

Effect of Graphite Oxide Additive on Tensile Strength and Burn Length of Glass/Epoxy Composite

Adi Purwoko Chriswadyanto^{1,*} dan Hermawan Judawisastra²

¹Departemen Aeronautika, Akademi Angkatan Udara - Sleman

²Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung - Bandung.

*Korespondensi: chriswadyanto@gmail.com

Abstract. Composite materials, especially glass fiber reinforced phenolic composites, have being widely used for aircraft interior components. Phenolic resin shows low flammability, although it has low bonding strength. Compared to the phenolic, epoxy resin has excellent bonding strength and similar mechanical properties. However, epoxy is extremely flammable. The effect of graphite oxide additive on tensile and flammability properties of the composite were studied. Glass fiber were used as reinforcement in polymeric composites. Several testing were conducted to determine tensile and flammability properties of the composites and the material constituents. X-Ray Diffraction method was used to characterize graphite and graphite oxide. The resulted properties were compared to the airworthiness standard of composites in the BMS 8-226 and FAR chapter 25. Observation using SEM was performed to determine the interfacial bonding of fiber and matrix. The most suitable composite for aircraft interior application is the glass fiber composite having the addition of 20% weight graphite oxide to the epoxy matrix, however, some limitation to the strength properties must be considered.

Abstrak. Komponen interior pesawat udara pada umumnya berupa komposit fenolik berpenguat serat gelas. Matriks fenolik digunakan karena sifat ketahanan api yang baik. Permasalahan resin fenolik adalah sifat bonding yang rendah. Epoksi memiliki sifat bonding tinggi dengan kemiripan sifat mekanik dengan fenolik. Namun epoksi sangat mudah terbakar. Oksida grafit telah diketahui efektif menurunkan sifat mampu bakar epoksi. Serat gelas merupakan serat penguat komposit yang paling banyak digunakan. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan komposit serat gelas dengan matriks epoksi ditambah aditif oksida grafit. Selanjutnya dilakukan pengkajian pengaruh penambahan oksida grafit terhadap kekuatan tarik dan panjang terbakar komposit. Selain itu, dilakukan pula perbandingan kekuatan tarik dan panjang terbakar komposit dengan standar kelaikan terbang BMS 8-226 dan FAR chapter 25. Pada penelitian ini, dilakukan pengujian untuk mengetahui kekuatan tarik dan panjang terbakar komposit. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* dilakukan untuk grafit dan oksida grafit. Pengujian tarik sesuai ASTM D638 dan pengujian bakar vertikal sesuai BSS 7230 dilakukan pada komposit dan material penyusunnya. Pengamatan patahan komposit dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscopy*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penambahan aditif oksida grafit sampai dengan 20% berat pada matriks secara umum menurunkan kekuatan tarik dan panjang terbakar komposit.

Kata kunci: komposit, oksida grafit, sifat tarik, sifat mampu bakar

© 2017. BKSTM-Indonesia. All rights reserved

Pendahuluan

Penggunaan material ringan yang memiliki kekuatan dan kekakuan tinggi sebagai material penyusun komponen pesawat udara sangat dibutuhkan, sebab semakin ringan material penyusun komponen maka efisiensi operasional pesawat semakin tinggi [1-3]. Material komposit sebagai jawaban atas kebutuhan tersebut terus menerus dikembangkan dalam manufaktur komponen pesawat udara. Material komposit sebagai pengganti material logam pada pesawat udara digunakan baik untuk penyusun struktur eksterior maupun interior [2, 4]. Material penyusun komponen interior pesawat udara harus memenuhi kriteria sifat tarik dan sifat mampu bakar sesuai Boeing Materials

Specification (BMS 8-226), serta sifat mampu bakar sesuai Federal Aviation Regulations (FAR) chapter 25 [4, 5].

