



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI PENGARUH KECEPATAN ROTASI SCREW PADA
PEMBENTUKAN HDPE-CLAY NANOCOMPOSITE DAN
KARAKTERISASINYA**

SKRIPSI

ADIMAS DWI ANGGORO

0706268202

**FAKULTAS TEKNIK
DEPARTEMEN METALURGI DAN MATERIAL**

**DEPOK
JANUARI 2011**



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI PENGARUH KECEPATAN ROTASI SCREW PADA
PEMBENTUKAN HDPE-CLAY NANOCOMPOSITE DAN
KARAKTERISASINYA**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Teknik**

ADIMAS DWI ANGGORO

0706268202

**FAKULTAS TEKNIK
DEPARTEMEN METALURGI DAN MATERIAL**

**DEPOK
JANUARI 2011**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : Adimas Dwi Anggoro

NPM : 0706268202

Tanda Tangan :

Tanggal : 29 Desember 2010

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Adimas Dwi Anggoro
NPM : 0706268202
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul Skripsi : Studi Pengaruh Kecepatan Rotasi Screw Pada Pembentukan HDPE-Clay Nanocomposite dan Karakterisasinya

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik (ST) pada Program Studi Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Anne Zulfia Syahrial, M.Phil.Eng (.....)
Penguji : Dr. Ir. Sotya Astutiningsih, M.Eng (.....)
Penguji : Drs. Saeful Rohman M.T (.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 5 Januari 2011

KATA PENGANTAR

Segala puja, puji, dan syukur saya ucapkan kepada ALLAH SWT yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini merupakan salah satu persyaratan yang harus dipenuhi untuk mencapai gelar Sarjana Teknik di Departemen Teknik Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Dr. Ir. Anne Zulfia Syahrial, M.Phil.Eng
Selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga dan pikiran untuk menuntun dan mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini.
2. Drs. Saeful Rohman M.T dan Sentra Teknologi Polimer – BPPT, yang telah memberikan proyek dan dana penelitian ini selama penelitian ini berlangsung.
3. Sentra Teknologi Polimer – BPPT, Laboratorium Kimia Institut Teknologi Indonesia (ITI) Serpong, PT PERTAMINA Pulo Gadung, Pusat Laboratorium Terpadu UIN Syarif Hidayatullah Jakarta, yang telah banyak membantu dalam memperoleh data penelitian ini.
4. Seluruh staf pengajar di Departemen Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
5. Kedua orang tua yang telah memberikan dukungan materi dan moril pada saat pengerjaan penelitian dan penulisan skripsi ini.
6. Seluruh anggota keluarga yang dengan tulus telah memberikan dukungan dan doa.

7. Seluruh teman-teman mahasiswa Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia khususnya angkatan 2007.
8. Seluruh pihak yang telah membantu pelaksanaan penelitian dan penulisan skripsi ini.

Akhir kata, saya berdoa kepada ALLAH SWT agar berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu saya dalam melakukan penelitian dan menyusun skripsi ini. Semoga skripsi ini membawa manfaat untuk perkembangan ilmu pengetahuan di masa yang akan datang.

Depok, 29 Desember 2010

Penulis

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Adimas Dwi Anggoro
NPM : 0706268202
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Departemen : Teknik Metalurgi dan Material
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Skripsi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non – exclusive Royalty - Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Studi Pengaruh Kecepatan Rotasi Screw Pada Pembentukan HDPE-Clay
Nanocomposite dan Karakterisasinya

Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalih media/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada Tanggal : 29 Desember 2010

Yang menyatakan

(Adimas Dwi Anggoro)

ABSTRAK

Nama : Adimas Dwi Anggoro
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material
Judul : Studi Pengaruh Kecepatan Rotasi Screw Pada Pembentukan HDPE-Clay Nanocomposite dan Karakterisasinya

Polymer-clay nanocomposite merupakan material polimer yang telah ditingkatkan performanya dengan cara penambahan *organo layer silicate* (OLS) yang mampu terdispersi pada ukuran nanometer. Hanya dengan penambahan *nanoclay* yang sangat sedikit (< 5% berat) ke dalam matrik polimer, dapat meningkatkan sifat mekanik dan termal. Meningkatnya sifat mekanik dan termal pada nanokomposit tersebut sangat tergantung pada pendispersian partikel *nanoclay* dalam matriks polimer, yaitu interkalasi dan eksfoliasi serta kompatibilitas diantaranya. Optimalisasi terhadap kecepatan rotasi *screw* saat pembuatan *polymer-clay nanocomposite* merupakan salah satu cara untuk membantu terjadinya proses interkalasi dan eksfoliasi dari *nanoclay*. Untuk itu perlu dilakukan pemilihan parameter kecepatan rotasi *screw* yang tepat untuk mencapai sifat-sifat yang optimum dari nanokomposit.

Dalam proses pembuatan *polymer-clay nanocomposite* berbahan dasar HDPE ini digunakan proses *compounding, hot blending*. Penelitian ini menggunakan komposisi *nanoclay* 5 % dan variasi kecepatan rotasi *screw* 50 rpm, 100 rpm dan 170 rpm. Selanjutnya untuk mengetahui seberapa besar pengaruh kecepatan rotasi *screw* pada pembentukan *HDPE-clay nanocomposite* terhadap pendispersian lapisan silikat *nanoclay* dilakukan karakterisasi terhadap sifat mekanik, termal dan morfologi pendispersian lapisan silikat *nanoclay*.

Dari hasil pengujian tersebut didapatkan bahwa sifat mekanis dan termal semakin menurun seiring dengan penambahan kecepatan rotasi *screw*. Dari ketiga formula, didapatkan bahwa sifat mekanis dan termal yang paling baik terdapat pada formula satu dengan besar kecepatan rotasi 50 rpm. Difraktogram XRD menunjukkan bahwa terbentuk interkalasi pada sistem nanokomposit dan beberapa deinterkalasi juga terdeteksi. Kemudian analisis struktur mikro untuk mengetahui morfologi permukaan digunakan AFM.

Kata kunci : *HDPE-clay nanocomposite*, kecepatan *screw*, sifat mekanis, sifat termal, morfologi.

ABSTRACT

Name : Adimas Dwi Anggoro
Study Program : Metallurgy and Materials Engineering
Title : Study of The Effect of Screw Rotation Speed on Formation of HDPE-Clay Nanocomposite and Its Characterization

Polymer-clay nanocomposite is a polymer material which its performance improved by the addition of Organo layer silicates (OLS) as reinforcement, and can be dispersed in nanometer size. The addition of nanoclay as much as (<5% by weight) into the polymer matrix can improve the mechanical and thermal properties. The Increasing of mechanical and thermal properties of the nanocomposite dependent on the dispersing nanoclay particles in polymer matrix, it means that intercalation, exfoliate and its compatibility. Optimalization of the screw rotation speed during the manufacture of polymer-clay nanocomposite is a way to assist the intercalation and exfoliate of the nanoclay. For that we need election screw rotation speed parameters appropriate to achieve the optimum properties of the nanocomposite.

The process of making polymer-clay nanocomposite based HDPE using compounding process or hot blending. This study uses 5% nanoclay composition and variation of screw rotation speed is 50 rpm, 100 rpm and 170 rpm. To know that how a big influence of screw rotation speed on formation of HDPE-clay nanocomposite to dispersing of nanoclay silicate layers, we need to make the characterization of mechanical and thermal properties and morphology of dispersing of nanoclay silicate layers.

Based on the test result, that the mechanical and thermal properties obtained decreased along with the addition of screw rotation speed. From the three formula, we know that mechanical and thermal properties are the best found in the formula of one with a large rotation speed is 50 rpm. XRD has been showed that the diffractogram is intercalation on nanocomposite systems and some deintercalation has been detected. Then the micro-structure analysis to determine the surface morphology was observed by AFM.

Keywords : HDPE-clay nanocomposite, screw speed, mechanical properties, thermal properties, morphology.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
DAFTAR SINGKATAN	xvi
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Ruang Lingkup Penelitian	5
1.5 Sistematika Penulisan.....	6
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 <i>High Density Polyethylene</i> (HDPE)	7
2.1.1 Struktur molekul HDPE	8
2.1.1.1 Rantai	8
2.1.1.2 Struktur kristal	9
2.1.1.3 Morfologi	9
2.1.2 Sifat-sifat HDPE.....	10
2.1.2.1 Sifat kimia.....	10
2.1.2.2 Sifat listrik	10
2.1.2.3 Sifat optik	11

2.1.2.4 Permeabilitas.....	11
2.1.2.5 Sifat mekanik	11
2.2 Clay	12
2.2.1 Struktur <i>clay</i>	14
2.2.2 <i>Organo Layered Silicate (OLS)</i>	15
2.3 <i>Compatibilizer</i>	19
2.4 Antioxidant.....	22
2.5 Metoda Pencampuran Polimer dengan OLS	23
2.5.1 <i>In situ polymerization</i>	23
2.5.2 Metoda pelarut.....	23
2.5.3 <i>Melt compounding</i>	24
2.6 Mesin Pencampur	25
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	28
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	28
3.2 Alat dan Bahan	30
3.2.1 Alat	30
3.2.1.1 Alat preparasi sampel	30
3.2.1.2 Alat pengujian karakterisasi.....	31
3.2.2 Bahan.....	33
3.2.2.1 Pembuatan <i>compatibilizer</i> HDPE-g-MA	33
3.2.2.2 Pembuatan <i>HDPE-clay nanocomposite</i>	36
3.3 Prosedur Penelitian.....	38
3.3.1 Proses pembuatan <i>compatibilizer</i> HDPE-g-MA	39
3.3.2 Proses pembuatan <i>HDPE-clay nanocomposite</i>	40
3.3.3 <i>Crushing</i>	42
3.3.4 Proses pembuatan spesimen uji.....	43
3.3.5 Karakterisasi.....	44
3.3.5.1 Pengujian kekuatan tarik (<i>tensile test</i>)	44
3.3.5.2 Pengujian temperatur defleksi (HDT).....	46
3.3.5.3 Karakterisasi morfologi X-Ray Diffraction (XRD)	48
3.3.5.4 Analisis struktur mikro AFM (<i>Atomic Force Microscopy</i>) ..	49

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	51
4.1 Hasil Preparasi Sampel.....	51
4.2 Hasil Pembuatan Spesimen Uji	52
4.3 Hasil Uji Tarik (<i>Tensile Test</i>).....	53
4.4 Hasil Uji Temperatur Defleksi (HDT)	57
4.5 Hasil Karakterisasi XRD	59
4.6 Hasil analisis AFM.....	62
BAB 5 KESIMPULAN	65
DAFTAR ACUAN	66
LAMPIRAN	72



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Polimerisasi <i>polyethylene</i>	7
Gambar 2.2	<i>Orthorhombic</i> HDPE, a dan b merupakan parameter	9
Gambar 2.3	Sub struktur dari <i>spherulite</i> HDPE	10
Gambar 2.4	Struktur 2 : 1 <i>montmorillonite</i>	14
Gambar 2.5	Ilustrasi <i>surface treatment</i> pada <i>clay</i>	15
Gambar 2.6	<i>Amphiphilic surfactant</i>	16
Gambar 2.7	Ilustrasi <i>swelling</i> pada bentonit	17
Gambar 2.8	Dispersi <i>organo layered silicates</i> dalam matriks polimer	18
Gambar 2.9	<i>Tortuosity Path</i>	19
Gambar 2.10	Pengaruh kandungan PE-g-MA & <i>clay</i> terhadap sifat mekanik	20
Gambar 2.11	<i>Polymer Auto-oxidation Cycle</i>	22
Gambar 2.12	<i>Internal mixer</i>	26
Gambar 2.13	Skema (a) <i>Co-rotating</i> dan (b) <i>Counter rotating</i>	26
Gambar 3.1	Diagram alir pembuatan HDPE-g-MA	28
Gambar 3.2	Diagram alir pembuatan <i>HDPE-clay nanocomposite</i>	29
Gambar 3.3	Diagram alir karakterisasi sampel uji	29
Gambar 3.4	<i>High Density Polyethylene</i> (HDPE)	33
Gambar 3.5	<i>Diethylene Glycol</i> (DEG)	33
Gambar 3.6	<i>Maleic Anhydride</i> (MA)	34
Gambar 3.7	<i>Di Cumyl Peroxide</i> (DCP)	35
Gambar 3.8	<i>Organoclay</i>	36
Gambar 3.9	<i>Compatibilizer</i> PE-g-MA	37
Gambar 3.10	<i>Anti Oxidant</i> Irgafos 168 dan Irganox 1076	37
Gambar 3.11	Mekanisme <i>injection molding</i>	44
Gambar 3.12	Proses uji tarik	45
Gambar 3.13	Bentuk spesimen uji tarik ASTM D638 tipe I.....	45
Gambar 3.14	Pengujian temperatur defleksi	48

Gambar 3.15	Ilustrasi jalannya sinar pada XRD	49
Gambar 3.16	Prinsip kerja AFM	50
Gambar 4.1	Tampak visual hasil <i>rheomix</i> formula : (a) HDPE-Clay 50R, (b) HDPE-Clay 100R, (c) HDPE-Clay 170R	51
Gambar 4.2	Spesimen uji tarik	52
Gambar 4.3	<i>Tensile strength HDPE-clay nanocomposite</i>	53
Gambar 4.4	<i>E-Modulus HDPE-clay nanocomposite</i>	54
Gambar 4.5	<i>Strain at break HDPE-clay nanocomposite</i>	55
Gambar 4.6	<i>Heat Deflection temperature HDPE-clay nanocomposite</i>	58
Gambar 4.7	Karakterisasi XRD <i>polymer-clay nanocomposite</i> (a) <i>Immiscible nanocomposite</i> (b) <i>Intercalated nanocomposite</i> (c) <i>Exfoliated nanocomposite</i>	59
Gambar 4.8	<i>Difaktogram XRD Oorgano Layered Silicate (OLS)</i>	60
Gambar 4.9	<i>Difaktogram XRD OLS dan HDPE-clay nanocomposite</i>	60
Gambar 4.10	AFM HDPE-Clay 50 R (a) <i>Phase</i> (b) <i>Amplitude</i>	62
Gambar 4.11	AFM HDPE-Clay 100 R (a) <i>Phase</i> (b) <i>Amplitude</i>	63
Gambar 4.12	AFM HDPE-Clay 170 R (a) <i>Phase</i> (b) <i>Amplitude</i>	64

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sifat, fisik, termal, mekanik dan elekterik dari HDPE.....	11
Tabel 3.1	Spesifikasi alat preparasi	30
Tabel 3.2	Spesifikasi alat uji	31
Tabel 3.3	Sifat <i>Diethylene Glycol</i> (DEG).....	34
Tabel 3.4	Sifat <i>Maleic Anhydride</i> (MA).....	35
Tabel 3.5	Sifat <i>Di Cumyl Peroxide</i> (DCP).....	36
Tabel 3.6	Sifat Irgafos 168	38
Tabel 3.7	Sifat Irganox 1076	38
Tabel 3.8	Komposisi HDPE-g-MA	39
Tabel 3.9	Kondisi operasional <i>rheomix</i> HDPE-g-MA	40
Tabel 3.10	Komposisi nanokomposit	41
Tabel 3.11	Kondisi operasional <i>rheomix</i> nanokomposit	41
Tabel 3.12	Formulasi sampel nanokomposit	42
Table 3.13	Dimensi spesimen uji tarik ASTM D638 tipe I.....	46
Tabel 4.1	Morfologi <i>d-spacing</i>	62

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Hasil pengujian tarik formula HDPE murni.....	73
Lampiran 2	Hasil pengujian tarik formula HDPE-Clay 50 R	74
Lampiran 3	Hasil pengujian tarik formula HDPE-Clay 100 R	75
Lampiran 4	Hasil pengujian tarik formula HDPE-Clay 170 R	76
Lampiran 5	Hasil pengujian HDT HDPE murni	77
Lampiran 6	Hasil pengujian HDT HDPE-Clay 50 R	78
Lampiran 7	Hasil pengujian HDT HDPE-Clay 100 R	79
Lampiran 8	Hasil pengujian HDT HDPE-Clay 170 R	80
Lampiran 9	Hasil karakterisasi XRD OLS	81
Lampiran 10	Hasil karakterisasi XRD HDPE-Clay 50 R	82
Lampiran 11	Hasil karakterisasi XRD HDPE-Clay 100 R	83
Lampiran 12	Hasil karakterisasi XRD HDPE-Clay 170 R	84
Lampiran 13	Hasil analisis AFM HDPE-Clay 50 R	85
Lampiran 14	Hasil analisis AFM HDPE-Clay 100 R	86
Lampiran 15	Hasil analisis AFM HDPE-Clay 170 R	87

DAFTAR SINGKATAN

AFM	<i>Atomic Force Microscopy</i>
DCP	<i>Di Cumyl Peroxide</i>
DEG	<i>Diethylene Glycol</i>
HDPE	<i>High Density Polyethylene</i>
HDPE-g-MA	<i>High Density Polyethylene-grafted-Maleic Anhydride</i>
HDT	<i>Heat Deflection Temperature</i>
MA	<i>Maleic Anhydride</i>
OLS	<i>Organo Layered Silicate</i>
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan dan persaingan global saat ini tengah marak di hampir setiap negara di dunia. Indikatornya banyak, mulai dari persaingan kualitas sumber daya manusia sampai kepada inovasi teknologi yang semakin sederhana namun memiliki fungsi yang lebih optimal. Salah satunya adalah nanoteknologi. Nanoteknologi merupakan ilmu dan rekayasa dalam penciptaan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nano. Nanoteknologi telah membangkitkan perhatian yang sangat besar dari para ilmuwan diseluruh dunia, dan saat ini merupakan bidang riset yang sangat bergairah. Nanoteknologi diyakini sebagai sebuah konsep teknologi yang akan melahirkan revolusi industri baru di abad ke-21^[1].

Nanoteknologi yang merupakan terobosan terbesar pada abad ke-20, memiliki beragam bidang spesifikasi, seperti nanokomposit, nanotube, nanokatalis, nanofilter, dll. Salah satu dari sekian banyak bidang spesifikasi tadi, nanokomposit memiliki peranan yang besar dalam dunia manufaktur dan industri kemasan.

Salah satu dari teknologi nanokomposit yang sedang dikembangkan adalah sistem antara *clay* yang telah dimodifikasi (*modified clay*) sebagai *filler* dengan polimer (*polyethylene*) sebagai matriksnya. Dengan adanya *clay* yang berfungsi sebagai *filler* berskala nano dalam sistem polimer, sifat mekanik dan termal dari polimer murni dapat meningkat secara signifikan. Dari penelitian mengenai komposit polimer, diketahui bahwa ukuran *filler* yang lebih kecil dengan penyebaran yang merata dapat meningkatkan sifat mekanik dari polimer tersebut jika dibandingkan dengan menggunakan *filler* yang sama tetapi memiliki ukuran yang berbeda^[2].

Polymer-clay nanocomposite merupakan kelas baru dari material komposit di mana *montmorillonite* (MMT), tersusun dari lapisan silikat berukuran nanometer terdispersi/tersebar acak pada matrik polimer. *Montmorillonite* (MMT) sendiri merupakan salah satu fraksi dari bentonit, dan merupakan bagian dari tanah liat (*clay*)^[3]. Sebagai akibat penyebaran *clay* berukuran nanometer maka nanokomposit menunjukkan sifat superior dibanding komposit yang diperkuat serat. Tim peneliti dari Toyota Jepang menyatakan bahwa penambahan *nanoclay* dalam jumlah kecil ke dalam sistem komposit *nanoclay-nylon*, *nanoclay* akan terdispersi dengan baik dan dapat meningkatkan sifat-sifat secara signifikan^[4]. Hanya dengan penambahan *nanoclay* yang sangat sedikit (<5% berat) ke dalam matrik polimer, dapat meningkatkan kekuatan, kekakuan, sifat *gas barrier*, kestabilan dimensi, dan tidak mudah terbakar^[5]. Meningkatnya sifat mekanik pada komposit tersebut sangat tergantung pada pendispersian partikel *nanoclay* dalam matrik polimer serta kompatibilitas diantaranya^[6].

Biasanya, penggabungan polimer dengan *clay* akan menghasilkan pembentukan tiga jenis material komposit. Jenis pertama adalah komposit konvensional, yang mana ukuran dari material penguatnya berukuran mikrometer. Jenis komposit kedua adalah nanokomposit yang memiliki struktur interkalasi, di mana dibentuk dengan penyisipan satu atau lebih rantai molekul dari polimer ke dalam antar lapisan silikat dari *clay*. Jenis yang ketiga adalah nanokomposit yang memiliki struktur eksfoliasi, di mana nanokomposit ini dibentuk ketika lapisan silikat *clay* yang berukuran nano tersebar secara individu di dalam matrik polimer yang kontinu^[5].

Peningkatan sifat-sifat mekanik dan termal dalam *polymer-clay nanocomposite* terbentuk ketika terjadi sinergis yang dimiliki oleh kedua material tersebut. Interaksi sinergis inilah yang diharapkan dalam sistem komposit. Dalam *polymer-clay nanocomposite* interaksi sinergis bisa dilakukan dengan adanya kontak permukaan silikat dan polimer serta terjadinya interkalasi atau eksfoliasi lapisan-lapisan silikat *montmorillonite* dalam matrik polimer^[6].

Untuk membantu terjadinya proses interkalasi dan eksfoliasi dari *montmorillonite* maka ada beberapa usaha yang dilakukan diantaranya:

(1) perlakuan permukaan silikat *nanoclay* sebelum pencampuran, yaitu dengan menambahkan senyawa organik ionik atau surfaktan pada lapisan-lapisan silikatnya, (2) memodifikasi *polyethylene* menjadi bersifat *hydrophilic* dengan mencangkokkan zat kimia polar seperti *maleic anhydride* ke dalam susunan/rantai molekul *polyethylene* (PE-g-MA), (3) serta optimalisasi parameter fabrikasi yang tepat meliputi lama waktu *mixing* dan kecepatan rotasi *screw* sehingga didapatkan pendispersian *nanoclay* yang sempurna^[4,6]. Oleh karena itu diperlukan suatu inovasi dan terobosan dalam mendesain suatu proses fabrikasi dan pemilihan material yang tepat melalui suatu penelitian secara komprehensif sehingga dapat diperoleh *polymer-clay nanocomposite* dengan sifat-sifat yang optimum.

1.2 Perumusan Masalah

Plastik merupakan bahan kemasan utama saat ini. Salah satu jenis plastik adalah *polyethylene* (PE). *Polyethylene* merupakan salah satu termoplastik polimer yang banyak digunakan dalam aplikasi kemasan selain harganya yang murah juga karena sifat fisik dan kimia yang cukup baik, densitas yang rendah, pemrosesan yang mudah dan dapat didaur ulang. Akan tetapi *polyethylene* juga mempunyai beberapa kekurangan seperti sifat oksigen *barrier* dan stabilitas termal yang rendah^[7]. Perbaikan seperti dalam sifat mekanik dan sifat *barrier* akan dapat meningkatkan kelebihan dalam penggunaan aplikasi saat ini serta dapat menunjang dalam penggunaan aplikasi yang lebih maju, seperti kemasan elektronik dan farmasi. Untuk itu diupayakan memodifikasi sifat *polyethylene*, agar diperoleh sifat yang lebih baik.

Salah satu upaya untuk memodifikasi sifat *polyethylene* adalah dengan pembuatan *polymer-clay nanocomposite* berbahan dasar HDPE. Pembuatan *polymer-clay nanocomposite* antara lain dapat dilakukan dengan metoda *melt compounding*. Faktor yang mempengaruhi terbentuknya nanokomposit adalah pendispersian *nanoclay* dalam matrik polimer yaitu masuknya rantai polimer didalam lapisan silikat (interkalasi) atau lapisan silikat seluruhnya terdispersi (eksfoliasi).

Penggunaan *compatibilizer* pada *non-polar* polimer dapat meningkatkan pendispersian lapisan silikat dalam matrik polimer. Terbentuknya struktur super pada nanokomposit juga dipengaruhi oleh konsentrasi *nanoclay*. Selain dua hal tersebut kondisi dari *compounding* juga turut mempengaruhi derajat interkalasi atau eksfoliasi sehingga dapat merubah sifat-sifat mekanik. Faktor yang mempengaruhi dari proses *compounding* adalah lama waktu *compounding* dan kecepatan rotasi *screw*^[8].

Nanoclay terdispersi dalam fasa leleh pada matrik polimer oleh *shearing action*. *High shearing mixers* atau *internal mixers* digunakan untuk sintesis dari nanokomposit. Parameter *compounding* dimodifikasi terus menerus untuk mencapai sifat-sifat yang optimum dari nanokomposit^[9]. Investigasi terhadap kondisi proses telah diteliti oleh Lertwimolnun and Vergnes (2006) dimana dengan meningkatnya kecepatan *screw* maka dispersi dari *nanoclay* juga akan meningkat^[10].

Telah dilakukan banyak penelitian mengenai *polymer-clay nanocomposite* terutama dalam optimalisasi formula serta pengaruhnya terhadap sifat mekanik dan termal. Berdasarkan beberapa penelitian, jika penambahan *nanoclay* dan *compatibilizer* secara optimum masih belum dapat memperoleh karakterisasi yang diinginkan, maka harus dicoba untuk melakukan optimalisasi pada proses seperti waktu dan kecepatan rotasi *screw* saat *mixing*.

Dalam penelitian ini dilakukan usaha untuk meningkatkan sifat-sifat mekanik dan termal *polymer-clay nanocomposite* dengan cara optimalisasi terhadap kecepatan rotasi *screw* saat proses pembuatan *polymer-clay nanocomposite*. Sehingga dari hasil penelitian ini dihasilkan suatu material *Polymer-clay nanocomposite* yang mempunyai optimalisasi performa yang baik.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui karakteristik dari *polymer-clay nanocomposite* yang difabrikasi dari kombinasi antara *High Density Polyethylene* (HDPE) dan *nanoclay* dengan bantuan *Polyethylene-grafted-Maleic Anhydride* (PE-g-MA) dan *anti oxidant*.
2. Mengetahui sifat-sifat mekanik dan termal dari *HDPE-clay nanocomposite* yang difabrikasi tersebut seperti kekuatan tarik (*tensile strength*), temperatur defleksi (*heat deflection temperature*).
3. Mengetahui seberapa besar pengaruh kecepatan rotasi *screw* pada pembentukan *HDPE-clay nanocomposite* terhadap pendispersian lapisan silikat *nanoclay*.

