

TESIS

**Pengaruh Penambahan Tanah Lempung  
Terhadap Sifat Mekanik & Struktur Permukaan  
*Fracture* Nanokomposit**

Diajukan Sebagai Syarat Untuk Mendapatkan Gelar  
Magister Ilmu Material

Oleh:  
Surya Kencana  
NPM: 6304002083



Program Pascasarjana Fakultas MIPA  
Program Studi Ilmu Material  
Universitas Indonesia  
2007

# LEMBAR PERSETUJUAN

**Tesis ini disetujui oleh:**

Ariadne L Juwono, MEng. PhD.  
Pembimbing

Dr. Azwar Manaf, M. Met  
Penguji

Dr. Emil Budianto  
Penguji

Dr. Budhy Kurniawan  
Penguji

Dr. Bambang Soegijono  
Ketua Program Studi Ilmu Material  
Program Pascasarjana Fakultas MIPA-Universitas Indonesia

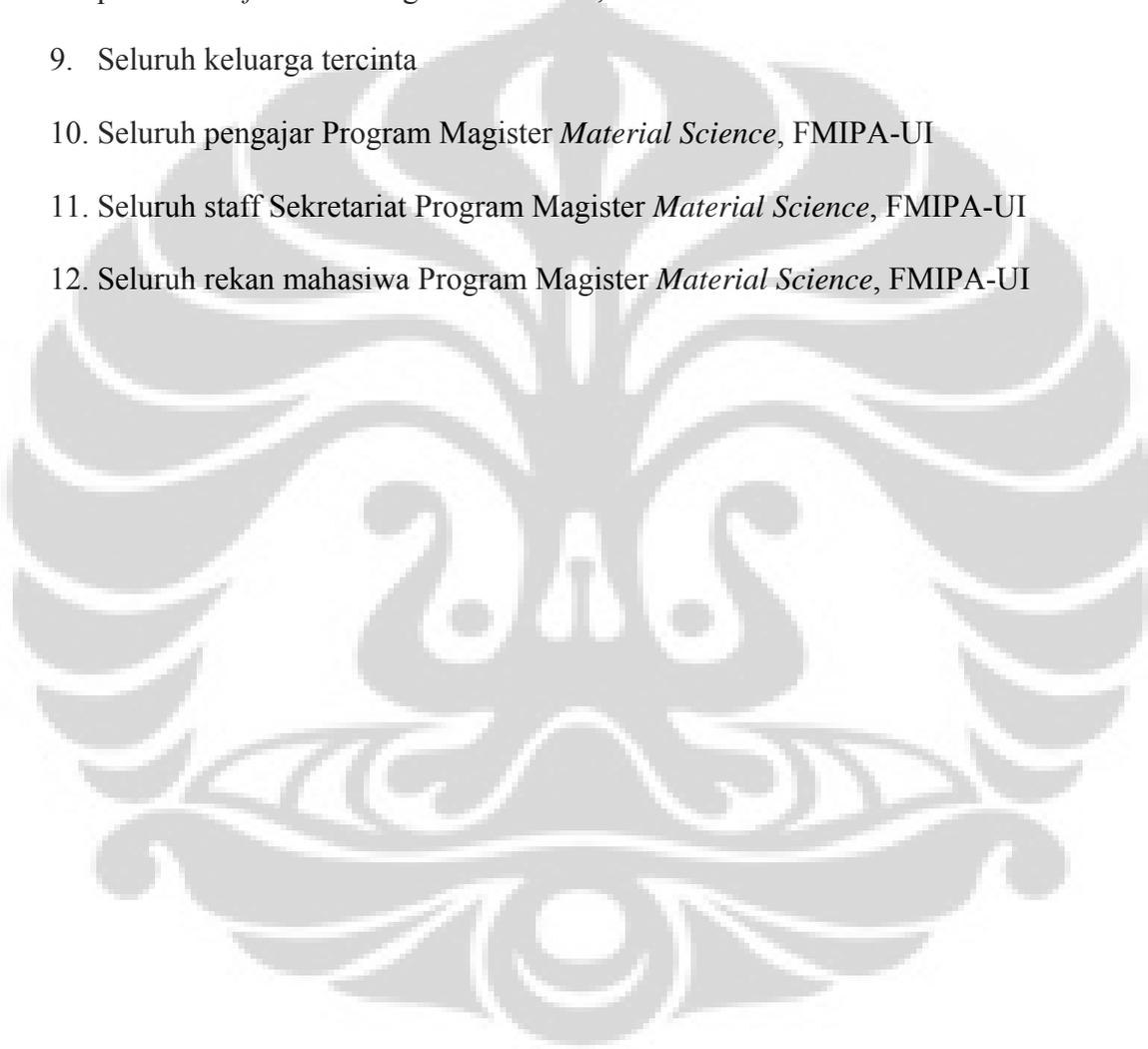
## KATA PENGANTAR

Terima kasih kepada Allah Bapa, Yesus Kristus dan Roh Kudus atas semua berkat, bimbingan dan kenyaikinan selama penelitian dan penulisan tesis ini.

Penelitian dan penulisan tesis ini juga banyak mendapat bantuan dan bimbingan dari banyak pihak. Oleh karena itu rasa terima kasih yang sejujurnya ditujukan kepada:

1. Ibu. Ariadne Juwono, yang telah membimbing dan memberikan waktunya selama penelitian dan penulisan tesis ini
2. Bapak. Handoko dan Sutarno, yang telah membimbing dan memberikan kesempatan untuk melakukan penelitian di PT. Dirgantara Indonesia (PTDI), Bandung
3. Bapak Yohan Sutandar, yang telah memberikan kesempatan untuk melanjutkan penelitian di PT. Korosi Specindo, Jakarta
4. Rekan-rekan di PT. Korosi Specindo yang telah memberikan bantuan secara langsung maupun tidak langsung selama penelitian
5. Ibu. Vera & rekan, yang telah membantu karakterisasi struktur nanokomposit dengan XRD di PT. Indocement, Cibinong
6. Bapak Ari Hariono & Azwar Manaf, yang telah membimbing dan memberikan kesempatan untuk melakukan uji sifat mekanik di RCMS (*Research Center for Material Science*) UI, Salemba

7. Ibu. Ratih dan Bapak Nusin, yang telah membimbing dan memberikan kesempatan untuk melakukan preparasi specimen dan pekerjaan SEM di BATAN, Serpong
8. Bapak. Bambang Soegiyono, yang telah membantu karakterisasi struktur permukaan *fracture* dengan SEM di UI, Salemba
9. Seluruh keluarga tercinta
10. Seluruh pengajar Program Magister *Material Science*, FMIPA-UI
11. Seluruh staff Sekretariat Program Magister *Material Science*, FMIPA-UI
12. Seluruh rekan mahasiswa Program Magister *Material Science*, FMIPA-UI



## ABSTRACT

In this observation, clay-epoxy nanocomposites using Nanomer I30E organo clay, DER 331 epoxy resin and Versamid 125 curing agent were synthesized with an in-situ polymerization method. As comparison, fiberglass-epoxy composites using commercial fiber glass and the same epoxy resin and curing agent were synthesized with wet laminating method.

Characterization of internal structure and fracture morphology, using XRD (X-Ray Diffraction) and SEM (Scanning Electron Microscope) respectively, showed that nanocomposites had been successfully synthesized. Nanocomposites owned an exfoliated structure at clay composition  $<7.34$  (% weight) and a mixture of exfoliated and intercalated structure at clay composition  $\geq 7.34$  (% weight). The nanocomposite with clay composition 2.10 (% weight) consisted of epoxy fase and clay agglomerates fase and owned cone shape fracture markings.

The results of tensile, compression and hardness testings showed that nanocomposites, synthesized using DM (Direct Mixing) dispersion technique, was found not suitable for structural application in aircraft replacing fiberglass-epoxy composite. The result of tensile testing showed nanocomposite formed owned similar behavior to particulate-epoxy composite, where the tensile strength experienced decrease as clay composition was increased. The results of compression and hardness testings showed that yield compression strength didn't experience change and hardness experienced few increases, which was not affected by clay's composition, as clay's composition increased.

**Keywords:** nanocomposite, organic-inorganic hybrid, in-situ polymerization, montmorillonite, organo clay, epoxy fracture

## ABSTRAK

Pada penelitian ini, nanokomposit *clay-epoxy* menggunakan *Organo clay Nanomer I30E*, epoxy resin *DER 331* dan *curing agent Versamid 125* disintesa dengan metode *in situ polymerization*. Sebagai pembanding, komposit serat gelas-epoxy menggunakan serat gelas komersial dan epoxy resin dan *curing agent* yang sama disintesa dengan metode *wet laminating*.