Matriks fenolik memiliki sifat mampu bakar yang rendah dimana *cross-linking* yang terjadi bersifat ekstensif, struktur molekul aromatik yang stabil dan memuat banyak nitrogen [6]. Resin fenolik yang telah mengalami *curing* tidak mudah tersulut api karena kestabilan termal yang tinggi dan sangat bertendensi membentuk lapisan arang (*char*) pada dekomposisinya [7].

Resin fenolik memiliki kemiripan sifat-sifat mekanik dengan resin epoksi [3], namun dalam hal mampu bakar, resin epoksi sangat mudah terbakar apabila tidak ditambahkan aditif penahan api [9-11].

Keterbatasan resin fenolik tanpa modifikasi adalah kemampuan *bonding* rendah [8]. Dibandingkan dengan resin fenolik, resin epoksi memiliki kemampuan *bonding* lebih baik dan sangat sesuai untuk konstruksi material berpenguat seperti komposit^[11]. Beberapa penelitian telah menunjukkan zat-zat aditif yang terbukti mampu meningkatkan mampu bakar resin epoksi, antara lain alkil fosfat [6], alumina hidrat, *zinc borate*, *antimony oxide* [7] dan oksida grafit [8]. Mengacu pada eksperimen [8], oksida grafit dengan prosentase oksidator KMnO_4 terhadap grafit optimum telah dapat digunakan sebagai aditif penahan api pada resin epoksi. Pada temperatur tinggi oksida grafit mampu menghasilkan lapisan arang sebagai penahan panas dan laju pembakaran polimer untuk mencegah pembakaran berlanjut. Umumnya penambahan aditif penahan api pada komposit polimer akan menurunkan kekuatan komposit polimer [7], namun pengaruh penambahan aditif jenis oksida grafit terhadap sifat mekanik komposit belum diketahui.

Komposit polimer berpenguat serat banyak menggunakan serat gelas sebagai penguat dengan prosentase penggunaan mencapai 95% dibandingkan komposit berpenguat serat lainnya [3]. Serat gelas digunakan untuk penguat komposit untuk komponen interior pesawat udara karena memiliki kekuatan tarik dan kekuatan tekan yang relatif tinggi, harga relatif murah, kompatibilitas tinggi serta mudah dalam pemrosesan [7].

Penelitian ini bertujuan mengkaji pengaruh penambahan aditif oksida grafit terhadap kekuatan tarik dan panjang terbakar komposit serta membandingkan sifat komposit dengan standar kelaikan terbang BMS 8-226 dan FAR chapter 25.

Metode Penelitian

Penelitian ini menggunakan metode eksperimen. Matriks penyusun komposit berupa polimer epoksi dengan variasi seperti pada tabel 1. Pada tabel 1, kode spesimen memberikan informasi mengenai jenis matriks, tipe oksida grafit, dan prosentase oksida grafit terhadap resin ditambah hardener. Perbedaan tipe OG60 dan OG120 ada pada berat oksidator KMnO_4 pada saat pembuatan oksida grafit, untuk OG60 adalah 60% dari berat serbuk grafit, sedangkan untuk OG120 adalah 120% dari berat serbuk grafit.

Bahan-bahan yang digunakan dalam pembuatan oksida grafit antara lain serbuk grafit, serbuk kalium permanganat (KMnO_4), larutan asam sulfat (H_2SO_4) 95%, larutan hidrogen peroksida (H_2O_2) 30% dan larutan asam klorida (HCl) 35%.

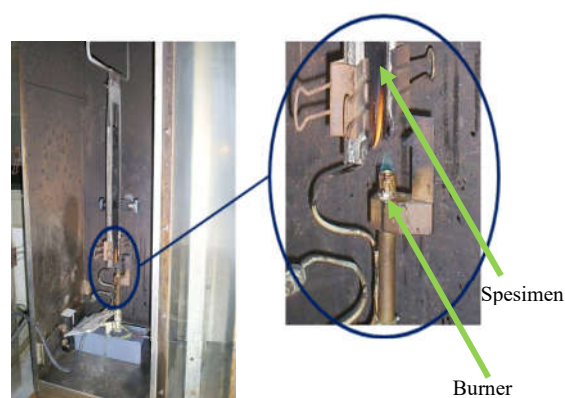
Tabel 1. Parameter spesimen epoksi dan epoksi ditambah oksida grafit

