



TUGAS AKHIR - SF 141501

**PENGARUH UKURAN PARTIKEL ZIRKON
TERHADAP SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT
PEG/NANO-ZIRKON**

**MUTHIA DIAH NURMALASARI
NRP 0111 1440000 001**

**Dosen Pembimbing
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D**

**Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**



TUGAS AKHIR - SF 141501

**PENGARUH UKURAN PARTIKEL ZIRKON
TERHADAP SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT
PEG/NANO-ZIRKON**

**MUTHIA DIAH NURMALASARI
NRP 0111 1440000 001**

**Dosen Pembimbing
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

**Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2018**

"Halaman ini sengaja dikosongkan"



FINAL PROJECT - SF 141501

**THERMOMECHANICAL PROPERTIES OF
PEG/NANO-ZIRCON COMPOSITES WITH VARIOUS
ZIRCON SIZES**

Muthia Diah Nurmalasari
NRP 0111 1440000 001

Advisor
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.
Department of Physics
Faculty of Natural Sciences
Institute of Technology Sepuluh Nopember
Surabaya 2018

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH UKURAN PARTIKEL ZIRKON TERHADAP SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG/NANO- ZIRKON

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat

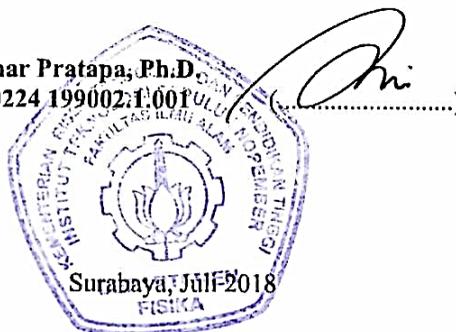
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Departemen Fisika
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

MUTHIA DIAH NURMALASARI
NRP 0111144000001

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.
NIP.19660224 199002 1 001



"Halaman ini sengaja dikosongkan"

PENGARUH UKURAN PARTIKEL ZIRKON TERHADAP SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG/NANO- ZIRKON

Nama : MUTHIA DIAH NURMALASARI
NRP : 0111144000001
Departemen : Fisika FIA-ITS
Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D

Abstrak

Serbuk nano-zirkon dengan berbagai ukuran kristal sebagai pengisi komposit telah berhasil didapatkan menggunakan metode penggilingan. Komposisi filler komposit PEG4000/nano-zirkon sebesar 5 wt.% Nano-zirkon. Bahan dasar yang digunakan adalah pasir zirkon alam Kereng Pangi, Kalimantan Tengah. Separasi magnet, perendaman HCl, dan reaksi NaOH dilakukan pada pasir zirkon alam untuk memperoleh zirkon murni dan dilakukan penggilingan menggunakan planetary ball mill dengan metode wet milling dan variasi waktu penggilingan 0, 5, 10 dan 15 jam untuk memperoleh zirkon berukuran nanometrik. Sedangkan pembentukan komposit dilakukan dengan metode likuid, pencampuran saat PEG mencair. Hasil karakterisasi FTIR dan XRD mengkonfirmasi tidak adanya ikatan kimia antara PEG dengan zirkon. Karakterisasi SEM/EDX untuk mengetahui homogenitas komposit. Pengukuran Modulus Simpan dan Temperatur Leleh (T_m) dari komposit PEG4000/Nano-zirkon diperoleh dari instrumen Dynamic Mechanical Analyzer (DMA). Hasil menunjukkan bahwa nilai modulus simpan secara umum, meningkat dengan semakin kecilnya ukuran pengisi, modulus simpan komposit menurun seiring dengan peningkatan temperatur,

serta adanya nano-zirkon sebagai bahan pengisi dapat meningkatkan temperatur leleh komposit.

Kata kunci: *Komposit, Modulus Simpan, Nanozirkon*

**THERMOMECHANICAL PROPERTIES OF ZIRCON
PARTICLE SIZE OF PEG / NANO-ZIRCON
COMPOSITES**

Name : Muthia Diah Nurmalasari
Student Identity Number : 0111144000001
Department : Fisika FIA-ITS
Advisor : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D

Abstract

Nano-zircon powder of various sizes as a composite filler has been successfully obtained by using the Milling method. Composition of PEG4000 / nano-zircon composite filler of 5 % by weight of nano-zircon. The basic material is natural zircon sand of Kereng Pangi, Central Kalimantan. Separation with a hard magnet, HCl immersion process, and NaOH reaction were performed on natural zircon sand to study pure zircon and milling using planetary ball mill with wet milling method and variation of grinding time 0, 5, 10 and 15 hours for nanometric zircon yield. While the composite formation is done by liquid method, mixing when PEG melts. FTIR and XRD characterization results can not bind chemistry between PEG and zircon. Characterization of SEM / EDX was performed to know composite homogeneity. Measurement of Storage Modulus and Melting Temperature (T_m) of PEG4000/Nano-zircon composite was obtained from Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) instrument. The results show that the general modulus values, increases with the smaller the filler size, the storage modulus of composite decreases with increasing temperature, and also addition of nano-zircon as a filler is able to increase the composite melting temperature.

Key words: Composite, Nanozircon, Storage Modulus

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat-Nya , petunjuk-Nya atas nikmat iman, islam, dan ikhsan sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir yang berjudul “**Pengaruh Ukuran Partikel Zirkon Terhadap Sifat Termomekanik Komposit PEG/Nano-Zirkon**” dengan optimal dan tepat waktu. Tugas Akhir (TA) ini penulis susun untuk memenuhi persyaratan menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) di Departemen Fisika, Fakultas Ilmu Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Atas bantuan, dorongan, dan juga bimbingan dari berbagai pihak, akhirnya penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir dengan baik. Sehubungan dengan hal tersebut, maka penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih kepada :

1. Keluarga tercinta, Papa, Mama, Rizal, Rafi, Yangti, Tante Ririn, Tante Danik dan yang telah memberikan semangat, nasehat, kasih sayang, dan do'a restunya bagi penulis.
2. Bapak Suminar Pratapa selaku dosen pembimbing tugas akhir yang senantiasa memberikan bimbingan, wawasan, dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
3. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng selaku Ketua Departemen Fisika FIA ITS yang telah memberikan kemudahan sarana kepada penulis selama kuliah sampai terselesaikannya Tugas Akhir ini.
4. Tim DMA (Mbak Aini, Mas Aqor, Mas Allif dan Aza) untuk segala motivasi, semangat dan nasihatnya
5. Anny, Kiki, Dita, Dwi Irma dan Nilna untuk kebersamaan dalam organisasi dan semangatnya selama di ITS serta telah membantu dalam meminjamkan kamar kos dan wifi nya untuk penulis menyelesaikan Tugas Akhir ini.

6. Tim Micin (Ine, Anny, Fara, Dina M, Sulis) atas canda tawa susah senang nya selama penulis berkuliah di ITS dan juga semangatnya untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.
7. Tim Merintis Artis (Aza, April, Elia, Dwi Irma, Anny) atas dukungan dan kebersamaannya.
8. Sesama tim perjuangan bimbingan Prof. Suminar (Firda, Dina, Ine, Sulton, Daya, Aza)
9. Teman-teman Fisika Material 2014 dan ANTARES yang telah memberi dukungan dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.
10. Dan semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari akan adanya kekurangan dalam penulisan laporan ini karena keterbatasan wawasan dan pengetahuan. Untuk itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak agar lebih baik di masa yang akan datang. Semoga laporan penelitian Tugas Akhir ini dapat berguna dan dimanfaatkan dengan baik sebagai referensi bagi yang membutuhkan serta menjadi sarana pengembangan kemampuan ilmiah bagi semua pihak yang bergerak dalam bidang Fisika Material. Aamiin Ya Rabbal Alamiin.

Surabaya, Juni 2018

Penulis

DAFTAR ISI

TUGAS AKHIR - SF 141501.....	i
HALAMAN JUDUL	i
FINAL PROJECT - SF 141501TUGAS AKHIR - SF 141501	i
FINAL PROJECT - SF 141501TUGAS AKHIR - SF 141501	i
FINAL PROJECT - SF 141501	iii
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
Abstrak	vii
Abstract	ix
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
1.6 Sistematika Penulisan.....	4
BAB II 7	
TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Komposit	7
2.2 Zirkon	8
2.3 PEG	9
2.4 DMA.....	10
2.5 Nanokomposit.....	13
3.1 Desain Penelitian.....	15
3.1.1 Sintesis Serbuk Zirkon	15
3.1.2 Sistesis Serbuk Nanozirkon	16
3.1.3 Sintesis Komposit PEG 4000/Nanozirkon	17
3.1.4 Preparasi Serbuk Zirkon	18

3.1.5 Pengujian dengan DMA	20
3.2 Diagram Alir Penelitian.....	21
3.2.1 Sintesis Serbuk Zirkon	22
3.2.2 Sintesis Serbuk Nanozirkon.....	23
3.2.3 Sintesis Komposit PEG 4000/Nanozirkon.....	24
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	25
4.1 Analisis Data Difraksi Serbuk Nano Zirkon.....	25
4.2 Analisis Komposit PEG/Nanozirkon.....	29
4.2.1 Analisis Data Difraksi Komposit PEG 4000/Nanozirkon	29
4.2.2 Analisis Spektroskopi FTIR Komposit PEG 4000/Nanozirkon	30
4.2.3 Analisis SEM/EDX Komposit PEG 4000/Nanozirkon	32
4.3 Hasil Pengujian DMA	38
4.3.1 Modulus Simpan (G') pada Komposit PEG 4000/Nanozirkon	39
BAB V KESIMPULAN	43
5.1 Kesimpulan.....	43
5.2 Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA.....	45
LAMPIRAN	49
Luaran Hasil Pengolahan Data Menggunakan Perangkat Lunak Rietica.....	49
" <i>Halaman ini sengaja dikosongkan</i> "	52

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Rasio Tegangan Terhadap Regangan Adalah Modulus, Yang Merupakan Pengukuran Kekakuan Material. Modulus Young, Kemiringan Bagian Linier Awal Dari Tegangan-Regangan Kurva (Ditampilkan Di Sini Sebagai Garis Putus-Putus).....	11
Gambar 2.2 Hubungan Dari Tegangan Sinusoidal Yang Diterapkan Terhadap Regangan Dhasilkan, Dengan <i>Phase Lag</i> Yang Dhasilkan Dan Deformasi.	12
Gambar 2 3 Grafik Hubungan Modulus Simpan Terhadap Temperatur.	13
Gambar 3 .1 Sampel Serbuk Zirkon Dengan Variasi Waktu Penggilingan (Zm_0 , Zm_5 , Zm_{10} Dan Zm_{15})	20
Gambar 3.2 Diagram Alir Sintesis Serbuk Zirkon (Lestari, 2017)	22
Gambar 3.3 Diagram Alir Sintesis Serbuk Nanozirkon (Lestari, 2017).....	23
Gambar 3 .4 Diagram Alir Sintesis Dan Karakterisasi Komposit Peg 4000/Nanozirkon	24
Gambar 4. 1 Pola Difraksi Sinar (Radiasi $Cu-K\alpha$) Dari Serbuk Nanozirkon....	25
Gambar 4. 2 Pola Penghalusan Dengan Perangkat Lunak Rietica Untuk Sampel Serbuk Zirkon Tanpa Penggilingan (Zm_0)....	26
Gambar 4.3 Pola Difraksi Zirkon, Peg 4000, Dan Komposit Peg 4000/Nanozirkon Dengan Komposisi 5 Wt.% Zirkon	29
Gambar 4.4 Spektrum Ftir Dari Komposit Peg/ Nanozirkon Pada Komposisi 5 Wt.%.....	30
Gambar 4.6 Homogenitas Sebaran Pengisi Pada Komposit Peg 4000/Nanozirkon (A) Hasil Citra Sem-Edx Lpz 05, (B) Grafik Hasil <i>Line Analysis</i> Menggunakan Perangkat Lunak <i>Pixel Profile</i> Komposit Lpz 05	33

Gambar 4.7 Homogenitas Sebaran Pengisi Pada Komposit Peg 4000/Nanozirkon (A) Hasil Citra Sem-Edx Lpz 55, (B) Grafik Hasil <i>Line Analysis</i> Menggunakan Perangkat Lunak <i>Pixel Profile</i> Komposit Lpz 55	34
Gambar 4.8 Homogenitas Sebaran Pengisi Pada Komposit Peg 4000/Nanozirkon (A) Hasil Citra Sem-Edx Lpz 105, (B) Grafik Hasil <i>Line Analysis</i> Menggunakan Perangkat Lunak <i>Pixel Profile</i> Komposit Lpz 105	35
Gambar 4.9 Homogenitas Sebaran Pengisi Pada Komposit Peg 4000/Nanozirkon. (A) Hasil Citra Sem-Edx Lpz 155, (B) Grafik Hasil <i>Line Analysis</i> Menggunakan Perangkat Lunak <i>Pixel Profile</i> Komposit Lpz 155	36
Gambar 4.9 Sampel Dma Dari Komposit Peg 4000/Nanozirkon Untuk Mode Shear, Dengan Variasi Penguat Nanozirkon 39	
Gambar 4.10 Modulus Simpan (G') Variasi Penguat Nanozirkon Pada Komposisi 5 Wt.% Dari Komposit Peg 4000/Nanozirkon	40

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik Peg 4000	18
Tabel 3.1 Komposisi Unsur Dalam Sampel Sebelum Dan Setelah Ekstraksi	26
Tabel 4.1 Parameter Kecocokan Analisis Menggunakan <i>Rietica</i>	33
Tabel 4.2 Komposisi Dan Parameter Kisi Fasa Pada Sampel Serbuk Zirkon Dengan Variasi Waktu Penggilingan.....	33
Tabel 4.3 Parameter Kecocokan Analisis Menggunakan Maud .	34
Tabel 4.4 Ukuran Kristal Dan Regangan Serbuk Zirkon Dengan Variasi Waktu Penggilingan	34
Tabel 4.5 Perbandingan Panjang Gelombang Puncak Spektrum Ftir Antara Referensi Dengan Komposit Peg 4000 Berpenguat Nanozirkon	37
Tabel 4.6 Hasil Indeks Dispersibilitas Nanozirkon Dalam Komposit Peg 4000/Nanozirkon	40
Tabel 4.7 Nilai Absolut <i>Storage Modulus</i> Komposit Peg4000/Nanozirkon (25°C) Dan Temperatur Leleh (T_m) ...	42

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1	50
------------------	----

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sifat termo-mekanik merupakan kombinasi perlakuan panas dan mekanik dengan memanfaatkan variasi temperatur maupun gaya pada material. Manfaat proses ini di antaranya untuk mengubah sifat mekanik seperti kekuatan, keuletan, ketangguhan dan deformasi material yang diinginkan pada temperatur tertentu. Termo-mekanik telah banyak diterapkan pada material logam, namun prinsip dasar ini dapat dikembangkan untuk material keramik, polimer dan komposit (Smallman dan BiShop, 1999).