1.4 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pembuatan *HDPE-clay nanocomposite* dengan kombinasi antara *High Density Polyethylene* (HDPE) dan *nanoclay* dengan bantuan *High Density Polyethylene-grafted-Maleic Anhydride* (HDPE-g-MA) dan *antioxidant* Irgafos 168 dan Irganox 1076.
2. Karakterisasi bahan baku melalui pengujian sifat mekanik dan sifat termal material.
3. Proses pencampuran dengan menggunakan mesin pencampuran panas (*hot blending machine*) dengan formulasi ditentukan, dimana optimalisasi kecepatan *screw* pada pembuatan *HDPE-clay nanocomposite* sebagai variable bebas diharapkan menghasilkan properties yang maksimum.
4. Pembuatan spesimen uji dengan *injection molding* untuk pengujian sifat mekanik dan termal.
5. Karakterisasi/analisis nanokomposit hasil pembuatan melalui pengujian sifat mekanik, sifat termal, dan morfologi pendispersian lapisan silikat *nanoclay*.

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan skripsi ini adalah sebagai berikut:

Bab 1 Pendahuluan

Berisi latar belakang penelitian, perumusan masalah, tujuan penelitian, ruang lingkup penelitian, dan sistematika penulisan.

Bab 2 Tinjauan Pustaka

Berisi mengenai studi literatur yang berkaitan dengan penelitian ini.

Bab 3 Metodologi Penelitian

Berisi diagram alir penelitian, alat preparasi sampel, alat pengujian karakterisasi, spesifikasi dan karakteristik material, formulasi penelitian, dan prosedur penelitian secara terperinci.

Bab 4 Hasil dan Pembahasan

Berisi data-data hasil penelitian dan analisis dari hasil penelitian.

Bab 5 Kesimpulan

Berisi kesimpulan akhir berdasarkan pembahasan dan analisis akhir dari penelitian ini.

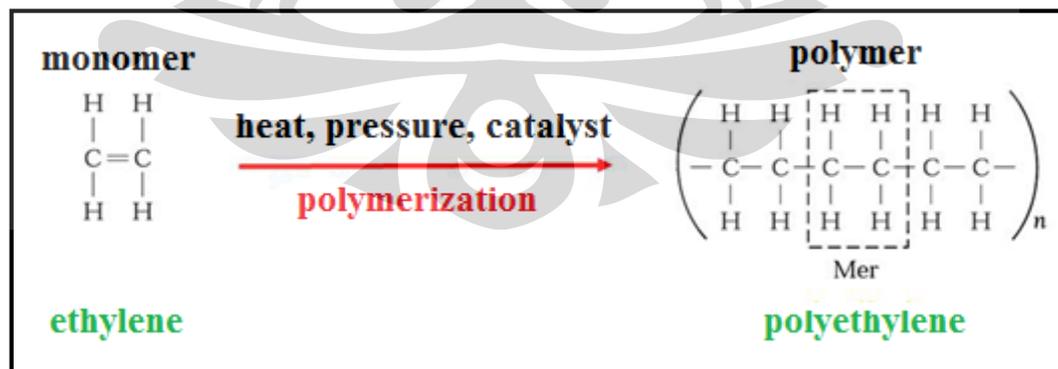
BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *High Density Polyethylene* (HDPE)

Polyethylene adalah salah satu dari *polyolefin* yang paling banyak digunakan sebagai bahan dasar untuk pembuatan berbagai jenis peralatan rumah tangga dan kemasan makanan maupun minuman. Pemanfaatannya yang sangat luas dimungkinkan karena polimer ini memiliki banyak sifat-sifat yang bermanfaat antara lain daya tahan terhadap zat kimia dan benturan yang baik, mudah dibentuk dan dicetak, ringan dan harganya yang murah^[11].

Proses pembentukan *polyethylene* (PE) adalah polimerisasi dengan reaksi adisi. Proses pembentukan polimer berlangsung dalam 3 tahap, yaitu: (1) inisiasi, (2) adisi atau pertumbuhan rantai, dan (3) terminasi. Untuk memulai proses polimerisasi *ethylene*, ditambahkan H_2O_2 sehingga terjadi pemutusan ikatan kovalen antar oksigen dalam molekul hidrogen peroksida dan ikatan kovalen antar karbon dalam molekul *ethylene*. Polimerisasi *ethylene* ditunjukkan pada reaksi dibawah ini^[12].



Gambar 2.1 Polimerisasi *polyethylene*^[12]

Polyethylene adalah bahan termoplastik yang transparan, berwarna putih mempunyai titik leleh bervariasi antara $110^{\circ}C - 137^{\circ}C$. Umumnya *polyethylene*

bersifat tahan terhadap zat kimia. Pada suhu kamar *polyethylene* tidak larut dalam pelarut organik dan anorganik. *Polyethylene* dapat teroksidasi di udara pada temperatur tinggi dengan sinar ultra violet. Struktur rantai *polyethylene* dapat berupa linier, bercabang atau berikatan silang^[13].

Secara kimia, *polyethylene* sangat lembab. Polimer ini tidak larut dalam pelarut apapun pada suhu kamar, tetapi mengembang oleh hidrokarbon dan tetrakloro metana (karbon tetra klorida). *Polyethylene* tahan terhadap asam dan basa, tetapi dapat dirusak oleh asam nitrat pekat. *Polyethylene* tidak tahan terhadap cahaya dan oksigen^[14].

Jenis *polyethylene* yang banyak digunakan adalah LDPE (*Low Density Polyethylene*) yang mempunyai rantai cabang dan HDPE (*High Low Density Polyethylene*) yang tidak mempunyai cabang tetapi merupakan rantai utama yang lurus. LDPE bersifat lentur, ketahanan listrik yang baik, kedap air, lebih lunak dari HDPE, sifat *absorbs* dan tembus cahaya kurang baik dibanding dengan HDPE. HDPE mempunyai kecenderungan tidak tahan terhadap perubahan cahaya, sehingga mudah berubah warna oleh pengaruh cahaya matahari^[15].

High Density Polyethylene (HDPE) adalah hasil polimerisasi dari *ethylene* yang mempunyai densitas 0.940 atau lebih besar, termasuk homo dan ko-polimer dengan α -olefin yang lebih besar. HDPE pertama ditemukan pada tahun 1880 dari reaksi *diazomethane*, kemudian berkembang secara komersial sejak 1950. Katalis yang digunakan sejak saat itu hingga sekarang berbasis khromium dan titanium. Produksi secara komersial dimulai pada tahun 1956 di Amerika oleh Phillips petroleum dan Hoechst di Jerman. HDPE merupakan komoditas terbesar yang diproduksi di dunia hingga saat ini^[16].

2.1.1 Struktur molekul HDPE

2.1.1.1 Rantai

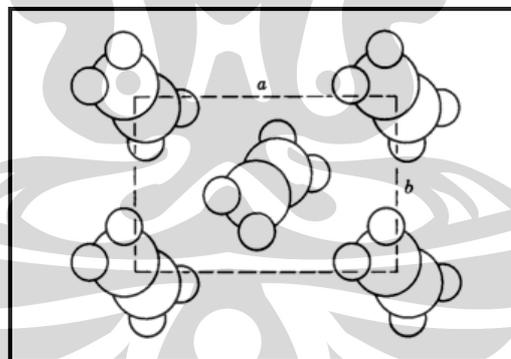
Polyethylene linier pada dasarnya mempunyai struktur kimia sebagai *polymethylene* $(\text{CH}_2)_n$. Penamaan berbasis pada asal material ini (*raw material*).

Oleh karena itu polimerisasi *ethylene* dengan berbagai mekanisme dinamakan *polyethylene*, bukan *polymethylene*.

HDPE mengandung sedikit rantai cabang, yang kadang-kadang disengaja dengan memasukkan monomer lain yaitu α -olefin. Pencabangan dapat terjadi karena adanya reaksi samping intrinsik untuk mekanisme polimerisasi tertentu, misalnya pada pembuatan LDPE. Kebanyakan struktur *linear polyethelene* diperoleh dengan katalis chromium^[16].

2.1.1.2 Struktur kristal

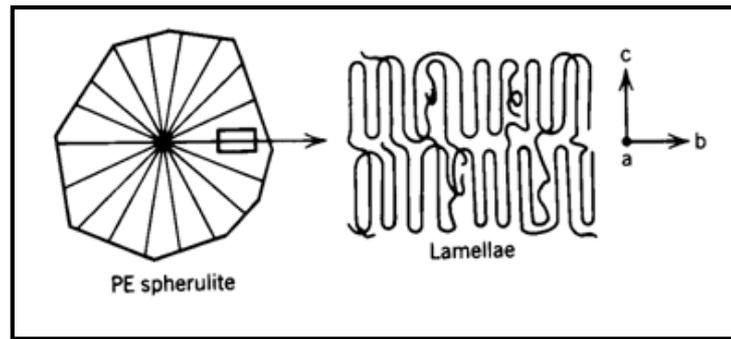
Pada dasarnya struktur kristal dari *polyethelene* linier adalah 'orthorhombic' (simetris) seperti parafin linier merupakan *homolog* dari HDPE. Potongan melintang dari unit kristal HDPE ditunjukkan pada gambar 2.2 dengan parameter $a= 0.405$ nm, $b=0.493$ dan $c= 0.2534$ nm. Secara teori densitas dari HDPE 1.00 g/cm³. Adanya pencabangan pada molekul HDPE akan menyebabkan penambahan menjadi $a=0.77$ nm, $b=0.5$ nm. Jenis *orthorhombic* ini merupakan sebagian besar dari benda cetak yang dibuat dari HDPE.



Gambar 2.2 *Orthorhombic* HDPE, a dan b merupakan parameter^[17]

2.1.1.3 Morfologi

Bentuk unit kristal *polyethelene* dari kondisi cair adalah *spherulite* (bola) dengan diameter 1-5 μ m, yang dapat dilihat dengan mikroskop polar. *Spherulite* ini terbentuk dari proses kristalisasi yang kompleks dari makro molekul.



Gambar 2.3 Sub struktur dari *spherulite* HDPE^[17]

Spherulite mempunyai sub unit struktur berbaris, mirip batang tipis dan seperti benang yang menyebar keseluruhan arah dari pusat menuju ke tepi, sering bercabang sehingga dapat mengisi badan dari *spherulite*. Deretan benang terdiri dari kristal *lamellae* dengan aksis c tegak lurus terhadap fibril sedang aksis b paralel (lihat gambar 2.3). *Spherulite* akan terbentuk hanya dengan kristalisasi perlahan HDPE cair. Kecepatan kristalisasi yang tinggi akan menyebabkan terbelitnya *lamellae* satu sama lain sehingga terbentuk seperti batang.

2.1.2 Sifat-sifat HDPE

2.1.2.1 Sifat kimia

Polyethylene adalah bahan polimer yang sifat-sifat kimianya cukup stabil tahan terhadap berbagai bahan kimia kecuali halida dan oksida kuat. *Polyethylene* larut dalam hidrokarbon aromatik dan larutan hidrokarbon yang terklorinasi diatas temperatur 70 °C, tetapi tidak ada pelarut yang dapat melarutkan *polyethylene* secara sempurna pada temperatur biasa. Karena bersifat *non-polar*, *polyethylene* tidak mudah diolah dengan merekat atau mencap. Perlu perlakuan tambahan tertentu seperti oksidasi pada permukaan atau mengubah struktur permukaannya oleh sinar elektron yang kuat^[18].

2.1.2.2 Sifat listrik

Polyethylene merupakan polimer non-polar yang khas memiliki sifat-sifat listrik yang baik terutama sangat baik dalam sifat khas frekuensi tinggi, banyak dipakai sebagai bahan isolasi untuk radar, TV dan berbagai alat komunikasi^[18].

HDPE sendiri merupakan isolator yang bagus dan digunakan secara luas untuk kabel. Densitas dan berat molekul mempengaruhi sedikit sifat kelistrikan dari HDPE^[16].

2.1.2.3 Sifat optik

HDPE mempunyai kristalinitas tinggi. Dengan adanya indeks refraksi antara kristalin dan *amorph* maka HDPE film bersifat *transluscent* atau kurang transparan dibanding LDPE. Jika dilakukan *stretching film*, HDPE menjadi lebih 'birefringent'^[17].

2.1.2.4 Permeabilitas.

Film *polyethylene* sangat sukar ditembus air, tetapi mempunyai permeabilitas cukup tinggi terhadap CO₂, pelarut organik, parfum dsb. *Polyethylene* masa jenis tinggi kurang *permeable* daripada *polyethylene* masa jenis rendah^[18].

2.1.2.5 Sifat mekanik

Sifat mekanik HDPE dapat dilihat pada tabel 1. Pada umumnya sifat mekanik HDPE sangat dipengaruhi oleh: pencabangan, berat molekul, kristalinitas, orientasi dan bentuk struktur. [dari pak saeful].

Tabel 2.1 Sifat, fisik, termal, mekanik dan elekterik dari HDPE^[17]

Property	Highly linear
Physical	
density, g/cm ³	0.962 – 0.968
refractive index, n_D^{25}	1.54
Thermal	
melting point, °C	128 – 135
brittleness temp, °C	-140 to -70
heat resistance temp, °C	ca 122
specific heat capacity, kJ/(kg.K)	1.67 – 1.88
thermal conductivity, W/(m.K)	0.46 – 0.52

Tabel 2.1 Sifat, fisik, termal, mekanik dan elekterik dari HDPE^[17](lanjutan)

Property	Highly linear
temp coefficient	
of linear expansion	$(1 - 1.5) \times 10^{-4}$
of volume expansion	$(2 - 3) \times 10^{-4}$
Heat of combustion, kJ/g	46.0
Electrical	
dielectric constant at 1 MHz	2.3 – 2.4
dielectric loss angle, 1 kHz – 1 MHz	$(2 - 4) \times 10^{-4}$
volume resistivity, $\Omega \cdot m$	$10^{17} - 10^{18}$
surface resistivity, Ω	10^{15}
dielectric strength, kV/mm	45 – 55
Mechanical	
yield point, MPa	28 – 40
tensile modulus, MPa	900 – 1200
tensile strength, MPa	25 – 45
notch impact strength, kJ/m ²	ca 120
flexural strength, MPa	25 – 40
shear strength, MPa	20 – 38
elongation, %	
at yield point	5 – 8
at breakpoint	50 – 900
hardness	
Brinell, MPa	60 – 70
Rockwell	R55, D60 – D70

2.2 Clay

Clay merupakan istilah umum yang dipergunakan industri untuk menyebut tanah liat atau lempung. *Clay* (tanah liat), apabila ditinjau dari bidang geologi, *clay* berarti bahan alam yang berasal dari dalam tanah yang sebagian komposisinya adalah mineral yang berbentuk kristal dan dikenal sebagai bagian dari mineral silika^[19]. Salah satu jenis tanah liat yang sudah banyak dipelajari dan diketahui manfaatnya adalah bentonit. Bentonit merupakan sumber daya mineral yang melimpah terdapat di Indonesia.

Nama bentonit ini pertama kali digunakan oleh Knight pada tahun 1898 untuk suatu jenis lempung yang sangat plastis (koloid) yang terdapat pada formasi Bentone, Rock, Creek, Wyoming, Amerika Serikat. Pada tahun 1960 Billson menemukan bahwa mineral bentonit terdiri dari 85% *montmorillonite* dan sisanya merupakan pengotor. Nama *montmorillonite* ini berasal dari jenis lempung plastis yang ditemukan di Monmorillon, Perancis pada tahun 1847^[20]. Penggunaan utama bentonit adalah sebagai lumpur pembilas pada kegiatan pemboran, pembuatan pelet biji besi, penyumbat kebocoran bendungan dan kolam. Selain itu digunakan juga dalam industri minyak sawit dan farmasi^[21].

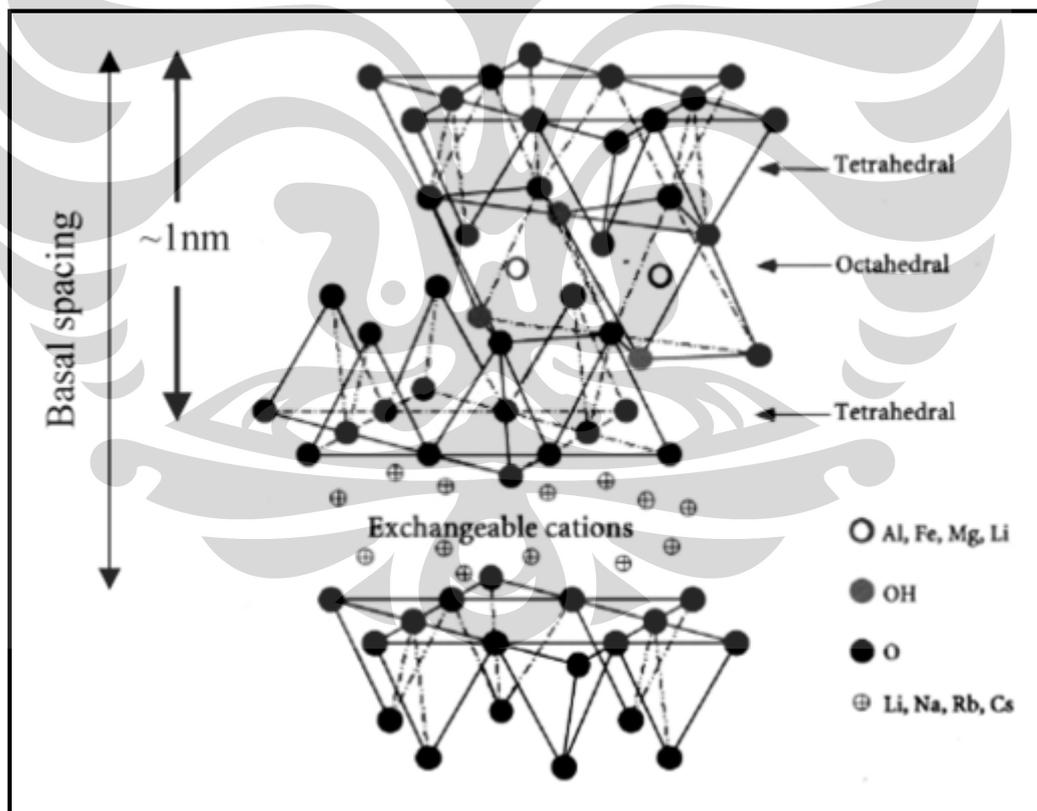
Mineral bentonit memiliki diameter kurang dari 2 μm yang terdiri dari berbagai macam mineral *phyllosilicate* yang mengandung silika, aluminium oksida dan hidroksida yang dapat mengikat air. Bentonit memiliki struktur 3 lapisan yang terdiri dari 2 lapisan silikat tetrahedral dan satu lapisan sentral oktahedral. Cadangan bentonit di Indonesia cukup berlimpah sebesar \pm 380 juta ton merupakan aset potensial yang harus dimanfaatkan sebaik-baiknya^[21].

Bentonit sendiri diklasifikasikan dalam dua kelompok, yaitu natrium bentonit dan kalsium bentonit. Natrium bentonit mengandung relatif lebih banyak ion Na^+ dibandingkan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} . Bentonit ini dapat mengembang hingga 8 – 15 kali apabila dicelupkan ke dalam air dan tetap terdispersi beberapa waktu di dalam air. Posisi pertukaran ion terutama diduduki oleh ion natrium. Sementara kalsium bentonit mengandung lebih banyak ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} dibandingkan dengan ion Na^+ . Bentonit kalsium kurang menyerap air, akan tetapi secara alamiah ataupun setelah diaktifkan dengan asam, mempunyai sifat menghisap yang baik dan tetap terdispersi dalam air. Perbandingan kandungan Na dan Ca rendah. Posisi pertukaran ion lebih banyak diduduki oleh ion kalsium dan magnesium. Ca bentonit dipergunakan sebagai bahan pemucat warna pada proses pemurnian minyak goreng, katalis pada industri kimia, zat pemutih, zat penyerap dan sebagai *filler* pada industri kertas dan polimer^[21].

2.2.1 Struktur *clay*

Kandungan utama bentonit adalah mineral *montmorillonite* (80%) dengan rumus kimia $M_x(Al_{4-x}Mg_x)Si_8O_{20}(OH)_4.nH_2O$. Kandungan lain dalam bentonit merupakan pengotor dari beberapa jenis mineral seperti feldspar, gipsum, kaolinit, kwarsa, ilit, kalsit, mika, klorit, plagioklas, serta senyawa pengotor lain seperti besi oksida dan materi organik^[21].

Struktur *montmorillonite* mempunyai lapisan mineral 2 : 1, yang artinya struktur lembarannya terdiri dari satu lapisan alumina (AlO_6) berbentuk oktahedral pada bagian tengah yang diapit oleh dua buah lapisan silikat (SiO_4) berbentuk tetrahedral[g]. Diantara lapisan oktahedral dan tetrahedral terdapat kation *monovalent* maupun *bivalent*, seperti Na^+ , Ca^{2+} dan Mg^{2+} dan memiliki jarak (*d-spacing*) sekitar 1.2 – 1.5 nm^[21].

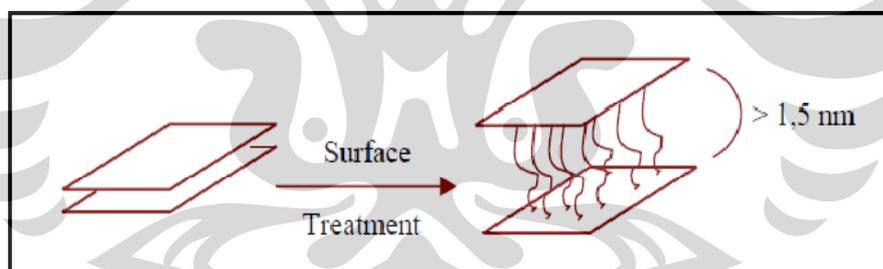


Gambar 2.4 Struktur 2 : 1 *montmorillonite* ^[22]

Lapisan ini tersusun secara paralel untuk membentuk tumpukan yang memiliki celah dengan ikatan van der Waals diantara keduanya, yang disebut dengan *interlayer* atau *gallery*. Karena kekuatan ikatan antara kedua lapisan cenderung lemah, sehingga memungkinkan untuk memasukan molekul diantara keduanya sebagai pemisah atau tiang penyangga kedua lapisan tidak bertumpuk kembali, dalam hal ini diberi istilah interkalasi. Dengan terjadinya interkalasi atau eksfoliasi membuat jarak antara dua lapisan semakin menjauh, sehingga dispersi dari *clay* dapat tercapai di dalam matriks polimernya^[23].

2.2.2 *Organo Layered Silicate (OLS)*

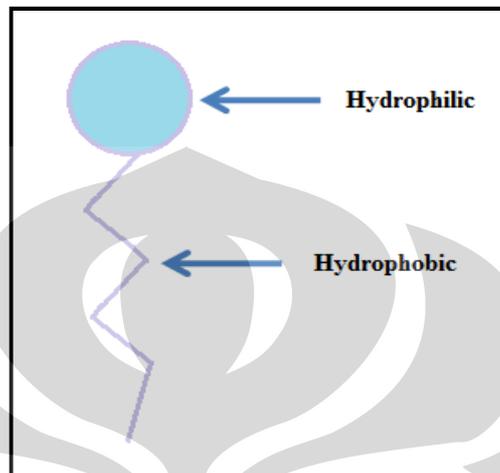
Secara alamiah *clay* berbentuk aglomerasi yang kuat yang disebabkan adanya *surface attraction* pada setiap partikel *clay*. Atraksi gaya tarik tersebut dapat dikurangi dengan melakukan *surface treatment*, yang berupa penambahan aditif seperti surfaktan atau sejenisnya untuk mengurangi gaya tarik antar lapisan tadi sehingga jarak antar lapisan (*gallery*) dapat bertambah besar mencapai >1.5 nm^[24].



Gambar 2.5 Ilustrasi *surface treatment* pada *clay*^[25]

Bentuk *clay* yang telah di *treatment* struktur permukaan dengan senyawa organik disebut sebagai *Organo Layered Silicate (OLS)*. *Organo Layered Silicate (OLS)* merupakan hasil dari penggantian kation anorganik, seperti natrium, kalsium dan magnesium pada permukaan partikel *montmorillonite* dengan suatu kation organik. Surfaktan kationik yang digunakan biasanya adalah garam amonium kwartener ($R_4N^+Cl^-$) yang memiliki (minimal) satu rantai alkil yang panjang. Amonium kwartener ini merupakan jenis kationik amonium klorida, yang mempunyai muatan positif pada salah satu ujung rantainya. Pertukaran ion terjadi dengan ion Na, Ca, dan Mg pada permukaan *montmorillonite*. Surfaktan

kationik baik yang berupa kuartener maupun non kuartener mempunyai aplikasi yang luas karena dapat teradsorpsi pada permukaan padatan mineral. Penambahan surfaktan bertujuan untuk mengubah *montmorillonite* yang bersifat *hydrophilic* menjadi *organophilic*^[26].



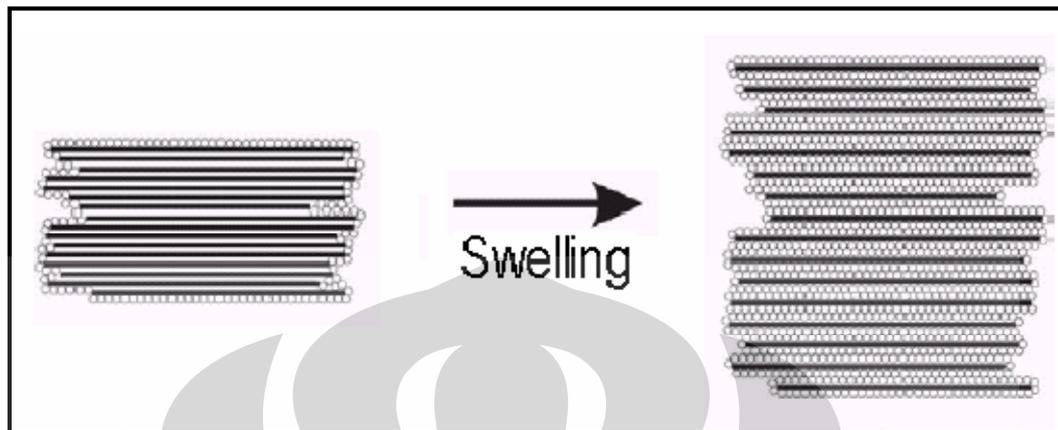
Gambar 2.6 *Amphiphilic surfactant*^[27]

Surfaktan atau zat aktif permukaan adalah zat yang memiliki kecenderungan teradsorpsi pada permukaan atau antar muka sistem sehingga dapat mempengaruhi energi bebas permukaan atau antar muka sistem. Pada umumnya *Amphiphilic* surfaktan dilambangkan dengan model kepala dan ekor. Kepala melambangkan gugus *hydrophilic* terutama terdiri dari ion logam atau senyawa logam sedangkan ekor melambangkan gugus *hydrophobic* berupa rantai hidrokarbon *alkil* atau *alkilaryl*^[27].