Kode Spesimen	Jenis Oksida Grafit	Prosentase Oksida Grafit terhadap Resin (%)
EP	-	0
EPOG60-10	OG60	10
EPOG60-20	OG60	20
EPOG120-10	OG120	10
EPOG120-20	OG120	20

Oksida grafit digunakan sebagai aditif penahan api untuk resin epoksi dibuat dengan cara mengoksidasi serbuk grafit. Ada 2 tipe oksida grafit yang digunakan dalam penelitian ini, tipe pertama serbuk grafit yang dioksidasi dengan KMnO_4 sebanyak 60% berat serbuk grafit, dinyatakan dengan kode OG60; tipe kedua serbuk grafit yang dioksidasi dengan KMnO_4 sebanyak 120% berat serbuk grafit, dinyatakan dengan kode OG120.

Proses pembuatan oksida grafit OG60 sesuai metode Hummer dengan beberapa modifikasi. Untuk pembuatan oksida grafit OG120 sama dengan proses pembuatan oksida grafit OG60 namun dengan jumlah KMnO_4 yang direaksikan sebanyak 72g. Komposit dibuat dengan metode *impregnasi wet hand lay up*, dengan perbandingan berat *pre-form* dan campuran resin dan *hardener* adalah 1:1.

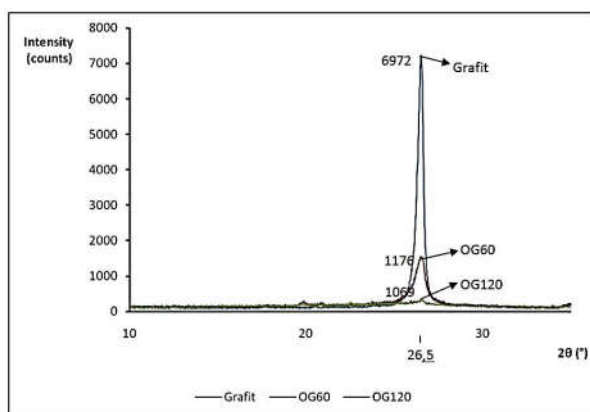
Standar pengujian bakar vertikal menggunakan BSS7230 (gambar 1), parameter yang diukur dalam pengujian ini adalah panjang terbakar (*burn length*) dan waktu padam (*self-extinguish time*). Sedangkan pengujian tarik dilakukan sesuai standar ASTM D638 untuk mengetahui kekuatan dan kekakuan tarik komposit.



Gambar 1. Pengujian bakar vertikal dengan burner di bawah spesimen

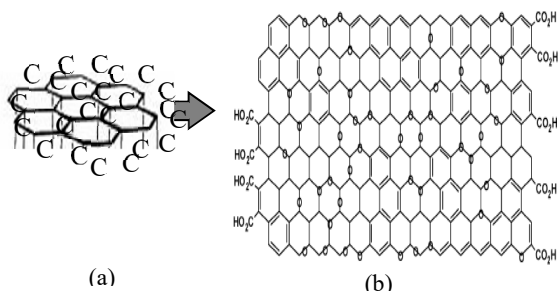
Hasil dan Pembahasan

Hasil karakterisasi XRD sampel grafit dan dua jenis oksida grafit yang dibuat dengan variasi jumlah oksidator (OG60 dan OG120) tampak pada gambar 2.