Karakterisasi struktur internal dan permukaan *fracture*, yang masing-masing menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*), menunjukkan bahwa nanokomposit telah berhasil disintesa. Nanokomposit memiliki struktur eksfoliasi pada komposisi *clay* <7.34 (% berat) dan struktur eksfoliasi dan interkalasi pada komposisi *clay* ≥7.34 (% berat). Nanokomposit dengan komposisi *clay* 2.10 (% berat) terdiri dari fasa epoxy dan fasa aglomerasi *clay* dan memiliki tanda *fracture* berbentuk kerucut .

Hasil uji tarik, tekan dan kekerasan menunjukkan bahwa nanokomposit, yang disintesa dengan teknik pencampuran DM (*Direct Mixing*), tidak layak digunakan untuk aplikasi struktural pada pesawat terbang menggantikan komposit serat gelas-epoxy. Hasil uji tarik menunjukkan nanokomposit yang terbentuk memiliki perilaku yang sama dengan komposit *particulate epoxy*, yaitu *tensile strength* yang mengalami penurunan seiring dengan penambahan komposisi *clay*. Hasil uji tekan dan kekerasan masing-masing menunjukkan *yield compression strength* yang tidak mengalami perubahan dan kekerasan mengalami sedikit peningkatan, yang tidak tergantung pada komposisi *clay*, seiring dengan penambahan komposisi *clay*.

**Kata kunci:** nanocomposite, organic-inorganic hybrid, in-situ polymerization, montmorillonite, organo clay, epoxy fracture

## DAFTAR ISI

	HAL
KATA PENGANTAR.....	i
ABSTRACT.....	iii
ABSTRAK.....	iv
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR.....	vii
DAFTAR TABEL.....	x
BAB 1: PENDAHULUAN.....	1
1.1. LATAR BELAKANG.....	1
1.1.1. MATERIAL KOMPOSIT KONVENSIONAL.....	1
1.1.2. MATERIAL NANOKOMPOSIT.....	2
1.1.3. APLIKASI MATERIAL NANOKOMPOSIT.....	3
1.2. PERUMUSAN MASALAH PENELITIAN.....	4
1.3. TUJUAN DAN TEMPAT PENELITIAN.....	8
1.4. SISTEMATIKA PENULISAN.....	9
BAB 2: TINJAUAN PUSTAKA.....	10
2.1. TANAH LEMPUNG.....	10
2.2. ORGANO CLAY.....	13
2.3. POLIMER EPOXY.....	15
2.4. KOMPOSIT SERAT GELAS-EPOXY.....	16

2.5.	NANOKOMPOSIT CLAY-EPOXY .....	19
BAB 3:	METODOLOGI PENELITIAN .....	29
3.1.	MATERIAL .....	29
3.2.	SISTEMATIKA & TAHAPAN PENELITIAN .....	32
3.3.	PERALATAN PENELITIAN .....	33
3.4.	SINTESA NANOKOMPOSIT CLAY-EPOXY .....	37
3.5.	SINTESA KOMPOSIT SERAT GELAS-EPOXY .....	38
3.6.	KARAKTERISASI STRUKTUR NANOKOMPOSIT & KOMPOSIT KONVENSIONAL .....	39
3.7.	UJI SIFAT MEKANIK .....	42
3.8.	STRUKTUR PERMUKAAN FRACTURE .....	46
BAB 4:	HASIL .....	48
BAB 5:	DISKUSI .....	58
BAB 6:	KESIMPULAN & SARAN .....	66
DAFTAR	ACUAN .....	68

## DAFTAR GAMBAR

NO	JUDUL	HAL
1.1.	KLASIFIKASI MATERIAL KOMPOSIT .....	1
2.1.	STRUKTUR KRISTAL LAPISAN MMT .....	12
2.2.	DIFRAKTOGRAM CLAY TIPE SWY-2 & CWC .....	15
2.3.	GUGUS OXIRANE PADA EPOXY RESIN .....	15
2.4.	STRUKTUR KIMIA BIFUNCTIONAL DIGLYCIDYL ETHER OF BISPHENOL-A (DGEBA) .....	16
2.5.	BERBAGAI KARAKTERISTIK IKATAN ANTAR PERMUKAAN PADA KOMPOSIT .....	18
2.6.	STRUKTUR NANOKOMPOSIT .....	20
2.7.	KARAKTERISTIK IKATAN ANTAR PERMUKAAN CLAY DAN EPOXY .....	21
2.8.	DIFRAKTOGRAM ORGANO CLAY DALAM KEADAAN YANG BERBEDA-BEDA .....	21
2.9.	STRUKTUR NANOKOMPOSIT CLAY-EPOXY .....	22
2.10.	STRUKTUR PERMUKAAN NANOKOMPOSIT DENGAN KOMPOSISI CLAY 12.5 (% BERAT) .....	27
2.11.	STRUKTUR PERMUKAAN NANOKOMPOSIT DENGAN KOMPOSISI CLAY 5.66 (% BERAT) YANG DISINTESA MENGUNAKAN TEKNIK PENCAMPURAN BERBEDA .....	28
3.1.	NANOMER I30E DARI NANOCOR, INC .....	29
3.2.	DER 331 DARI DOW PLASTICS .....	30
3.3.	VISKOSITAS DER 331 PADA BERBAGAI TEMPERATURE BERBEDA .....	30
3.4.	VERSAMID 125 DARI COGNIS. CO .....	31

3.5.	STRUKTUR KIMIA POLYAMIDE .....	31
3.6.	SERAT GELAS KOMERSIAL.....	32
3.7.	DIAGRAM TAHAP PENELITIAN.....	33
3.8.	ALAT TIMBANG ELEKTRONIK METTLER TOLEDO TIPE AB204S.....	34
3.9.	PENGADUK DAN MESIN PENGADUK.....	34
3.10.	ELEMEN PEMANAS YANG DITAMBAHKAN PENGATUR TEMPERATUR.....	35
3.11.	CETAKAN UNTUK SPECIMEN UJI TARIK, TEKAN DAN KEKERASAN.....	36
3.12.	PEMANAS YANG UMUM DIPERJUAL BELIKAN.....	36
3.13.	FLUKE MULTIMETER TIPE 87 IV.....	37
3.14.	PROSES PENGADUKAN ORGANO CLAY DALAM EPOXY RESIN DAN PROSES CURING.....	38
3.15.	PROSES WET LAMINATING DAN PROSES CURING.....	38
3.16.	SPECIMEN XRD.....	39
3.17.	D4-ENDEAVOR.....	40
3.18.	SPECIMEN SEM.....	41
3.19.	JEOL JSM-5310 LV DAN JEOL JFC-1200.....	42
3.20.	SPECIMEN UJI TARIK, TEKAN DAN KEKERASAN.....	43
3.21.	PROSES PREPARASI SPECIMEN UJI TARIK.....	44
3.22.	PROSES PREPARASI SPECIMEN UJI TEKAN.....	44
3.23.	PROSES PREPARASI SPECIMEN UJI KEKERASAN.....	45
3.24.	SHIMADZU SERVOPULSER LOADING ASSEMBLY & SHIMADZU LOAD CONTROLLER.....	46
3.25.	MITUTOYO 811 DUROMETER D.....	46
4.1.	NANOKOMPOSIT DENGAN KANDUNGAN CLAY: 0, 1.05, 2.10, 3.15, 5.24, 7.34, 10.49, 15.38 (% BERAT) DAN KOMPOSIT KONVENSIONAL DENGAN KANDUNGAN SERAT GELAS: 45.22 (% BERAT).....	48

4.2.	DIFRAKTOGRAM XRD NANOKOMPOSIT CLAY-EPOXY.....	49
4.3.	STRUKTUR KOMPOSIT SERAT GELAS-EPOXY.....	50
4.4.	TENSILE STRENGTH DARI NANOKOMPOSIT DAN KOMPOSIT KONVENSIONAL.....	50
4.5.	YIELD COMPRESSION STRENGTH DARI NANOKOMPOSIT DAN KOMPOSIT KONVENSIONAL.....	51
4.6.	DUROMETER D HARDNESS DARI NANOKOMPOSIT DAN KOMPOSIT KONVENSIONAL.....	52
4.7.	BENTUK BUTIRAN AGLOMERASI NANOMER I30E.....	53
4.8.	SEM PHOTOGRAPH DARI NANOKOMPOSIT DENGAN KOMPOSISI CLAY 0 (% BERAT).....	54
4.9.	SEM PHOTOGRAPH DARI NANOKOMPOSIT DENGAN KOMPOSISI CLAY 2.10 (% BERAT).....	55
4.10.	SEM PHOTOGRAPH DARI NANOKOMPOSIT DENGAN KOMPOSISI CLAY 15.38 (% BERAT).....	56
4.11.	SEM PHOTOGRAPH STRUKTUR PERMUKAAN FRACTURE DARI KOMPOSIT KONVENSIONAL.....	57
5.1.	PERUBAHAN ORIENTASI RANTAI PRIMARY OCTADECYL AMMONIUM DALAM ORGANO CLAY SETELAH DICAMPURKAN DALAM DER 331.....	61

