



TUGAS AKHIR – SF 184801

**SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG/SILIKA
KUARSA MIKRON (PEG/m-SiO₂)**

**DEWI NORA FAJRA
NRP. 0111134000011**

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

**Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2020**



TUGAS AKHIR – SF 184801

**SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG/SILIKA
KUARSA MIKRON (PEG/m-SiO₂)**

**DEWI NORA FAJRA
NRP. 0111134000011**

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

**Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2020**



FINAL PROJECT – SF 184801

**THERMOMECHANICAL PROPERTIES OF
PEG/MICRON-SIZED QUARTZ COMPOSITES (PEG/m-
SiO₂)**

**DEWI NORA FAJRA
NRP. 0111134000011**

**Advisor
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**

**Departement of Physics
Faculty of Science and Data Analytics
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2020**

LEMBAR PENGESAHAN

**SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG/SILIKA
KUARSA MIKRON (PEG/m-SiO₂)**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Sains pada Bidang Studi Fisika Material
Program Studi SI Departemen Fisika
Fakultas Sains dan Analitika Data
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

DEWI NORA FAJRA
0111134000011

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.



“Halaman ini sengaja dikosongkan”

SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG/SILIKA KUARSA MIKRON (PEG/m-SiO₂)

Nama : DEWI NORA FAJRA
NRP : 0111134000011
Departemen : Fisika F.SAINS-ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

ABSTRAK

Komposit PEG/m-SiO₂ dengan variasi komposisi pengisi serbuk silika kuarsa mikron telah berhasil disintesis. Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir silika alam yang berasal dari Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan. Serbuk silika kuarsa mikron disintesis dari pasir tersebut melalui proses wet milling dan leaching dengan media HCl. Variasi komposisi pengisi yang digunakan adalah 5wt% dan 10wt% serbuk silika mikron dengan menambahkan dispersan (sodium dodecyl sulfate). Hasil karakterisasi FTIR dan XRD mengkonfirmasi tidak adanya ikatan kimia antara PEG dengan silika dan terbentuknya komposit. Karakterisasi SEM/EDX digunakan untuk mengetahui homogenitas pengisi pada komposit. Sifat termomekanik PEG/m-SiO₂ 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 silika mikron sebagai bahan pengisi dapat meningkatkan temperatur leleh komposit.

Kata Kunci: Silikamikron, Komposit, Modulus Simpan

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

**THERMOMECHANICAL PROPERTIES OF
PEG/MICRON-SIZED QUARTZ COMPOSITES
(PEG/m-SiO₂)**

Name : DEWI NORA FAJRA
NRP : 0111134000011
Department : Physics, F. SCIENCE-ITS
Advisor : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

ABSTRACT

PEG/m-SiO₂ composites with composition variations of micron-sized silica quartz have been successfully synthesized. The basic material used in the synthesis was silica sand from Pelaihari, South Kalimantan. The silica powder was produced by wet milling and HCl immersion process. FTIR and XRD characterization confirmed that PEG and silica has no chemical bonds and that the composites formed. Characterization of SEM/EDX was performed to assess the filler homogeneity. Thermomechanical data of Storage Modulus and Melting Temperature (T_m) of the PEG/m-SiO₂ composite was obtained from Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) instrument. Results show that the storage modulus increases with smaller filler size, the storage modulus of composite decreases with increasing temperature, and also addition of micron-sized silica as a filler is able to increase the melting temperature of the composites.

Keywords: *Micron-sized Quartz, PEG/m-SiO₂ Composites, 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 “**Sifat Termomekanik Komposit PEG/Silika Kuarsa Mikron (PEG/m-SiO₂)**” dengan optimal. Tugas akhir (TA) ini penulis susun untuk memenuhi persyaratan menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) di Departemen Fisika, Fakultas Sains, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Berkat adanya motivasi, dorongan, bimbingan, serta doa dari berbagai pihak, akhirnya penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir dengan baik. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih kepada:

1. Keluarga tercinta, Ayah, Ibu, Bagus, Mas Dawam, Mbak Desy, dan Byandra yang telah memberikan semangat, nasehat, bantuan, hiburan, dan doa restu kepada penulis.
2. Bapak Suminar Pratapa selaku dosen pembimbing yang senantiasa memberikan bimbingan, motivasi, dan ilmu sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir ini.
3. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng selaku Ketua Departemen Fisika Fakultas Sains ITS, yang telah memberikan kemudahan sarana dan prasarana kepada penulis selama mengikuti kuliah dan kegiatan berorganisasi sehingga terselesaikannya Tugas Akhir ini.
4. Tim DMA (Mbak Aini, Mbak Lila, Anisa) untuk segala bimbingan, motivasi, semangat dan bantuan sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.

5. Afyra Chairunisa, sahabat terbaik yang selalu memberikan saran, semangat, dan menjadi pendengar yang baik atas semua keluh kesah penulis ketika mengalami kesulitan.
6. Dan semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.

Penulis menyadari akan adanya kekurangan dalam penulisan laporan Tugas Akhir 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.

أَمِين يَا رَبَّ الْعَالَمِينَ

Surabaya, November 2019

Penulis

DAFTAR ISI

COVER PAGE	iii
LEMBAR PENGESAHAN	Error! Bookmark not defined.
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 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	5
1.6 Sistematika Penulisan	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Pasir Kuarsa	7
2.2 Silika	7
2.3 Polietilen Glikol 4000 dan Kompositnya	9
2.4 DMA	11
BAB III METODOLOGI	13
3.1 Prosedur Penelitian	13
3.1.1 Sintesis Serbuk Silika	13
3.1.2 Sintesis Komposit PEG 4000/m-SiO ₂	14
3.1.3 Pengujian DMA	14
3.2 Diagram Alir	15
3.2.1 Sintesis Serbuk Silika Kuarsa Mikron	16
3.2.2 Sintesis Komposit PEG/m-SiO ₂	17
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	19
4.1 Sintesis Serbuk Silika Mikron	19
4.1.1 Sintesis Difraksi Serbuk Silika Mikron	19
4.2 Analisis Komposit PEG/m-SiO ₂	21
4.2.1 Analisis Data Difraksi Komposit PEG/m-SiO ₂	21
4.2.2 Analisis Spektroskopi FTIR Komposit PEG/m-SiO ₂	23
4.2.3 Analisis Citra SEM-EDX Komposit PEG/m-SiO ₂	26
4.3 Analisis DMA pada Komposit PEG 4000/m-SiO ₂	28
BAB V KESIMPULAN	34
DAFTAR PUSTAKA	36

LAMPIRAN 38

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Struktur Silika (SiO_2).....	8
Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian.....	15
Gambar 3. 2 Diagram Alir Sintesis Serbuk Silika Kuarsa.....	16
Gambar 3. 3 Diagram Alir Sintesis Komposit PEG/m- SiO_2	17
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-X (radial $Cu- k\alpha$) dari serbuk silika mikron.....	17
Gambar 4. 2 Pola difraksi PEG 4000, Silika Mikron dan Komposit PEG/m- SiO_2 dengan komposisi 5wt%.....	19
Gambar 4. 3 Pola difraksi PEG 4000, Silika Mikron dan Komposit PEG/m- SiO_2 dengan komposisi 10wt%.....	20
Gambar 4. 4 Spektrum FTIR Komposit PEG/m- SiO_2 komposisi 5wt%.....	21
Gambar 4. 5 Spektrum FTIR Komposit PEG/m- SiO_2 komposisi 10wt%.....	21
Gambar 4. 6 Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m- SiO_2 (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM500-5, (b) grafik hasil <i>line analysis</i> menggunakan perangkat lunak <i>Pixel Profile</i> komposit PEG/SM500-10.....	25
Gambar 4. 7 Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m- SiO_2 (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM1000-10, (b) grafik hasil <i>line analysis</i> menggunakan perangkat lunak <i>Pixel Profile</i> komposit PEG/SM1000-10.....	25
Gambar 4. 8 Modulus Storage Komposit PEG/m- SiO_2 dengan penguat 5wt%.....	26
Gambar 4. 9 Modulus Storage Komposit PEG/m- SiO_2 dengan penguat 10wt%.....	27

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1. Parameter Kecocokan Analisis menggunakan <i>Rietica</i>	18
Tabel 4.2. Komposisi dan Parameter Kisi Fasa pada Sampel Silika Mikron.....	18
Tabel 4.3. Parameter Kecocokan, Ukuran Kristal dan Strain Silika menggunakan <i>MAUD</i>	18
Tabel 4.4. Perbandingan bilangan Gelombang Puncak Spektrum FTIR antara Referensi dengan Komposit PEG/m-SiO ₂ dengan variasi temperatur pemanasan pada komposisi 5 wt.%.....	22
Tabel 4.5. Perbandingan bilangan Gelombang Puncak Spektrum FTIR antara Referensi dengan Komposit PEG/m-SiO ₂ dengan variasi temperatur pemanasan pada komposisi 10 wt.%.....	23
Tabel 4.6. Hasil Indeks Dispersibilitas silika mikron dalam komposit PEG/m-SiO ₂	24
Tabel 4.7 Nilai absolut <i>storage modulus</i> komposit PEG/m-SiO ₂ (25°C).....	27
Tabel 4.8 Nilai Temperatur leleh (T _m) dari komposit PEG/m-SiO ₂	28