Gambar 2. Hasil karakterisasi XRD

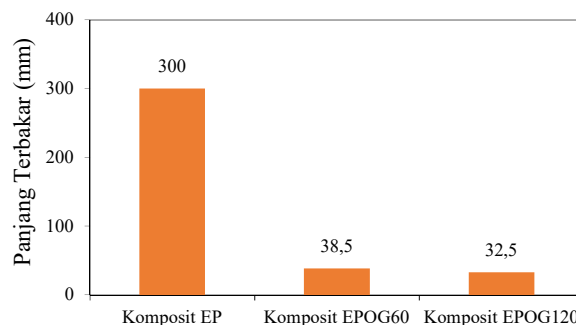
Pada gambar 2, puncak tertinggi dimiliki oleh grafit dengan intensitas 6972 counts. Grafit memiliki puncak pada $2\theta=26,5^\circ$ pada bidang atom (002) [9]. Puncak grafit, OG60 dan OG120 ada pada sudut 2θ yang sama. Intensitas oksida grafit OG60 dan OG120 lebih rendah masing-masing 83,9% (1176 counts) dan 96,7% (1069 counts) daripada intensitas grafit. Intensitas yang rendah pada oksida grafit menunjukkan tingkat kristalinitas oksida grafit lebih rendah daripada grafit akibat proses oksidasi [9]. Penurunan derajat kristalinitas tersebut disebabkan adanya unsur oksigen dan senyawa hidroksida yang amorf berikatan dengan karbon pada struktur grafit dan menghasilkan interferensi panjang gelombang sinar X yang tidak konstruktif ketika dipantulkan [13, 14] (ilustrasi pada gambar 3). Derajat kristalinitas oksida grafit semakin rendah seiring dengan tingkat oksidasi grafit yang semakin tinggi [9].



Gambar 3. Susunan atom dalam 1 bidang: a. Grafit, b. Oksida grafit

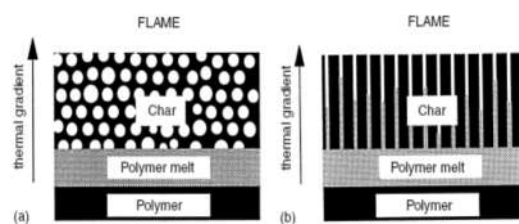
Oksida grafit OG120, dengan jumlah oksidator yang lebih banyak daripada oksida grafit OG60, memiliki tingkat oksidasi grafit paling tinggi [9], sehingga derajat kristalinitas OG120 paling rendah dibandingkan OG60 dan grafit. Dengan derajat kristalinitas oksida grafit yang semakin rendah maka kekuatan dan kekakuan oksida grafit akan semakin rendah [14]. Berdasarkan data XRD ini terbukti bahwa 2 jenis oksida grafit dengan derajat kristalinitas berbeda telah berhasil diperoleh, dimana derajat kristalinitas OG60 lebih tinggi daripada OG120.

Grafik pengaruh penambahan oksida grafit terhadap panjang terbakar komposit tampak pada gambar 4.



Gambar 4. Perbandingan sifat panjang terbakar komposit dengan variasi jenis matriks.

Penggunaan oksida grafit pada matriks epoksi seiring peningkatan oksidasi grafit semakin menurunkan panjang terbakar komposit hingga 89,2%. Mekanisme penahanan api oksida grafit dalam epoksi merupakan pencegahan pemanasan berulang pada dekomposisi polimer, dimana penambahan oksida grafit pada polimer menghasilkan pembentukan formasi arang ideal ketika terekspos pada api.

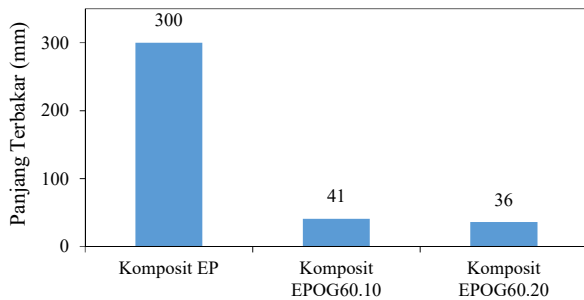


Gambar 5. Ilustrasi formasi arang mengembang: a. Ideal, dan b. non ideal [12]