## DAFTAR TABEL

NO	JUDUL	HAL
4.1.	$2\theta_{(001)}$ , D-SPACING <sub>(001)</sub> DAN STRUKTUR PADA NANOKOMPOSIT DENGAN KOMPOSISI CLAY YANG BERVARIASI	49

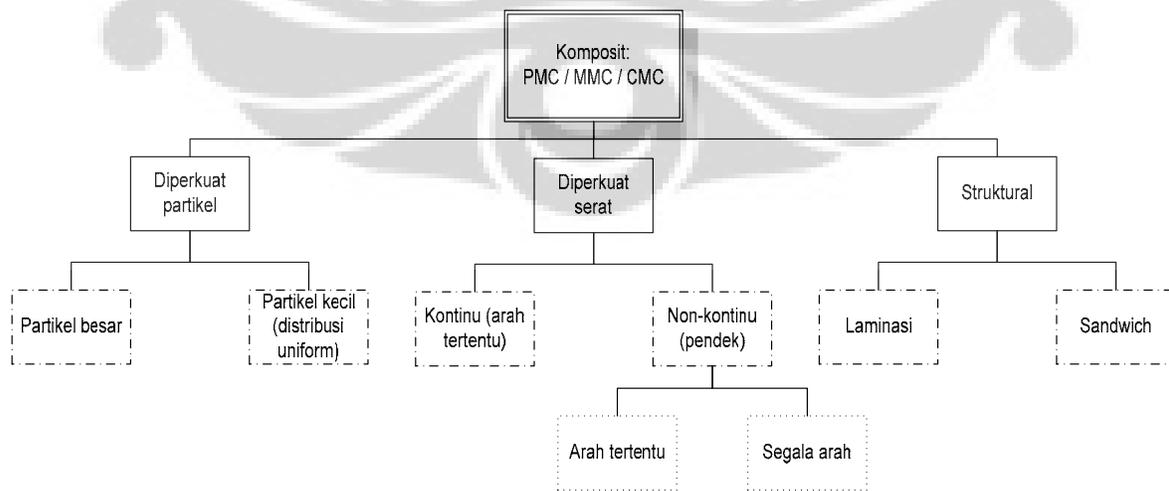


# BAB 1: PENDAHULUAN

## 1.1 Latar belakang

### 1.1.1 Material komposit konvensional

Material komposit adalah material yang merupakan kombinasi dua atau lebih material yang masing-masing memiliki sifat dan karakteristik yang berbeda dengan tujuan untuk mendapatkan suatu material dengan sifat yang merupakan kombinasi dari sifat material-material penyusunnya [1]. Material penyusun komposit, salah satunya berfungsi menjaga integritas komposit (matriks/*matrix*) dan yang lainnya berfungsi meningkatkan sifat mekanik matriksnya (penguat/*reinforce*). Berdasarkan material matriksnya, komposit dapat diklasifikasikan menjadi tiga kelas: polimer matrik komposit (PMC), metal matrik komposit (MMC) dan keramik matrik komposit (CMC); dan berdasarkan bentuk dan ukuran (geometri) material penguatnya, komposit dapat diklasifikasikan menjadi tiga kelas: komposit yang diperkuat partikel, komposit yang diperkuat serat dan komposit struktural, dimana masing-masing kelas dapat diklasifikasikan lagi menjadi sub-kelas, dan bahkan sub-sub-kelas seperti pada Gambar 1.1.



Gambar 1.1. Klasifikasi material komposit [1]

Material penguat komposit, selain berfungsi meningkatkan sifat mekanik matriksnya seperti halnya serat gelas pada PMC, serat alumina pada MMC dan serat SiC pada CMC, tetapi juga berdwifungsi meningkatkan sifat mekanik dan elektrik konduktifitas matriksnya seperti halnya serat Nb<sub>3</sub>Sn pada MMC atau sifat mekanik dan termal konduktifitas matriksnya seperti halnya serat carbon pada MMC. Dengan demikian jelaslah bahwa material penguat pada komposit harus dapat berfungsi meningkatkan sifat mekanik matriksnya walaupun komposit tersebut bukan untuk aplikasi struktural, karena dengan meningkatkan sifat mekanik matriksnya akan memudahkan proses manufaktur and meningkatkan aplikasi komposit tersebut [2].

Faktor-faktor yang menentukan sifat mekanik komposit adalah: pertama, struktur komposit yang mencakup: geometri, orientasi dan distribusi material penguat, berbagai penampakan dari struktur matriks seperti ukuran grain untuk matrik polikristal, dan proporsi material penguat dan matriks; kedua, sifat material penguat dan matriks; ketiga, karakteristik dan kekuatan ikatan antar permukaan material penguat dan matriks [2].

### ***1.1.2 Material nanokomposit***

Sama dengan komposit, nanokomposit adalah material yang merupakan kombinasi dua atau lebih material yang masing-masing memiliki sifat dan karakteristik yang berbeda, melalui proses yang tidak terjadi secara alamiah, dengan tujuan untuk mendapatkan suatu material dengan sifat yang merupakan kombinasi dari sifat material-material penyusunnya. Namun berbeda dengan komposit yang umumnya memiliki material penguat berukuran makro ( $\mu\text{m}$ ), nanokomposit memiliki material penguat berukuran nano (nm).

Sama dengan sifat mekanik komposit, sifat mekanik nanokomposit juga ditentukan oleh: pertama, struktur nanokomposit yang mencakup: geometri, orientasi dan distribusi material penguat, berbagai penampakan dari struktur matriks seperti ukuran grain untuk matriks polikristal, dan proporsi material penguat dan matriks; kedua, sifat material

penguat dan matriks; ketiga, karakteristik dan kekuatan ikatan antar permukaan material penguat dan matriks. Namun berbeda dengan sifat mekanik komposit yang merupakan akibat interaksi antara material penguat yang berukuran makro dengan matriks yang berukuran skala molekular, sifat mekanik nanokomposit merupakan akibat interaksi antara material penguat yang berukuran nano dengan matriks yang berukuran skala molekular.

Pada tesis ini nanokomposit yang akan dipelajari adalah epoxy sebagai polimer matriks dan tanah lempung (*clay*) sebagai material penguat.

### ***1.1.3 Aplikasi material nanokomposit***

Aplikasi komposit pada alat transportasi, pesawat terbang khususnya, sangat berhasil karena komposit memiliki sifat mekanik yang dapat dibandingkan dengan metal akan tetapi komposit memiliki densitas yang lebih kecil dari densitas metal, sehingga komposit memiliki nilai rasio kekuatan terhadap densitas yang lebih tinggi dibandingkan metal. Nilai rasio kekuatan terhadap densitas yang lebih tinggi menunjukkan bahwa berat suatu komponen dapat dikurangkan tanpa mempengaruhi performa komponen tersebut, dan pengurangan berat selanjutnya akan meningkatkan efisiensi sehingga dapat menghemat bahan bakar dan biaya. [2-4]

Seperti halnya komposit yang memiliki nilai ratio kekuatan terhadap densitas yang lebih tinggi terhadap metal, nanokomposit sangat menarik karena material baru dalam kelas PMC ini memiliki nilai ratio kekuatan terhadap densitas yang bahkan lebih tinggi terhadap komposit yang mengandung material penguat konvensional, seperti partikel dan serat. Para peneliti dari Toyota melaporkan bahwa nylon-6 matriks nanokomposit yang hanya mengandung 5% (berat) *clay* mengalami peningkatan sifat mekanik yang sama dengan nylon-6 matriks komposit yang mengandung material penguat konvensional yang lebih banyak [5].

Selain nylon-6 matriks, peningkatan sifat mekanik pada nanokomposit juga dilaporkan pada polimer matriks lainnya seperti: polypropylene [6] dan epoxy [7-12]. Selain peningkatan sifat mekanik, perubahan sifat lainnya pada nanokomposit juga dilaporkan seperti: peningkatan resistansi penyerapan gas (*gas barrier*) dan temperatur ekspansi resistan [13], peningkatan temperatur distorsi panas (HDT / *heat distortion temperature*) [5, 14-15], dan peningkatan tahan api (*flammability resistance*) [15].

Aplikasi nanokomposit saat ini masih sangat terbatas, contoh: sebagai penutup tali mesin mobil Toyota dan pijakan langkah mobil GM [16], akan tetapi nanokomposit pada masa depan sangat dioptimalkan akan menggantikan polimer dan bahkan komposit konvensional untuk berbagai aplikasi karena keuntungan-keuntungan ini.