DAFTAR LAMPIRAN

Gambar 1. Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m-SiO ₂ (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM500-10, (b) grafik hasil <i>line analysis</i> menggunakan perangkat lunak <i>Pixel Profile</i> komposit PEG/SM500-10.....	33
Gambar 2. Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m-SiO ₂ (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM1000-5, (b) grafik hasil <i>line analysis</i> menggunakan perangkat lunak <i>Pixel Profile</i> komposit PEG/SM1000-5.....	33
Gambar 3. Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m-SiO ₂ (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM1200-5, (b) grafik hasil <i>line analysis</i> menggunakan perangkat lunak <i>Pixel Profile</i> komposit PEG/SM1200-5.....	34
Gambar 4. Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m-SiO ₂ (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM1200-10, (b) grafik hasil <i>line analysis</i> menggunakan perangkat lunak <i>Pixel Profile</i> komposit PEG/SM1200-10.....	34

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Polimer merupakan gabungan banyak unit-unit molekul yang lebih kecil yang disebut dengan monomer. Ini artinya senyawa polimer terdiri dari monomer-monomer. Karakteristik atau sifat polimer didasarkan pada empat hal, yaitu panjang rantai, gaya antarmolekul, percabangan dan ikatan silang antar rantai polimer. Semakin panjang rantai polimer, maka kekuatan dan titik leleh senyawanya semakin tinggi. Semakin besar gaya antarmolekul pada rantai polimernya, maka senyawa polimer akan semakin kuat dan semakin sulit leleh. Polimer banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Yang paling mudah ditemui adalah bahan yang terbuat dari plastik.

Salah satu contoh polimer adalah polietilen glikol (PEG). PEG tersedia dalam berbagai macam berat molekul mulai dari 200 sampai dengan 8000. Pemberian nomor menunjukkan berat molekul rata-rata dari masing-masing polimernya. PEG 4000, misalnya, merupakan polimer PEG yang memiliki berat molekul rata-rata 4000 g/mol dan memiliki derajat polimerisasi 68. Secara umum, kekuatan PEG 4000 relatif lebih rendah dibandingkan dengan keramik, yaitu 128 MPa (Feng dkk. 2014). PEG 4000 membutuhkan penguat untuk meningkatkan sifat mekaniknya. Penguatan PEG dapat digunakan serbuk silika (SiO_2), hal tersebut dikarenakan silika memiliki kekuatan mekanik lebih tinggi dibandingkan dengan PEG. Gabungan dua material tersebut dapat dijadikan bahan komposit yaitu PEG/m- SiO_2 (Fauziyah 2015).

Silika merupakan senyawa kimia yang dapat diperoleh dari mineral, nabati, dan sintesis kristal. Silika terbentuk melalui ikatan kovalen yang kuat serta memiliki struktur dengan empat atom

oksigen terikat pada posisi sudut tetrahedral di sekitar atom silikon. Silika dapat ditemukan di alam dalam beberapa bentuk meliputi kuarsa dan opal, serta memiliki tiga bentuk kristal utama yaitu kristobalit, tridimit, dan kuarsa. Pasir silika alam, pada umumnya mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Pasir kuarsa juga dikenal dengan nama pasir putih, merupakan hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama seperti kuarsa dan feldspar. Serbuk silika biasa diperoleh melalui proses penambangan yang dimulai dari menambang pasir kuarsa sebagai bahan baku. Untuk memperoleh pasir kuarsa yang cukup murni pada awalnya dilakukan proses pembersihan dengan tujuan menghilangkan pengotor organik yang terkandung pada permukaan pasir silika. Setelah proses pembersihan dilakukan proses pengeringan untuk meningkatkan kadar silika yang terkandung ada pasir kuarsa hasil dari penambangan (Fauziyah 2015).

Komposit merupakan susunan dari paling tidak dua unsur (senyawa) yang bekerja bersama untuk menghasilkan sifat-sifat bahan yang berbeda terhadap sifat-sifat penyusun-penyusunnya. Komposit terdiri atas material utama (matriks) dan material penguat. Pada umumnya penguat memiliki bentuk serat, lamina, atau serbuk. Contoh komposit bermatriks polimer adalah resin sebagai matriks dan serat kaca, karbon, dan aramid sebagai penguat (pengisi). Komposit tersebut mempunyai kekuatan tarik dan kekuatan tekan yang luar biasa tinggi yang dalam bentuk matriksnya saja sifat-sifat ini tidak muncul.

Telah dibuktikan dalam penelitian yang dilakukan oleh Thangamuthu dan Lin bahwa menggabungkan dan mensintesis PEG/SiO₂ dapat dimanfaatkan di bidang medis untuk membangun jaringan tulang (Thangamuthu dan Lin 2006). Dalam penelitian yang lain, Catauro dkk menunjukkan bahwa keramik silika

merupakan bahan *bioactive* dan *biocompatible* dengan menggunakan sintesis teknik sol-gel. Sifat mendasar yang harus dimiliki material di bidang biomedis adalah bioaktivitas dan biokompatibilitas, maka bahan tersebut mampu mengikat jaringan tulang (Catauro dkk. 2016). Dalam bidang yang lain, Sreekala dkk berhasil mengembangkan PEG/SiO₂ di bidang energi dengan bahan *hybrid* PEG/SiO₂ dalam pembentukan membran (Sreekala, Thomas, dan Groeninckx 2005). Peneliti lain, Fauziyah berhasil melakukan sintesis PEG/polimorf silika, tetapi sebaran silika yang dihasilkan banyak mengalami aglomerasi (Fauziyah 2015). Fadly (Fadly 2016) dan Hilmi (Hilmi 2016) kemudian berhasil mensintesis komposit PEG/silika dengan metode cair. Kedua penelitian tersebut belum mencapai sebaran silika yang homogen, maka perlu dilakukan penelitian dengan metode baru untuk memperbaikinya. Kemudian, Fauziyah melakukan penelitian (Fauziyah dkk. 2019) dengan menambahkan dipersan *sodium dodecyl sulfate* (SDS) untuk meningkatkan distribusi pengisi dalam matriks PEG. Sifat termomekanik komposit-komposit PEG/silika dianalisa dengan menggunakan instrumen *Dynamic Mechanical Analyzer* (DMA) pada metode geser dan tarik. Tetapi, sejauh ini belum pernah diselidiki bagaimana sifat termomekanik komposit bermatriks PEG dengan pengisi silika kuarsa mikron yang bervariasi ukurannya.

Pada penelitian ini, akan disintesis komposit PEG yang berpengisis silika mikron (PEG/m-SiO₂). Silika kuarsa yang didapatkan dari hasil sintesis dengan metode *wet milling* untuk mendapatkan silika dengan kemurnian yang tinggi. Bahan baku silika yang digunakan pada penelitian ini adalah berasal dari Tanah Laut Pelaihari, Kalimantan Selatan. Silika kuarsa mikron divariasi ukurannya dengan memanaskan pada beberapa temperatur yang berbeda (500, 1000, dan 1200 °C), kemudian

dilakukan karakterisasi termomekanik dengan DMA (*Dynamic Mechanical Analyzer*) dengan mode geser.

1.2 Rumusan Masalah

Perumusan masalah dari Tugas Akhir ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh dimensi ukuran pengisi silika kuarsa mikron akibat pengaruh variasi temperatur dalam komposit PEG/m-SiO₂ terhadap kekuatan mekanik dan sifat viskoelastisnya dengan menggunakan DMA.
2. Mengetahui distribusi serbuk silika mikron di dalam matriks PEG dengan variasi fraksi pengisi.
3. Mengetahui keterkaitan fraksi volum dan dimensi ukuran silika terhadap sifat termomekanik.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian tugas akhir ini adalah:

1. Mengetahui ukuran kristal dari serbuk silika dengan variasi pemanasan 500, 1000 dan 1200°C.
2. Mengetahui sifat termomekanik dari PEG/m-SiO₂ dengan mode geser dengan variasi fraksi pengisi, yaitu 5wt% dan 10wt% dan temperatur 500, 1000, dan 1200°C.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam Tugas Akhir ini antara lain adalah:

1. Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian tugas akhir ini adalah pasir silika alam dari Tanah Laut Pelaihari, Kalimantan Selatan.
2. Pengisi komposit yang digunakan adalah silika kuarsa mikron dengan variasi fraksi komposisi 5wt% dan 10wt%.
3. Variasi suhu pemanasan serbuk silika adalah 500, 1000 dan 1200°C.

