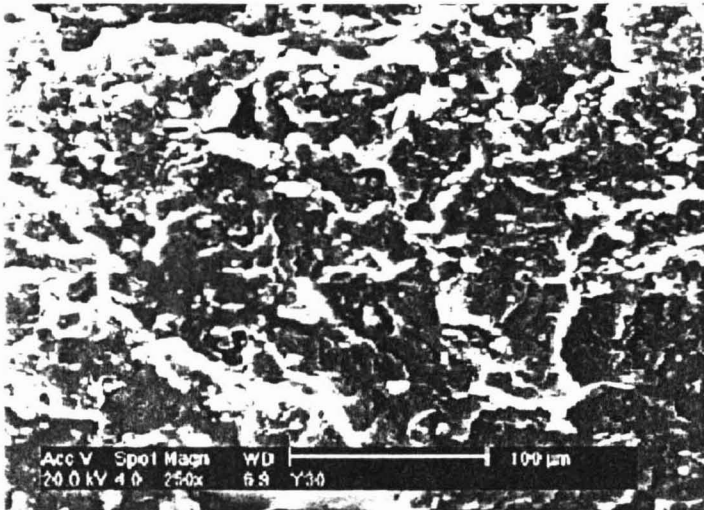


(b)

Rajah 3 Mikrograf SEM dengan 250x pembesaran bagi komposit PP/NR(70/30) berpengisi YIG sebanyak (a) 15 dan (b) 20 peratus berat

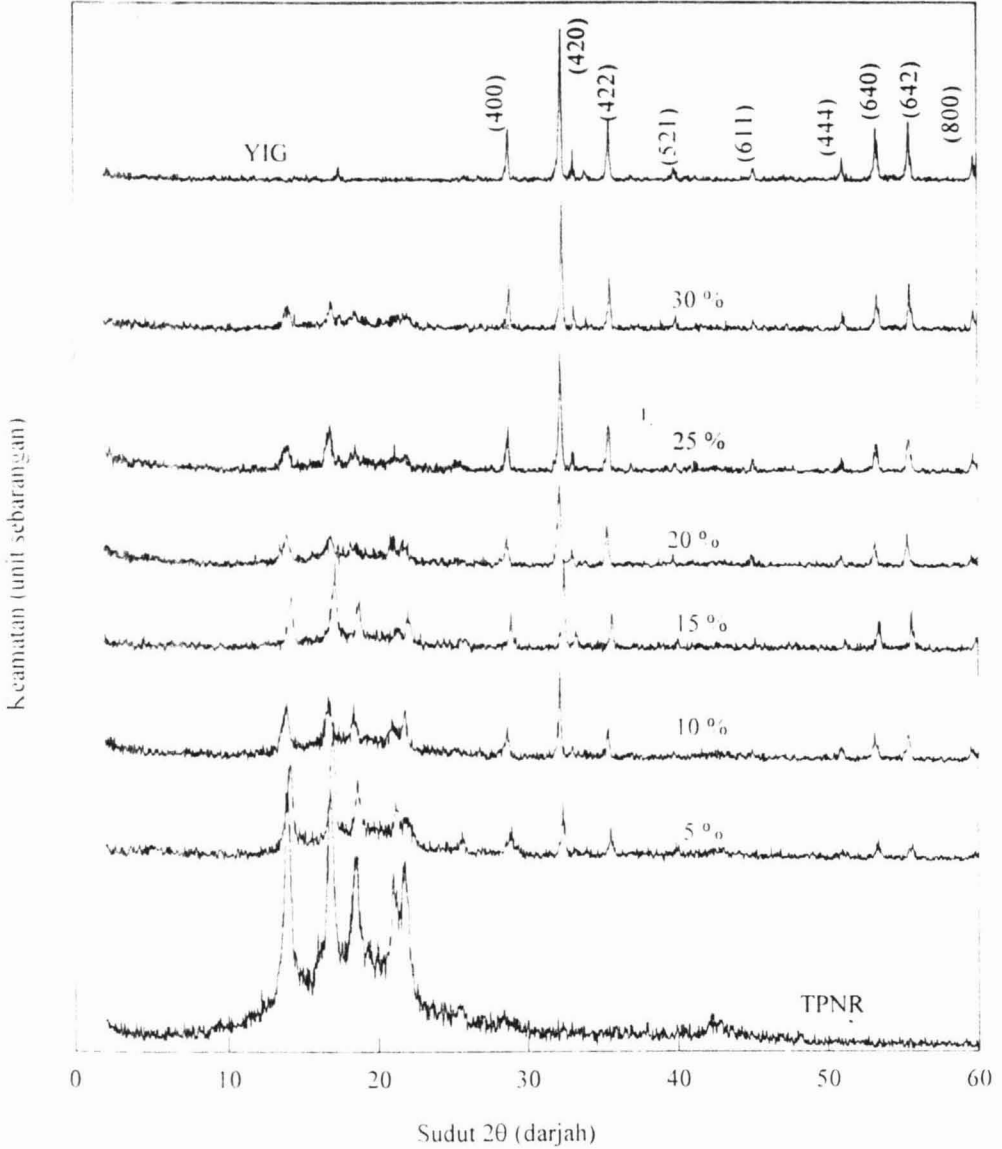


(a)



(b)

Rajah 4 Mikrograf SEM dengan 250x pembesaran bagi komposit PP/NR(70/30) berpengisi YIG sebanyak (a) 25 dan (b) 30 peratus berat



Rajah 5 Diffraktogram pembelauan sinar-X pada suhu bilik bagi sampel tulen YIG, matriks PP/NR(70/30) dan komposit PP/NR(70/30) berpengisi dari 5 hingga 30 peratus berat.