



TUGAS AKHIR - SF 141501

**KARAKTERISASI TERMOMEKANIK
KOMPOSIT PEG 4000-SILIKA RISTOBALIT
MENGUNAKAN *DYNAMIC MECHANICAL
ANALYSIS (DMA)***

**TRI WAHYUNI
NRP.1111 100 062**

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

**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA 2015**



FINAL PROJECT - SF 141501

***THERMOMECHANICAL CHARACTERIZATION
PEG 4000-SILICA COMPOSITE CRISTOBALITE
USING DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS
(DMA)***

TRI WAHYUNI
NRP.1111 100 062

Advisor Lecturer
Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.

PHYSICS DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA 2015

**KARAKTERISASI TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG
4000-SILIKA KRISTOBALIT MENGGUNAKAN *DYNAMIC
MECHANICAL ANALYSIS* (DMA)**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

TRI WAHYUNI
NRP 1111 100 062

Disetujui oleh Tim Pembimbing Tugas Akhir

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



Surabaya, Juli 2015

KARAKTERISASI TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG 4000-SILIKA KRISTOBALIT MENGGUNAKAN *DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS (DMA)*

Nama : Tri Wahyuni
NRP : 1111100062
Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.

Abstrak

Sintesis dan karakterisasi termomekanis komposit polietilen glikol-silika kristobalit telah berhasil dilakukan. Polietilena glycol (PEG) 4000 digunakan sebagai matriks. Pengisi kristobalit dihasilkan dengan metode kopresipitasi menggunakan pasir silika dari Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan sebagai bahan baku. Komposisi PEG-silika bervariasi dalam komposit. Sifat termomekanis dikarakterisasi menggunakan instrumen *Dynamic Mechanical Analysis (DMA)* dengan modulus geser. Menurut karakterisasi XRD, pengisi mengandung 98,8 %wt kristobalit rendah dan 1,2 %wt trydimite. Analisis data FTIR dan XRD menunjukkan tidak ada puncak baru yang menunjukkan keberhasilan pembentukan komposit. Nilai modulus penyimpanan (G') komposit meningkat dengan penambahan kristobalit. Hal itu juga mengungkapkan bahwa dengan meningkatkan jumlah kristobalit, suhu transisi kaca (T_g) dan efektivitas pengisi pada modulus komposit meningkat. Sementara itu, modulus hilang (G'') meningkat dengan penambahan pengisi menunjukkan energi yang lebih besar yang dikeluarkan oleh komposit akibat gesekan. Nilai puncak dari faktor redaman ($\tan \delta$) menurun dengan meningkatnya jumlah pengisi karena pengisi akan menghambat pergerakan bebas rantai polimer. Puncak tertinggi dari $\tan \delta$ adalah sampel P100 yang tidak mengandung pengisi silika.

Kata kunci: komposit PEG 4000-Silika kristobalit, modulus penyimpanan, modulus hilang.

THERMOMECHANICAL CHARACTERIZATION OF PEG 4000-SILICA CRISTOBALITE COMPOSITES USING DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS (DMA)

Name : **Tri Wahyuni**
NRP : **1111100062**
Advisor : **Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

Abstract

Synthesis and thermomechanical characterization of polyethylene glycol-silica cristobalite composites have been successfully performed. The polyethylene glycol (PEG) 4000 was used as the matrix. The cristobalite filler was produced by a coprecipitation method using silica sand from Tanah Laut, South Kalimantan as the raw material. The PEG-silica composition was varied in the composites. The thermomechanical properties was characterised using Dynamic Mechanical Analysis (DMA) instrument with shear mode. According to the XRD characterization, the filler contained 98.8 %wt low cristobalite and 1.2 %wt trydimite. FTIR and XRD data analysis showed no new peaks indicating the success of the formation of the composite. The storage modulus (G') value of the composites increased with the addition of cristobalite. It was also found that by increasing the amount of cristobalite, the glassy transition temperature (T_g) and the effectiveness of filler on the moduli of the composites increased. Meanwhile, the loss modulus (G'') increased with the addition of fillers indicating the greater energy released by the composites due to friction. The peak value of the damping factor ($\tan \delta$) decreased with increasing filler amount since the filler will hinder the free movement of the polymer chains. The highest peak of the $\tan \delta$ is of the P100 sample which contained no silica filler.

Keywords: PEG 4000-silica cristobalite composites, DMA, storage modulus, loss modulus.

KATA PENGANTAR

Bismillahirrohmaanirrohiim

Puji syukur kehadiran Allah swt Yang Maha Penyayang karena atas ijin, rahmat, dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul **“Karakterisasi Termomekanik Komposit PEG4000-Silika Kristobalit Menggunakan *Dynamic Mechanical Analysis (DMA)*”**. Adapun tujuan dari penulisan Tugas Akhir ini adalah sebagai syarat untuk menyelesaikan program studi Strata – 1 di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Berbagai daya, upaya dan perjuangan turut mewarnai dalam penyusunan Tugas Akhir ini. Akhirnya dengan segala semangat yang dimiliki dan dukungan dari berbagai pihak maka tak lupa penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Bapak, Ibu, mas Imam, mas Eko, mbak Ila, Adik Fahim, Adik Nuha dan Zidan yang selalu memberikan semangat dalam penyelesaian tugas akhir ini.
2. Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D, selaku dosen pembimbing yang tidak hanya membimbing dalam pengerjaan tugas akhir ini, namun juga spiritual penulis.
3. Dr.Yono Hadi Pramono, M.Eng selaku ketua jurusan fisika FMIPA ITS yang telah memberikan kemudahan sarana kepada penulis selama kuliah sampai terselesaikannya tugas akhir ini.
4. Seluruh Staf Pengajar di Jurusan Fisika FMIPA ITS, terimakasih atas pendidikan, ilmu pengetahuan, dan motivasi yang telah diberikan.
5. Faridawati, M.Si selaku Koordinator Tugas Akhir Program S1 Jurusan Fisika FMIPA ITS.
6. Endarko Ph.D selaku dosen wali penulis atas bimbingan dan semangatnya selama ini.

7. Mbak Aini dan Gita selaku tim penelitian atas kerjasamanya dalam penyelesaian penelitian tugas akhir ini.
8. Mbak Ofa, Bu Upik, Fikriyatul Azizah, Afida, Filza, Kunti, Humat dan semua kelompok bimbingan yang memberikan semangat pada penulis untuk tidak menyerah dalam mengerjakan tugas akhir ini.
9. Mas Kafi dan semua teman-teman FOTON 2011 yang memberikan semangat dan kekeluargaannya selama ini, semoga tetap terjaga selamanya.
10. Pak Soleh dan Pak Slamet selaku laboran Lab. Fisika Zat Padat atas kerjasamanya dalam penyelesaian penelitian tugas akhir ini.
11. Segenap pihak yang berkontribusi dalam penyelesaian tugas akhir ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Semoga Tugas Akhir ini memberikan kontribusi dan menginspirasi terutama bagi pihak-pihak yang menekuni tema terkait, saran dan kritik sangat penulis harapkan untuk pengembangan penelitian Tugas Akhir berikutnya.

Surabaya, Juli 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah	4
1.3. Tujuan Penelitian.....	4
1.4. Batasan Masalah.....	4
1.5. Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1. Silika dan SiO ₂ kristobalit	7
2.2. Polimer dan Polietilen Glikol 4000	10
2.3. Komposit PMC dan sifat mekaniknya termasuk menggunakan <i>Dynamic Mechanical Analysis</i> (DMA) ...	13
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	19
3.1. Sintesis Silika kristobalit	19
3.2. Sintesis komposit PEG 4000-Silika kristobalit	21
3.3. Karakterisasi menggunakan instrumen <i>Dynamical Mechanical Analysis</i> (DMA).....	22
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	23
4.1. Hasil Sintesis Silika kristobalit.....	23
4.2. Hasil Sintesis Komposit PEG 4000- Silika kristobalit ...	28
4.3. Hasil karakterisasi komposit PEG 4000-SiO ₂ kristobalit menggunakan instrumen <i>Dynamical Mechanical Analysis</i> (DMA)	36

BAB V KESIMPULAN	49
5.1. Kesimpulan.....	49
5.2. Saran.....	50
DAFTAR PUSTAKA	51
LAMPIRAN	55
Biodata Penulis	75

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. <i>Typical Physical Properties</i> – CARBOWAX™ Polyethylene Glycol 4000	12
Tabel 4.1. Komposisi unsur serbuk berdasarkan hasil pengujian XRF	24
Tabel 4.2. Perbandingan panjang gelombang puncak spektrum FTIR antara referensi dengan sampel komposit PEG 4000-Silika kristobalit	29
Tabel 4.3. Hasil penentuan T_g komposit PEG 4000-Silika kristobalit melalui kurva storage modulus vs temperature.....	40
Tabel 4.4. Nilai Keefektifan Pengisi (C) dalam Menyimpan Energi dari Komposit PEG 4000 dengan Pengisi Silika kristobalit	42

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Representasi diagram fasa SiO ₂	8
Gambar 2.2.	Skema pengukuran dengan DMA mode <i>tensile/extensive</i> (tarik) dan <i>shear</i> (geser)	14
Gambar 2.3.	Tampilan Hasil DMA untuk carbon- fibre/epoxy (CF/epoxy) <i>tensile Mode</i>	15
Gambar 2.4.	Tampilan Hasil DMA Perkin Elmer-Pyris Diamond dengan shear sandwich measuring system (N5353030) pada material <i>rice starch</i> yang telah mengalami relaksasi (gelatinisasi)	17
Gambar 2.5.	Tampilan Hasil DMA Material polimer	18
Gambar 3.1.	(a) Instrumen DMA (b) <i>Shear Mode</i> (c) Pergerakan gaya sinusoidal yang bekerja pada sampel	22
Gambar 4.1.	Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi Cu-K α) dari (a) serbuk silika hasil perendaman dengan HCl (serbuk kuarsa) dan (b) serbuk hasil proses kopresipitasi (serbuk amorf)	25
Gambar 4.2.	Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi Cu-K α) dari serbuk silika kristobalit (SC)	26
Gambar 4.3.	Citra SEM mode elektron sekunder serbuk silika kristobalit (SC)	27
Gambar 4.4.	Citra TEM serbuk silika kristobalit (SC)	27
Gambar 4.5.	Spektrum FTIR untuk komposit PEG 4000- Silika kristobalit	29
Gambar 4.6.	Padatan (pelet) komposit PEG 4000-Silika kristobalit dari kiri PC20, PC40, PC60, PC80 dan P100	30
Gambar 4.7.	Citra SEM dan EDX komposit PEG 4000- Silika kristobalit untuk PC20	31
Gambar 4.8.	Citra SEM dan EDX komposit PEG 4000- Silika kristobalit untuk PC40	32
Gambar 4.9.	Citra SEM dan EDX komposit PEG 4000- Silika kristobalit untuk PC60	33

Gambar 4.10. Citra SEM dan EDX komposit PEG 4000-Silika kristobalit untuk PC80	34
Gambar 4.11. Grafik hasil XRD (Radiasi Cu-K α) padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit.....	35
Gambar 4.12. Grafik hasil perhitungan kristalinitas padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit.....	36
Gambar 4.13. Tampilan geometri sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit sebelum pengujian menggunakan DMA <i>mode shear</i>	37
Gambar 4.14. Hasil Keluaran DMA berupa <i>storage modulus</i> (G'), <i>loss modulus</i> (G''), dan <i>tan δ</i> (<i>damp factor</i>) pada komposit PC20.....	37
Gambar 4.15. Tampilan penentuan T_g dari puncak diferensial dari modulus penyimpanan terhadap temperatur pada komposit PC20	38
Gambar 4.16. Hasil DMA sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit <i>mode shear</i> dengan Storage Modulus sebagai fungsi temperatur	39
Gambar 4.17. Hasil pengujian DMA untuk Pengaruh temperatur terhadap <i>loss modulus</i> pada sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit <i>mode shear</i>	44
Gambar 4.18. Hasil pengujian DMA untuk pengaruh temperatur terhadap <i>tan δ</i> sampel padatan komposit PEG 4000-SiO ₂ kristobalit <i>mode shear</i>	45
Gambar 4.19. Tampilan sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit setelah pengujian menggunakan DMA <i>mode shear</i>	41
Gambar 4.20. Citra SEM sampel padatan komposit PEG 4000- Silika kristobalit setelah pengujian menggunakan DMA <i>mode shear</i> (a) untuk PC20 terjadi retakan (b) untuk PC80 terdapat porus yang cukup besar.....	47

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Diagram Alir Penelitian	55
Lampiran B Proses Sintesis Serbuk Kristobalit	62
Lampiran C Data ICSD dan COD Analisis Data Difraksi Sinar-X.....	65
Lampiran D Penghalusan Rietveld dengan Perangkat Lunak Rietica	69
Lampiran E Penentuan Transition Glass Temperature (T_g) komposit PEG 4000-Silika kristobalit dengan DMA	72
Lampiran F Perhitungan Besar Konstanta Keefektifan Pengisi (C)	73

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Indonesia merupakan salah satu negara kepulauan terbesar di dunia, dengan total 17.508 pulau, 81.000 km garis pantai dan 63% (3,1 juta km²) wilayah teritorialnya ditutupi oleh perairan laut yang diberkahi dengan beragam kekayaan sumber daya alam R. Dahuri, 1998). Sayangnya beragam kekayaan tersebut masih belum dimanfaatkan secara optimal, salah satunya adalah pemanfaatan pasir alam. Pasir alam Indonesia yang umumnya berwarna putih tersebut memiliki kecenderungan material berupa pasir kuarsa (SiO₂), namun masih mengandung senyawa pengotor seperti CaO, Fe₂O₃, TiO₂, Al₂O₃, MgO, dan K₂O. Sehingga perlu upaya khusus untuk mendapatkan silika dengan kemurnian yang tinggi. Persebaran pasir kuarsa di Indonesia khususnya di Tanah Laut, Kalimantan Selatan yaitu sepanjang pantai Pelaihari dengan kadar silikon oksida antara 94,4%-99,0% (Wianto T dan Ninis H.H, 2008).

Pasir kuarsa adalah mineral utama dari silikon dioksida dan salah satu mineral pembentuk kristal optik. Silika termasuk senyawa polimorfi, di antaranya adalah α - dan β -quartz, α - dan β -cristobalite, keatite, coesite, stishovite, SiO₂-*glass*, endapan amorphous, dan molten SiO₂ (Sosman R.B, 1965). Dari berbagai fasa tersebut, secara ilmiah diakui empat fasa SiO₂ pada tekanan normal, yaitu kuarsa, tridimit, kristobalit dan kaca kuarsa. Kristobalit adalah salah satu modifikasi fasa yang paling menarik dan SiO₂ yang menjanjikan untuk berbagai aplikasi silika, misalnya bahan kaca-keramik. Dalam banyak aplikasi silika, sangat penting untuk mengontrol transformasi kristobalit. Pembentukan kristobalit pada temperatur tinggi merupakan bagian penting dari proses keramik kaca dan refraktori silika. Transformasi kristobalit dalam bentuk serbuk dan sinter silika dipelajari oleh Wang dan Hon pada 1995, Li et al pada 2008 dan Kazemi et al pada 2013 (Breneman, Ryan C., 2014). Metode yang

sering digunakan dalam sintesis kristobalit adalah hidrotermal, yang meliputi sol/gel murni, sol/gel campuran, dan impregnasi basah. Dengan metode sol/gel murni setelah pemanasan 4 jam pada $1350 \pm \text{ }^\circ\text{C}$ didapatkan kandungan β -kristobalit tinggi (sekitar 95%) dan sedikit α -kristobalit (Breneman, Ryan C., 111-113, 2014). Hilal (1987) menjelaskan bahwa pada suhu ruang, silika tersusun dalam bentuk heksagonal dan kuarsa merupakan fasa kristal yang paling stabil hingga pada suhu $> 875 \text{ }^\circ\text{C}$, sebagian kuarsa bertransformasi menjadi kristobalit. Selain itu, silika dengan fasa kristobalit dari sintesis pasir alam juga didapatkan setelah pemanasan $950 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 8 jam (Aristia, 2013). Silika kristobalit yang memiliki sifat berupa kekuatan mekanik (kekuatan tarik) yang relatif tinggi (39,1 Gpa) tentunya sesuai apabila digunakan sebagai filler (penggisi) dari komposit dengan matrix polimer yang memiliki kekuatan mekanik relatif rendah.

Polietilen glikol (PEG) merupakan salah satu contoh polimer yang banyak digunakan dalam industri pangan, kosmetik, dan farmasi (Basel, B., 2009). PEG mempunyai sifat stabil, mudah larut dalam air, tidak beracun, non-korosif, tidak berbau, tidak berwarna, tersebar merata, higroskopis, dan juga dapat mengikat pigmen (Gao, Kuixiong, 1993). PEG 4000 merupakan salah satu polimer padatan semikristalin yang secara luas digunakan. PEG 4000 memiliki berat molekul rata-rata 3600-4400 g/mol. Secara umum, sifat mekanik berupa kekuatan tarik (*tensile strength*) dari PEG 4000 relatif rendah yaitu 128 MPa (Feng dkk, 2014), jika dibandingkan dengan bahan keramik yang relatif tinggi, misalnya pada SiO_2 kuarsa (41,1 GPa), SiO_2 kristobalit (39,1 GPa), SiO_2 glass (30,9 GPa) (Pabst dkk., 2014), sehingga diperlukan penguat untuk memperbaiki sifat mekanik dari PEG.