Pada era modern ini material komposit bermatriks polimer banyak dikembangkan dalam teknologi rekayasa material berkaitan dengan sifat termo-mekaniknya. Material komposit mampu mengkombinasikan beberapa karakteristik material yang berbeda-beda untuk dimodifikasi menjadi sifat baru yang lebih unggul. Dalam meningkatkan sifat mekanik komposit diperlukan penguat untuk mereduksi beban eksternal yang diterima matrik. Keramik merupakan salah satu material yang sering dipakai sebagai penguat (*reinforce*) dari komposit, seperti *polyether ether ketone-zirconia nanocomposites* (Mishra dkk. 2012), *polymethylmethacrylate-silica nanocomposites* (Saladino dkk. 2012), dan *polycarbonate-silica nanocomposites* (Motaung dkk. 2013).

Zirkon ($ZrSiO_4$) sebagai salah satu bahan keramik, dalam bidang industri zirkon umumnya dimanfaatkan sebagai *opacifier* dalam peningkatan kualitas keramik (Naher dan Haseeb, 2008), *computer glass*, material refraktori dan lain-lain (Nielsen, 2000). Beberapa aplikasi dari zirkon tersebut dikarenakan sifat mekanis, fisis, optik dan termal dari mineral zirkon sendiri yang sangat baik (Yamagata dkk. 2008). Material ini mempunyai modulus geser 109 GPa (Salje, 2006), koefisien ekspansi yang rendah ($4,1 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ pada rentang 25 dan 1400 $^\circ\text{C}$), konduktivitas panas yang rendah (5,1 W/m $^\circ\text{C}$ pada temperatur ruang dan 3,5 W/m $^\circ\text{C}$

pada temperatur 1000 °C), dan daya tahan mekanik terhadap panas yang tinggi (lebih dari 1400 °C). Hal ini yang menyebabkan zirkon menjadi material yang baik sebagai bahan refraktori atau tahan panas (Rendtorff.2012; Singh 1990; Suárez 2015; Veytizou, Quinson, dan Jorand 2002).

Secara umum, polimer bersifat *ductile* (lentur/elastik), tetapi apabila dikompositkan dengan (penguat) keramik akan menghasilkan material yang ulet dan tangguh (Fauziyah, dkk. 2015). Salah satu polimer adalah polietilen glikol (PEG) 4000, dengan 4000 menunjukkan berat molekul rata-rata (Unga dkk. 2009). PEG 4000 (selanjutnya disebut PEG) memiliki titik leleh (T_m) yang relatif rendah, yaitu 43 °C, dan kekuatan tarik sekitar 128 MPa (Feng, Q, dkk. 2014). Polimer ini dapat mengikat pigmen dan tersebar merata di penguat komposit yang mempunyai temperatur dan kekuatan tarik yang lebih tinggi, sehingga dapat dianalisis sifat termo-mekaniknya.

Pada penelitian sebelumnya telah dianalisis pengaruh penambahan SiO₂ pada komposit bermatriks polimer PEG terhadap sifat termo-mekaniknya menggunakan *Dynamic Mechanical Analysis* (DMA) (T. A. Fadly 2016; Fauziyah 2015; Hilmi 2016). Dengan menggunakan PEG mereka berhasil mensintesis komposit PEG/SiO₂ dengan metode yang berbeda. Fauziyah berhasil mensintesis komposit PEG/SiO₂ menggunakan metode solid (Fauziyah, 2015a). Setahun kemudian disempurnakan oleh Fadly dengan menggunakan metode liquid untuk sintesis komposit yang sama. Dari hasil tersebut didapatkan bahwa distribusi pengisi (SiO₂) yang lebih merata dibandingkan dengan metode solid (Fadly, 2016b). Dari penelitian tersebut, komposit PEG dengan pengisi SiO₂ mempunyai nilai modulus simpan 767 MPa untuk fasa kuarsa dan 532 MPa untuk fasa amorf dengan komposisi yang sama. Hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa penambahan pengisi SiO₂ dapat meningkatkan hingga tujuh kali dari nilai modulus PEG murni. Sedangkan penelitian mengenai komposit dengan pengisi nanozirkon belum pernah dilakukan.

Ukuran kristal dari suatu material semakin kecil, maka luas permukaannya semakin besar sehingga diharapkan dapat memperbaiki sifat-sifat dari material, baik sifat listrik, mekanik dan sifat yang lainnya (Hildayati, 2009). Maka dapat diambil hipotesa bahwa dengan pengisi nanozirkon akan didapatkan nilai modulus simpan yang lebih tinggi karena nilai modulus geser zirkon sebesar 109 GPa. Untuk mempelajari sifat termomekanik dari komposit berbasis PEG, menggunakan alat DMA (*Dynamic Mechanical Analyzer*). Penelitian ini melaporkan nilai *storage modulus*, karakteristik dari komposit yang telah disintesis. Bahan dasar yang digunakan dalam riset ini adalah pasir zirkon alam dari Kereng Pangi yang akan disintesis menjadi nanozirkon dan PEG4000.

1.2 Perumusan Masalah

Penelitian ini mengkaji pengaruh ukuran pengisi nanozirkon dalam komposit PEG/Nanozirkon terhadap kekuatan mekanik (*shear mode/modulus geser*) dan sifat viskoelastisnya dengan menggunakan DMA. Terdapat beberapa permasalahan yang diangkat pada penelitian ini yaitu mendapatkan serbuk nanozirkon sebagai pengisi komposit bermatrik PEG, menjelaskan sifat termomekanik pada bahan komposit yang dibuat dengan menggunakan pengujian DMA, serta mengetahui pengaruh variasi ukuran partikel nanozirkon terhadap mikrostruktur komposit PEG/nanozirkon yang dihasilkan dan mengaitkannya dengan sifat mekanik yang dihasilkan dari pengujian DMA.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Mendapatkan serbuk nanozirkon dengan variasi ukuran kristal sebagai pengisi komposit bermatrik PEG
2. Mengetahui pengaruh variasi ukuran partikel zirkon terhadap mikrostruktur komposit PEG/nanozirkon yang dihasilkan dan

mengaitkannya dengan sifat mekanik (Modulus Simpan) yang dihasilkan dari pengujian DMA.

1.4 Batasan Masalah

Batasan Masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bahan dasar yang digunakan adalah pasir pasir puya Keareng Pangi, Kalimantan Tengah
2. Matrik yang digunakan adalah Polietilen Glikol (PEG-4000)
3. Pengisi yang digunakan dalam penelitian ini adalah Zirkon Murni ($ZrSiO_4$) yang akan disintesis menjadi nanozirkon

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut:

1. Memberikan gambaran mengenai pemanfaatan sumber daya alam pasir Zirkon
2. Memberikan pemahaman tentang bagaimana pengaruh ukuran partikel nanozirkon terhadap sifat mekanik pada komposit PEG/nanozirkon

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan laporan tugas akhir ini dapat diuraikan sebagai berikut:

1. Bab I – Pendahuluan, berisi uraian mengenai latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, manfaat penelitian, dan sistematika penulisan laporan penelitian.
2. Bab II – Tinjauan Pustaka, berisi uraian mengenai teori yang mendukung analisis.

3. Bab III – Metodologi Penelitian, uraian mengenai mengenai metode-metode dan tahapan-tahapan yang dilakukan selama penelitian
4. Bab IV – Analisa Data dan Pembahasan, berisi tentang data-data yang dihasilkan dan pembahasan yang sesuai dengan permasalahan yang mengacu pada penelitian.
5. Bab V – Kesimpulan dan Saran, berisi tentang kesimpulan yang menjawab dari semua rumusan masalah yang ditetapkan dalam penelitian dan saran yang sebaiknya dilakukan pada penelitian selanjutnya.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Komposit

Pada teknologi sekarang ini, diperlukan bahan dengan kombinasi sifat yang sangat baik. Sehingga diperlukan cara untuk menciptakan berbagai produk yang terdiri dari gabungan lebih dari satu bahan untuk menghasilkan suatu bahan yang lebih kuat. (Hildayati, 2009) Komposit adalah material yang dihasilkan dari gabungan dua atau lebih material dengan sifat yang berbeda untuk menghasilkan material baru dengan sifat mekanik dan karakteristik yang lebih baik dari material pembentuknya melalui pencampuran yang homogen. (Fadly, 2016a)

Komposit terdiri atas matriks dan filler (penguat). Matriks adalah bahan yang menjadi dasar pembentukan komposit yang akan mengikat penguat (filler) dengan tidak terjadi ikatan secara kimia, sedangkan penguat adalah bahan yang diisikan kepada bahan matriks yang berfungsi untuk menunjang sifat-sifat matriks dalam membentuk bahan komposit. Maka, sifat dari suatu bahan merupakan fungsi dari susunan penguat yang meliputi konsentrasi, ukuran, bentuk, dan distribusi dari penguat. Jika ukuran partikel dari suatu material semakin kecil, maka luas permukaannya semakin besar. Sehingga material tersebut diharapkan dapat memperbaiki sifat-sifat dari material, baik sifat listrik, mekanik dan sifat yang lainnya. (Hildayati, 2009)

Teknologi komposit merupakan teknologi penggunaan partikel yang terdispersif pada matriks baik berupa polimer, logam maupun keramik. Ciri utama dari manfaat penggunaan partikel adalah penggunaan partikel yang lebih sedikit, namun menghasilkan produk yang mempunyai keunggulan sifat jauh lebih besar. Peningkatan sifat-sifat material komposit, antara lain:

sifat mekanik, ketahanan kimia, stabilitas terhadap suhu, permeasi gas, konduktivitas elektrik, penampakan optis (transparan dan jernih), *flame retardancy*, *scratch resistance*, anti mikroba dan *smoke emissions* (Hildayati, 2009)

Komposit tidak akan mengubah struktur mikro dari bahan pembentuknya (dalam orde kristalin), tetapi secara keseluruhan material komposit memiliki sifat yang berbeda dari bahan dasarnya, karena adanya ikatan antar permukaan di antara matriks dan pengisi. Agar terbentuk komposit, maka harus dipenuhi syarat-syarat tertentu, yaitu (Fauziyah 2015):

1. Komponen pengisi (filler) harus memiliki modulus elastis yang lebih tinggi dibandingkan dengan komponen matriksnya.
2. Harus ada ikatan antar permukaan yang kuat antara komponen pengisi dengan komponen matriks.

2.2 Zirkon

Zirkon banyak diaplikasikan dalam industri refraktori, perlindungan abrasi, *zirconium chemicals*, dan sebagai keramik (Brook, 2012). Zirkon merupakan komposisi alami dari zirkonia (ZrO_2) dan silika (SiO_2), yang biasanya komposisinya adalah 67,2 % dari zirkonia dan 32,8 % dari silika. (Pirkle dan Podmeyer, 1988)

Stabilitas kimia pada zirkon menghasilkan nilai koefisien ekspansi termal yang sangat rendah ($5,3 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ antara $25 \text{ }^\circ\text{C}$ hingga $1500 \text{ }^\circ\text{C}$), dan koefisien konduktivitas panas rendah ($6,1 \text{ W}/\text{m}^\circ\text{C}^{-1}$ pada temperatur $100 \text{ }^\circ\text{C}$ dan $4,0 \text{ W}/\text{m}^\circ\text{C}^{-1}$ pada temperatur $1400 \text{ }^\circ\text{C}$) (Aksel, 2002). Massa jenis dari pasir zirkon pada umumnya adalah $4,63 \text{ g}/\text{cm}^3$ dengan warna bervariasi mulai dari kekuningan, kecoklatan, tidak berwarna, merah muda, kemerahan, dan kadang-kadang berwarna hijau, biru atau hitam (Elsner, 2013).