4. Mode pengujian yang digunakan adalah mode geser.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut:

1. Memberikan wawasan tentang menggunakan pasir silika kuarsa mikron sebagai sumber utama sintesis m-SiO₂ sebagai pengisi komposit PEG/m-SiO₂.
2. Memberikan gambaran mengenai pemanfaatan sumber daya alam pasir silika.
3. Memberikan pemahaman tentang bagaimana pengaruh temperatur terhadap sifat mekanik pada komposit PEG silika kuarsa mikron (PEG/m-SiO₂).

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan proposal tugas akhir ini, tersusun dalam tiga bab yaitu: Bab 1: Pendahuluan berisi latar belakang masalah, maksud dan tujuan, dan perumusan masalah tugas akhir. Bab 2: Tinjauan Pustaka berisi mengenai kajian pustaka yang digunakan pada tugas akhir. Bab 3: Metodologi Penelitian berisi tentang metode dan tahap pengambilan data tugas akhir.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pasir Kuarsa

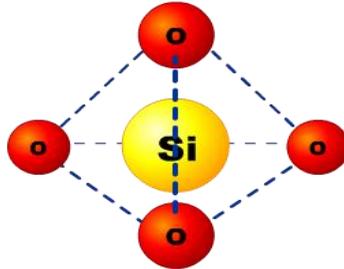
Pasir kuarsa atau yang biasa disebut dengan pasir putih merupakan bahan galian yang terdiri dari kristal-kristal silika. Pasir ini mengandung senyawa-senyawa pengotor yang terbawa saat proses pengendapan. Pasir ini merupakan pasir yang dihasilkan dari pelapukan batuan yang mengandung mineral kuarsa. Hasil tersebut kemudian tercuci dan terbawa oleh air atau angin yang kemudian terendap di tepi-tepi sungai, danau, atau laut (Siregar 2014).

Pasir kuarsa ini bisa digunakan di berbagai bidang Industri baik sebagai bahan utama maupun bahan ikutan. Biasanya pasir kuarsa ini digunakan sebagai bahan baku semen. Pasir kuarsa juga sudah banyak digunakan dalam pembuatan beton seperti sebagai pengisi rongga pada campuran beton atau biasa disebut dengan *filler*. Pasir kuarsa merupakan salah satu bahan galian yang sangat melimpah di Indonesia. Karena kondisi Indonesia sebagian besar merupakan batuan beku asam sebagai sumber pembentuk (Fairus dkk. 2009).

2.2 Silika

Silika (SiO_2) merupakan salah satu senyawa kimia yang paling umum dan tersedia di alam. Secara kuantitatif memiliki jumlah yang melimpah. Silika berada di dalam tanah berbentuk silika larut air (H_4SiO_4). Silika adalah senyawa kimia yang terbentuk dari atom silikon dan oksigen. Karena oksigen adalah unsur yang paling melimpah di kulit bumi, sementara silikon adalah unsur kedua terbanyak, maka bentuk silika merupakan bentuk yang sangat umum ditemukan di alam. Silika biasanya

diperoleh melalui proses penambangan yang dimulai dari menambang pasir kuarsa sebagai bahan baku. Pasir kuarsa tersebut kemudian dipisahkan dan dilakukan proses untuk membuang pengotor, pasir inilah yang kemudian dikenal dengan pasir silika (Rizka 2014).



Gambar 2. 1 Struktur Silika (SiO_2)

Silika selalu terikat secara tetrahedral kepada empat atom oksigen, namun ikatan-ikatannya mempunyai sifat yang cukup ionik. Dalam kristobalit, atom-atom silikon ditempatkan seperti halnya atom-atom karbon dalam intan dengan atom-atom oksigen berada di tengah dari setiap pasangan. Silika murni terdapat dalam dua bentuk yaitu kuarsa dan kristobalit. Dalam kuarsa terdapat heliks sehingga terbentuk kristal enansiomorf. Kuarsa dan kristobalit dapat saling dipertukarkan apabila dipanaskan. Proses ini lambat karena dibutuhkan pemutusan dan pembentukan kembali ikatan-ikatan dan energi pengaktifannya tinggi.

Transformasi fasa silika dapat terjadi dikarenakan pemberian temperatur pemanasan atau pemberian reaksi kimia. Salah satu teknik pemanasan tersebut adalah kalsinasi. Kalsinasi yaitu pemanasan serbuk dalam temperatur tinggi, tetapi temperatur tinggi tersebut masih di bawah titik leleh dari material (Rosenqvist 2004).

Silika biasanya dimanfaatkan untuk berbagai keperluan dengan berbagai ukuran tergantung dengan aplikasi yang dibutuhkan seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, tekstil, kertas, kosmetik, elektronik, pasta gigi, dan lain-lain. Untuk proses penghalusan atau memperkecil ukuran dari pasir silika umumnya digunakan metode *milling* dan *ball mill* untuk menghancurkan ukuran pasir silika yang besar-besar menjadi ukuran yang lebih halus.

2.3 Polietilen Glikol 4000 dan Kompositnya

Polietilen merupakan polimer termoplastik yang dibuat dari proses polimerisasi adisi gas etilen. Etilen diproduksi dalam industri petrokimia melalui proses *steam cracking*. Dalam proses pembentukannya, gas atau hidrokarbon cair dipanaskan sampai 750-950°C yang akan merangsang berbagai reaksi radikal bebas. Proses ini mengkonversi hidrokarbon jenuh menjadi hidrokarbon tak jenuh berukuran kecil seperti alkene, etene, dan propene. Etilen dipisahkan dari campuran kompleks melalui kompresi dan distilasi yang berulang (Kniel, Winter, dan Stork 1980).

Polietilen terdiri dari daerah kristalin dan daerah amorf. Rantai molekul pada daerah kristalin ditandai dengan rantai lurus, sedangkan pada daerah amorf memiliki rantai yang bebas atau bercabang. Kombinasi daerah amorf dan kristalin ini menentukan bentuk produk yang akan dihasilkan. Polimer yang lebih amorf akan seperti karet dan memiliki sifat fisik plastik yang fleksibel. Sedangkan polimer kristalin akan sangat kaku dan keras. Polimer yang memiliki densitas tinggi akan memiliki derajat kristalinitas yang tinggi (Equistar 2004).

Polietilen glikol atau biasa disingkat PEG merupakan polimer yang tersusun dari sub-unit monomer yang berulang. PEG memiliki struktur kimia $H-(CH_2-CH_2-O)_n-H$. Makna PEG 4000

adalah berat molekul rata-rata PEG mendekati 4000. Polietilen glikol 4.000, 6.000 dan 8.000 berbentuk serbuk putih dengan tekstur seperti lilin dan berwarna seperti parafin. Sangat larut dalam air dan dalam diklorometan, dan sedikit larut dalam alkohol (Sweetman 2009).

PEG merupakan salah satu jenis bahan pembawa yang sering digunakan sebagai bahan tambahan dalam suatu formulasi untuk meningkatkan pelarutan obat yang sukar larut. Bahan ini merupakan salah satu jenis polimer yang dapat membentuk kompleks polimer pada molekul organik apabila ditambahkan dalam formulasi. Cangkang kapsul dengan menggunakan basis polietilen glikol memiliki beberapa keuntungan karena sifatnya yang inert, tidak mudah terhidrolisis, tidak membantu pertumbuhan jamur.

Komposit merupakan material yang dibentuk dengan melakukan perpaduan dari dua atau lebih bahan dengan jenis yang berbeda secara non kimiawi. Perpaduan ini menghasilkan material komposit yang mempunyai sifat mekanik dan karakteristik yang berbeda dari material pembentuknya. Pada umumnya, material komposit terdiri dari dua bagian besar bahan dasar, yaitu matriks dan pengisi (*filler*). Bahan 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 (Fauziyah 2015).

Agar terbentuk komposit, maka harus dipenuhi syarat-syarat tertentu, yaitu:

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

Material komposit yang digunakan pada penelitian ini terbentuk dari perpaduan dari Polietilen Glikol 4000 sebagai matriks dan serbuk silika mikron sebagai bahan penguat (*filler*). Matriks dalam komposit berfungsi untuk mendistribusikan beban ke dalam seluruh material penguat komposit. Bahan penguat komposit berperan untuk menahan beban yang diterima oleh material komposit.

2.4 DMA

Dynamic Mechanical Analysis (DMA) merupakan suatu alat yang berfungsi untuk mengetahui ukuran dari sifat viskoelastis suatu bahan polimer (Keskin dkk. 2014). Pengaplikasian gaya sinusoidal (*stress*) pada sampel akan menghasilkan *strain* (*sample displacement*) dengan temperatur dan frekuensi yang dapat divariasi.

Yang dihasilkan dalam pengukuran DMA mode tarik berupa modulus elastisitas dari bahan yang diuji. Modulus elastisitas yang direkam merupakan modulus kompleks, karena gaya sinusoidal yang diberikan menghasilkan respon yang juga sinusoidal tetapi mengalami ketertinggalan fasa. Modulus kompleks memiliki dua komponen yaitu modulus penyimpanan (*storage modulus*) dan modulus hilang (*loss modulus*). Modulus penyimpanan merupakan modulus yang menggambarkan kekakuan (*stiffness*) dari suatu material. Atau bisa juga disebut sebagai jumlah energi yang dikembalikan ke sistem secara elastis setelah pemberian regangan. Modulus hilang merupakan indikator energi yang terserap matriks yang tidak dikembalikan secara elastik yang digunakan untuk meningkatkan vibrasi molekuler atau memindahkan posisi rantai polimer.