Komposit bermatriks PEG telah disintesis sebagai biomaterial dan termo sensitif PEG-PCL-PEG copolymer/collagen/n-HA dengan pengisi silika sebagai pengarah pertumbuhan tulang (Fu, S. dkk., 2012). Sintesis komposit PEG juga telah dilaporkan sebagai material penyimpan energi dari

Phase Change Materials (PCMs) pada sistem solar energi (Tang dkk., 2012). Dalam hal kekuatan mekanik komposit PMC, Peng (2005) telah melakukan penelitian sifat mekanik dinamis pada nanokomposit polyvinylalcohol/silika (PVA/SiO₂) dengan menggunakan instrumen NETZSCH DMA 242C mode tension. Hasil penelitian menunjukkan bahwa seiring dengan penambahan SiO₂ meningkatkan kekuatan mekanik nanokomposit (Peng, Zheng dkk., 2005). Hubungan antara sifat mekanik yang dinamis dan kadar SiO₂ sangat berguna untuk mengembangkan produk nanokomposit PVA/SiO₂. Hadiyawardan (2008) juga telah membuktikan bahwa penambahan silikon dioksida (SiO₂) pada polimer epoksi resin dengan variasi komposisi bahan, waktu dan suhu, telah berhasil menambah kekuatan polimer tersebut ketika dilakukan uji tekan (Hadiyawardan dkk., 2008). Namun belum terdapat kajian lebih lanjut bagaimana sifat viskoelastisnya sebagai karakteristik yang khas dari bahan polimer serta komposit polimer dengan pengisi silika kristobalit. Keberadaan polimer sebagai perekat nanopartikel dan kiralinitas nanopartikel yang tinggi (dalam bentuk padatan) membentuk polimer-nanokomposit yang menghasilkan kombinasi kekuatan, fleksibilitas, dan kekakuan yang lebih baik dibandingkan material superkuat yang ada sekarang. Berdasarkan hal tersebut, dapat diasumsikan bahwa silika kristobalit termasuk salah satu material yang dapat digunakan untuk meningkatkan sifat mekanik polimer seperti PEG dengan membuat komposit PEG 4000-SiO₂ kristobalit.

Sehingga, dalam penelitian ini akan disintesis silika dengan kristalinitas tinggi yaitu silika kristobalit yang berbasis pasir alam dari Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan yang kemudian akan dijadikan komposit PEG 4000-SiO₂ kristobalit dan dilakukan karakterisasi terhadap kekuatan mekanik (*shear mode/modulus geser*) dan sifat viskoelastisnya dengan menggunakan *Dynamic Mechanical Analysis* (DMA).

1.2. Perumusan Masalah

Penelitian ini mengkaji pengaruh pengisi silika kristobalit dalam komposit PEG-silika kristobalit terhadap sifat termomekanik dengan menggunakan instrumen *Dynamical Mechanical Analysis* (DMA) *mode shear*. Terdapat beberapa permasalahan yang diangkat pada penelitian ini, yaitu mendapatkan serbuk silika kristobalit dari sintesis pasir alam yang didapatkan dari Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan serta karakterisasi sifat termomekanik (modulus geser) komposit PEG-silika kristobalit dengan menggunakan instrumen *Dynamical Mechanical Analysis* (DMA) *mode shear*.

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dalam penelitian ini adalah:

1. Mendapatkan serbuk silika kristobalit dari sintesis pasir alam yang didapatkan dari Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan
2. Mengetahui sifat termomekanik komposit PEG-silika kristobalit dengan menggunakan instrumen *Dynamical Mechanical Analysis* (DMA) *mode shear*

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bahan dasar yang digunakan adalah pasir alam dari Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan
2. Silika yang digunakan dalam penelitian ini adalah silika kristobalit hasil sintesis pasir alam dari Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan
3. Mode instrumen *Dynamical Mechanical Analysis* (DMA) adalah *mode shear*.

1.5. Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut:

1. Memberikan gambaran mengenai pemanfaatan sumber daya pasir alam
2. Memberikan pemahaman tentang bagaimana pengaruh kristobalit terhadap sifat termomekanik komposit PEG-silika kristobalit dengan menggunakan instrumen *Dynamical Mechanical Analysis (DMA) mode shear*.

“halaman ini sengaja dikosongkan”

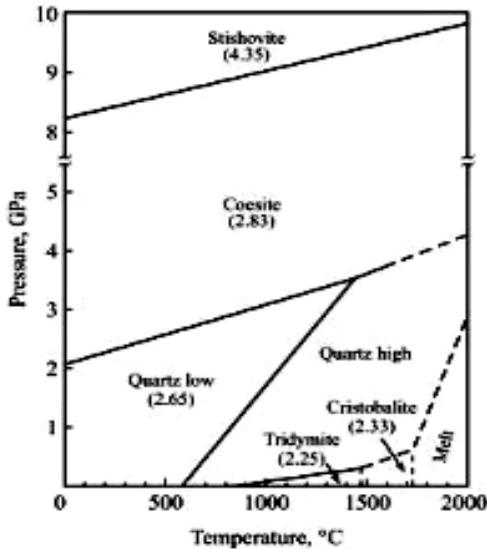
BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Silika dan SiO₂ kristobalit

Silikon dioksida (SiO₂) atau biasa disebut dengan silika, pada umumnya ditemukan di alam dalam batu pasir, pasir silika atau quartzite. Zat ini merupakan material dasar pembuatan kaca dan keramik. Silika merupakan salah satu material oksida yang keberadaannya berlimpah di alam. Keberadaannya bisa dalam bentuk amorf dan kristal (Hadiyawarman dkk., 2008). Pasir silika di alam, pada umumnya mengandung senyawa pengotor (*impurities*) seperti oksida besi, oksida kalsium, oksida alkali, oksida magnesium, lempung dan zat organik hasil pelapukan sisa-sisa hewan dan tumbuhan. Endapan pasir silika banyak tersebar di beberapa tempat di Indonesia dengan kadar silikon oksida antara 55,30% - 99,87% (Suhala, dkk, 1997). Persebaran pasir silika di Indonesia khususnya di Tanah Laut, Kalimantan Selatan yaitu sepanjang pantai Pelabuhan dengan kadar silikon oksida antara 94,4% - 99,0 % (Wianto T dan Ninis H.H, 2008).

Silika termasuk senyawa yang unik karena termasuk polimorf, di antaranya adalah α - dan β -quartz, α - dan β -cristobalite, keatite, coesite, stishovite, SiO₂-glass, endapan amorphous, dan molten SiO₂. Diagram fasa SiO₂ yang biasa digunakan dalam literatur seperti terlihat pada Gambar 2.1. Dari berbagai fasa tersebut, secara ilmiah diakui empat fasa SiO₂ pada tekanan normal, yaitu kuarsa, tridimit, kristobalit dan kaca kuarsa. Pada kristal kuarsa, ikatan atom Si-O-Si dari tetrahedral yang berdekatan dihubungkan dalam arah melingkar dan membentuk spiral, sehingga struktur kuarsa terdiri dari rantai-rantai spiral tersebut. Struktur kristobalit sama dengan struktur tridimit. Rangkaian tetrahedral membentuk cincin-cincin datar, setiap cincin terdiri dari 6 atom Si dan 6 atom O, tetapi karena bidang cincin sedikit terdistorsi, maka tidak semua atom Si terletak sebidang. Struktur kristobalit dan tridimit merupakan susunan

dari rantai-rantai cincin tersebut. Perbedaannya adalah distorsi bidang cincin pada kristobalit lebih besar dibandingkan tridimit.



Gambar 2.1 Representasi diagram fasa SiO₂ (Schmelzer, J. W. P dan Ropke, G., 2011)

Perbedaan bentuk kristal pada silika juga memperlihatkan perbedaan pada sifat silika itu sendiri. Kristobalit adalah salah satu modifikasi struktur fasa yang paling menarik dan SiO₂ yang menjanjikan dalam berbagai aplikasi silika. Pada suhu rendah atau α -kristobalit memiliki rasio Poisson yang negatif, yaitu menjadi lebih luas bila diregangkan dan tipis bila dikompresi. Pada suhu tinggi, β -kristobalit stabil sampai dengan titik leleh SiO₂ (± 1725 °C) dan ditandai dengan koefesien ekspansi termal rendah (hampir cenderung nol) (Schmelzer, J. W. P dan Ropke, G., 2011). Dalam banyak aplikasi silika, sangat penting untuk mengontrol transformasi kristobalit. Pembentukan kristobalit pada temperatur tinggi merupakan bagian penting dari proses

keramik kaca dan refraktori silika. Metode sintesis kristobalit yang biasa digunakan dalam publikasi ilmiah terutama untuk produksi mikro atau bahkan serbuk nano kristobalit adalah metode hidrotermal dan sol gel. Menurut (Zhu, Y, dkk, 2005) dan (Bychkov, A.M., dkk., 1996), sintesis hidrotermal pada suhu tinggi, β -kristobalit relatif stabil pada suhu kamar karena tingginya basa dopan. Namun, stabilitas termal β -kristobalit dan mekanisme transisi $\alpha \rightarrow \beta$ tidak cukup dijelaskan sampai sekarang.

Sekarang ini, terdapat berbagai metode yang dapat digunakan dalam membentuk nanosilika, diantaranya kopresipitasi, sol-gel, mikroemulsi, hidrotermal/solvotermal, dll. Penelitian mengenai sintesis silika dari bahan alam dilakukan oleh Izzati (2013) yang telah berhasil sintesis nanosilika berbasis pasir alam Bancar dengan metode kopresipitasi dan didapatkan kemurnian sebesar 96% dan didapatkan fase kristobalit sebesar 43,9% pada kalsinasi 900 °C selama 10 jam (Izzati, Hanna Nur dkk., 2013). Selain itu, Arifudin (2013) juga telah berhasil mensintesis nanosilika dari lumpur Sidoarjo melalui metode kopresipitasi (dengan bahan HCl 37% (Merck), NaOH 99% (Merck), dan Aquades) didapatkan kemurnian sebesar 98,5 wt% melalui uji XRF (*X-Ray Fluorocent*) dan ukuran diameter antara 4,119 nm – 26,824 nm melalui uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*) (Arifudin, A.Z., Munasir, 2013). Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Kopresipitasi merupakan metode yang prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat. Produk dari metode ini diharapkan memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih homogen daripada metode *solid state* dan ukuran partikel yang lebih besar dari pada metode sol-gel (Arief, Syukri, 2011). Sementara itu, Mori (2003) dengan pendekatan

sintesis lain berhasil mendapatkan 99,9% silika dengan cara melanggar ikatan kimia menggunakan larutan alkali, misalnya, KOH dan NaOH, diikuti oleh ikatan silika (SiO_2) dari gelas limbah berwarna. Metode ini dikenal dengan metode alkali fusion (Mori, Hidetsugu, 2003). Metode yang sering digunakan dalam sintesis kristobalit adalah hidrotermal, yang meliputi sol/gel murni, sol/gel campuran, dan impregnasi basah. Dengan metode sol/gel murni setelah pemanasan 4 jam pada $1350 \pm ^\circ\text{C}$ didapatkan kandungan β -kristobalit tinggi (sekitar 95%) dan sedikit α -kristobalit (Breneman, Ryan C., 111-113, 2014). Hilal (1987) menjelaskan bahwa pada suhu ruang, silika tersusun dalam bentuk heksagonal dan kuarsa merupakan fasa kristal yang paling stabil hingga pada suhu $> 875 ^\circ\text{C}$, sebagian kuarsa bertransformasi menjadi kristobalit. Selain itu, silika dengan fasa kristobalit dari sintesis pasir alam juga didapatkan setelah pemanasan $950 ^\circ\text{C}$ selama 8 jam (Aristia, 2013). Pemurnian silika yang berasal dari pasir alam dilakukan dengan tujuan untuk mendapatkan silika yang kemudian dapat disintesis menjadi mikro dan nanosilika. Oleh karena itu, untuk mendapatkan preparasi serbuk silika kristobalit, dalam penelitian ini akan digunakan metode sintesis alkali fusion yang meliputi proses hidrotermal dan kopresipitasi.

2.2 Polimer dan Polietilen Glikol 4000

Polimer merupakan molekul besar yang terbentuk dari unit-unit berulang sederhana (monomer). Nama ini berasal dari bahasa Yunani, poly yang berarti ‘banyak’ dan mer yang berarti ‘bagian’. Umumnya polimer dibangun oleh satuan struktur yang tersusun secara berulang diikat oleh gaya tarik menarik yang disebut ikatan kovalen, dimana ikatan setiap atom dari pasangan menyumbangkan satu elektron untuk membentuk sepasang elektron (Surdia, 1995). Polimer termasuk material yang memiliki aplikasi luar biasa karena memiliki sifat yang unik dan dipengaruhi oleh struktur spesifik ikatan silang (*crosslink*) antar rantainya, namun tidak semua polimer memiliki *crosslink*. Umumnya, polimer menunjukkan sifat viskoelastik yang

dipengaruhi oleh perubahan kondisi lingkungan, seperti temperatur dan gaya. Sehingga dalam aplikasinya, sering kali harus mempertimbangkan sifat viskoelastik polimer terhadap perubahan temperatur dan gaya yang berubah-ubah (Menard, 2008). Sifat viskoelastik menunjukkan kecenderungan material untuk mengalir, kehilangan energi dalam bentuk panas (*damping*), dan kemampuan untuk kembali dari deformasi (elastik).

Salah satu contoh polimer yang banyak digunakan dalam industri pangan, kosmetik, dan farmasi adalah polietilen glikol (PEG). PEG termasuk dalam polimer sintesis, dimana PEG mempunyai sifat kelarutan yang baik dalam air dan kesamaan secara struktur kimia karena adanya gugus hidroksil primer pada ujung rantai polieter yang mengandung oksietilen ($-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$). PEG termasuk polimer dengan rantai ikatan silang (*crosslink*), yang mana *crosslink* adalah ikatan polimer yang terbentuk karena beberapa rantai polimer saling berikatan satu sama lain pada rantai utamanya dan membentuk jaringan tiga dimensi. Tingkat *crosslink*, diukur dari segi *crosslink density*, bersama-sama dengan struktur molekul, yang memiliki dampak pada karakteristik *swelling* sistem *crosslink*. Struktur *crosslinked* putus selama fraktur. PEG mempunyai sifat stabil, mudah larut dalam air, tidak beracun, non-korosif, tidak berbau, tidak berwarna, tersebar merata, higroskopis, dan juga dapat mengikat pigmen. Bentuk PEG tergantung dari berat molekul (BM). Semakin besar nilai BM, maka akan semakin padat PEG tersebut. Dalam penelitian ini, akan digunakan PEG padatan semikristalin, yaitu PEG 4000.

PEG 4000 adalah polietilen glikol; $\text{H}(\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2)_n\text{OH}$, dengan harga n antara 68 dan 48. PEG 4000 berarti berat molekul rata-ratanya mendekati 4000. Sifat fisis dari PEG 4000 dapat dilihat pada Tabel 2.2. 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 untuk obat-obatan, PEG juga dimanfaatkan untuk produk pasta gigi, karena mampu mengikat air. Selain itu, komposit bermatriks PEG telah disintesis sebagai biomaterial dan termo sensitif PEG-PCL-PEG copolymer/ collagen/n-HA dengan pengisi silika sebagai pengarah pertumbuhan tulang (Fu, S. dkk., 2012). Sintesis komposit PEG juga telah dilaporkan sebagai material penyimpan energi dari Phase Change Materials (PCMs) pada sistem solar energi (Tang dkk., 2012). Selain itu, komposit polimer dengan *matrix* PEG 4000 dan pengisi keramik Al₂O₃ untuk aplikasi *magnesium batteries* juga dipelajari oleh (Hadiyawarman, dkk., 2008)

Tabel 2.1 *Typical Physical Properties – CARBOWAX™ Polyethylene Glycol 4000*

<i>Range of Avg. Molecular Weight</i>	3600-4400
<i>Range of Average Hydroxyl Number, mg KOH/g</i>	25-32
<i>Density, g/cm³@ 60°C</i>	1.0926
<i>Melting or Freezing Range, C</i>	53-59
<i>Solubility in Water at 20°C, % by wt</i>	66
<i>Viscosity at 100°C, cSt</i>	140.4
<i>Average Number of Repeating Oxyethylene Units</i>	90.5
<i>Avg. Liquid Specific Heat, cal/g/°C</i>	0.51
<i>Heat of Fusion, Cal/g</i>	45
<i>pH at 25°C, 5% Aqueous Solution</i>	4.5-7.5
<i>Flash Point, Pensky Martens Closed Cup, C</i>	229
<i>Flash Point, Cleveland Open Cup, °C</i>	291
<i>Physical Form</i>	Granular ² , Flake ² , Molten ²
<i>Weight per gallon, lbs/gal @ 80°C(molten)</i>	8.99

1. Typical properties, not to be construed as specifications

2. Contains BHT, 100 ppm nominal

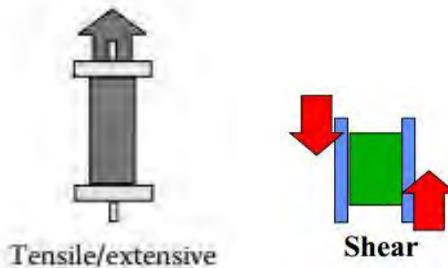
2.3 Komposit PMC dan sifat mekaniknya termasuk menggunakan *Dynamic Mechanical Analysis (DMA)*

Material komposit merupakan suatu substansi yang tersusun dari kombinasi dua atau lebih material yang berbeda. Material baru ini diharapkan dapat memberikan sifat yang lebih baik dibandingkan dengan bahan penyusunnya. Terdapat dua komponen penting dalam penyusunan komposit, yaitu *matrix* dan *filler* (pengisi). Fungsi utama dari *matrix* adalah melindungi komposit dari gangguan luar (tekanan, suhu dsb), mentransfer beban yang diterima komposit kepada penguat yang digunakan. *Filler* atau pengisi merupakan material penguat yang ditambahkan dalam *matrix*. Pengisi tidak hanya menyempurnakan struktur *matrix*, tetapi juga digunakan untuk merubah sifat fisik, seperti modulus dan konduktivitas panas (*thermal*). Dalam komposit, komponen pengisi harus memiliki modulus elastis yang lebih tinggi dibandingkan dengan komponen matriknya serta harus ada ikatan antar permukaan yang kuat antara komponen pengisi dengan komponen *matrix* (Hadiyawarman, dkk., 2008).