Zirkon memiliki sifat tidak dapat larut dalam air karena memiliki kestabilan ikatan antara zirkonia dengan silika, tetapi zirkon akan larut dalam larutan yang bersifat asam dan akan mengendap kembali pada larutan yang bersifat basa. Zirkon merupakan senyawa yang tahan terhadap korosi dan memiliki kestabilan struktur pada temperatur yang tinggi (Sriyanti, 2009). Zirkon sebagai material yang banyak bermanfaat digunakan dalam industri dengan temperatur tinggi, umumnya terbentuk dari perpindahan listrik maupun panas pada silikon oksida (SiO_2) dan zirkonium oksida (ZrO_2). Karena zirkon memiliki kelarutan dalam aquades, larutan asam, dan larutan alkaline yang sangat tinggi (Mahmoud dkk., 2015).

2.3 PEG

Polietilen glikol (PEG) adalah polimer yang tersusun dari pengulangan sub-unit dari struktur yang sama (monomer). Polietilen glikol menunjukkan oligomer atau oksida polimer etilen. Struktur kimia dari PEG adalah $\text{HO}-(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_n-\text{H}$. PEG 4000 berarti menunjukkan berat molekul rata-ratanya mendekati 4000 (Unga, dkk. 2009). Sifat dari PEG yaitu biokompatibel, tidak beracun, tekanan uap rendah, selama perubahan fasa dari padat ke cair perubahan volumenya sedikit atau bahkan tidak terjadi, pencampurannya kongruen dan stabilitas kimia dan termal yang tinggi (Alkan dkk., 2006; Pielichowski dan Flejtuch, 2002).

Parameter karakteristik dari PEG (PEG4000) dapat dilihat pada Tabel 2.1. Dalam dunia kesehatan, penelitian telah menunjukkan bahwa PEG dapat digunakan sebagai bahan implant gigi dan ortopedi (Narayan, 2012). Sedangkan dalam industri bangunan, PEG dapat diaplikasikan sebagai material PCM untuk kontrol suhu dan penyimpanan energi panas (Karaman, dkk. 2011).

Tabel 2.2 Karakteristik PEG 4000

Karakteristik	Nilai	Referensi
Rentang Berat Molekul rata-rata	3600-4400 g/mol	1
Densitas (@60 °C)	1,0926 g/cm ³	1
Titik Leleh (T_m)	53-59 °C	1
Kapasitas Panas Lelehan	0,51 kal/(g °C)	1
Modulus Young	1,5 MPa	2

(1) Technical Data Sheet. Form No. 118-01804-1211.CARBOWAX™ Polyethylene Glycol (PEG) 4000

(2) (Lin dan Cham, 1995)

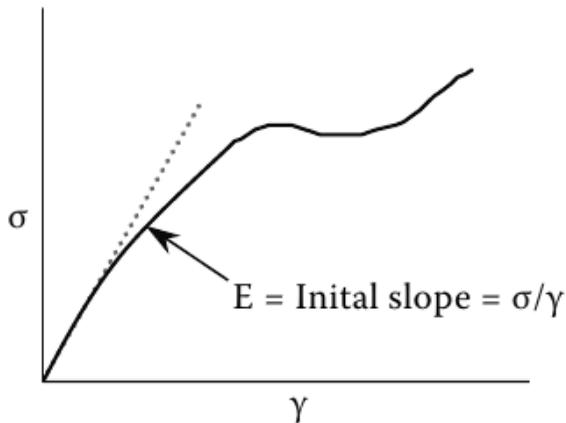
Distribusi ukuran dapat dikarakterisasi secara statistik oleh rata-rata berat molekul (M_w) dan rata-rata jumlah berat molekul (M_n) (Smallman dan BiShop, 1999). M_w dan M_n dapat diukur dengan menggunakan spektroskopi massa. Polietilen glikol dapat larut dalam air, metanol, benzena, diklorometana dan tidak larut dalam dietil eter dan heksana. Dietil eter dan heksana adalah pasangan molekul *hydrophobic non-toxic* (tidak beracun) yang dimanfaatkan dalam berbagai macam produk. Di samping dimanfaatkan dalam bidang farmasi, PEG juga dimanfaatkan di kehidupan sehari-hari seperti untuk kosmetik, perlengkapan mandi, campuran cat, tinta, industri kertas, dan produk pasta gigi, karena mampu mengikat air.

2.4 DMA

Instrumen *Dynamic Mechanical Analysis* (DMA) merupakan alat yang digunakan untuk mengukur sifat viskoelastis

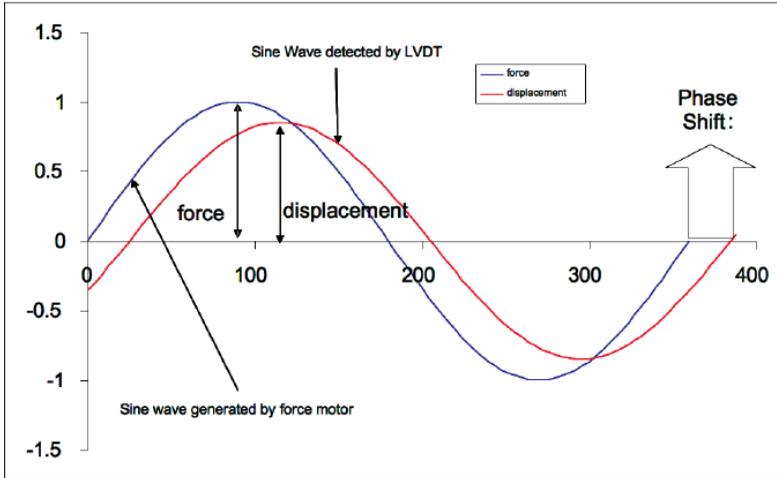
(kombinasi antara *elastic solid* dan *Newtonian fluid*) bahan polimer (Keskin, dkk. 2014). Gaya sinusoidal (*stress*) yang diaplikasikan pada sampel akan menghasilkan *strain* (*sampel displacement*) dengan temperatur dan frekuensi yang dapat divariasi.

Salah satu keunggulan DMA adalah dapat memperoleh nilai modulus suatu material setiap kali perlakuan mekanis secara berulang diterapkan. Maka apabila eksperimen DMA dijalankan pada frekuensi 1 hertz (Hz) atau 1 cycle / detik, DMA dapat merekam nilai modulus setiap detik. Hal ini dapat dilakukan saat suhu bervariasi pada tingkat tertentu seperti $5^{\circ}\text{C} - 10^{\circ}\text{C}$ / menit sehingga perubahan suhu per siklus tidak signifikan. Lalu diperoleh nilai modulus sebagai fungsi temperature.



Gambar 2.1 Rasio tegangan terhadap regangan adalah modulus, yang merupakan pengukuran kekakuan material. Modulus Young, kemiringan bagian linier awal dari tegangan-regangan kurva (ditampilkan di sini sebagai garis putus-putus). (Menard 1999)

Pengukuran dengan DMA mode geser menghasilkan informasi seputar modulus elastisitas material uji. Modulus elastisitas yang direkam merupakan modulus kompleks, karena gaya sinusoidal yang diberikan menghasilkan respon yang juga sinusoidal tetapi mengalami ketertinggalan fasa (*phase lag*).



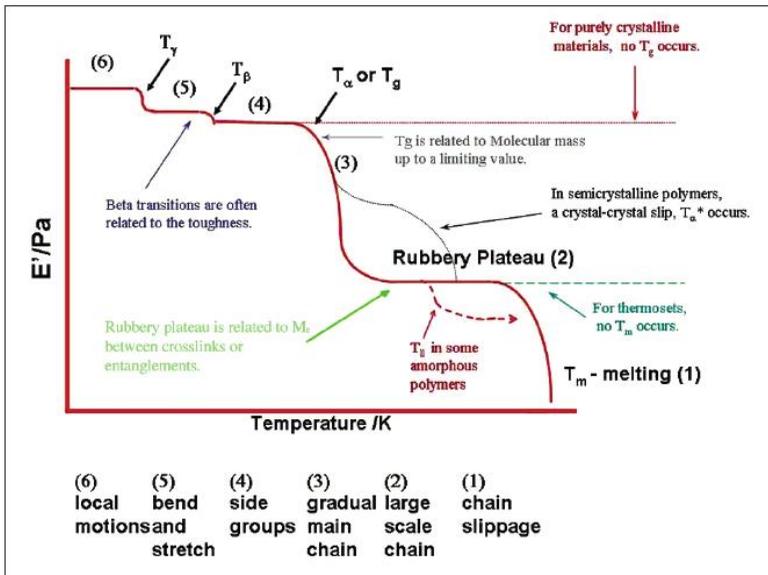
Gambar 2.2 Hubungan dari tegangan sinusoidal yang diterapkan terhadap regangan dihasilkan, dengan *phase lag* yang dihasilkan dan deformasi. (Menard, 2008)

Ada dua komponen modulus kompleks, yaitu modulus simpan (*storage modulus*, bagian riil) dan modulus hilang (*loss modulus*, bagian kompleks).

$$E^* = E' + iE'' \dots\dots\dots(2.1)$$

Modulus simpan (*storage modulus*, E') ekuivalen dengan modulus elastisitas yang menggambarkan kekakuan (*stiffness*) material. Besaran ini juga merupakan ukuran jumlah energi yang dikembalikan ke sistem secara elastis setelah pemberian regangan.

Modulus hilang (*loss modulus, E''*) adalah indikator energi yang terserap matriks yang tidak dikembalikan secara elastik. Sebagai gantinya, energi ini digunakan untuk meningkatkan vibrasi molekuler atau memindah/menggeser (*translate*) posisi rantai polimer.



Gambar 2.3 Grafik Hubungan Modulus Simpan terhadap Temperatur. (Menard 2008)

2.5 Nanokomposit

Nanokomposit adalah proses penggabungan dua atau lebih material antara matriks dengan reinforced pada skala nanostruktur untuk membentuk material baru yang lebih bermanfaat dalam industri manufaktur maupun rekayasa bahan. Nanokomposit dianggap sebagai bahan revolusi industri selanjutnya. Polimer nanokomposit adalah mengidentifikasi sebuah material dengan mendispersikan filler skala nano ke dalam matriks polimer untuk

mendapatkan komposit yang ringan, ramah lingkungan, mudah didaur ulang, biaya proses efektif, dan berorientasi pada peningkatan performa mekanik yang sesuai dengan berbagai aplikasi. (Herbirowo,2013)

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Desain Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh ukuran partikel zirkon terhadap sifat termomekanik komposit peg/nanozirkon menggunakan DMA. Rancangan penelitian ini akan diuraikan menjadi lima bagian, yaitu (1) Sintesis zirkon, (2) Sintesis nanozirkon, (3) Sintesis komposit, (4) Preparasi serbuk zirkon, dan (5) Pengujian dengan instrumen DMA.

3.1.1 Sintesis Serbuk Zirkon

Material yang akan digunakan adalah pasir zirkon alam dari Kereng Pangi Kalimantan Tengah. Metode sintesis yang dilakukan mengikuti penelitian sebelumnya (Lestari, 2017).

Pasir zirkon alam Puya yang akan didapatkan dari Kalimantan Tengah, masih mengandung mineral pengotor lain seperti serbuk kayu, ranting dan *magnetic compound*. Maka untuk menghilangkan pengotor tersebut, langkah pertama yang akan dilakukan adalah pasir dicuci dengan aquades berulang kali sampai warna aquades menjadi jernih, lalu dikeringkan pada suhu ± 80 °C selama 12 jam. Setelah itu pasir yang telah kering diseparasi magnetik dengan magnet permanen untuk mengurangi *magnetic compound* dalam pasir puya. Separasi magnetik ini dilakukan sampai tidak ada lagi pasir yang menempel pada magnet saat magnet dilewatkan di atas pasir.

Langkah berikutnya adalah menhomogenkan ukuran dari pasir puya menggunakan *planetary ball mill* dengan metode *wet milling* selama 2 jam dengan kecepatan 150 putaran per menit (rpm) dan jeda waktu 30 menit untuk setiap jam nya. Komposisi

yang akan digunakan adalah 48 buah bola zirconia, 30 gram pasir puya, dan 50 ml alkohol. Kemudian, serbuk zirkon yang masih basah dikeringkan dengan temperatur ± 100 °C selama 3 jam. Kemudian untuk meningkatkan kemurnian serbuk zirkon dan menghilangkan komponen magnetik yang masih belum terangkat saat diseparasi magnetic, serbuk zirkon yang sudah kering dilakukan proses *stirring* dengan HCl 2M dan perbandingan serbuk zirkon dan HCl adalah 1 gr : 30 ml. Proses *stirring* akan dilakukan selama 1 jam dengan temperatur ruang dilanjutkan dengan perendaman selama 24 jam. Setelah proses perendaman, endapan serbuk dinetralkan (hingga pH ± 7) dengan aquades kemudian dikeringkan dengan temperatur ± 100 °C selama 3 jam.