Pengukuran sifat mekanik materi menggunakan DMA mengikuti hukum Hooke di mana materi diibaratkan sebuah pegas.

Dalam hukum Hooke, *elastic* atau *Young Modulus* (E) diperoleh pada sampel yang lunak dengan teknik bending atau tension. Teknik ini memungkinkan sifat mode geser diperoleh dengan tepat.

$$\sigma(t) = G^*(\omega)\varepsilon(t) \quad (1)$$

$$G^*(\omega) = G'(\omega) + iG''(\omega) \quad (2)$$

$$\tan \sigma = \frac{G''}{G'} \quad (3)$$

Umumnya, nilai G' , G'' , dan $\tan \sigma$ diukur sebagai fungsi temperatur dan waktu. DMA adalah instrumen yang memiliki sensitivitas yang baik dalam pengukuran nilai T dari polimer. Pergerakan rantai samping dan rantai induk dari area polimer yang spesifik ataupun *local relaxation mode* yang tidak dapat diukur dengan DSC dapat diamati dengan DMA. Pengukuran dengan menggunakan DMA mode geser menghasilkan data berupa modulus penyimpanan (*storage modulus*), faktor hilang (*loss modulus*), dan $\tan \delta$ (Pisello dkk. 2014). Modulus penyimpanan mengukur energi yang tersimpan, yang mewakili daerah elastik. Faktor hilang mengukur energi yang hilang sebagai panas, yang mewakili daerah viskus dan redaman yang dialami material. $\tan \delta$ menunjukkan perbandingan antara faktor hilang dengan modulus penyimpanan. Salah satu luaran terpenting dari hasil pengukuran DMA adalah *melting transition temperature* (T_m) dari polimer. Modulus penyimpanan bahan akan turun secara drastis seiring dengan penurunan elastisitas. Dengan demikian DMA mampu menjelaskan sifat viskoelastis bahan polimer.

BAB III

METODOLOGI

Metode penelitian ini akan dilakukan menjadi tiga tahap, yaitu (1) Sintesis Serbuk Silika, (2) Sintesis Komposit PEG/m-SiO₂, dan (3) Pengujian DMA. Tahap sintesis serbuk silika dilakukan untuk membentuk serbuk silika yang berasal dari pasir silika. Tahap sintesis komposit PEG/m-SiO₂ dilakukan untuk mencampurkan PEG 4000 dengan serbuk silika yang telah terbentuk pada tahap pertama. Sedangkan pengujian DMA dilakukan setelah bahan komposit telah terbentuk dan siap dilakukan pengujian DMA guna mengetahui karakteristik viskoelastisitas dari bahan yang telah terbentuk pada tahap kedua. Bahan-bahan yang digunakan berdasarkan dari penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh Fauziyah pada tahun 2015.

3.1 Prosedur Penelitian

3.1.1 Sintesis Serbuk Silika

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah pasir silika alam yang diambil dari Tanah Laut Pelaihari, Kalimantan Selatan. Pasir silika dicuci terlebih dahulu menggunakan akuades lalu dikeringkan pada temperatur $\pm 80^{\circ}\text{C}$ selama 12 jam. Pasir yang telah dikeringkan kemudian diuji XRF guna mengetahui unsur-unsur yang terkandung di dalamnya. Kemudian diekstraksi menggunakan magnet permanen agar mengurangi *magnetic compound* di dalam pasir. Setelah itu dilakukan pengujian XRF.

Pasir yang telah diuji tersebut kemudian dihaluskan dengan metode *wet milling* menggunakan medium alkohol selama 1 jam dengan kecepatan 150 putaran per menit (ppm) dengan menggunakan bola zircon. Lalu pasir dikeringkan pada temperatur 50°C selama 12 jam. Kemudian dilakukan uji XRF. Setelah itu,

pasir di-*stirring* dengan HCl 2M selama 30 menit dan dileach selama 12 jam untuk memurnikan serbuk silika. Perbandingan Silika dan HCl yang digunakan adalah 1gr: 30ml. Endapan pasir dari rendaman tersebut dinetralkan hingga $\text{pH} \pm 7$ menggunakan akuades. Kemudian endapan tersebut dikeringkan. Maka terbentuklah serbuk silika kuarsa. Variasi ukuran serbuk mikron dilakukan dengan memanaskan serbuk silika kuarsa pada temperatur 500, 1000, dan 1200 °C. Dilakukan pengujian XRF dan XRD untuk mengetahui kandungan unsur dan fasa. Perlu juga dilakukan pengujian PSA untuk mengetahui ukuran partikel. Dan pengujian TEM untuk mengetahui ukuran kristal.

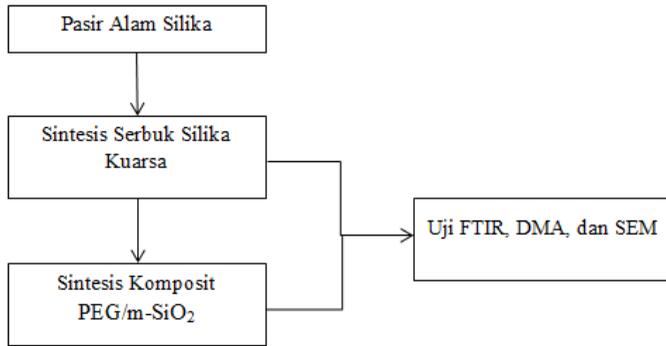
3.1.2 Sintesis Komposit PEG 4000/m-SiO₂

Dilakukan pemanasan PEG pada temperatur 70°C. Kemudian ditambahkan dengan 2wt% dipersan (*sodium dodecyl sulfate* (SDS)) lalu dilakukan *stirring* selama 30 menit. Setelah itu, dilakukan pencampuran dengan serbuk silika kuarsa pada komposisi 5 dan 10wt%. PEG 4000/SiO₂ yang telah tercampur tersebut di-*stirring* selama 15 menit. Kemudian dimasukkan ke dalam cetakan dan dikompaksi. Guna mengetahui keberhasilan terbentuknya komposit, maka dilakukan pengujian XRD dan pengujian FTIR sebagai pendukung data. Perlu dilakukan pengujian SEM untuk mengetahui sebaran silika dan PEG dalam komposit.

3.1.3 Pengujian DMA

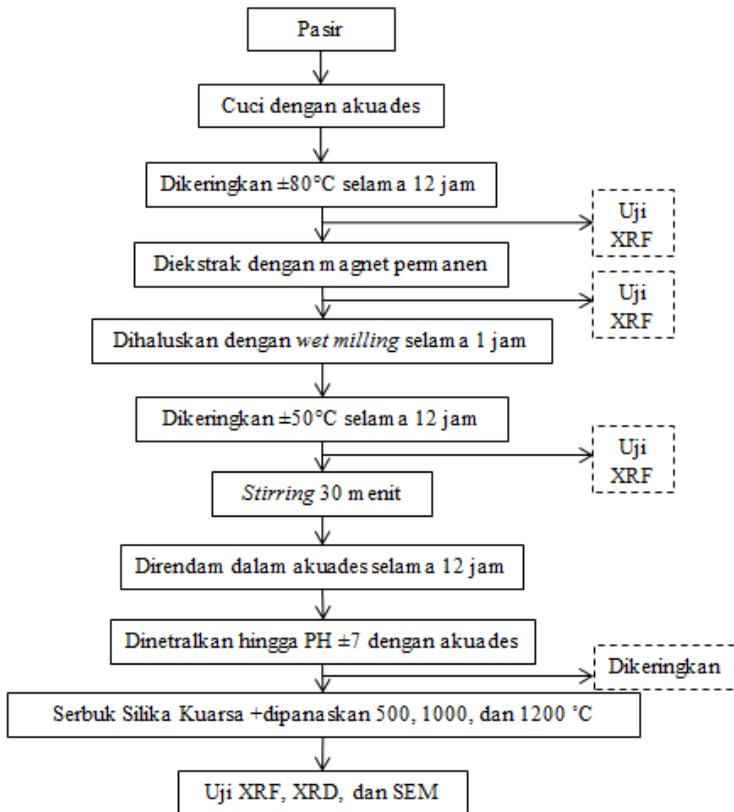
Pengujian DMA yang dilakukan menggunakan mode pengukuran *tensile*. Pengukuran dilakukan pada rentang temperatur 25°C hingga 80°C. Sampel disiapkan dengan ukuran lebar 5mm, panjang 5mm, dan tebal 1mm. Maka sampel siap diuji untuk mengetahui *shear modulus* dari bahan polimer.