Ikatan antar partikel yang terjadi pada material nanokomposit memainkan peranan penting pada peningkatan dan pembatasan sifat material. Partikel-partikel yang berukuran nano tersebut memiliki luas permukaan interaksi yang tinggi. Semakin banyak partikel yang berinteraksi, semakin kuat pula material. Inilah yang membuat ikatan antar partikel semakin kuat sehingga sifat mekanik material bertambah. Namun, penambahan partikel-partikel nano tidak selamanya akan meningkatkan sifat mekaniknya. Ada batas tertentu dimana saat dilakukan penambahan, kekuatan material justru semakin berkurang. Namun pada umumnya, material nanokomposit menunjukkan perbedaan sifat mekanik, listrik, optik, elektrokimia, katalis, dan struktur dibandingkan dengan material penyusunnya (Hadiyawarman dkk., 2008)

Hubungan antara sifat mekanik dinamis material telah dipelajari beberapa peneliti dengan menggunakan instrumen *Dynamic Mechanical Analysis* (DMA). DMA dapat mengukur sifat modulus dan redaman bahan sebagai akibat dari deformasi di bawah tekanan dinamis. Modulus ini tergantung pada suhu dan tegangan. Modulus menunjukkan seberapa baik suatu bahan akan bekerja dalam aplikasi tertentu di dunia nyata. Modulus yang diukur dengan DMA tidak sama dengan Modulus Young dari kurva tegangan-regangan klasik, dimana modulus Young adalah kemiringan dari kurva tegangan-regangan di daerah linier awal.

Dalam DMA, terdapat beberapa mode pengukuran sesuai dengan arah gaya yang diberikan, seperti mode *tensile/extension* dan *shear* yang ditunjukkan oleh Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Skema pengukuran dengan DMA mode *tensile/extension* (tarik) dan *shear* (geser)

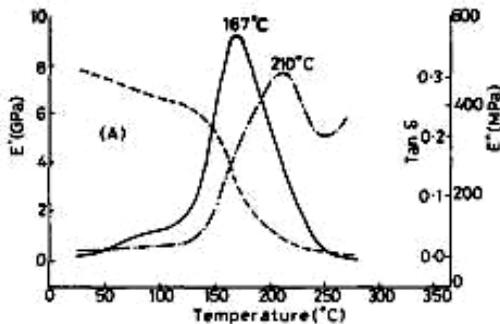
Setiap mode yang digunakan dalam pengukuran memiliki macam modulus yang berbeda, untuk mode *tensile/extension* disebut Young modulus dengan simbol E , dan untuk mode *shear* disebut shear modulus dengan simbol G . Secara teoritik menurut Hukum Hook (untuk benda elastik) atau Hukum Newton (untuk benda viskus), apabila sebuah benda diberi tegangan (σ), akan mengalami regangan (ϵ), yang relasinya dinyatakan dengan:

$$\epsilon = E\sigma \dots \dots \dots (2.1)$$

dengan E adalah modulus elastisitas dari benda tersebut. Pengukuran dengan DMA yang menggunakan tegangan

sinusoidal untuk merekam respon dari material berupa sinyal tegangan yang juga sinusoidal, akan menghasilkan sinyal respon yang bervariasi. Jika sinyal respon sefase (*in phase*) dengan tegangan awal atau $\delta = 0^\circ$, maka material dikatakan elastik sempurna. Apabila sinyal respon berbeda fase sebesar $\delta = 90^\circ$, maka dikatakan viskus sempurna. Namun apabila sinyal respon yang terjadi adalah di antaranya, atau sebesar $0^\circ < \delta < 90^\circ$, maka material dikatakan viskoelastik.

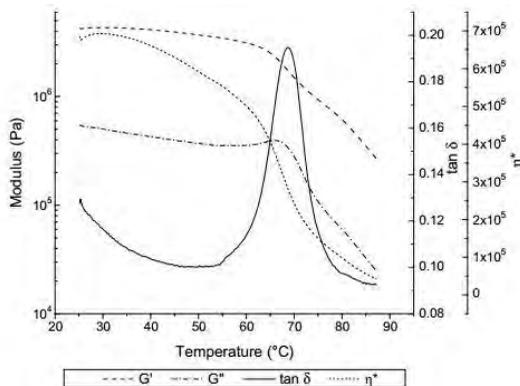
Secara umum dalam DMA, modulus kompleks (E^*), modulus elastisitas atau *storage modulus* (E'), dan modulus imajiner atau *loss modulus* (E'') dihitung dari respon material terhadap gelombang sinus yang menunjukkan kemampuan bahan untuk menyimpan energi, kehilangan energi dan rasio efek ($\tan \delta$) (Menard, 2008). *Storage modulus* (E') bahan akan turun secara drastis seiring dengan peningkatan viskoelastis dan *loss modulus* (E'') naik maksimum. *Storage modulus* turun bergantung pada interaksi intermolekular dan intramolekular yang bisa merubah posisi atom-atom pada polimer. Sehingga nilai *storage modulus* tertinggi bergantung pada interaksi intermolekular yang paling kuat. Dengan demikian DMA mampu menjelaskan sifat viskoelastis bahan polimer.



Gambar 2.3 Tampilan Hasil DMA untuk carbon-fibre/epoxy (CF/epoxy) *tensile Mode* (Akay, M., 1993)

Selain itu, dalam interpretasi DMA pada bahan kompleks seperti komposit polimer, penentuan glass transition (T_g) adalah penting. Transisi kaca dikaitkan dengan gerakan bersama sejumlah rantai polimer, termasuk dari rantai polimer tetangga. Gambar 2.3 menunjukkan tampilan dari hasil DMA untuk komposit polimer carbon-fibre/epoxy (CF/epoxy). Data yang didapat berupa kurva modulus penyimpanan (E'), modulus hilang (E'') dan faktor redaman ($\tan \delta$) terhadap temperatur. Pada mode *transverse*, fiber dan matrix mengalami stress secara seragam dan transisi glass terjadi pada rentang suhu yg lebih luas. Definisi T_g oleh puncak dari E'' menunjukkan suhu dimana terjadi kerusakan kekakuan secara signifikan.

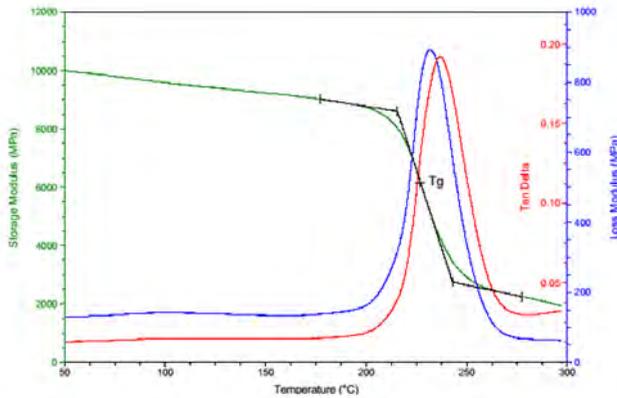
Pengukuran dengan mode *shear* (geser), juga menghasilkan data berupa modulus penyimpanan (*storage modulus*, G'), yang terkait dengan kemampuan material untuk kembali atau menyimpan energi dalam geser yang mewakili daerah elastik, faktor hilang (*loss modulus*, G''), yang terkait dengan hilangnya energi sebagai panas yang mewakili daerah viskus faktor redaman yang dialami material dan $\tan \delta$ yang menunjukkan perbandingan antara faktor hilang dengan modulus penyimpanan. DMA telah banyak digunakan untuk mempelajari relaksasi polimer, seperti suhu transisi kaca, modulus selama proses pemanasan, efek laju geser pada viskositas serta peristiwa gelatinisasi. Gambar 2.4 menunjukkan hasil pengukuran DMA Perkin Elmer-Pyris Diamond dengan *shear sandwich measuring system (N5353030)* pada material *rice starch* yang telah mengalami gelatinisasi.



Gambar 2.4 Tampilan DMA Perkin Elmer-Pyris Diamond dengan *shear sandwich measuring system* (N5353030) pada material *rice starch* yang telah mengalami relaksasi (gelatinisasi) (Xie, Fengwei. dkk., 2007)

Gambar 2.5 berikut dapat diketahui bahwa dari hasil kurva *storage modulus* fungsi *temperature*, penurunan nilai *storage modulus* terjadi pada suhu rendah dan mengindikasikan terjadinya kegagalan mekanik serta penentuan T_g pada polimer. Selain itu, puncak dari *loss modulus* lebih erat terkait dengan perubahan sifat fisik yang dikaitkan dengan transisi dari *glass* ke *rubbery*. $Tan \delta$ merupakan perbandingan dari *loss modulus* dengan *storage modulus*. (Turi, Edith A., 1997).

Peng (2005) telah melakukan penelitian hubungan antara sifat mekanik dinamis pada nanokomposit polyvinylalcohol/silika (PVA/SiO₂) dengan menggunakan instrumen NETZSCH DMA 242C *mode tension*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa seiring dengan penambahan SiO₂ meningkatkan kekuatan mekanik nanokomposit. Hubungan antara sifat mekanik yang dinamis dan kadar SiO₂ sangat berguna untuk mengembangkan produk nanokomposit PVA/SiO₂ (Peng, Zheng, dkk., 2005). Selain itu, Grunlan (2000) juga melakukan pengujian kekuatan mekanik komposit PMC carbon *black-filled* poly(N-vinylpyrrolidone) dengan DMA mode *nanoindentation*. Hasil yang ditunjukkan adalah, modulus elastisitas meningkat modulus dengan -



Gambar 2.5 Tampilan Hasil DMA pada Material polimer (Sims, G.D. dan Gnaniah, S.J.P.)

konsentrasi karbon hitam, namun pada konsentrasi karbon hitam lebih besar dari 25 %vol, penyimpanan modulus (E') menurun dengan meningkatnya jumlah karbon hitam. Penurunan modulus ini disebabkan porositas yang berkembang di film komposit ketika konsentrasi volume pigmen kritis telah terlampaui (Grunlan dkk., 2000).

Dalam penelitian ini, jenis komposit yang digunakan adalah *polimer matrix composite* (PMC), dengan *matrix* yang digunakan adalah bahan polimer yaitu PEG 4000. Hal ini dikarenakan PEG 4000 memiliki sifat stabil, mudah bercampur dengan komponen-komponen lain, tidak beracun, dan tidak iritatif. Selain itu PEG 4000 dapat dipakai untuk mengontrol ukuran dan struktur pori (Perdana, 2010). Kemudian pengisi yang ditambahkan dalam PMC ini silika kristobalit (SC) dari hasil sintesis pasir alam. Komposit PEG 4000-SiO₂ kristobalit tersebut kemudian akan dikarakterisasi modulus gesernya menggunakan DMA.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan serbuk silika kristobalit dari sintesis pasir alam yang didapatkan dari Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan serta karakterisasi sifat termomekanik komposit PEG 4000-silika kristobalit dengan instrumen *Dynamical Mechanical Analysis* (DMA). Metode penelitian akan diuraikan dalam tiga bagian, yaitu (1) sintesis silika kristobalit, (2) sintesis komposit PEG 4000-Silika kristobalit, dan (3) karakterisasi menggunakan instrumen *Dynamical Mechanical Analysis* (DMA) *shear mode*.

3.1. Sintesis Silika kristobalit

Silika kristobalit yang akan digunakan dalam penelitian ini berasal dari sintesis silika kuarsa yang selanjutnya menghasilkan silika amorf kemudian dikalsinasi pada temperatur tertentu sehingga didapatkan silika kristobalit.

Untuk mendapatkan silika dalam bentuk kuarsa, pasir alam yang didapatkan dari Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan, dicuci dengan aquades dan dikeringkan pada suhu ± 80 °C selama 12 jam. Kemudian dilakukan ekstraksi menggunakan magnet permanen untuk mengurangi kadar *magnetic compound* dalam pasir. Kemudian, pasir diayak (100 *mesh*) untuk memperoleh serbuk dengan ukuran yang seragam dan dilakukan ekstraksi lagi menggunakan magnet permanen yang kemudian dinamakan pasir magnet (PM) dan dikarakterisasi menggunakan *X-ray fluorescence spectrometry* (XRF) untuk mendapatkan informasi persen unsur.

Selanjutnya pasir dihaluskan dengan metode *wet milling* yang menggunakan medium alkohol 96% selama satu jam dengan kecepatan 150 rotasi per menit (rpm) dengan bola zirkonia (untuk 30 gram pasir, 50 ml alkohol dan 48 bola zirconia). Setelah selesai proses *wet milling*, pasir dikeringkan dengan temperatur 50°C selama ± 12 jam dan dinamakan pasir setelah *wet milling*

(PW) dikarakterisasi menggunakan XRF. Guna meningkatkan kemurnian serbuk silika tersebut, dilakukan proses *stirring* dengan HCl 2M (dari HCl 37%) selama 30 menit dan perendaman selama 12 jam (perbandingan silika dan HCL adalah 1 gr : 30 ml). Setelah proses perendaman, endapan serbuk dinetralkan dengan aquades hingga pH ± 7 kemudian dikeringkan. Sehingga didapatkan serbuk silika kuarsa (SQ) yang selanjutnya akan diuji dengan *X-ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa dan XRF untuk mendapatkan informasi persen unsur.

Serbuk pasir silika kuarsa selanjutnya dilarutkan dengan NaOH 7M (NaOH 99%) dengan komposisi 21 gr NaOH, 5 gr silika quartz dan dilarutkan dengan aquades sampai 75 ml kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik (*magnetic bar*) pada temperatur 300 °C selama 2 jam. Sampel kemudian dilarutkan kembali dengan 200 ml aquades dan *stirring* tanpa suhu selama satu jam dan disaring menggunakan kertas saring. Larutan yang lolos saring merupakan larutan sodium silikat (Na_2SiO_3). Larutan sodium silikat selanjutnya digunakan dalam proses kopresipitasi. Sampel diaduk menggunakan pengaduk magnetik (*magnetic bar*) kemudian dititrasi menggunakan larutan HCl 2M hingga pH larutan berubah menjadi 7. Sampel kemudian dibiarkan mengendap selama 24 jam, dan dilakukan pencucian menggunakan aquades untuk menggunakan kandungan garam (NaCl) yang terbentuk pada proses titrasi. Setelah itu, sampel dikeringkan dengan temperatur 80 °C selama 24 jam, sehingga didapatkan serbuk silika amorf. Serbuk silika amorf (SA) tersebut kemudian diuji dengan XRD untuk mengetahui fasa dan dikarakterisasi menggunakan *Differential Scanning Calorimeter* (DSC) dan *Thermogravimetry Analyzer* (TGA), untuk mengetahui karakteristik sampel terhadap perlakuan panas yang diberikan.

Sampel serbuk silika amorf selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 950 °C selama 8 jam. Sehingga didapatkan serbuk silika kristobalit (SC). Serbuk tersebut dikarakterisasi *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mendapatkan distribusi ukuran partikel, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui

morfologi dan struktur mikro material, *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Serbuk SC tersebut selanjutnya akan digunakan dalam proses sintesis komposit PEG 4000-silika kristobalit.

3.2. Sintesis komposit PEG 4000-silika kristobalit

Komposit PEG 4000-silika kristobalit dibuat dengan komponen utama adalah serbuk SC sebagai pengisi (pengisi) dan PEG 4000 yang merupakan polimer akan berperan sebagai pengikat (*matrix*). Fasa awal, kedua bahan dasar dikarakterisasi dengan *X-ray diffraction* (XRD). Komposit dibuat dengan komposisi berat PEG 4000-SiO₂ diatur dengan perbandingan % fraksi volumenya berturut-turut (20:80), (40:60), (60:40), (80:20), PEG 4000 100%, dan dicampurkan menggunakan mortar selama 30 menit. Sebelum campuran serbuk tersebut dibentuk padatan dilakukan uji ikatan kimia menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Kemudian, campuran serbuk komposit tersebut dibentuk menjadi silinder (pelet) menggunakan pencetak *stainless steel* dengan diameter 1,45±0,05 cm dan ditekan dengan beban 4500 N. Selanjutnya dilakukan pemanasan pada pelet tersebut dengan temperatur 50 °C selama ± 30 menit. Material hasil proses ini diharapkan berupa padatan komposit berbentuk silinder. Selanjutnya pelet tersebut diberi nama PC20 untuk variasi komposit 80%PEG-20%silika kristobalit, PC40 untuk komposit 60%PEG-40% silika kristobalit, PC60 untuk komposit 40%PEG-60% silika kristobalit, PC80 untuk komposit 20%PEG-80% silika kristobalit dan P100 untuk pelet PEG 100%.

Pada setiap komposit kemudian dilakukan karakterisasi dasar berupa uji densitas, karakterisasi menggunakan (SEM) dan *Energy Dispersion X-ray Spectroscopy* (EDX) untuk mengetahui sebaran serbuk dan morfologi sampel, karakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui besar kristalinitas komposit. Pelet komposit PEG 4000-SiO₂ kristobalit selanjutnya digunakan dalam karakterisasi menggunakan *Dynamical Mechanical Analysis* (DMA).