Setelah itu dilakukan proses hidrotermal menggunakan natrium hidroksida (NaOH) 7M untuk menghapus kuarsa. Proses ini dilakukan dengan serbuk NaOH 7M adalah 28 gram, serbuk zirkon setelah perendaman HCl adalah 20 gram dengan ditambahkan akuades sebanyak 100 ml kemudian dan diaduk dengan *hotplate stirrer* pada temperature 300 °C sampai mengerak. Setelah mengerak kemudian dibiarkan 5 menit agar dingin terlebih dahulu. Setelah larutan dingin, ditambahkan akuades sebanyak 200 ml lalu diaduk kembali selama 1 jam menggunakan temperatur ruang. Setelah proses pengadukan larutan dibiarkan 24 jam sampai larutan benar-benar mengendap sehingga didapatkan endapan zirkon dan larutan natrium silikat (Na_2SiO_3), kemudian dipisahkan antara larutan dan endapan. Endapan dicuci dengan akuades sampai pH ± 7 , lalu dikeringkan. Sehingga diperoleh serbuk zirkon murni.

3.1.2 Sistesis Serbuk Nanozirkon

Sampel serbuk zirkon setelah NaOH akan diuji XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk kemudian dilakukan penggilingan

selama 5 jam dengan kecepatan 150 rpm. Komposisi yang digunakan adalah serbuk zirkon sebanyak 20 gram dan alkohol 167 ml dengan bola penggilingan sebanyak 50 buah. Setelah proses penggilingan selesai maka dilakukan proses pengeringan dengan *hotplate stirer* selama 3 jam. Setelah kering serbuk tersebut dimortar sampai benar-benar halus, dan diambil 0,5 gram untuk pengujian XRD dan dilanjutkan dengan proses anil dengan suhu 200 °C selama 1 jam untuk menurunkan regangan yang diakibatkan oleh proses penggilingan. Penelitian ini dilakukan variasi waktu penggilingan yaitu 5, 10, dan 15 jam agar mendapatkan serbuk nanozirkon lalu dilakukan pengujian XRD, FTIR dan SEM.

3.1.3 Sintesis Komposit PEG 4000/Nanozirkon

Sintesis komposit PEG 4000/Nanozirkon akan dilakukan dengan pencampuran serbuk nanozirkon sebagai bahan pengisi (filler) dan poli (etilena) glikol 4000 (Merck Schuchardt OHG 85.662 Hohenbrunn, Jerman) atau PEG 4000 sebagai matriks. Metode yang digunakan dalam pencampuran matriks dan filler adalah metode *liquid*. Langkah pertama adalah PEG dilelehkan pada suhu 60 °C. Ketika PEG meleleh, *dispersant sodium dodecyl sulfate* ($C_{12}H_{25}NaO_4S$) ditambahkan untuk meningkatkan distribusi partikel dengan mengurangi aglomerasi dari serbuk zirkon. Penambahan *sodium dodecyl sulfate* (SDS) ke dalam pencampuran komposit bertujuan untuk meningkatkan dispersi partikel ke dalam polimer. SDS awalnya dilarutkan dalam PEG sebelum dilakukan proses dispersi partikel zirkon. SDS akan membentuk struktur ekor dan kepala dengan kepala sebagai ion yang bermuatan negatif. Ion SDS terhubung dan membentuk misel bulat, yang kemudian bergabung dalam partikel zirkon. Proses ini mengontrol penyebaran lokal dari partikel zirkon melalui interaksi gaya elektrostatis antara misel luar, yang kemudian dapat mengurangi

aglomerasi zirkon. Ketika SDS dilarutkan dalam PEG dan diikuti oleh penambahan partikel zirkon, masing-masing partikel zirkon dikelilingi oleh misel monomer SDS, sehingga menurunkan aglomerasi partikel zirkon dalam komposit. Setelah penambahan SDS, dilakukan pengadukan selama 15 menit. Kemudian serbuk zirkon dituangkan kedalam lelehan dan diaduk selama 30 menit. Sintesis komposit PEG 4000/nanozirkon ini dilakukan dengan variasi ukuran serbuk nanozirkon yaitu Z0, ZM 5, ZM 10 dan ZM 15 di berbagai komposisi (yaitu 0 dan 5 wt zirkon). Selanjutnya komposit yang terbentuk dimasukkan ke dalam cetakan dan ditekan dengan beban 4500 N untuk mendapatkan bentuk pelet persegi ukuran (5×5) mm² dengan ketebalan 1 mm. Nomenklatur sampel itu dilambangkan sebagai L-PZ0, L-PZ05, L-PZ55, L-PZ105, dan L-PZ155 mengikuti konten zirkon. Kemudian untuk mengetahui tidak ada terbentuknya unsur baru antara PEG dan zirkon dilakukan uji Spektrometer FTIR dalam bentuk serbuk. Kemudian diuji XRD untuk mengetahui keberhasilan terbentuknya komposit, sebagai pendukung data FTIR, serta dilakukan pengujian SEM-EDX untuk mengetahui morfologi awal penyebaran zirkon dan PEG dalam komposit sebelum dilakukan pengujian DMA.

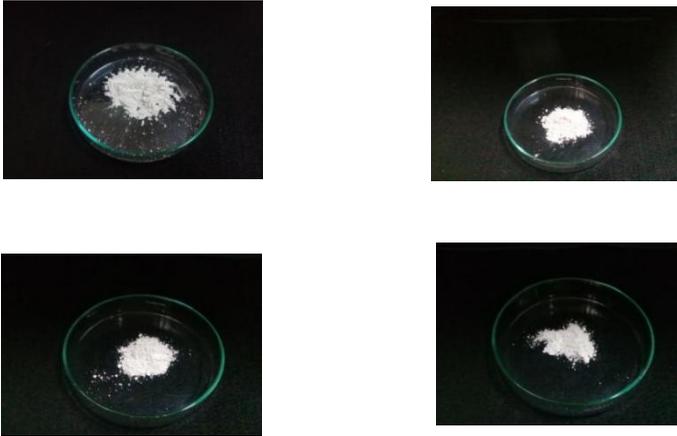
3.1.4 Preparasi Serbuk Zirkon

Sintesis serbuk zirkon dengan ukuran nanometer menggunakan bahan dasar pasir zirkon alam dari Kereng Pangi Kalimantan Tengah. Penelitian ini dimulai dengan proses pemurnian pasir zirkon alam menjadi serbuk zirkon murni yang berukuran mikron seperti yang telah dilakukan oleh (Nurlaila, 2016), (Muwwaqor, 2016) dan (Lestari, 2017). Proses pemurnian menggunakan tiga tahap yaitu separasi magnetik, perendaman HCl dan reaksi dengan NaOH seperti yang telah dijelaskan pada

Subbab 3.1. Berdasarkan hasil uji XRF, didapatkan bahwa proses separasi dengan magnet permanen dapat menghilangkan kadar impuritasi seperti unsur Fe, Cr, Sn, Ag, Cd dan Sr. Lalu setelah dilakukan perendaman HCl dan reaksi NaOH, didapatkan hasil bahwa kandungan Ti dan Si nilai konsentrasinya semakin turun (Muwaaqor, 2016). Hasil sintesis serbuk zirkon dengan variasi waktu penggilingan ditampilkan dalam gambar 3.1.

Tabel 3.1 Komposisi Unsur dalam Sampel Sebelum dan Setelah Ekstraksi (Muwaaqor, 2016) dan (Nurlaila, 2016)

Unsur	Konsentrasi (wt%)			
	Pasir Puya	Setelah separasi magnet	Setelah Perendaman HCL	Setelah Reaksi NaOH
Zr	59,40	57,29	76,22	80,99
Si	33,41	37,56	19,44	14,20
Ti	5,59	4,20	2,79	2,47
Hf	0,83	0,75	1,29	1,30
Fe	0,30	-	-	-
Cr	0,21	-	-	-
Y	0,19	0,18	0,22	0,04
Sn	0,02	-	0,01	0,01
Ag	0,01	-	0,01	0,01
Cd	0,01	-	0,01	0,01
Sr	0,01	-	-	0,18

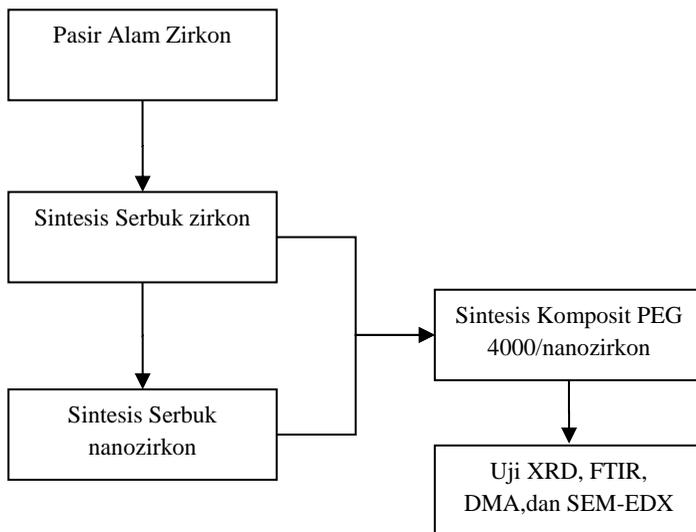


Gambar 3 .1 Sampel Serbuk Zirkon dengan variasi waktu penggilingan (ZM0, ZM5, ZM10 dan ZM15)

3.1.5 Pengujian dengan DMA

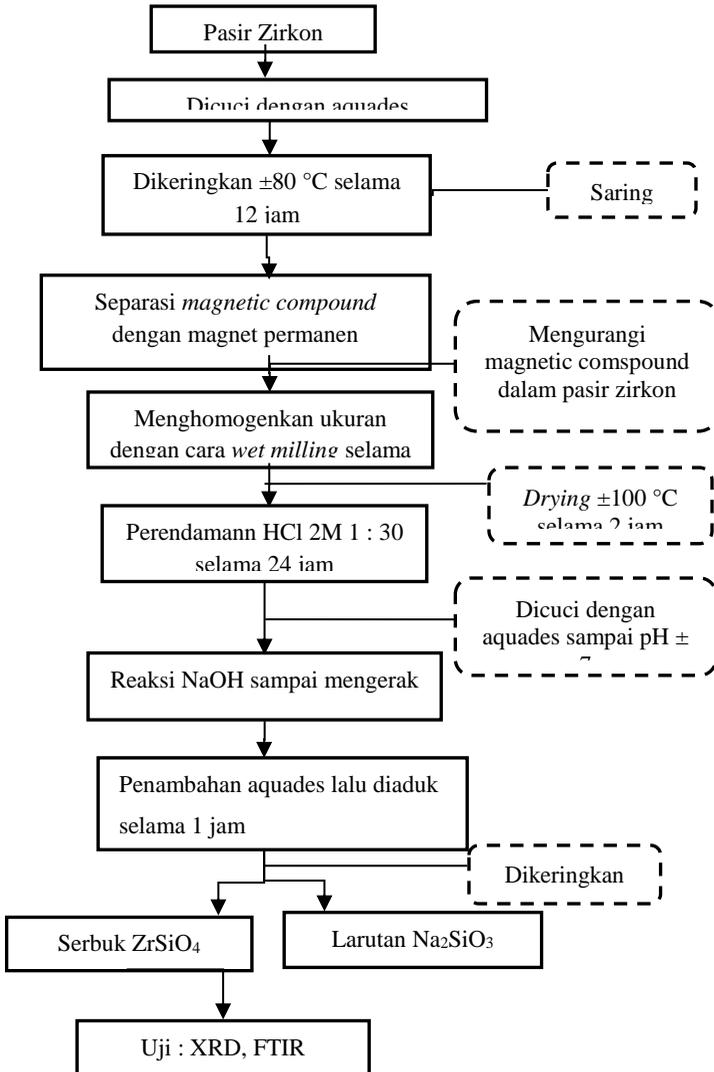
Pada penelitian ini akan digunakan DMA Mettler Toledo SDTA861^e, dengan mode pengukuran *shear*. Pengukuran modulus terhadap fungsi temperatur dilakukan pada rentang temperatur 25 °C hingga 75 °C tanpa menggunakan pendingin nitrogen dan pada variasi frekuensi 1 Hz. Dalam pengujian menggunakan DMA, sampel disiapkan dengan dimensi (5×5×1) mm³. Kemudian sampel diuji DMA untuk mengetahui modulus geser, sifat viskoelastik (relaksasi, pelelehan) dari bahan komposit yang dapat diplot dengan skala logaritmik.