Komposit serat gelas-epoxy umumnya diaplikasikan pada bagian pesawat yang tidak mengalami beban (*load*) yang besar seperti bagian dalam badan, hidung dan ekor pesawat [3], dan karena faktor ekonomi, perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui apakah nanokomposit dapat menggantikan komposit konvensional ini. Sejak penelitian nanokomposit *clay-epoxy* dimulai sejak lebih dari satu dekade yang lalu, belum ada penelitian yang membandingkan nanokomposit *clay-epoxy* dengan komposit serat gelas-epoxy. Hal ini mungkin karena sesungguhnya belum ada yang melakukan penelitian ini ataupun para peneliti sudah mengetahui apa yang akan terjadi sehingga mereka tidak mau melakukannya. Oleh karena itu penelitian untuk membandingkan nanokomposit epoxy dengan komposit konvensional epoxy perlu dilakukan demi mendapatkan jawaban yang pasti.

## 1.2 Perumusan masalah penelitian

Penelitian nanokomposit berfokus pada karakteristiknya yang berbeda dari karakteristik komposit konvensional, seperti berikut ini:

1. *Struktur nanokomposit:*

- Geometri, orientasi dan distribusi material penguat

Salah satu fungsi matriks selain menjaga integritas komposit adalah mentransfer beban kepada material penguat. Untuk mentransfer beban dengan baik diperlukan kekuatan ikatan antar permukaan yang baik dan kekuatan ikatan ini tergantung pada kontak permukaan antara material penguat dan matriks. Semakin tinggi kontak permukaan semakin tinggi pula kekuatan ikatan. Material penguat yang umum digunakan adalah material yang memiliki modulus young dan kekuatan yang tinggi tetapi getas (*brittle*). Kegagalan pada performa material penguat ini umumnya karena cacat (*flaw*) yang dimilikinya, akan tetapi performa material ini dapat ditingkatkan dengan mengurangi cacat yang ada dengan cara membuat volume material ini seminimal mungkin. Dengan demikian, material penguat yang ideal adalah yang memiliki geometri dengan panjang permukaan maksimal dan diameter minimal atau aspek rasio ( $L/D$ ) yang tinggi. Selain itu, sifat mekanik diharapkan mengalami peningkatan lebih jauh apabila material penguat dan polimer matrik saling berinteraksi pada skala molekular dibandingkan pada skala makro [14].

Tanah lempung (*clay*) umumnya memiliki struktur kristal yang terdiri dari lapisan alumina yang berupa oktahedral dan silikat yang berupa tetrahedral [17] dan partikel geometri yang tampak seperti lapisan dengan tebal sekitar 1nm dan panjang sekitar 1 $\mu$ m [18], sehingga partikel *clay* memiliki aspek rasio yang tinggi dan ukuran yang kecil dibandingkan material penguat konvensional. Akan tetapi partikel *clay* tidak berada di alam dalam keadaan lapisan tunggal melainkan lapisan majemuk yang bertingkat-tingkat, dan di antara lapisannya terdapat ion-ion inorganik. Bila *clay* alami ini langsung dicampurkan ke dalam polimer matrik, maka akan didapatkan suatu komposit dengan partikel *clay* yang berukuran makro di dalam polimer matriknya atau komposit konvensional. Oleh karena itu untuk mendapatkan partikel *clay* lapisan tunggal yang terdistribusi secara homogen dalam polimer matrik atau nanokomposit, polimer harus

disisipkan ke dalam ruang antar lapisan (*gallery space*) untuk kemudian memisahkan lapisan-lapisan tersebut secara interkalasi atau eksfoliasi.

Berbeda dengan serat pada komposit konvensional, partikel clay pada nanokomposit, karena ukurannya yang sangat kecil, memiliki orientasi yang tidak dapat dikontrol dalam polimer matriknya sehingga menghasilkan nanokomposit yang isotropik.

Berbeda dengan partikel atau serat inorganik pada komposit konvensional, partikel clay pada nanokomposit memiliki distribusi yang lebih homogen dalam polimer matriknya [18].

Pada penelitian ini, agar epoxy terpolimerisasi di dalam *gallery space* akan digunakan *clay* yang telah dimodifikasi melalui proses pertukaran kation atau *organo clay*.

- Struktur matrik

Berbagai jenis polimer matrik, baik termoplastik maupun termoseting, yang memiliki struktur kristal berbeda, semikristalin atau *amorphous*, dengan sifat mekanik yang berbeda akan menghasilkan komposit dengan sifat mekanik yang berbeda.

Pada penelitian ini, polimer matrik yang akan digunakan adalah epoxy, suatu polimer yang memiliki struktur molekul berupa sambung silang (*cross link*), dan karena susunan molekulnya yang tidak teratur maka epoxy memiliki struktur kristal *amorphous*. Epoxy memiliki *cross-link* yang bervariasi, sederhana atau kompleks, tergantung jenis epoxy dan *curing agent* yang digunakan.

- Proporsi material penguat dan matriks

Peningkatan sifat mekanik atau sifat lainnya pada nanokomposit didapatkan hanya dengan penambahan komposisi *clay* yang lebih sedikit dibandingkan dengan komposisi partikel atau serat pada komposit konvensional [5].

Pada penelitian ini, nanokomposit dengan komposisi *clay* bervariasi dan komposit konvensional dengan komposisi serat gelas tertentu akan disintesa, dan pengaruh komposisi *clay* terhadap sifat mekanik dan struktur permukaan *fracture* nanokomposit akan dipelajari.

## 2. *Sifat material penguat dan matriks*

Material penguat yang ideal digunakan pada komposit adalah material yang memiliki *Modulus Young* dan kekuatan yang tinggi. Seperti halnya material keramik lapisan alumina dan silikat pada *clay* memiliki *Modulus Young* dan kekuatan yang tinggi.

Berbagai jenis polimer matriks dengan sifat mekanik, viskositas dan temperature transisi gelas ( $T_g$ ) yang bervariasi akan menghasilkan komposit dengan sifat mekanik yang bervariasi pula. Matriks epoxy yang merupakan polimer termoseting memiliki sifat mekanik yang sangat baik untuk aplikasi struktural, serta viskositas yang dapat dikontrol berdasarkan temperature dan  $T_g$  yang dapat dikontrol berdasarkan pilihan *curing agent*.

Pada penelitian ini, penambahan *clay* pada matriks epoxy diharapkan menghasilkan nanokomposit dengan sifat mekanik yang lebih baik dari pada matriksnya dan bahkan komposit konvensional.

## 3. *Karakteristik dan kekuatan ikatan antar permukaan material penguat dan matrik*

Selain tergantung pada kontak permukaan, kekuatan ikatan antar permukaan material penguat dan matrik juga tergantung kepada karakteristik ikatan antar permukaan; contoh: ikatan mekanik, elektrostatis, kimia atau difusi dan jumlah ikatan yang ada; contoh: ikatan mekanik dan elektrostatis [2].

Pada penelitian ini, untuk mempelajari sifat mekanik nanokomposit maka nanokomposit *clay-epoxy* akan dibandingkan dengan komposit serat gelas-epoxy. Struktur

nanokomposit akan dipelajari dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*), dan struktur komposit konvensional akan dipelajari dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Sifat mekanik nanokomposit dan komposit konvensional akan dipelajari dengan melakukan uji tarik, tekan dan kekerasan. Struktur permukaan (*morphology*) *fracture* nanokomposit dan komposit konvensional akan dipelajari dengan menggunakan SEM.

### 1.3 Tujuan dan tempat penelitian

Tujuan umum dari penelitian ini adalah untuk mempelajari potensi nanokomposit epoxy untuk menggantikan komposit konvensional epoxy untuk aplikasi pada struktural pesawat terbang.