3.3. Karakterisasi menggunakan instrumen *Dynamical Mechanical Analysis (DMA)*

DMA yang digunakan adalah Mettler Toledo tipe DMA/SDTA861^e. Digunakan mode *shear* yang akan dioperasikan dengan komputer. Dalam pengujian menggunakan DMA ini, perlu diperhatikan geometri dari sampel sesuai dengan mode yang digunakan agar analisis yang digunakan tepat. Untuk itu, dimensi sampel yang harus disiapkan adalah padatan dengan geometri 5 mm×5 mm×1 mm. Pemasangan sampel mengikuti prosedur yang telah ditetapkan seperti yang terlihat pada Gambar 3.1. Pengukuran modulus geser terhadap fungsi temperatur dilakukan pada rentang 25 °C hingga 80 °C menggunakan tungku dan tanpa menggunakan bantuan pendingin nitrogen cair. Frekuensi ditetapkan pada 1 Hz dan *displacement* pada 1µm. Data yang didapatkan berupa data digital modulus geser terhadap temperatur yang dapat digambarkan secara logaritmik. Sampel setelah pengukuran DMA selanjutnya akan dikarakterisasi lagi menggunakan SEM untuk mengetahui perubahan morfologi serta pengaruh pemberian gaya geser terhadap sampel.



(a)



(b)



(c)

Gambar 3.1 (a) Instrumen DMA (b) *Shear Mode* (c) Pergerakan gaya sinusoidal yang bekerja pada sampel

BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil Sintesis Silika Kristobalit

Pada awal proses pemurnian pasir alam, pasir alam yang didapatkan dari Tanah Laut, Pelabuhan, Kalimantan Selatan, dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan pengotor dilanjutkan dengan ekstraksi menggunakan magnet permanen untuk mengurangi kadar *magnetic compound* dalam pasir. Kemudian dilakukan proses *wet milling* dengan medium alkohol untuk memperkecil ukuran serbuk. Peningkatan kemurnian pasir melalui *wet milling* (PW) tersebut dilanjutkan dengan pengadukan dalam media HCl 2M selama 30 menit dilanjutkan perendaman selama 12 jam. Setelah itu, endapan serbuk dinetralkan dengan akuades hingga pH ± 7 kemudian dikeringkan dan didapatkan serbuk silika kuarsa (SQ). Selanjutnya didapatkan komposisi unsur menurut XRF ditunjukkan pada Tabel 4.1.

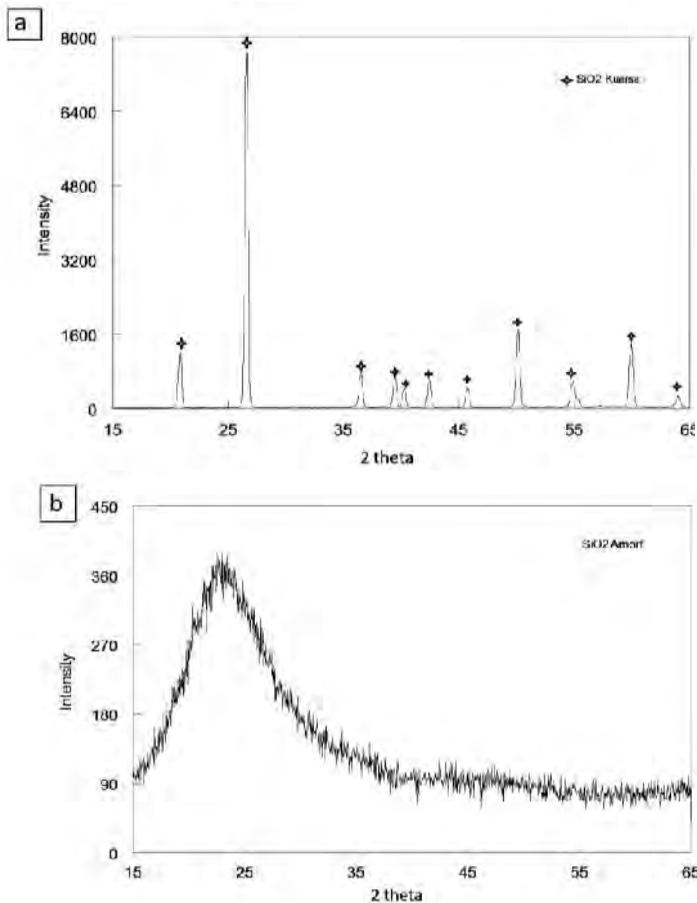
Hasil karakterisasi difraktometer sinar-X (radiasi Cu-K α) dari serbuk setelah proses perendaman dengan HCl dan penetralan dengan akuades hingga pH ± 7 , ditunjukkan dengan pola difraksi seperti terlihat pada Gambar 4.1.

Pola difraksi serbuk tersebut menunjukkan adanya puncak-puncak fasa kristalin yang cukup tajam, yang diketahui dari identifikasi fasa berasal dari fasa SiO₂ kuarsa (nomor kode COD 96-900-9667) dengan puncak tertinggi pada posisi 26,63°, 50,15°, dan 59,97°. Hasil karakterisasi difraktometer sinar-X serbuk setelah proses kopresipitasi dilanjutkan dengan pengeringan pada temperatur 80 °C selama 24 jam menunjukkan material yang terbentuk adalah SiO₂ amorf (SA) yang ditunjukkan pada Gambar 4.1.

Tabel 4.1 Komposisi unsur serbuk berdasarkan hasil pengujian XRF

Unsur	Persentase (%)			
	Pasir Tanah Laut Awal	PM	PW	SQ
Si	89,44	93,30	95,69	95,87
Cr	3,06		0,15	0,30
Al	2,54	3,19	1,44	1,21
Ti	1,27	0,49	0,49	0,42
Cl	1,17	1,46	0,91	0,95
Fe	1,15	0,15	0,19	0,25
P	0,44	0,87		
S	0,29	0,47	0,25	0,23
Zr	0,25	0,04	0,82	0,76
La	0,21			
Ce	0,06		0,04	
V	0,04			
Sn	0,04	0,04	0,02	
Mn	0,04			
Total	100,00	100,00	100,00	100,00

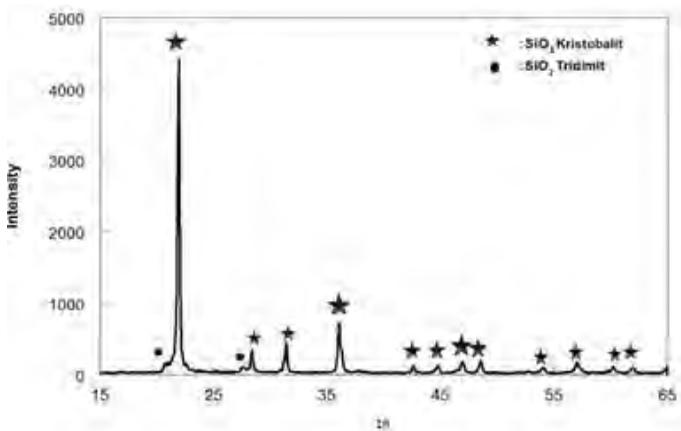
Untuk mendapatkan serbuk silika kristobalit yang nantinya akan digunakan dalam proses sintesis komposit PMC, yaitu komposit PEG 4000-silika kristobalit, dilakukan proses pemanasan SA pada temperatur tertentu. Pemanasan tersebut akan mengakibatkan terjadinya pertumbuhan kristal dan perubahan dari amorf ke kristalin. Kemudian merujuk pada peneliti sebelumnya, Aristia (2013) yang menyatakan fasa kristobalit muncul pada temperatur 950 °C, maka pada penelitian ini dipilih pemanasan silika amorf pada temperatur 950 °C selama 8 jam (SC) dengan *rate* yang telah ditentukan.



Gambar 4.1 Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi Cu-K α) dari (a) serbuk silika hasil perendaman dengan HCl (serbuk kuarsa) dan (b) serbuk hasil proses kopresipitasi (serbuk amorf)

Selanjutnya, SC dikarakterisasi dengan menggunakan XRD yang hasilnya ditunjukkan seperti Gambar 4.2. Hasil menunjukkan bahwa pada pola difraksi serbuk SC terdapat fasa *low cristobalite* (nomor COD 76-1390). Namun, analisis data

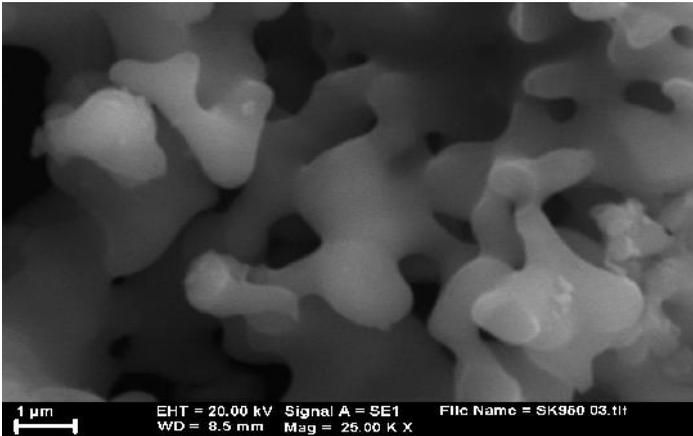
difraksi lebih lanjut menunjukkan masih adanya fasa tridimit (SiO_2 , nomor COD 21-0442) sebesar 1,2%wt.



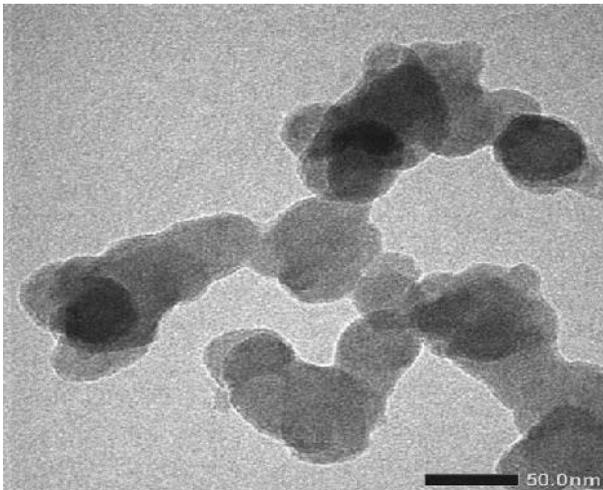
Gambar 4.2 Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi Cu-K α) dari serbuk silika kristobalit (SC)

Selain itu, untuk mengetahui karakteristik mikrostruktur dan ukuran partikel serbuk SC dilakukan pengujian menggunakan SEM dan menggunakan TEM, dan didapatkan gambar mikrostruktur seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 dan Gambar 4.4.

Hasil citra SEM menunjukkan serbuk mempunyai struktur kristalin dan mulai membentuk heksagonal. Hasil TEM menunjukkan adanya aglomerasi yang kemungkinan diakibatkan terjadinya kontak antar partikel selama proses pemanasan pada pembentukan kristalin. Pada citra TEM juga nampak bahwa ukuran partikel serbuk silika kristobalit tidak seragam, sesuai dengan hasil karakterisasi *Particle Size Analyzer* (PSA) yang memberikan nilai rata-rata ukuran partikel sebesar 256 nm. Perlu dicatat bahwa ukuran ini dihasilkan dengan preparasi tertentu yang menyebabkan serbuk yang terukur hanya yang melayang pada medium air saat pengujian, bukan secara keseluruhan.



Gambar 4.3 Citra SEM mode elektron sekunder serbuk silika kristobalit (SC)

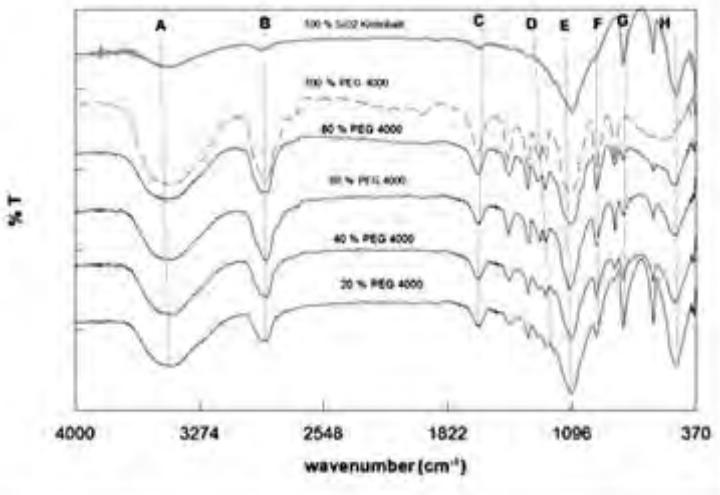


Gambar 4. 4 Citra TEM serbuk silika kristobalit (SC)

4.2. Hasil Sintesis komposit PEG 4000-Silika Kristobalit

Setelah dilakukan sintesis PEG 4000-SiO₂ kristobalit dengan berbagai variasi, selanjutnya dilakukan uji ikatan kimia menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dengan rentang panjang gelombang yaitu 4000-370 cm⁻¹ yang hasilnya seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5. Interpretasi puncak-puncak spektrum *mid-infrared* pada sampel dibagi menjadi beberapa bagian rentang panjang gelombang yang secara lengkap ditampilkan pada Tabel 4.2.

Dari hasil karakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR, terlihat adanya pergeseran nilai-nilai panjang gelombang puncak-puncak spektrum. Pergeseran tersebut terjadi karena adanya efek pergerakan sekelompok atom-atom sehingga terjadi *bending* atau *stretching* pada ikatan tertentu. Dari hasil karakterisasi FTIR, dapat diketahui bahwa masing-masing sampel memiliki ikatan-ikatan gugus senyawa PEG 4000 yaitu ikatan O-H *stretching*, ikatan C=O *stretching*, dan ikatan C-OC *stretching* dan ikatan Si-O-Si yang tidak terikat dengan PEG 4000. Sehingga dapat menegaskan bahwa tidak terjadi reaksi antara PEG dan SiO₂ kristobalit untuk membentuk senyawa baru serta menegaskan terbentuknya komposit PEG 4000-Silika Kristobalit.



Gambar 4.5 Spektrum FTIR untuk komposit PEG 4000-Silika kristobalit

Tabel 4.2 Perbandingan panjang gelombang puncak spektrum FTIR antara referensi dengan sampel komposit PEG 4000-Silika kristobalit

	Jenis Ikatan	Wavenumber (cm ⁻¹)	
		Referensi*	SC
A	Si-OH <i>asym. stretching</i>	3700-3200	3448
B	O-H <i>stretching</i>	3750-2500	2908
C	C=C <i>stretching</i>	1650-1900	1639
D	C-OC <i>stretching</i>	1500-800	1461
E	Si-O-Si <i>asym. stretching</i>	1130-1000	1093
F	C-OC <i>stretching</i>	1500-800	954
G	Si-O-Si <i>asym. stretching</i>	1130-1000	794
H	Si-O-Si <i>bending</i>	500-200	468

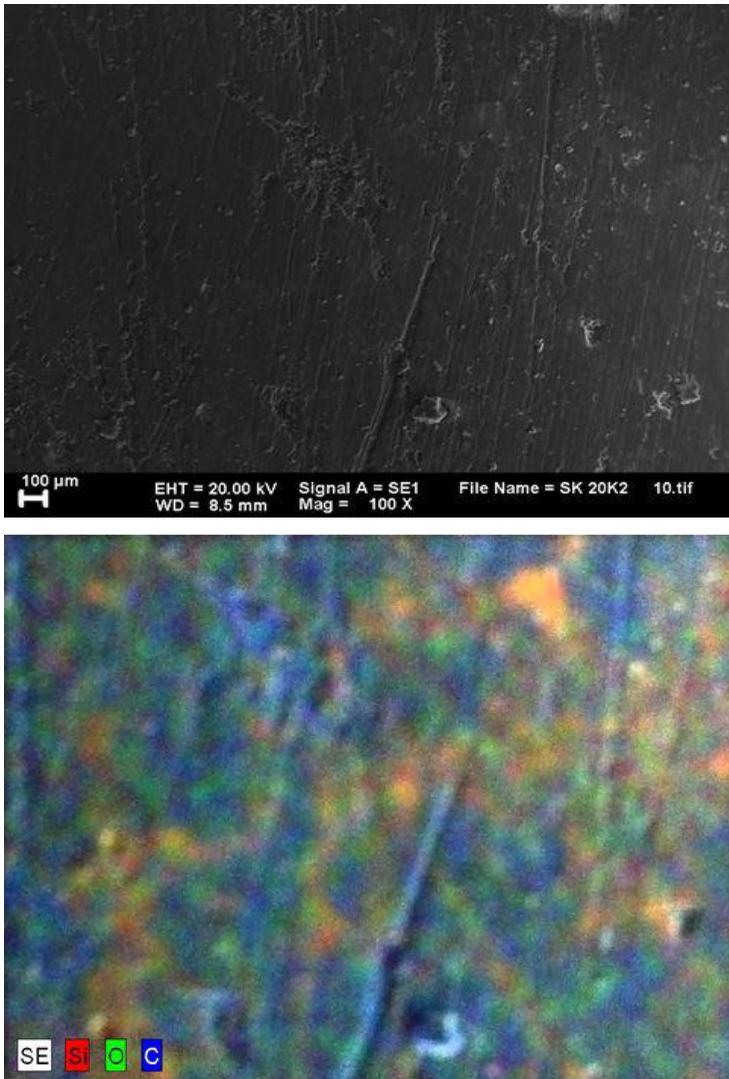
*(Li, dkk.,2013),(Stuart, 2004)



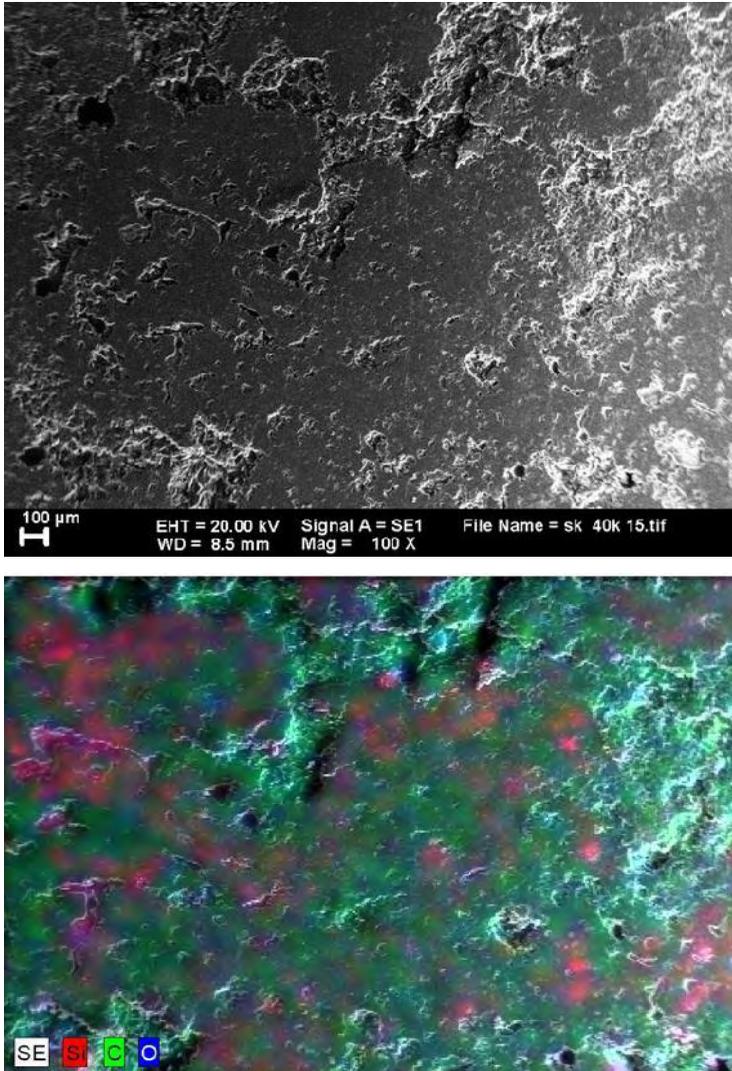
Gambar 4.6 Padatan (pelet) komposit PEG 4000-Silika kristobalit dari kiri PC20, PC40, PC60, PC80 dan P100

Setelah dilakukan pengujian dengan FTIR, dilakukan proses tekan pada campuran serbuk komposit dengan pemberian beban 4500 N dan didapatkan padatan komposit seperti terlihat pada Gambar 4.6.