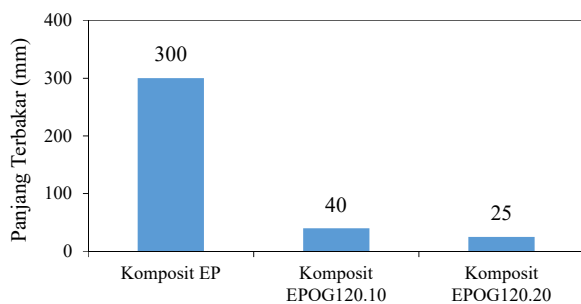
Ketika temperatur spesimen mencapai temperatur degradasi epoksi, terjadi ekspansi gas pada oksida grafit yang mendorong lapisan karbon membentuk formasi arang. Semakin tinggi jumlah atom oksigen pada oksida grafit maka semakin besar energi gas yang mendorong lapisan arang dalam pembentukan formasi arang ideal (gambar 5a) [9]. Formasi arang ideal yang terbentuk menghalangi aliran produk dekomposisi polimer menuju sumber panas, sehingga produk dekomposisi polimer tidak dapat bereaksi dengan oksigen membentuk bahan bakar api. Disamping itu, temperatur pembakaran komposit berada di bawah temperatur cair serat gelas (1200°C) [15]. Temperatur cair serat gelas yang tinggi menyebabkan serat gelas tidak terdegradasi pada saat pembakaran komposit.

Pada gambar 6 dan 7, penambahan prosentase baik OG60 maupun OG120 untuk kedua jenis komposit memiliki kecenderungan penurunan panjang terbakar. Di gambar 6, penambahan OG60 pada matriks, panjang terbakar komposit mengalami penurunan hingga sebesar 88,0%. Sedangkan pada gambar 7 terlihat penambahan OG120 pada

matriks menurunkan panjang terbakar komposit hingga sebesar 91,7%. Dengan penambahan prosentase oksida grafit pada matriks menghasilkan semakin banyak pembentukan formasi arang ketika terekspos pada api. Pembentukan formasi arang ideal yang semakin banyak pada komposit menyebabkan aliran energi panas dari api semakin terhambat untuk meningkatkan temperatur matriks padat hingga temperatur dekomposisi, sehingga panjang komposit yang mengalami kerusakan akibat pembakaran semakin pendek.

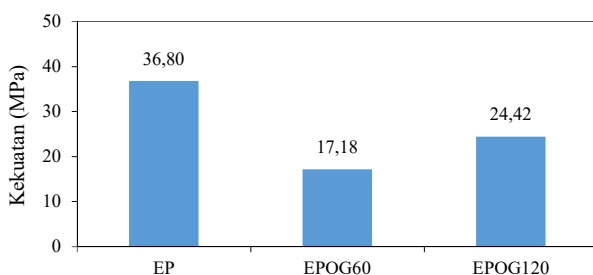


Gambar 6. Perbandingan panjang terbakar komposit dengan variasi penambahan oksida grafit pada matriks EPOG60.



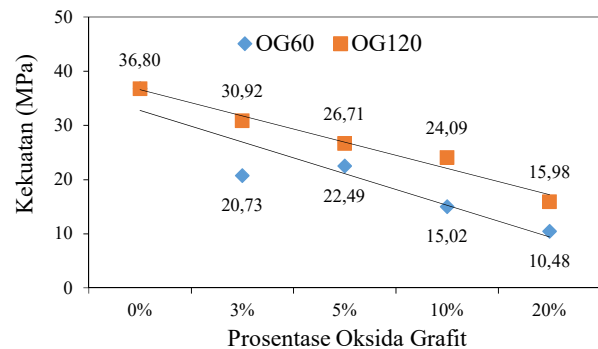
Gambar 7. Perbandingan panjang terbakar komposit dengan variasi penambahan oksida grafit pada matriks EPOG120.

