

TESIS - SF185401

SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG/KUARSA DENGAN VARIASI UKURAN KUARSA

LILA DINA WULANSARI NRP 01111850010022

Dosen Pembimbing Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Program Magister Bidang Keahlian Material Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Data Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2020



TESIS - SF185401

SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG/KUARSA DENGAN VARIASI UKURAN KUARSA

LILA DINA WULANSARI NRP 01111850010022

Dosen Pembimbing Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Program Magister Bidang Keahlian Material Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Data Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2020



TESIS - SF185401

TERMOMECHANICAL BEHAVIOUR OF FILLER-SIZE-DEPENDENT PEG/QUARTZ COMPOSITES

LILA DINA WULANSARI NRP 01111850010022

Advisors Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Master Program Field Of Material Physics Departement of Physics Faculty of Science and Data Analytics Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2020

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Magister Sains (M.Si)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember Oleh: LILA DINA WULANSARI NRP: 01111850010022

Tanggal Ujian: 17 Juli 2020 Periode Wisuda: September 2020

> Disetujui Oleh: Pembimbing:

1. Prof. Suminar Pratapa, Ph.D. NIP: 19660224 199002.1.001

Penguji:

1. Dr. Mochammad Zainuri, M.Si. NIP: 19640130 199002.1.001

Juntuo

2. Retno Asih, Ph.D. NIP: 1990201912066

And PENDIDIKAN Kepala Departemen Fisika AN PENDIDIKAN Kepala Departemen Fisika AN PENDIOGI SEPUTA Service of the servic INSTITUT'S Dr. Gatut Yudoyono, MT. DEPARTANEN 19640616 198903.1.004

SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG/KUARSA DENGAN VARIASI UKURAN KUARSA

Nama mahasiswa
NRP
Pembimbing

: Lila Dina Wulansari : 01111850010022 : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

ABSTRAK

Komposit polietilen glikol (PEG)/kuarsa dengan PEG sebagai matriks dan kuarsa sebagai pengisi akan difabrikasi menggunakan metode likuid untuk mempelajari efek ukuran kristal kuarsa dan pengaruh konsentrasi kuarsa terhadap sifat termomekanik PEG pada temperatur di sekitar titik lelehnya. Kuarsa disintesis dari pasir silika Pelaihari, Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Ukuran kristal kuarsa divariasiasi dengan konsentrasi kuarsa sebesar 0, 5 dan 10 wt%. Variasi ukuran kuarsa dicapai dengan cara kalsinasi serbuk silika pada temperatur 500, 1000, dan 1200°C, serta dengan cara penggilingan menggunakan planetary ball mill dengan waktu 0 (tanpa penggilingan), 5, dan 10 jam. Ukuran kuarsa dikonfirmasi menggunakan data XRD yang diolah menggunakan perangkat lunak MAUD. Keberhasilan sintesis komposit diuji menggunakan instrumen XRD dan FTIR. Selanjutnya, sebaran kuarsa dalam komposit akan diuji menggunakan SEM dan SEM-EDX. Sifat termomekanik PEG dan komposit PEG/kuarsa diuji menggunakan instrumen DMA pada mode geser (shear) yang meliputi modulus simpan (G'), faktor redaman (tan δ), dan temperatur leleh (T_m). hasil pengujian DMA menunjukkan bahwa semakin kecil ukuran kristal pengisi dan semakin besar konsentrasinya, maka modulus simpan geser (G') meningkat, puncak tan δ turun, dan temperatur leleh (T_m) meningkat.

Kata kunci: sifat termomekanik, DMA, komposit PEG/kuarsa, ukuran pengisi.

TERMOMECHANICAL BEHAVIOUR OF FILLER-SIZE-DEPENDENT PEG/QUARTZ COMPOSITES

By Student Identitiy Number Advisor : Lila Dina Wulansari : 01111850010022 : Prof. Suminar Pratapa, Ph. D.

ABSTRACT

Polvethylene glycol (PEG)/quartz composites with PEG as a matrix and quartz as fillers have been fabricated using a liquid method to study the effect of quartz crystal size and the effect of quartz concentration on the thermomechanical properties of PEG at temperatures around its melting point. Quartz was synthesized from silica sand Pelaihari, Tanah Laut, South Kalimantan. The size of guartz crystals varied with guartz concentrations of 0, 5 and 10 wt%. The varied size of quartz was achieved by calcination of the silica powder at temperatures of 500, 1000, and 1200 °C, and was achieved by grinding using a planetary ball mill with 0 (no grinding), 5, and 10 hours milling time. The size of quartz was confirmed using XRD data. The success of the composite synthesis was tested using XRD and FTIR instruments. Furthermore, the distribution of quartz in the composites was examined using SEM and SEM-EDX. The composites were then subjected to DMA measurement in shear mode where the data included the shear storage modulus (G'), the damping factor $(\tan \delta)$, and the melting temperature (T_m) . DMA testing results showed that smaller filler crystallite size and higher filler concentration lead to increase of shear storage modulus (G'), lower tan δ peak, and higher melting temperature (T_m).

Key words: termomechanical properties, DMA, PEG/quartz composites, filler size.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas berkat limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan Tesis sebagai syarat wajib untuk memperoleh gelar Magister Sains (M.Si.) pada Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Data (FSAD), Institut Teknologi Sepuluh Nopembar (ITS) Surabaya dengan judul:

"SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG/KUARSA DENGAN VARIASI UKURAN KUARSA"

Penulis menyadari bahwa terselesaikannya penyusunan Tesis ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

- 1. Prof. Suminar Pratapa, Ph.D. selaku dosen pembimbing tesis yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis ini.
- Dr. M. Zainuri, M.Si, dan Retno Asih, Ph.D. selaku dosen penguji atas saran, kritik, masukan, dan arahannya sehingga memperluas wawasan penulis.
- Dr. Gatut Yudoyono, MT. selaku Kepala Departemen Fisika FSAD ITS yang telah memberikan kemudahan sarana kepada penulis selama kuliah sampai terselesaikannya tesis ini.
- 4. Seluruh Staf Pengajar di Departemen Fisika FSAD ITS, terimakasih atas pendidikan, ilmu pengetahuan, dan motivasi yang telah diberikan.
- 5. Keluargaku. Terima kasih atas semangat dan do'a restu yang telah diberikan kepada penulis selama ini.
- 6. Teman seperjuangan mahasiswa Pascasarjana Fisika ITS angkatan 2018.
- 7. Rekan-rekan seperjuangan satu tim: Mbak Nur Aini Fauziyah, Mas Alif Hilmi, Novita, Reza, Anisa, Azaria, Wiwit, dan Dewi.
- 8. DRPM Kemenristek-Dikti yang telah menyediakan dana hibah melalui LPPM ITS.

- Rekan-rekan diskusi: Mbak Umi Nuraini, Mbak Sulistyowati, dan Mas Wahyu Dwi.
- 10. Segenap pihak yang berkontribusi dalam penyelesaian tesis ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari sepenuhnya atas keterbatasan ilmu pengetahuan dan kemampuan yang dimiliki, oleh karena itu penulis berharap akan menerima kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan penulisan tesis ini. Semoga penelitian ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan, serta memberikan inspirasi bagi pembaca untuk perkembangan yang lebih lanjut.

Surabaya, Juli 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMA	AN JUDUL	i
LEMBAR	PENGESAHAN TESIS	i
ABSTRA	K	ii
ABSTRA	СТ	iii
KATA PE	ENGANTAR	iv
DAFTAR	ISI	vi
DAFTAR	TABEL	. viii
DAFTAR	GAMBAR	ix
BAB 1 PE	ENDAHULUAN	1
1.1 I	atar Belakang	1
1.2 F	Perumusan Masalah	3
1.3 T	Tujuan Penelitian	4
1.4 E	Batasan Masalah	4
1.5 N	Manfaat Penelitian	4
BAB 2 DA	ASAR TEORI	5
2.1 <i>H</i>	Polyethylene Glycol (PEG)	5
2.2 S	Silika Kuarsa	5
2.3 F	Pengaruh Pengisi terhadap sifat mekanik	7
2.4 <i>L</i>	Dynamic Mechanical Analyzer (DMA)	9
BAB 3 M	ETODE PENELITIAN	13
3.1 F	Prosedur Penelitian	13
3.1.1	Sintesis Serbuk Silika Kuarsa	13
3.1.2	Sintesis Komposit PEG/kuarsa	14
3.2 k	Karakterisasi Komposit	15
3.2.1	Pengujian FTIR	15
3.2.2	Pengujian XRD	15
3.2.3	Pengujian SEM-EDX	16
3.2.4	Pengujian dengan DMA	16

3.3	3.3 Diagram Alir Penelitian				
3.3	8.1	Sintesis kuarsa dengan berbagai ukuran	. 18		
3.3.2 Sintesis komposit PEG/kuarsa dengan konsentrasi 5 wt% dan 1wt% 19					
BAB 4	HAS	IL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	. 21		
4.1	Sin	tesis Serbuk Kuarsa	. 21		
4.1	.1	Analisis difraksi serbuk silika	. 21		
4.2	An	alisis Komposit PEG/kuarsa	. 23		
4.2	2.1	Analisis data Difraksi komposit PEG/kuarsa	. 23		
4.2	2.2	Analisis spektroskopi FTIR komposit PEG/kuarsa	. 25		
4.2	2.1	Analisis citra SEM-EDX komposit PEG/kuarsa	. 27		
4.3	An	alisis data DMA Komposit PEG/kuarsa	. 28		
4.4	Per	nbahasan	. 34		
BAB 5	KES	IMPULAN	. 41		
5.1	Kes	simpulan	. 41		
5.2	Sar	an	. 42		
DAFT	AR PI	USTAKA	. 43		
LAMP	IRAN	[A	. 49		
LAMP	IRAN	[B	. 51		
LAMP	IRAN	I C	. 57		
LAMP	IRAN	I D	. 63		
BIOGR	AFI	PENULIS	. 71		

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan pasir silika Kalimantan.	7
Tabel 3.1 Numenklatur sampel komposit PEG/kuarsa.	. 15
Tabel 4.1 Parameter kecocokan dan komposisi fasa hasil analisis Rietveld	
menggunakan <i>Rietica</i> serbuk kuarsa	. 23
Tabel 4.2 Ukuran kristal dan regangan hasil analisis data XRD serbuk silika	
menggunakan MAUD. Angka di dalam kurung menunjukkan kiraan	
standar deviasi nilai di depannya pada angka penting terakhir	. 24
Tabel 4.3 Perbandingan bilangan gelombang puncak spectrum FTIR antara	
referensi dan data terukur komposit PEG/kuarsa	. 26
Tabel 4.4 Indeks dispersibilitas Si pada komposit PEG/kuarsa	. 28
Tabel 4.5 Luaran DMA PEG dan komposit PEG/kuarsa	. 34

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Diagram fasa silika oleh Klein dan Hurlbut pada tahun 1993
Gambar 2.2 (a) struktur kristal silika α -kuarsa (b) struktur kristal β -kuarsa (Jacob
dan Cordier, 2010)
Gambar 2.3 Grafik respon material terhadap gaya (Menard, 1999)
Gambar 2.4 Temperatur transisi polimer terhadap modulus simpan (Menard,
1999)
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian
Gambar 3.2 Diagram alir sintesis dan karakterisasi serbuk silika kuarsa
Gambar 3.3 Diagram alir sintesis dan karakterisasi komposit PEG/silika kuarsa. 19
Gambar 4.1 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu Kα) dari serbuk-serbuk kuarsa
yang dihasilkan melalui variasi temperatur kalsinasi dan waktu
penggilingan. Q adalah puncak kuarsa dan C adalah puncak
kristobalit
Gambar 4.2 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu Kα) PEG, serbuk kuarsa, dan
komposit PEG/kuarsa dengan variasi ukuran dan konsentrasi pengisi.
Gambar 4.3 Spektrum FTIR PEG, serbuk kuarsa, dan komposit PEG/kuarsa 26
Gambar 4.4 Contoh citra SEM komposit LPQ105 dan LPQ101027
Gambar 4.5 Contoh representasi homogenitas sebaranpengisi pada komposit
PEG/kuarsa (a) hasil citra SEM-EDX (partikel Si berwarna merah),
(b) grafik hasil <i>line analysis</i> menggunakan software Pixelprofile 28
Gambar 4.6 Modulus simpan geser (G') PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan
variasi ukuran pengisi, sementara konsentrasi pengisi adalah 5 wt%.
Gambar 4.7 Modulus simpan geser (G') PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan
variasi ukuran pengisi, sementara konsentrasi pengisi adalah 10 wt%.
Gambar 4.8 Modulus simpan geser (G') PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan
variasi komposisi pengisi, sementara ukuran kristal pengisi adalah
168 nm
Gambar 4.9 Faktor redaman ($tan\delta$) PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan
variasi ukuran pengisi, sementara konsentrasi pengisi adalah 5 wt%.
Gambar 4.10 Faktor redaman (tan δ) PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan
variasi ukuran pengisi, sementara konsentrasi pengisi adalah 10 wt%
33

Gambar 4.11 Faktor redaman (tan δ) PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan
variasi komposisi pengisi, sementara ukuran kristal pengisi adalah
168 nm
Gambar 4.12 Hubungan antara ukuran kristal pengisi dengan (a) modulus simpan
geser (G') saat $T_{m,}$, (b) modulus simpan geser (G') saat T_m dan ideks
dispersibilitas, (c) faktor damping $tan\delta$, (d) faktor damping $tan\delta$ dar
indeks dispersibilitas, (e) temperatur leleh (T_m) , dan (f) temperatur
leleh (T_m) dan indeks dispersibilitas

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Saat ini bahan komposit banyak digunakan dalam aplikasi yang memerlukan sifat mekanik yang unggul dan ringan. Penggunaan komposit dalam aplikasi dengan sifat yang diperlukan tersebut menghadirkan tantangan baru bagi para peneliti untuk meningkatkan sifat termomekanik dinamis. Komposit adalah sebuah sistem multi-fasa yang terdiri atas material matriks yang merupakan material kontinu dan pengisi (*filler*), biasanya dimaksudkan sebagai penguat (*strength enhancer*) dan merupakan material terdispersi (Wang dkk., 2016). Hingga saat ini, jenis matriks komposit terbagi menjadi empat, yaitu metal, polimer, keramik, dan karbon.