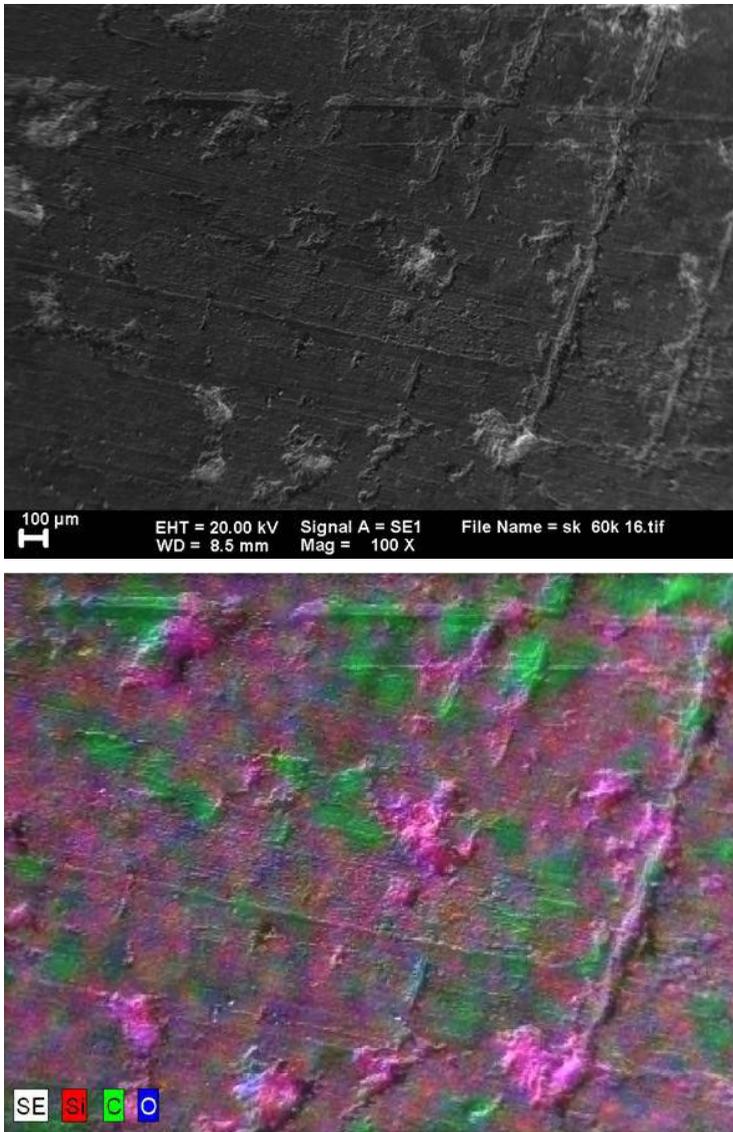
Padatan komposit tersebut selanjutnya diberi perlakuan panas selama ± 30 menit pada temperatur $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ agar memadat, kemudian dilakukan karakterisasi untuk mengetahui sebaran serbuk dan morfologi padatan komposit dengan SEM dan EDX seperti terlihat pada Gambar 4.7. sampai Gambar 4.10. Adanya ikatan permukaan antara material PEG 4000 dan SiO_2 kristobalit menegaskan bahwa komposit PEG 4000-Silika kristobalit telah terbentuk. Namun masih terlihat adanya bagian-bagian porus dalam morfologi tersebut karena kekosongan ruang *matrix* akibat lelehan *matrix* PEG ketika proses pemanasan yang kemudian mengisi bagian porus pengisi silika. Sebaran serbuk komposit sudah terlihat sesuai dengan variasi % volume yang digunakan. Semua citra tersebut menunjukkan bahwa PEG cenderung mengelompok di beberapa bagian dan morfologi yang tampak halus. Khusus PC80 permukaan sampel tampak kasar akibat kurangnya pengikat PEG yang digunakan sehingga terlihat SC yang mengelompok di permukaan (tidak homogen).



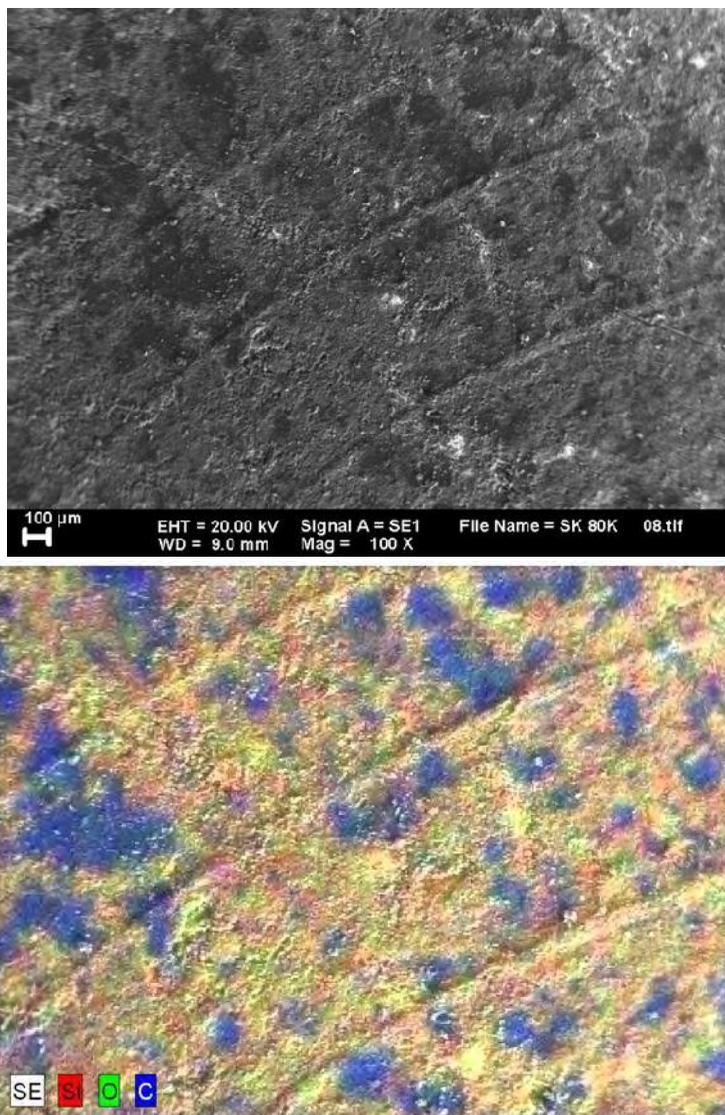
Gambar 4.7 Citra SEM dan EDX komposit PEG 4000-Silika kristobalit untuk PC20



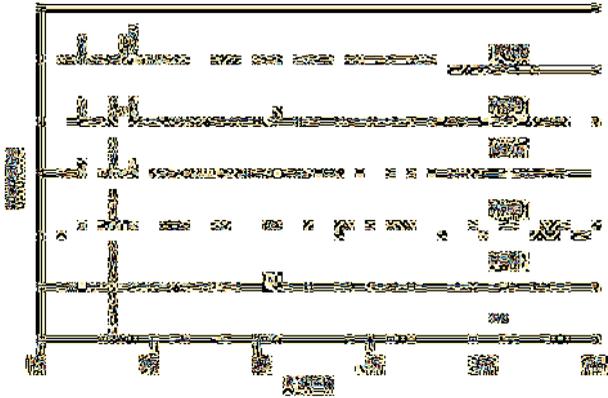
Gambar 4.8 Citra SEM dan EDX komposit PEG 4000-Silika kristobalit untuk PC40



Gambar 4.9 Citra SEM dan EDX komposit PEG 4000-Silika kristobalit untuk PC60

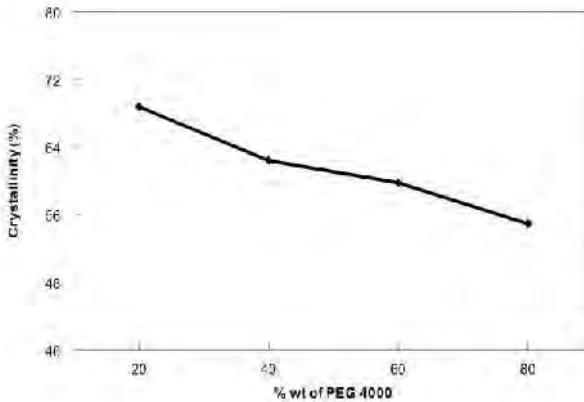


Gambar 4.10 Citra SEM dan EDX komposit PEG 4000-Silika kristobalit untuk PC80



Gambar 4.11 Pola XRD (radiasi Cu-K α) padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit

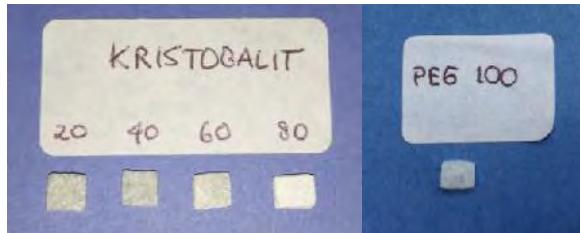
Kemudian, setelah pengukuran dengan difraktometer sinar-X, diperoleh hasil berupa pola-pola difraksi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.11. Pada gambar tersebut terlihat bahwa penambahan PEG berpengaruh pada intensitas fasa SiO₂ kristobalit, terlihat pola puncak kristalin menurun seiring dengan bertambahnya PEG. Menurut Pratapa dkk. (2010), lebar puncak dan tinggi puncak dapat mengindikasikan ukuran kristal nanometrik dan kristalinitas suatu material. Komposit dengan puncak lebar dan rendah memiliki kristalinitas rendah. Hal ini didukung dengan data perhitungan kristalinitas dari data XRD yang didapat seperti ditunjukkan Gambar 4.12. yang menunjukkan bahwa semakin besar penambahan PEG, maka kristalinitas komposit akan semakin menurun.



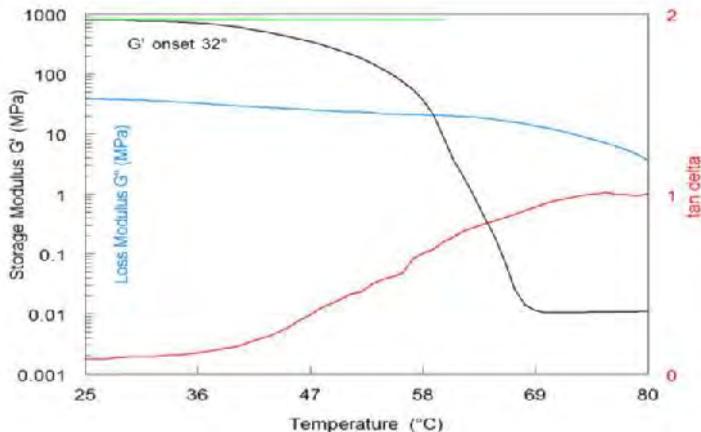
Gambar 4.12 Grafik hasil perhitungan kristalinitas padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit

4.3. Hasil karakterisasi komposit PEG 4000-SiO₂ kristobalit menggunakan instrumen *Dynamical Mechanical Analysis (DMA)*

Dalam pengujian ini, mode yang digunakan adalah *shear*, sebelum dilakukan karakterisasi menggunakan DMA, geometri dimensi sampel dibuat ukuran 5mm×5mm×1mm, seperti terlihat pada Gambar 4.13. Pengujian sampel telah ditetapkan pada rentang temperatur tertentu dengan frekuensi konstan untuk mendeteksi transisi dalam bahan. Pengukuran modulus geser terhadap fungsi temperatur dilakukan pada rentang 25 °C hingga 80 °C menggunakan tungku dan tanpa menggunakan bantuan pendingin nitrogen cair. Frekuensi ditetapkan pada 1 Hz dan *displacement* pada 1µm. Hasil yang didapat adalah seperti terlihat pada Gambar 4.14.

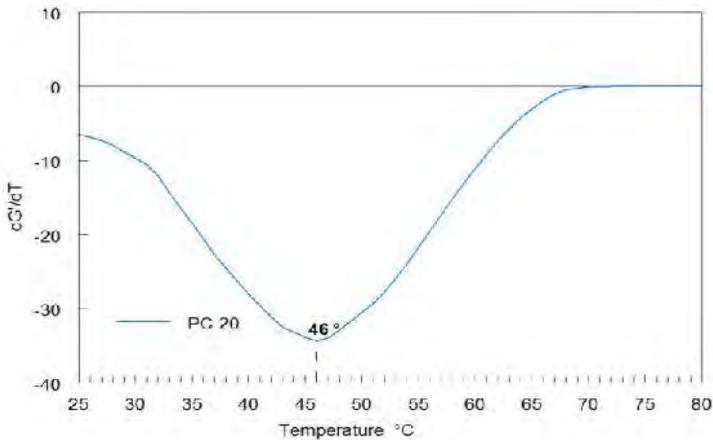


Gambar 4.13 Tampilan geometri sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit sebelum pengujian menggunakan DMA mode *shear*



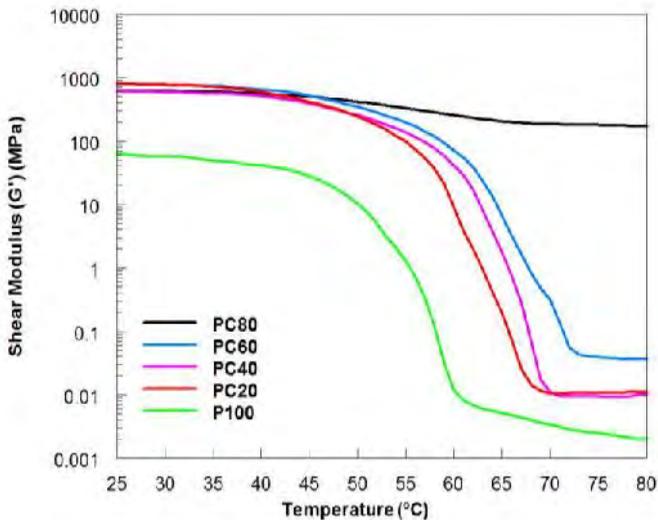
Gambar 4.14 Contoh Hasil Keluaran DMA berupa *storage modulus* (G'), *loss modulus* (G''), dan $\tan \delta$ (*damp factor*) pada komposit PC20

Gambar 4.14 menunjukkan hasil keluaran DMA, yaitu *storage modulus* (G'), *Loss Modulus* (G'') dan $\tan \delta$. Secara umum, hasil pengujian DMA terhadap temperatur dapat menjelaskan *glass transition* yang dikaitkan dengan gerakan molekul dan rantai polimer, *melting point* dan *transition glass temperature* (T_g) dari material yang diuji. G' onset pada sekitar 44 °C menunjukkan



Gambar 4.15 Tampilan penentuan T_g dari puncak diferensial dari modulus penyimpanan terhadap temperatur pada komposit PC20

temperatur mulai terjadinya kegagalan mekanis. *Glass transition temperature* (T_g) ditentukan dari puncak diferensial modulus penyimpanan terhadap temperatur yang contohnya seperti terlihat pada Gambar 4.15. Pada contoh ini, T_g pada PC20 adalah 46 °C. Besar T_g pada komposit terlihat pada Tabel 4.3 yang merupakan hasil penentuan T_g melalui kurva *storage modulus vs temperature*. T_g pada komposit PEG 4000-Silika kristobalit cenderung meningkat seiring dengan penambahan pengisi silika kristobalit. Hal ini dikarenakan pergerakan rantai polimer yang terhalang oleh silika di sekitarnya, sehingga pergerakan rantainya semakin tidak bebas seiring dengan penambahan pengisi. Selain itu, apabila ditinjau dari besar kemampuan silika kristobalit untuk menyimpan panas (kapasitas panas), yaitu diatas 560 K (Thompson, A.B. dan Mechthild W., 1979), maka apabila komposit PEG 4000-Silika kristobalit diberikan perlakuan temperatur, maka akan menyebabkan T_g semakin besar seiring dengan penambahan pengisi.