Dengan masuknya surfaktan ke dalam bentonit, *d-spacing* pada bentonit pun bertambah besar (terinterkalasi). Pada proses pembuatan nanokomposit antara material polimer dan *organoclay* pada fasa leleh, diharapkan dengan adanya gaya puntir (*shear*) jarak antar lapisan pada *organoclay* akan semakin membesar dan akhirnya terjadi delaminasi struktur pada bentonit atau lebih dikenal dengan istilah eksfoliasi, dimana lapisan-lapisan bentonit dalam ukuran nano ini akan terdispersi dalam matriks polimer^[21].

Pada saat pemasukan surfaktan ke dalam lapisan bentonit, sebaiknya bentonit dalam keadaan mengembang (*swelling*). Berbeda dengan zeolit, bentonit memiliki sifat mengembang yang baik, pengembangannya bisa mencapai 15 kali.

Dalam keadaan mengembang lapisan bentonit akan terbuka atau *d-spacing* sedikit membesar, sehingga memudahkan surfaktan masuk ke dalamnya^[28].



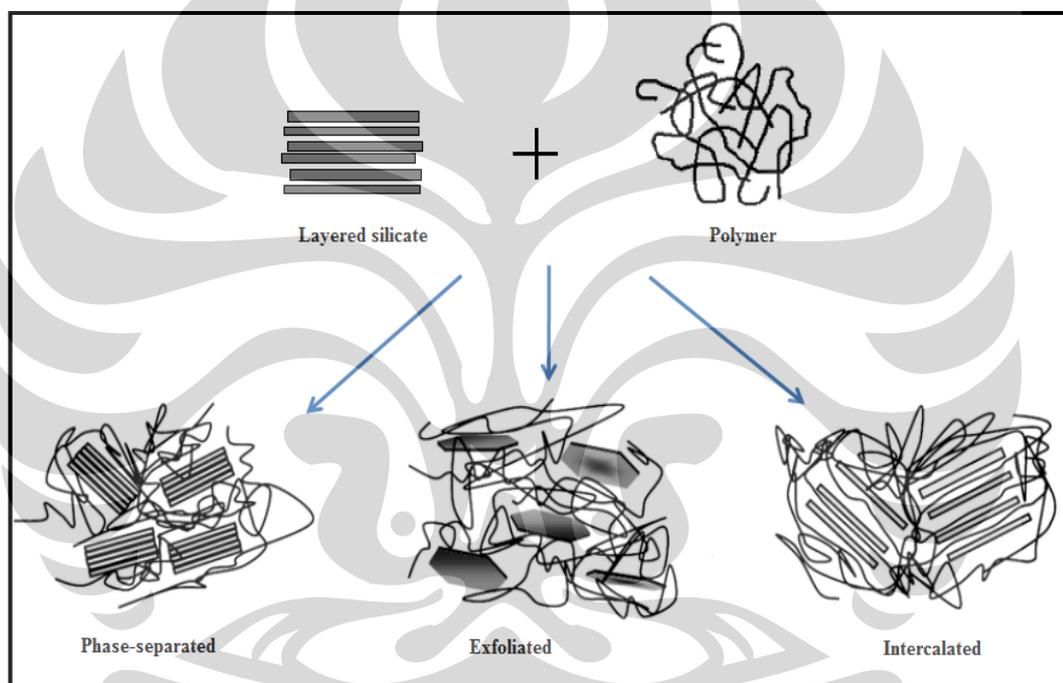
Gambar 2.7 Ilustrasi *swelling* pada bentonit^[29]

Nanokomposit merupakan pengembangan dari teknologi komposit. Nanokomposit mensubstitusikan partikel berukuran nano meter (ukuran < 100 nm) sebagai *filler* penguat (*reinforcement*) ke dalam suatu matriks pada sistem komposit, baik dari satu jenis material matriks maupun campuran beberapa material matriks. Matriks biasanya berupa polimer, keramik, maupun logam, sedangkan partikel penguat biasanya berbentuk partikel biasa, serat, tabung, sferikal dan lainnya^[6].

Polymer-clay nanocomposite adalah material dengan matriks polimer yang diperkuat dengan *nanofiller* seperti butiran silika, zeolit dan lainnya. Penelitian dalam mempelajari interaksi *polymer-clay* sudah dikerjakan sejak tahun tujuh puluhan. Dua penemuan penting yang menjadi pionir dalam penelitian ini adalah pembuatan material nilon 6/ *montmorillonite* oleh peneliti S Fujiwara dan Sakamoto. Kemudian Giannelis menemukan bahwa pembuatan material tersebut dapat dilakukan dengan metode *melt mixing* tanpa penggunaan pelarut^[30]. Penelitian mengenai *polymer-clay nanocomposite* pun semakin meluas, dikarenakan peningkatan sifat termal dan mekanik yang sangat signifikan.

Bergantung pada sifat dasar dari konstituen penyusun kompositnya (misal lapisan silikat, kation organik dan matriks polimer), dan metode preparasinya

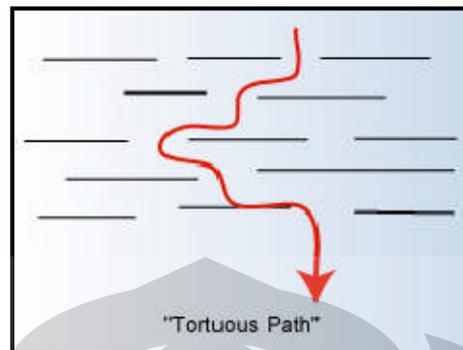
dapat dihasilkan tiga bentuk struktur dari *polymer-clay nanocomposite*. Jika polimer tidak dapat terinterkalasi diantara lapisan silikat/kedua fasa saling terpisah, maka akan terbentuk struktur *tactoid* (struktur lapisan-lapisan clay yang bertumpuk dengan jarak pisah sekitar 10 \AA) maka sifat yang dihasilkan dari morfologi semacam ini akan menyamai sifat dari konvensional komposit^[31]. Dua struktur lainnya adalah tipe nanokomposit. Struktur interkalasi dihasilkan jika satu atau beberapa polimer dapat masuk diantara lembaran-lembaran silikat. Nanokomposit yang dihasilkan mempunyai struktur multilayer, yaitu alternasi polimer dan lapisan silikat^[32].



Gambar 2.8 Dispersi *organo layered silicates* dalam matriks polimer^[22]

Struktur eksfoliasi atau delaminasi terbentuk jika lapisan silikat seluruhnya terdispersi didalam matriks polimer. Konfigurasi dimana nanokomposit tersebar didalam matriks polimer menghasilkan perubahan yang signifikan dalam sifat gas *barrier*, *heat deflection temperatur*, dimensi dan ketahanan api karena terjadi interaksi yang maksimum antara polimer dan *clay*^[32]. Peningkatan sifat-sifat mekanik dan termal dalam *polymer-clay nanocomposite* ini terbentuk ketika terjadi sinergis yang dimiliki oleh kedua material tersebut. Selain itu dengan struktur eksfoliasi sistem *polymer-clay nanocomposite* juga akan menaikkan

tortuosity (liku-liku jalur difusi gas), yang dapat memperlambat transmisi senyawa-senyawa seperti oksigen, uap air dan lain-lain^[33].



Gambar 2.9 *Tortuosity Path*^[29]

2.3 *Compatibilizer*

Seperti *polyolefin* pada umumnya, *polyethylene* (PE) yang belum mengalami perlakuan tertentu memiliki energi permukaan yang relatif rendah karena sifatnya yang *non-polar*. Sedangkan kebanyakan bahan yang digunakan sebagai penguat komposit, seperti serat baja, serat gelas, serbuk kayu dan *clay* memiliki kepolaran yang tinggi, sehingga tegangan permukaannya tinggi^[34].

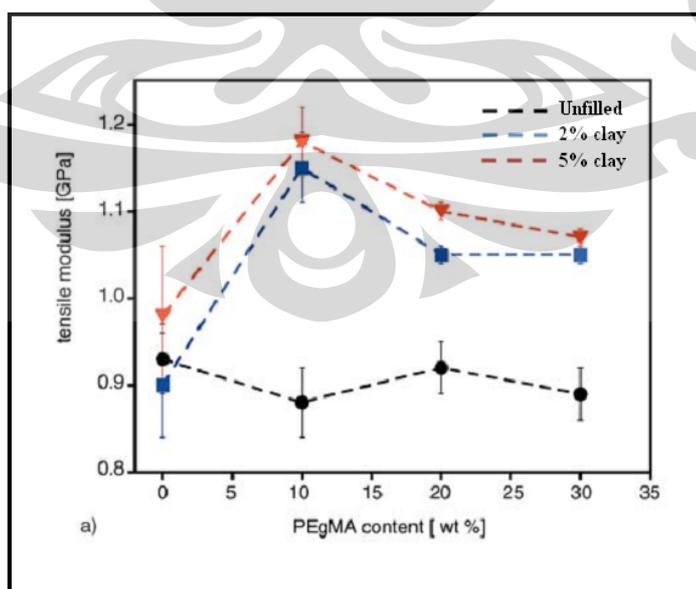
Apabila *polyethylene* akan dijadikan komposit dengan bahan penguat yang disebut di atas, tentunya tidak akan terbentuk komposit yang baik karena tidak dapat terjadi pembasahan yang baik. Promotor *adhesi* diperlukan untuk memperbaiki sifat mampu basah pada komposit yang terdiri dari konstituen-konstituen yang berbeda tingkat tegangan permukaannya. Promotor *adhesi* adalah zat yang dapat menyatukan komponen-komponen yang tidak saling bergabung dengan cara menjadi penghubung diantara komponen-komponen tersebut. Promotor *adhesi* umumnya disebut dengan istilah sesuai dengan aplikasinya. Apabila promotor *adhesi* digunakan untuk meningkatkan keterpaduan (*compatibility*) pada pencampuran dua macam polimer yang tidak saling melarutkan (*immiscible*), maka disebut pemadu (*compatibilizer*)^[34].

Dalam suatu sistem yang *immiscible*, untuk meningkatkan tingkat dispersi biasanya digunakan *compatibilizer*. *Compatibilizer* adalah suatu zat yang mampu

menghubungkan setiap konstituen dalam suatu sistem agar terbentuk suatu sistem yang *miscible* (saling melarutkan). *Compatibilizer* pada umumnya berfungsi sebagai *interfacial agent* dalam campuran polimer. Struktur kimia *compatibilizer*, satu bagian *miscible* dengan satu komponen campuran (polimer) dan bagian yang lain *miscible* dengan komponen campuran yang lain (*organoclay*). Biasanya *compatibilizer* yang digunakan identik dengan komponen campuran atau mengandung gugus fungsi yang sesuai dengan salah satu komponen campuran.

Prinsip kerja *compatibilizer* adalah sebagai *interface* yang mempengaruhi *adhesi interfacial* dan tegangan *interfacial*. *Adhesi interfacial* akan semakin besar dan tegangan *interfacial* akan turun dengan penambahan *compatibilizer*. Selain itu penambahan *compatibilizer* juga menyebabkan *organoclay* akan terdispersi dengan baik serta stabil dalam matriks polimer.

Pada penelitian ini, *polyethylene* yang *non-polar* membutuhkan *compatibilizer* guna memungkinkan terjadinya kontak antara *polyethylene* dengan lapisan silikat. *Maleic anhydride* (MA) merupakan senyawa kimia yang pada saat ini banyak disukai peneliti sebagai *compatibilizer* termoplastik dengan material lainnya seperti *clay*. *Compatibilizer* pada intinya berupa fungsionalisasi polimer agar memiliki ujung polar sehingga dapat berikatan dengan lapisan silikat *clay*.



Gambar 2.10 Pengaruh kandungan PE-g-MA & *clay* terhadap sifat mekanik^[35]

Polyethylene akan kompatibel dengan PE dari PE-g-MA, sedangkan gugus MA (polar) yang tercangkok pada *polyethylene* akan meningkatkan kepolaran PE-g-MA (kepolaran bergantung dengan jumlah MA yang tercangkok), sehingga PE-g-MA akan memiliki polaritas yang sesuai dengan *filler* dan akan menyusup masuk diantara *gallery filler*^[34].

Tahap-tahap mekanisme reaksi proses pencangkokan *maleic anhydride* (MA) pada *polyethylene* adalah sebagai berikut^[36]:

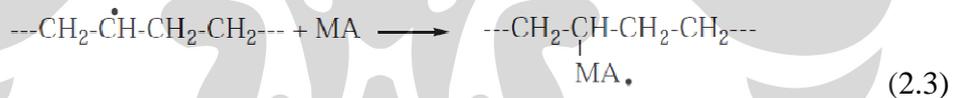
1. *Peroxide decomposition*



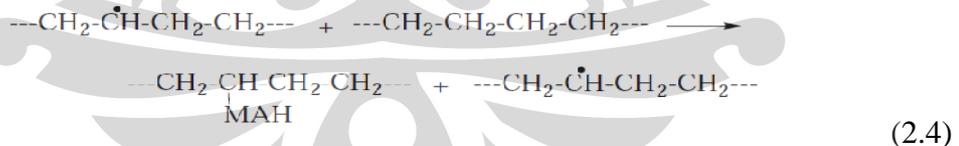
2. *Initiation*



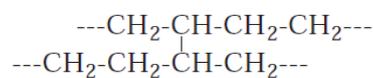
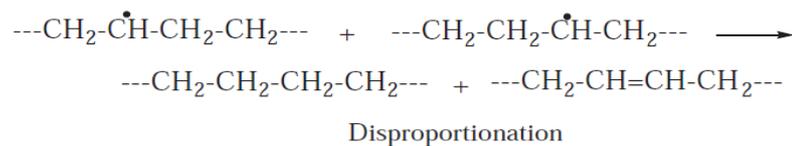
3. *Propagation*



4. *Chain transfer*

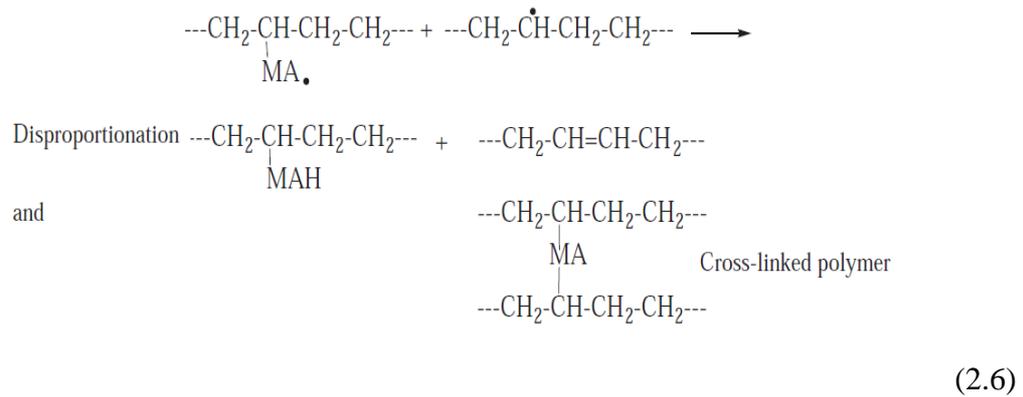


5. *Termination*



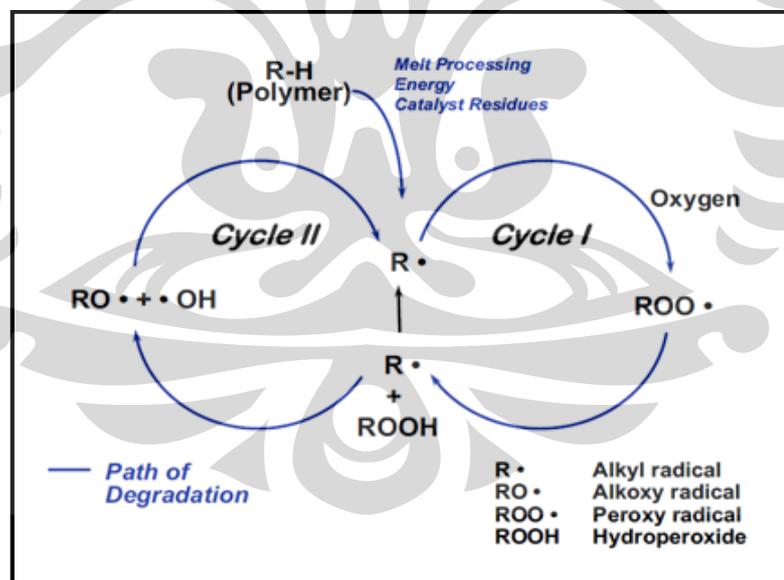
Cross-linked polymer

(2.5)



2.4 Antioxidant

Seperti polimer pada umumnya, kelemahan utama *polyethylene* adalah mudah mengalami kerusakan akibat degradasi. Proses degradasi akan menghasilkan radikal bebas yang akan merusak rantai molekul secara berkesinambungan sehingga kualitas polimer akan terus menurun. Degradasi akibat oksidasi seperti ini dapat dikurangi dan dicegah dengan menggunakan aditif *antioxidant*^[37].



Gambar 2.11 Polymer Auto-oxidation Cycle^[38]

Antioxidant adalah senyawa kimia yang digunakan untuk mencegah atau menghambat terjadinya reaksi oksidasi dari material plastik. Oksidasi adalah reaksi kimia dimana terjadi transfer elektron dari suatu substansi ke sebuah

oksidator. Reaksi oksidasi dapat menghasilkan radikal bebas yang mampu merusak sel. *Antioxidant* mampu mencegah reaksi oksidasi dengan menghilangkan radikal bebas dan menahan oksidasi lain dengan mengorbankan dirinya sendiri^[39].

Antioxidant dibagi tiga jenis menurut fungsi mekanisme pencegahan oksidasi yaitu *antioxidant* primer dan *antioxidant* sekunder. *Primary antioxidant* berfungsi untuk menjadikan *peroxide* maupun radikal alkil yang terbentuk dalam tahap pengaktifan dan tahap propagasi menjadi tidak aktif dengan membentuk radikal lain dan produk samping yang stabil. *Secondary antioxidant* menguraikan senyawa *hydro peroxide* dengan membentuk senyawa yang lebih stabil[k]. *Metal deactivator* menangkap ion-ion logam yang terdapat dalam polimer dengan membentuk senyawa kompleks (*chelats*) yang stabil. Untuk mendapatkan hasil yang optimal, penggunaan *primary antioxidant* harus dikombinasikan dengan penggunaan *secondary antioxidant*^[40].

2.5 Metoda Pencampuran Polimer dengan OLS

2.5.1 *In situ polymerization*

Metoda pencampuran ini merupakan metoda pembuatan *polymer-clay nanocomposite* yang pertama. Metoda ini dikembangkan oleh Toyota dengan menggabungkan nilon sebagai matriks dengan *montmorillonite* sebagai penguatnya^[31]. Pada metoda ini OLS dilarutkan dalam pelarut monomer. Monomer kemudian berpindah ke *gallery* silikat, sehingga polimerisasi dapat terjadi diantara lapisan silikat. Reaksi polimerisasi ini dapat terjadi dengan proses pemanasan, radiasi atau menggunakan inisiator.

2.5.2 Metoda pelarut

Pada prinsipnya metoda ini hampir sama dengan *in situ polymerization*. Mula-mula OLS dilarutkan dalam pelarut. Pelarut yang digunakan dalam sintesa *polymer-clay nanocomposite* adalah pelarut polar. Kemudian polimer yang sudah dilarutkan ditambahkan ke dalam larutan OLS sehingga polimer dapat

terinterkalasi diantara lapisan silikat. Tahap terakhir adalah menghilangkan pelarutnya dengan penguapan, biasanya dalam kondisi vakum.

Keuntungan proses ini adalah interkalasi nanokomposit dapat dilakukan pada polimer *non-polar* atau yang mempunyai polaritas rendah. Akan tetapi, penggunaan pelarut pada metoda ini sukar diaplikasikan dalam skala industri, karena pemakaian pelarut dalam jumlah yang besar. Selain itu kelemahan dalam metoda ini adalah tingkat kesulitan dan lamanya waktu yang dibutuhkan untuk penguapan pelarut yang digunakan, sehingga kurang efisien untuk di aplikasikan pada produksi massal^[41].

2.5.3 *Melt compounding*

Metoda ini menerapkan pencampuran antara OLS dan polimer dengan *compatibilizer* pada kondisi lelehan dalam proses intensif *shear mixing* agar mendapatkan morfologi *polymer-clay nanocomposite* yang baik (interkalasi yang homogen atau bahkan eksfoliasi). Sejak ditemukannya metoda ini oleh Giannelis, hal ini merupakan penemuan yang penting untuk industri dimana memungkinkan terjadinya pencampuran antara polimer dan OLS tanpa penggunaan pelarut.

Metoda ini merupakan pendekatan baru yang menjanjikan untuk fabrikasi *polymer-clay nanocomposite* dengan menggunakan proses konvensional seperti *extrusion* dan *injection molding*. Pembentukan nanokomposit menggunakan proses *melt compounding* diatur oleh interaksi termodinamik antara rantai polimer dan lapisan silikat dan transport rantai polimer dari *bulk melt* ke dalam lapisan silikat. *Nanoclay (organoclay)* terdispersi dalam fasa leleh pada matriks polimer oleh *shearing action*. *High shearing mixers* atau *internal mixers* digunakan untuk sintesis dari nanokomposit^[9].

Dalam pembentukan *polymer-clay nanocomposite* ada beberapa teknik yang harus dikembangkan agar dapat meningkatkan sifat-sifat bila dibandingkan sifat-sifat material asalnya. Paling tidak ada tiga usaha yang harus dilakukan dalam meningkatkan sifat komposit tersebut, yaitu; (1) memodifikasi permukaan lapisan-lapisan silikat dalam *montmorillonite*, diantaranya dengan membentuk

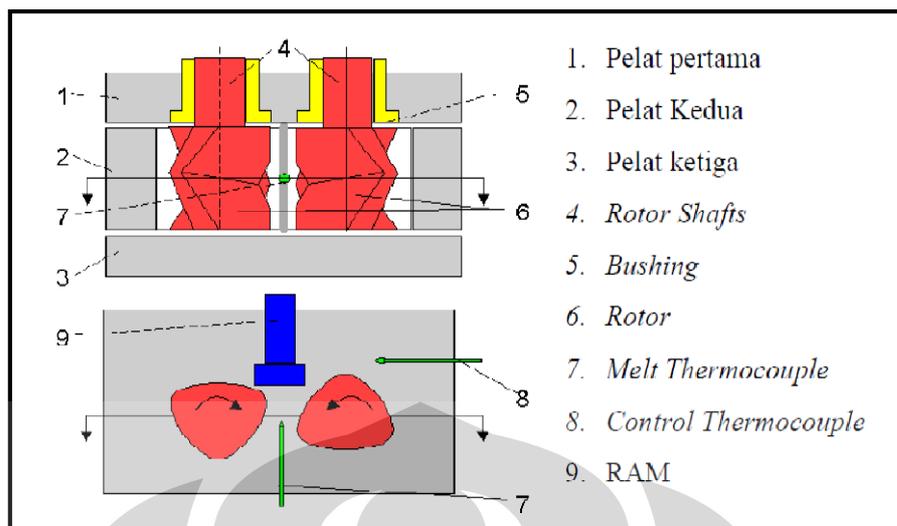
interkalasi lapisan-lapisan dengan menggunakan bahan organik membentuk *organic layered silica* (OLS) sebelum dicampur dan biasanya senyawa organik yang digunakan memiliki gugus fungsi amin^[28], (2) memodifikasi sifat polimer dari *hydrophobic* menjadi *hydrophilic* misalnya dengan mencangkakan senyawa *maleic anhydride* pada rantai panjang polimer^[26], dan (3) memodifikasi kondisi proses, misalnya menambah *shear*, menambah waktu pendispersian dan lain sebagainya^[28].

2.6 Mesin Pencampur

Ada beberapa peralatan yang digunakan untuk mencampur (*mixing*) plastik, baik plastik dengan plastik maupun plastik dengan *filler* ataupun aditif lainnya, Ada beberapa peralatan yang digunakan untuk mencampur (*mixing*) plastik, baik plastik dengan plastik maupun plastik dengan *filler* ataupun aditif lainnya, diantaranya *banbury mixer*, *single screw extruder mixer*, *static mixer*, *cokneader*, dan *twin screw extruder*. Pada dasarnya ada 3 prinsip pencampuran untuk menghasilkan distribusi yang optimal, yaitu:

1. Luas kontak permukaan antar komponen yang akan dicampur. Jika luas kontaknya diperluas maka distribusinya menjadi maksimal.
2. Semua elemen harus bersifat merata ke segala bagian dari sistem yang bersangkutan.
3. Distribusi masing-masing komponen harus ke segala arah.

Tipe *banbury mixer* contohnya adalah *Internal Mixer* yang banyak dan umum digunakan. Dalam proses pencampuran (*compounding*) polimer, alat *banbury mixer* digunakan untuk menghasilkan distribusi dari partikel *clay* yang merata ke dalam matriks. *Iternal mixer* merupakan *mixer* dengan intensitas yang tinggi dengan keunggulan pada kuantitas pencampuran yang lebih besar dalam durasi yang lebih singkat. Secara garis besar mesin ini terdiri dari ruangan pencampur (*chamber*) dan dua buah rotor yang dapat diubah sesuai dengan peruntukannya.