Komposit matriks polimer menggunakan polimer organik sebagai matriks dengan material pengisi keramik, fiber, karbon, dan/atau polimer. Komposit polimer-keramik adalah jenis komposit yang menggunakan polimer sebagai matriks dan keramik sebagai pengisinya. Beberapa jenis polimer yang sudah diteliti sebagai matriks komposit ini antara lain polietilen (PE), polietilen glikol (PEG), asam poliaktik (PLA), polimetil metakrilat (PMMA), dan polietilen oksida (PEO) (Sperling, 2006). Polietilen glikol (PEG) adalah salah satu dari banyak polimer yang memiliki beberapa keuntungan karena sifatnya yang biodegradabel, non-toksik, dan non-imugenitas.

Keramik memiliki temperatur leleh yang tinggi, modulus Young yang tinggi, konduktivitas termal rendah, dan koefisien ekspansi termal rendah relatif terhadap polimer. Keramik dapat ditemukan sebagai bagian dari material alam seperti pasir, misalnya keramik silika pada pasir silika (SiO₂) dan keramik zirkon pada pasir zirkon (ZrSiO₄). Di Indonesia sendiri terdapat banyak sumber pasir alam seperti pasir silika dan pasir zirkon yang berpotensi untuk dimanfaatkan lebih lanjut dalam pembuatan komposit. Sebagai contoh, Kalimantan merupakan pulau yang kaya pasir silika dan zirkon. Memurnikan pasir silika dapat menghasilkan serbuk keramik silika (Fauziyah, 2015). Serbuk silika dapat

memiliki fasa kuarsa, kristobalit, amorf, koesit, stisofit dan tridimit (Heaney, 2019) yang masing-masing terbentuk pada temperatur dan tekanan tertentu. Sebagian besar silika yang terkandung dalam pasir maupun batuan memiliki fasa kuarsa yang memiliki modulus Young terbesar di antara polimorf silika, yaitu sekitar 92 GPa (Fauziyah dkk., 2019).

Untuk memanfaatkan sumber alam pasir silika sebagai bahan dasar dalam sintesis komposit diperlukan metode untuk menghasilkan bahan silika murni yang bebas dari pengotor sehingga kontribusinya terhadap sifat mekanik dan termal komposit dapat dikaji secara spesifik. Pasir silika alam dapat diubah menjadi ukuran mikro hingga nanometrik dengan beberapa metode seperti alkali fusi, hidrotermal, presipitasi, sol-gel, mikroemulsi, penggilingan, dan kalsinasi (Musyarofah dkk., 2019; Munasir dkk., 2013; Scaffaro dan Maio, 2017; Qisti, Indrasti, dan Suprihatin, 2016; Rahman dan Padavettan, 2012; Bagwe, Hilliard, dan Tan, 2006). Penggilingan merupakan salah satu metode sintesis serbuk nanometrik secara fisis dengan cara penumbukan butir-butir serbuk dengan bolabola zirkonia yang relatif keras dalam putaran planetary ball mill. Sebagai contoh, Nurmalasari (2018) telah mensintesis serbuk zirkon nanometrik menggunakan metode penggilingan dengan lama penggilingan 5 jam, 10 jam, dan 15 jam yang menghasilkan ukuran zirkon sebesar 174, 50, dan 33 nm (Nurmalasari, 2018). Pada tahun 2019, Arifa telah mensintesis serbuk silika kuarsa nanometrik yang juga menggunakan metode panggilingan dengan lama penggilingan 0, 5, dan 10 jam (Arifa, 2019). Sementara itu, serbuk silika ukuran mikron dapat dilakukan dengan kalsinasi pada suhu tinggi seperti yang telah dilakukan oleh Fajra (2019).

Pengkompositan polimer-keramik terbukti meningkatkan sifat mekanik maupun termal matriks polimer. Sebagai contoh, penambahan silika kristobalit pada PEG meningkatkan modulus simpan geser (G') dan temperatur gelas (T_g) (Pratapa dkk., 2017). Penambahan hidroxiapatit (HA) pada PE sebesar 10 wt% dapat meningkatkan modulus simpan (E') sebesar 30% dibandingkan dengan PE murni (Nazhat dkk., 2000). Penambahan silika kuarsa, amorf, dan kristobalit sebagai pengisi komposit PEG/silika menunjukkan kenaikan modulus simpan dan menaikkan temperatur leleh dibandingkan PEG murni (Fauziyah dkk., 2019).

Penambahan hidroxiapatit (HA) dan β -tricalum phosphate ke dalam PLLA, menyebabkan modulus simpan, temperatur transisi gelas (T_g) , dan temperatur leleh (Tm) komposit meningkat terhadap jumlah pengisi (Damadzadeh dkk., 2010). Penambahan serbuk zirkon ke dalam PEG juga diketahui meningkatkan modulus simpan geser hingga sembilan kali daripada PEG murni, serta meningkatkan temperatur leleh (T_m) (Muwwaqor dkk., 2018). Namun, pada penelitian-penelitian tersebut kombinasi pengaruh komposisi dan ukuran pengisi belum dikaji lebih mendalam. Dalam penelitian ini, sifat termo-mekanik komposit PEG/kuarsa dengan variasi ukuran kristal pengisi dan variasi konsentrasi pengisi yang berbeda akan dilaporkan setelah dilakukan sintesis komposit dan uji dengan instrumen Dynamic Mechanical Analyzer (DMA). Ukuran pengisi divariasi menggunakan metode penggilingan basah dengan waktu 0 (tanpa penggilingan), 5, dan 10 jam, dan kalsinasi dengan suhu 500, 1000, dan 1200 °C untuk mendapatkan variasi ukuran kristal pengisi. Pada tiap ukuran kristal pengisi, komposit dengan kandungan pengisi 5 dan 10 wt% juga disintesis, serta PEG murni digunakan sebagai sampel kontrol. Sifat termomekanik komposit akan diuji dengan instrumen DMA mode geser (shear) untuk mengetahui modulus simpan (G'), faktor redaman (*damping factor*, $\tan \delta$), dan temperatur leleh komposit (T_m).

1.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini akan mengkaji pengaruh ukuran kristal pengisi dan konsentrasi pengisi dalam komposit PEG/kuarsa terhadap sifat termomekanik menggunakan DMA. Terdapat beberapa permasalahan yang diangkat pada penelitian ini, yaitu mendapatkan hasil preparasi serbuk silika kuarsa berbagai ukuran, mendapatkan hasil preparasi variasi ukuran kristal dan konsentrasi pengisi dalam komposit PEG/kuarsa, menjelaskan sifat termomekanik dari bahan komposit yang dibuat, dan mengetahui pengaruh ukuran pengisi, serta konsentrasi pengisi terhadap sifat mekanik serta mikrostruktur komposit PEG/kuarsa yang dihasilkan.

1.3 **Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian adalah:

- 1. Mendapatkan serbuk-serbuk silika kuarsa dengan berbagai ukuran.
- 2. Mendapatkan komposit PEG/kuarsa dengan variasi ukuran kristal dan konsentrasi pengisi.
- Mengetahui sifat termomekanik komposit PEG/kuarsa menggunakan DMA.
- 4. Mengetahui pengaruh ukuran pengisi dan konsentrasi pengisi terhadap sifat termomekanik yang dihasilkan dari pengujian DMA.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

- Bahan dasar pengisi yang digunakan adalah pasir silika dari Pelaihari, Tanah Laut.
- Silika yang digunakan adalah silika kuarsa yang digiling dengan waktu 0 (tanpa penggilingan), 5, dan 10 jam, serta dikalsinasi pada temperatur 500, 1000, dan 1200 °C.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut:

- 1. Memberikan gambaran mengenai pemanfaatan sumber daya alam pasir silika
- Memberikan pemahaman tentang bagaimana pegaruh ukuran kristal pengisi dan konsentrasi pengisi terhadap sifat termomekanik komposit PEG/kuarsa.

BAB 2

DASAR TEORI

2.1 *Polyethylene Glycol* (PEG)

PEG disintesis menggunakan polikondensasi *ethylene glycol* dengan bantuan katalis asam atau basa untuk menghasilkan PEG dengan berat molekul rendah, sedangkan untuk menghasilkan PEG dengan berat molekul besar digunakan polimerisasi *ethylene oxide*. PEG bersifat biokompatibel dan larut dalam air maupun pelarut organik yang menjadikannya polimer yang mudah disintesis dengan material lain. Selain itu, PEG merupakan polimer yang bersifat tidak beracun dan non-imunogenesitas yang mana tidak mengganggu sistem imun jika diaplikasikan pada teknologi biomaterial dan biomedis yang telah disetujui oleh FDA (food and drug Administration) (Ivanova, Bazaka, dan Crawford, 2014).

PEG menunjukkan sifat yang menarik ketika dicampur dengan bahan inorganik atau polimer lain. PEG banyak digunakan sebagai material PCMs (material penyimpan energi panas) karena memiliki kalor laten yang tinggi dan temperatur leleh yang sesuai antara 3,2 °C hingga 68,7 °C, penguapan tekanan rendah ketika meleleh, dan inert secara kimia dan stabil. Berat molekul PEG mempengaruhi sifatya sebagai material PCMs (Feng dkk., 2011).

2.2 Silika Kuarsa

Sejak ditemukannya difraksi X-Ray kristal padat pada tahun 1912 oleh Von Laue, para peneliti melakukan pemetaan struktur kristal mineral alam dan salah satunya adalah silika. Pada tahun 1880 hingga 1913 Le chatelier, Mallard, dan Fenner telah melakukan modifikasi terhadap silika. Lalu pada tahun 1925 Bragg dan Gibbs mulai memetakan struktur polimorf silika melalui difraksi X-Ray dan menghasilkan silika β -kuarsa. Selanjutnya, pada tahun yang sama Wyckoff memetakan struktur kristobalit dan pada tahun 1927 Gibbs memetakan HP-tridimit.

Transisi fasa silika ditunjukkan oleh Gambar 2.1. Transformasi α -kuarsa menjadi β -kuarsa dimulai pada temperatur 573 °C dan tekanan 1 bar, namun semakin besar tekanannya maka α -kuarsa lebih stabil sehingga temperatur pembentukan β -kuarsa semakin tinggi. Semakin meningkatnya temperatur akan mengubah β -kuarsa menjadi HP-tridimit pada temperatur 867 °C dan HP-tridimit menjadi β -kristobalit pada temperatur 1470 °C yang selanjutnya akan meleleh pada temperatur 1727 °C (Heaney, 2019).



Gambar 2.1 Diagram fasa silika oleh Klein dan Hurlbut pada tahun 1993.

 β -kuarsa merupakan fasa silika suhu tinggi yang memiliki struktur hexagonal dengan keenam ujungnya berbagi tetragonal yang berputar mengelilingi enam sisi dan paralel dengan arah \vec{c} (Gambar 2.2 (a)). Ketika kuarsa didinginkan hingga suhu 573 °C, rantai tetrahedral memendek dengan transformasi displasif orde pertama menjadi struktur trigonal α -kuarsa (Gambar 2.2 (b)) (Jacob dan Cordier, 2010).

Sumber pasir alam silika Kalimantan merupakan pelapukan dari batuan kuarsa dan feldspar yang terbawa air hingga pantai. Kandungan pasir silika Kalimantan yang telah diteliti oleh Wianto dkk mengandung beberapa material sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 2.1 (Wianto dkk., 2008). Dari kadar silika tersebut untuk memurnikan pasir silika dibutuhkan pemurnian dari pengotor dan logam berat menggunakan magnet permanen.