Gambar 4.16 Hasil DMA sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit mode *shear* dengan *Storage Modulus* sebagai fungsi temperatur

Gambar 4.16 menunjukkan hubungan modulus penyimpanan (G') terhadap temperatur dari P100 dan komposit PEG 4000-Silika kristobalit. Modulus geser penyimpanan tersebut disebut juga dengan modulus rigiditas (*rigidity modulus*). Besaran ini merupakan ukuran kemampuan bahan untuk menahan deformasi transversal. Perlu dicatat bahwa secara umum, modulus geser (G , *shear*) berbanding lurus dengan modulus elastisitas (E) jika material bersifat isotropik (Chuancheng dkk., 2012). Pada Gambar 4.16 tersebut, T_γ dan T_β tidak teramati secara jelas untuk semua sampel, karena tidak terlihat penurunan modulus penyimpanan pada temperatur di bawah 50 °C. Kemudian nilai *storage modulus* (G') turun terhadap temperatur. Gradien dari kurva juga semakin kecil seiring dengan bertambahnya pengisi. Hasil ini menunjukkan bahwa kemampuan menyimpan energi

dari komposit berkurang karena lepasnya ikatan rantai molekul akibat pergerakan rantai molekul yang semakin bebas.

Tabel 4.3 Hasil penentuan T_g komposit PEG 4000-Silika kristobalit melalui kurva *storage modulus vs temperature*

Komposit	T_g
PC80	53
PC60	50
PC40	48
PC20	46
P100	45

Dibandingkan dengan G' dari P100, G' komposit meningkat seiring dengan penambahan kadar kristobalit. Kristobalit berperan penting dalam menentukan sifat mekanik komposit. Pada kadar SiO_2 kristobalit rendah, sifat mekanik komposit didominasi oleh PEG 4000 (fleksibilitas), sehingga modulus yang dihasilkan ditentukan oleh kekuatan gaya antar molekul dan ikatan rantai polimer yang terjadi ketika dikenai beban dinamis. Sementara pada kadar SiO_2 kristobalit tinggi, peningkatan modulus dikaitkan dengan kekakuan yang dimiliki pengisi tersebut.

Modulus elastisitas yang dihasilkan DMA juga berkaitan dengan tingkat kristalinitas yang dimiliki sampel (Menard, 2008). Hal ini terbukti dengan hasil yang didapat dari perhitungan kristalinitas (Gambar 4.12) dan hasil modulus penyimpanan (Gambar 4.16) yang menunjukkan bahwa seiring dengan peningkatan kristalinitas akibat penambahan kristal kristobalit, modulus penyimpanan juga meningkat. Namun, jumlah pengisi yang dapat digunakan juga perlu diperhatikan, karena jika konsentrasi pengisi yang digunakan semakin besar, matrix dan pengisi tidak akan berikatan secara sempurna.

Plot modulus penyimpanan terhadap temperatur juga dapat menggambarkan gerakan lokal molekular yang dilanjutkan dengan kehilangan ketangguhan (*toughness*) sebelum terjadinya T_g , gerakan lokal tersebut merupakan temperatur mulai terjadinya

penurunan densitas *crosslink* (Menard, 2008). Penurunan densitas *crosslink* polimer dapat diketahui berdasarkan penurunan nilai G' secara drastis yang dilanjutkan fenomena *rubbery plateau*. Gambar 4.16 mengindikasikan penurunan densitas *crosslink* P100 yang lebih besar daripada komposit yang diakibatkan gerakan rantai polimer yang bebas karena tidak adanya penghalang silika. Selanjutnya, penurunan densitas *crosslink* menurun seiring dengan penambahan pengisi silika kristobalit.

Keterkaitan antara besar nilai modulus penyimpanan di daerah *rubbery* dengan densitas *crosslink* juga dapat ditunjukkan dengan persamaan berikut (Unsworth dan Li, 1992):

$$G'_r = \frac{3\phi dRT}{M_c} = 3\phi\alpha RT \quad \dots\dots\dots(4.1)$$

dengan:

G'_r = modulus penyimpanan pada daerah *rubbery*

R = konstanta gas

T = temperatur

M_c = Berat molekul

Φ = *front factor*

d = densitas

Persamaan (4.1) di atas menunjukkan kaitan antara nilai modulus penyimpanan di daerah *ruberry* dengan densitas *crosslink* (α), yang mana $\alpha=d/M_c$. Semakin besar densitas *crosslink* maka nilai modulus geser komposit di daerah *ruberry* akan semakin besar.

Penurunan nilai G' dari daerah *glassy* sampai dengan daerah *ruberry* juga dapat diartikan sebagai keefektifan dari pengisi didalam komposit yang dapat direpresentasikan dengan persamaan matematis berikut (Poathan dkk., 2003):

$$C = \frac{(G'_g/G'_r)_{composite}}{(G'_g/G'_r)_{matrix}} \quad \dots\dots\dots(4.2)$$

dengan G'_g dan G'_r merupakan nilai modulus penyimpanan pada daerah *glassy* dan *ruberry*. Nilai C yang semakin tinggi memiliki makna bahwa pengisi semakin tidak efektif dalam menyimpan energi yang dikarenakan jumlah pengisi yang lebih sedikit.

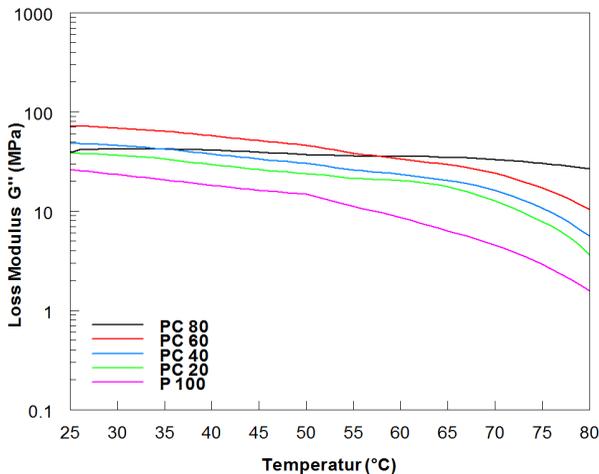
Tabel 4.4 menunjukkan nilai C dari komposit PEG 4000-Silika kristobalit yang mengindikasikan efektivitas pengisi pada modulus penyimpanan komposit akibat penurunan densitas *crosslink* (Menard, 2008). Komposit dengan pengisi terbesar (PC80) memiliki nilai C terendah, dan naik seiring dengan semakin sedikitnya jumlah pengisi. Fenomena ini diartikan bahwa pengisi pada PC80 memiliki keefektifan tinggi dalam menyimpan energi dibanding dengan variasi komposit yang lain.

Tabel 4.4 Nilai Konstanta Keefektifan Pengisi (C) dalam Menyimpan Energi dari Komposit PEG 4000 dengan Pengisi Silika kristobalit

Komposit	(C)
PC80	0,0005
PC60	0,1912
PC40	0,2402
PC20	0,5015

Gambar 4.17 menyajikan pengaruh kenaikan temperatur terhadap *loss modulus* (G'') atau hilangnya energi ketika pemberian beban dinamis dari semua sampel komposit. Nilai absolut G'' yang tidak sistematis menurut komposisi pengisi diduga diakibatkan oleh preparasi sampel yang kurang sempurna, seperti terlihat pada citra SEM Gambar 4.14. Kurva komposit PC80 yang cenderung konstan tersebut juga dapat diartikan bahwa nilai faktor hilang relatif tetap terhadap temperatur. Artinya, jumlah energi yang hilang selama pemanasan selalu tetap pada komposit tersebut karena hanya mengandung 20%wt polimer sehingga tidak kehilangan *crosslink* secara signifikan seperti yang ditunjukkan hasil pengukuran modulus simpan pada Gambar 4.16. Selanjutnya, peran silika sebagai pengisi dalam

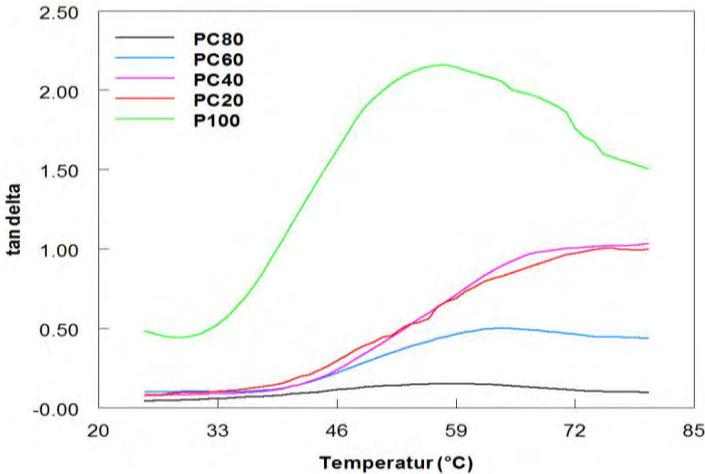
komposit tampak pada PC60, PC40 dan PC 20. Seiring dengan penambahan silika kristobalit, besar modulus hilang semakin meningkat, yang menandakan semakin besarnya energi serapan oleh pengisi kristobalit.



Gambar 4.1 Hasil pengujian DMA untuk Pengaruh temperatur terhadap *loss modulus* pada sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit *mode shear*

G'' ini juga dapat menjelaskan tentang kualitas *interface* antara *matrix* dan pengisi. Apabila nilai G'' semakin tinggi, kualitas *interface* antara *matrix* dan pengisi dikatakan buruk (Etaati dkk., 2014). Hal ini dapat dibuktikan pada hasil SEM pada Gambar 4.10 bahwa distribusi antara matriks dan pengisi dikatakan tidak homogen. Sampel PC80 memiliki kurva G'' yang cenderung konstan, karena gerakan rantai polimer pada komposit ini semakin tidak bebas. Akibatnya, *matrix* PEG 20%wt tidak mampu mengikat pengisi kristobalit yang sebesar 80%wt. Di sisi lain, kualitas *interface* komposit yang baik terjadi pada komposit PC40 yang memiliki *matrix* PEG sebesar 60%wt dan pengisi kristobalit 40%wt. Hasil tersebut menandakan bahwa komposisi

60:40 menghasilkan komposit dengan ikatan *interface* terbaik, karena PEG cukup untuk mengikat kristobalit.

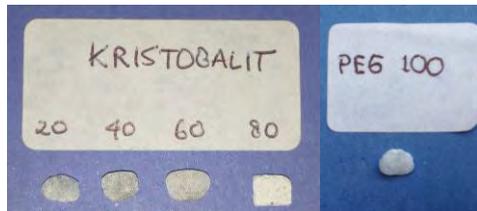


Gambar 4.2 Hasil pengujian DMA untuk pengaruh temperatur terhadap $\tan \delta$ sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit *mode shear*

Pada pengujian DMA, seiring dengan peningkatan suhu, terjadi transisi dari *glass* ke *rubbery*. Selama masa transisi ini, ada disipasi maksimum energi dan redaman mekanik ($\tan \delta$), dimana nilai maksimum $\tan \delta$ bergeser ke suhu yang lebih tinggi, seperti terlihat pada Gambar 4.18. Pada Gambar 4.18, semakin banyak penambahan pengisi kristobalit, nilai faktor redaman akan semakin menurun, hal ini dikarenakan penambahan pengisi kristobalit akan semakin menghambat pergerakan bebas dari rantai polimer, sehingga T_g bergeser. Redaman mekanik merupakan parameter penting dalam perilaku dinamis dari serat-diperkuat komposit. Sifat redaman material memberikan keseimbangan antara fase elastis dan fase viskus dalam struktur polimer. Nilai $\tan \delta$ tertinggi terdapat pada P100, dimana tidak ada kadar pengisi kristobalit. Nilai tersebut dikarenakan secara

fisis, $\tan \delta$ merupakan faktor redaman yang dialami material akibat ketidakaturan gerakan rantai pada gugus polimer, atau yang sering disebut dengan peristiwa gelatinisasi selama pemanasan dengan tegangan geser.

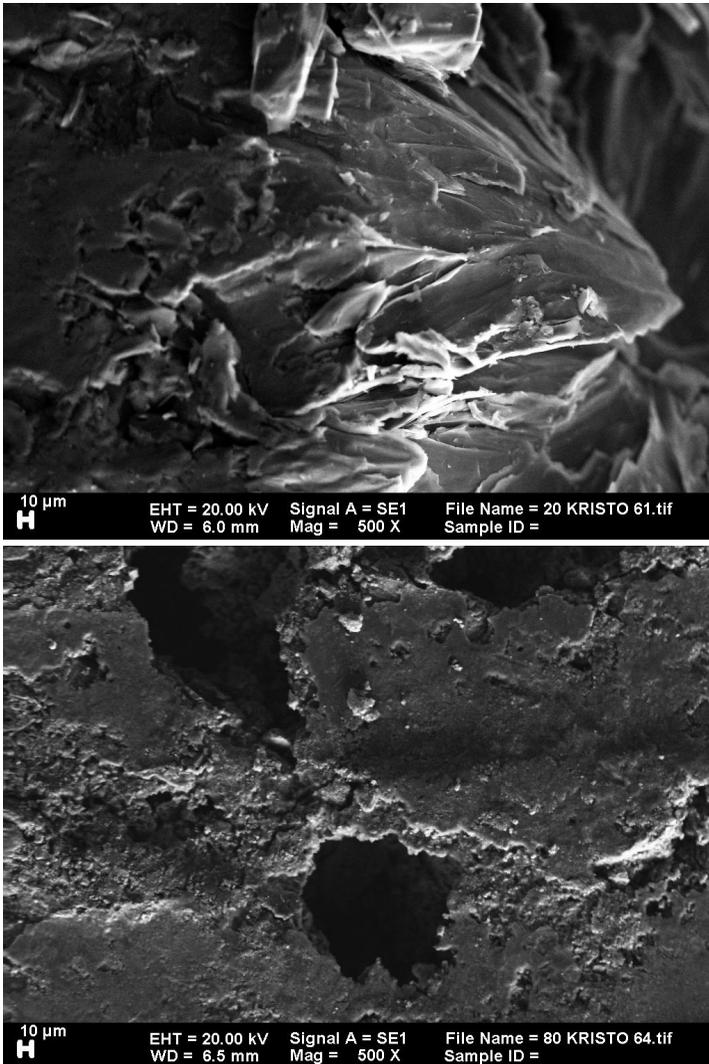
Faktor redaman juga dikaitkan dengan pengenceran (*dilution*) akibat kurangnya ketangguhan (*toughness*) di dalam material uji. Selain itu, lebar puncak dari $\tan \delta$ menunjukkan proses relaksasi dari material ketika diberikan beban dinamis dan perlakuan suhu. Seiring bertambahnya silika kristobalit, maka akan semakin lebar puncak $\tan \delta$ yang menunjukkan bahwa waktu relaksasi (dari *glass* ke *rubbery*) semakin lama. Kemudian puncak $\tan \delta$ juga dapat menunjukkan adanya fenomena T_g pada material komposit. Namun dalam penelitian ini penentuan T_g dilakukan dari nilai modulus penyimpanan (G'), karena puncak $\tan \delta$ tidak nampak jelas.



Gambar 4.3 Tampilan sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit setelah pengujian menggunakan DMA mode *shear*

Pengujian menggunakan DMA adalah pengujian yang dapat merusak sampel, dapat dilihat gambaran sampel setelah DMA seperti pada Gambar 4.19, terlihat secara keseluruhan terjadi perusakan akibat perlakuan aspek dinamis dengan temperatur. Untuk lebih jelasnya, dilakukan pengujian untuk mengetahui morfologi sampel setelah pengujian DMA dengan menggunakan SEM untuk sampel dengan komposisi pengisi terbesar dan *matrix* terbesar seperti terlihat pada Gambar 4.20. Pada kedua gambar terlihat bahwa ketika PC20 dikenai beban geser dinamik, terjadi retakan (ditunjukkan pada anak panah)

karena sedikitnya pengisi yang mengisi komposit. Kemudian ketika melalui titik leleh PEG, PEG 4000 meleleh dan meninggalkan pori yang cukup besar dan disertai retakan di sekitarnya. Sebagai akibatnya, nilai modulus dari komposit PEG 4000-SiO₂ kristobalit menurun drastis. Berbeda dengan PC80 yang memiliki banyak pengisi pada komposit, retakan yang terjadi tidak merambat dan tidak terjadi kerusakan yang besar, melainkan terjadi porus hampir di semua permukaan. Fenomena ini dikarenakan pengisi kristobalit berperan sebagai penghalang yang mampu menyerap sebagian besar energi yang diaplikasikan pada material, sehingga kekuatan komposit meningkat. Hal ini didukung dengan hasil pengujian DMA, yang mana modulus penyimpanan (G') pada komposit PC80 relatif tinggi dibanding komposisi yang lain dan faktor hilang (G'') dari komposit PC80 juga memiliki nilai G'' paling tinggi dibanding komposisi yang lain. Besarnya energi yang dilepas sebagai respon dari beban dinamis maupun kenaikan temperatur akan mengurangi perambatan retakan.