3.2 Diagram Alir Penelitian



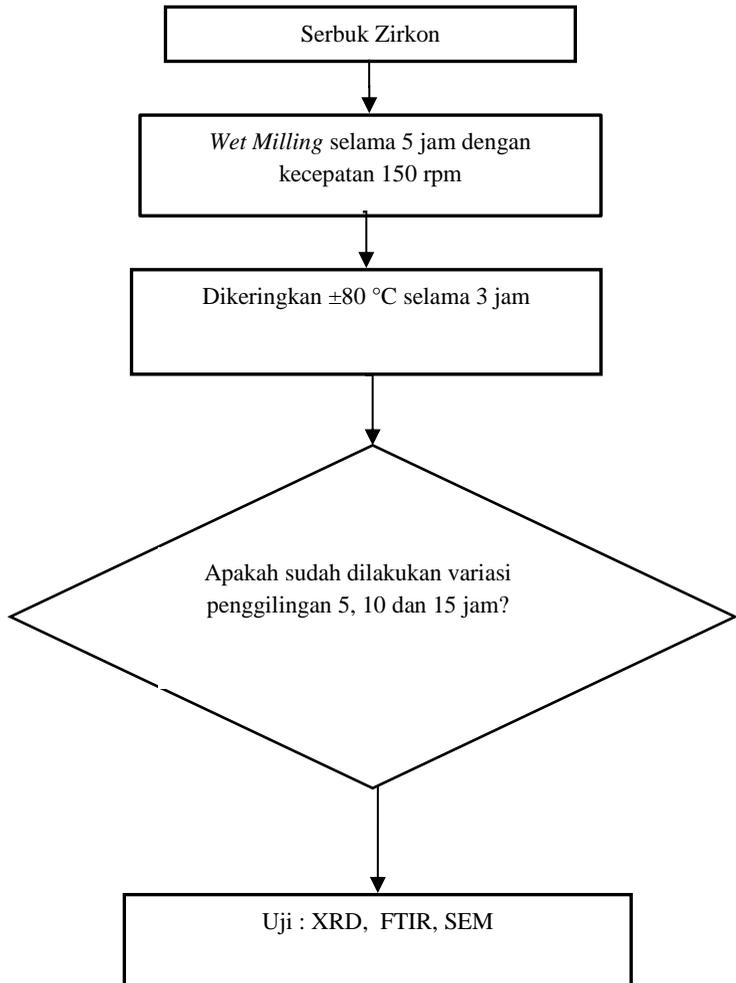
Gambar 3 .2 Diagram Alir Penelitian Secara Umum

3.2.1 Sintesis Serbuk Zirkon



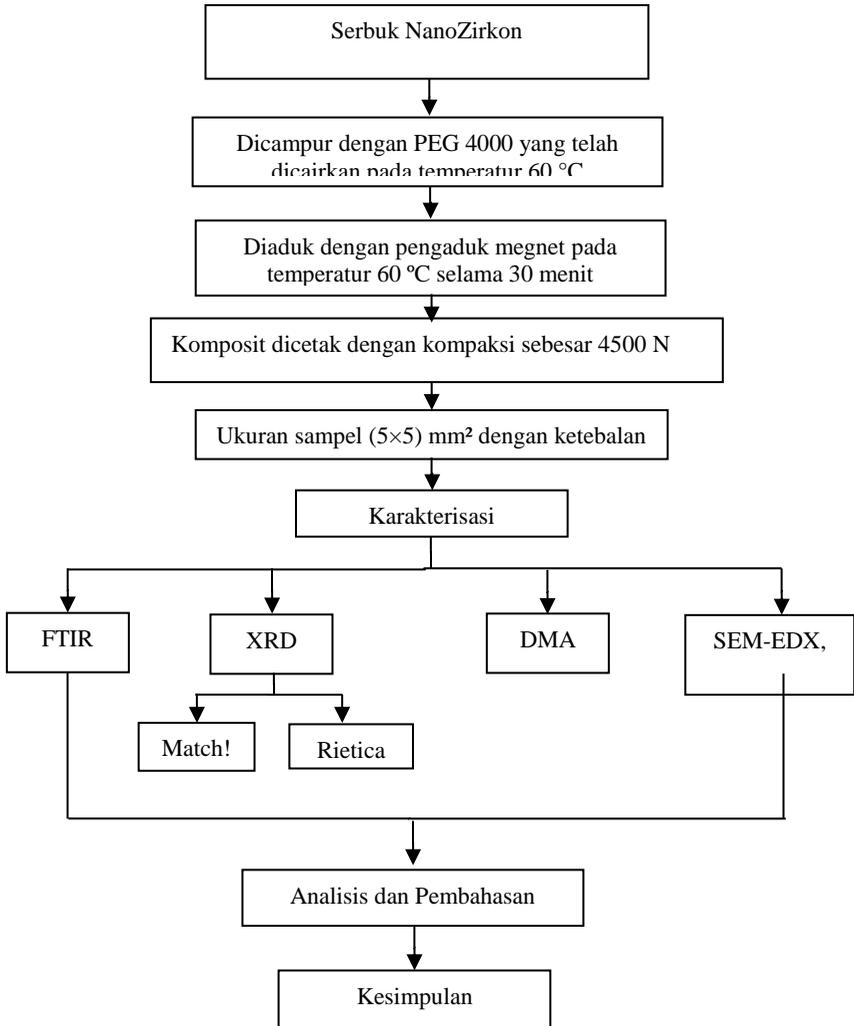
Gambar 3.3 Diagram alir sintesis serbuk Zirkon (Lestari, 2017)

3.2.2 Sintesis Serbuk Nanozirkon



Gambar 3.3 Diagram alir sintesis serbuk Nanozirkon (Lestari, 2017)

3.2.3 Sintesis Komposit PEG 4000/Nanozirikon

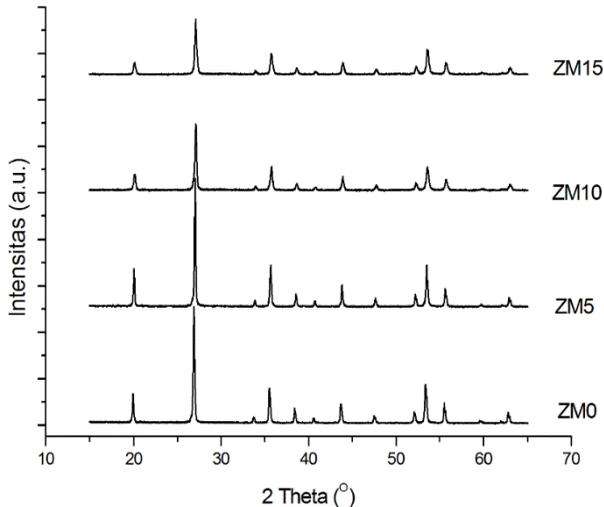


Gambar 3 .4 Diagram alir sintesis dan karakterisasi komposit PEG 4000/nanozirikon

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Data Difraksi Serbuk Nano Zirkon

Pola difraksi sinar-X serbuk zirkon dengan variasi waktu penggilingan 0, 5, 10, 15 jam dapat diperlihatkan pada Gambar 4.1. Berdasarkan analisis kualitatif sampel ZM0, ZM5, ZM10, dan ZM15 menunjukkan fasa tunggal zirkon [No. CIF 90-0084].

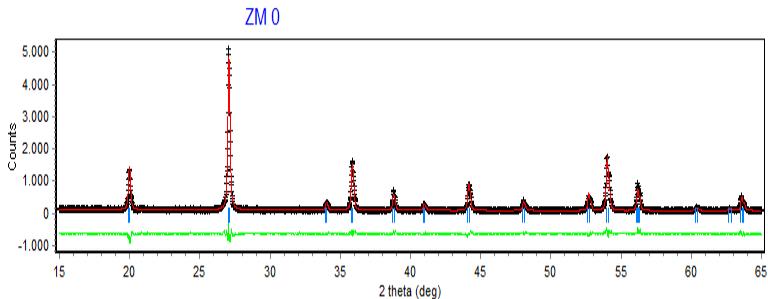


Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar (radiasi $Cu\text{-}K\alpha$) dari serbuk nanozirkon.

Penggilingan dengan waktu 0, 5, 10 dan 15 jam memberikan efek pada lebar puncak XRD seperti diperlihatkan pada Gambar 4.1. Pelebaran puncak pada sebuah sampel yang digiling, disebabkan oleh dua hal, yaitu berubahnya ukuran kristal

dan regangan fasa. Semakin lebar puncak yang dihasilkan menunjukkan bahwa ukurannya semakin berukuran nanometrik.

Analisis pada pola difraksi serbuk ini yaitu analisis *Rietveld* melalui perangkat lunak *Rietica* untuk memperoleh komposisi fasa. Sebelum dilakukan analisis, terlebih dahulu membuat pemodelan dengan mencari fasa melalui aplikasi *Match!* Warna hitam menunjukkan data hasil pola difraksi sinar-X, warna merah adalah model yang dibuat dari data CIF yang diperoleh dari *Chrysallography Open Database*, dan warna hijau menunjukkan selisih antara model dengan data hasil pola difraksi sinar-X. Contoh plot hasil penghalusan (parameter refinement) ditunjukkan pada Gambar 4.2 dan yang lainnya dilampirkan.



Gambar 4. 2 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Tanpa Pengilingan (ZM0)

Parameter-parameter kecocokan (*Figures of Merits*) yang digunakan dalam melihat perkembangan penghalusan Rietveld, yaitu: 1. *R-profile* (R_p) 2. *R-weighted profile* (R_{wp}) 3. Indeks *Goodness-of-Fit* (GoF), 4. *R-Bragg* dan 5. *R-expected* (R_{exp}) Kecocokan pengolahan dengan perangkat *Rietica* yang dapat diterima secara umum adalah nilai GoF kurang dari 4%, sedangkan R_{exp} , R_p , dan R_{wp} kurang dari 20% dan *R-Bragg* kurang dari 10% (Kisi, 1994). Hasil nilai kecocokan pengolahan dengan *Rietica* serbuk zirkon ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Parameter Kecocokan Analisis Menggunakan *Rietica*

Sampel	GoF	R_{wp}	R_{exp}	R_{bragg}
ZM0	1,9	10,66	8,38	4,37
ZM5	2,2	10,74	8,52	3,83
ZM10	2,0	10,88	8,56	4,40
ZM15	3,0	13,46	10,59	8,43

Secara umum didapatkan pencocokan (fitting) dengan metode *Rietveld* telah memenuhi dua kriteria utama yaitu plot selisih model dengan data hasil pola difraksi sinar-X memiliki fluktuasi yang relatif kecil (Gambar 4.2) serta Nilai GoF kurang dari 4% sedangkan parameter kecocokan yang lain seperti *R-profile* (R_p), *R-weighted profile* (R_{wp}), *R-expected* (R_{exp}) kurang dari 20% , dan *R-Bragg* kurang dari 10%. Maka, data hasil pengolahan dengan perangkat lunak Rietica dapat diterima. Hasil luaran Rietica berupa komposisi fasa serbuk zirkon menunjukkan hasil bahwa pada Z0, ZM5, ZM10, ZM15, teridentifikasi fasa tunggal zirkon.

Tabel 4.2 Komposisi dan Parameter Kisi Fasa pada Sampel Serbuk Zirkon dengan Variasi Waktu Penggilingan

Sampel	LUARAN RIETICA			
	Volume Sel	Komposisi (Mol%)	Zirkon Prameter Kisi	
			a=b	c
ZM0	250,15	100	6,5133	5,8966
ZM5	249,84	100	6,5101	5,8950
ZM 10	250,30	100	6,5142	5,8984
ZM 15	249,86	100	6,5107	5,8945

Tabel 4.3 Parameter Kecocokan Analisis Menggunakan MAUD

Sampel	Sigg	R _w	R _{wnb}	R _b	R _{exp}
ZM0	1,73	13,28	15,03	10,31	7,66
ZM5	1,37	9,94	8,55	7,83	7,22
ZM 10	1,30	9,99	8,15	7,89	7,68
ZM 15	2,43	18,82	24,49	13,50	7,74

Tabel 4.4 Ukuran Kristal dan Regangan Serbuk Zirkon dengan Variasi Waktu Penggilingan

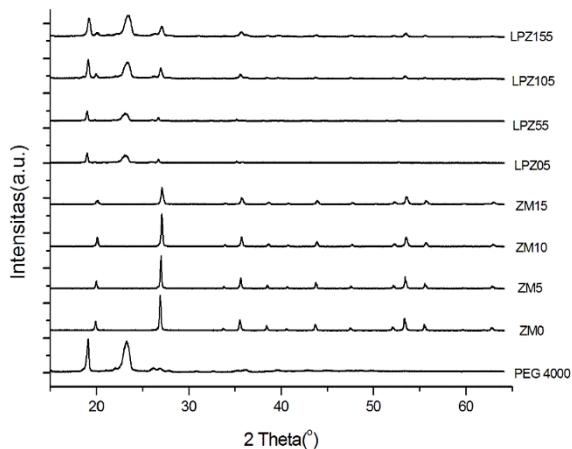
Sampel	Ukuran (nm)	Regangan(10^{-4})
ZM0	185	3,2
ZM5	174	3,9
ZM10	50	8,5
ZM15	33	9,3

Tabel 4.4 menunjukkan hasil pengaruh waktu penggilingan terhadap regangan kristal dan ukuran kristal. Lama waktu penggilingan mengakibatkan regangan kristal semakin besar dan ukuran kristal akan semakin kecil. Hal ini terjadi karena adanya gesekan dari bola-bola penggilingan dan serbuk yang digiling bergantian berputar terhadap dinding jar penggilingan. Semakin lama proses penggilingan, maka energi yang dihasilkan akan semakin besar dan energi yang dihasilkan akan membuat serbuk giling terdeformasi lalu menjadi hancur. Proses inilah yang membuat ukuran partikel serbuk menjadi berukuran nanometrik (Simanjuntak dan Purwaningsih, 2012). Pada saat serbuk zirkon tanpa digiling (ZM0) ukuran kristal yaitu 185 nm dan ketika serbuk zirkon digiling selama 15 jam mendapatkan nilai ukuran kristal sebesar 33 nm. Hasil ini selaras dengan penelitian sebelumnya, yaitu bahwa proses penggilingan dapat mereduksi ukuran serbuk

ZrSiO₄ yaitu dari sebesar 173 nm setelah penggilingan selama 30 jam mendapatkan nilai ukuran kristal sebesar 38 nm (Lestari, 2017). Waktu penggilingan juga mengakibatkan adanya regangan pada serbuk. Semakin lama waktu penggilingan nilai regangan yang dihasilkan akan semakin meningkat. Serbuk yang telah digiling dengan berbagai variasi waktu ini kemudian dijadikan pengisi komposit berbasis PEG. Karakterisasi komposit PEG dengan pengisi serbuk nanozirkon, selanjutnya disebut komposit PEG/Nanozirkon, dilaporkan pada bagian berikut ini.