Tabel 2.1 Kandungan pasir silika Kalimantan.

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MgO	
95,16 - 99,80 %	0,68 – 1,22 %	0,04 - 1,07 %	0,10-0,28 %	0,001 - 0,16 %	
	•				



Gambar 2.2 (a) struktur kristal silika α -kuarsa (b) struktur kristal β -kuarsa (Jacob dan Cordier, 2010).

2.3 Pengaruh Pengisi terhadap sifat mekanik

Polimer sebagai matriks komposit polimer-keramik diketahui memiliki modulus Young yang rendah dalam rentang 10-20 MPa sedangkan keramik sebagai pengisi memiliki modulus Young yang tinggi hingga puluhan giga Pascal. Dengan kedua gabungan modulus tersebut dapat diperkirakan modulus komposit polimer-keramik meningkat daripada polimer murni.

Beberapa faktor yang mempengaruhi sifat mekanik komposit polimerkeramik antara lain: jenis pengisi, ukuran pengisi, dan konsentrasi pengisi. Pada tahun 2000, Nazhat dkk melakukan penelitian sifat mekanik *polyethylene* dengan pengisi *hydroxyapatite* (HA) dengan ukuran pengisi dan fraksi volume. Nazhat menggunakan dua jenis ukuran pengisi HA yakni 4,53 dan 7,43 μ m dengan fraksi volume masing-masing ukuran divariasikan sebesar 0,10, 0,20, 0,30, 0,40, dan 0,45. Sifat dinamik mekanik diuji menggunakan instrumen DMA dan hasil penelitian diungkapkan bahwa modulus simpan tarik (*E'*) meningkat dengan ukuran pengisi yang lebih kecil dengan konsentrasi pengisi yang sama. Dan seiring dengan fraksi volume pengisi yang semakin besar modulus simpan tarik (E') juga meningkat (Nazhat dkk., 2000).

Pada tahun 2009, Mendes dkk melakukan penelitian sifat mekanik dinamik pada komposit *poly(vinilidene fluoride)* (PVDF) dengan pengisi Pb(Zr_{0.53}Ti_{0.47})O₃ (PZT). Mendes menggunakan tiga jenis ukuran PZT yakni 0,84, 1,68, dan 2,53 μ m dengan variasi konsentrasi pengisi untuk masing-masing ukuran 10-40%. Dari hasil uji DMA Mendes menyatakan bahwa semakin kecil ukuran partikel pengisi modulus simpan tarik (*E'*) komposit semakin besar dan semakin tinggi konsentrasi pengisi semakin besar pula modulus simpan tarik (*E'*) komposit (Mendes dkk., 2009).

Pada tahun 2019, Dileep dkk melakukan penelitian terhadap karet alam (NR) yang diisi nanosilika (NS) dan nanosilika yang telah dimodifikasi menggunakan *styrenated phenol* (MNS) dengan konsentrasi 1-7,5%. Komposit diuji dengan instrument DMA untuk mengetahui nilai modulus simpan (E') dan tan δ dari suhu -80 hingga 80°C. Dengan adanya penambahan nanosilika pada NR *gum* modulus simpan meningkat menjadi 2900 dan 3100 MPa untuk NR-NS dan NR-MNS dari yang awalnya tanpa penambahan memiliki modulus simpan sekitar 2600 MPa. Temperatur transisi gelas (T_g) dari grafik puncak tan δ pada komsposit NR-NS meningkat seiring dengan penambahan NS dan MNS. Peningkatan nilai modulus simpan dan temperatur transisi gelas dipengaruhi oleh interaksi silika dan rantai molekul NR, ukuran nanosilika, dan pengaruh permukaan muka (Dileep dan Narayanankutty, 2020).

Roy dkk pada tahun 2019 melakukan penelitian pada komposit karet alam yang telah di epoxidasi (ENR) diisi dengan limbah *gypsum* (GW) dari pabrik keramik. Komposit karet alam/gipsum (ENR-GW) dibandingkan dengan komposit karet alam/gipsum/kalsium karbonat (ENR-GW-CaCO₃). Dari hasil uji DMA, sifat dinamik mekanik ENR-GW lebih unggul dibandingkan ENR maupun ENR- GW-CaCO₃. Modulus simpan ENR/GW meningkat karena adanya pegisi dan memiliki kestabilan termal yang tinggi (Roy dkk., 2019).

2.4 Dynamic Mechanical Analyzer (DMA)

DMA (*Dynamic Mechanical Analyzer*) merupakan pengukuran dengan memberikan tegangan (*stress*) sinusoidal pada sebuah sampel dan menganalisis respon sampel sehingga didapat data sudut fasa dan deformasi (Menard dkk., 2004). DMA dapat mendeteksi transisi fasa dan proses relaksasi material untuk mengukur kelakuan material terhadap waktu, frekuensi, dan temperatur (Saba dkk., 2016).

Ketika sampel diberi beban dan *stress* diosilaksikan secara sinusoidal, maka material akan merespon secara sinusoidal dengan adanya beda fase antara *stress* dan responnya (Gambar 2.3). Akibat dari beban dan *stress* adalah deformasi sinusoidal, ketika ini terjadi, material akan berperilaku seperti pegas pada hukum Hooke sehingga akan timbul *strain* berbentuk gelombang yang bergantung seberapa viskos atau elastis material. *Strain* fungsi waktunya dapat dituliskan sebagai:

$$\varepsilon(t) = E \sigma_0 \cos \omega t$$

dengan *E* adalah modulus, σ_0 adalah *stress* maksimum, dan ω adalah frekuensi. Deformasi akan terus terjadi bila *stress* dan beban diaplikasikan pada area linier viskosnya.



Gambar 2.3 Grafik respon material terhadap gaya (Menard, 1999).

Instrumen DMA memiliki beberapa mode pengujian, antara lain *tension*, *compression*, *shear*, *three-point-bending*, *dual cantilever*, dan *single cantilever* (McAninch dkk., 2015). Pada mode *shear* dua buah sampel dijepit dan diberi pergeseran di antara pelat tetap dan plat bebas dalam.

Pengujian sifat termo-mekanik pada DMA dimulai dari temperatur rendah dan frekuensi osilasi tetap. Dan direkam sifat-sifat atau kelakuan material terhadap perubahan temperatur. Data yang diperoleh dari DMA meliputi modulus simpan, modulus hilang, tan δ , dan viskositas.

Modulus simpan menyatakan seberapa kaku material tersebut dan energi yang dapat disimpan oleh material yang dapat digunakan untuk tujuan pada waktu ke depan (Saba dkk., 2016). Data modulus simpan dapat memperkirakan pengaruh temperatur terhadap kekakuan dan kemampuan menahan beban suatu material (Gupta dan Singh, 2018). Transisi yang terjadi pada polimer ketika temperatur dinaikkan seperti pada Gambar 2.4. Transisi pertama yang terjadi adalah transisi gamma yang dilabeli dengan T_{γ} , ditandai dengan bertambahnya volume bebas polimer sehingga terjadi bending, stretching, dan pergerakan side chain. Transisi kedua disebut transisi beta dan dilambangkan dengan T_{β} (Gambar 2.4), terjadi pergerakan dari seluruh side chain sehingga terdapat banyak ruang untuk bergerak. Namun, kedua transisi tersebut tidak dianggap sebagai sifat atau kelakuan polimer pada sifat termo-mekanik, karena keduanya tidak memberikan perbedaan secara signifikan. Transisi yang mewakili sifat termo-mekanik (Gambar 2.4) antara lain: transisi gelas (T_g) , transisi alfa (T_α) , dan temperatur leleh (T_m) . Transisi gelas (T_q) hanya terjadi pada material amorf, yaitu saat rantai polimer bergerak pada skala besar yang menyebabkan material berubah dari keras menjadi agak lunak setelah melalui transisi ini (Menard, 1999).

Modulus hilang menyatakan banyaknya energi yang hilang yang dilepaskan berupa panas akibat deformasi, yang merupakan respon viskos material (Jawaid dkk., 2013). *Damping factor* (tan δ) merupakan faktor redaman yang dialami komposit karena adanya gerakan yang tidak seragam rantai polimer. Ketika komposit dikenai beban geser, gerak rantai pada polimer diredam oleh

pengisi karena adanya antarmuka antara polimer dan pengisi (Muwwaqor dkk., 2018).



Gambar 2.4 Temperatur transisi polimer terhadap modulus simpan (Menard, 1999).

"halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB 3

METODE PENELITIAN

Tujuan dari penelitian ini untuk mensintesis dan mengkarakterisasi komposit PEG/kuarsa dengan *Dynamic Mechanical Analyzer* (DMA). Metode penelitian ini akan diuraikan menjadi empat bagian, yaitu (1) persiapan alat dan bahan, (2) sintesis serbuk silika kuarsa, (3) sintesis komposit PEG/kuarsa , (4) pengujian dengan instrumen DMA.

3.1 Prosedur Penelitian

3.1.1 Sintesis Serbuk Silika Kuarsa

Pasir alam silika akan dicuci dengan aquades untuk menghilangkan pengotor seperti debu, ranting, dan daun hingga didapatkan aquades bersih dan bening. Kemudian pasir silika akan disaring menggunakan kertas saring dan dikeringkan pada suhu kurang lebih 80 °C selama 12 jam di dalam oven. Untuk menghilangkan material magnetik pada pasir digunakan metode separasi magnet menggunakan magnet permanen agar pasir bersih dari material seperti besi. Penggilingan pasir silika yang telah bersih dari material magnetik dilakukan dengan mencampurkan 30 gr pasir silika, 50 ml alkohol sebagai medium, dan 48 bola zirkon sebagai penggerus kedalam wadah keramik. Penggilingan akan dilakukan selama 6 jam dengan kecepatan putar 150 ppm (putaran per menit) menggunakan planetary ball mill dengan metode wet milling. Serbuk silika hasil penggilingan akan dikeringkan selama 12 jam pada suhu 50 °C dan dilakukan separasi magnet ulang agar benar-benar bersih dari material magnet. Selanjutnya, untuk mendapatkan serbuk silika kuarsa, serbuk silika akan distirring selama 30 menit dengan medium HCl 2M dengan perbandingan silika dan HCl sebesar 1 gr : 30 ml dan direndam selama 12 jam. Untuk menetralkan pH, endapan serbuk silika kuarsa setelah perendaman HCl akan dilakukan pencucian dengan aquades hingga dicapai pH 7.

Serbuk silika kuarsa yang telah didapatkan akan divariasi ukuran dengan cara digiling dan dikalsinasi. Penggilingan serbuk silika kuarsa dilakukan menggunakan *planetary ball mill* dengan metode *wet milling* dengan komposisi

seperti pada proses penggilingan sebelumnya. Variasi waktu penggilingan yaitu 0 (tanpa penggilingan), 5, dan 10 jam. Setelah proses penggilingan serbuk silika kuarsa akan dikeringkan dan didapatkan serbuk endapan. Serbuk endapan ini selanjutnya akan digerus menggunakan mortar dan diayak dengan ukuran ayakan 100 mesh. Silika kuarsa yang dihasilkan dari proses penggilingan dilabeli dengan Q0, Q5, dan Q10 masing-masing untuk penggilingan 0, 5, dan 10 jam. Serbuk yang dihasilkan setelah perendaman HC1 dan pencucian aquades dikalsinasi. Kalsinasi akan dilakukan mengunakan *furnace* dengan variasi suhu 500, 1000, dan 1200 °C selama 7 jam. Serbuk silika kuarsa 20 gr diletakkan pada krusibel dan diletakkan dalam *furnace*. Setelah proses kalsinasi, serbuk silika kuarsa akan digerus dengan mortar dan diayak menggunakan ukuran ayakan 100 mesh. Silika kuarsa yang dihasilkan dari proses kalsinasi dilabeli dengan Q1200 masing-masing untuk suhu 500, 1000, dan 1200 °C. Untuk mengetahui ukuran silika kuarsa, serbuk yang telah dihasilkan sebanyak 6 sampel diuji menggunakan XRD dan dianalisis menggunakan *software* MAUD.

3.1.2 Sintesis Komposit PEG/kuarsa

Sintesis kompsoit PEG/kuarsa akan dilakukan dengan mencampurkan PEG 4000 dan silika kuarsa dengan konsentrasi silika kuarsa sebesar 5 wt% dan 10 wt% dan diaduk selama 30 menit pada temperatur 55 °C untuk masing-masing variasi ukuran silika kuarsa. Komposit akan dicetak menggunakan cetakan ukuran $1 \times 1 \times 0.2$ mm, dikompaksi menggunakan gaya 4500 N, dan dikeringkan. Komposit dilabeli seperti ditunjukkan Tabel 3.1.