Gambar 4.4 Citra SEM sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit setelah pengujian menggunakan DMA mode *shear* (a) untuk PC20 terjadi crack (b) untuk PC80 terdapat porus yang cukup besar

“halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

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

1. Dari hasil preparasi serbuk silika kristobalit dari sintesis pasir alam yang didapatkan dari Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan didapatkan serbuk *low cristobalite* (nomor COD 76-1390) sebesar 98,8%wt dan fasa tridimit (SiO_2 , nomor COD 21-0442) sebesar 1,2%wt.
2. Kekuatan termomekanik komposit PEG 4000-silika kristobalit dengan menggunakan instrumen *Dynamical Mechanical Analysis (DMA) mode shear* didapatkan bahwa kekuatan termomekanik, dalam hal ini modulus geser meningkat seiring dengan penambahan pengisi SiO_2 kristobalit, dengan hasil sebagai berikut:
 - a. Nilai modulus penyimpanan (G') komposit meningkat seiring dengan penambahan kadar SiO_2 kristobalit. Seiring bertambahnya pengisi kristobalit, T_g meningkat dan konstanta keefektifan (C) pengisi kristobalit dalam komposit PEG 4000-silika kristobalit semakin kecil yang mengindikasikan bahwa komposit semakin efektif dalam menyimpan energi.
 - b. Faktor hilang (G'') komposit memiliki kecenderungan untuk semakin meningkat seiring dengan penambahan pengisi, yang menandakan semakin besarnya energi serapan oleh pengisi dan terlihat pada temperatur pengujian di atas $\pm 50^\circ\text{C}$. Nilai G'' semakin tinggi (meningkat), maka kualitas *interface* antara *matrix* dan pengisi dikatakan buruk
 - c. Puncak $\tan \delta$ atau nilai faktor redaman semakin menurun seiring penambahan pengisi kristobalit, hal ini dikarenakan penambahan pengisi kristobalit akan semakin menghambat pergerakan bebas dari rantai

polimer. Puncak $\tan \delta$ tertinggi dimiliki oleh P100 yang tidak mengandung pengisi silika.

5.2. Saran

Diharapkan dalam penelitian menggunakan instrumen DMA berikutnya:

1. Dilakukan pemilihan material yang lebih aplikatif untuk menunjang perkembangan industri dan sains.
2. Dilakukan preparasi dengan lebih cermat dalam menentukan dimensi sampel.
3. Dilakukan pengujian dengan mode yang lain sesuai dengan tujuan dan jenis sampel.

DAFTAR PUSTAKA

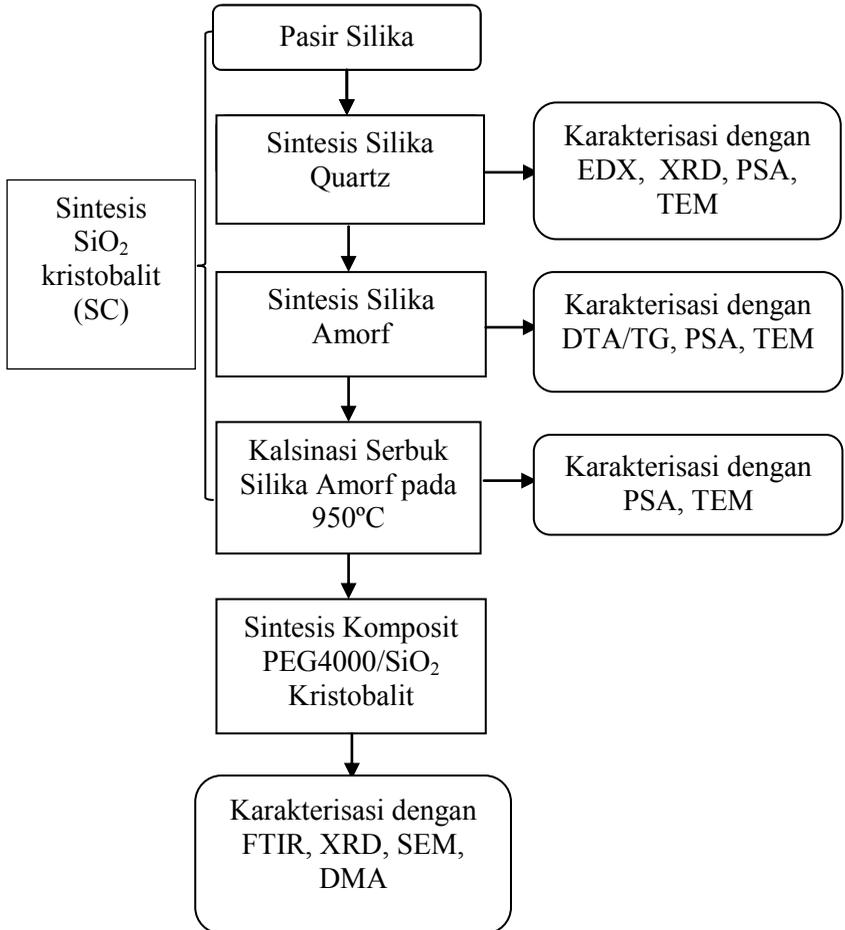
- “Technical Data Sheet Polyethylene Glycol (PEG) 4000,” 118-01804-1211.
- Abir, D. (2013). *Contributions to Mechanics: Markus Reiner Eightieth Anniversary Volume* (Elsevier Science).
- A. J. H. P. Ahmad Arifudin Z., Munasir. (2013). “Pengaruh pH akhir larutan pada sintesis nanosilika dari bahan Lusi dengan metode kopresipitasi,” *J. Inov. Fis. Indones.*, vol. 02, no. No.03, pp. 7–10.
- A. M. Bychkov, V. S. Rusakov, and. A. Sukhadol'skii. (1996). “Crystallization of Quartz and Cristobalite in the Presence of Iron under Low-Temperature Hydrothermal Conditions,” *Geokhimiya*, vol. 10, pp. 1019–1023.
- Alan Bruce Thompson and Mechthild Wennemer. (1979). “Heat Capacities and Inversions in Tridymite, Cristobalite and Tridymite-Cristobalite Mixed Phases”, *American Mineralogical* vol 64, pages 1018-1026.
- Aristia, G. (2013). *Analisis Komposisi Fasa Komposit Pasir Silika dan MgO*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Benny Rio Fernandez dan Syukri Arief, (2011). “Makalah Sintesis Nanopartikel.” Program Studi Kimia Pascasarjana Universitas Andalas, Padang.
- Bhandari, H, dan Anoop, S., K., S. (2012). *Conducting Polymer Nanocomposites for Anticorrosive and Antistatic Applications*, in: Ebrahimi, F. (Ed.), *Nanocomposites - New Trends and Developments*. InTech.
- Birkhauser Basel. (2009). “PEGylated Protein Drugs,” *Basic Sci. Clin. Appl.*, p. 147.
- Dahuri, R., (1998). “The Application Of Carrying Capacity Concept For Sustainable Coastal Resources Development In Indonesia,” *Cent. Coast. Mar. Resour. Stud. CCMRS Bogor Agric. Univ. IPB Jkt.*

- Edith A, Turi. (1997) "Thermal Characterization of Polymeric Materials," Second Edition., vol. I, Brooklyn, New York: Academic Press. p. 980.
- Etaati, A., Pather, S., Fang, Z., and Wang, H. (2014). The study of fibre/matrix bond strength in short hemp polypropylene composites from dynamic mechanical analysis. *Composites Part B: Engineering* 62, 19–28.
- Feng, Q., Yang, J., Liu, Y., Xiao, H., and Fu, S. (2014). Simultaneously Enhanced Cryogenic Tensile Strength, Ductility and Impact Resistance of Epoxy Resins by Polyethylene Glycol. *J. Mater.Sci. Technol* 30, 90–96
- Fu, S., Ni, P., Wang, B., Chu, B., Zheng, L., Luo, F, Luo, J., and Qian, Z. (2012). "Injectable and thermo-sensitive PEG-PCL-PEG copolymer/collagen/n-HA hydrogel composite for guided bone regeneration," *Biomaterials*, vol. 33, pp. 4801–4809.
- G.D. Sims and S.J.P. Gnaniah, "Improved Procedures For The Determination Of Tg By Dynamic Mechanical Analysis," *Natl. Phys. Lab. Hampton Road Teddingt. TW11 0LW UK*.
- Hadiyawarman, Agus Rijal, Bebeh Wahid Nuryadin, Mikrajuddin Abdullah, and Khairurrijal. (2008). "Fabrikasi Material Nanokomposit Superkuat, Ringan dan Transparan Menggunakan Metode Simple Mixing," *J. Nanosains Nanoteknologi*, vol. 01, no. 01, Feb.
- Hanna Nur Izzati, Fitratun Nisak, and Munasir. (2013.) "Sintesis dan karakterisasi kekristalan nanosilika berbasis pasir Bancar," *J. Inov. Fis. Indones.*, vol. 02, no. 03, pp. 19–22.
- Hidetsugu Mori. (2003). "Extraction of Silicon Dioxide from Waste Colored Glasses by Alkali Fusion Using Sodium Hydroxide," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, vol. 111, no. 6, pp. 376–381.
- J. W. P. Schmelzer and G. Ropke. (2011). "Nucleation Theory and Applications," XIII., Vyatcheslav B. Priezhev, Ed. Dubna, Joint Institute for Nuclear Research. pp. 96–143.

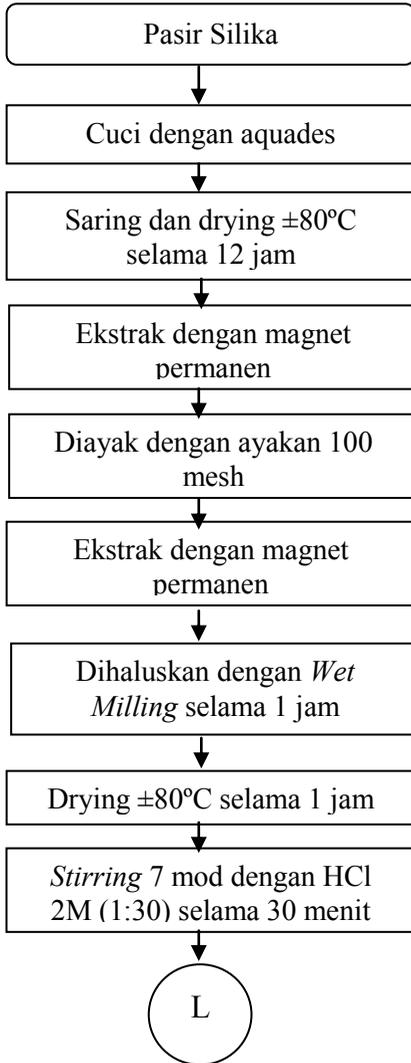
- Jaime C. Grunlan, David Rowenhorst, Lorraine F. Francis, and William W. Gerberich. (2000). "Modulus Determination of Polymer Matrix Composites: Comparison of Nanoindentation and Dynamic Mechanical Analysis," in Symposium Q – Fundamentals of Nanoindentation & Nanotribology II. vol. 649.
- Kevin P. Menard. (2008). "Dynamic Mechanical Analysis- A practical Introduction," Second Edition., CRC Press Taylor & Francis Group.
- Kuixiong Gao. (1993). "Polyethylene glycol as an embedment for microscopy and histochemistry," CRC Press, pp. 1–10.
- Li, J., He, L., Liu, T., Cao, X., dan Zhu, H. (2013). Preparation and characterization of PEG/SiO₂ composites as shape-stabilized phase change materials for thermal energy storage. *Solar Energy Materials and Solar Cells 118*, 48–53
- Pabst, W., Gregorová, E., dan Kutzendörfer, J. (2014). Elastic anomalies in tridymite- and cristobalite-based silica materials. *Ceramics International 40*, 4207–4211.
- Pothan, L.A., Oommen, Z., and Thomas, S. (2003). Dynamic Mechanical Analysis of Banana Fiber Reinforced Polyester Composites. *Composites Science and Technology 63*, 283–293.
- Ryan C. Breneman. (2014). "Phase Changes in Silica and Their Impact on Mechanical Properties in 3-D Printed Investment Casting Molds," Material Science and Engineering, University of Michigan.
- Sims, G.D., dan Gnaniyah, S.J.P. (2009). Improved Procedures for The Determination of T_g by Dynamic Mechanical Analysis.
- Tang, B., Cui, J., Wang, Y., Jia, C., dan Zhang, S. (2013). Facile synthesis and performances of PEG/SiO₂ composite form-stable phase change materials. *Solar Energy 97*, 484–492.
- Unsworth, J. dan Y. Li. (1992). "Thermal Degradation of Epoxy/Silica Composites Monitored via Dynamic Mechanical Thermal Analysis". *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 46, 1375-1379.

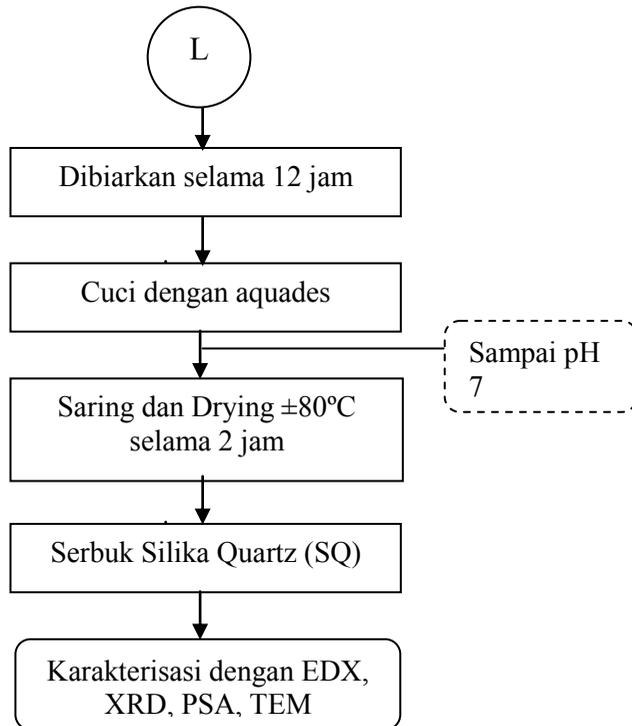
- Wianto T and Ninis H.H. (2008). "Penentuan Mineral dan Logam sebagai Material Dasar Pengembangan Potensi Kalimantan Selatan sebagai Daerah Penghasil Nanomaterial," *J. Ilm. Fis.*, vol. 5, pp. 185–196.
- Xie, F., Yu, L., Chen, L., dan Li, L. (2008). A new study of starch gelatinization under shear stress using dynamic mechanical analysis. *Carbohydrate Polymers* 72, 229–234
- Y. Zhu, K. Yanagisawa A, A, and Onda, K. Kajiyoshi. (2005). "The preparation of nano-crystallized cristobalite under hydrothermal conditions," *J. Mater. Sci.*, vol. 40, pp. 3829–3831.
- Zheng Peng, Ling Xue Kong, and Si Dong Li. (2005). "Dynamic mechanical analysis of polyvinylalcohol/silica nanocomposite," *Proc. Int. Conf. Sci. Technol. Synth. Met.*, vol. 152, pp. 25–28.

LAMPIRAN A
Diagram Alir Penelitian

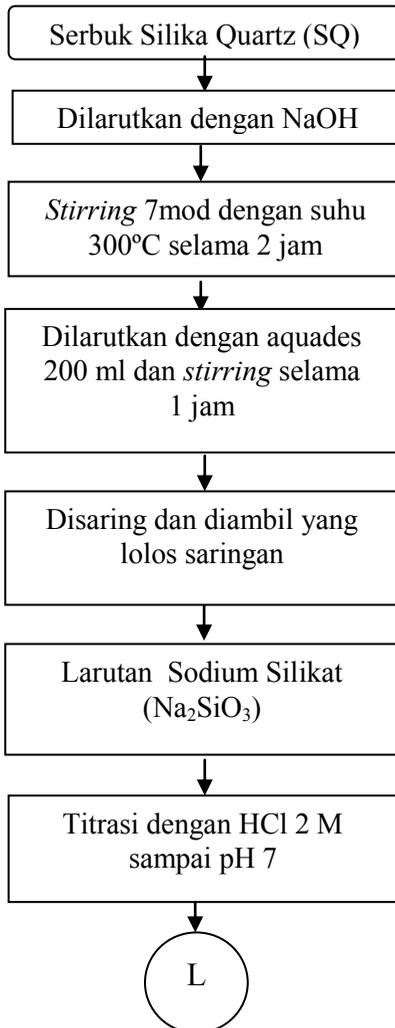


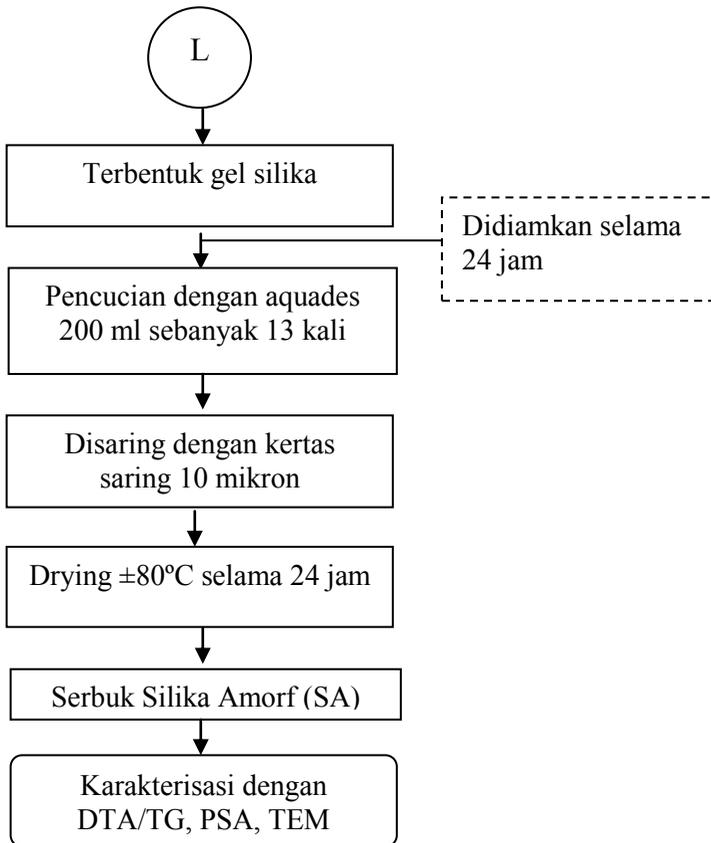
Gambar A.1 Diagram alir secara umum

Sintesis Serbuk Silika Quartz (SQ)