4.2 Analisis Komposit PEG/Nanozirkon

4.2.1 Analisis Data Difraksi Komposit PEG 4000/Nanozirkon

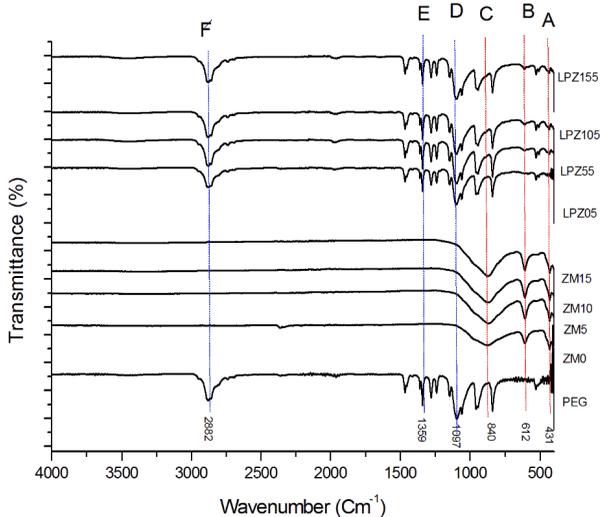


Gambar 4.3 Pola difraksi Zirkon, PEG 4000, dan komposit PEG 4000/nanozirkon dengan komposisi 5 wt.% Zirkon

Gambar 4.3 menunjukkan pola XRD komposit PEG 4000/nanozirkon. Dari gambar tersebut terlihat bahwa tidak terbentuk puncak baru selain PEG 4000 dan zirkon. Hal ini menunjukkan tidak ada reaksi kimia yang terjadi dan membuktikan bahwa pembentukan komposit PEG4000/nanozirkon berhasil.

4.2.2 Analisis Spektroskopi FTIR Komposit PEG 4000/Nanozirkon

Hasil spektroskopi FTIR menunjukkan jenis ikatan antar gugus fungsi yang terbentuk pada komposit PEG 4000/Nanozirkon dengan rentang panjang gelombang *mid-infrared*, yaitu pada rentang 4000-400 cm^{-1} seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4



Gambar 4.4 Spektrum FTIR dari komposit PEG/ nanozirkon pada komposisi 5 wt.%

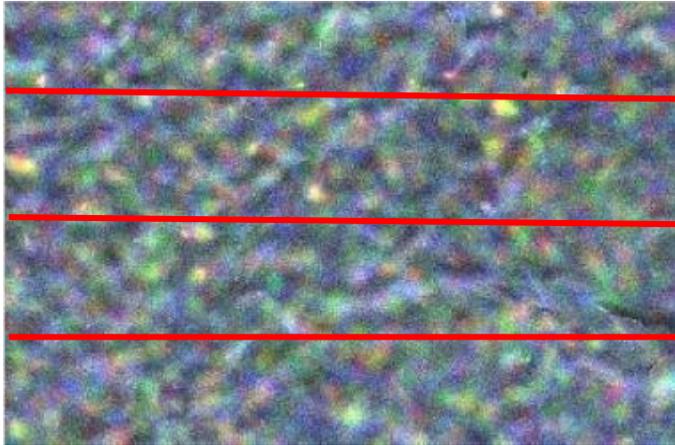
Berdasarkan hasil puncak spektrum inframerah terdeteksi terjadinya deformasi molekul karena adanya vibrasi *bending* atau *stretching* pada ikatan antar atom tertentu terhadap keadaan idealnya (Stuart, 2004). Deformasi molekul dapat dilihat dari pergeseran panjang gelombang. Analisis dilakukan secara kualitatif dengan membandingkan data hasil panjang gelombang spektrum inframerah semua sampel komposit PEG 4000/Nanozirkon dengan panjang gelombang spektrum inframerah yang diberikan referensi ditampilkan lebih lengkap pada Tabel 4.5 menunjukkan Spektrum FTIR dari PEG, ZM 0, ZM5, ZM10, dan ZM15 disajikan pada Gambar 4.4. Pada komposisi komposit dengan komposisi 5 wt.% nanozirkon memperlihatkan puncak karakteristik pada Zirkon terdapat di 612 cm^{-1} (Zr-O *bending*), 840 cm^{-1} (Si-O-Si *stretching*), dan 431 cm^{-1} (Si-O-Si *bending*). Sedangkan puncak karakteristik PEG 4000 terdapat di 2882 cm^{-1} (O-H *stretching*), dan 1340 cm^{-1} (C-O-C *symmetric stretching*). Dan 1097 cm^{-1} (C-O-C *symmetric stretching*). Maka dapat disimpulkan bahwa tidak terjadi reaksi kimia dalam komposit dan ikatan gugus fungsi dari PEG 4000 terpisah dengan ZrSiO_4 sehingga tidak terbentuk puncak spektrum baru di dalam komposit. Dari hasil tersebut dapat dikonfirmasi telah terbentuknya komposit PEG 4000/Nanozirkon.

Tabel 4.5 Perbandingan Panjang Gelombang Puncak Spektrum FTIR antara Referensi dengan Komposit PEG 4000 Berpenguat Nanozirkon *(Stuart, 2004; Liddick., 2013 Dawson, 1971;)

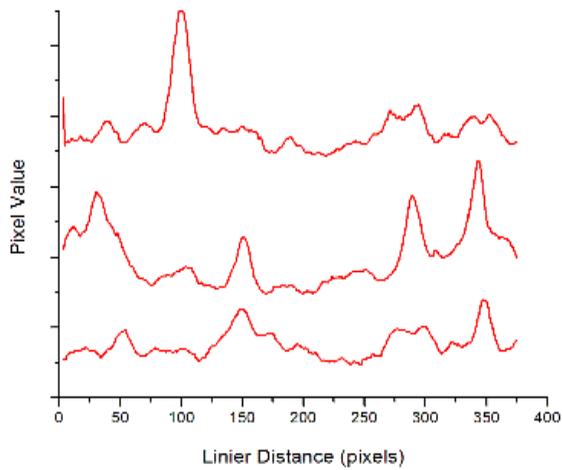
	Jenis Ikatan	Wavenumber (cm ⁻¹)	
		Referensi	Komposit PEG/Nanozirkon
A	Zr-O-Si <i>bending</i>	500-200	431
B	Zr-O <i>bending</i>	600-700	612
C	Si-O-Si- <i>stretching</i>	800-1130	840
D	C-O-C <i>stretching</i>	1500-800	1097
E	C-O-C <i>stretching</i>	1500-800	1359
F	O-H <i>stretching</i>	3750-2500	2882

4.2.3 Analisis SEM/EDX Komposit PEG 4000/Nanozirkon

Homogenitas dari komposit PEG 4000/Nanozirkon dapat diketahui menggunakan SEM-EDX dengan melihat dari sebaran PEG dan serbuk zirkon yang ditunjukkan pada Gambar 4.4-4.7. Sebaran serbuk zirkon dikonfirmasi menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* berbasis *line analysis*. Prinsip kerja dari *software* tersebut yaitu dengan menarik garis pada gambar maka dari garis tersebut, *software* memunculkan 3 intensitas warna dasar (merah, hijau dan biru) sebagai warna penyusunnya. Sehingga dapat diketahui distribusi 3 warna tersebut dengan mengetahui intensitasnya. Pada gambar citra SEM/EDX ini, warna merah mewakili zirkon, warna hijau mewakili unsur oksigen sedangkan warna biru mewakili unsur karbon.

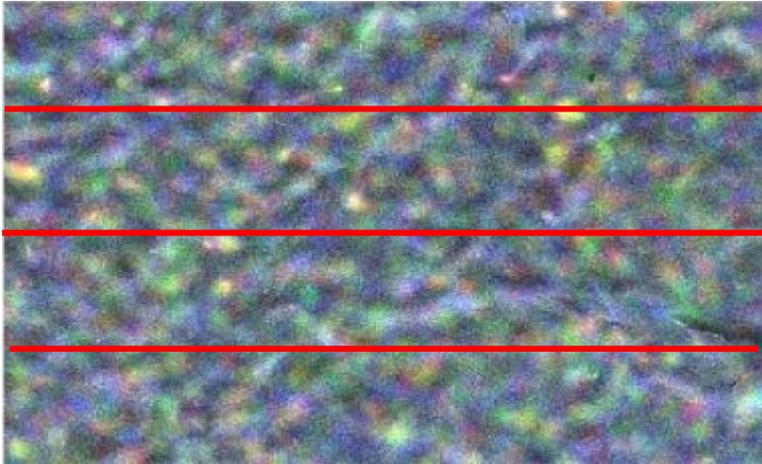


(a)

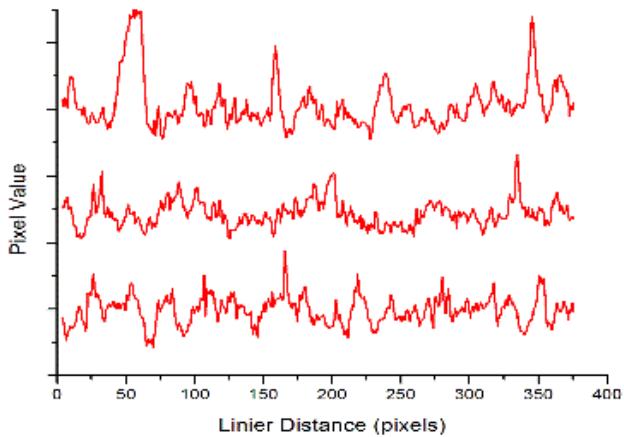


(b)

Gambar 4.5 Homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG 4000/Nanozirkon (a) hasil citra SEM-EDX LPZ 05, (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* komposit LPZ 05

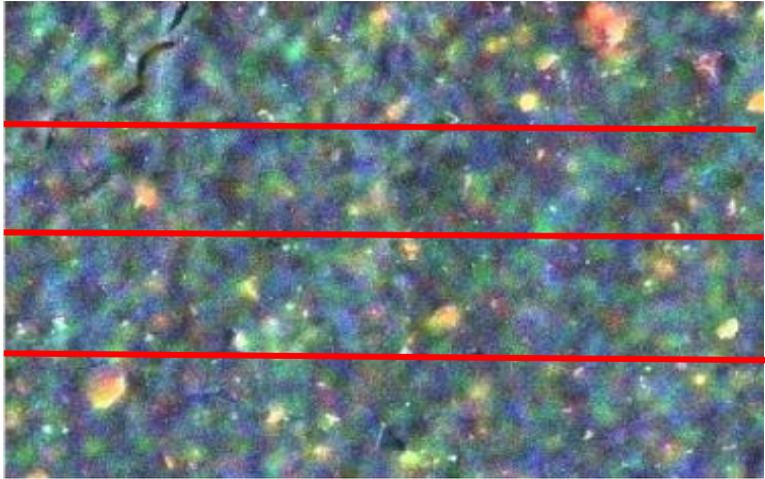


(a)

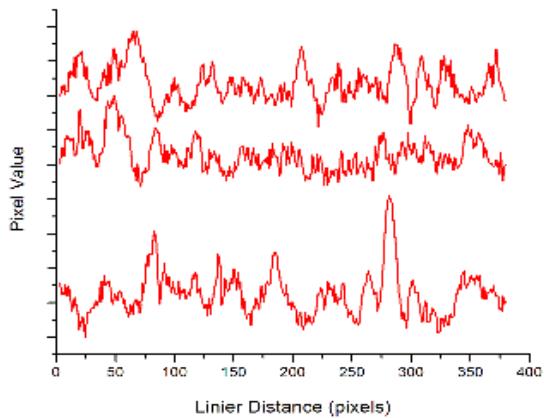


(b)

Gambar 4.6 Homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG 4000/Nanozirkon a) hasil citra SEM-EDX LPZ 55, (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* komposit LPZ 55

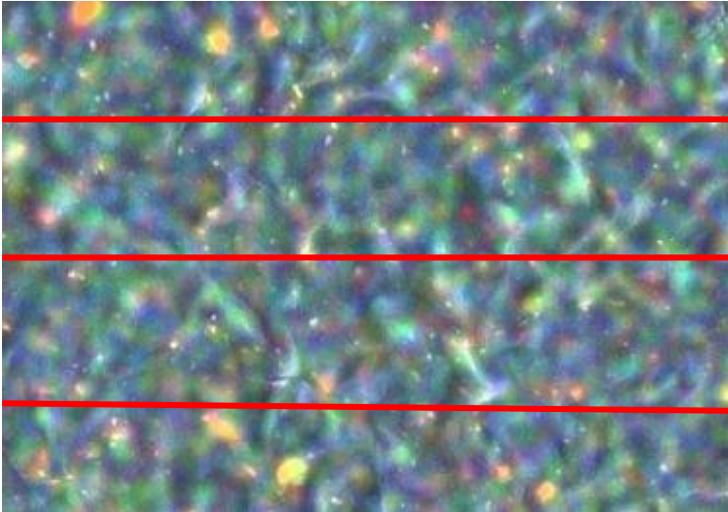


(a)