Numenklatur	Sampel
LPQ12005	Komposit kuarsa kalsinasi 1200 °C, konsentrasi 5wt%
LPQ120010	Komposit kuarsa kalsinasi 1200 °C, konsentrasi 10wt%
LPQ10005	Komposit kuarsa kalsinasi 1000 °C, konsentrasi 5wt%
LPQ100010	Komposit kuarsa kalsinasi 1000 °C, konsentrasi 10wt%
LPQ5005	Komposit kuarsa kalsinasi 500 °C, konsentrasi 5wt%
LPQ50010	Komposit kuarsa kalsinasi 500 °C, konsentrasi 10wt%
LPQ05	Komposit kuarsa tanpa penggilingan, konsentrasi 5wt%
LPQ010	Komposit kuarsa tanpa penggilingan, konsentrasi 10wt%
LPQ55	Komposit kuarsa penggilingan 5 jam, konsentrasi 5wt%
LPQ510	Komposit kuarsa penggilingan 5 jam, konsentrasi 10wt%
LPQ105	Komposit kuarsa penggilingan 10 jam, konsentrasi 5wt%
LPQ1010	Komposit kuarsa penggilingan 10 jam, konsentrasi 10wt%

3.2 Karakterisasi Komposit

3.2.1 Pengujian FTIR

Karakterisasi yang pertama menggunakan instrumen *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Hasil uji yang didapatkan berupa panjang gelombang ikatan molekul yang terdapat pada komposit PEG/kuarsa. Data FTIR diplot menggunakan *software Origin* untuk mengetahui intensitas dan panjang gelombang ikatan molekul yang terbentuk.

3.2.2 Pengujian XRD

Karakterisasi kedua menggunakan X-ray Diffractometer (XRD) yang dilakukan di departemen Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember dengan tipe instrumen XRD Philips X'pert MPD. Sudut 2 θ yang digunakan antara 15°-65°, dengan data step 0,016711 dan target Cu K α . Untuk mengidentifikasi fasa pada sampel serbuk kuarsa, data hasil XRD dianalisis

menggunakan *software Match!* secara kualitatif dan semi-kuantitatif. Analisis secara kuantitatif dilakukan menggunakan *software Rietica* untuk mengetahui karakteristik fisis material berdasarkan data XRD yang dicocokkan dengan model (.cif). Data model (.cif) dapat diperoleh dari laman *crystallography open database*. Untuk mengetahui ukuran kristal, data XRD dianalisis menggunakan *software* MAUD.

3.2.3 Pengujian SEM-EDX

Analisis ketiga bertujuan untuk mempelajari topografi material meliputi tekstur, morfologi, dan sebaran kuarsa dalam komposit PEG/kuarsa menggunakan instrumen *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDX). Pengujian dilakukan di Laboratorium Energi LPPM Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

3.2.4 Pengujian dengan DMA

Komposit PEG/kuarsa diuji dengan instrumen DMA untuk mengetahui sifat termo-mekaniknya. Pengujian dilakukan menggunakan instrumen DMA Mettler Toledo dengan mode *shear* pada temperatur 30 hingga 80 °C dan frekuensi 1 Hz. Data pengujian meliputi modulus simpan (G'), faktor redaman (*damping factor*, tan δ), dan temperatur leleh (T_m).

3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.



3.3.1 Sintesis kuarsa dengan berbagai ukuran

Gambar 3.2 Diagram alir sintesis dan karakterisasi serbuk silika kuarsa.

3.3.2 Sintesis komposit PEG/kuarsa dengan konsentrasi 5 wt% dan 10 wt%



Gambar 3.3 Diagram alir sintesis dan karakterisasi komposit PEG/silika kuarsa.

"halaman ini sengaja dikosogkan"

BAB 4

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Serbuk Kuarsa

Penelitian ini menggunakan pasir silika Pelaihari, Tanah Laut, Kalimantan Selatan sebagai bahan dasar serbuk kuarsa. Serbuk kuarsa didapatkan melalui proses pencucian, penggilingan dengan metode *wet milling* selama 6 jam, yang dilanjutkan dengan proses pemurnian menggunakan larutan HCl. Variasi ukuran kristal dilakukan melalui 2 metode, yaitu (1) variasi waktu penggilingan selama 0 (tanpa penggilingan), 5, dan 10 jam, (2) variasi kalsinasi pada temperatur 500, 1000, dan 1200 °C. Hasil serbuk dikonfirmasi melalui karakterisasi XRD.

4.1.1 Analisis difraksi serbuk silika

Pola-pola difraksi sinar-X serbuk-serbuk kuarsa setelah kalsinasi dan penggilingan diperlihatkan pada Gambar 4.1. Hasil analisis kualitatif menunjukkan seluruh puncak difraksi pada serbuk tanpa giling dan yang digiling dengan waktu penggilingan 5 dan 10 jam, serta serbuk yang dikalsinasi pada temperatur 500 °C adalah milik kuarsa (nomor PDF 16-2490) - ditandai dengan huruf Q. Sedangkan pada temperatur kalsinasi 1000 °C (Q1000) dan 1200 °C (Q1200) ditemukan adanya puncak kristobalit (nomor PDF 76-1930) - ditandai dengan huruf C. Hal ini menunjukkan adanya transisi fasa dari kuarsa menjadi kristobalit pada temperatur-temperatur di atas 847 °C sesuai dengan penelitian sebelumnya oleh Chaklader dan Roberts (1961), Schneider dkk (1986), serta Fajra (2019) dengan puncak utama pada $2\theta \approx 22^\circ$. Intensitas puncak difraksi kuarsa meningkat ketika serbuk dikalsinasi pada temperatur 1000 °C jika dibandingkan pada temperatur 500 °C. Intensitas puncak difraksi kuarsa sedikit meningkat pada temperatur kalsinasi 1200 °C dibandingkan saat 1000 °C. Sementara itu, terjadi peningkatan signifikan pada intensitas puncak kristobalit dari temperatur kalsinasi 1000 ke 1200 °C. Peningkatan tersebut mengindikasikan terjadinya peningkatan konsentrasi fasa kristobalit seperti yang akan dibuktikan dengan data hasil analisis *Rietveld*. Selanjutnya, Gambar 4.1 menunjukkan pelebaran puncak dan penurunan

intensitas, serta pergeseran puncak dari pola-pola difraksi serbuk yang digiling, yaitu Q0, Q5, dan Q10. Perubahan karakter-karakter puncak difraksi tersebut disebabkan oleh perubahan mikrostruktur kuarsa, terutama ukuran kristal dan regangan tak-seragam (Chatterjee, Sen Gupta, dan Sen, 2001; Dittrich dan Schumacher, 2014). Hasil analisis lebih detil diuraikan pada bagian berikutnya.

Luaran analisis *Rietveld* dengan *software Rietica* disajikan pada Tabel 4.1. Kecocokan parameter *refinement* menggunakan *software Rietica* juga disajikan pada tabel tersebut. Parameter-parameter kecocokan *refinement*, yaitu GoF (*Goodness of Fitting*) dan R_{wp} memiliki nilai di bawah 4% dan 20% yang mengindikasikan *refinement* sudah dapat diterima (Pratapa, 2010; Kisi, 1994). Kemudian, waktu penggilingan 0 (tanpa giling), 5, dan 10 jam, serta temperatur kalsinasi 500 °C menunjukkan komposisi fasa kuarsa sebesar 100%. Namun, pada temperatur kalsinasi 1000 °C dan 1200 °C muncul fasa kristobalit yang memiliki komposisi masing-masing sebesar 0,5 dan 5,8 wt%.



Gambar 4.1 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu K α) dari serbuk-serbuk kuarsa yang dihasilkan melalui variasi temperatur kalsinasi dan waktu penggilingan. Q adalah puncak kuarsa dan C adalah puncak kristobalit.

Sampel	GoF	R _{wp}	Rexp	R _{Bragg}	Komposisi (wt%)	
					Kuarsa	Kristobalit
Q1200	3,37	15,97	8,69	4,11	94,2	5,8
Q1000	3,34	18,92	10,36	4,61	99,5	0,5
Q500	3,06	17,99	10,29	6,98	100	-
Q0	2,81	15,04	8,97	3,57	100	-
Q5	2,81	15,05	8,97	4,53	100	-
Q10	2,48	16,04	10,18	3,75	100	-

Tabel 4.1 Parameter kecocokan dan komposisi fasa hasil analisis Rietveld menggunakan *Rietica* serbuk kuarsa.

Analisis *Rietveld* dengan *software MAUD* menghasilkan luaran ukuran kristal dan *strain* seperti disajikan pada Tabel 4.2. Ukuran kristal kuarsa membesar dari 168 nm menjadi 217 nm ketika temperatur kalsinasi dinaikkan dari 500 °C menjadi 1000 °C, kemudian menjadi 249 nm pada temperatur 1200 °C. Sesuai yang diharapkan, peningkatan temperatur kalsinasi berhasil memunculkan pertumbuhan kristal sehingga ukuran kristal meningkat. Serbuk tanpa penggilingan memiliki ukuran kristal kuarsa sebesar 162 nm yang turun menjadi 118 nm ketika digiling 5 jam. Penurunan ukuran kristal cukup drastis, yaitu menjadi 76 nm ketika giling 10 jam. Di sisi lain, regangan tak-seragam (*non-uniform strain*) mengalami kenaikan dengan meningkatnya lama waktu penggilingan yang dapat dilihat pada Tabel 4.2. Nilai regangan memiliki tren kenaikan yang cukup signifikan terhadap waktu penggilingan, sebagaimana yang juga dilaporkan oleh Chatterjee dkk (2001).

4.2 Analisis Komposit PEG/kuarsa

4.2.1 Analisis data Difraksi komposit PEG/kuarsa

Pola-pola XRD PEG, kuarsa, dan komposit PEG/kuarsa ditunjukkan oleh Gambar 4.2. Pola-pola tidak menunjukkan adanya puncak fasa baru. Secara umum dapat disimpulkan bahwa sintesis komposit PEG/kuarsa berhasil dilakukan. Di samping itu, penambahan konsentrasi kuarsa pada komposit dari 5 wt% menjadi 10 wt% meningkatkan intensitas puncak kuarsa pada pola difraksi.
Sampel	Ukuran kristal (nm)	Regangan (<i>strain</i>) (× 10 ⁻⁴)
Q1200	249(3)	7,9(3)
Q1000	217(1)	9,7(3)
Q500	168(1)	3,7(2)
Q0	162(2)	2,7(2)
Q5	118(2)	6,1(5)
Q10	76(1)	6,7(1)

Tabel 4.2 Ukuran kristal dan regangan hasil analisis data XRD serbuk silika menggunakan MAUD. Angka di dalam kurung menunjukkan kiraan standar deviasi nilai di depannya pada angka penting terakhir.



Gambar 4.2 Pola-pola difraksi sinar-x (radiasi Cu $K\alpha$) PEG, serbuk kuarsa, dan komposit PEG/kuarsa dengan variasi ukuran dan konsentrasi pengisi.

4.2.2 Analisis spektroskopi FTIR komposit PEG/kuarsa

Gambar 4.3 menunjukkan spektra FTIR dari PEG, kuarsa, dan komposit Spektra dari komposit-komposit PEG/kuarsa menunjukkan PEG/kuarsa. keseluruhan absorpsi yang bersumber dari material penyusunnya yang disajikan pada Tabel 4.3. Jenis-jenis ikatan pada PEG yang teridentifikasi adalah O-H stretching, C=C stretching, dan C-O-C stretching. Seluruh sampel memunculkan absorpsi O-H stretching pada bilangan gelombang 2883 cm⁻¹ (sesuai rentang pada referensi), absorpsi C=C stretching pada bilangan gelombang 1647 cm⁻¹ (sedikit berada di bawah referensi), dan C–O–C stretching pada 1340 dan 840 cm⁻¹ (sesuai referensi). Absorpsi ikatan-ikatan pada kuarsa (SiO₂) yang muncul dalam spektroskopi FTIR seperti ditunjukkan Gambar 4.3 adalah Si-O asym stretching, Si-O-Si asym stretching, dan Si-O-Si bending. Seluruh komposit memunculkan absorpsi Si-O asym stretching pada bilangan gelombang 3463 cm⁻¹, Si-O-Si asym stretching (1046 dan 775 cm⁻¹), serta Si-O-Si *bending* (437 cm⁻¹) yang semuanya sesuai dalam rentang referensi. Hasil analisis data FTIR ini menegaskan bahwa komposit PEG/kuarsa berhasil disintesis.



Gambar 4.3 Spektrum FTIR PEG, serbuk kuarsa, dan komposit PEG/kuarsa.

Tabel 4.3 Perbandingan bilangan gelombang puncak spectrum FTIR antara referensi dan data terukur komposit PEG/kuarsa.