Gambar 2.12 *Internal mixer*^[23]

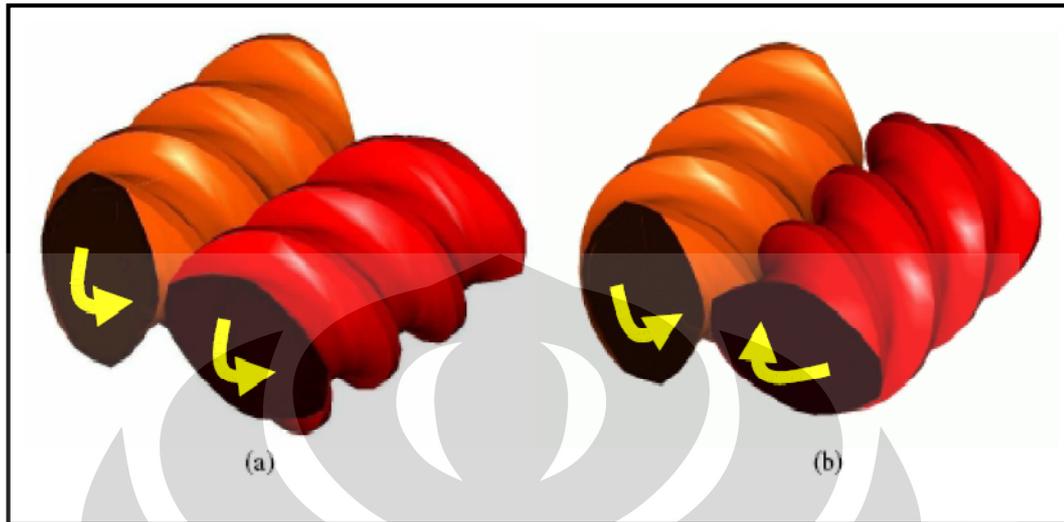
Internal mixer terdiri dari ruangan pencampuran yang tersusun atas *counter-rotating rotor (two roll mill)* pada setiap bagiannya. Pada dinding ruangnya terdapat saluran pendingin dan pemanas. Dispersi dari komponennya tergantung pada durasi pencampuran, kecepatan rotor, temperatur dan variable proses pencampuran lainnya. Rotor atau *roll mill* merupakan bagian terpenting dalam pencampuran. Rotor ini seperti halnya *screw* pada ekstruder yang dapat dibedakan berdasarkan arah putarannya yaitu rotor yang berputar searah (*co-rotating*) dan berlawanan arah (*counter rotating*). Pada *counter-rotating* terjadi penumpukan material di daerah pertemuan yang disebut *material bank* sehingga terjadi *shear stress* yang besar di satu areal tersebut^[23].

Selain jenisnya, kecepatan rotor (*rotor speed*) menentukan keoptimalan prosesnya. Makin cepat rotor berputar distribusi semakin berkurang, namun dapat diatasi dengan penyesuaian pada durasi pencampuran yang lama.

Variabel durasi pencampuran harus diperhatikan untuk mencapai waktu *mixing* yang optimal, diantaranya jika:

1. Terlalu cepat akan menurunkan tingkat persebaran atau homogenitas.
2. Terlalu lama dapat mengakibatkan material berubah warna akibat degradasi pada material disebabkan oleh friksi yang dihasilkan gesekan

dari rotor dan *chamber* sehingga merusak stabilitas material dan performanya.



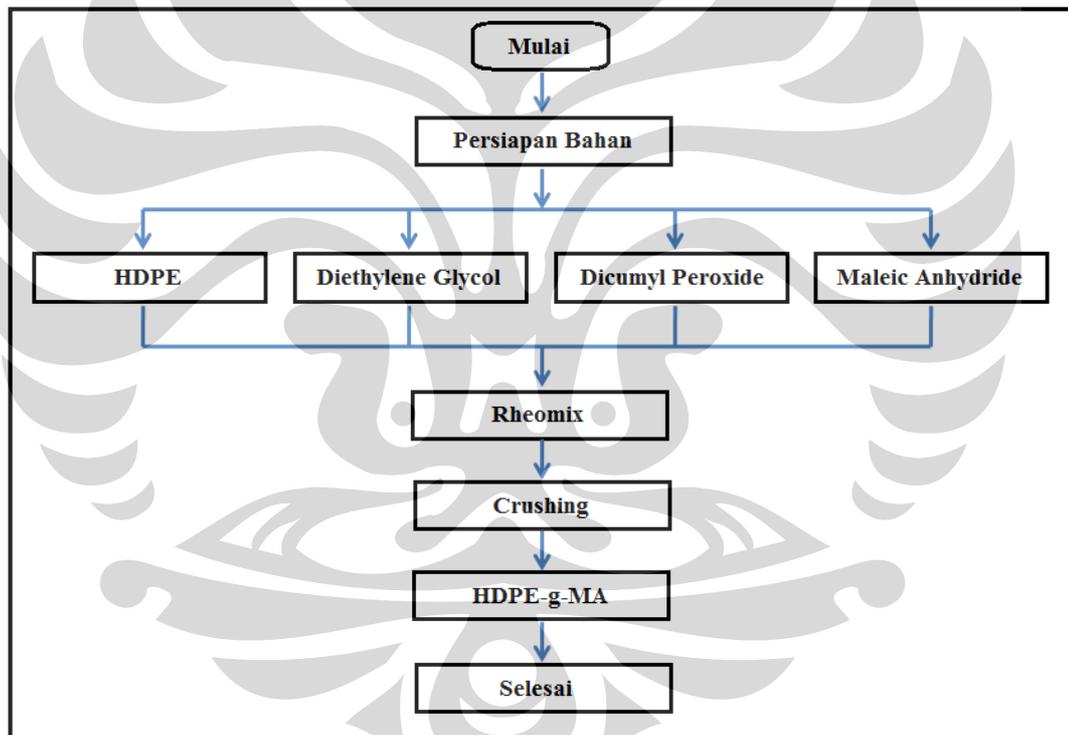
Gambar 2.13 Skema (a) *Co-rotating* dan (b) *Counter rotating*^[42]

BAB 3

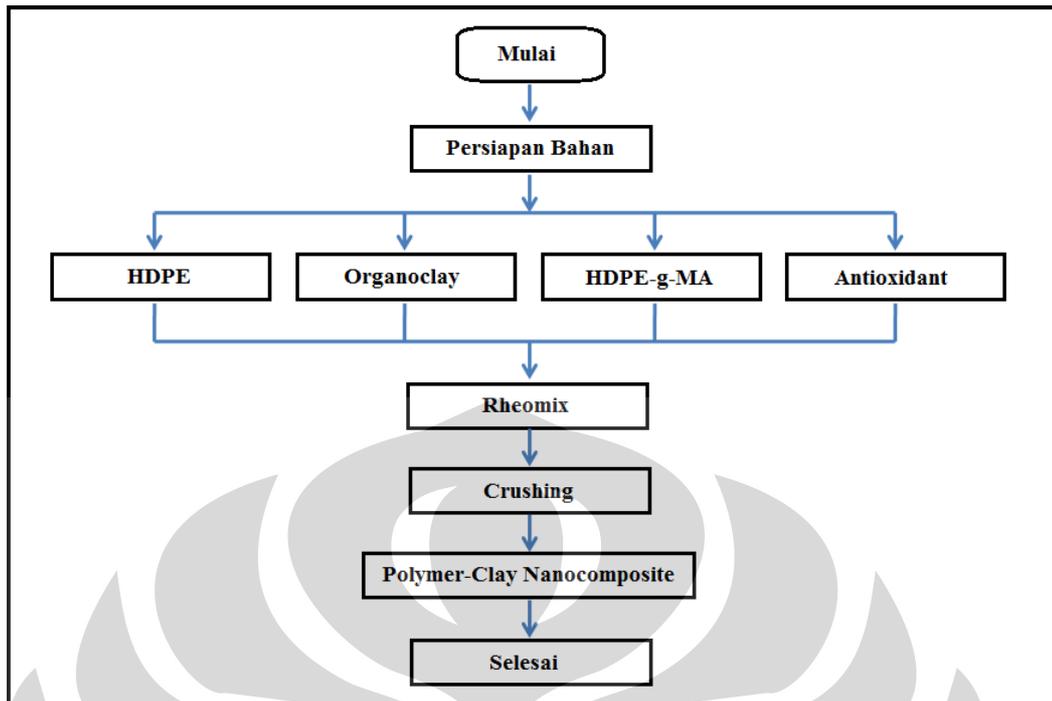
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

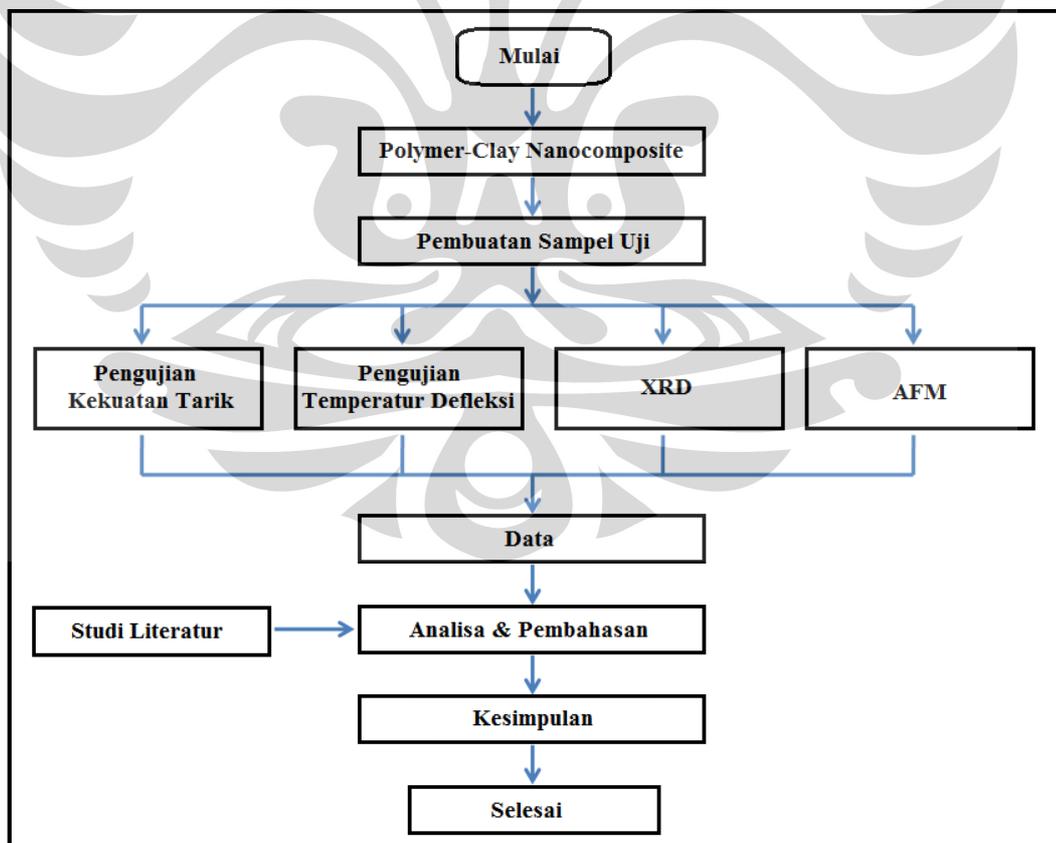
Tahapan proses penelitian adalah sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram alir pembuatan HDPE-g-MA



Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan *HDPE-clay nanocomposite*



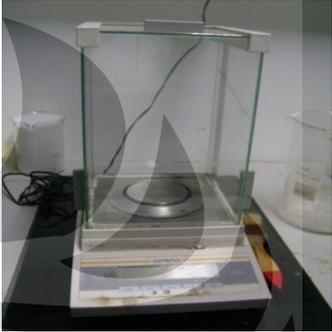
Gambar 3.3 Diagram alir karakterisasi sampel uji

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

3.2.1.1 Alat preparasi sampel

Tabel 3.1 Spesifikasi alat preparasi

Nama alat	Spesifikasi	Foto alat
Timbangan analitik	Sartorius BP 2215	
Rheomix HAAKE PolyDrive	Kapasitas maks 50 cm ³ Temperatur maks 200°C Kecepatan putar maks 50 rpm	
Rheomix HAAKE 3000 + Rheocord 90	Kapasitas 250 gr waktu maks 20 menit	

Tabel 3.1 Spesifikasi alat preparasi (lanjutan)

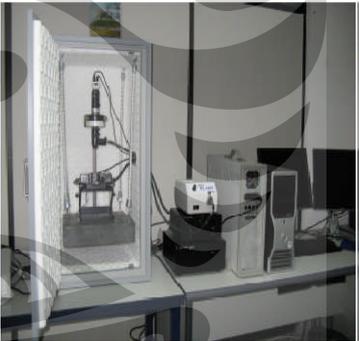
Nama alat	Spesifikasi	Foto alat
Injection molding machine	Battenfeld tipe BA 400 CDC.	
Crusher Tatung tipe KF-808-B	Motor dengan induksi tiga fasa Daya torsi 3 Hp Kecepatan putar 1400 rpm 50 Hz	

3.2.1.2 Alat pengujian karakterisasi

Tabel 3.2 Spesifikasi alat uji

Nama alat	Spesifikasi	Foto alat
Tensile test	Universal Testing Machine (UTM) - Shimadzu AGS-10KNG	

Tabel 3.2 Spesifikasi alat uji (lanjutan)

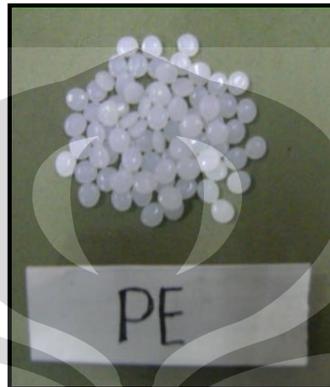
Nama alat	Spesifikasi	Foto alat
Heat Deflection Temperature	Frank Prüfgeräte GmbH	
XRD	Shimadzu XRD 7000	
AFM	Agilent 5500	

3.2.2 Bahan

3.2.2.1 Pembuatan *compatibilizer* HDPE-g-MA

1. *High Density Polyethylene* (HDPE)

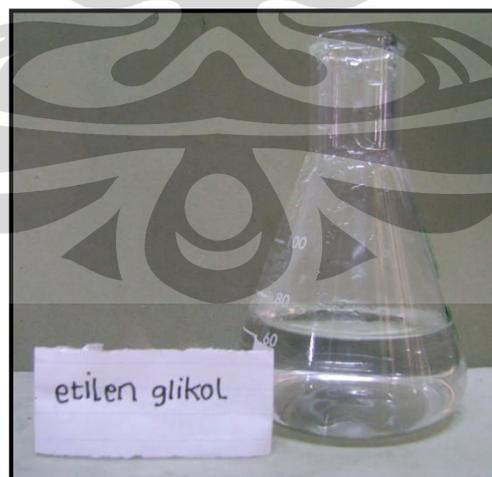
HDPE ini disuplai dari PT TITAN Petrokimia Nusantara.



Gambar 3.4 *High Density Polyethylene* (HDPE)

2. *Diethylene Glycol* (DEG)

Diethylene Glycol digunakan untuk mencegah terjadinya degradasi pada *polyethylene* terhadap suhu. Sifat fisik: cairan berwarna putih jernih.



Gambar 3.5 *Diethylene Glycol* (DEG)

Tabel 3.3 Sifat *Diethylene Glycol* (DEG)^[43]

Parameter	Nilai
Grade	For synthesis
Molar mass	106.12 g/mol
Density	1.1184 g/cm ³ (20 °C) DIN 51757
Melting point	-9 °C DIN 51583
Boiling point	242 - 247 °C (1013 hPa)
Structure	$\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$ $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_3$

3. *Maleic Anhydride* (MA)

Maleic Anhydride (MA) adalah bahan utama selain HDPE untuk pembuatan HDPE-g-MA. Karena *Maleic Anhydride* ini memiliki gugus *electronegative* yang cukup tinggi, HDPE-g-MA bersifat cukup polar untuk menghubungkan HDPE yang bersifat *non-polar* dan *clay* yang bersifat polar^[31].



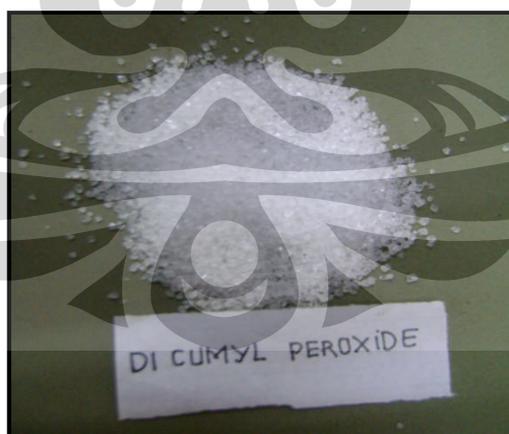
Gambar 3.6 *Maleic Anhydride* (MA)

Tabel 3.4 Sifat *Maleic Anhydride* (MA)^[44]

Parameter	Nilai
Appearance	White flakes
Grade	For synthesis
Molar mass	98.06 g/mol
Density	1.32 g/cm ³ (55 °C)
Melting point	51 - 54 °C
Boiling point	202 °C (1013 hPa)
Structure	$C_4H_2O_3$ 

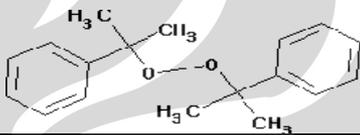
4. *Di Cumyl Peroxide* (DCP)

Berbentuk serbuk kristal berwarna putih kekuningan, Dalam penelitian ini *Di Cumyl Peroxide* (DCP) digunakan sebagai *initiator*.



Gambar 3.7 *Di Cumyl Peroxide* (DCP)

Tabel 3.5 Sifat *Di Cumyl Peroxide* (DCP)^[45]

Parameter	Nilai
Appearance	White powder
Grade	For synthesis
Molar mass	270.37 g/mol
Density	1.02 g/cm ³ (20 °C)
Melting point	37 - 40 °C
Boiling point	70 °C decomposes
Structure	$C_{18}H_{22}O_2$ 

3.2.2.2 Pembuatan *HDPE-clay nanocomposite*

1. *High Density Polyethylene* (HDPE)

HDPE ini disuplai dari PT TITAN Petrokimia Nusantara.

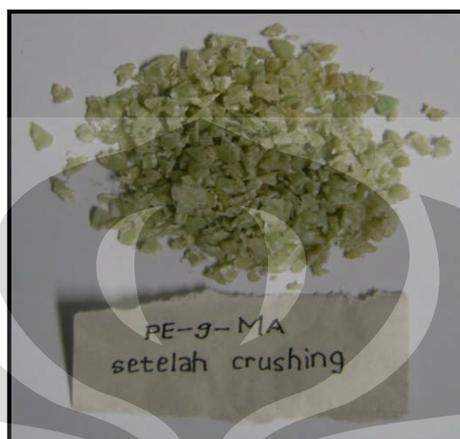
2. *Organoclay*



Gambar 3.8 *Organoclay*

OLS/organoclay merek NANOMER-I.44PT®, dari NANOCOR Amerika. Komposisi terdiri dari 55-65% *montmorillonite* dan surfaktan *Dimethyl Dialkyl (C14-18) Ammonium* sebesar 35-45%.

3. *Compatibilizer* HDPE-g-MA



Gambar 3.9 *Compatibilizer* PE-g-MA

Pada penelitian ini *compatibilizer* HDPE-g-MA yang dipakai dihasilkan dari buatan sendiri dan berfungsi sebagai *interfacial agent* dalam campuran polimer.

4. *Antioxidant*

Pada penelitian ini, *antioxidant* digunakan sebagai agen pencegah degradasi pada pelat bipolar, khususnya degradasi akibat temperatur tinggi pada sistem khususnya saat fabrikasi. *Antioxidant* yang digunakan dalam penelitian ini adalah Irgafos 168 dan Irganox 1076.



Gambar 3.10 *Anti Oxidant* Irgafos 168 dan Irganox 1076

Tabel 3.6 Sifat Irgafos 168 ^[46]

Parameter	Nilai
Appearance	White powder
Use	Stabiliser
Density	1.03 g/cm ³ (20 °C)
Melting point	183 - 186 °C
Boiling point	not applicable
Decomposition temp	> 350 °C

Tabel 3.7 Sifat Irganox 1076^[47]

Parameter	Nilai
Appearance	White powder
Use	Stabiliser
Density	1.02 g/ml (25 °C)
Melting point	50 – 55 °C

3.3 Prosedur Penelitian

Penelitian yang dilakukan mengikuti prosedur penelitian dengan tahapan sebagai berikut:

1. Studi pustaka yang menyangkut pembentukan *compatibilizer* HDPE-g-MA dan pembentukan *HDPE-clay nanocomposite* dengan kajian mengenai bahan, karakter bahan, proses fabrikasi.
2. Menyiapkan bahan baku yang meliputi penyediaan *polyethylene*, *nanoclay* (*organoclay*), *compatibilizer* (HDPE-g-MA), aditif (*Primary* dan *secondary antioxidant*), serta bahan pendukung lainnya.
3. Melakukan karakterisasi awal terhadap *polyethylene* dan *nanoclay* (*organoclay*) meliputi karakterisasi sifat-sifat mekanik dan sifat termal..

4. Melakukan proses fabrikasi *compatibilizer* HDPE-g-MA dan fabrikasi *HDPE-clay nanocomposite*.
5. Melakukan karakterisasi yang diawali dengan preparasi pembuatan sampel uji.
6. Pembuatan/penulisan laporan.

3.3.1 Proses pembuatan *compatibilizer* HDPE-g-MA

Proses Pembuatan *compatibilizer* HDPE-g-MA ini dilakukan dengan pencampuran panas (*hot blending*) menggunakan mesin pencampur Rheomix HAAKE PolyDrive dan dilakukan di Laboratorium Kimia Institut Teknologi Indonesia (ITI), Serpong. Pembuatan HDPE-g-MA ini mengacu pada penelitian yang pernah dilakukan di Sentra Teknologi Polimer^[25].

HDPE-g-MA dibuat dengan mencampur HDPE, *Diethylene Glycol* (DEG), *Maleic Anhydride* (MA) dan *Di Cumyl Peroxide* (DCP) secara *dry mixing* dalam *beaker glass* dengan komposisi seperti terlihat pada tabel 3.8. Proses *dry mixing* ini dilakukan dengan mencampurkan HDPE dengan *Diethylene Glycol* (DEG) dan *Maleic Anhydride* (MA) dengan *Di Cumyl Peroxide* (DCP) dalam dua *beaker glass* yang terpisah.

Tabel 3.8 Komposisi HDPE-g-MA

Bahan	Komposisi
HDPE	40 gr
Diethylene Glycol (DEG)	1.4 ml
Maleic Anhydride (MA)	2 gr
Di Cumyl Peroxide (DCP)	0.14 gr

Prosedur pembuatan *compatibilizer* HDPE-g-MA dengan alat Rheomix Haake Polydrive :

1. Persiapkan alat *rheomix* dengan cara *pre-heating* alat sampai suhu 170 °C.
2. Siapkan bahan – bahan yang akan dilakukan proses *rheomix*.

3. Nyalakan rotor mesin *rheomix* sebelum bahan – bahan dimasukkan.
4. Masukkan HDPE dan *Diethylene Glycol* (DEG) yang sudah tercampur di dalam *beaker glass* kedalam *chamber* mesin *rheomix* lewat *hopper* bagian *feeder* peralatan.
5. Tekan tombol *start* untuk mejalankan *timer* dan tunggu hingga ± 3 menit.
6. Setelah 3 menit tambahkan *Maleic Anhydride* (MA) dan *Di Cumyl Peroxide* (DCP) kedalam *chamber* mesin *rheomix*. Lama waktu pencampuran dihitung selama 7 menit, sehingga total lamanya pencampuran adalah 10 menit.
7. Setelah proses *rheomix* selesai, maka mesin *rheomix* dibuka dan dibersihkan untuk mengambil HDPE-g-MA hasil *rheomix*.
8. Proses ini merupakan proses diskontinyu, hasil yang didapat kemudian di *crusher* sehingga berbentuk potongan-potongan kecil.

Tabel 3.9 Kondisi operasional *rheomix* HDPE-g-MA

Parameter	Kondisi
Temperatur	170 °C
Kecepatan screw	45 rpm
Waktu proses	10 menit

3.3.2 Proses pembuatan *HDPE-clay nanocomposite*

Proses pembuatan nanokomposit dilakukan di PT PERTAMINA Pulo Gadung. Pembuatan nanokomposit ini dilakukan dengan pencampuran panas (*hot blending*) menggunakan mesin pencampur Rheomix HAAKE 3000 + Rheocord 90 yang mampu mencampurkan beberapa jenis zat yang berbeda dengan cara melelehkan dan mencampurkannya. Adapun kondisi operasi yang digunakan pada proses pencampuran panas (*hot blending*) ini adalah sebagai berikut:

Tabel 3.10 Komposisi nanokomposit

Bahan	Komposisi
HDPE	89 % berat
Organoclay	5 % berat
HDPE-g-MA	5 % berat
Antioxidant	1 % berat

HDPE, organoclay, HDPE-g-MA dan *antioxidant* dengan komposisi tertentu seperti terlihat pada tabel 3.4 dicampur secara *dry mixing* di dalam *beaker glass*, kemudian campuran diaduk merata secara manual di luar mesin ekstruder.

Selanjutnya prosedur pembuatan nanokomposit secara *hot blending* dalam mesin Rheomix HAAKE 3000 + Rheocord 90 adalah sebagai berikut:

1. Mencampurkan (*dry mixing*) HDPE, HDPE-g-MA, Antioxidant, dan Clay sesuai komposisi yang ditetapkan (tabel 3.10) di dalam *beaker glass*.
2. Memasukkan campuran tersebut ke dalam *chamber* mesin *rheomix* yang kondisi operasinya telah disiapkan dan diatur terlebih dahulu. Persiapan ini termasuk *pre-heating* dan menyalakan rotor sebelum zat dimasukkan.
3. Memulai waktu pencampuran setelah seluruh zat masuk ke dalam mesin. Waktu dihitung selama 20 menit.
4. Setelah proses *rheomix* selesai, maka mesin dibuka dan dibersihkan untuk mengambil *masterbatch* hasil *rheomix*.

Tabel 3.11 Kondisi operasional *rheomix* nanokomposit

Parameter	Kondisi
Temperatur	150 – 180 °C
Deviasi	0
Waktu proses	20 menit

Jumlah formulasi sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah 3 formula nanokomposit dimana pada penelitian ini variabel yang digunakan adalah pengaruh kecepatan *screw* pada pembentukan nanokomposit seperti tertera dalam tabel 3.12 di bawah ini.

Tabel 3.12 Formulasi sampel nanokomposit

Formula	Kecepatan screw
HDPE-Clay 50R	50 rpm
HDPE-Clay 100R	100 rpm
HDPE-Clay 170R	170 rpm

3.3.3 *Crushing*

Hasil dari *hot blending (masterbatch)* yang berbentuk bongkahan harus dihaluskan terlebih dahulu sebelum dilakukan proses pembuatan spesimen uji. Alat yang digunakan dalam proses penghalusan bahan komposit ini adalah mesin *Crusher* Kpi tipe KF-808-B. Tujuan utama dari proses *crushing* ini adalah untuk mereduksi ukuran partikel yang berbentuk bongkahan hasil proses pencampuran panas (*hot blending*). Produk hasil proses *crushing* ini berbentuk granula dengan berbagai variasi ukuran. Prosedur *crushing* yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Bersihkan mesin *crusher* dari kotoran dan debu yang masih menempel pada mesin *crusher*.
2. Nyalakan mesin *crusher*.
3. Masukkan *masterbatch* hasil *rheomix* ke dalam mesin *crusher*.
4. Setelah proses penghancuran bongkahan selesai, mesin dimatikan
5. kemudian dibuka dan dibersihkan dari sisa – sisa hasil *crushing*. Ulangi langkah diatas untuk formula yang lainnya.