Tujuan khusus dari penelitian ini adalah sbb:

1. Mensintesa nanokomposit dan komposit konvensional
2. Mempelajari struktur internal material nanokomposit dan komposit konvensional
3. Memperlajari pengaruh komposisi *clay* terhadap sifat mekanik & struktur permukaan *fracture* material nanokomposit
4. Mempelajari sifat mekanik & struktur permukaan *fracture* material komposit konvensional

Tempat pelaksanaan penelitian ini adalah sbb:

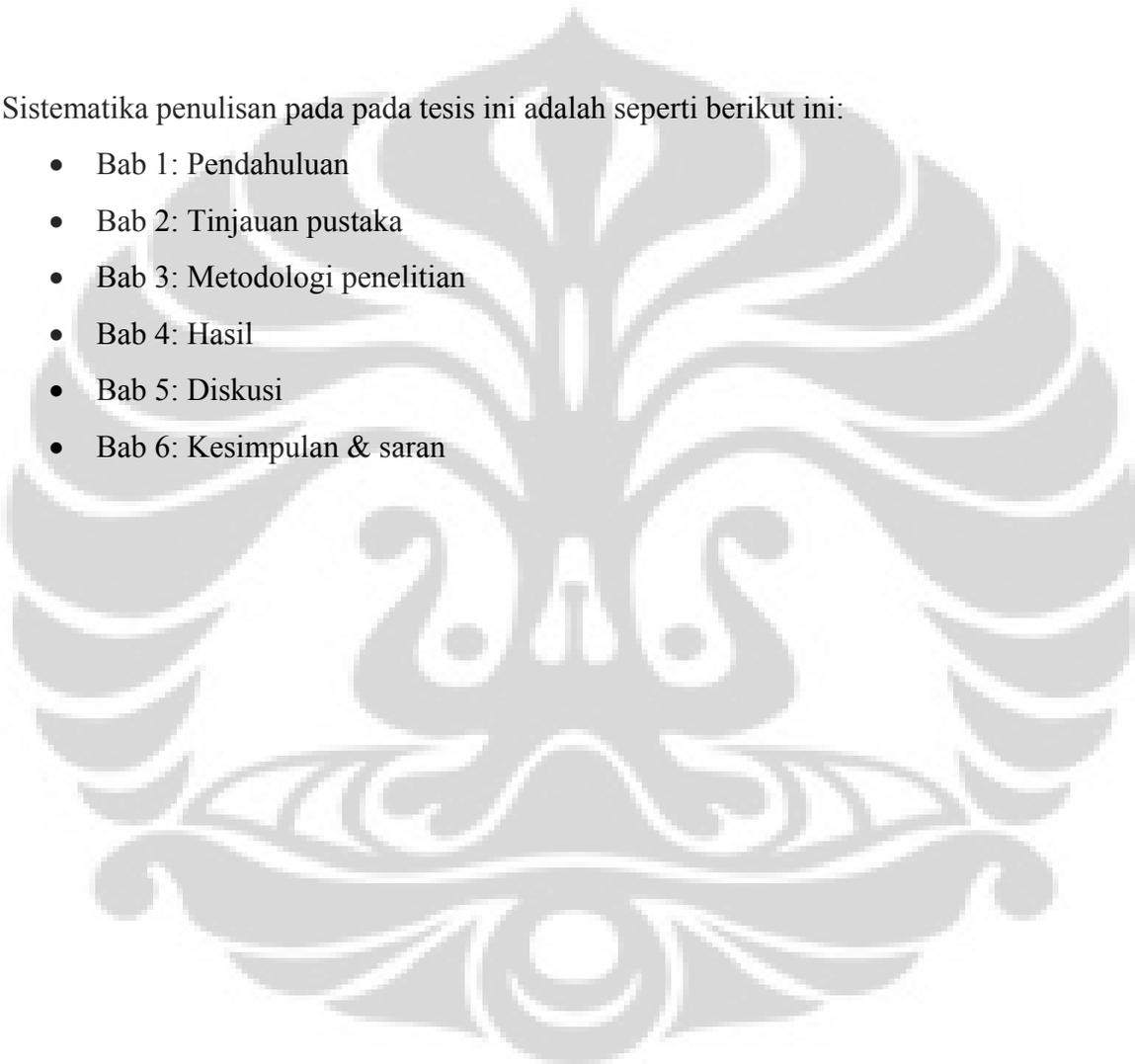
1. Pembuatan nanokomposit dan komposit konvensional dilakukan di PT. Korosi Specindo, Jakarta
2. Karakterisasi struktur nanokomposit dilakukan di PT. Indocement, Cibinong
3. Uji sifat mekanik, seperti uji tarik, tekan dan kekerasan, dilakukan di *Research Center for Material Science (RCMS)* Universitas Indonesia (UI), Salemba

4. Karakterisasi struktur komposit konvensional dan struktur permukaan *fracture* dilakukan di UI, Salemba

#### **1.4 Sistematika penulisan**

Sistematika penulisan pada pada tesis ini adalah seperti berikut ini:

- Bab 1: Pendahuluan
- Bab 2: Tinjauan pustaka
- Bab 3: Metodologi penelitian
- Bab 4: Hasil
- Bab 5: Diskusi
- Bab 6: Kesimpulan & saran



## BAB 2: TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Tanah lempung (*clay*)

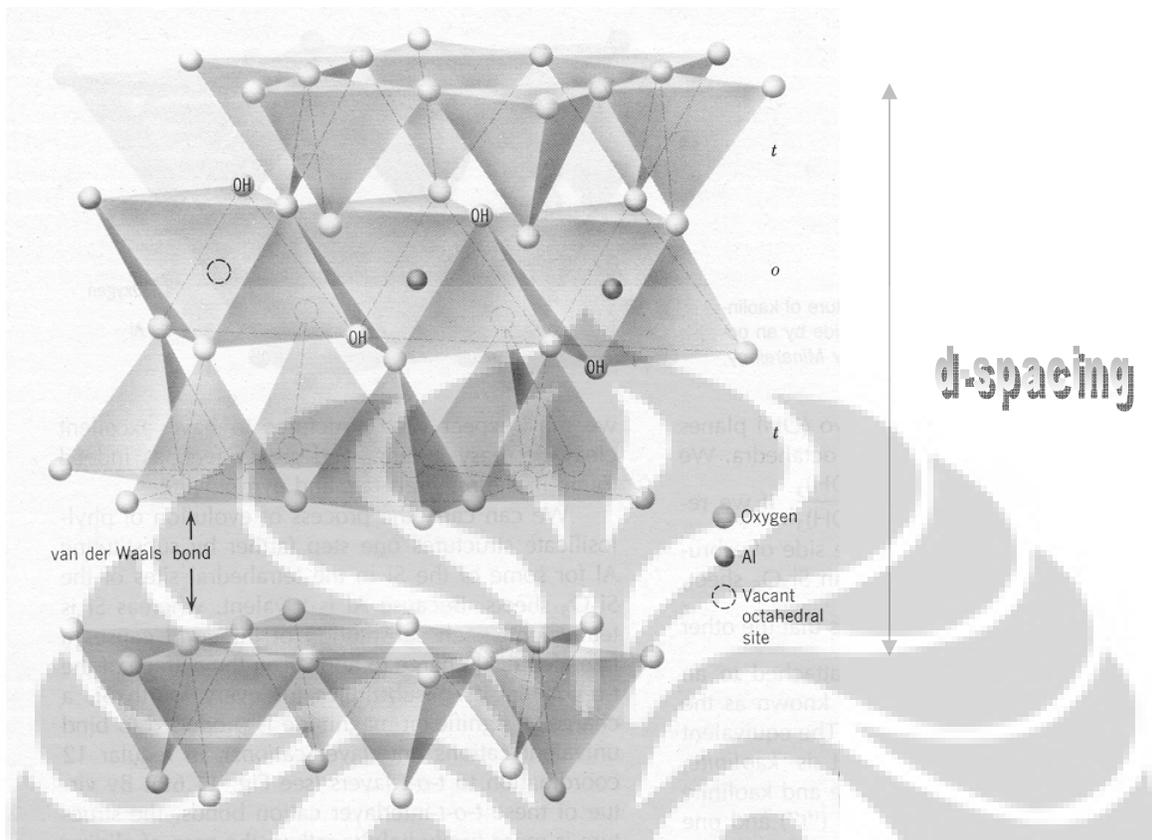
Material *clay* (tanah lempung) adalah salah satu mineral dalam grup mineral silikat. Mineral silikat memiliki rumus kimia dasar  $\text{SiO}_4^{-4}$  dan struktur molekul anion berbentuk tetrahedral. Setiap ion oksigen pada  $\text{SiO}_4^{-4}$  tetrahedral memiliki satu elektron bebas yang dapat berikatan dengan ion silikon lain, akibatnya terbentuklah struktur molekul  $\text{SiO}_4$  tetrahedral yang saling berikatan satu sama lain. Berdasarkan struktur molekul  $\text{SiO}_4$  tetrahedral, mineral silikat dapat diklasifikasikan seperti berikut ini [19]:

1. *Nesosilicates* (single tetrahedral)
2. *Sorosilicates* (double tetrahedral)
3. *Inosilicates* (single dan double rantai/*chains*)
4. *Cyclosilicates* (cincin/*ring*)
5. *Phyllosilicates* (lapisan/*sheet*)
6. *Tectosilicates* (kerangka/*framework*)

*Clay* sangat mendapat perhatian dalam penelitian polimer nanokomposit karena *clay*, yang termasuk dalam kelas *phyllosilicates*, selain memiliki struktur molekul yang berupa lapisan juga memiliki bentuk partikel yang berupa lapisan dengan tebal berukuran nano dan aspek ratio yang tinggi, dan berdasarkan hasil penelitian, komposit dengan material penguat yang berukuran skala molecular (nanokomposit) memiliki keunggulan dibandingkan komposit dengan material penguat yang berukuran makro (komposit konvensional), contoh: sifat mekanik [5-12], resistansi penyerapan gas (*gas barrier*) [13], temperature distorsi panas (*heat distortion temperature/HDT*) [5, 14-15] dan tahan api (*flammability resistant*) [15]. Selain itu, *clay* memiliki stabilitas kimia yang baik dalam polimer matriks dan kekuatan yang tinggi [20].