		Ionis Ikatan	Wavenur	nber (cm ⁻¹)
		Juliy Ikatan	Referensi*	Data Terukur
PEG	А	O–H stretching	3750-2500	2883
	В	C=C stretching	1900-1650	1647
	С	C–O–C stretching	1500-800	1340
	D	C–O–C stretching	800-1500	840
Kuarsa	Е	Si–O asym stretching	3700-3200	3463
	F	Si–O–Si asym stretching	1130-1100	1045
	G	Si–O–Si asym stretching	1130-1100	775
	Н	Si–O–Si bending	500-200	437

*(Criado, Fernández-Jiménez, dan Palomo 2007; Zampori dkk. 2012).

4.2.1 Analisis citra SEM-EDX komposit PEG/kuarsa

Gambar 4.4 menunjukkan contoh citra SEM LPQ105 dan LPQ1010. Dari gambar tersebut memperlihatkan bahwa silika yang terdispersi dalam PEG menimbulkan permukaan komposit lebih rata. Citra permukaan memperlihatkan adanya gundukan yang disebabkan oleh silika yang tertutup oleh PEG. Sementara itu, LPQ1010 dengan konsentrasi kuarsa lebih besar menunjukkan gundukan yang lebih besar yang menyebabkan permukaan komposit terlihat lebih kasar.

Gambar 4.5(a) menunjukkan citra pemetaan unsur SEM-EDX dari sampel LPQ120010 yang dianalisis menggunakan *software Pixelprofile* untuk mempresentasikan distribusi elemen Si (ditandai dengan warna merah) pada matriks PEG. Intensitas distribusi Si pada matriks PEG digrafikkan pada Gambar 4.5(b). Nilai Indeks dispersibilitas komposit PEG/kuarsa disajikan pada Tabel 4.4 dan akan dibahas pada bagian selanjutnya.



(a) LPQ105 (b) LPQ1010 Gambar 4.4 Contoh citra SEM komposit LPQ105 dan LPQ1010.



Gambar 4.5 Contoh representasi homogenitas sebaranpengisi pada komposit PEG/kuarsa (a) hasil citra SEM-EDX (partikel Si berwarna merah), (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan *software Pixelprofile*.

	LPQ1200	LPQ1000	LPQ500	LPQ0	LPQ5	LPQ10
Ukuran silika (nm)	249	217	168	162	118	76
5wt%	0,1604	0,1472	0,1727	0,2408	0,2443	0,2559
10wt%	0,1546	0,2474	0,2264	0,2693	0,2736	0,2166

Tabel 4.4 Indeks dispersibilitas Si pada komposit PEG/kuarsa.

4.3 Analisis data DMA Komposit PEG/kuarsa

Gambar 4.6 menunjukkan plot-plot modulus simpan geser (G') komposit PEG/kuarsa berkonsentrasi pengisi 5 wt% dengan variasi ukuran kristal pengisi 249 (Q1200), 217 (Q1000), 168 (Q500), 162 (Q0), 118 (Q5), dan 76(Q10) nm. Selanjutnya, Gambar 4.7 menunjukkan plot-plot modulus simpan geser (G') komposit PEG/kuarsa berkonsentrasi pengisi 10 wt% dengan variasi ukuran kristal yang sama. Sementara itu, Gambar 4.8 menunjukkan plot-plot modulus simpan geser (G') komposit PEG/kuarsa dengan ukuran kristal pengisi 168 nm berkonsentrasi 5 wt% dan 10 wt%. Ketiga kelompok gambar tersebut ditampilkan untuk menunjukkan efek komposisi pengisi dan ukuran pengisi pada modulus simpan geser komposit.

Plot modulus simpan geser (G') sampel-sampel komposit PEG/kuarsa yang ditunjukkan oleh Gambar 4.6, Gambar 4.7, dan Gambar 4.8 terbagi menjadi tiga daerah: (a) daerah *rubbery* di bawah temperatur 40 °C, (b) daerah di sekitar temperatur leleh (T_m) pada rentang temperatur 40 hingga 67 °C, dan (c) daerah *melting* di atas temperatur 67 °C. Secara umum, semua sampel mengalami

penurunan modulus simpan geser (G') secara perlahan pada daerah *rubbery*, lalu penurunan signifikan di daerah sekitar temperatur leleh (T_m), dan mengalami 'kestabilan' pada daerah di atas temperatur 67°C. Modulus simpan geser (G') komposit PEG/kuarsa memiliki daerah *rubbery* yang lebih lebar dan memiliki nilai yang lebih tinggi dibandingkan dengan PEG murni. Gambar 4.6 dan Gambar 4.7 memperlihatkan adanya pengaruh ukuran kristal terhadap G', yaitu G' naik terhadap ukuran kristal pengisi yang mengecil. Selain itu, meningkatnya konsentrasi pengisi pada ukuran kristal pengisi yang sama pada Gambar 4.8 menunjukkan modulus simpan geser (G') juga naik.

Lebih lanjut, Tabel 4.5 menyajikan nilai modulus simpan geser (G') absolut pada temperatur 30 °C. Berdasarkan tabel tersebut dapat dilihat bahwa semakin kecil ukuran kristal pengisi, nilai modulus simpan geser (G') semakin meningkat. Di samping itu, dengan konsentrasi pengisi lebih tinggi pada ukuran kristal pengisi yang sama juga menunjukkan peningkatan pada nilai modulus simpan geser (G').



Gambar 4.6 Modulus simpan geser (G') PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan variasi ukuran pengisi, sementara konsentrasi pengisi adalah 5 wt%.



Gambar 4.7 Modulus simpan geser (G') PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan variasi ukuran pengisi, sementara konsentrasi pengisi adalah 10 wt%.



Gambar 4.8 Modulus simpan geser (G') PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan variasi komposisi pengisi, sementara ukuran kristal pengisi adalah 168 nm.

Selain modulus simpan geser (G'), pengujian menggunakan DMA dapat menentukan faktor redaman (*damping factor*, tan δ). Faktor redaman pada DMA adalah redaman yang dialami komposit akibat gerakan tidak teratur rantai polimer (Muwwaqor dkk., 2018). Gambar 4.6 menunjukkan plot modulus simpan geser (G') komposit PEG/kuarsa berkonsentrasi pengisi 5 wt% dengan variasi ukuran kristal pengisi 249 (Q1200) hingga 76 nm (Q10). Selanjutnya, Gambar 4.7 menunjukkan plot modulus simpan geser (G') komposit PEG/kuarsa berkonsentrasi pengisi 10 wt% dengan variasi ukuran yang sama. Dan Gambar 4.8 mnunjukkan plot modulus simpan geser (G') komposit PEG/kuarsa dengan ukuran kristal pengisi 168 nm berkonsentrasi 5 wt% dan 10 wt%. Gambar 4.9 dan 4.10 menunjukkan terjadinya penurunan dan pergeseran puncak ke arah kanan seiring dengan ukuran kristal pengisi yang semakin kecil. Selanjutnya, Gambar 4.11 menunjukkan penurunan dan pergeseran ke arah kanan puncak tan δ seiring dengan meningkatnya konsentrasi pengisi komposit. Lebih jauh, Tabel 4.5 menyajikan nilai puncak tan δ PEG dan komposit PEG/kuarsa. Nilai tan δ mengalami penurunan dengan mengecilnya ukuran kristal pengisi sekaligus dengan meningkatnya konsentrasi pengisi.

Plot tan δ dapat digunakan untuk menentukan nilai temperatur leleh (T_m) dengan melihat temperatur pada puncak tan δ . Secara umum didapatkan bahwa T_m meningkat dengan berkurangnya ukuran kristal pengisi serta bertambahnya konsentrasi pengisi.



Gambar 4.9 Faktor redaman ($\tan \delta$) PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan variasi ukuran pengisi, sementara konsentrasi pengisi adalah 5 wt%.



Gambar 4.10 Faktor redaman ($\tan \delta$) PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan variasi ukuran pengisi, sementara konsentrasi pengisi adalah 10 wt%.



Gambar 4.11 Faktor redaman ($\tan \delta$) PEG dan komposit PEG/kuarsa dengan variasi komposisi pengisi, sementara ukuran kristal pengisi adalah 168 nm.

	Ukuran & Komposisi	G' absolut pada temperatur 30°C (MPa)	Puncak tan δ	Temperatur leleh (T _m)(°C)	G' saat T _m (MPa)
PEG	_	57	1,48	45,4	28
LPQ12005	249 nm, 5 wt%	166	1,42	47,4	45
LPQ120010	249 nm, 10 wt%	308	1,31	48,3	68
LPQ10005	217 nm, 5 wt%	241	1,42	48,8	49
LPQ100010	217 nm, 10 wt%	454	1,23	51,2	69
LPQ5005	168 nm, 5 wt%	256	1,28	50,8	94
LPQ50010	168 nm, 10 wt%	610	1,11	53,3	108
LPQ05	162 nm, 5 wt%	618	1,12	52,0	98
LPQ010	162 nm, 10 wt%	695	1,00	56,1	101
LPQ55	118 nm, 5 wt%	735	0,95	56,1	106
LPQ510	118 nm, 10 wt%	766	0,84	57,8	120
LPQ105	76 nm, 5 wt%	785	0,86	59,6	110
LPQ1010	76 nm, 10 wt%	855	0,78	62,8	123

Tabel 4.5 Luaran DMA PEG dan komposit PEG/kuarsa.

4.4 Pembahasan

Pola-pola difraksi sinar-X serbuk kuarsa setelah proses giling (Q5 dan Q10) yang ditunjukkan oleh Gambar 4.1 tidak menunjukkan puncak baru sehingga dapat disimpulkan bahwa penggilingan tidak membuat fasa baru ataupun transisi fasa. Lebih lanjut, proses penggerusan serbuk dalam proses *wet milling* menyebabkan pelebaran dan penurunan intensitas serta pergeseran menuju sudut

yang lebih kecil. Pelebaran dan penurunan intensitas puncak difraksi ini dapat dikaitkan dengan reduksi ukuran kristal dan meningkatnya *residual strain*, sedangkan pergeseran puncak difraksi menunjukkan perubahan parameter kisi (Chatterjee, Sen Gupta, dan Sen, 2001; Stubičar dkk., 2001; Dittrich dan Schumacher, 2014). Dalam proses reduksi ukuran ini, energi mekanis diubah menjadi energi dalam partikel (Zhendong dkk., 2006). Rotasi pada *ball mill* menyumbangkan energi mekanis pada bola dan memicu terjadinya tumbukan intensif antara bola-serbuk-bola dan bola-serbuk-dinding (Sakher dkk., 2018). Tumbukan tersebut menyebabkan deformasi mekanis, salah satunya berupa reduksi ukuran kristal, sekaligus peningkatan *strain* (regangan) yang dipicu oleh dislokasi, distorsi kisi, dan defek (Sharma dkk., 2015; Zhendong dkk., 2006). Pada penelitian ini terbukti bahwa penggilingan berdampak pada penurunan ukuran kristal dan peningkatan regangan tak seragam kristal kuarsa seperti ditunjukkan Tabel 4.2.

Pola-pola difraksi sinar-X serbuk setelah proses kalsinasi yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 dapat mengindikasikan (1) meningkatnya ukuran kristal akibat adanya pertumbuhan kristal yang ditandai dengan meningkatnya intensitas dan menyempitnya full-width at half-maximum (FWHM) puncak difraksi, (2) terjadinya transisi fasa kuarsa menjadi kristobalit pada temperatur 1000 dan 1200 °C yang ditandai dengan puncak baru pada sudut 2theta di sekitar $\approx 22^{\circ}$. Transisi fasa kuarsa-kristobalit ini dapat dijelaskan sebagai berikut. Fasa kuarsa menjadi kristobalit setelah melewati fasa intermediate (Chaklader dan Roberts, 1961). Transisi ini merupakan proses rekonstruktif, yakni ikatan pada atomnya terputus dan tersusun kembali dengan susunan yang berbeda (Lakshtanov, Sinogeikin, dan Bass, 2006). Menurut Marians dan Hobbs (1990), fasa kristobalit terbentuk karena terputusnya ikatan ketiga pada kuarsa. Transisi fasa ini, menurut diagram fasa Fenner pada Gambar 2.1 (Heaney, 2019), dapat terjadi karena adanya impuritas logam alkali (Fe) dan alkali bumi sebagai katalis transformasi fasa. Impuritas yang memilki titik leleh di bawah temperatur transisi fasa kristobalit mencair dan mengalir ke seluruh elemen kuarsa sehingga mempercepat proses dekomposisi kuarsa sekaligus mempercepat nukleasi serta pertumbuhan kristobalit (Schneider, Majdic, dan Vasudevan, 1986).

Pola-pola XRD komposit PEG/kuarsa pada Gambar 4.2 memperlihatkan hanya adanya puncak-puncak difraksi PEG dan kuarsa. Tidak adanya puncak baru mengindiksikan hanya adanya interaksi fisis, tanpa ada reaksi kimia yang berlangsung antara PEG dan kuarsa. Dengan kata lain, sintesis komposit berhasil. Hasil pengujian menggunakan FTIR mendukung keberhasilan sintesis ini.