3.2 Diagram Alir



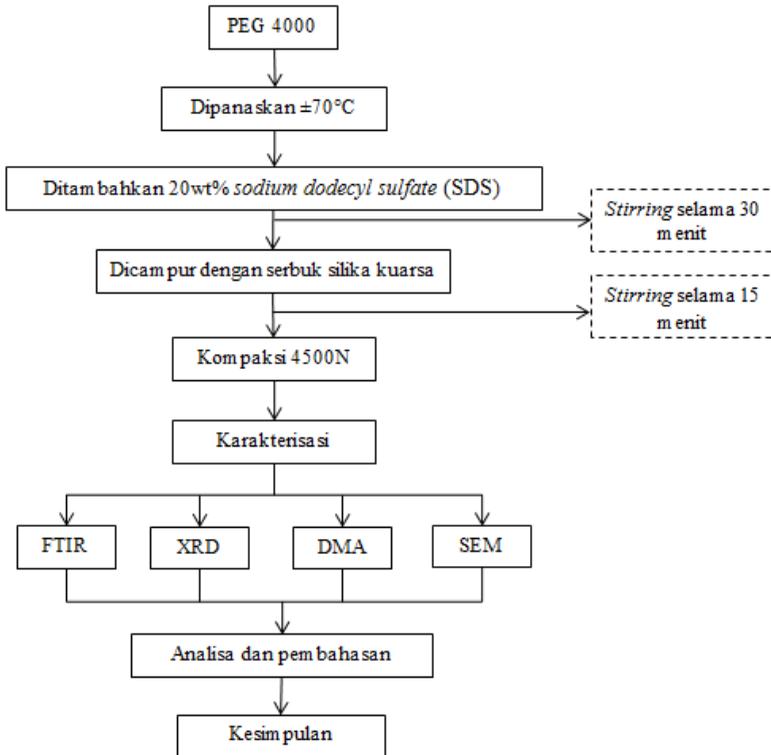
Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian

3.2.1 Sintesis Serbuk Silika Kuarsa Mikron



Gambar 3. 2 Diagram Alir Sintesis Serbuk Silika Kuarsa

3.2.2 Sintesis Komposit PEG/m-SiO₂



Gambar 3. 3 Diagram Alir Sintesis Komposit PEG/m-SiO₂

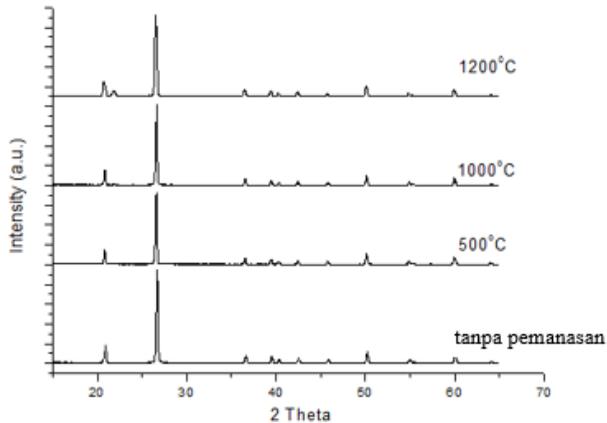
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Serbuk Silika Mikron

4.1.1 Sintesis Difraksi Serbuk Silika Mikron

Gambar 4.1. menunjukkan pola difraksi sinar-X dari serbuk silika mikron dengan variasi waktu pemanasan 500, 1000, dan 1200 °C yang bersumber dari pasir lokal Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan.



Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X (radiai $Cu-K\alpha$) dari serbuk silika mikron yang dihasilkan dengan variasi temperatur pemanasan.

Pola difraksi sinar-X yang didapatkan dianalisis secara kualitatif dengan menggunakan *Match!* dan secara kuantitatif menggunakan metode *Rietveld* menggunakan *software Rietica*. Secara kualitatif, tampak bahwa pada SM0 (tanpa pemanasan) dan SM500 (pemanasan 500 °C) tampak fasa tunggal kuarsa sesuai dengan PDF No. 16-2490. Sedangkan pada pemanasan 1000 dan 1200 °C menunjukkan adanya transformasi fasa kuarsa menjadi

fasa kuarsa dan kristobalit (PDF No. 39-1425). Secara kuantitatif dengan menggunakan *Rietica*, Tabel 4.1 menunjukkan nilai kecocokan pengolahan serbuk silika mikron ditunjukkan pada Tabel 4.1 dan nilai parameter kisi dari silika mikron ditampilkan pada Tabel 4.2. Pencocokan data XRD serbuk silika mikron ini secara umum telah memenuhi kriteria utama, yaitu plot selisih model dengan data memiliki fluktuasi yang relatif kecil dan nilai GoF (*goodness-of-fit*) kurang dari 4%. Selain itu, parameter-parameter kecocokan lainnya bernilai kurang dari 20% seperti *R-profile* (R_p), *R-weighted profile* (R_{wp}), *R-expected* (R_{exp}), serta R_{bragg} yang kurang dari 10%.

Tabel 4.1. Parameter Kecocokan Analisis menggunakan *Rietica*.

Sampel	GoF	R_{wp}	R_{exp}	R_{bragg}
Q500	3,22	18,55	10,34	6,93
Q1000	3,70	20,01	10,40	7,57
Q1200	3,97	17,42	8,74	2,61

Tabel 4.2. Komposisi dan parameter kisi fasa sampel silika

Output <i>Rietica</i>								
Sampel	Kuarsa				Kristobalit			
	Volum Sel (\AA^3)	Komposisi (Mol %)	Parameter Kisi (\AA)		Volum Sel (\AA^3)	Komposisi (Mol %)	Parameter Kisi (\AA)	
			a=b	c			a=b	c
Q500	113,140	100	4,915	5,407	-	-	-	-
Q1000	113,374	94,80	4,912	5,411	173,835	5,20	4,928	7,159
Q1200	113,391	42,91	4,918	5,412	173,185	57,09	4,985	6,970

Tabel 4.3. Parameter kecocokan, ukuran kristal dan *strain* hasil analisis data XRD serbuk silika menggunakan *MAUD*.

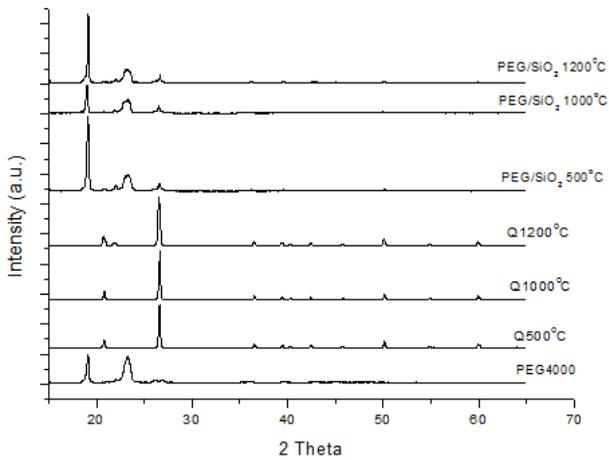
Sampel	Sig	Ukuran Kristal (nm)	<i>Strain</i> ($\times 10^{-4}$)
Tanpa Pemanasan	0,422	162	2,67
Q500	1,713	168	3,74
Q1000	2,211	217	9,71
Q1200	2,441	249	7,86

Tabel 4.3 menunjukkan pengaruh waktu pemanasan terhadap ukuran partikel silika. Kenaikan temperatur pemanasan mengakibatkan ukuran kristal kuarsa semakin besar. Peningkatan ukuran kristal ini diakibatkan oleh adanya pertumbuhan butir dari silika kuarsa saat dipanaskan. Serbuk silika tanpa pemanasan memiliki ukuran kristal 161 nm (Azaria, 2019) dan ketika dipanaskan 500 °C ukuran kristalnya menjadi 168 nm. Waktu pemanasan juga mengakibatkan adanya regangan pada serbuk. Namun, nilai dari regangan pada sampel silika mikron tidak menunjukkan pola yang jelas dan secara umum meningkat.

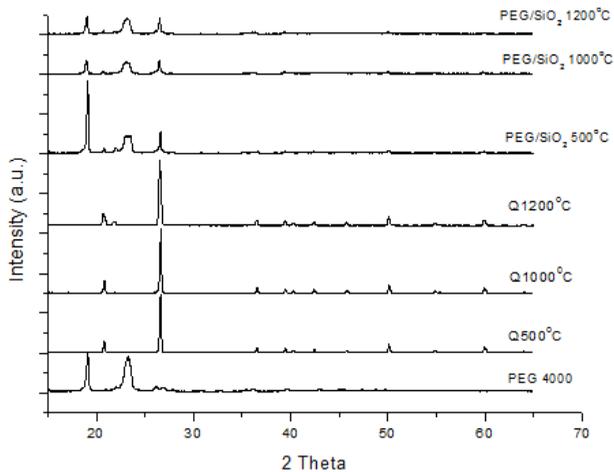
4.2 Analisis Komposit PEG/m-SiO₂

4.2.1 Analisis Data Difraksi Komposit PEG/m-SiO₂

Pada bahan komposit salah satu indikasinya masing-masing bahan pembentuknya tidak terjadi pembentukkan fase baru (tidak bereaksi secara kimiawi), di mana interaksi antara bahan-bahan pembentuknya melalui mekanisme ikatan fisis. Ikatan antar muka pada bahan komposit merupakan persyaratan utama yang harus terjadi dengan baik, agar mekanisme penguatan secara struktural dapat terjadi. Untuk mengidentifikasi terbentuknya material komposit pada bahan-bahan yang dibuat secara kristalografi dapat diidentifikasi dengan ada atau tidak adanya fase baru yang terbentuk. Berdasarkan pengamatan hasil spektrum XRD yang dilakukan pada bahan komposit PEG/m-SiO₂ penelitian ini dapat ditunjukkan pada gambar 4.2 dan 4.3 berikut ini.