*Clay* yang biasa digunakan untuk menghasilkan nanokomposit adalah jenis *montmorillonite* (MMT). MMT berada di alam dalam lapisan bumi yang berasal dari abu vulkanik dan endapan lava yang biasa disebut *bentonite*. Sebagian besar kandungan bentonite adalah MMT, sedangkan sisanya adalah mineral silikat lain seperti: *feldspar*, *zeolite*, *quartz* dan *mica* [21].

Lapisan MMT memiliki tebal sekitar 1nm dengan panjang sekitar 1 $\mu$ m [18] dan struktur kristal yang terdiri dari satu lapisan alumina oktahedral dengan ion Al<sup>+3</sup> di dalamnya dan diapit oleh dua lapisan silikat tetrahedral dengan ion Si<sup>+4</sup> di dalamnya. Di alam, ion Al<sup>+3</sup> dalam alumina oktahedral dapat digantikan oleh ion Mg<sup>+2</sup> atau Fe<sup>+3</sup>, dan ion Si<sup>+4</sup> dalam silikat tetrahedral dapat digantikan oleh ion Al<sup>+3</sup> melalui proses yang disebut pertukaran isomorphy (*isomorphous substitution*). Akibat proses *isomorphous substitution* ini adalah lapisan MMT memiliki muatan negatif berlebih yang kemudian membentuk ikatan elektrostatik / *Van Der Waals* dengan ion positif yang bebas di alam, seperti: Ca<sup>+2</sup>, Na<sup>+1</sup>, K<sup>+1</sup> dan Mg<sup>+2</sup>. Ion-ion positif ini selanjutnya dapat berikatan dengan dua lapisan MMT sekaligus yang menyebabkan partikel MMT berada di alam berbentuk lapisan yang bertingkat-tingkat seperti pada Gambar 2.1, dan bila MMT alami ini langsung dicampurkan dengan polimer matrik maka tidak akan didapatkan lapisan MMT yang terdistribusi dalam polimer melainkan aglomerasi partikel MMT yang berukuran makro. Proses *isomorphous substitution* juga mengakibatkan MMT memiliki rumus kimia yang tidak tetap, tergantung pada kondisi lingkungan MMT tersebut, contoh: Na<sub>0.33</sub>K<sub>0.01</sub>Ca<sub>0.02</sub>(Mg<sub>0.26</sub>Fe<sub>0.23</sub>Al<sub>1.51</sub>)(Al<sub>0.12</sub>Si<sub>3.88</sub>)O<sub>10</sub>(OH)<sub>2</sub> dari Wyoming dan Na<sub>0.51</sub>K<sub>0.03</sub>Ca<sub>0.03</sub>(Mg<sub>0.36</sub>Fe<sub>0.14</sub>Al<sub>1.46</sub>)(Al<sub>0.13</sub>Si<sub>3.88</sub>)O<sub>10</sub>(OH)<sub>2</sub> dari tempat lainnya [22].



Gambar 2.1. Struktur kristal lapisan MMT [23]

Oleh karena itu masalah utama dalam penelitian polimer nanokomposit adalah bagaimana mensisipkan polimer kedalam ruang antar lapisan MMT (*gallery space*) untuk kemudian memisahkan lapisan-lapisan tersebut sehingga didapatkan lapisan MMT yang terdistribusi secara homogen dalam polimer matrik.

Masalah ini dapat diatasi dengan cara seperti berikut ini:

1. *Solution induced intercalation*: melarutkan *clay* dalam polimer yang telah diencerkan dengan pelarut organik lalu antara polimer dan pelarut dipisahkan dengan cara penguapan pelarut atau pengendapan polimer
2. *In Situ Polymerization*: melarutkan *clay* dalam monomer lalu ditambahkan *curing agent* (material untuk memulai polimerisasi)
3. *Melt Processing*: melarutkan *clay* dalam polimer termoplastik yang berada pada kondisi cair

Akan tetapi untuk dapat melakukan ketiga cara ini, perlu dilakukan terlebih dahulu proses pertukaran kation, dan *clay* yang telah mengalami pertukaran kation dinamakan *organo clay*.

## 2.2 *Organo Clay*

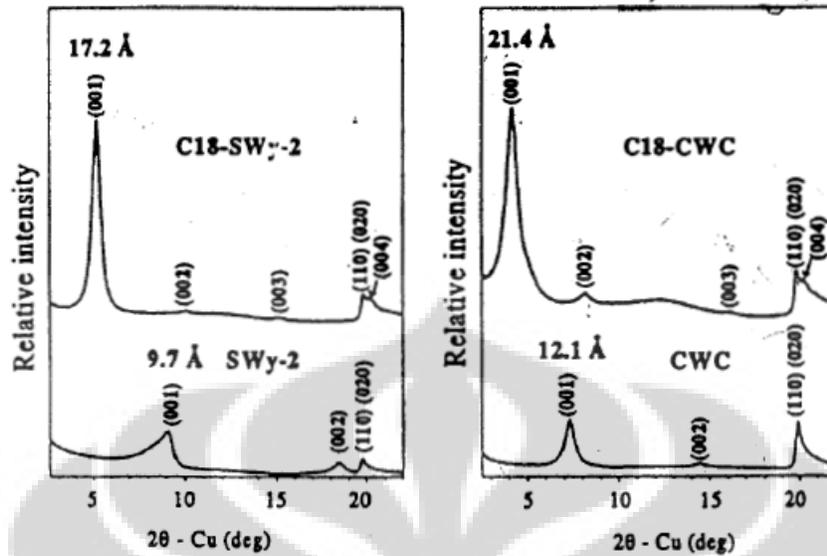
Pada *organo clay*, kation inorganik yang berada di dalam *gallery space* seperti:  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{Na}^{+1}$ ,  $\text{K}^{+1}$  dan  $\text{Mg}^{+2}$  telah digantikan oleh kation organik yang umumnya berupa senyawa kation *alkyl ammonium* ( $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{NH}_3^+$ ) melalui proses pertukaran kation, seperti yang telah dilakukan oleh Usuki et al [22].

MMT alami memiliki sifat dapat larut dalam air (*hydrophilic*) karena ion oksigen dan OH (*hydroxyl*) pada lapisan MMT dan kation pada *gallery space* masing-masing dapat membentuk ikatan hydrogen dan elektrostatik dengan senyawa polar [24]. Sedangkan polimer yang merupakan senyawa organik memiliki sifat tidak dapat larut dalam air (*hydrophobic*) karena merupakan senyawa non-polar. Sehingga, bila MMT alami dicampurkan dengan polimer maka akan didapatkan larutan yang tidak homogen. Oleh karena itu, tujuan utama dari proses pertukaran kation adalah untuk membuat MMT secara kimiawi menyerupai polimer agar MMT dapat terlarutkan dalam polimer matrik (*organophilic*) [11].

Selain membuat MMT secara kimiawi menyerupai polimer, proses pertukaran kation juga menyebabkan peningkatan jarak antar lapisan MMT (*d-spacing*), lihat Gambar 2.1, yang selanjutnya memudahkan penyisipan polimer ke dalam *gallery space* [11].

Kemampuan *clay* untuk menukarkan kation dapat ditentukan secara kuantitatif dan dinamakan CEC (*Cation Exchange Capacity*). CEC tergantung kepada proses *isomorphous substitution* yang terjadi pada lapisan oktahedral dan tetrahedral sehingga CEC suatu *clay* tergantung pada kondisi lingkungan *clay* tersebut [22].