Nilai indeks dispersibilitas ditunjukkan pada Tabel 4.4. Dispersibilitas Si pada komposit dipengaruhi oleh beberapa faktor, yakni pelarut, agen-dispersan, modifikasi permukaan dan proses sintesis seperti sonikasi (Liu dkk., 2017; Lahir, 2019). Dispersibilitas kuarsa dalam PEG ditunjukkan oleh elemen Si yang berwarna merah pada SEM-EDX. Ketika Si terdispersi lebih merata, fluktuasi intensitas Si yang ditunjukkan pada Gambar 4.5(b) akan rendah, sehingga standar deviasi intensitasnya rendah. Rendahnya standar deviasi akan menyebabkan indeks dispersibilitasnya rendah. Sehingga, semakin elemen Si terdispersi, maka nilai indeks dispersibilitasnya semakin menurun (Kim dkk., 2017; Fauziyah dkk., 2019). Namun sebaliknya, jika fluktuasi intensitas Si sangat tinggi akan berakibat tingginya deviasi intensitasnya pada standar sehingga nilai indeks dispersibilitasnya juga rendah. Fluktuasi intensitas yang tinggi disebabkan karena kurang meratanya partikel Si pda komposit. Pada penelitian ini, nilai indeks dispersibilitas tidak memiliki tren terhadap ukuran kristal kuarsa. Sampel LPQ10005 memiliki indeks dispersibiltas paling kecil dan LPQ510 memiliki indeks dispersibilitas paling tinggi, yang artinya pada LPQ10005 Si lebih homogen dibandingkan LPQ510.

Grafik modulus simpan geser (G') dan tan δ dibagi menjadi tiga keadaan, yaitu *rubbey state*, di sekitar temperatur leleh (T_m), dan *melting* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.6 – Gambar 4.11. *Rubbery state* didefinisikan sebagai daerah di mana polimer bersifat lunak dan fleksibel serta rantai polimer mengalami sedikit gerakan di sekitarnya (Menard, 1999). Partikel kuarsa dalam komposit PEG/kuarsa yang mengisi ruang bebas di antara rantai-rantai polimer PEG menciptakan interaksi mekanis dan gaya antara PEG-kuarsa, yakni interaksi antarmuka dan *interlock*, serta gaya adesi pemukaan partikel silika dan PEG (Fauziyah dkk., 2019; Sun dkk., 2004). Partikel silika yang terdipersi dalam PEG mengurangi ruang gerak rantai polimer. Semakin kecil ukuran kristal dan konsentrasi pengisi lebih besar akan ada lebih besar area interaksi mekanis antramuka permukaan kuarsa dan PEG sehingga lebih sedikit ruang gerak rantai polimer yang berakibat rendahnya pergerakan rantai polimer ketika padanya diaplikasikan beban geser pada komposit (Sun dkk., 2004).

Di samping itu, silika sebagai pengisi mampu menyerap sebagian besar energi termal yang diterima oleh komposit karena memiliki konduktivitas termal tinggi. Ketika energi termal diaplikasikan pada keadaan ini, modulus simpan geser (G') dan komposit dalam keadaan stabil. Namun, ketika energi termal yang diaplikasikan melebihi batas yang dapat diserap oleh pengisi, maka energi termal tersebut akan diserap oleh matriks, yaitu PEG yang akhirnya akan mengalami gerak rantai polimer secara besar-besaran karena menerima energi termal yang terlalu besar sehingga rantai-rantai polimernya terlepas dan pengisi tidak dapat lagi menahan pergerakan rantai-rantai polimer tersebut (Menard, 1999). Pada saat itu komposit dalam keadaan menuju temperatur leleh (T_m) dan modulus simpan gesernya (G') mengalami penurunan yang sangat signifikan. Setelah melewati titik temperatur leleh (T_m) polimer dalam komposit akan benar-benar meleleh dan modulus simpan gesernya (G') mendekati angka 0, yang artinya tidak ada energi yang dapat disimpan lagi dan komposit berada pada keadaan *melting*.

Semua komposit dengan konsentrasi sama (5 wt% ataupun 10 wt%), namun memiliki ukuran kristal pengisi lebih kecil memiliki modulus simpan geser (G') semakin meningkat. Penjelasan untuk fenomena ini adalah bahwa ruang bebas semakin kecil dan interaksi antarmuka semakin besar jika ukuran pengisi semakin kecil. Dua keadaan tersebut menghambat gerakan dini rantai molekul polimer dan menyerap energi dalam jumlah lebih besar, seperti penjelasan fisis sebelumnya. Hal yang sama terjadi pada komposit dengan konsentrasi 10 wt% dan variasi ukuran yang semakin mengecil. LPQ120010 memiliki modulus simpan geser (G') lebih besar karena berkonsentrasi pengisi lebih tinggi yaitu 10 wt% dibandingkan LPQ12005 yang berkonsentrasi 5 wt% walaupun memiliki ukuran kristal pengisi yang sama. Komposit dengan ukuran lebih kecil dan konsentrasi lebih besar seperti LPQ1010 memiliki modulus simpan geser (G') lebih besar dibandingkan LPQ12005 karena memiliki ruang bebas lebih kecil dan interaksi antar muka yang lebih besar.

Faktor redaman (*damping factor*, tan δ) dijadikan sebagai indikasi rasio modulus hilang geser (energi yang hilang, G") terhadap modulus simpan geser (G') pada komposit. Modulus hilang geser (G'') merupakan energi yang hilang akibat reformasi molekul dan gaya gesek internal (Wei dkk., 2019). Ruang bebas dalam polimer yang besar dan terjadinya gerakan rantai bebas polimer mengakibatkan tingginya gesekan internal antar rantai. Akibat gesekan internal yang tinggi ini, modulus hilang (G") pada polimer juga tinggi seperti yang diindikasikan oleh tingginya tan δ . Namun, jika ruang bebas di antara polimer terisi oleh pengisi dan ruang bebasnya semakin kecil, gesekan dalam berkurang dan berakibat pada rendahnya modulus hilang geser (G'') serta ditandai dengan rendahnya tan δ . Dengan demikian, ukuran kristal pengisi yang kecil dan konsentrasi pengisi yang besar akan meminimalisir ruang bebas polimer. Jika terjadi gerakan rantai polimer akibat energi eksternal, maka gesekan antara polimer-polimer dan polimer-pengisi akan tereduksi karena ruang gerak yang terbatas. Fenomena ini memicu nilai modulus hilang geser (G'') menurun sekaligus dengan nilai tan δ yang ditandai dengan menurunnya puncak grafik $\tan \delta$.

Komposit-komposit dengan konsentrasi pengisi 5 wt% secara berturutturut memiliki nilai tan δ yang semakin kecil (Tabel 4.4) dengan semakin kecilnya ukuran kristal pengisi. Redaman yang diberikan kuarsa pada PEG semakin besar dan ruang bebas rantai polimer semakin kecil. Efek yang sama terjadi pada komposit dengan konsentrasi 10 wt% dan variasi ukuran seperti sebelumnya. Sampel dengan konsentrasi pengisi lebih besar seperti LPQ120010 memiliki tan δ lebih kecil dibandingkan LPQ12005 yang berkonsentrasi pengisi 5 wt% karena lebih besar redaman dan kecilnya ruang bebas sehingga rasio energi yang hilang dan disimpan kecil. Menarik untuk diperhatikan bahwa tan δ LPQ1010, komposit dengan konsentrasi pengisi 10 wt% dan ukuran paling kecil (65 nm), memiliki nilai paling kecil. Hasil-hasil tersebut sesuai dengan penjelasan fisis pada paragraf sebelumnya. Gambar 4.9 – Gambar 4.11 memberikan ilustrasi kualitatif mengenai efek ukuran pengisi terhadap sifat termomekanik komposit PEG/kuarsa. Gambar 4.9 misalnya, menunjukkan pergeseran grafik ke arah kanan dengan mengecilnya ukuran kristal dan naiknya konsentrasi pengisi sehingga nilai temperatur leleh (T_m) semakin naik. Ukuran kristal pengisi yang semakin mengecil mengakibatkan nilai temperatur leleh (T_m) semakin meningkat karena dibutuhkannya energi yang lebih besar untuk memutus rantai polimer pada matriks dengan pengisi lebih kecil.

Untuk memahami relasi ukuran kristal dan sifat termomekanik secara kuantitatif, grafik hubungan ukuran kristal pengisi dengan modulus simpan geser (G'), faktor redaman (tan δ), dan temperatur leleh (T_m) disusun seperti pada Gambar 4.12 (a), (c), dan (e). Ketiga grafik tersebut menunjukkan relasi linier sebagai berikut: (a) semakin kecil kristal pengisi, modulus simpan geser (G') semakin naik, (c) semakin kecil kristal pengisi, $\tan \delta$ semakin kecil, dan (e) semakin kecil kristal pengisi, temperatur leleh (T_m) semakin naik. Gambar 4.12 (b), (d), dan (f) menunjukkan grafik hubungan ukuran kristal pengisi dan indeks dispersibilitas dengan modulus simpan geser (G'), faktor redaman (tan δ), dan temperatur leleh (T_m) . Namun pada penelitian ini, indeks dispersibilitas tidak memiliki tren terhadap ukuran kristal. Selain itu, sifat termomekanik komposit pada penelitian ini lebih dominan dipengaruhi oleh ukuran kristal pengisi dan konsentrasi pengisi. Untuk mengkaji lebih jelas relasi indeks dispersibilitas dengan sifat termomekanik, parameter yang mempengaruhi sifat termomekanik yang lain seperti ukuran kristal pengisi dan konsentrasi pengisi dijadikan sebagai parameter tetap.



Gambar 4.12 Hubungan antara ukuran kristal pengisi dengan (a) modulus simpan geser (G') saat T_m , (b) modulus simpan geser (G') saat T_m dan ideks dispersibilitas, (c) faktor damping tan δ , (d) faktor damping tan δ dan indeks dispersibilitas, (e) temperatur leleh (T_m), dan (f) temperatur leleh (T_m) dan indeks dispersibilitas.

BAB 5

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, didapatkan beberapa kesimpulan yang menjawab tujuan penelitian ini, yaitu:

- 1. Sintesis serbuk silika kuarsa dengan kalsinasi dan penggilingan menghasilkan ukuran kristal silika kuarsa pada rentang 76 hingga 249 nm, dengan rincian:
 - a. Serbuk awal kuarsa tanpa giling memiliki fasa 100% kuarsa dan ukuran kristal 162 nm.
 - b. Penggilingan serbuk selama 5 jam dan 10 jam tidak berefek pada jenis fasa, tetapi menurunkan ukuran kristal berturut-turut menjadi 118 dan 76 nm.
 - c. Serbuk awal kuarsa yang dikalsinasi pada temperatur 500 °C memiliki fasa 100% kuarsa dan ukuran kristal 168 nm.
 - d. Serbuk kuarsa yang dikalsinasi pada suhu 1000 °C (Q1000) memiliki ukuran kristal kuarsa sebesar 217 nm dan komposisi kuarsa 99,5 wt%, serta komposisi kristobalit 0,5 wt%.
 - e. Serbuk kuarsa yang dikalsinasi pada suhu 1200 °C (Q1200) memiliki ukuran kristal kuarsa sebesar 249 nm dan komposisi kuarsa 94,2 wt%, serta komposisi kristobalit 5,8 wt%.
- 2. Hasil uji DMA (*shear mode*) komposit PEG/kuarsa dengan variasi ukuran pengisi dan konsentrasi pengisi memberikan beberapa hasil, yaitu:
 - a. Nilai modulus simpan geser meningkat dengan mengecilnya ukuran kristal pengisi dan naiknya konsentrasi pengisi hingga 500% dari 166 MPa (LPQ12005) menjadi 855 MPa (LPQ1010).
 - b. Nilai tan δ (faktor redaman) menurun dengan mengecilnya ukuran kristal pengisi dan naiknya konsentrasi pengisi dari 1,42 (LPQ12005) menjadi 0,86 (LPQ1010).

c. Titik temperatur leleh (T_m) naik dengan mengecilnya ukuran kristal pengisi dan naiknya konsentrasi pengisi dari 47,4 °C (LPQ12005) menjadi 62,8 °C (LPQ1010).

5.2 Saran

Beberapa saran untuk penelitian berikutnya:

- Dalam pemilihan material komposit, dipilih material yang lebih *advance* karena pengujian DMA sangat aplikatif dalam perkembangan industri saat ini.
- 2. Preparasi dilakukan dengan lebih cermat, termasuk dalam menentukan dimensi sampel, dan bisa dikembangkan untuk menggunakan cetakan sehingga dimensi sampel akan lebih terkontrol.
- Pengkajian pengaruh dispersibilitas terhadap sifat termomekanik dengan parameter yang dijaga tetap seperti ukuran kristal pengisi dan konsentrasi pengisi.