3.3.4 Proses pembuatan spesimen uji

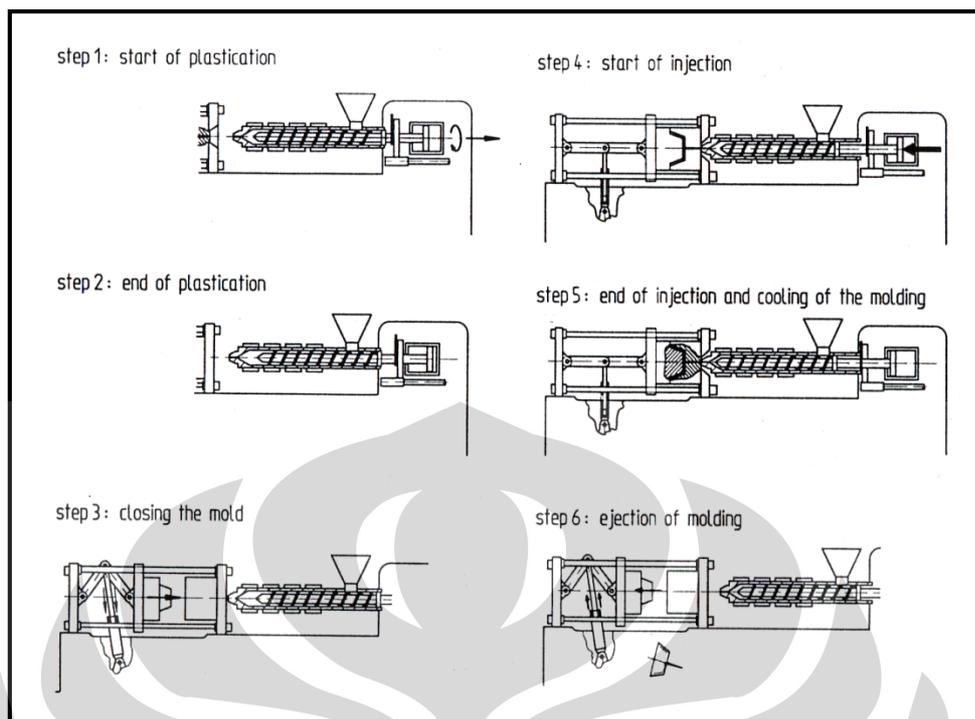
Setelah proses *crushing masterbatch* nanokomposit selesai dilakukan untuk ketiga formulasi penelitian maka selanjutnya dilakukan proses pembuatan sampel uji menggunakan metode *injection molding* dengan kondisi operasi temperatur:

Nozzle	:	185°C
Zone 1	:	180°C
Zone 2	:	175°C
Zone 3	:	170 °C

Proses *injection molding* ini dilakukan untuk pembuatan sampel uji tarik dan temperatur defleksi. Pembuatan spesimen sampel uji tarik sesuai dengan standar ASTM D638 tipe I, untuk sampel uji temperatur defleksi menggunakan spesimen sampel uji tarik yang kemudian dipotong sehingga sesuai standar ASTM D648. Untuk uji XRD dan AFM menggunakan sampel sisa uji tarik.

Proses *injection molding* adalah sebagai berikut:

1. Mekanisme proses *injection molding* diawali dengan bahan baku yang ada di *hopper* turun untuk memasuki rongga ulir pada *screw*.
2. *Screw* akan bergerak untuk membawa butiran plastik menuju *barrel* untuk melelehkan butiran plastik.
3. Langkah berikutnya, cetakan ditutup dan *screw* didorong maju oleh piston untuk mendorong lelehan plastik dari *screw chamber* melalui *nozzle* masuk ke dalam cetakan.
4. Lelehan plastik yang telah diinjeksi mengalami pengerasan karena energi panasnya diserap oleh dinding cetakan yang berpendingin air.
5. Setelah proses pendinginan dan kekakuan produk cukup maka *screw* bergerak mundur untuk melakukan pengisian *barrel*. Pada saat itu, *clamping unit* akan bergerak untuk membuka cetakan.
6. Produk dikeluarkan dengan *ejector*.
7. Setelah itu, cetakan siap untuk diinjeksi kembali. Gambar 3.11 memperlihatkan mekanisme *injection molding*.



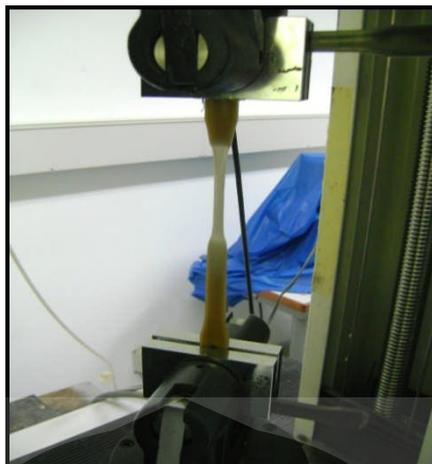
Gambar 3.11 Mekanisme *injection molding*^[48].

3.3.5 Karakterisasi

3.3.5.1 Pengujian kekuatan tarik (*tensile test*)

Tujuan utama dilakukannya pengujian tarik ini adalah untuk menganalisa respon material pada saat dikenakan beban atau deformasi terhadap pembebanan statis yang diberikan serta untuk memprediksi performa material di bawah kondisi pembebanan. Di antara semua pengujian, pengujian tarik merupakan jenis pengujian yang paling banyak dilakukan karena mampu memberikan informasi representasi dari perilaku mekanis material.

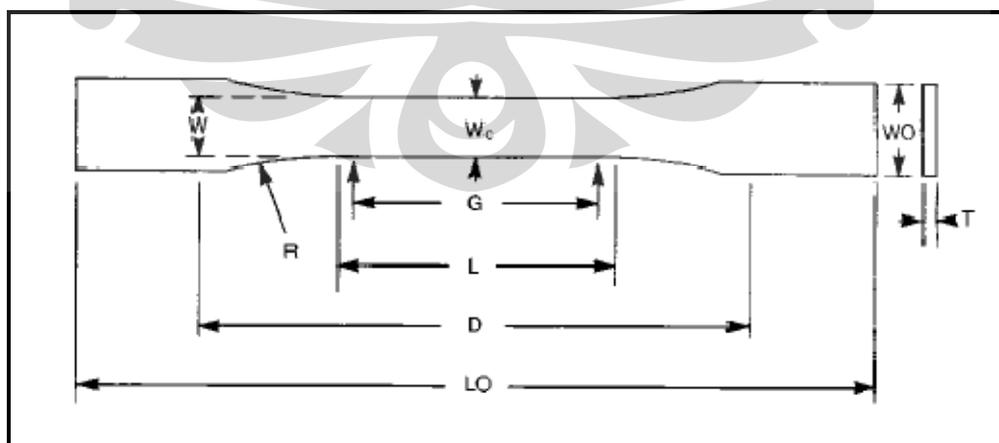
Prinsip pengujian ini yaitu sampel atau benda uji dengan ukuran dan bentuk tertentu diberi beban tarik *uniaxial* (satu arah) yang bertambah secara kontinyu hingga spesimen tarik tersebut putus, bersamaan dengan penarikan tersebut dilakukan pengamatan pertambahan panjang yang dialami benda uji.



Gambar 3.12 Proses uji tarik

Pengujian tarik yang dilakukan mengacu pada standar pengujian ASTM D638 tipe I. Ukuran spesimen memiliki ketebalan sekitar 3 mm sesuai petunjuk ASTM D638 tipe I, dimana sampel yang berupa *crushing* hasil fabrikasi *masterbach* dibentuk spesimen uji (sampel uji) menggunakan peralatan *injection molding*. Sebelum diuji kuat tarik, sampel uji terlebih dahulu dikondisikan pada temperatur 23°C dengan kelembaban 50 % selama 24 jam.

Pengujian tarik dilakukan pada kondisi temperatur ruang dengan kecepatan tarik ditetapkan pada 50 mm/menit, nilai kuat tarik tercatat dalam sistem komputer yang dilengkapi grafik^[49]. Alat yang digunakan adalah UTM berkekuatan 10 Newton merek Shimadzu tipe AGS-10kNG.



Gambar 3.13 Bentuk spesimen uji tarik ASTM D638 tipe I^[49]

Table 3.13 Dimensi spesimen uji tarik ASTM D638 tipe I^[49]

Dimensi	Type I mm(in)	Toleransi mm (in)
W (<i>Width of Narrow Section</i>)	13 (0.50)	± 0.5 (± 0.02)
L (<i>Length of Narrow Section</i>)	57 (2.25)	± 0.5 (± 0.02)
WO (<i>Width Over All, Min</i>)	19 (0.75)	+ 6.4 (+0.25)
LO (<i>Length Over All, Min</i>)	165 (6.50)	no max
G (<i>Gage Length</i>)	50 (2.00)	± 0.25 (± 0.010)
D (<i>Distance Between Grip</i>)	115 (4.50)	± 5 (±0.20)
R (<i>Radius of Fillet</i>)	76 (3.00)	± 1 (± 0.04)

Prosedur pengujiannya:

- a. Hitung lebar dan ketebalan pada daerah *gage length*
- b. Letakkan sampel pada mesin uji tarik dengan memasang/menjejit tepat pada *grip* pada bagian atas dan bawah sampel;
- c. Tekan 'START' dan pembebanan mulai dilakukan hingga sampel tersebut putus;
- d. Komputer akan menampilkan berbagai data uji tarik yang diatur sesuai spesifikasi yang telah ditentukan sebelumnya (dapat pula diambil referensi dari program standar yang ada, dalam hal ini ASTM D 638), terutama data kekuatan tarik maksimum (*Ultimate Tensile Stress*) dan keuletan (*ductility*). Selain itu didapat kurva tegangan-regangan sebagai hubungan beban terhadap regangan (*ekstension*);
- e. Simpan dan cetak hasilnya dan kemudian ulangi prosedur yang sama untuk sampel yang berbeda.

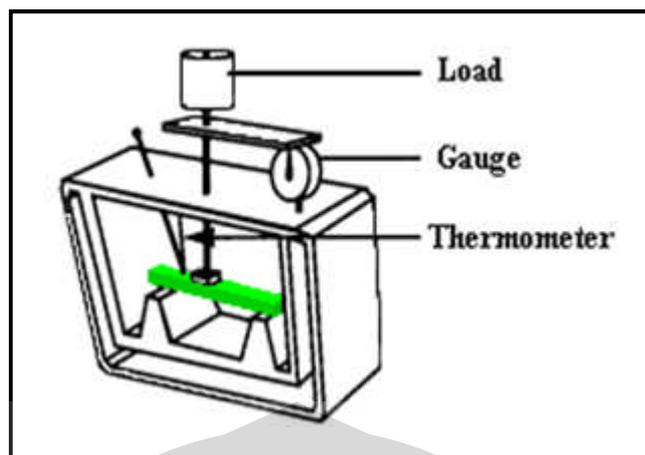
3.3.5.2 Pengujian temperatur defleksi (HDT)

Pengujian bertujuan untuk menentukan temperatur defleksi dikarenakan beban *flexural* atau *Heat Deflection Temperature* (HDT) pada posisi *edgewise* sesuai dengan standar yang pengujian ASTM D648. Nilai *heat deflection*

temperature (HDT) menunjukkan nilai temperatur dimana sampel uji mengalami defleksi. Preparasi sampel dilakukan dengan *injection molding* sesuai standar ASTM D648 dimana ukuran spesimen memiliki ketebalan sekitar 3 mm . Kemudian dilakukan pengkondisian pada temperatur 23°C dan kelembaban 50% selama 40 jam. Media yang digunakan sebagai pemanas adalah *silicon oil* dengan kecepatan pemanasan 120 ± 10 °C/jam, dilengkapi dengan pengaduk. Sampel pengujian diletakan pada tempatnya (*holder*), kemudian diberi beban tetap dan dimasukkan kedalam *chamber* berisi media *silicon oil* yang dipanaskan. Pencatatan dilakukan setelah *dial gauge* menunjukkan defleksi 0,25 mm.

Prosedur pengujian HDT adalah sebagai berikut:

- a. Ukur tebal dan lebar sampel dengan menggunakan *micrometer*.
- b. Siapkan bak pemanas. Pada awal pengujian suhu media penghantar panas sebaiknya antara 23 – 30 °C, kecuali untuk sebagian material yang pada pengujian sebelumnya tidak menunjukkan adanya perbedaan pada pengujian dimana suhu awal lebih besar dari 23 °C. Media penghantar panas harus diaduk dengan baik untuk mendapatkan suhu yang merata.
- c. Letakkan spesimen diatas penyangga dengan posisi *edgewise*, dimana sumbu longitudinalnya tegak lurus dengan tiang penyangga.
- d. Letakkan *thermometer* ke dalam *support*.
- e. Letakkan *support* ke dalam bak pemanas.
- f. Letakkan massa tambahan yang diperlukan sesuai dengan maksimum *fiber stress* yang akan diberikan terhadap spesimen (1.82 MPa atau 0.455 MPa).
- g. Tunggu selama 5 menit, kemudian catat defleksi yang terjadi atau atur *dial gauge* ke angka nol.
- h. Naikan suhu media pemanas dengan kecepatan 120 ± 10 °C/jam. Aduk cairan penghantar panas dengan baik selama pengujian.
- i. Control/cek *heating rate* pada interval 6 menit (12 ± 1 °C/6 menit).
- j. Catat suhu media pemanas jika telah tercapai defleksi 0.25 mm. suhu tersebut didefinisikan sebagai Suhu Defleksi Karena Beban (*Heat Deflection Under The Load/HDT*)



Gambar 3.14 Pengujian temperatur defleksi^[50]

Uji ketahanan terhadap defleksi pada beban tertentu yang tetap, dilakukan untuk menentukan temperatur pelunakan material. Pengujian HDT ini dilakukan dengan menggunakan alat produksi *Frank Prüfgeräte GmbH* dengan kemampuan operasional pada temperatur 25°C s/d 300°C.

3.3.5.3 Karakterisasi morfologi *X-Ray Diffraction (XRD)*

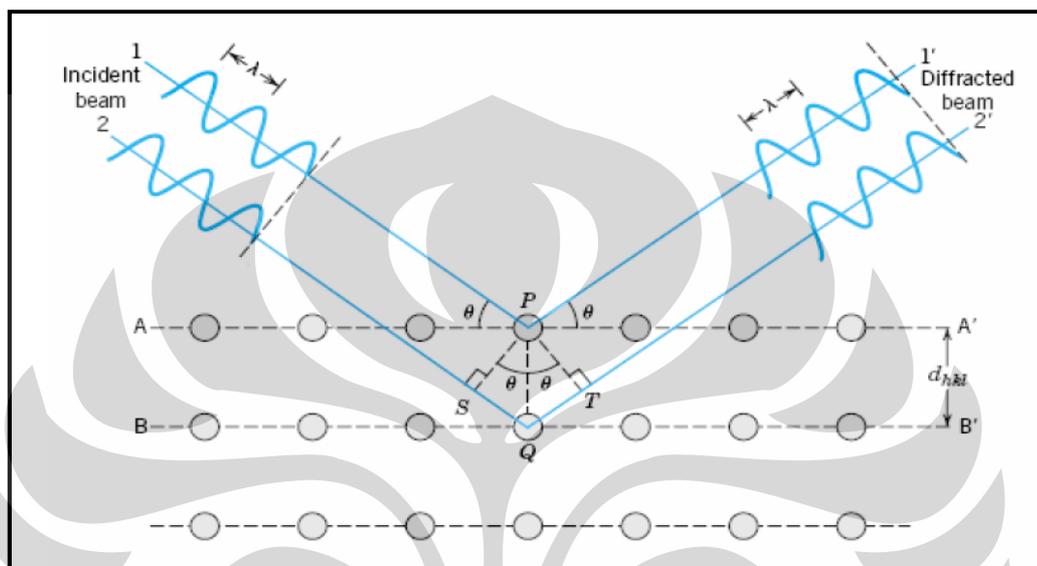
Karakterisasi XRD dilakukan untuk menghitung jarak antar lapisan silikat (*d-spacing*) dari *organoclay* serta untuk melihat apakah sudah terjadi interkalasi atau eksfoliasi pada nonokomposit dengan melihat perubahan pada sudut 2θ . Hasil karakterisasi berupa difraktogram XRD 2θ versus intensitas. Data yang didapatkan dari difraktogram akan menunjukkan nilai 2θ dimana *peak* terbentuk. Sehingga dengan persamaan hukum Bragg akan didapatkan nilai *d-spacing* dari *organoclay* yang nantinya akan digunakan sebagai data pembanding pada proses selanjutnya.

Persamaan hukum Bragg:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (3.1)$$

Pada persamaan hukum Bragg terlihat bahwa jarak *d-spacing* berbanding terbalik dengan 2θ , sehingga pada suatu difraktogram XRD, peningkatan *d-spacing* (hingga terjadi interkalasi) ditandai dengan adanya pergeseran puncak / *peak* ke arah sebelah kiri .

Sampel *organoclay* berupa bubuk putih keabuan, sehingga dapat langsung dikarakterisasi XRD, sedangkan untuk sampel nanokomposit digunakan sisa sampel uji tarik. XRD yang digunakan adalah jenis *wide angle* dengan CuK α yang memiliki panjang gelombang 1,542 Å sebagai sumbernya. Pengujian dilakukan dengan 2θ dari 1° hingga 10° dengan *scan rate* 0,5 derajat per menit.



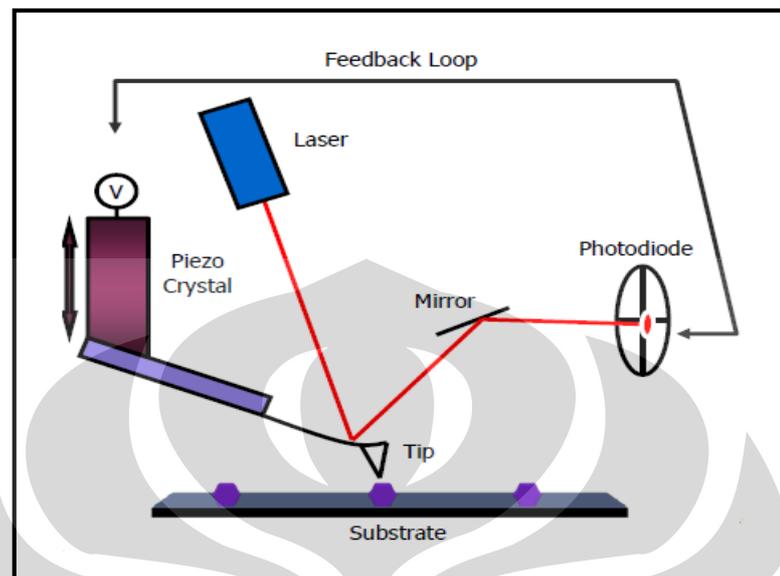
Gambar 3.15 Ilustrasi jalannya sinar pada XRD^[31]

3.3.5.4 Analisis struktur mikro AFM (*Atomic Force Microscopy*)

Analisis struktur mikro ini bertujuan untuk mengukur partikel melalui morfologi permukaan. Pada analisis struktur ini digunakan AFM teknik SPM (*Scanning probe microscope*). AFM atau *atomic force microscopy* adalah sebuah metode untuk menghasilkan citra permukaan pada objek yang akan di uji. AFM ini bekerja karena adanya sebuah *probe* yang sangat sensitif dan berukuran nano. Ketika probe ini menyentuh permukaan yang sangat rata, kemudian probe digerakan maka akan terdapat pola naik turun pada data yang ditangkap dan pola-pola tadi di akusisi oleh komputer sehingga akan didapat citra topografi pada permukaan yang diuji.

Pengukuran dikalibrasi dengan partikel nano tembaga. Kecepatan pengukuran 2-5 line/s. Syarat dari pengukuran menggunakan metode AFM ini

adalah permukaan dari sampel harus bersih dan halus (dirasa dan dipandang). Peralatan AFM dapat dilihat pada gambar 3.16.



Gambar 3.16 Prinsip kerja AFM^[51]

BAB 4

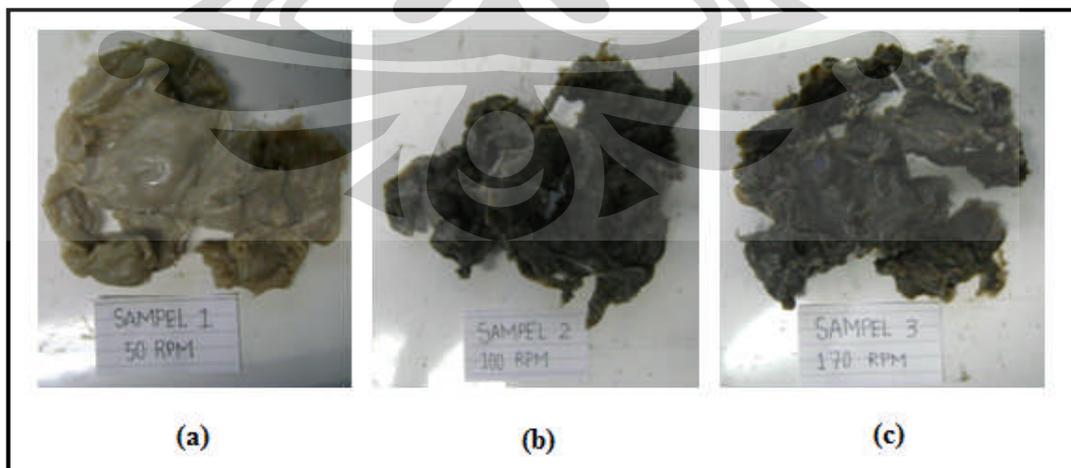
HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan usaha untuk meningkatkan sifat-sifat mekanik dan termal *HDPE-clay nanocomposite* dengan cara optimalisasi terhadap kecepatan rotasi *screw* saat proses pembuatan *HDPE-clay nanocomposite*. Sehingga dari hasil penelitian ini dihasilkan suatu material *HDPE-clay nanocomposite* yang mempunyai optimalisasi performa yang baik.

Untuk mengetahui sifat-sifat material nanokomposit hasil fabrikasi, maka telah dilakukan pengujian sifat mekanik, sifat termal, dan morfologi pendispersian lapisan silikat *organoclay*.

4.1 Hasil Preparasi Sampel

Pada proses preparasi sampel *HDPE-clay nanocomposite* terdapat tiga tahapan utama, yaitu proses *rheomix*, *crushing*, dan juga pembentukan spesimen uji. Dari hasil pencampuran dengan metode *rheomix*, didapatkan hasil *masterbatch* yang dapat dilihat pada gambar 4.1 di bawah ini.



Gambar 4.1 Tampak visual hasil *rheomix* formula : (a) HDPE-Clay 50R, (b) HDPE-Clay 100R, (c) HDPE-Clay 170R

Hasil *masterbatch* pada gambar 4.1 berupa bongkahan besar dan keras dan masing-masing formula menghasilkan *masterbatch* berwarna coklat. Warna coklat terbentuk dari pencampuran bahan baku HDPE yang berwarna putih dan *nanoclay* atau *organoclay* yang berwarna coklat. Warna coklat dari *organoclay* tersebut mendominasi warna putih yang dimiliki HDPE, sehingga warna nanokomposit yang terbentuk mengikuti warna dari *organoclay*.

Masterbatch pada ketiga formula memberikan hasil warna yang berbeda, dimana formula HDPE-Clay 50R mempunyai warna coklat muda, HDPE-Clay 100R coklat tua dan HDPE-Clay 170R mempunyai warna coklat yg lebih gelap dari kedua formula lainnya. Hal ini menunjukkan bahwa parameter proses fabrikasi *HDPE-clay nanocomposite*, yaitu kecepatan rotasi *screw* mempunyai pengaruh terhadap pendispersian *organoclay* dalam matriks polymer. Selain itu, semakin cepat rotasi *screw* hasil *masterbatch* yang diperoleh menjadi lebih ulet.

4.2 Hasil Pembuatan Spesimen Uji

Setelah melakukan *crushing masterbatch*, selanjutnya dilakukan proses pembuatan spesimen uji menggunakan metode *injection molding*. Bentuk spesimen uji tarik berbentuk *dog bone* sesuai standar ASTM D638 tipe I (gambar 4.2).

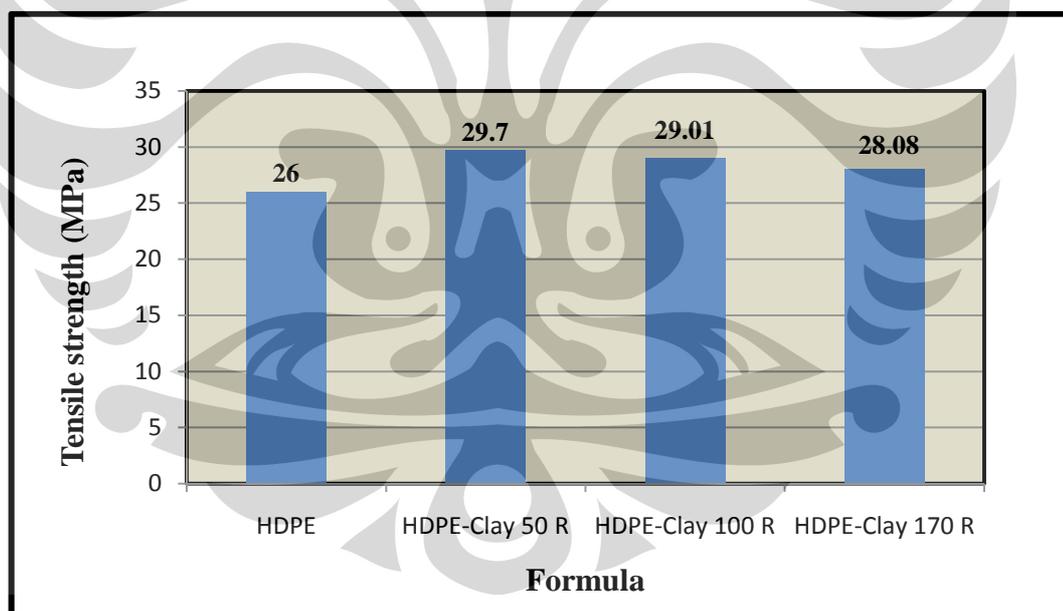


Gambar 4.2 Spesimen uji tarik

4.3 Hasil Uji Tarik (*Tensile Test*)

Pada penelitian ini, dilakukan pengujian tarik terhadap formula-formula *HDPE-clay nanocomposite* yang dihasilkan untuk mengetahui kekuatan komposit tersebut terhadap beban tarik linier. Selain itu juga untuk mengetahui seberapa baik ikatan antarmuka dan antarfasa antara matriks HDPE dengan *filler organoclay* yang dipengaruhi oleh *compatibilizer* HDPE-g-MA, dimana kemampuan pembasahan sangat berperan penting.