Karakterisasi penyisipan/interkalasi polimer ke dalam *gallery space* pada *organo clay* dapat dilakukan dengan menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*). Gambar 2.2 menunjukkan difraktogram dua macam *clay* yang memiliki nilai CEC berbeda, baik sebelum maupun sesudah proses pertukaran kation menggunakan kation *octadecyl ammonium* ( $C_{18}H_{37}NH_3^+$ ). Kedua *clay* ini masing-masing adalah: pertama, *clay* yang berasal dari Wyoming (SWy) kemudian dipurifikasi menjadi Na-MMT (SWy-2) dan kedua, *clay* Na-MMT (CWC) yang telah dipurifikasi secara industrial oleh Nanocor. Kemudian setelah proses pertukaran kation, *organo clay* yang dihasilkan masing-masing adalah C18-SWy-2 dan C18-CWC. Peningkatan *d-spacing* akibat penyisipan kation *octadecyl ammonium* ditunjukkan oleh pergeseran puncak bidang (001) pada kedua *clay* ini. Seperti terlihat pada Gambar 2.2, *clay* SWy-2 dan CWC memiliki *d-spacing* masing-masing sebesar 9.7Å dan 12.1Å, kemudian setelah interkalasi masing-masing menjadi 17.2Å dan 21.4Å. Disamping ini, Gambar 2.2 juga menunjukkan *clay* SWy-2 dan CWC memiliki difraktogram yang berbeda, baik sebelum maupun sesudah proses pertukaran kation, dan peningkatan *d-spacing* yang berbeda sesudah proses pertukaran kation. Hal ini disebabkan oleh perbedaan jumlah kation inorganik yang dapat dipertukarkan atau CEC pada kedua *clay* ini. Clay SWy-2 dan CWC masing-masing memiliki nilai CEC sebesar 94 dan 140 meq/100g, dan karena CWC memiliki nilai CEC yang lebih tinggi dibandingkan SWy-2 maka semakin banyak pula senyawa kation organik yang dapat disisipkan ke dalam *gallery space*, sehingga akibatnya setelah proses pertukaran kation CWC memiliki *d-spacing* yang lebih tinggi dibandingkan SWy-2 [22].

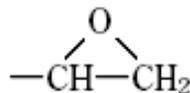


Gambar 2.2. Difraktogram *clay* tipe SWy-2 (kiri) dan CWC (kanan) sebelum (bawah) dan sesudah (atas) proses pertukaran kation menggunakan kation *octadecyl ammonium* [22]

### 2.3 Polimer epoxy

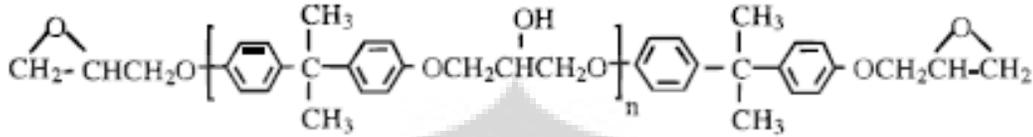
Polymer epoxy, seperti polimer termoseting lain umumnya, terdiri dari dua komponen: epoxy resin dan *curing agent*. Epoxy resin merupakan *pre-polymer* atau senyawa epoxy yang masih sederhana dengan struktur molekul berupa linear, dan *curing agent* merupakan senyawa yang dapat bereaksi dengan gugus epoxy untuk menghasilkan polimer epoxy dengan struktur molekul berupa sambung silang (*cross link*).

Epoxy resin memiliki ciri khas berupa gugus *oxirane* yang reaktif, seperti pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Gugus *oxirane* pada epoxy resin [25]

Epoxy resin yang biasa digunakan untuk aplikasi umum adalah *bifunctional diglycidyl ether of bisphenol-A* (DGEBA), yang memiliki dua gugus *oxirane*, seperti pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. *Bifunctional Diglycidyl Ether of Bisphenol-A* (DGEBA) [8]

Sedangkan untuk aplikasi yang membutuhkan modulus dan temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) yang tinggi, seperti pesawat terbang, epoxy resin dengan jumlah gugus *oxirane* yang lebih banyak harus digunakan; contoh: *trifunctional triglycidyl p-amino phenol* (TGAP) dan *tetrafunctional tetraglycidyl diamino diphenylmethane* (TGDDM) yang masing-masing memiliki tiga dan empat gugus *oxirane* [12].

Selain tersedia dalam berbagai jenis untuk berbagai aplikasi, Epoxy resin dapat digunakan dengan berbagai *curing agent* tergantung kepada pilihan aplikasi, lamanya waktu *curing* (*curing time*), temperatur *curing* (*curing temperature*), temperatur transisi gelas ( $T_g$ ) dan proses [3]. Disamping ini, epoxy resin memiliki viskositas yang dapat diatur berdasarkan temperatur untuk memudahkan proses [25-26].

Polimer epoxy umum digunakan untuk aplikasi pesawat terbang karena memiliki sifat mekanik dan ketahanan terhadap kimia yang sangat baik (*chemical resistance*), bebas dari gas hasil reaksi yang dapat membentuk lubang (*void*) dan dimensi yang cukup stabil setelah curing (*low shrinkage*). Disamping ini, sifat mekanik polimer epoxy dapat ditingkatkan dengan penambahan penguat (*reinforce*) [3].

## 2.4 Komposit serat gelas-epoxy

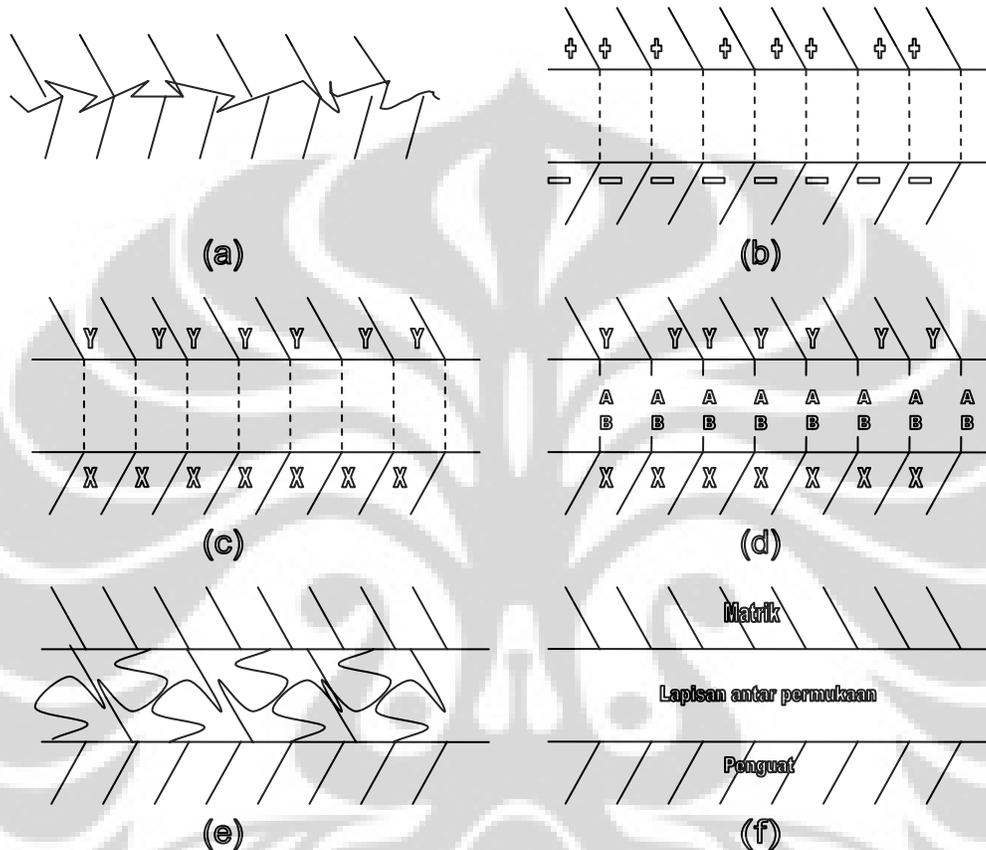
Komposit serat gelas-epoxy adalah komposit yang terdiri dari epoxy sebagai matriks dan serat gelas sebagai penguat. Serat gelas sangat banyak digunakan sebagai penguat karena murah, ringan, kuat dan karakteristik non-metal. Komposisi serat gelas umumnya terdiri dari  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  dan  $\text{MgO}$ . Berdasarkan aplikasinya, serat gelas dapat dibedakan menjadi: gelas-E untuk aplikasi papan elektronik (*electrical board*) dan gelas-S untuk aplikasi struktural. Berdasarkan geometrinya, serat gelas dapat dibedakan menjadi: kontinu dan non-kontinu, seperti pada Gambar 1.1. Lebih jauh lagi, serat gelas kontinu dapat dibedakan menjadi: *weaving*, *knitting* dan *braiding*; sedangkan, serat gelas non-kontinu dapat dibedakan menjadi: arah tertentu (*unidirectional*) dan segala arah (*multidirectional*) [3].

Penambahan serat gelas pada epoxy matriks umumnya adalah untuk mendapatkan peningkatan sifat mekanik yang tinggi dengan peningkatan berat yang rendah sehingga didapatkan material dengan rasio kekuatan terhadap densitas yang tinggi. Karena memiliki rasio kekuatan terhadap densitas yang tinggi, komposit serat gelas-epoxy umum digunakan pada alat transportasi, pesawat terbang khususnya, dengan tujuan mengurangi berat kendaraan dan meningkatkan efisiensi bahan bakar.