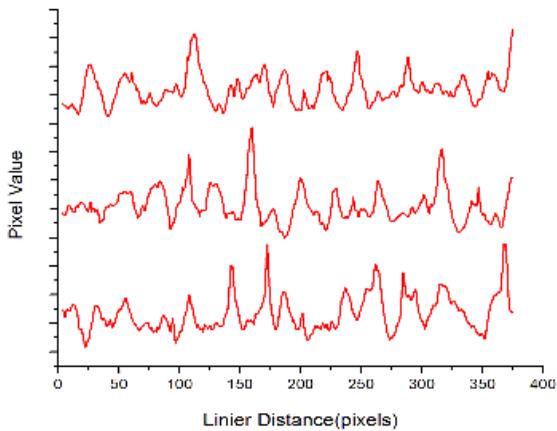


(b)

Gambar 4.7 Homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG 4000/Nanozirkon (a) hasil citra SEM-EDX LPZ 105, (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* komposit LPZ 105



(a)



(b)

Gambar 4.8 Homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG 4000/Nanozirkon. (a) hasil citra SEM-EDX LPZ 155, (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* komposit LPZ 155

Distribusi Zr dalam pengisi dan selanjutnya dalam matriks dapat dianalisis melalui indeks dispersibilitas ($I_{\text{dispersibilitas}}$) menggunakan persamaan

$$I_{\text{dispersibilitas}} = \frac{S_{\text{intensitas}}}{\bar{x}_{\text{intensitas}}}$$

Dengan S adalah standar deviasi dari intensitas, dan \bar{x} adalah intensitas rata-rata. $I_{\text{dispersibilitas}}$ yang lebih kecil menunjukkan distribusi yang lebih merata (Kim J, Oh J, Lee KY, 2017). Hasil perhitungan dispersibilitas ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Hasil Indeks Dispersibilitas nanozirkon dalam komposit PEG 4000/Nanozirkon

Nama Sampel	$I_{\text{Dispersibilitas}}$
LPZ 05	0,343
LPZ 55	0,253
LPZ 105	0,237
LPZ 155	0,249

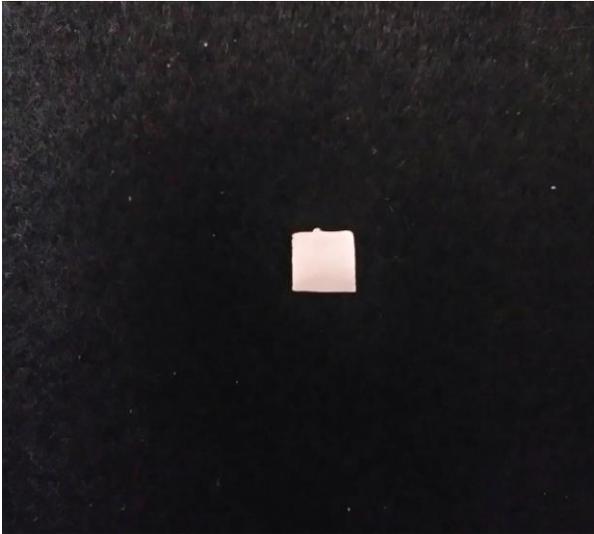
Berdasarkan Gambar 4.6(a) dan 4.7(a) hasil pengamatan secara kualitatif menunjukkan sebaran PEG 4000 dan serbuk zirkon cenderung lebih homogen. Berdasarkan Tabel 4.6, didapatkan nilai indeks dispersibilitas dari masing masing sampel komposit. Indeks dispersibilitas berbanding terbalik dengan tingkat homogenitas. Semakin kecil ukuran nanozirkon sebagai pengisi dalam komposit, akan meningkatkan homogenitas, hal ini ditunjukkan dengan turunnya indeks dispersibilitas seiring dengan penambahan zirkon yang semakin berukuran nanometrik. Indeks dispersibilitas terendah pada komposit LPZ 105. Maka, LPZ 105

memiliki homogenitas yang paling tinggi. Namun pada LPZ155, homogenitasnya menurun karena disebabkan ukuran nanozirkon dalam komposit LPZ155 sangat kecil (nanometrik) sehingga memiliki kecenderungan untuk mengalami aglomerasi.

Hasil pengamatan homogenitas dapat dikonfirmasi pula dengan grafik intensitas warna merah (*pixel value*) terhadap panjang garis (*linier distance*). Pada Gambar 4.6(b) dan 4.7(b), fluktuasi intensitas warna merah yang mewakili atom Zr cenderung lebih seragam sehingga dapat menyatakan homogenitas yang tinggi. Sampel yang mempunyai homogenitas tinggi tidak membentuk puncak intensitas yang lebar, dan intensitas warnanya cenderung konstan. Perbedaan mikrostruktur dari nanozirkon yang digunakan akan memiliki pengaruh besar terhadap kualitas ikatan antara polimer PEG 4000 dan nanozirkon sebagai penguatnya, sehingga akan mempengaruhi kekuatan mekanik yang dimiliki komposit (Lin dkk., 2015).

4.3 Hasil Pengujian DMA

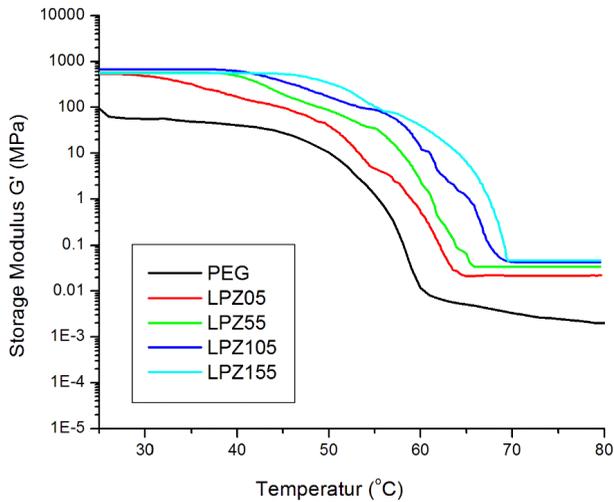
Pengujian sifat termo-mekanik menggunakan DMA dengan mode pengukuran shear harus memenuhi persyaratan ukuran geometri sampel yang sesuai, yaitu (5×5) mm² dengan ketebalan 1 mm. Sampel yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4.9 Sampel DMA dari komposit PEG 4000/Nanozirkon untuk mode shear, dengan variasi penguat nanozirkon

4.3.1 Modulus Simpan (G') pada Komposit PEG 4000/Nanozirkon

Storage modulus (G') atau Modulus Simpan dalam pengujian DMA Seringkali dihubungkan dengan kekakuan dari material dan menentukan bagaimana kaku atau lemahnya sebuah material.



Gambar 4.10 Modulus Simpan (G') variasi penguat nanozirkon pada komposisi 5 wt.% dari komposit PEG 4000/nanozirkon

Tabel 4.7 Nilai absolut *storage modulus* komposit PEG4000/nanozirkon (25°C) dan Temperatur leleh (T_m)

NAMA SAMPEL	E' (MPa)	T_m (°C)
PEG	93	44
LPZ05	546	55
LPZ55	576	58
LPZ105	679	62
LPZ155	593	64

Plot dari *storage modulus* terhadap temperatur memperlihatkan bahwa dengan penambahan zirkon (*filler*) akan

meningkatkan *storage modulus* komposit PEG/nanozirkon. Hal ini dapat diamati dengan lebih besarnya nilai *storage modulus* LPZ 05 dibanding dengan PEG murni (Tabel 4.6). Hasil tersebut menggambarkan interaksi permukaan antara rantai polimer dan zirkon yang mengurangi kebebasan gerak rantai polimer. Nilai *storage modulus* komposit akan meningkat seiring dengan penambahan zirkon yang semakin berukuran nanometrik. Semakin kecil ukuran zirkon maka memiliki luas area kontak yang besar untuk berinteraksi dengan rantai polimer dalam membentuk ikatan (Manjunatha dkk., 2010). Nanomaterial memiliki luas permukaan (*surface area*) yang relatif besar. Jika luas area kontak partikel besar, kontak antarpartikel juga semakin besar sehingga akan meningkatkan mekanisme ikatan antar matriks dan filler. Nanozirkon akan membatasi gerak segmen polimer sehingga mengurangi slipnya rantai-rantai utama polimer. Akibatnya, pada zirkon yang lebih berukuran nanometrik, gerakan molekul dalam polimer lebih kecil yang menyebabkan meningkatnya nilai *storage modulus* atau kekuatan mekanik komposit jauh di atas kekuatan polimer sampai batas tertentu (Motaung dkk., 2012).

Modulus simpan komposit bernilai maksimum pada LPZ105, kemudian mengalami penurunan pada LPZ155. Hal ini dapat dikaitkan dengan hasil analisa homogenitas (Tabel 4.6). Pada LPZ 105 memiliki homogenitas yang paling tinggi dengan indeks dispersibilitas terendah. Namun pada LPZ155, homogenitas nya menurun karena disebabkan nanozirkon yang semakin berukuran nanometrik sehingga memiliki kecenderungan untuk mengalami aglomerasi. Aglomerasi menyebabkan sebaran partikel tidak merata sehingga modulus simpan komposit menurun pada LPZ155. Maka dapat disimpulkan bahwa hubungan analisa DMA dan homogenitas dalam komposit PEG/nanozirkon adalah linier (saling berhubungan).

Secara umum, G' pada komposit menurun seiring dengan peningkatan temperatur sebab energi yang tersimpan akibat gerakan molekul dari rantai polimer yang semakin bebas (Kinloch dkk., 2005). Ketika temperatur mencapai titik kritis, ikatan karbon pada gugus polimer akan melemah. Pada Gambar 4.10, penurunan yang signifikan pada PEG terjadi pada temperatur sekitar 55°C - 60°C . Penambahan nanozirkon sebagai penguat dalam komposit dapat menaikkan temperatur kritis komposit, yaitu sekitar 65°C - 70°C .

Adanya bahan pengisi membuat suhu leleh komposit meningkat. Hal ini disebabkan zirkon memiliki koefisien ekspansi termal rendah dan konduktivitas panas yang rendah. Sebagai akibatnya, ketika komposit dipanaskan, beberapa energi diserap oleh zirkon dan itu menyebabkan sampel meleleh pada suhu yang lebih tinggi. Pada saat temperatur awal penurunan tersebut, gerakan dari rantai-rantai polimer menghasilkan lebih banyak regangan pada sampel yang dikenai beban. Penurunan menunjukkan bahwa, pada suhu yang ditentukan, polimer meleleh atau telah mencapai suhu leleh (T_m), sehingga ikatan karbon pada kelompok polimer melemah. Penambahan nanozirkon sebagai penguat dalam komposit dapat meningkatkan suhu leleh PEG murni (Tabel 4.7), karena T_m untuk PEG4000 adalah 44°C .

Pada penelitian sebelumnya, Hilmi (2016) mempelajari modulus penyimpanan komposit PEG / SiO_2 amorf dan menghasilkan modulus penyimpanan PEG / SiO_2 amorf dengan 20 wt.% berat pengisi adalah 532 MPa. Oleh karena itu, komposit PEG/nanozirkon lebih efektif dalam meningkatkan modulus penyimpanan PEG daripada silika amorf.

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

1. Serbuk nanozirkon dengan berbagai ukuran kristal sebagai pengisi komposit telah berhasil didapatkan menggunakan metode penggilingan, yaitu berturut-turut 185, 174, 50 dan 33 nm untuk tanpa penggilingan, penggilingan 5, 10 dan 15 jam.
2. Komposit PEG/nanozirkon dengan berbagai ukuran serbuk zirkon sebagai pengisi berhasil disintesis dengan persebaran zirkon dan PEG relatif homogen pada setiap komposit. Berdasarkan hasil pengujian DMA diperoleh:
 - a. Nilai modulus simpan absolut (temperatur ruang), secara umum, meningkat dengan semakin kecilnya ukuran pengisi, dengan nilai tertinggi dimiliki oleh komposit LPZ105, yaitu sebesar 679 MPa.
 - b. Modulus simpan komposit menurun seiring dengan peningkatan temperatur sesuai ekspektasi. Adanya nanozirkon sebagai bahan pengisi meningkatkan temperatur leleh komposit hingga 64 °C
 - c. Modulus simpan komposit bernilai maksimum pada LPZ105, kemudian mengalami penurunan pada LPZ155.