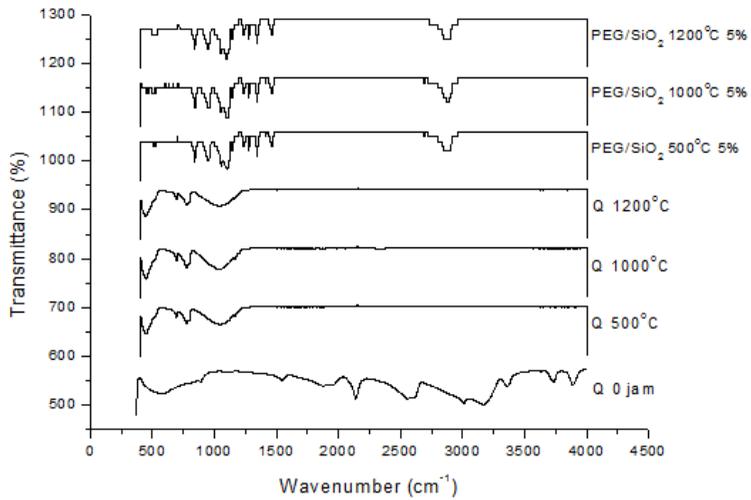
Gambar 4.2 Pola-pola XRD (radiasi $\text{CuK}\alpha$) PEG 4000, silika (m-SiO₂) dan komposit-komposit PEG/m-SiO₂ dengan komposisi 5 wt.%.



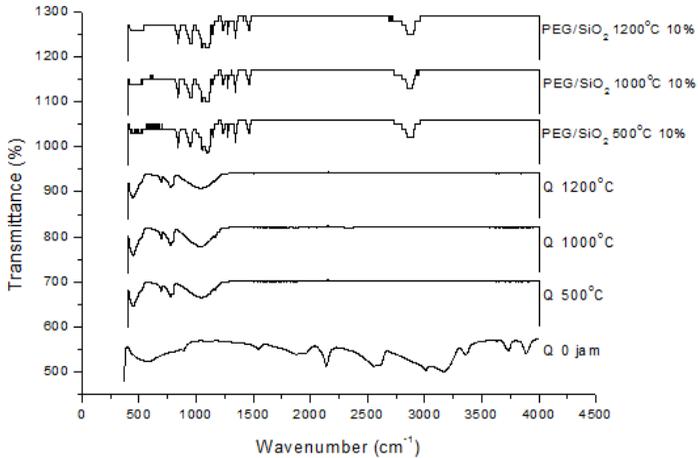
Gambar 4.3 Pola-pola XRD (radiasi CuK α) PEG 4000, silika (m-SiO₂) dan komposit-komposit PEG/m-SiO₂ dengan komposisi 10wt%

4.2.2 Analisis Spektroskopi FTIR Komposit PEG/m-SiO₂

Spektroskopi FTIR menunjukkan jenis ikatan antar gugus fungsi yang terbentuk pada komposit PEG/m-SiO₂ dengan rentang panjang gelombang *mid-infrared*, yaitu pada rentang 4500-500 cm⁻¹ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4-4.5.



Gambar 4.4 Spektrum FTIR komposit PEG/m-SiO₂ komposisi 5 wt.%.



Gambar 4.5 Spektrum FTIR komposit PEG/m-SiO₂ komposisi 10 wt.%.

Pada Gambar 4.4-4.5, puncak spektrum inframerah mendeteksi 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 bilangan gelombang. Analisis dilakukan secara kualitatif dengan membandingkan data hasil panjang gelombang spektrum inframerah semua sampel komposit PEG/m-SiO₂ dengan bilangan gelombang spektrum inframerah yang diberikan referensi ditampilkan lebih lengkap pada Tabel 4.4 dan 4.5.

Tabel 4.4. Perbandingan bilangan gelombang puncak spektrum FTIR antara referensi dengan data terukur komposit PEG/m-SiO₂ dengan variasi temperatur pemanasan pada komposisi 5 wt.%.

Jenis Ikatan	Wavenumber (cm ⁻¹)			
	Referensi	500 °C	1000 °C	1200 °C
<i>Si-O-Si bending</i>	500-200	508,83	506,77	508,41
<i>Si-O-Si asymstretching</i>	1130-1000	1059,02	1058,97	1058,91
<i>C-O-C stretching</i>	1500-800	1340,24	1340,24	1340,23
<i>Si-O-Si asymstretching</i>	1130-1000	1097,55	1097,66	1097,40
<i>C-O-C stretching</i>	1500-800	1359,45	1359,45	1359,43
<i>C=C stretching</i>	1650-1900	1654,00	1636,91	1654,39
<i>O-H stretching</i>	3750-2500	2882,97	2882,62	2883,06
<i>Si-O-Si asymstretching</i>	3700-3200	3447,78	3423,24	3447,83

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

Tabel 4.5 Perbandingan bilangan gelombang puncak spektrum FTIR antara referensi dengan data terukur komposit PEG/m-SiO₂ dengan variasi temperatur pemanasan pada komposisi 10 wt. %.

Jenis Ikatan	Wavenumber (cm ⁻¹)			
	Referensi	500 °C	1000 °C	1200 °C
<i>Si-O-Si bending</i>	500-200	508,66	508,23	508,09
<i>Si-O-Si asymstreching</i>	1130-1000	1058,99	1058,91	1058,96
<i>C-O-C streching</i>	1500-800	1340,26	1340,26	1340,30
<i>Si-O-Si asymstreching</i>	1130-1000	1098,21	1097,36	1097,49
<i>C-O-C streching</i>	1500-800	1359,44	1359,46	1359,43
<i>C=C streching</i>	1650-1900	1654,31	1465,88	1637,04
<i>O-H streching</i>	3750-2500	2882,77	2883,21	2882,72
<i>Si-O-Si asymstreching</i>	3700-3200	3447,34	3421,42	3422,60

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

Hasil FTIR untuk semua variasi komposit menunjukkan adanya kandungan PEG yang ditunjukkan pada ikatan *stretching* -OH, ikatan *stretching* C=C dan ikatan *stretching* C-O-C. Hasil FTIR ini menunjukkan bahwa semua variasi komposisi memiliki ikatan gugus masing-masing dari PEG 4000 dan SiO₂ yang mengindikasikan tidak terjadinya reaksi kimia antara PEG dan silika dapat mengkonfirmasi terbentuknya komposit PEG/m-SiO₂.

4.2.3 Analisis Citra SEM-EDX Komposit PEG/m-SiO₂

Sebaran serbuk silika dikonfirmasi menggunakan citra SEM/EDX dan dianalisis lebih lanjut menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* berbasis *line analysis* (Gambar 4.6 dan 4.7). Prinsip kerja dari *software* tersebut yaitu dengan menarik garis pada gambar. Kemudian dari garis tersebut, *software* memunculkan 3 intensitas warna dasar (merah, hijau dan biru) sebagai warna penyusunnya. Dengan demikian dapat diketahui distribusi 3 warna tersebut dengan mengetahui intensitasnya. Pada

gambar citra SEM/EDX ini, warna merah mewakili Si (silika), warna hijau mewakili unsur oksigen sedangkan warna biru mewakili unsur karbon.