DAFTAR PUSTAKA

- Arifa, Azaria. (2018). Sifat Termomekanik Komposit PEG/Kuarsa Variasi Ukuran dengan Dynamic Mechanical Analyzer (DMA). Tugas Akhir. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Chaklader, A. C. D., dan A. L. Roberts. (1961), "Transformation of Quartz to Cristobalite", *Journal of the American Ceramic Society* 44 (1): 35–41. https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1961.tb15344.x.
- Chatterjee, Partha, S. P. Sen Gupta, dan Suchitra Sen. 2001. "Microstructural Transformation of Vanadium Pentoxide Powder Obtained by High-Energy Vibrational Ball-Milling." *Journal of Applied Crystallography*, 34 (3): 381–85. https://doi.org/10.1107/S0021889801004009.
- Criado, M., A. Fernández-Jiménez, dan A. Palomo. (2007), "Alkali Activation of Fly Ash: Effect of the SiO2/Na2O Ratio", *Microporous and Mesoporous Materials*, 106 (1–3): 180–91. https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2007.02.055.
- Damadzadeh, Behzad, Hamideh Jabari, Mikael Skrifvars, Karri Airola, Niko Moritz, dan Pekka K. Vallittu. (2010), "Effect of Ceramic Filler Content on the Mechanical and Thermal Behaviour of Poly-I-Lactic Acid and Poly-I-Lactic-Co-Glycolic Acid Composites for Medical Applications", *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 21 (9): 2523–31. https://doi.org/10.1007/s10856-010-4110-9.
- Dittrich, M., dan G. Schumacher. (2014), "Evolution of Crystallite Size, Lattice Parameter and Internal Strain in Al Precipitates during High Energy Ball Milling of Partly Amorphous Al87Ni8La5 Alloy", *Materials Science and Engineering: A*, 604 (Mei): 27–33. https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.03.004.
- Fajra, Dewi Nora. (2019). *Sifat Termomekanik Komposit PEG/Silika Kuarsa Mikron (PEG/m-SiO₂).* Tugas Akhir. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Fauziyah, N. A. (2015), Karakterisasi Komposit PEG 4000/SiO2 (SiO₂= Kuarsa, Amorf, Kristobalit) dengan Dynamic Mechanical Analyzer (DMA), Tesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

- Fauziyah, Nur Aini, Allif Rosyidy Hilmi, Teuku Andi Fadly, Mohamad Zainul Asrori, Mashuri Mashuri, dan Suminar Pratapa. (2019), "Dynamic Tensile and Shear Storage Moduli of PEG/Silica-Polymorph Composites." *Journal* of Applied Polymer Science, 136 (17): 47372. https://doi.org/10.1002/app.47372.
- Feng, Lili, Jie Zheng, Huazhe Yang, Yanli Guo, Wei Li, dan Xingguo Li. (2011), "Preparation and Characterization of Polyethylene Glycol/Active Carbon Composites as Shape-Stabilized Phase Change Materials", *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 95 (2): 644–50. https://doi.org/10.1016/j.solmat.2010.09.033.
- Gupta, M.K., dan Rohit Singh. (2018), "Flexural and Dynamic Mechanical Analysis (DMA) of Polylactic Acid (PLA) Coated Sisal Fibre Reinforced Polyester Composite", *Materials Today: Proceedings*, 5 (2): 6109–14. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.12.216.

Heaney, Peter J. 2019. "Low-Pressure Silica Polymorphs," 40.

- Ivanova, Elena P., Kateryna Bazaka, dan Russell J. Crawford. (2014), "Advanced Synthetic Polymer Biomaterials Derived from Organic Sources", New Functional Biomaterials for Medicine and Healthcare, 71–99. Elsevier. https://doi.org/10.1533/9781782422662.71.
- Jacob, D, dan P. Cordier. (2010), "A Precession Electron Diffraction Study of α, β Phases and Dauphiné Twin in Quartz," 12.
- Jawaid, M., H.P.S. Abdul Khalil, Azman Hassan, Rudi Dungani, dan A. Hadiyane. (2013), "Effect of Jute Fibre Loading on Tensile and Dynamic Mechanical Properties of Oil Palm Epoxy Composites", *Composites Part B: Engineering*, 45 (1): 619–24. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.04.068.
- Kim, Jongwon, Jinwoo Oh, Kyung Yeol Lee, Inhwa Jung, dan Min Park. (2017), "Dispersion of Graphene-Based Nanocarbon Fillers in Polyamide 66 by Dry Processing and Its Effect on Mechanical Properties", *Composites Part B: Engineering*, 114 (April): 445–56. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.01.054.

- Kisi, E.H. (1994), "Rietveld analysis of powder diffraction pattern." *Materials Forum*, 18 (135-155).
- Lahir, Yogendrakumar. (2019), "Graphene and Graphene-Based Nanomaterials Are Suitable Vehicles for Drug Delivery", *Applications of Targeted Nano Drugs and Delivery Systems*, 157–89. Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814029-1.00007-7.
- Lakshtanov, Dmitry L., Stanislav V. Sinogeikin, dan Jay D. Bass. (2006), "High-Temperature Phase Transitions and Elasticity of Silica Polymorphs", *Physics and Chemistry of Minerals*, 34 (1): 11–22. https://doi.org/10.1007/s00269-006-0113-y.
- Liu, Wanshuang, Yiru Wang, Pengfei Wang, Yan Li, Qiuran Jiang, Xiaoyu Hu, Yi Wei, Yiping Qiu, Seyed Ismail Seyed Shahabadi, dan Xuehong Lu. (2017), "A Biomimetic Approach to Improve the Dispersibility, Interfacial Interactions and Toughening Effects of Carbon Nanofibers in Epoxy Composites", *Composites Part B: Engineering*, 113 (Maret): 197–205. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.01.040.
- Marians, Carol S., dan Linn W. Hobbs. (1990), "Network Properties of Crystalline Polymorphs of Silica." *Journal of Non-Crystalline Solids*, 124 (2–3): 242–53. https://doi.org/10.1016/0022-3093(90)90269-R.
- McAninch, Ian M., Giuseppe R. Palmese, Joseph L. Lenhart, dan John J. La Scala. (2015), "DMA Testing of Epoxy Resins: The Importance of Dimensions: DMA Testing of Epoxy Resins: The Importance of Dimensions", *Polymer Engineering & Science*, 55 (12): 2761–74. https://doi.org/10.1002/pen.24167.
- Menard, Kevin. (1999), *Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction*. CRC Press. https://doi.org/10.1201/9781420049183.
- Mendes, S.Firmino, C. M. Costa, V. Sencadas, J. Serrado Nunes, P. Costa, R. Gregorio Jr., dan S. Lanceros-Méndez. (2006), "Effect of the Ceramic Grain Size and Concentration on the Dynamical Mechanical and Dielectric Behavior of Poly(Vinilidene FLuoride)/Pb(Zr0.53Ti0.47)O3 Composites", 10.
- Muwwaqor, N.F, N.A Fauziyah, Musyarofah, dan S. Pratapa. (2018), "Synthesis and Thermomechanical Characterization of Peg/Zircon Composites." *IOP*

Conference Series: Materials Science and Engineering, 432 (November): 012018. https://doi.org/10.1088/1757-899X/432/1/012018.

- Nazhat, S. N., R. Joseph, M. Wang, R. Smith, K. E. Tanner, dan W. Bonfield. (2000), "Dynamic Mechanical Characterization of Hydroxyapatite Reinforced Polyethylene: Effect of Particle Size,, 8.
- Nurmalasari, Muthia Diah. (2018). Pengaruh Ukuran Partikel Zirkon terhadap Sifat Termomekanik Komposit PEG/Nanozirkon. Tugas Akhir. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- P, Dileep, dan Sunil K. Narayanankutty. (2020), "Styrenated Phenol Modified Nanosilica for Improved Thermo-Oxidative and Mechanical Properties of Natural Rubber." *Polymer Testing*, 82 (Februari): 106302. https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.106302.
- Pratapa, S., T. Wahyuni, N. A. Fauziyah, G. A. Apriliyana, M. Mashuri, dan S. Firdaus. (2017), "Synthesis and Thermomechanical Characterization of PEG/Cristobalite Composites", *Journal of Mechanical Science and Technology*, 31 (8): 3653–56. https://doi.org/10.1007/s12206-017-0703-2.
- Pratapa, Suminar. (2010), "X-Ray Diffraction Phase Analyses For Granulated And Sintered Ceramic Materials", *MAKARA of Science Series*, 11 (2). https://doi.org/10.7454/mss.v11i2.280.
- Roy, Kumarjyoti, S. C. Debnath, N. D. Bansod, A. Pongwisuthiruchte, T. Wasanapiarnpong, P. Potiyaraj. (2019), "Possible Use of Gypsum Waste from Ceramics Industry as Semi-Reinforcing Filler in Epoxidized Natural Rubber Composites", *Journal of Material Cycles and Waste Management*, 10.
- Saba, N., M. Jawaid, Othman Y. Alothman, dan M.T. Paridah. (2016), "A Review on Dynamic Mechanical Properties of Natural Fibre Reinforced Polymer Composites", *Construction and Building Materials*, 106 (Maret): 149–59. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.075.
- Sakher, E., N. Loudjani, M. Benchiheub, dan M. Bououdina. (2018), "Influence of Milling Time on Structural and Microstructural Parameters of Ni 50 Ti 50 Prepared by Mechanical Alloying Using Rietveld Analysis", *Journal of Nanomaterials*, 2018: 1–11. https://doi.org/10.1155/2018/2560641.

- Schneider, Hartmut, A. Majdic, dan R. Vasudevan. (1986), "Kinetics of the Quartz-Cristobalite Transformation in Refractory-Grade Silica Materials", *Materials Science Forum*, 7 (Januari): 91–102. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.7.91.
- Sharma, Pardeep, S. Sharma, dan D. Khanduja. (2015), "On the Use of Ball Milling for the Production of Ceramic Powder", *Material and Manufacturing Process*, 30:11, 1370-1376.
- Sperling, L H. (2006), Introduction to Physical Polymer Science, John Wiley & Sons, Inc., New York. 878.
- Stubičar, M, Ž Blažina, A Tonejc, N Stubičar, dan D Krumes. (2001), "The Effect of High Energy Ball Milling on the Crystal Structure of GDNi5", *Physica B: Condensed Matter*, 304 (1–4): 304–8. https://doi.org/10.1016/S0921-4526(01)00506-3.
- Sun, Yangyang, Zhuqing Zhang, Kyoung-Sik Moon, dan C. P. Wong. (2004), "Glass Transition and Relaxation Behavior of Epoxy Nanocomposites", *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 42 (21): 3849–58. https://doi.org/10.1002/polb.20251.
- Wang, Yu-hua, Wei-hua Wang, Zhiqiang Zhang, Liancai Xu, dan Ping Li. (2016), "Study of the Glass Transition Temperature and the Mechanical Properties of PET/Modified Silica Nanocomposite by Molecular Dynamics Simulation", *European Polymer Journal*, 75 (Februari): 36–45. https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2015.11.038.
- Wei, Wei, Yingjun Zhang, Meihua Liu, Yifan Zhang, Yuan Yin, Wojciech Stanislaw Gutowski, Pengyang Deng, dan Chunbai Zheng. (2019), "Improving the Damping Properties of Nanocomposites by Monodispersed Hybrid POSS Nanoparticles: Preparation and Mechanisms", *Polymers*, 11 (4): 647. https://doi.org/10.3390/polym11040647.
- Wianto, Totok. (2008), "Penentuan Mineral dan Logam sebagai Material Dasar dalam Pengembangan Potensi Kalimantan Selatan sebagai Daerah Penghasil Nanomaterial", 12.

Zampori, Luca, Giovanni Dotelli, Paola Gallo Stampino, Cinzia Cristiani, Federico Zorzi, dan Elisabetta Finocchio. (2012), "Thermal Characterization of a Montmorillonite, Modified with Polyethylene-Glycols (PEG1500 and PEG4000), by in Situ HT-XRD and FT IR: Formation of a High-Temperature Phase", *Applied Clay Science*, 59–60 (Mei): 140–47. https://doi.org/10.1016/j.clay.2012.02.015.

Zhendong, Tao, Zhang Ying, Yang Zhongxi, Wang Yingzi, Meng Shanshan, dan Teng Tieli. (2006), "Preparation of MgTiO3 Ceramics by High Energy Ball Milling", *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 21 (3): 116–19. https://doi.org/10.1007/BF02840897.