Pengujian tarik ini dilakukan terhadap spesimen yang dibuat melalui proses *injection molding*. Agar hasilnya cukup mewakili keseluruhan maka dilakukan pengujian sebanyak lima kali untuk setiap formula. Data yang dihasilkan dari pengujian tarik adalah berupa kurva tegangan – regangan dari *HDPE-clay nanocomposite* yang mana dari kurva tersebut dapat diketahui nilai kekuatan tarik, modulus elastisitas dan regangan dari nanokomposit.

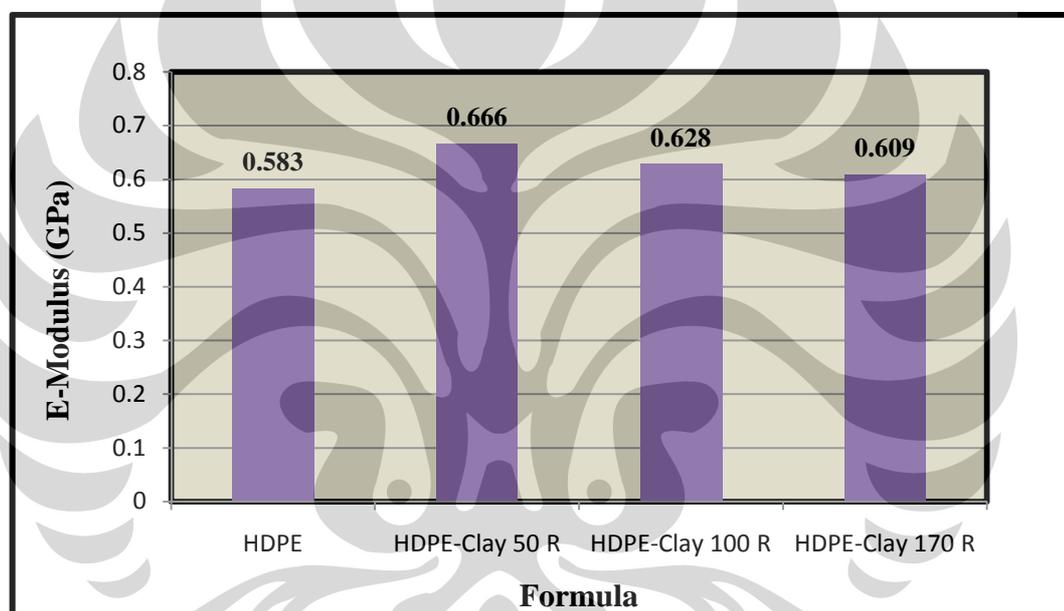


Gambar 4.3 *Tensile strength HDPE-clay nanocomposite*

Kesimpulan hasil pengujian kuat tarik pada sampel HDPE murni dan sampel *HDPE-clay nanocomposite* ditunjukkan pada grafik gambar 4.3. Pengujian kuat tarik dari HDPE murni akan menjadi pembanding bagi ketiga

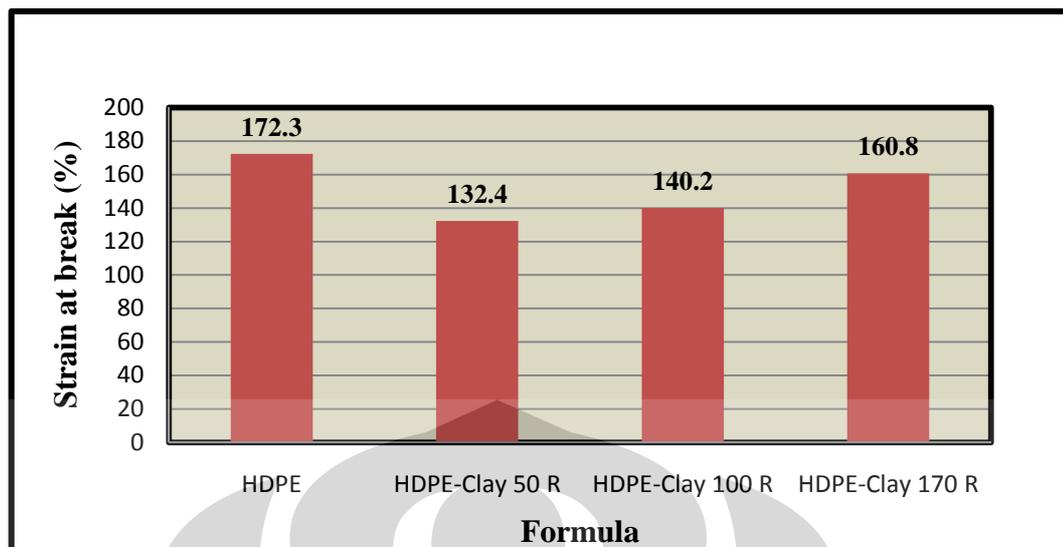
formula lainnya (HDPE-Clay 50 R, HDPE-Clay 100 R dan HDPE-Clay 170 R) yaitu sejauh mana keberhasilan proses penelitian ini diantara ketiga formula tersebut dalam memberikan sifat mekanik yang diinginkan.

Dapat dilihat bahwa ketiga formula *HDPE-clay nanocomposite* memiliki *tensile strength* yang lebih tinggi dari HDPE murni. Tetapi terjadi penurunan nilai *tensile strength* pada formula HDPE-Clay 100 R dan HDPE-Clay 170 R dibandingkan dengan formula HDPE-Clay 50 R. Hal ini berarti bahwa seiring dengan bertambahnya kecepatan rotasi *screw* pada pembuatan *HDPE-clay nanocomposite*, maka kekuatan dari nanokomposit tersebut semakin berkurang.



Gambar 4.4 *E-Modulus HDPE-clay nanocomposite*

Sama halnya dengan nilai *tensile strength*, besarnya nilai modulus elastisitas untuk ketiga formula *HDPE-clay nanocomposite* lebih tinggi dibandingkan dengan HDPE murni. Selain itu seiring dengan bertambahnya kecepatan rotasi *screw* pada pembuatan *HDPE-clay nanocomposite*, maka modulus elastisitas dari nanokomposit tersebut semakin berkurang (gambar 4.4).



Gambar 4.5 *Strain at break HDPE-clay nanocomposite*

Sedangkan, pada grafik perbandingan nilai regangan di atas (gambar 4.5), dapat dilihat bahwa terjadi kenaikan nilai regangan seiring dengan penurunan nilai modulus elastisitas untuk sampel *HDPE-clay nanocomposite*. Pada umumnya regangan berkebalikan dengan modulus elastisitas, semakin rendah modulus elastisitas maka semakin tinggi regangan. Sebagaimana hukum Hooke yang biasanya ditulis dengan rumus sebagai berikut:

$$\sigma = E \varepsilon \quad (4.1)$$

sehingga, besar elongasi ialah:

$$\varepsilon = E / \sigma \quad (4.2)$$

Secara keseluruhan dengan penambahan *nanoclay* atau *organoclay* ke dalam matriks polimer HDPE dapat meningkatkan kekuatan dan kekakuan nanokomposit dibandingkan dengan HDPE murni. Meningkatnya sifat mekanik pada nanokomposit tersebut sangat tergantung pada pendispersian partikel *organoclay* dalam matrik polimer serta kompatibilitas diantaranya. Selain itu penambahan *organoclay* akan menurunkan regangan atau keuletan. Penurunan keuletan ini disebabkan karena terbatasnya gerakan rantai molekul dari polimer akibat adanya partikel *clay* yang kaku. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Yang Zhong dkk^[52], dimana dengan penambahan *organoclay*

sebanyak 5 % dan *compatibilizer* 5 % pada HDPE akan meningkatkan *tensile strength* dan modulus elastisitas menjadi 29.26 MPa dan 0.511 GPa. Selain itu regangan menurun dengan adanya penambahan *organoclay*.

Pada penelitian ini, turunnya nilai kekuatan mekanik pada *HDPE-clay nanocomposite* dengan adanya penambahan kecepatan rotasi *screw* membuktikan bahwa ada kesalahan/kegagalan dari sistem *HDPE-clay nanocomposite*. Penurunan nilai kekuatan mekanik dengan adanya penambahan kecepatan rotasi *screw* juga terjadi pada penelitian H. Kubis^[8], dimana disebutkan bahwa pada kecepatan rotasi yang tinggi, akan menyebabkan penurunan berat molekul dan viskositas dari polimer. Selanjutnya penurunan dari viskositas menyebabkan efisiensi dari proses *mixing* dan akhirnya akan menurunkan kekuatan mekanik.

Selain itu, Ricky^[53] dalam penelitiannya menyebutkan bahwa kekuatan mekanik nanokomposit sangat bergantung pada kemampuan matriks untuk mentransfer tegangan ke *filler*. Akan tetapi, karena tidak adanya ikatan antarmuka antara matriks polimer dan *organoclay*, maka *organoclay* tidak dapat menyerap tegangan hasil pembebanan dari luar. *Adhesi* yang kurang baik menjadikan matriks polimer tidak membasahi permukaan *organoclay* dengan sempurna, sehingga memungkinkan terdapat celah-celah mikro pada antarmuka. Adanya celah-celah mikro pada antarmuka menjadikan material kehilangan kekuatan mekaniknya, yang mana terlihat dari nilai kuat tarik dan modulus elastisitas yang menurun.

Penambahan kecepatan rotasi *screw* pada saat pembuatan *HDPE-clay nanocomposite* bisa menjadi salah satu penyebab kurang sempurnanya proses *rheomix*. Matriks HDPE bersifat *non-polar*. *Compatibilizer* HDPE-g-MA bekerja dengan cara yaitu *maleic anhydride* (-MA) yang bersifat polar mengikat gugus -OH atau -ester dari *filler organoclay*, sedangkan HDPE-g mengikat dengan HDPE. Kontak yang baik terjadi apabila seluruh bagian serat terbasahi oleh matriks. Pembasahan dapat terjadi apabila perbedaan energi permukaan antara pengisi dan matriks relatif kecil. Akibat kecepatan rotasi *screw* yang terlalu cepat akan menurunkan tingkat persebaran atau homogenitas dari *organoclay* dan *compatibilizer* HDPE-g-MA. Sehingga HDPE-g-MA yang berfungsi sebagai

interfacial agent antara matriks HDPE dan *filler organoclay* menjadi kurang optimum dalam memberikan pembasahan dan menghasilkan interaksi yang buruk antara matriks HDPE dengan *filler organoclay*.

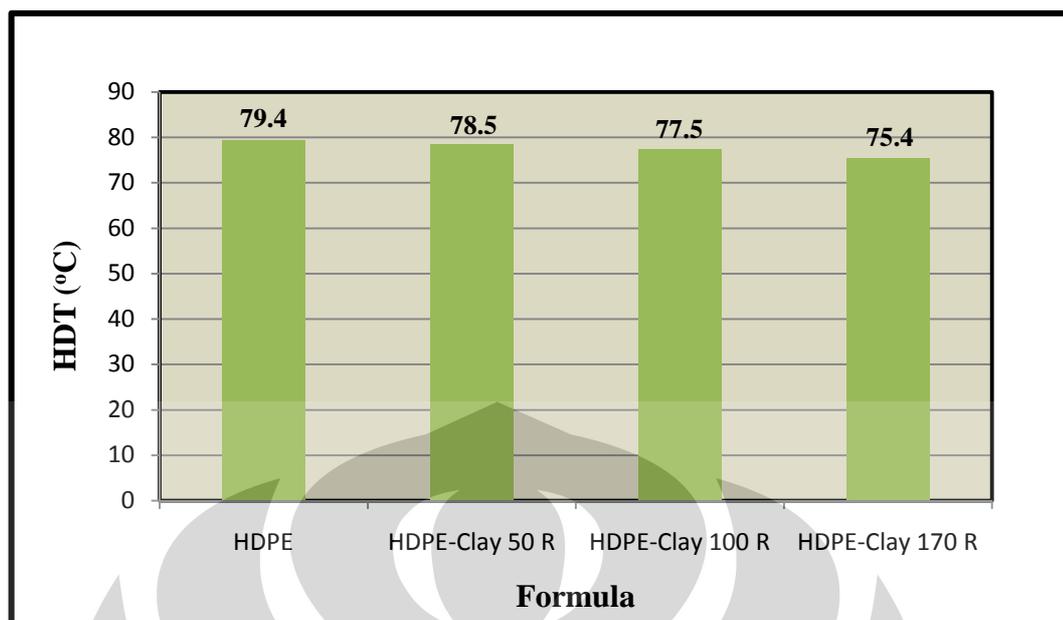
Aditif HDPE-g-MA yang kurang optimum sebagai *compatibilizer*, serta persebaran *organoclay* yang tidak homogen akan menyebabkan terjadinya struktur lapisan-lapisan silikat yang bertumpuk dan akan menghasilkan morfologi yang menyamai sifat dari konvensional komposit, selanjutnya akan mempengaruhi karakteristik mekanik *HDPE-clay nanocomposite*. Karena itulah kekuatan mekanik turun seiring dengan semakin cepatnya rotasi *screw*.

4.4 Hasil Uji Temperatur Defleksi (HDT)

Karakterisasi sifat termal dari nanokomposit dilakukan dengan pengujian temperatur defleksi (HDT). Pengujian *Heat Deflection Temperature* (HDT) bertujuan untuk mengetahui sifat defleksi material dengan pembebanan tertentu yang telah ditetapkan pada temperatur yang meningkat.

Pengujian HDT dilakukan terhadap spesimen yang dibuat melalui proses *injection molding*. Untuk sampel uji temperatur defleksi ini menggunakan spesimen sampel uji tarik yang kemudian dipotong sehingga sesuai standar ASTM D648. Pengujian dilakukan sebanyak dua kali untuk setiap formula.

Kehadiran *nanoclay* dalam sistem nanokomposit dapat mempengaruhi sifat termal dari nanokomposit tersebut. Dari hasil pengujian HDT seperti yang ditampilkan pada gambar 4.6 menunjukkan bahwa temperatur defleksi dari *HDPE-clay nanocomposite* lebih rendah dari nilai HDT HDPE murni dan secara keseluruhan ketiga formula menunjukkan penurunan nilai dengan semakin cepatnya kecepatan rotasi *screw*.



Gambar 4.6 Heat Deflection temperature HDPE-clay nanocomposite

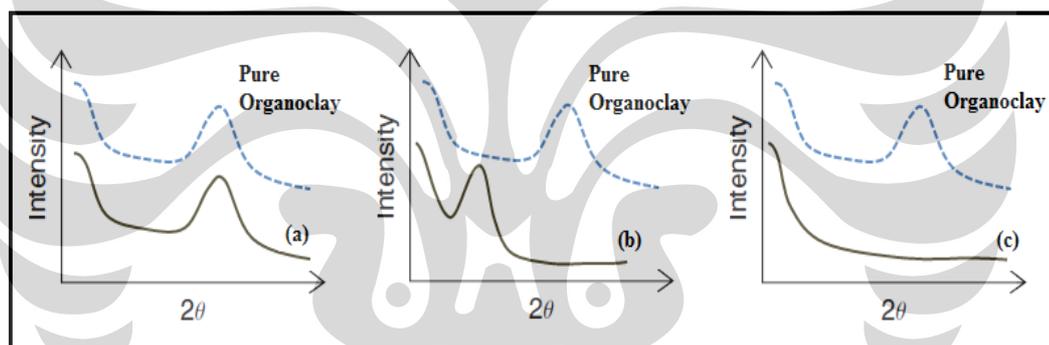
Seharusnya dengan adanya penambahan *organoclay* kedalam matriks polimer akan meningkatkan sifat termal dari sistem nanokomposit tersebut, tetapi dalam penelitian ini terjadi penurunan dari nilai polimer murninya. Penurunan nilai HDT ini dapat terjadi karena aditif HDPE-g-MA yang kurang optimum sebagai *compatibilizer* dan persebaran *organoclay* yang tidak homogen yang kemudian akan menyebabkan terjadinya struktur lapisan-lapisan silikat yang bertumpuk. Selain itu berdasar penelitian yang dilakukan oleh M. Aboobucker Sithique dkk^[54], adanya *plasticizing effect* dari *clay* pada temperatur tinggi dan dibawah pembebanan menyebabkan penurunan dari nilai HDT walaupun kekuatan mekanik dari nanokompositnya naik.

Beberapa penelitian telah dilakukan dengan menggunakan variasi beban untuk menentukan ketergantungan temperatur defleksi terhadap beban yang digunakan. Hasil yang diperoleh menyatakan bahwa semakin besar beban yang dikenakan pada spesimen, maka temperatur defleksi akan semakin kecil. Ini berarti untuk beban yang lebih besar, akan sulit untuk mencapai temperatur defleksi yang tinggi jika tidak terdapat interaksi yang kuat antara matriks polimer dengan *filler organoclay*^[55].

4.5 Hasil Karakterisasi XRD

Hasil yang diperoleh dari karakterisasi XRD ditunjukkan dalam Gambar 4.8 berupa difaktogram yang membandingkan OLS I.44PT dengan *HDPE-clay nanocomposite*. Grafik OLS menjadi pembanding bagi ketiga formula *HDPE-clay nanocomposite*.

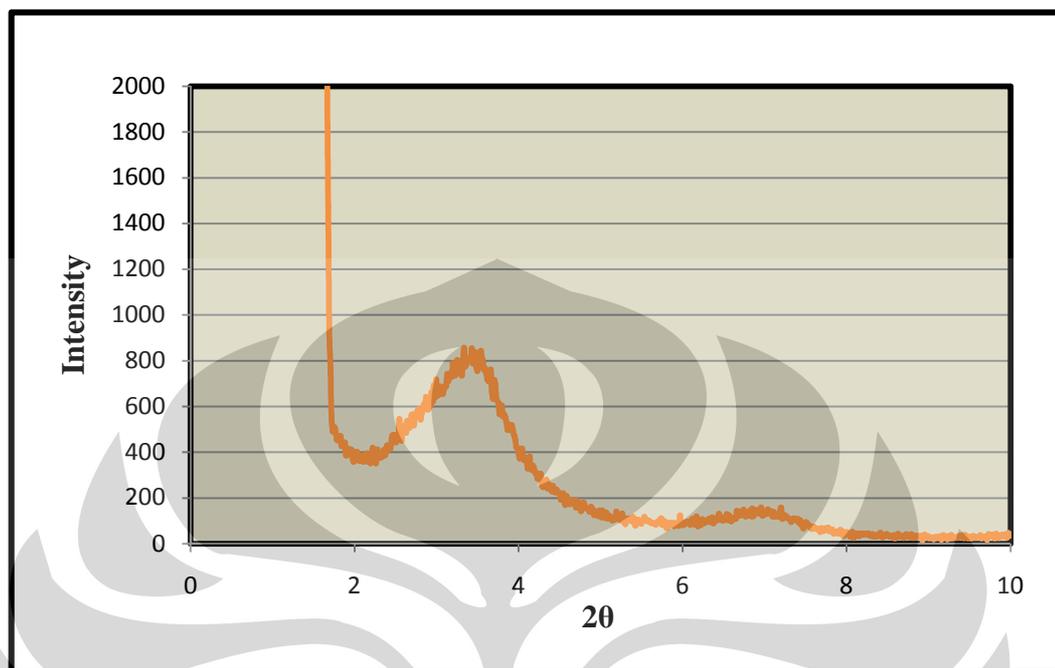
Dari hasil difaktogram ini didapat nilai 2θ pada tiap *peak*/puncak yang akan memberikan nilai *d-spacing* sesuai persamaan hukum Bragg. Secara otomatis, alat XRD yang digunakan dapat langsung memberikan nilai *d-spacing*. Karakterisasi XRD hanya dapat mendeteksi lapisan silikat yang berbentuk tumpukan teratur (*ordered*). Untuk tumpukan yang tidak teratur dan struktur eksfoliasi sampel yang di karakterisasi dengan alat XRD tidak akan terbaca (tidak ada *peak*), sehingga harus dilakukan dengan pengujian selanjutnya.



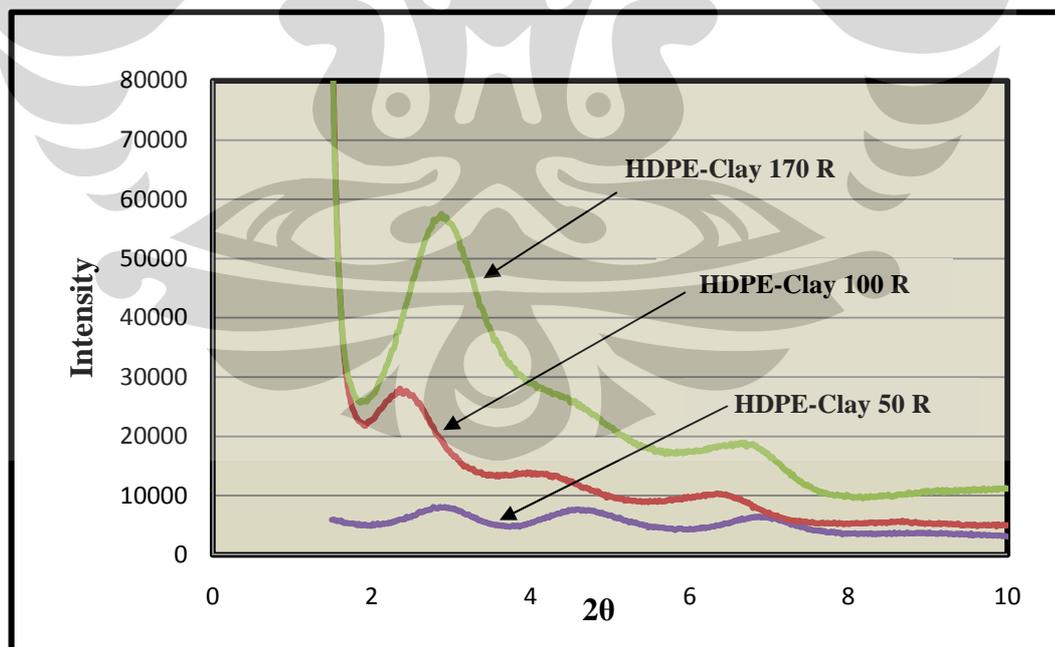
Gambar 4.7 Karakterisasi XRD *polymer-clay nanocomposite* (a) *Immiscible nanocomposite* (b) *Intercalated nanocomposite* (c) *Exfoliated nanocomposite*^[56]

Dengan karakterisasi XRD (gambar 4.7), struktur *immiscible* dari nanokomposit ditunjukkan dengan tidak adanya perubahan terhadap *peak* 2θ , yang berarti bahwa tidak ada polimer yang memasuki *gallery* dari *organoclay* sehingga jarak antara lapisan silikat atau *d-spacing* tidak berubah. Struktur nanokomposit yang terinterkalasi memiliki *d-spacing* yang meningkat ditunjukkan dengan adanya *peak* yang bergeser ke arah kiri. Sedangkan struktur eksfoliasi tidak menunjukkan adanya *peak*, hal ini berarti bahwa sejumlah besar polimer telah memasuki *gallery organoclay* dan memperluas jarak antar lapisan

silikat begitu besar sehingga tidak dapat teramati dengan difraktogram XRD *wide-angle* ($2\theta > 1^\circ$)^[57].



Gambar 4.8 Difraktogram XRD *Organo Layered Silicate* (OLS)



Gambar 4.9 Difraktogram XRD OLS dan *HDPE-clay nanocomposite*

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD, OLS (gambar 4.8) menunjukkan adanya *peak* $2\theta \sim 3.5^\circ$ (*d-spacing* $\sim 25.2 \text{ \AA}$). Dibandingkan nilai *d-spacing* dari OLS, pada ketiga formula *HDPE-clay nanocomposite* (gambar 4.9) menunjukkan adanya pergeseran *peak* ke kiri (*peak* 1) yang berarti terjadi peningkatan nilai *d-spacing* atau interkalasi dengan adanya optimalisasi pada saat proses pembuatan nanokomposit (terbukti dari menurunnya sudut 2θ akibat adanya rantai HDPE-g-MA dan HDPE yang menyelimuti dan mengangkat *gallery* OLS).

Pada karakterisasi formula *HDPE-clay nanocomposite* juga menunjukkan adanya beberapa *peak* yang muncul di sebelah kanan (*peak* 2 dan 3). Hal ini berarti *peak-peak* tersebut memiliki nilai *d-spacing* yang lebih kecil dari *d-spacing* OLS dan mengindikasikan adanya deinterkalasi atau aglomerasi pada sejumlah lapisan silikat di beberapa bagian sistem *HDPE-clay nanocomposite*.

Menurut Topaz^[23] dalam penelitiannya mengenai *polypropylene-clay nanocomposite*, interkalasi atau aglomerasi pada sejumlah lapisan silikat di beberapa bagian sistem nanokomposit terjadi karena *gallery* dari *organoclay* runtuh/*collapse* dan jarak antar lapisannya kembali merapat (deinterkalasi). Deinterkalasi akan menghasilkan fasa *monmorillonite* yang terdispersi hingga berukuran mikrometer sehingga serupa dengan komposisi konvensional. Adanya deinterkalasi akan menyebabkan turunnya hasil pengujian kuat tarik.