Pada gambar 8 terlihat kekuatan epoksi ditambah OG120 (EPOG120) lebih tinggi 42,1% daripada epoksi ditambah OG60 (EPOG60). Hal ini disebabkan derajat kristalinitas OG60 lebih tinggi daripada OG120. Semakin tinggi derajat kristalinitas grafit, maka kekakuan grafit akan semakin tinggi dan pada umumnya kekuatan grafit juga semakin tinggi [13].



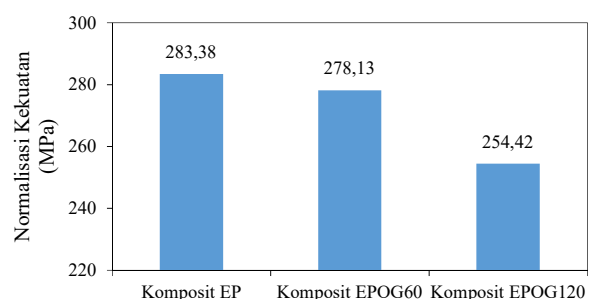
Gambar 8. Perbandingan kekuatan tarik epoksi dan epoksi - oksida grafit.

Kekuatan OG60 yang lebih tinggi seharusnya berpengaruh pada kekuatan campuran, namun kenyataan justru sebaliknya. Faktor lain penyebab lebih rendahnya kekuatan campuran adalah ikatan antar muka penyusunnya [21]. Ikatan kimia epoksi dengan oksida grafit dapat berupa ikatan kovalen O-C. Matriks OG120 memiliki tingkat oksidasi yang lebih tinggi daripada matriks OG60. Kekuatan matriks EPOG120 lebih tinggi daripada EPOG60 disebabkan lebih banyak ikatan kovalen O-C antara OG120 dengan epoksi. Jadi, ikatan antar muka penyusun campuran kemungkinan lebih berpengaruh terhadap kekuatan campuran.



Gambar 9. Perbandingan kekuatan tarik epoksi padat dengan variasi penambahan oksida grafit.

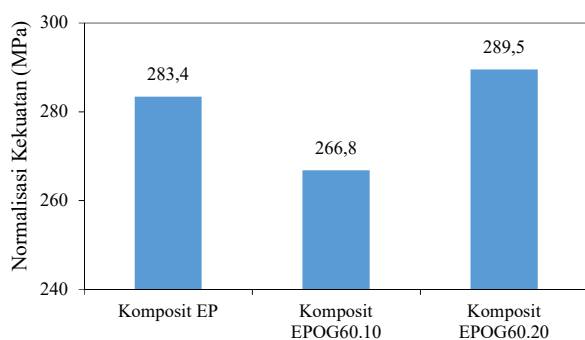
Pada gambar 9 secara umum terdapat kecenderungan penurunan kekuatan epoksi dengan penambahan prosentase baik OG60 maupun OG120. Kekuatan EPOG60 dan EPOG120 menurun dengan penambahan prosentase oksida grafit masing-masing hingga sebesar 56,6% dan 71,5%. Kekuatan grafit sebesar 13,8 MPa [13], lebih rendah daripada kekuatan epoksi (36,8 MPa). Oksidasi pada grafit menurunkan derajat kristalinitas grafit. Dengan derajat kristalinitas yang semakin rendah maka kekakuan grafit akan semakin rendah dan kekuatan grafit juga bisa jadi semakin rendah [13]. Sehingga, penambahan baik OG60 maupun OG120 pada epoksi semakin menurunkan kekuatan campuran.



Gambar 10. Perbandingan kekuatan tarik komposit dengan variasi jenis matriks.