LAMPIRAN A

Data ICSD dan COD Analisis Data Difraksi Sinar-X

A. Data ICSD untuk fasa Kuarsa SiO₂

data	1011097
publ author name	Wei, P. H.
Publ section title	Die Bindung im Quarz
journal_name_full	Zeitschrift fuer Kristallographie,
	Kristallgeometrie, Kristallphysik,
	Kristallchemie
chemical_formula_structural	'Si O2'
chemical_name_mineral	'Quartz low'
chemical_name_systematic	'Silicon oxide \$-alpha'
space_group_IT_number	152
symmetry_cell_setting	trigonal
symmetry_Int_Tables_number	152
symmetry_space_group_name_Hall	'P 31 2'''
symmetry_space_group_name_H-M	'P 31 2 1'
cell_angle_alpha	90
cell_angle_beta	90
cell_angle_gamma	120
cell_formula_units_Z	3
cell_length_a	4.913
cell_length_b	4.913
cell_length_c	5.404
cell_volume	113.0
exptl_crystal_density_meas	2.66
cod_database_code	1011097

_symmetry_equiv_pos_as_xyz

x,y,z

-y,x-y,1/3+z y-x,-x,2/3+z у,х,-z -x,y-x,1/3-z x-y,-y,2/3-z

Si1 Si4+ 3 a 0.465(4) 0. 0.3333 1. 0 d

O1 O2- 6 c 0.417(13) 0.278(13) 0.222(13) 1.0 d

data	1010938
nuclear nome	Nieuwenkemn W!
publ author name	Nieuwenkamp, w
Publ section title	Die Kristallstruktur des Tief-
	Cristobalits Si O2
journal_name_full	Zeitschrift fuer Kristallographie,
	Kristallgeometrie, Kristallphysik,
	Kristallchemie
chemical_formula_structural	Si O2
chemical_name_mineral	'Cristobalite
chemical_name_systematic	'Silicon oxide'
space_group_IT_number	92
symmetry_cell_setting	tetragonal
symmetry_Int_Tables_number	92
symmetry_space_group_name_Hall	'P 4abw 2nw'
symmetry_space_group_name_H-M	'P 41 21 2'
cell_angle_alpha	90
cell_angle_beta	90
cell_angle_gamma	90
cell_formula_units_Z	4
cell_length_a	4.964(5)
cell_length_b	4.964(5)
cell_length_c	6.920(5)
cell_volume	170.5
exptl_crystal_density_meas	2.33
cod_database_code	1010938

B. Data ICSD untuk fasa kristobalit SiO₂

_symmetry_equiv_pos_as_xyz x,y,z -x,-y,1/2+z 1/2-y,1/2+x,1/4+z 1/2+y,1/2-x,3/4+z y,x,-z -y,-x,1/2-z 1/2-x,1/2+y,1/4-z 1/2+x,1/2-y,3/4-z

Si1 Si4+ 4 a 0.300(5) 0.300(5) 0. 1. 0 d O1 O2- 8 b 0.245(5) 0.10(1) 0.175(5) 1. 0 d

LAMPIRAN B

Penghalusan Rietveld Dengan Perangkat Lunak Rietica

A. Q10

Parameter		Nilai
Phase Scale Factor		0,00147
	а	4,840493
Parameter kisi	b	4,840493
	с	5,322766
Cell Volume		108,005814
Density		4,065
U		0,110
Asymetry		0,010
Derived Bragg		3,75
Gam0		0,702
	Rp(%)	14,52
FoM	Rwp(%)	19,37
	GoF(%)	3,623
	B0	229,384
Dealeround	B1	-7,494
Dackground	B2	0,096
	B3	-0,0004
Sample Displacement		0,4666
Komposisi		100% kuarsa



B. Q5

Parameter		Nilai
Phase Scale Factor		0,00276373
	a	4,848726
Parameter kisi	b	4,848726
	с	5,332599
Cell Volume		108,573738
Density		4,044
U		0,12
Asymetry		0,1055
Derived Bragg		4,53
Gam0		0,4386
	Rp(%)	12,91
FoM	Rwp(%)	18,02
	GoF(%)	4,03
	B0	92,5271
Dealerround	B1	-0,985768
Dackground	B2	-0,0310266
	B3	0,000476306
Sample Displacement		0,23163
Komposisi		100% kuarsa



C. Q0

Parameter		Nilai
Phase Scale Factor		0,0026471
	а	4,845714
Parameter kisi	b	4,845714
	с	5,329917
Cell Volume		108,384331
Density		4,051
U		0,086
Asymetry		0,0972
Derived Bragg		
Gam0		0,3425
	Rp(%)	14,66
FoM	Rwp(%)	20,56
	GoF(%)	4,02
	B0	225,712
Dealeground	B1	-7,86213
Dackground	B2	0,108067
	B3	0,0004842
Sample Displacement		0,16843
Komposisi		100% kuarsa



D. Q500

Parameter		Nilai
Phase Scale Factor		0,00139
	а	4,8442
Parameter kisi	b	4,8442
	c	5,328
Cell Volume		108,2781
Density		4,055
U		0,11
Asymetry		0,0658
Derived Bragg		6,98
Gam0		0,3222
	Rp(%)	13,31
FoM	Rwp(%)	17,99
	GoF(%)	3,05
	B0	-8,5636
Dealerround	B1	0,8996
Dackground	B2	-0,0318
	B3	0,00032
Sample Displacement		0,4093
Komposisi		100% kuarsa



E. Q1000

		Kuarsa	Kristobalit
Parameter		Nilai	
Phase Scale Factor		0,001227	0,000003
	а	4,8471	4,9583
Parameter kisi	b	4,8471	4,9583
	c	5,3311	6,6981
Cell Volume		108,4700	164,6737
Density		4,048	3,555
U		0,064	-0,094
Asymetry		0,0653	0,0768
Derived Bragg		5,19	5,44
Gam0		0,3043	0,4454
	Rp(%)	15,26	
FoM	Rwp(%)	19,49	
	GoF(%)	3,54	
	B0	40,0419	
Dealeround	B1	-1,15812	
Background	B2	0,0044	
	B3	0,000092	
Sample Displacement		0,3294	
Komposisi		99,5%	0,5%



F. Q1200

		Kuarsa	Kristobalit
Parameter		Nilai	
Phase Scale Factor		0,00284	0,0000856
	a	4,8493	4,9213
Parameter kisi	b	4,8493	4,9213
	с	5,3357	6,8932
Cell Volume		108,6618	166,2224
Density		4,041	3,522
U		0,14	1,000
Asymetry		0,1277	0,1169
Derived Bragg		4,11	2,74
Gam0		0,235	0,3653
	Rp(%)	13,05	
FoM	Rwp(%)	16,13	
	GoF(%)	3,44	
	B0	127,663	116,876
Dealeround	B1	-4,1122	-358465
Dackground	B2	0,0455	0,03897
	B3	-0,00011	-0,00007
Sample Displacement		0,3226	0,3226
Komposisi		94,2%	5,8%



LAMPIRAN C

Analisis Ukuran Dan Strain Menggunakan Perangkat Lunak MAUD

|--|

Parameter	
B0	121.29888
B1	1.7261215
B2	0.014535071
B3	1.2095353E-4
B4	3.2758633E-6
Intensity	106.64293
2theta	-0.07368156
asymmetry	-1.1245966
Parameter kisi a	4.8531756
Parameter kisi b	4.8531756
Parameter kisi c	5.3395777
Phase scale factor	2.697952
Distrution size	0.014749542
Crystal size	765.9166
Microstrain	3.2346106E-6
B-iso Si	5.0054083
B-aniso 11 Si	0.83751786
B-iso O	7.5437875
B-aniso 11 O	5.131377



B. Q5

Parameter	
B0	111.51652
B1	-2.2642581
B2	-0.009725892
B3	5.820062E-4
B4	-2.8973952E-6
Intensity	174.45746
2theta	-0.1810676
asymmetry	-0.16726299
Parameter kisi a	4.8420467
Parameter kisi b	4.8420467
Parameter kisi c	5.3279634
Phase scale factor	2.1014066
Distrution size	0.011171772
Crystal size	1175.5741
Microstrain	0.0010488634
B-iso Si	5.464239
B-aniso 11 Si	1.5211506
B-iso O	7.4948826
B-aniso 11 O	5.1542296



\mathbf{C}	$\mathbf{\Omega}$
L.	UU

Parameter	
B0	141.57704
B1	-5.1056523
B2	0.04632125
B3	5.6885934E-4
B4	-7.757717E-6
Intensity	530.35376

2theta	-0.14496733
asymmetry	-5.2264013
Parameter kisi a	4.844225
Parameter kisi b	4.844225
Parameter kisi c	5.331278
Phase scale factor	0.80441684
Distrution size	5.9908605E-4
Crystal size	1623.2966
Microstrain	0.0011324417
B-iso Si	6.160386
B-aniso 11 Si	-2.17809
B-iso O	8.469963
B-aniso 11 O	-7.19318



D. Q500

Parameter	
B0	132.59695
B1	-5.0009923
B2	0.038745657
B3	8.4339833E-4
B4	-1.0487011E-5
Intensity	53.946976
2theta	-0.05198568
Parameter kisi a	4.912119
Parameter kisi b	4.912119
Parameter kisi c	5.404933
Crystal size	1682.1947
Microstrain	3.7446132E-4
B-iso Si	0.32103482
Frac x Si	0.4729403
B-iso O	-0.1728884
Frac x O	0.41463628 error


E. Q1000

Parameter	
B0	128.37712
B1	-4.686735
B2	0.030915564
B3	9.04537E-4
B4	-1.0515938E-5
Intensity	55.25323
2theta	-0.05191467
Parameter kisi a	4.912188
Parameter kisi b	4.912188
Parameter kisi c	5.405342
Crystal size	2168.5093
Microstrain	9.707628E-4
B-iso Si	-0.26467356
Frac x Si	0.4717775
B-iso O	-0.62887543
Frac x O	0.41450396
Frac y O	0.271594
Frac z O	0.21092139



F. Q1200

Parameter	
B0	143.74103
B1	-4.942273
B2	0.03189726
B3	8.8949146E-4
B4	-1.0108178E-5
Intensity	87.56536
2theta	-0.048494607
Parameter kisi a	4.917957
Parameter kisi b	4.917957
Parameter kisi c	5.406338
Crystal size	2490.5722
Microstrain	7.861551E-4
B-iso Si	1.1378683 error
Fract x Si	0.4706114
B-iso O	1.137765
Fract x O	0.41372612
Fract y O	0.26786813
Fract z O	0.2140462



"halaman ini sengaja dikosongkan"

LAMPIRAN D

Citra SEM-EDX dan analisis menggunakan perangkat lunak *pixel* profile

A. LPQ105





(a) SEM, (b) hasil citra SEM-EDX, dan (c) grafik hasil *line analysis* menggunakan *software Pixelprofile* LPQ105

B. LPQ1010





- (a) SEM, (b) hasil citra SEM-EDX, dan (c) grafik hasil *line analysis* menggunakan *software Pixelprofile* LPQ1010
- C. LPQ55





D. LPQ510





E. LPQ05



(b) (c) (a) SEM, (b) hasil citra SEM-EDX, dan (c) grafik hasil *line analysis* menggunakan *software Pixelprofile* LPQ05

F. LPQ010



(b) (c) (a) SEM, (b) hasil citra SEM-EDX, dan (c) grafik hasil *line analysis* menggunakan *software Pixelprofile* LPQ010



(a) SEM, (b) hasil citra SEM-EDX, dan (c) grafik hasil *line analysis* menggunakan *software Pixelprofile* LPQ5005

H. LPQ50010



(b) (c) (a) SEM, (b) hasil citra SEM-EDX, dan (c) grafik hasil *line analysis* menggunakan *software Pixelprofile* LPQ50010

I. LPQ10005







J. LPQ100010



(b) (c) (a) SEM, (b) hasil citra SEM-EDX, dan (c) grafik hasil *line analysis* menggunakan *software Pixelprofile* LPQ100010

K. LPQ12005





(a) SEM, (b) hasil citra SEM-EDX, dan (c) grafik hasil *line analysis* menggunakan *software Pixelprofile* LPQ12005

L. LPQ120010



(b) (c) (a) SEM, (b) hasil citra SEM-EDX, dan (c) grafik hasil *line analysis* menggunakan *software Pixelprofile* LPQ120010

"halaman ini sengaja dikosongkan"

BIOGRAFI PENULIS



Lila Dina Wulansari, lahir di Mojokerto pada tanggal 19 Agustus 1994, merupakan anak dua bersaudara pasangan pertama dari Kasiono dan Ifin Rokhana. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Manbaul Ulum, MI Manbaul Ulum, MTs Al-Multazam, SMA Al-Multazam, S1 Fisika UGM, dan S2 Fisika ITS angkatan 2018 dengan NRP 01111850010022. Di jurusan Fisika ini, penulis mengambil bidang minat material. Selama menjadi mahasiswa S2 Fisika ITS, penulis mengikuti Publikasi artikel ilmiah 7^{th} dalam seminar The International Conference on Advanced Materials Science

and Technology 2019 (ICAMST) di Bandung. Akhir kata, apabila ada kritik dan saran, dapat dikirimkan ke: lila.dinawulansari@gmail.com