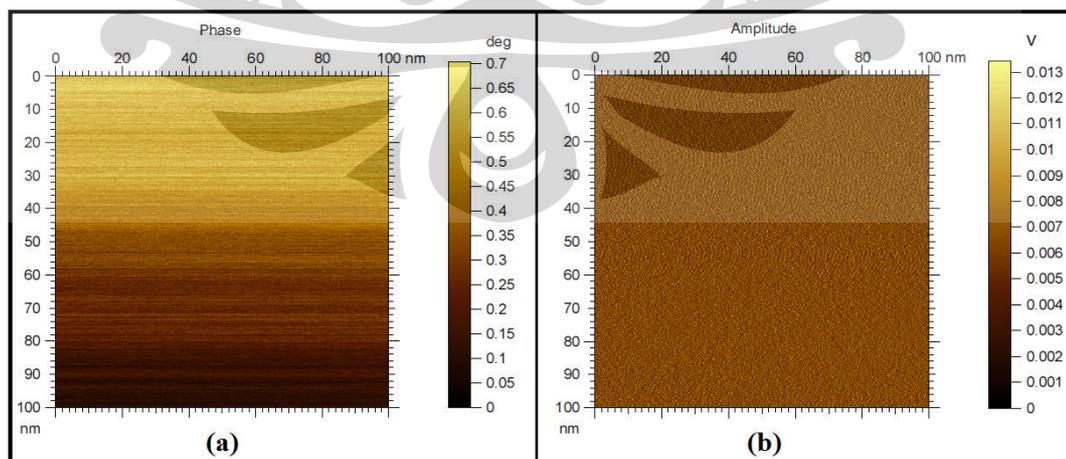
Dari tabel 4.1 untuk formula HDPE-Clay 100 R dan HDPE-Clay 170 R terlihat adanya penurunan nilai dari *d-spacing*. Penurunan ini dikarenakan rendahnya *miscibility* polimer dengan *organoclay* sehingga menghasilkan interaksi yang kurang antara HDPE dengan *organoclay*. Selain itu formula HDPE-Clay 50 R mempunyai *d-spacing* yang lebih kecil dari HDPE-Clay 100 R, dimana seharusnya nilai *d-spacing* lebih besar kekuatan mekanisnya lebih tinggi. Hal ini karena *peak* $2\theta < 1.5^\circ$ pada HDPE-Clay 50 R tidak terlihat, yang berarti harus menggunakan alat XRD *small angle* agar dapat membacanya. Karena dengan alat *wide angle*, *peak* yang terbentuk di sudut kecil terbaca dengan diakumulasikan menjadi satu garis lurus saja.

Tabel 4.1 Morfologi *d-spacing*

Kode Sampel	2 θ	d-spacing (\AA)	Keterangan
Organoclay	3.5	25.2	-
HDPE-Clay 50 R			
Puncak 1	2.8899	30.54751	Intercalated
Puncak 2	4.6704	18.90509	Deintercalated
Puncak 3	6.8859	12.82665	Deintercalated
HDPE-Clay 100 R			
Puncak 1	2.4638	35.82948	Intercalated
Puncak 3	4.2154	20.94458	Deintercalated
Puncak 2	6.3679	13.86883	Deintercalated
HDPE-Clay 170 R			
Puncak 1	2.9024	30.41597	Intercalated
Puncak 2	4.3600	20.25027	Deintercalated
Puncak 3	6.7028	13.17662	Deintercalated

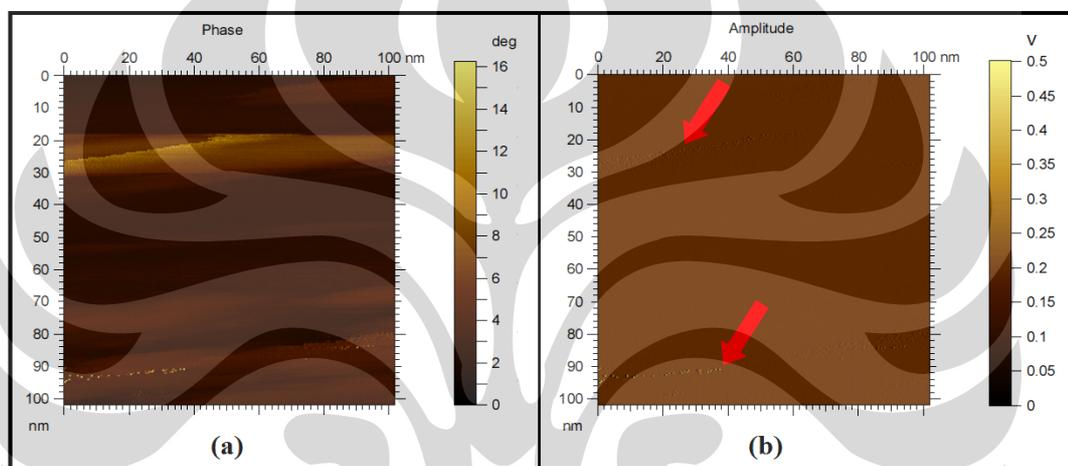
4.6 Hasil Analisis AFM

Morfologi pendispersian *organoclay* dari nanokomposit hasil fabrikasi dianalisis menggunakan AFM (*Atomic Force Microscopy*), yaitu suatu pengamatan mikrostruktur permukaan dengan skala nanometer.



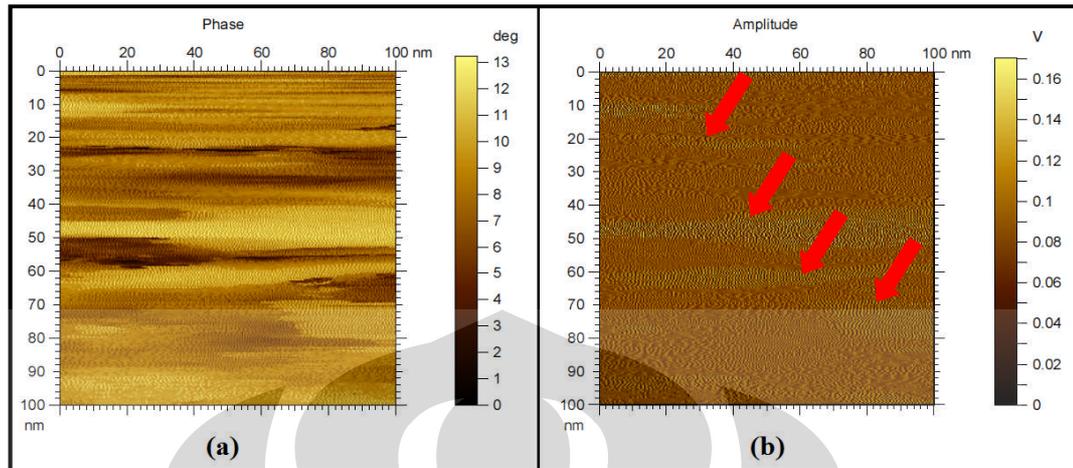
Gambar 4.10 AFM HDPE-Clay 50 R (a) *Phase* (b) *Amplitude*

Pada pengamatan struktur mikro dengan AFM untuk formula HDPE-Clay 50 R (gambar 4.10) struktur morfologi pendispersian *organoclay* yang diperoleh tidak dapat diamati dengan jelas. Dari pengamatan AFM tersebut hanya bisa diamati gambar *phase* dari nanokomposit tersebut, dimana semakin terang penampakannya menunjukkan bahwa fasa tersebut memiliki derajat kekerasan yang lebih besar, artinya lebih keras dibandingkan dengan fasa yang berwarna lebih gelap. Sedangkan untuk gambar *amplitude*, tidak terlihat perbedaan struktur, sehingga tidak bisa digunakan untuk menentukan apakah *organoclay* dalam matriks HDPE sudah terdispersi dengan baik atau tidak.



Gambar 4.11 AFM HDPE-Clay 100 R (a) *Phase* (b) *Amplitude*

Hasil pengamatan struktur mikro terhadap pendispersian *organoclay* dalam *HDPE-clay nanocomposite* dengan formula HDPE-Clay 100 R terlihat pada gambar 4.11. Lapisan silikat dari *organoclay* ditunjukkan dengan tanda panah warna merah pada gambar *amplitude*. Dari pengamatan AFM terlihat bahwa *organoclay* terdispersi secara paralel dalam jarak sekitar 50 nm dan mengindikasikan adanya dispersi yang cukup baik dan kecenderungan *organoclay* untuk menyebar dalam sistem nanokomposit tersebut. Hal ini terlihat seperti pada gambar *phase*, dimana penampakan warna terang menunjukkan fasa yang lebih keras dan bisa diartikan sebagai *organoclay*, sedangkan warna yang lebih gelap adalah matriks HDPE yang lebih lunak dan jarak antar fasa *organoclay* saling berjauhan.



Gambar 4.12 AFM HDPE-Clay 170 R (a) *Phase* (b) *Amplitude*

Untuk pengamatan struktur mikro terhadap pendispersian *organoclay* dalam *HDPE-clay nanocomposite* dengan formula HDPE-Clay 170 R (gambar 4.12) diperoleh dispersi dari *organoclay* yang kurang baik, hal ini karena lapisan silikat *organoclay* cenderung untuk saling merapat, terlihat dari gambar *amplitude* yang ditunjukkan oleh tanda panah warna merah, bahwa antar lapisan silikat *organoclay* memiliki jarak yang saling berdekatan.

Adanya dispersi yang kurang baik dari *organoclay* dalam matriks HDPE pada formula HDPE-Clay 170 R dapat dilihat dari kekuatan mekanis formula HDPE-Clay 170 R yang mengalami penurunan dibandingkan dengan formula HDPE-Clay 100 R, dimana pada formula HDPE-Clay 100 R, *organoclay* terdispersi lebih baik dan menyebar dalam matriks HDPE sehingga kekuatan mekanisnya lebih tinggi. Hal ini berarti bahwa seiring dengan bertambahnya kecepatan rotasi *screw* pada pembuatan *HDPE-clay nanocomposite*, akan menyebabkan terjadinya struktur *organoclay* yang bertumpuk dan akan menghasilkan morfologi yang menyamai sifat dari konvensional komposit.

BAB 5

KESIMPULAN

Dari hasil pengujian yang telah dilakukan, maka dapat diambil beberapa kesimpulan:

1. Secara umum dengan penambahan kecepatan rotasi *screw* pada saat pembuatan *HDPE-clay nanocomposite*, tidak berpengaruh secara signifikan terhadap peningkatan sifat mekanik dan termal. Hal ini disebabkan oleh kurang baiknya ikatan yang terjadi antara *nanoclay* dengan HDPE akibat pengaruh kecepatan rotasi *screw*.
2. *HDPE-clay nanocomposite* mempunyai nilai kekuatan tarik dan modulus elastisitas yang lebih tinggi dibandingkan HDPE murni. Nilai kekuatan tarik dan modulus elastisitas tertinggi adalah nanokomposit dengan formula HDPE-Clay 50 R (kecepatan 50 rpm) sebesar 29.70 MPa dan 0.666 GPa.
3. Nilai Heat Deflection Temperature (HDT) tertinggi adalah nanokomposit dengan formula HDPE-Clay 50 R (kecepatan 50 rpm) sebesar 78.5°C. tetapi nilai ini lebih rendah dibandingkan dengan HDPE murni.
4. Berdasarkan karakterisasi XRD didapatkan kondisi interkalasi dari ketiga formula *HDPE-clay nanocomposite*, tetapi terdapat pula deinterkalasi sejumlah lapisan silikat di beberapa bagian sistem *HDPE-clay nanocomposite*.
5. Hasil analisa AFM menunjukkan lapisan silikat *organoclay* yang saling berjauhan pada HDPE-Clay 100 R, sedangkan HDPE-Clay 170 R terlihat jarak antar lapisan silikat yang lebih dekat dibandingkan kedua formula lainnya.

DAFTAR ACUAN

- [1] *Nanoteknologi harapan baru pacu daya saing*, <http://aa-nanoteknologi.blogspot.com/>
- [2] Indra Gunawan, Deswita, Aloma K.K dan Sudirman, *Sintesis Dan Karakterisasi Komposit High Density Polyethylene Pati Tapioka*, Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)- Batan.
- [3] Sotya Astutiningsih, Pandu Lanang Kinasih, dan Arief Cahyo Wibowo , *Stabilitas Termal Galeri Clay Pada Komposit Nano Polipropilena-Clay Montmorillonite Dengan Pengkompatibel Polipropilena-G-Maleik Anhidrida*, Departemen Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [4] Chai-jing Chou, A. E. read, E. I. Garcia-Meitin, C. P. Bosnyak, *Polymer Nanocomposite*, The Dow Chemical Company.
- [5] Kusmono, *Studi Sifat Mekanik Dan Morfologi Nanokomposit Berbasis Poliamid 6/Polipropilen/Clay*, Jurusan Teknik Mesin dan Industri, Universitas Gadjah Mada.
- [6] Saeful Rohman, *Fabrikasi Nanokomposit Nanoclay-Polipropilena Menggunakan Mesin Pencampur Twin Screw Extruder*, Tesis Program Pasca Sarjana, Departemen Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [7] Emir Jamal R, *Pembuatan Membran Fuel Cell Dari Limbah Plastik Ldpe (Low Density Poly-Ethylene)*, Institute Teknologi Bandung.
- [8] H. Kubisˇova´ • D. Meř´ínska´ • P. Svoboda, *PP/clay nanocomposite: optimization of mixing conditions with respect to mechanical properties*.
- [9] Bhupendra Singh, *Polymer Clay Nanocomposite*, Department of Chemical Technology University of Mumbai.
- [10] Rahul K Gupta and Sati N. Bhattacharya, *Effect of mixing on shear rheology of EVA nanocomposites*, RMIT University, Melbourne, Vic 3000, Australia.

- [11] John Hendri1, Irwan Ginting Suka, Wasinton Simanjuntak, Annisa, Gatot, *Karakteristik Film Polietilen Tergrafting Asam Akrilat Diperoleh Dengan Metoda Radiasi Gamma*, jurusan Kimia FMIPA, Universitas Lampung.
- [12] Rahmat saptono, *Pengetahuan Bahan 2008*, Departemen Metalurgi Dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [13] Beilmeyer, W.F., 1994, "Texbook of Polymer Science", 3rd ed, Jhon Wiley & Sons, New York.
- [14] Cowd, M.A. 1991. *Kimia Polimer*. Penerbit ITB, Bandung.
- [15] Rusdi Rafli, *Karakteristik Matrik Termoplastik Polietilena Terplastisasi Poligliserol Asetat*, Tesis Program Pasca Sarjana, Program Studi Ilmu Kimia, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- [16] *Handbook of Polyethylene, structure, properties and application*, AJ Peacock, Marcel Decker, Inc.
- [17] *Encyclopedia of Polimer Science and engineering*, vol 6, John Wiley & Sons, second edition.
- [18] Surdia dan Saito. 1995. *Pengetahuan Bahan Teknik*, Pradnya Paramita, Jakarta.
- [19] Harutun G. Karian. *Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composite* 2nd eds. (New York: MARCEL DEKKER, inc, 2003). Hal 719-740.
- [20] Arifin, M. Hasanuddin dan Haswi P, Suwoto. 1996. "Bentonit Indonesia". *Majalah BPPT Edisi No LXXVI/Nopember/1996*. Hal 92 – 96.
- [21] Syuhada, Rachmat Wijaya, Jayatin, dan Saeful Rohman, *Modifikasi Bentonit (Clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan*, Sentra Teknologi Polimer – Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi.
- [22] Suprakas Sinha Ray, *Rheology of Polymer/Layered Silicate Nanocomposites*, Macromolecular Nanotechnology Research Group, Nanoscience Research Centre, CSIR Materials Science and Manufacturing.

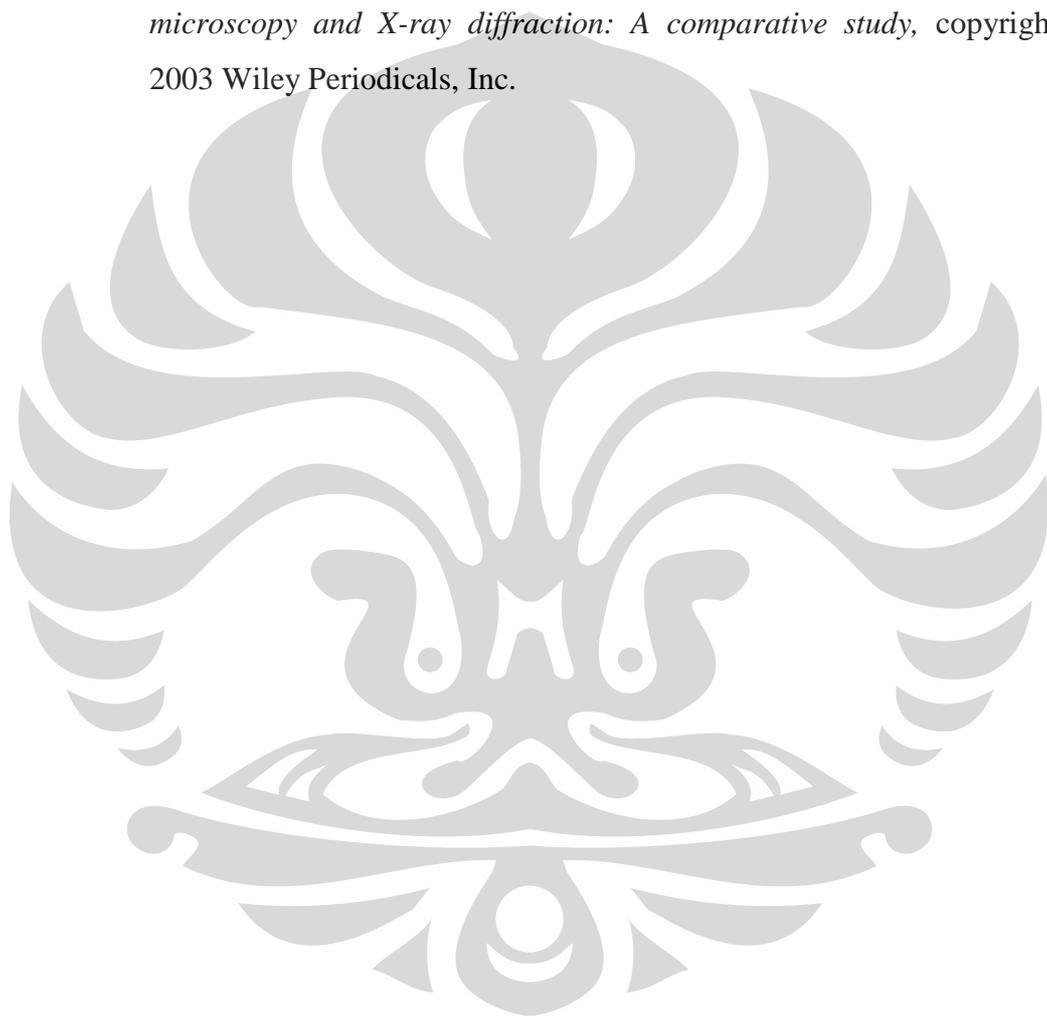
- [23] Topaz Patria Teguh Pratomo , *Studi Awal Prinsip Cascade Engineering Pada Pembuatan PP-Clay Nanokomposit Berbasis Organo Layered Silicates (OLS) Dengan Gugus OH Terhadap Sifat Kuat Tarik*, Skripsi Program Sarjana, Departemen Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [24] Utracki, L. A. and M.R. Kamal (2002). *Clay-Containing Polymeric Nanocomposite*. The Arabian Journal for Science and Engineering, Vol. 27, No. 1C, p. 43-67.
- [25] Chandra Liza. *Pengaruh Konsentrasi Organoclay Pada Pendispersian Lapisan Silikat Nanokomposit Polipropilen-Organoclay Dengan Compatibilizer PP-g-MA*. Tesis Program Pascasarjana Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Program Studi Ilmu Material. Universitas Indonesia. 2005.
- [26] Anonymous. 2006. Clay. <http://en.wikipedia.org/wiki/Clay>
- [27] Surfactants, http://www.princeton.edu/~pccm/outreach/scsp/mixturesand_solutions/milk/surfactant.htm
- [28] Lars Ammann. *Cation Exchange and Adsorption on Clays and Clay Mineral*. Dissertation Faculty of Mathematics and Natural Sciences. Christian – Albrechts – Universitat. (Kiel-Jerman: 2003).
- [29] Ahmad Sudia Abdurrahman, *Studi Afinitas Organoclay Dengan Pelarut Sebagai Tahap Pre Eksfoliasi / Interkalasi Dalam Pembuatan Sistem Polimer (Pp)-Clay Nanokomposit (PPCN)*, Skripsi Program Sarjana, Departemen Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [30] Z M Wang, et al., “Exfoliated PP/Clay Nanocomposites Using Ammonium-Terminated PP as The Organic Modification for Monmorilonite, Macromolecules,” *Journal of Applied polymer science*, 36(2) 2003 : hal. 8919- 8922.
- [31] Pandu Lanang Kinasih, *Studi Awal Pengaruh Compatibilizer PP-g-MA dan Pirnsip Cascade Engineering Pada Pembuatan Polipropilen Clay*, Skripsi Program Sarjana, Departemen Metalurgi dan Material, Fakultas

Teknik, Universitas Indonesia. Nanokomposit Berbasis Pure MMT Terhadap Stabilitas Termal.

- [32] Andri Yuda Aribowo, *Studi Afinitas PP-g-MA Pada Polipropilen Clay Nanokomposit Dilihat Dari Sifat Stabilitas Termal Dari Struktur Interkelasi/Eksfoliasi Yang Terbentuk*, Skripsi Program Sarjana, Departemen Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [33] Arief Cahyo & Heru S. “Pengemasan Teknologi Nano (Pembungkus Makanan Lebih Awet”. *Majalah Sentra Teknologi Polimer*. Vol 4, No. 17, Januari – April 2005.
- [34] Yoghi Suharjanto, *Komposit Konduktif Polipropilena (Pp)/Maleated-Anhydride-Grafted-Polypropylene (Pp-G-Ma)/Karbon Untuk Aplikasi Pelat Bipolar Polymer Electrolyte Membrane (Pem) Fuel Cells*, Skripsi Program Sarjana, Departemen Metalurgi Dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [35] A. Pegorett , A. Dorigato, A. Penati, *Tensile mechanical response of polyethylene – clay nanocomposites*, Department of Materials Engineering and Industrial Technologies, and INSTM Research Unit, University of Trento.
- [36] Mousa Ghaemy, Solaiman Roohina, *Grafting of Maleic Anhydride on Polyethylene in a Homogeneous Medium in the Presence of Radical Initiators*, Department of Chemistry, University of Mazandaran.
- [37] H. Zweifel (Editor), *Plastics Additives Handbook 5th Edition* (Munich: Hanser Publishers, 2001), hlm. 4, 6, 903 – 905, 930, 933 – 934, 1004.
- [38] Bobbijo Van Beusichem, Ph.D., Senior Staff Scientist, Expert Services, Michael A. Ruberto, Ph.D., Head Of Regulatory Services, NAFTA, Expert Services, *Introduction To Polymer Additives and Stabilization*, Ciba Expert Services, Ciba Specialty Chemicals.
- [39] Nur Himawan Abdillah, *Pembuatan Komposit Pelat Bipolar Dengan Matriks Polipropilena (PP) Dengan Penguat Karbon dan Aditif Polivinylidene Flouride (PVDF)*, Skripsi Program Sarjana, Departemen Metalurgi Dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

- [40] Bahan kuliah Aditif, mochamad chalid.
- [41] Ullmans Encyclopedia of Industrial Chemistry Vol A7. VCH D64940 (Jerman, 1986).
- [42] A. Shah and M. Gupta, “*Comparison of the Flow in Co-rotating and Counter rotating Twin-screw Extruders*” ANTEC 2004.
- [43] Material safety data sheet merck (803131 Diethylene glycol).
- [44] Material safety data sheet merck (800408 Maleic anhydride).
- [45] Material safety data sheet merck (820163 Bis(α,α -dimethylbenzyl) peroxide).
- [46] Safety Data Sheet according to Directive 91/155/EEC, ciba.
- [47] Safety Data Sheet Irganox 1076, champion technologies.
- [48] Soejono Tjitro Gan Shu San, Henry Marwanto, *Optimasi Waktu Siklus Pembuatan Kursi Dengan Proses Injection Molding*, Jurusan Teknik Mesin – Universitas Kristen Petra.
- [49] Standar Test Method for Tensile Properties of Plastics, ASTM D 638 2003.
- [50] Deflection Temperature Testing of Plastics, <http://www.matweb.com/reference/deflection-temperature.aspx>
- [51] Bahan kuliah Karakterasi Material 2
- [52] Yang Zhong, Dustin Janes, Yong Zheng, Max Hetzer, Daniel De Kee, *Mechanical and Oxygen Barrier Properties of Organoclay-Polyethylene Nanocomposite Films*, Polymer Engineering and Science.
- [53] Ricky Ardhi Wibowo, *Analisis Sifat Mekanik Dan Konduktivitas Komposit Polipropilena/ Polyphenylene Sulfide/Karbon (Pp/Pps/C) Untuk Aplikasi Pelat Bipolar Pada Polymer Electrolyte Membrane (Pem) Fuel Cell*, Skripsi Program Sarjana, Departemen Metalurgi Dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [54] M. Aboobucker Sithique¹* and M. Alagar, *Preparation And Properties Of Bio-Based Nanocomposites From Epoxidized Soy Bean Oil And Layered Silicate*, Malaysian Polymer Journal.

- [55] Nidya Chitraningrum, *Sifat Mekanik dan Termal Pada Bahan Nanokomposit Epoxy-Clay Tapanuli*, Skripsi Program Sarjana, Departemen Fisika, FMIPA, Universitas Indonesia.
- [56] D A Shipp, *Polymer-Layered Silicate Nanocomposites*, Clarkson University, Potsdam, NY, USA ©2010 Elsevier B.V. All rights reserved.
- [57] Alexander B. Morgan, Jeffrey W. Gilman, *Characterization of polymer-layered silicate (clay) nanocomposites by transmission electron microscopy and X-ray diffraction: A comparative study*, copyright © 2003 Wiley Periodicals, Inc.