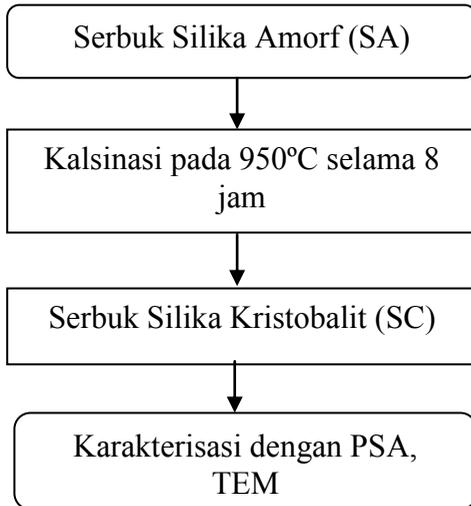


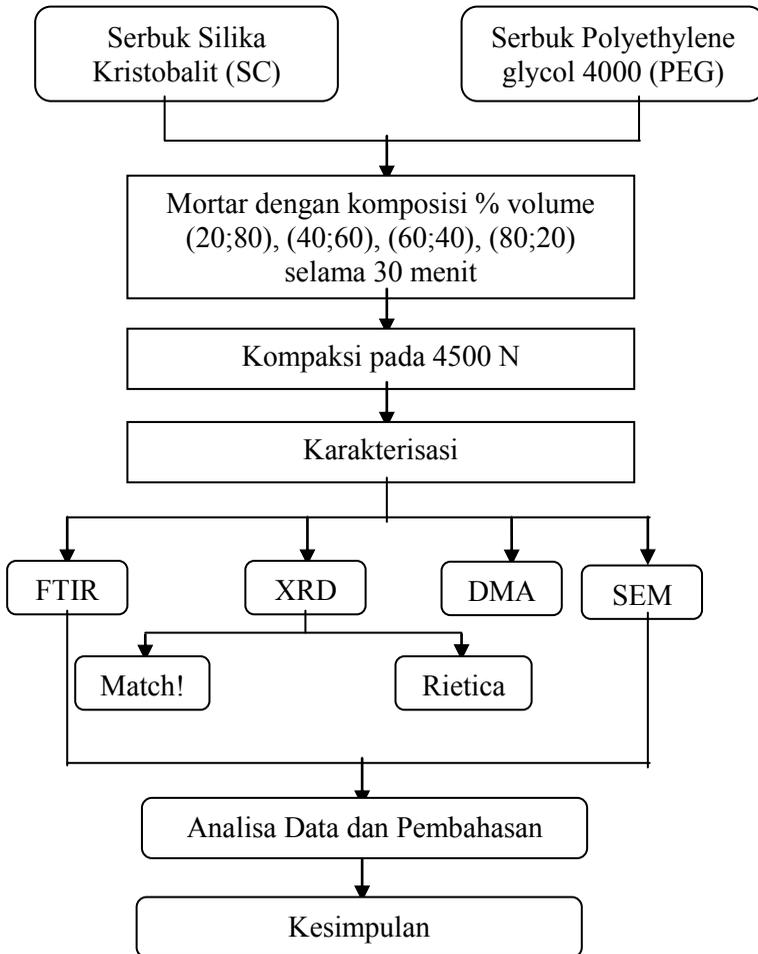
Gambar A.2 Diagram alir sintesis serbuk silika quartz (SQ)

Sintesis Silika Amorf (SA)



Gambar A.3 Diagram alir sintesis serbuk silika amorf (SA)

Kalsinasi Serbuk Silika Kristobalit (SC)**Gambar A.4** Diagram alir kalsinasi serbuk silika amorf (SC)



Gambar 3.6 Diagram alir sintesis komposit PEG 4000/SiO₂ Kristobalit dan karakterisasi

LAMPIRAN B
Proses Sintesis Serbuk Kristobalit



Gambar B.1. Proses titrasi dengan HCl.



Gambar B.2. Proses penyaringan dengan kertas saring sampel gel silika yang didapat setelah proses pencucian dengan akuades.



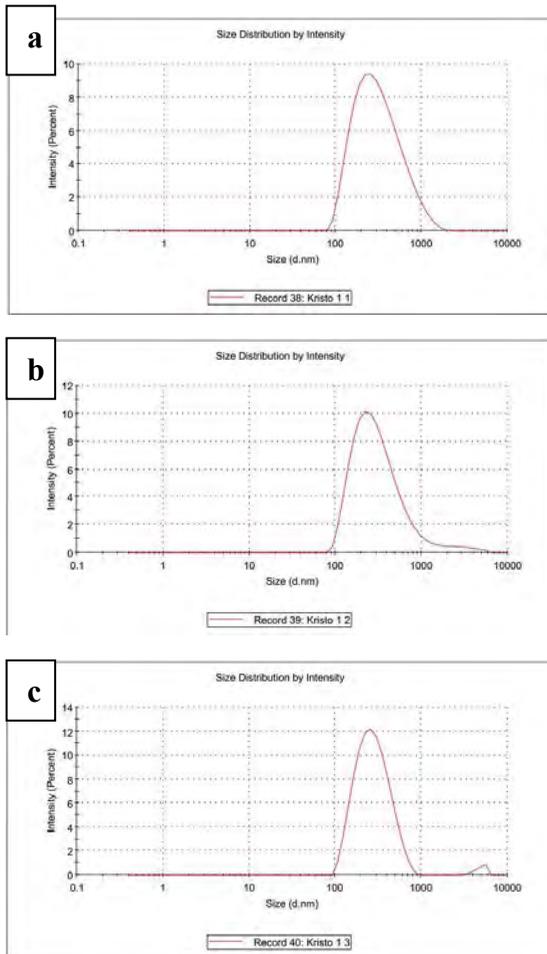
Gambar B.3. Gel silika sebelum dan setelah pemanasan pada temperatur 100 °C untuk menghilangkan kadar air dalam gel.



Gambar B.4. Serbuk silika setelah kalsinasi pada temperatur 950 °C selama 8 jam (SC)



Gambar B.5. Pemanasan sampel padatan komposit PEG 4000-Silika kristobalit setelah proses tekan.



Gambar B.6 Plot hasil PSA serbuk SC untuk ukuran partikel rata-rata pada (a) pengulangan ke-1 (258,6 nm) (b) pengulangan ke-2 (256 nm) dan (c) pengulangan ke-3 (255 nm)

LAMPIRAN C
Data ICSD dan COD Analisis Data Difraksi Sinar-X

➤ **Data ICSD untuk Fasa Kuarsa SiO₂**

Data	162490
Audit_creation_method	'Created with CONVERT.DLL (www.crystalimpact.com)'
Audit_creation_date	2013-10-07
Database_code_ICSD	162490
Publ_section_title;	State-of-the-art high-resolution powder X-ray diffraction (HRPXR) illustrated with Rietveld structure refinement of quartz, sodalite, tremolite and meionite
Chemical_formula_sum	'O2 Si1'; Silicon Oxide
Chemical_name_mineral	Quartz
Refine_ls_R_factor_all	0.054
_cell_length_a	4.9134(0)
_cell_length_b	4.9134(0)
_cell_length_c	5.4051(0)
_cell_angle_alpha	90.000
_cell_angle_beta	90.000
_cell_angle_gamma	120.000
_cell_volume	113.0(0)
_cell_formula_units_Z	3
_symmetry_int_tables_number	154
_symmetry_space_group_name_H-M	'P 32 2 1'
_symmetry_space_group_name_Hall	'P_32_2'''
_symmetry_equiv_pos_as_xyz	
1	x,y,z
2	-y,x-y,2/3+z
3	-x+y,-x,1/3+z
4	x-y,-y,1/3-z
5	-x,-x+y,2/3-z

6 y,x,-z

_atom_site_u_iso_or_equiv

Si1 Si+0 0.470() 0.0000 0.6667 1.000 3 a ? d Uani ?

O1 O+0 0.4146(1) 0.2678(1) 0.7854(1) 1.000 6 c ? d Uani ?

➤ **Data ICSD untuk Fasa Kristobalit SiO₂**

Data	9008110
Publ_author_name	'Dollase, W. A.'
Publ section title	
Reinvestigation of the structure of low cristobalite	
Locality	Ellora, Hyderabad, India
Journal name full	'Zeitschrift fur
Kristallographie'	
Journal page first	369
Journal page last	377
Journal volume	121
Journal year	1965
Chemical formula sum	'O2 Si'
Chemical name mineral	Cristobalite
Space group IT 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 length a	4.978
Cell length b	4.978
Cell length c	6.948
Cell volume	172.175
Exptl crystal density diffrn	2.318
COD chemical formula sum orig	'Si O2'
COD database code	9008110

Symmetry equiv pos as xyz

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

Atom site label
 Atom site fract x
 Atom site fract y
 Atom site fract z
 Atom site U iso or equiv

Si	0.30004	0.30004	0.00000	0.01051
O	0.23976	0.10324	0.17844	0.01963

➤ **Data ICSD untuk Fasa Tridimit SiO₂**

Data	2104422
Publ_author_name	Graetsch, Heribert A.'
Publ_section_title	Modulated crystal structure of incommensurate low tridymite
Journal_coeditor_code	CK5037
Journal_name_full	'Acta Crystallographica Section B'
Journal_page_first	543
Journal_page_last	550
Journal_volume	65
Journal_year	2009
Chemical_formula_sum	'O2 Si'
Chemical_formula_weight	60.1
Chemical_name_common	tridymite
Symmetry_cell_setting	monoclinic
_cell_angle_alpha	90

_cell_angle_beta	91.57(2)
_cell_angle_gamma	90
_cell_formula_units_Z	8
_cell_length_a	5.007(2)
_cell_length_b	8.599(2)
_cell_length_c	8.2202(16)
_cell_volume	353.79(18)

_space_group_symop_ssg_operation_algebraic

1 x1,x2,x3,x4

2 x1,-x2,x3+1/2,x4

3 x1+1/2,x2+1/2,x3,x4

4 x1+1/2,-x2+1/2,x3+1/2,x4

_atom_site_disorder_group

Si Si1 0.089528 0.30758(3) 0.21154 0.01252(8) Uani d . 1 . .

Si Si2 0.09056(9) 0.64149(3) 0.33670(5) 0.01242(8) Uani d . 1 . .

O O1 0.30010(19) 0.75222(11) 0.25668(13) 0.0247(3) Uani d . 1 .

..

O O2 0.16026(19) 0.46589(9) 0.30179(12) 0.0224(3) Uani d . 1 .

.

O O3 0.30187(19) 0.18034(9) 0.26440(14) 0.0200(3) Uani d . 1 .

.

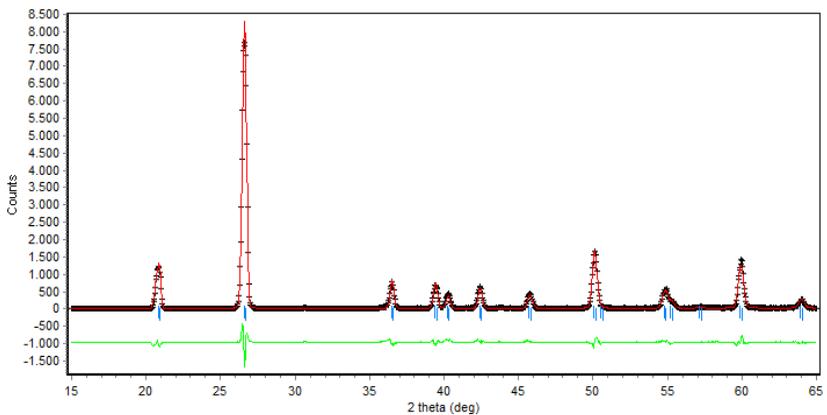
O O4 0.0976(3) 0.33257(12) 0.02435(14) 0.0288(3) Uani d . 1 . .

LAMPIRAN D

Penghalusan Rietveld dengan Perangkat Lunak Rietica

➤ SiO₂ Kuarsa

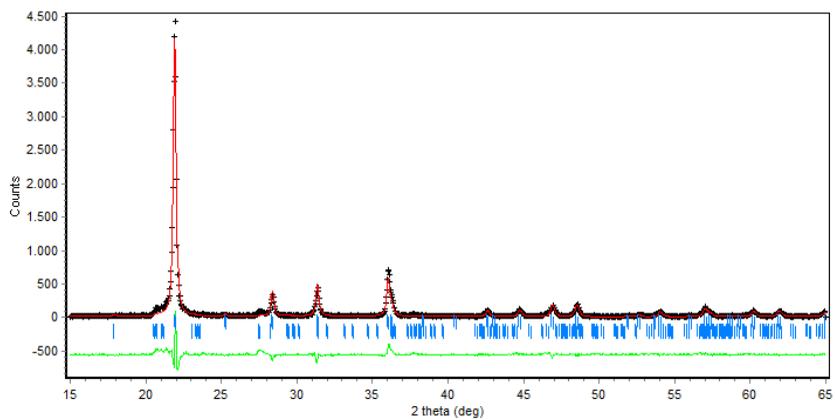
Parameter		SiO ₂ Kuarsa	
Phase Scale Factor		0,00785843	
Parameter Kisi	a	4,92330	
	b	4,92330	
	c	5,41760	
Cell Volume		113,721931	
Density		2,631	
U		0,38000	
Asymetry		0,15740	
Derived bragg		3,27	
Gam0		0,09500	
FoM	Rp(%)	Rwp(%)	Gof(%)
	9,824	14,392	3,015
Background	B0	-15,0338	
	B1	1,66995	
	B2	-0,02411	
	B3	0,00014	
Sample Displacement		-0,1495238	



➤ **SiO₂ Kristobalit**

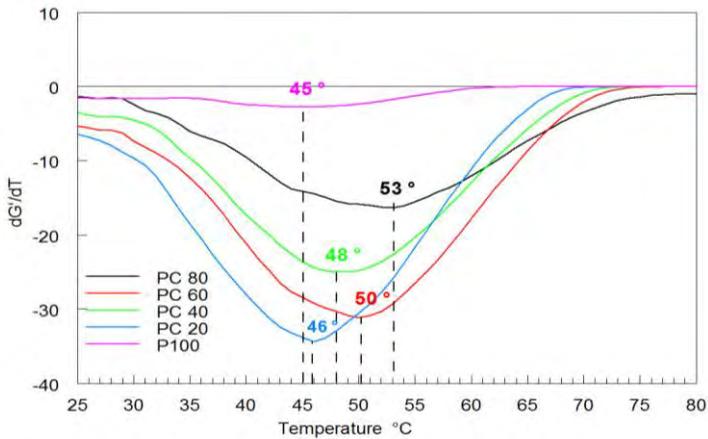
Molar Percentage of Phases:	Weight Percentage of Phases:
Phase 1: 61,46 (4,07)	98,82 (1,92)
Phase 2: 38,54 (6,90)	1,18 (0,63)

Parameter		SiO ₂ Kristobalit	SiO ₂ Tridimit
Phase Scale Factor		0,00169086	0,00006394
Parameter Kisi	a	4,97990	4,94680
	b	4,97990	8,60450
	c	6,94980	8,39340
Cell Volume		172,350204	357,256012
Density		2,315	2,28
U		0,20480	0,08000
Asymetry		0,05870	0,01000
Derived bragg		3,45	3,20
Gam0		0,99999	0,99999
FoM	Rp(%)	Rwp(%)	Gof(%)
	16,071	11,396	3,350
Background	B0	-36,09570	
	B1	5,75972	
	B2	-0,16224	
	B3	0,00133	
Sample Displacement		-0,0746152	



LAMPIRAN E
Penentuan Transition Glass Temperature (T_g)
komposit
PEG 4000/Silika kristobalit dengan DMA

T_g ditentukan dengan pendekatan diferensial dari modulus penyimpanan terhadap temperatur (dG'/dT), dan nilai minimumnya menunjukkan T_g .



LAMPIRAN F

Perhitungan Besar Konstanta Keefektifan Pengisi (C)

Nilai Konstanta keefektifan pengisi C dalam menyimpan energi dihitung dengan persamaan:

$$C = \frac{(G'_g/G'_r)_{composite}}{(G'_g/G'_r)_{matrix}}$$

dengan G'_g dan G'_r merupakan nilai modulus penyimpanan pada daerah *glassy* dan *ruberry*, Besar G'_g pada matrix adalah 40,8 dan G'_r pada matrix 0,006.

Composite	G'_g	G'_r	C
PC80	579	179	0,0005
PC60	520	0,4	0,1912
PC40	490	0,3	0,2402
PC20	682	0,2	0,5015

BIOGRAFI PENULIS



Tri Wahyuni, lahir di Lamongan pada tanggal 15 September 1993, merupakan anak ketiga dari enam bersaudara pasangan Abdullah dan Khoiriyah. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Dharmawanita Tunggul, SDN Tunggul, SMPN 2 Paciran, SMAN 2 Lamongan. Di Jurusan Fisika ini, penulis menjadi mahasiswa dengan NRP 1111100062 yang mengambil bidang minat material. Selama menjadi mahasiswa di Fisika ITS, penulis juga turut bergabung dengan beberapa organisasi, seperti Himasika ITS. Selain itu juga turut berkontribusi dalam banyak kegiatan di ITS seperti Gerigi dan Interval. Akhir kata apabila ada kritik dan saran, dapat dikirimkan ke: sidori.suzune@gmail.com.