5.2 Saran

Dari hasil penulisan tugas akhir ini disarankan dilakukan analisis SEM setelah pengujian DMA agar diperoleh informasi morfologi komposit sebelum dan sesudah pengujian DMA

DAFTAR PUSTAKA

- Alkan, Cemil, Ahmet Sari, And Orhan Uzun. 2006. "Poly(Ethylene Glycol)/Acrylic Polymer Blends For Latent Heat Thermal Energy Storage." *Aiche Journal* 52 (9): 3310–14.
- Brook, R. J. 2012. *Concise Encyclopedia Of Advanced Ceramic Materials*. Elsevier.
- Elsner, Harald. 2013. *Zircon-Insufficient Supply In The Future?* Deutsche Rohstoffagentur (Dera) In Der Bundesanstalt Für Geowissenschaften Und Rohstoffe.
- Fadly, Andy. 2016. "Evaluasi Sifat Termo-Mekanik Pada Komposit Peg 4000/Sio₂ (Kuarsa Dan Amorf) Dengan Dynamic Mechanical Analysis (Dma)." Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Fadly, T. Andi. 2016. "Evaluasi Sifat Termomekanik Pada Komposit Peg 400/Sio₂ (Kuarsa Dan Amorf) Dengan Dynamic Mechanical Analysis (Dma)." Surabaya Indonesia: Institute Of Technology Sepuluh Nopember Surabaya.
- Fauziyah, Musyarofah, Triwikantoro, Mashuri, Sukma Firdaus, And Suminar Pratapa. 2015. "Dynamic Mechanical Properties Of Peg 4000 + Quartz Composites." *Advanced Materials Research* 1112 (July): 385–88.
- Fauziyah, N. A. 2015. *Karakterisasi Komposit Peg 4000/Sio₂ (Sio₂= Kuarsa, Amorf, Kristobalit) Dengan Dynamic Mechanical Analyser (Dma)*. Jurusan Fisika Its, Surabaya.
- Fauziyah, Nur Aini. 2015. "Karakterisasi Komposit Peg 4000/Sio₂ (Sio₂ = Kuarsa, Amorf, Kristobalit) Dengan Dynamic Mechanical Analyser (Dma)." Surabaya Indonesia: Institute Of Technology Sepuluh Nopember Surabaya.
- Feng, Q, Yang, J, Liu, Y, Xiao, H, Dan Fu, S. 2014. "Simultaneously Enhanced Cryogenic Tensile Strength, Ductility And Impact Resistance Of Epoxy Resins By Polyethylene Glycol." In , 30:90–96. *J. Mater.Sci. Technol.*

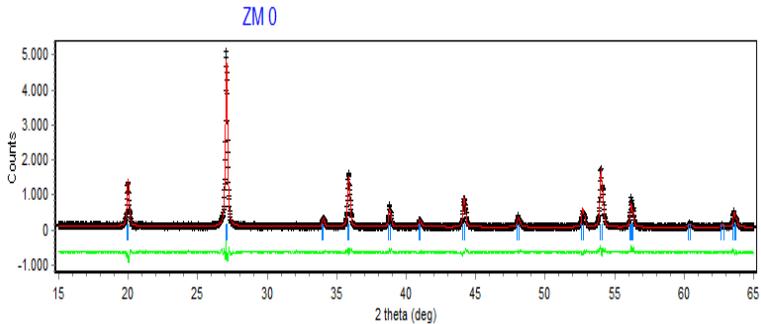
- Herbirowo, Satrio. 2013. "Sintesis Dan Karakterisasi Epoksi Nanokomposit Berpenguat Fe-Ni Nanopartikel Dengan Variasi Fraksi Berat Serta Waktu Sonikasi Untuk Aplikasi Hybrid Capsulated Circuit." *Jurnal Fisika Dan Aplikasinya* 14 (2): 5.
- Hildayati. 2009. "Sintesis Dan Karakterisasi Bahan Komposit Karet Alam-Silika." *Seminar Nasional Pascasarjana Ix – Its*.
- Hilmi, A. Rosyidy. 2016. "Sifat Termomekanik Komposit Peg4000/Sio2 Amorf Menggunakan Dynamic Mechanical Analyzer (Dma) Dengan Variasi Frekuensi." Surabaya Indonesia: Institute Of Technology Sepuluh Nopember Surabaya.
- Karaman, Sedat, Ali Karaipekli, Ahmet Sarı, dan Alper Biçer. 2011. "Polyethylene Glycol (Peg)/Diatomite Composite As A Novel Form-Stable Phase Change Material For Thermal Energy Storage." *Solar Energy Materials And Solar Cells* 95 (7): 1647–53.
- Keskin, Suleyman Bahadir, Mustafa Sahmaran, Ismail Ozgur Yaman, dan Mohamed Lachemi. 2014. "Correlation Between The Viscoelastic Properties And Cracking Potential Of Engineered Cementitious Composites." *Construction And Building Materials* 71 (November): 375–83.
- Kim J, Oh J, Lee Ky, Et Al. 2017. "Dispersion Of Graphene-Based Nanocarbon Fillers In Polyamide 66 By Dry Processing And Its Effect On Mechanical Properties.," *Composites Part B: Engineering* 114:445–456.
- Kisi, E.H. N.D. "Rietveld Analysis Of Powder Diffraction Patterns." 1994 26 (23).
- Lestari, Novia Dwi. 2017. *Sintesis Serbuk Nano-Zirkon Dengan Metode Penggilingan Dan Anil*.
- Lin, Ching-Wei, dan Thau-Ming Cham. 1995. "Compression Behavior And Tensile Strength Of Heat-Treated Polyethylene Glycols." *International Journal Of Pharmaceutics* 118 (2): 169–179.
- Menard, Kevin. 1999. *Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction*. Crc Press.
- . 2008. *Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction*. Crc Press.

- Mishra, T. K., Ashish Kumar, Vishal Verma, K. N. Pandey, And Vijai Kumar. 2012. "Peek Composites Reinforced With Zirconia Nanofiller." *Composites Science And Technology* 72 (13): 1627–31.
- Motaung, T. E., M. L. Saladino, A. S. Luyt, dan D. Chillura Martino. 2013. "Influence Of The Modification, Induced By Zirconia Nanoparticles, On The Structure And Properties Of Polycarbonate." *European Polymer Journal* 49 (8): 2022–30.
- Naher, S., Dan Asma Haseeb. 2008. "Production dan Purification Of Zircon Opacifier From Zircon Found In The Coastal Area Of Bangladesh." *Journal Of Materials Processing Technology* 205 (1): 203–206.
- Narayan, R. 2012. "Asm Handbook, Volume 23, Materials For Medical Devices." *Materials Park: Asm International*.
- Nielsen, Ralph. 2000. "Zirconium And Zirconium Compounds." *Ullmann's Encyclopedia Of Industrial Chemistry*.
- Pielichowski, Krzysztof, dan Kinga Flejtuch. 2002. "Differential Scanning Calorimetry Studies On Poly(Ethylene Glycol) With Different Molecular Weights For Thermal Energy Storage Materials." *Polymers For Advanced Technologies* 13 (10–12): 690–96.
- Pirkle, F. L., dan D. A. Podmeyer. 1988. "Zircon: Origin And Uses." *Transactions* 292: 1–20.
- Rendtorff, Nicolas M., Salvatore. Grasso, Chunfeng Hu, Gustavo Suarez, Esteban F. Aglietti, dan Yoshio Sakka. 2012. "Dense Zircon (ZrSiO₄) Ceramics By High Energy Ball Milling And Spark Plasma Sintering." *Ceramics International* 38 (3): 1793–99.
- Saladino, M. L., T. E. Motaung, A. S. Luyt, A. Spinella, G. Nasillo, And E. Caponetti. 2012. "The Effect Of Silica Nanoparticles On The Morphology, Mechanical Properties And Thermal Degradation Kinetics Of Pmma." *Polymer Degradation And Stability* 97 (3): 452–59.
- Salje, Ekhard K. H. 2006. "Elastic Softening Of Zircon By Radiation Damage." *Applied Physics Letters* 89 (13): 131902.

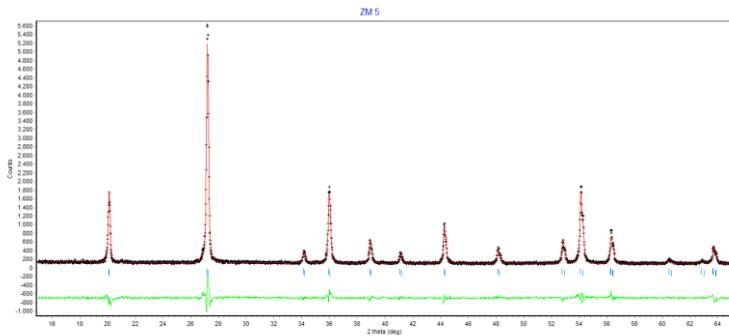
- Singh, Raj N. 1990. "High-Temperature Mechanical Properties Of A Uniaxially Reinforced Zircon-Silicon Carbide Composite." *Journal Of The American Ceramic Society* 73 (8): 2399–2406.
- Smallman, R. E., dan R. J. Bishop. 1999. "Modern Physical Metallurgy And Materials Engineering (Sixth Edition)." In *Modern Physical Metallurgy And Materials Engineering (Sixth Edition)*, 168–96. Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Suárez, Gustavo, Santiago Acevedo, Nicolás M. Rendtorff, Liliana B. Garrido, dan Esteban F. Aglietti. 2015. "Colloidal Processing, Sintering And Mechanical Properties Of Zircon (Zrsio 4)." *Ceramics International* 41 (1): 1015–1021.
- Unga, Johan, Farhad Tajarobi, Ove Norder, Göran Frenning, And Anette Larsson. 2009. "Relating Solubility Data Of Parabens In Liquid Peg 400 To The Behaviour Of Peg 4000-Parabens Solid Dispersions." *European Journal Of Pharmaceutics And Biopharmaceutics* 73 (2): 260–68.
- Veytizou, Christelle, Jean-François Quinson, And Yves Jorand. 2002. "Preparation Of Zircon Bodies From Amorphous Precursor Powder Synthesized By Sol-Gel Processing." *Journal Of The European Ceramic Society* 22 (16): 2901–2909.
- Yamagata, Chieko, João B. Andrade, Valter Ussui, Nelson Batista De Lima, And José O.A. Paschoal. 2008. "High Purity Zirconia And Silica Powders Via Wet Process: Alkali Fusion Of Zircon Sand." *Materials Science Forum* 591–593: 771–76.
- .

LAMPIRAN

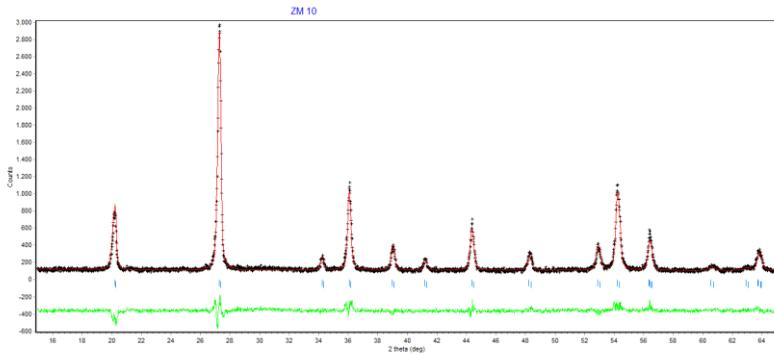
Luaran Hasil Pengolahan Data Menggunakan Perangkat Lunak Rietica



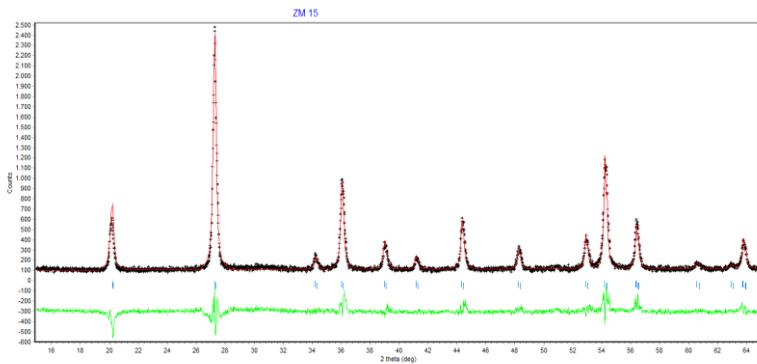
Gambar 1 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Tanpa Pengilingan (ZM0)



Gambar 2 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Pengilingan 5 jam (ZM5)



Gambar 3 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Pengilingan 10 Jam (ZM10)



Gambar 4 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica unSampel Serbuk Zirkon Pengilingan 15 Jam (ZM15)

BIODATA PENULIS

Nama lengkap penulis yaitu Muthia Diah Nurmalasari, dengan



nama panggilan Muthia atau Tita. Penulis dilahirkan di Bangkalan pada tanggal 02 September 1996. Penulis merupakan anak dari pasangan Ir. Ishak Noer dan Diah Retno Palupi, anak pertama dari tiga bersaudara. Riwayat pendidikan penulis yaitu, TK Hangtuah 4 Sidoarjo lulus tahun 2001,

SDN Demangan 1 Bangkalan lulus tahun 2008, SMPN 2 Bangkalan lulus tahun 2011, SMAN 1 Bangkalan 2014. Tahun 2014 masuk ke Departemen Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember melalui jalur SNMPTN. Penulis mengambil bidang minat Fisika Material. Selama perkuliahan penulis aktif di organisasi HIMASIKA ITS sebagai staff PSDM periode 2016/2017 dan BEM FMIPA ITS sebagai ketua Big Event FMIPA ITS periode 2017/2018. Penulis pernah bergabung dalam berbagai kepanitiaan seperti *Great Event of FMIPA ITS (GEMPA)*, *2nd Fiction*, *GERIGI ITS 2015*. Aktifitas lainnya adalah sebagai Asisten Laboratorium Fisika Material”. Prestasi yang pernah di raih adalah lolos PMW terdani 2015. Penulis berharap penelitian ini dapat bermanfaat dan dapat dikembangkan lebih lanjut. Kritik dan saran dapat dikirim ke Muthiaantares@gmail.com

"Halaman ini sengaja dikosongkan"