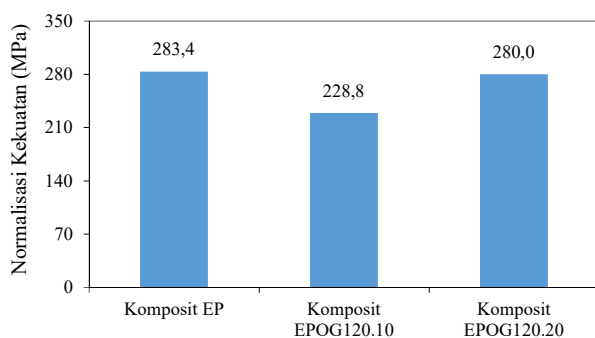
Pada gambar 10, seiring peningkatan oksidasi grafit pada matriks, kekuatan komposit gelas dan mengalami penurunan kekuatan hingga 8,7% pada matriks EPOG120. Kekuatan matriks semakin

menurun dengan peningkatan oksidasi grafit. Hal ini tidak menunjukkan kecenderungan penurunan kekuatan komposit dengan peningkatan oksidasi grafit pada matriks. Faktor lain selain kekuatan matriks yang mempengaruhi kekuatan komposit adalah fraksi volume void^[12]. Pada komposit gelas, fraksi volum void komposit matriks EP (4,3%) lebih rendah daripada fraksi volum void komposit matriks EPOG60 (9,2%) dan EPOG120 (8,0%). Semakin tinggi fraksi volume void, maka media transfer beban tarik dari matriks menuju serat penguat komposit semakin sedikit, sehingga kekuatan komposit semakin rendah.



Gambar 11. Perbandingan kekuatan tarik komposit dengan variasi penambahan oksida grafit OG60.

Gambar 11 dan 12 menunjukkan pengaruh penambahan masing-masing jenis oksida grafit terhadap kekuatan komposit. Pada gambar 11 kekuatan kedua komposit cenderung menurun dengan penambahan prosentase oksida grafit OG60 pada matriks. Kekuatan komposit menurun hingga 5,8% pada komposit matriks EPOG60.10. Dengan penambahan prosentase OG60, kekuatan epoksi dan campuran epoksi – oksida grafit cenderung menurun (lihat gambar 8). Hal ini menunjukkan kecenderungan penurunan kekuatan yang sama dengan penurunan kekuatan komposit. Hal serupa terjadi pada penambahan oksida grafit EPOG120 yang tampak pada gambar 12. Penambahan prosentase oksida grafit EPOG120 pada matriks komposit memiliki kecenderungan penurunan kekuatan EPOG120 pada gambar 9.

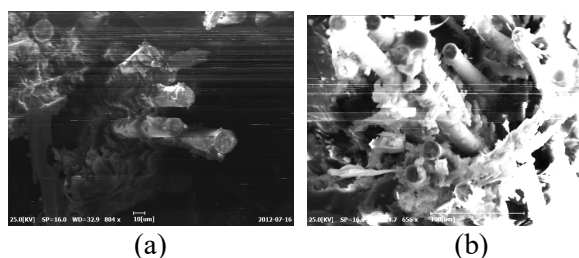


Gambar 12. Perbandingan kekuatan tarik komposit dengan variasi penambahan oksida grafit OG120.

Faktor lain selain kekuatan matriks yang berpengaruh pada kekuatan komposit gelas adalah kekuatan antar muka penyusun komposit. Gambar 13 menunjukkan data foto SEM patahan komposit gelas matriks epoksi dengan penambahan oksida grafit OG60 sebanyak 10%(a) dan 20% (b). Pada gambar 17 terlihat sisa matriks menempel pada serat komposit matriks EPOG60.20 lebih banyak daripada sisa matriks menempel pada serat komposit matriks EPOG60.10. Demikian pula pada gambar 14 sisa matriks menempel pada serat komposit matriks EPOG120.20 lebih banyak daripada sisa matriks menempel pada komposit matriks EPOG120.10.



Gambar 13. Foto SEM pada patahan komposit epoksi dengan penambahan OG60 10% (a), 20% (b).



Gambar 14. Foto SEM pada patahan spesimen uji tarik dengan penambahan OG120 10% (a) dan 20% (b).