Lampiran 1 Hasil pengujian tarik formula HDPE murni

Plastics Tensile Test

Material.....HDPE murni
 Tested on.....2010-09-29
 Kondisi Uji.....23°C, RH 56.0%
 Test standard.....ASTM D638 I

Testing machine.....AGS-G
 Pretention.....0.01 N
 Gripped length.....115 mm
 Test speed 1.....0% → 5 mm/min
 Test speed 2.....1.5% → 50 mm/min

Directory.....Penelitian Komposit
 Parameter set.....ASTM D638

No	E-Modulus (GPa)	Tensile Strength (MPa)	Strain at Break (%)
1	0.577	26.03	146.3
2	0.581	25.32	287.7
3	0.595	26.44	149.0
4	0.584	26.38	134.6
5	0.580	25.83	143.8
Mean:	0.583	26.00	172.3
Minimum:	0.577	25.32	134.6
Maximum:	0.595	26.44	287.7
Std.dev.:	6.95E-3	0.456	64.75
W(0.95)%:	1.479	2.175	46.66
Values:	5	5	5

Lampiran 2 Hasil pengujian tarik formula HDPE-Clay 50 R

Plastics Tensile Test

Material.....Komposit PE Clay
 Tested on.....2010-09-29
 Kondisi Uji.....24°C, RH 57.0%
 Test standard.....ASTM D638 I

Testing machine.....AGS-G
 Pretention.....0.01 N
 Gripped length.....115 mm
 Test speed 1.....0% → 5 mm/min
 Test speed 2.....1.5% → 50 mm/min

Directory.....Penelitian Komposit
 Parameter set.....ASTM D638

No	E-Modulus (GPa)	Tensile Strength (MPa)	Strain at Break (%)
1	0.674	28.98	181.9
2	0.679	29.90	166.7
3	0.596	30.06	118.9
4	0.683	30.23	81.47
5	0.700	29.33	112.8
Mean:	0.666	29.70	132.4
Minimum:	0.596	28.98	81.47
Maximum:	0.700	30.23	181.9
Std.dev.:	0.041	0.526	41.19
W(0.95)%:	7.554	2.198	38.64
Values:	5	5	5

Lampiran 3 Hasil pengujian tarik formula HDPE-Clay 100 R

Plastics Tensile Test

Material.....Komposit PE Clay
 Tested on.....2010-09-29
 Kondisi Uji.....24°C, RH 57.0%
 Test standard.....ASTM D638 I

Testing machine.....AGS-G
 Pretention.....0.01 N
 Gripped length.....115 mm
 Test speed 1.....0% → 5 mm/min
 Test speed 2.....1.5% → 50 mm/min

Directory.....Penelitian Komposit
 Parameter set.....ASTM D638

No	E-Modulus (GPa)	Tensile Strength (MPa)	Strain at Break (%)
1	0.620	28.52	120.1
2	0.619	28.90	145.3
3	0.596	28.15	159.3
4	0.652	29.57	129.8
5	0.654	29.90	146.6
Mean:	0.628	29.01	140.2
Minimum:	0.596	28.15	120.1
Maximum:	0.654	29.90	159.3
Std.dev.:	0.025	0.724	15.36
W(0.95)%:	4.862	3.099	13.60
Values:	5	5	5

Lampiran 4 Hasil pengujian tarik formula HDPE-Clay 170 R

Plastics Tensile Test

Material.....Komposit PE Clay
 Tested on.....2010-09-29
 Kondisi Uji.....24°C, RH 57.0%
 Test standard.....ASTM D638 I

Testing machine.....AGS-G
 Pretention.....0.01 N
 Gripped length.....115 mm
 Test speed 1.....0% → 5 mm/min
 Test speed 2.....1.5% → 50 mm/min

Directory.....Penelitian Komposit
 Parameter set.....ASTM D638

No	E-Modulus (GPa)	Tensile Strength (MPa)	Strain at Break (%)
1	0.622	27.76	153.6
2	0.663	27.85	175.2
3	0.512	28.01	155.2
4	0.609	28.40	185.8
5	0.640	28.37	134.2
Mean:	0.609	28.08	160.8
Minimum:	0.512	27.76	134.2
Maximum:	0.663	28.40	185.8
Std.dev.:	0.058	0.294	20.14
W(0.95)%:	11.82	1.302	15.55
Values:	5	5	5

Lampiran 5 Hasil pengujian HDTformula HDPE murni

I. General

Date	:	12 Oktober 2010
Order Number	:	
Description os Sample	:	HDPE murni
Standard Method	:	ASTM D648
Responsible Person	:	DRN, ZLZ
Conditioning	:	23°C, 50% RH
Specimen Preparation	:	Injection Molding
Start Temperature	:	29,1°C
Heating Rate	:	120 ± 10 °C/h
Position	:	Edgewise
Nominal Surface Stress	:	0.45 MPa

II. Verification of Heating Rate (12 ± 1 °C/6minutes)

Time (minute)	Temperature (°C)	Heating Rate (°C/6minutes)
0	29.1	-
6	40.8	11.7
12	52.1	11.3
18	63.8	11.7
24	75.3	11.5

III. Dimension of Sample

No	Thickess [h] (mm)	Width [b] (mm)	Support Span [L] (mm)	Load [F] (N)	Massload [m_w] (g)
1	4.25	12.56	100	2.034	207.31
2	4.25	12/56	100	2.034	207.31

IV. Result

No	No. Dialgauge	Defl. (mm)	Temp. (°C)
1	N₁	0.25	79.5
2	N₂	0.25	79.3
Mean value			79.4
EKP			79.4 ± 1.0

Lampiran 6 Hasil pengujian HDT formula HDPE-Clay 50 R

I. General

Date	:	13 Oktober 2010
Order Number	:	
Description os Sample	:	HDPE-Clay 50 R
Standard Method	:	ASTM D648
Responsible Person	:	DRN, ZLZ
Conditioning	:	23°C, 50% RH
Specimen Preparation	:	Injection Molding
Start Temperature	:	29,1°C
Heating Rate	:	120 ± 10 °C/h
Position	:	Edgewise
Nominal Surface Stress	:	0.45 MPa

II. Verification of Heating Rate (12 ± 1 °C/6minutes)

Time (minute)	Temperature (°C)	Heating Rate (°C/6minutes)
0	26.9	-
6	41.0	14.1
12	51.5	10.5
18	61.9	10.4
24	76.3	14.4

III. Dimension of Sample

No	Thickess [h] (mm)	Width [b] (mm)	Support Span [L] (mm)	Load [F] (N)	Massload [m_w] (g)
1	4.25	12.56	100	2.034	207.31
2	4.25	12/56	100	2.034	207.31

IV. Result

No	No. Dialgauge	Defl. (mm)	Temp. (°C)
1	N₁	0.25	78.5
2	N₂	0.25	78.5
Mean value			78.5
EKP			78.5 ± 1.0

Lampiran 7 Hasil pengujian HDTformula HDPE-Clay 100 R

I. General

Date	:	14 Oktober 2010
Order Number	:	
Description os Sample	:	HDPE-Clay 100 R
Standard Method	:	ASTM D648
Responsible Person	:	DRN, ZLZ
Conditioning	:	23°C, 50% RH
Specimen Preparation	:	Injection Molding
Start Temperature	:	29,1°C
Heating Rate	:	120 ± 10 °C/h
Position	:	Edgewise
Nominal Surface Stress	:	0.45 MPa

II. Verification of Heating Rate (12 ± 1 °C/6minutes)

Time (minute)	Temperature (°C)	Heating Rate (°C/6minutes)
0	27.1	-
6	40.9	13.8
12	53.4	12.5
18	60.6	7.2
24	74.6	14.0

III. Dimension of Sample

No	Thickess [h] (mm)	Width [b] (mm)	Support Span [L] (mm)	Load [F] (N)	Massload [m_w] (g)
1	4.25	12.56	100	2.034	207.31
2	4.25	12/56	100	2.034	207.31

IV. Result

No	No. Dialgauge	Defl. (mm)	Temp. (°C)
1	N₁	0.25	77.5
2	N₂	0.25	77.5
Mean value			77.5
EKP			77.5 ± 1.0

Lampiran 8 Hasil pengujian HDTformula HDPE-Clay 170 R

I. General

Date	:	18 Oktober 2010
Order Number	:	
Description os Sample	:	HDPE-Clay 170 R
Standard Method	:	ASTM D648
Responsible Person	:	DRN, ZLZ
Conditioning	:	23°C, 50% RH
Specimen Preparation	:	Injection Molding
Start Temperature	:	29,1°C
Heating Rate	:	120 ± 10 °C/h
Position	:	Edgewise
Nominal Surface Stress	:	0.45 MPa

II. Verification of Heating Rate (12 ± 1 °C/6minutes)

Time (minute)	Temperature (°C)	Heating Rate (°C/6minutes)
0	29.2	-
6	43.2	14.0
12	52.0	8.8
18	65.7	13.7

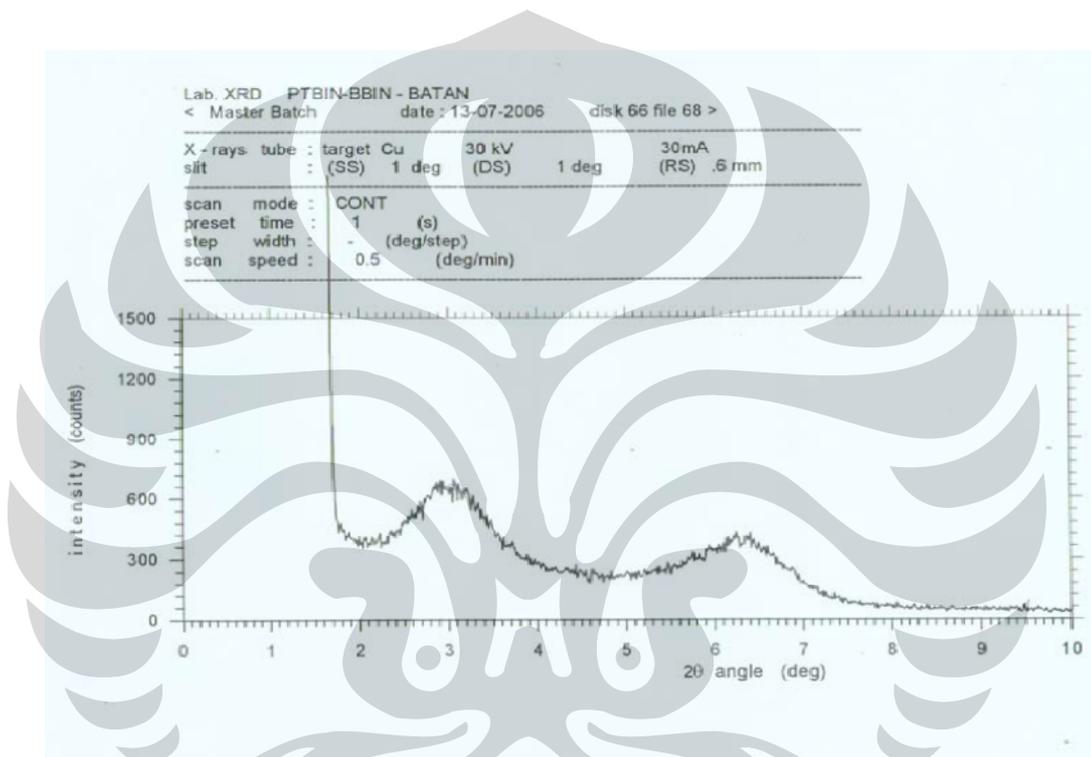
III. Dimension of Sample

No	Thickess [h] (mm)	Width [b] (mm)	Support Span [L] (mm)	Load [F] (N)	Massload [m_w] (g)
1	4.25	12.56	100	2.034	207.31
2	4.25	12/56	100	2.034	207.31

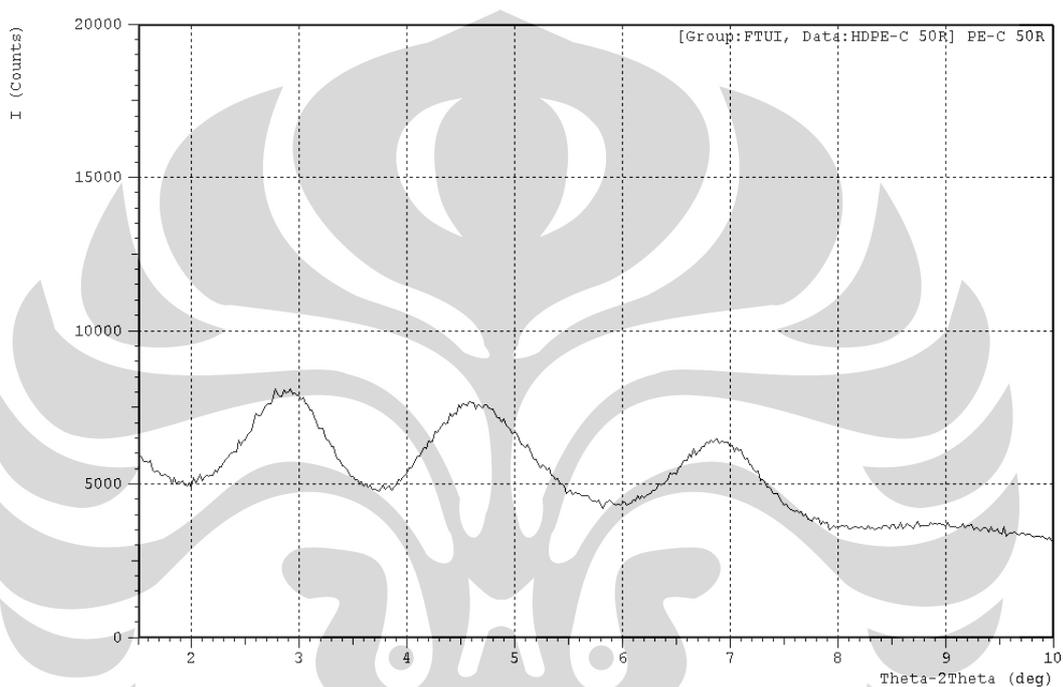
IV. Result

No	No. Dialgauge	Defl. (mm)	Temp. (°C)
1	N₁	0.25	75.2
2	N₂	0.25	75.6
Mean value			75.4
EKP			75.4 ± 1.0

Lampiran 9 Hasil karakterisasi XRD OLS



Lampiran 10 Hasil karakterisasi XRD HDPE-Clay 50 R



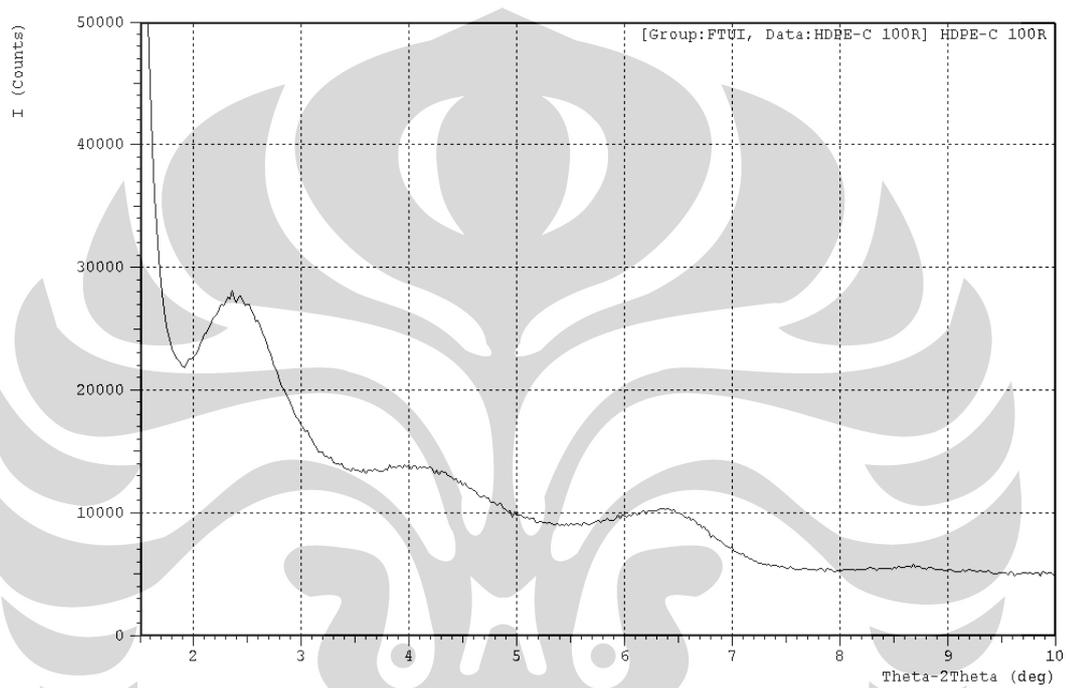
*** Basic Data Process ***

Group : FTUI
Data : HDPE-C 50R

Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I ₁	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	2.8899	30.54751	94	0.73460	1737	63293
2	4.6704	18.90509	100	0.94550	1843	87659
3	6.8859	12.82665	79	0.84330	1463	62820

Lampiran 11 Hasil karakterisasi XRD HDPE-Clay 100 R



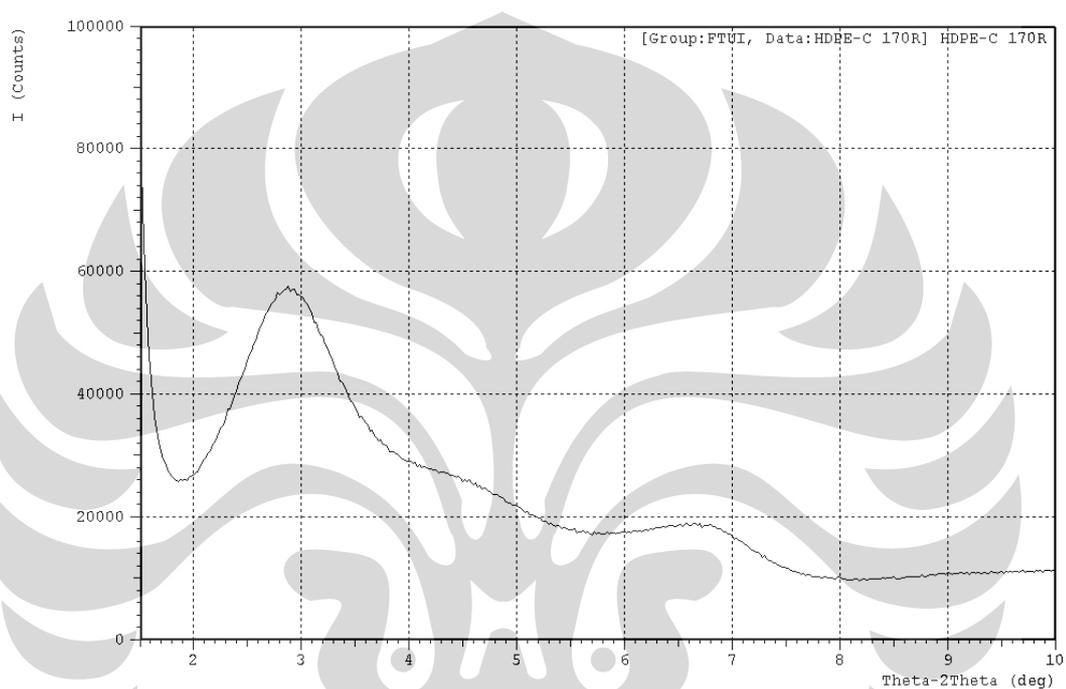
*** Basic Data Process ***

Group : FTUI
Data : HDPE-C 100R

Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	1	2.4638	35.82948	100	0.62330	5360	172366
2	3	6.3679	13.86883	37	0.87320	1963	88259
3	2	4.2154	20.94458	22	0.78140	1192	46203

Lampiran 12 Hasil karakterisasi XRD HDPE-Clay 170 R



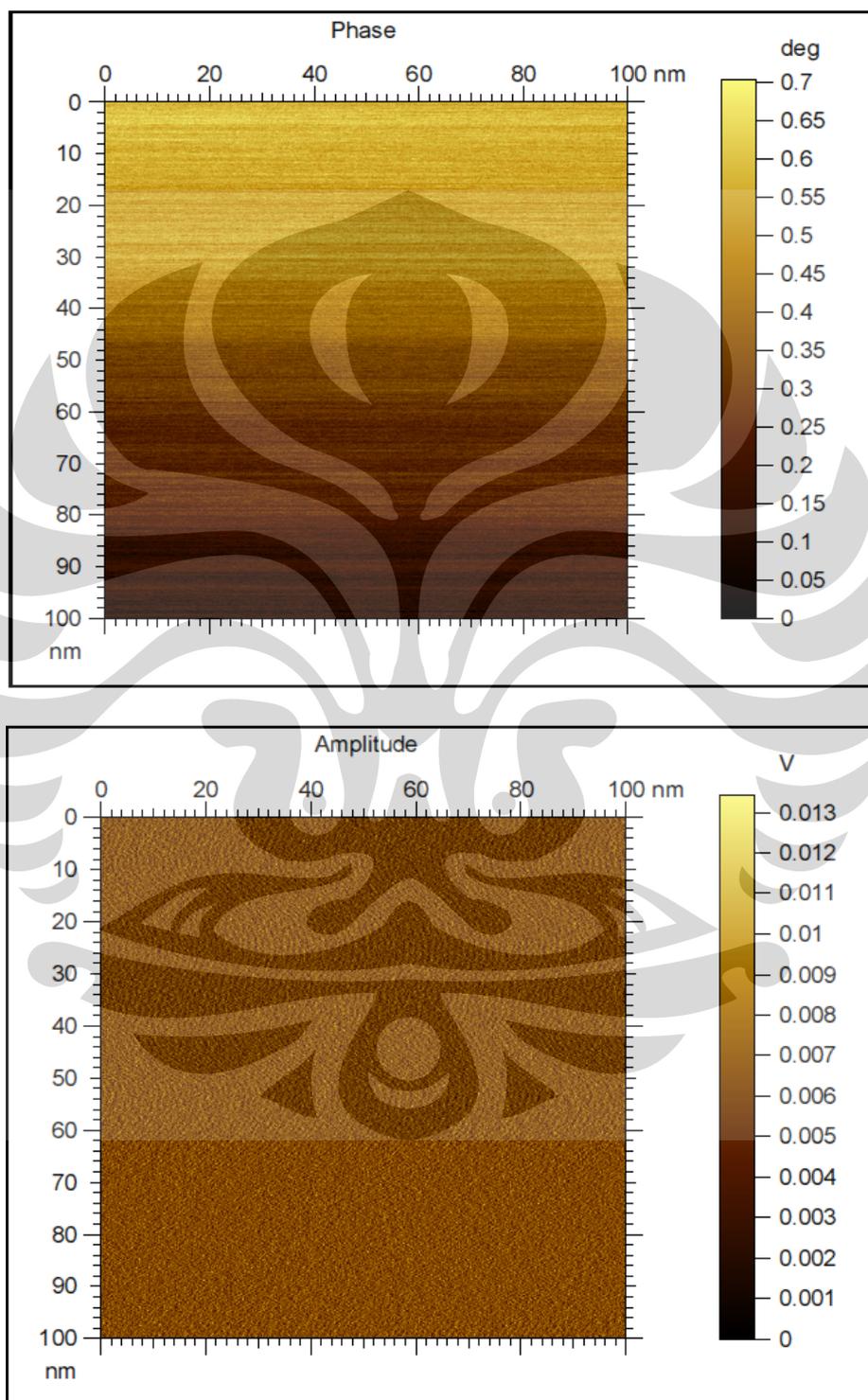
*** Basic Data Process ***

Group : FTUI
Data : HDPE-C 170R

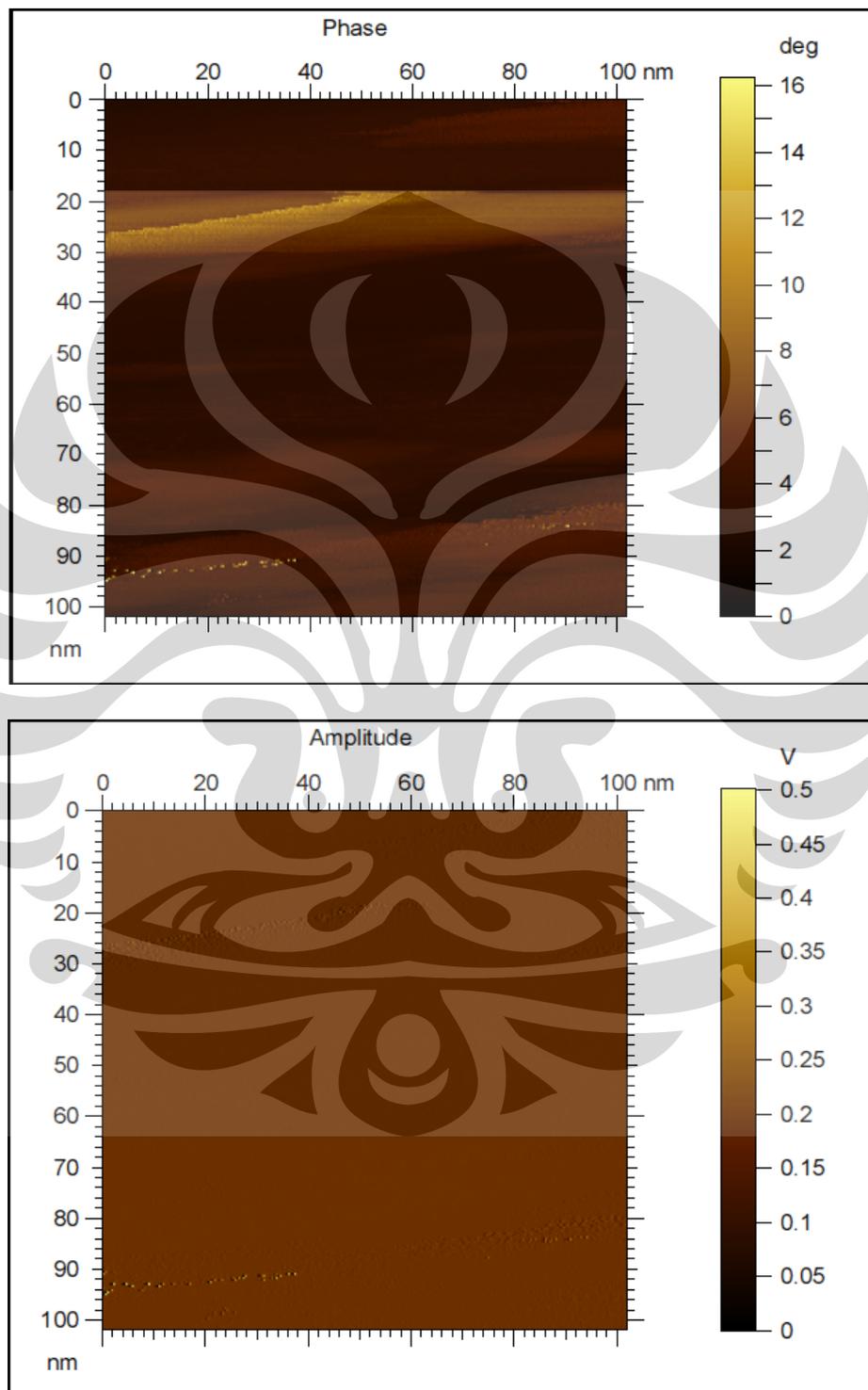
Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (Å)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	2.9024	30.41597	100	0.94740	20058	942940
2	4.3600	20.25027	11	1.03760	2174	175037
3	6.7028	13.17662	17	0.91470	3371	165079

Lampiran 13 Hasil analisis AFM HDPE-Clay 50 R



Lampiran 14 Hasil analisis AFM HDPE-Clay 100 R



Lampiran 15 Hasil analisis AFM HDPE-Clay 170 R