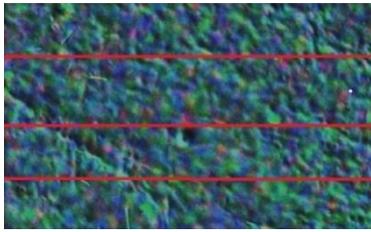
Analisis indeks dispersibilitas dilakukan dengan cara menarik distribusi silika dalam matriks PEG 4000 menggunakan Persamaan (4.1)

$$I_{dispersibilitas} = \frac{S_{intensitas}}{\bar{x}_{intensitas}} \quad (4.1)$$

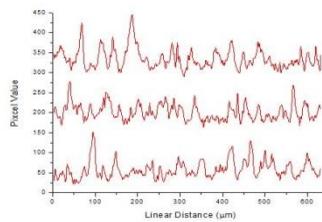
dengan $I_{dispersibilitas}$ adalah indeks dispersibilitas, $S_{intensitas}$ adalah standar deviasi dan $\bar{x}_{intensitas}$ adalah intensitas rata-rata. Semakin kecil $I_{dispersibilitas}$ menunjukkan bahwa distribusi silika semakin homogen. Tabel 4.6 menunjukkan bahwa sebaran serbuk silika mikron paling homogen terjadi pada komposit dengan pengisi SM500. Komposit berpengisi SM1000 dan SM1200 menunjukkan kekuranghomogenan distribusi silika di dalamnya. Penurunan ini diduga diakibatkan oleh keberadaan fasa sekunder (silika kristobalit) yang memiliki mikrostruktur menyerupai bunga karang yang antar partikelnya saling terhubung (Fauziyah dkk., 2019). Akibatnya, gerak silika kristobalit tidak bebas dan cenderung membentuk aglomerasi. Hasil ini juga tampak terlihat dari citra SEM/EDX pada Gambar 4.7 (lingkaran merah). Sedangkan citra SEM/EDX selengkapnya dapat dilihat di Lampiran.

Tabel 4.6. Indeks dispersibilitas silika dalam komposit PEG/m-SiO₂

Silika (wt%)	Temperatur (°C)		
	500	1000	1200
5	0,380	0,351	0,394
10	0,321	0,409	0,399

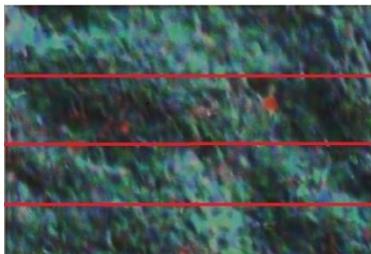


(a)

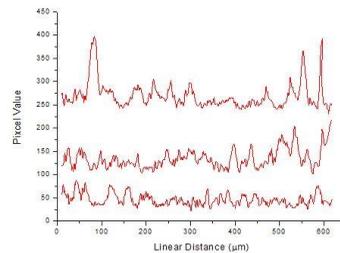


(b)

Gambar 4.6. Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m-SiO₂ (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM500-5, (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* komposit PEG/SM500-5.



(a)



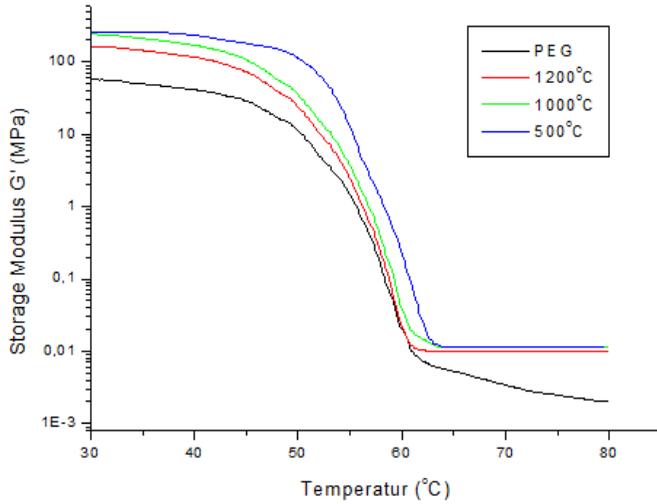
(b)

Gambar 4.7. Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m-SiO₂ (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM1000-10, (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* komposit PEG/SM1000-10.

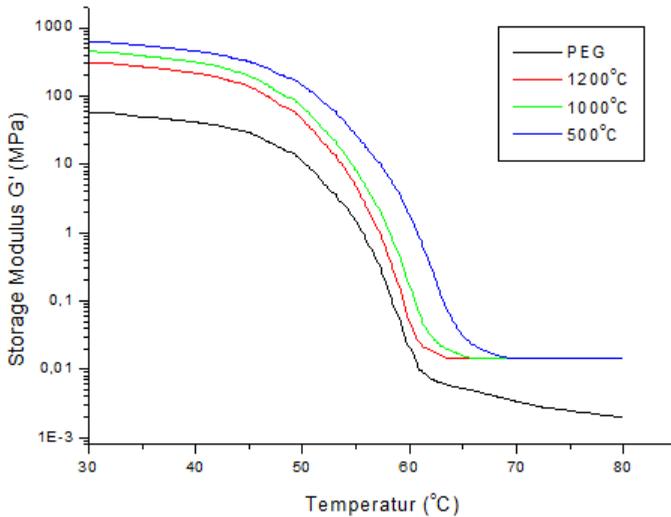
4.3 Analisis DMA pada Komposit PEG 4000/m-SiO₂

Gambar 4.8 dan 4.9 merupakan plot dari *storage modulus* (G') atau modulus simpan sampel-sampel terhadap temperatur. Modulus simpan dalam pengujian DMA sering dihubungkan dengan kekakuan dari material. Dapat dilihat bahwa bertambahnya

komposisi silika berkaitan dengan peningkatan nilai G' komposit PEG/m-SiO₂.



Gambar 4.8 Modulus simpan komposit PEG/m-SiO₂ dengan 5 wt.% pengisi.



Gambar 4.9 Modulus simpan komposit PEG/m-SiO₂ dengan 10 wt.% pengisi.

Tabel 4.7 Nilai absolut modulus simpan komposit PEG/m-SiO₂ (25°C)

Komposisi Silika (wt%)	500	1000	1200
0	93,00	93,00	93,00
5	256,72	241,60	165,69
10	610,78	454,13	308,28

Pada Gambar 4.8 dan 4.9, plot modulus simpan terhadap temperatur memperlihatkan bahwa penambahan silika (*filler*) meningkatkan nilai besaran tersebut. Secara khusus, misalnya, Tabel 4.7 menunjukkan nilai modulus simpan absolut PEG/SM500-10 lebih besar dibandingkan dengan nilai PEG murni. Peningkatan juga terjadi pada komposit lain dengan pengisi SM1000 dan SM1200 baik pada komposisi 5 maupun 10 wt.%. Hasil tersebut menggambarkan bahwa interaksi antara rantai

polimer dan kuarsa menghambat kebebasan gerak dari rantai polimer.

Temperatur pemanasan silika kuarsa sebagai pengisi sangat mempengaruhi sifat termomekanik komposit PEG/m-SiO₂. Secara umum, semakin kecil ukuran pengisi, semakin tinggi nilai modulus simpan (G') komposit. Misalnya, pada komposit dengan penambahan silika sebanyak 10 wt%, pada pemanasan 500 °C, nilai G' mengalami kenaikan hingga 517,8 MPa dibandingkan dengan tanpa adanya pemanasan (SM0). Hasil ini disebabkan karena ukuran pengisi yang semakin kecil meningkatkan interaksi antara PEG dan pengisi. Selain itu, keberadaan fasa kristobalit sebagai fasa sekunder pada komposit dengan pengisi SM1000 dan SM1200 membuat nilai G' mengalami kenaikan yang tidak terlalu signifikan dibandingkan nilai G' dari PEG murni. Hasil ini disebabkan oleh keberadaan aglomerasi seperti yang ditunjukkan Gambar 4.7 dan membuat distribusi silika dalam PEG tidak homogen.

Selanjutnya, pada rentang temperatur 40-60 °C yang terlihat pada Gambar 4.8-4.9, tampak adanya penurunan nilai modulus simpan yang cukup tajam untuk semua sampel. Tetapi penambahan silika kuarsa sebagai pengisi mampu menggeser penurunan nilai modulus simpan ke temperatur yang lebih tinggi. Sesuai dengan penelitian sebelumnya, rentang temperatur ini menunjukkan terjadinya peristiwa melelehnya PEG. Nilai temperatur leleh (T_m) komposit PEG/m-SiO₂ ditampilkan pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Temperatur leleh (T_m , dalam °C) komposit PEG/m-SiO₂

Komposisi Silika (wt%)	500	1000	1200
0	42,0	42,0	42,0
5	50,8	49,2	47,4
10	53,4	51,3	48,3

Dari Tabel 4.8 dapat diketahui bahwa semakin kecil ukuran partikel pengisinya, semakin tinggi nilai T_m . Penjelasan yang mungkin untuk fenomena ini adalah bahwa silika kuarsa dengan pemanasan 500 °C memiliki ukuran paling kecil, yaitu 168 nm, dan, akibatnya, luas permukaan spesifik terbesar. Oleh karena itu, interaksi matriks silika-PEG mendominasi dan menghasilkan T_m yang lebih tinggi. Pergeseran nilai suhu transisi leleh ke suhu yang lebih tinggi ini juga dapat dikaitkan dengan kemampuan partikel pengisi dengan ukuran kecil untuk menghambat pergerakan rantai polimer.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan, didapatkan kesimpulan yang menjawab tujuan penelitian ini. Kekuatan termomekanik dari pengujian DMA (modulus geser) dengan variasi komposisi pengisi memberikan beberapa hasil, yaitu:

1. Ukuran kristal serbuk silika mengalami kenaikan seiring besarnya variasi suhu pemanasan. Ukuran kristal serbuk silika sebelum dipanaskan adalah nm sedangkan ukuran kristal serbuk silika dengan pemanasan 1200°C adalah 249nm.
2. Nilai modulus simpan PEG/m-SiO₂ mengalami kenaikan seiring bertambahnya komposisi serbuk silika yang diberikan. Variasi pemanasan serbuk silika dengan suhu yang lebih kecil memiliki nilai modulus simpan yang lebih besar dibandingkan dengan variasi pemanasan serbuk silika dengan suhu yang lebih besar. Nilai modulus simpan yang paling besar dimiliki oleh PEG/m-SiO₂ 10wt% 500°C yaitu 610,78MPa.
3. Temperatur leleh komposit akan mengalami kenaikan seiring bertambahnya komposisi serbuk silika yang diberikan. Variasi pemanasan serbuk silika dengan suhu yang lebih kecil memiliki temperatur leleh yang lebih tinggi dibandingkan dengan variasi pemanasan serbuk silika dengan suhu yang lebih besar. Nilai temperatur leleh yang paling tinggi dimiliki oleh PEG/m-SiO₂ 10wt% 1200°C yaitu 53,4°C.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

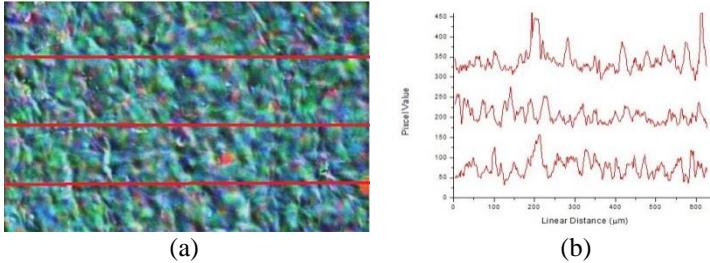
DAFTAR PUSTAKA

- Catauro, M., R. A. Renella, F. Papale, dan S. Vecchio Cipriotti. 2016. "Investigation of Bioactivity, Biocompatibility and Thermal Behavior of Sol-Gel Silica Glass Containing a High PEG Percentage." *Materials Science & Engineering. C, Materials for Biological Applications* 61 (April): 51–55. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.11.077>.
- Equistar. 2004. *A Guide To Polyolefin Film Extrusion*. Houston: Lyondell Chemical Company.
- Fadly, T.A. 2016. "Evaluasi Sifat Termo-Mekanik Pada Komposit PEG 4000-SiO₂ (Kuarsa dan Amorf) dengan Dynamic Mechanical Analysis (DMA)."
- Fairus, Sirin, Haryono, Mas H. Sugita, dan Agus Sudrajat. 2009. "Proses Pembuatan Waterglass dari Pasir Silika dengan Pelebur Natrium Hidroksida." *JBPTITBPP*.
- Fauziyah, Nur Aini. 2015. "Karakterisasi Komposit PEG 4000/SiO₂ (SiO₂=Kuarsa, Amorf, Kristobalit) dengan Dynamic Mechanical Analysis."
- Fauziyah, Nur Aini, Allif Rosyidy Hilmi, Teuku Andi Fadly, Mohamad Zainul Asrori, Mashuri Mashuri, dan Suminar Pratapa. 2019. "Dynamic Tensile and Shear Storage Moduli of PEG/Silica-Polymorph Composites." *Journal of Applied Polymer Science* 136 (17): 47372. <https://doi.org/10.1002/app.47372>.
- Feng, Qingping, Jiaoping Yang, Yu Liu, Hongmei Xiao, dan Shaoyun Fu. 2014. "Simultaneously Enhanced Cryogenic Tensile Strength, Ductility and Impact Resistance of Epoxy Resins by Polyethylene Glycol." *Journal of Materials Science & Technology* 30 (1): 90–96. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.08.016>.
- Hilmi, Allif Rosyidy. 2016. "Sifat Termomekanik Komposit PEG/SiO₂ Amorf Menggunakan Dynamic Mechanical Analyzer (DMA)." *Jurnal Sains dan Seni ITS* 5: 2337–3520.
- Keskin, Suleyman Bahadir, Mustafa Sahmaran, Ismail Ozgur Yaman, dan Mohamed Lachemi. 2014. "Correlation between the viscoelastic

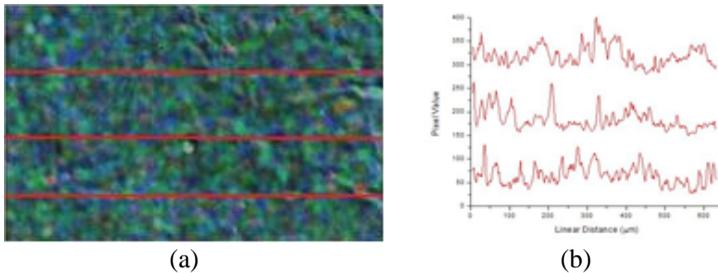
- properties and cracking potential of engineered cementitious composites.” *Construction and Building Materials* 71 (Supplement C): 375–83. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.08.089>.
- Kniel, L, O Winter, dan K Stork. 1980. *Ethylene, Keystone To The Petrochemical Industry*. New York: M. Dekker.
- Pisello, Anna Laura, Franco Cotana, Andrea Nicolini, dan Cinzia Buratti. 2014. “Effect of dynamic characteristics of building envelope on thermal-energy performance in winter conditions: In field experiment.” *Energy and Buildings* 80 (Supplement C): 218–30. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2014.05.017>.
- Rizka, Anggriz Bani. 2014. “Pengaruh Temperatur Kalsinasi dan Waktu Penahanan Terhadap Pertumbuhan Kristal Nanosilika.” *Paper and Presentations of Physics*.
- Rosenqvist, Terkel. 2004. *Principles of Extractive Metallurgy*. Tapir Academic Press.
- Siregar, Petrus Peter. 2014. “Kajian Penambahan Metakaolin Terhadap Kuat Tekan dan Modulus Elastisitas Pada Beton Mutu Tinggi dengan Silica Fume, Superplasticizer dan Filler Pasir Kwarsa.” *SI Thesis, UAJY*.
- Sreekala, M.s., Sabu Thomas, dan Gabriel Groeninckx. 2005. “Dynamic Mechanical Properties of Oil Palm Fiber/Phenol Formaldehyde and Oil Palm Fiber/Glass Hybrid Phenol Formaldehyde Composites.” *Polymer Composites* 26 (3): 388–400. <https://doi.org/10.1002/pc.20095>.
- Sweetman, Sean C. 2009. *Martindale: The Complete Drug Reference*. Pharmaceutical Press.
- Thangamuthu, R., dan C. W. Lin. 2006. “Preparation of gas diffusion electrodes using PEG/SiO₂ hybrid materials and the effect of their composition on microstructure of the catalyst layer and on fuel cell performance.” *Journal of Power Sources* 161 (1): 160–67. <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2006.02.103>.

LAMPIRAN

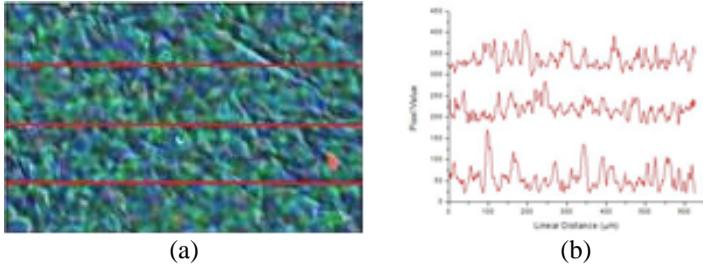
Analisis Sebaran SEM-EDX



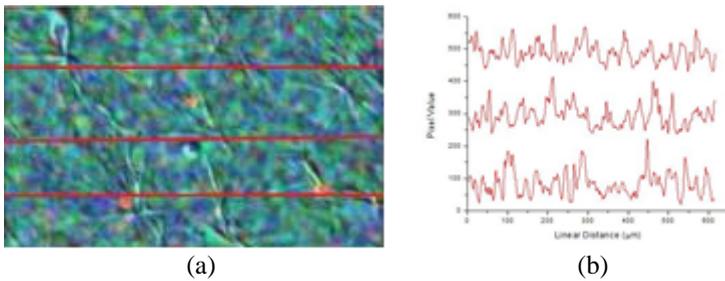
Gambar 1. Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m-SiO₂ (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM500-10, (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* komposit PEG/SM500-10.



Gambar 2. Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m-SiO₂ (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM1000-5, (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* komposit PEG/SM1000-5.



Gambar 3. Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m-SiO₂ (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM1200-5, (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* komposit PEG/SM1200-5.



Gambar 4. Representasi homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/m-SiO₂ (a) hasil citra SEM-EDX PEG/SM1200-10, (b) grafik hasil *line analysis* menggunakan perangkat lunak *Pixel Profile* komposit PEG/SM1200-10.