Kesimpulan

Berdasarkan uraian diatas maka pada penelitian ini dapat disimpulkan bahwa:

- Penambahan oksida grafit pada komposit gelas/epoksi secara umum menurunkan sifat mampu bakar komposit. Penurunan panjang terbakar terbesar sebanyak 91,7% pada penambahan oksida graft OG120 sebesar 20%. Panjang terbakar komposit, dengan rentang 14 mm hingga 41 mm, telah memenuhi standar BMS 8-226 dan FAR chapter 25.
- Penambahan oksida grafit pada komposit gelas/epoksi secara umum menurunkan kekuatan tarik komposit. Penurunan kekuatan tarik terbesar sebanyak 19,3% pada penambahan oksida grafit OG120 sebesar 10%. Kekuatan tarik komposit dengan rentang 228,8 MPa hingga 289,5 MPa belum memenuhi standar BMS 8-226.

Referensi

- [1] Ashby, M. et al. Materials Science, Processing and Design. Department of Engineering, Cambridge University, England. (2000) 37-38.
- [2] Kurnia, A., Analisa Tegangan pada Sambungan Model Piano pada Sayap Pesawat Struktur Komposit. Tesis S2 Teknik Penerbangan ITB, Bandung. (2007) 1-2.
- [3] Astrom, B. T. Manufacturing of Polymer Composites. Edisi I. London: Chapman & Hall. (1997) 24-26.
- [4] Federal Aviation Regulations Part 25. Airworthiness Standards, Transport Category Airplane. Federal Aviation Administration. (1988) 147-148.
- [5] Boeing Materials Specification. BMS 8-226 Phenolic Resin Preimpregnated Glass Fabric For Interior Sandwich Panel Bonding Materials And Laminates. (1993) 7-20.
- [6] Joseph, P. and Ebdon J. Recent Developments in Flame Retarding Thermoplastics and Thermosets. Department of Chemistry, University of Sheffield, United Kingdom. (2001) 245-247.
- [7] Kandola, B.K. *Composites*. Faculty of Technology, Bolton Institute, Bolton, United Kingdom. (2001) 190-191.
- [8] Lee, Y. R. *Graphite Oxides as Effective Fire Retardants of Epoxy Resin*. Department of Chemistry, University of Ulsan, Ulsan 680-749, Korea. (2010) 66-69.
- [9] Perez, R. M. Effect of DOP-based compounds on fire retardancy, thermal stability, and mechanical properties of DGEBA cured with 4,4'-DD. Polymer Engineering, University of Bayreuth, Bayreuth, Germany. (2006) 162-163.
- [10] Wu, Kun. Thermal degradation and intumescent flame retardation of cellulose whisker/epoxy resin composite. Akade'miai Kiado', Budapest, Hungary. (2011) 1-2.
- [11] Pearce, et al. Fire and Smoke-Resistant Interior Materials for Commercial Transport Aircraft. Committee on Fire and Smoke Resistant Materials for Commercial Aircraft Interiors, Commission on Engineering and Technical Systems, National Research Council. (1995) 12-16.
- [12] Price, D. et al. Introduction: polymer combustion, condensed phase pyrolysis and smoke formation. Fire Chemistry Research Group, School of Sciences, University of Salford, Salford, UK. (1998) 6-10.
- [13] Callister. W. Materials Science And Engineering: an Introduction. Department of Metallurgical Engineering, The University of Utah, United States. (2007) A8-A14
- [14] Smith, D.K, Introduction to Diffraction Methods. ASM Metals Handbook Volume 10 ASM International. (1992) pp 662-674.
- [15] Darwent, B. Bond Dissociation Energies in Simple Molecules. Department of Chemistry, The Catholic University of America, Washington D.C., United States. (1970) 18-23.
- [16] Fabiano, I, Analisis Kekuatan Komposit Epoksi-Serat Gelas Dengan Variasi Preform dan Metode Manufaktur. Tugas Akhir Sarjana Program Studi Teknik Material, FTMD ITB. 6-10, 15-17, 20-22.