Komposit serat gelas-epoxy memiliki sifat mekanik yang sangat baik terutama dikarenakan kekuatan ikatan yang baik antar epoxy dan serat gelas, yang memungkinkan beban dapat ditransfer dari epoxy kepada serat gelas. Kekuatan ikatan antar epoxy dan serat gelas ditentukan oleh kontak permukaan antar epoxy dan serat gelas. Serat gelas dengan diameter berkisar antara 3 sampai 20  $\mu\text{m}$  memiliki aspek rasio ( $L/D$ ) yang tinggi sehingga memungkinkan kontak permukaan yang tinggi dengan epoxy matriks. Semakin tinggi kontak permukaan semakin tinggi pula kekuatan ikatan. Disamping ini, kekuatan ikatan antar epoxy dan serat gelas juga ditentukan oleh karakteristik ikatan antar permukaan epoxy dan serat gelas.

Menurut F.L. Mathews dan R.D. Rawling, kekuatan ikatan antar matriks dan material penguat pada komposit ditentukan oleh karakteristik ikatan antar permukaan dan jumlah ikatan yang ada. Karakteristik ikatan antar permukaan yang mungkin terjadi adalah:

ikatan mekanik, elektrostatis, kimia dan difusi, seperti pada Gambar 2.5. Semakin banyak jumlah ikatan yang ada antar permukaan, contoh: ikatan mekanik dan elektrostatis, semakin tinggi kekuatan ikatan [2].



Gambar 2.5. Berbagai karakteristik ikatan antar permukaan pada komposit: (a) ikatan mekanik, (b) ikatan elektrostatis, (c) ikatan kimia, (d) ikatan kimia pada serat gelas yang dilapisi dengan *silane*, (e) ikatan kimia yang melibatkan polimer, (f) ikatan difusi [2]

Komposit serat gelas-epoxy dapat disintesa melalui metode *wet laminating*, *moulding* dan *filament winding*. Pada metode *wet laminating*, susunan serat gelas, yang telah dibasahi dengan epoxy secara manual, diletakan di antara plat metal yang telah dilapisi zat pelepas (*releasing agent*) kemudian dibiarkan *curing*, dan pada saat yang bersamaan diberikan tekanan pada kedua plat ini. Pada metode *moulding*, serat gelas yang telah mengandung epoxy matrik (*pre-preg/impregnated*) diletakan dalam cetakan yang dipanaskan kemudian diberikan tekanan dan dibiarkan *curing*. Pada metode *filament winding*, serat

gelas *pre-preg* dililitkan pada silinder dengan orientasi lilitas tertentu kemudian dibiarkan *curing* [2].

## 2.5 Nanokomposit *clay-epoxy*

Nanokomposit *clay-epoxy* adalah komposit yang terdiri dari epoxy sebagai matriks dan *organo clay* sebagai penguat. Penggunaan *organo clay* sebagai penguat dalam polimer matrik sudah dilakukan sejak lebih dari 50 tahun yang lalu. Pada tahun 1950, Carter et al menambahkan *organo clay* dalam *elastomer*, dan pada tahun 1963, Nahin dan Backlund dari Union Oil Co menambahkan *organo clay* dalam *polyolefin*. Akan tetapi, baik Carter et al maupun Nahin dan Backlund tidak mempelajari struktur dan sifat-sifat komposit yang terbentuk. Nanokomposit baru dikenal pada tahun 1976, ketika Fuiwara dan Sakamoto dari Unichika Co memperkenalkan struktur nanokomposit *clay-nylon 6* yang pertama. Selanjutnya pada tahun 1986, para peneliti dari Toyota melaporkan sifat mekanik dan temperatur distorsi panas (HDT) nanokomposit *clay-nylon 6* yang meningkat drastis dibandingkan nylon 6 matrik [18].

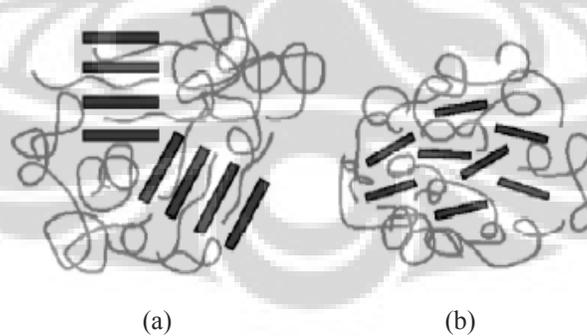
Nanokomposit merupakan material baru dalam kelas polimer matrik komposit (PMC) karena berbeda dengan PMC umumnya yang memiliki material penguat dengan geometri yang berukuran makro, nanokomposit memiliki material penguat dengan geometri yang berukuran nano dan sekaligus memiliki aspek rasio yang tinggi.

Nanokomposit memiliki sifat-sifat yang lebih baik dibandingkan komposit konvensional, contohnya: pada nanokomposit *clay-nylon 6*, peningkatan sifat mekanik yang sama dengan komposit konvensional nylon 6 hanya membutuhkan penambahan *clay* yang jauh lebih sedikit dibandingkan dengan serat gelas atau penguat konvensional lainnya. Disamping ini, hal yang lebih menakjubkan adalah pada nanokomposit *clay-nylon 6* adalah peningkatan kekuatan (*strength*) diikuti dengan peningkatan ketahanan (*toughness*), sedangkan pada komposit konvensional nylon 6 umumnya, peningkatan

strength diikuti dengan penurunan toughness [5]. Pada nanokomposit *clay-polyimide*, peningkatan sifat mekanik diikuti peningkatan resistansi terhadap ekspansi panas dan penyerapan gas, sedangkan pada komposit konvensional *polyimide*, peningkatan resistansi terhadap penyerapan gas diikuti penurunan sifat mekanik [13]. Peningkatan sifat mekanik nanokomposit *clay-epoxy* terhadap epoxy matrik juga telah dilaporkan [7-12], namun belum ada penelitian yang membandingkan sifat-sifat nanokomposit *clay-epoxy* dengan komposit serat gelas-epoxy.

Nanokomposit umumnya memiliki sifat-sifat yang lebih baik dibandingkan komposit konvensional karena nanokomposit memiliki struktur dan karakteristik ikatan antar permukaan yang unik [20].

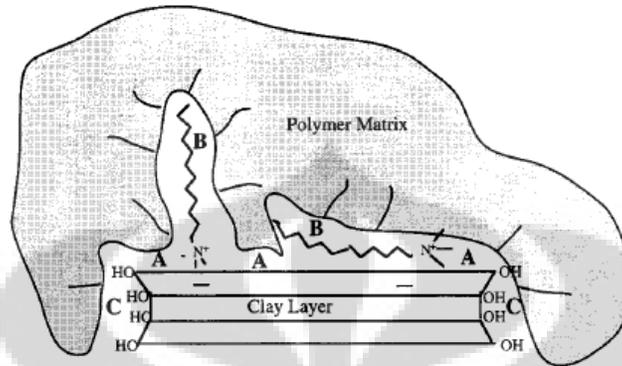
Menurut E.P. Giannelis, R. Khrisnamoorti dan E. Manias, nanokomposit *clay-polimer* terbentuk apabila lapisan silikat pada *clay* dalam interaksi dengan polimer matriks membentuk struktur interkalasi, dimana lapisan silikat tersusun paralel dengan berberapa rantai polimer tersisip diantara lapisan silikat ini, dan/atau struktur eksfoliasi, dimana lapisan silikat terpisah satu sama lain dan terdistribusi secara merata dalam polimer matrik, seperti pada Gambar 2.6 [27].



Gambar 2.6. Struktur nanokomposit: (a) struktur interkalasi, (b) struktur eksfoliasi [27]

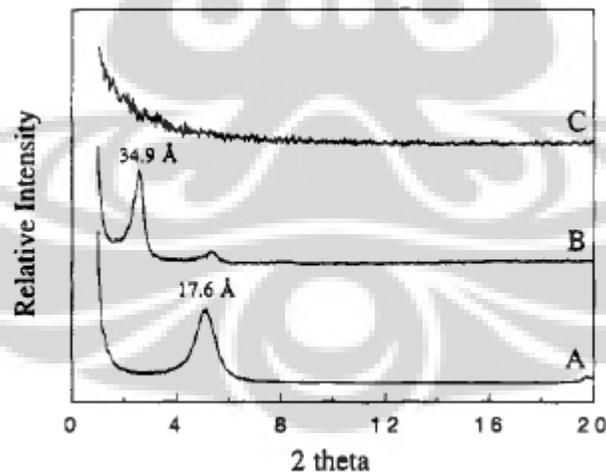
Karena *clay* berukuran nano, karakteristik ikatan pada nanokomposit berbeda dari pada komposit konvensional. Menurut Hengzhen Shi, Tie Lan dan T. J. Pinnavaia, karakteristik ikatan antar permukaan *clay* dan epoxy yang mungkin terjadi adalah: ikatan adsorpsi antara permukaan *clay* dengan epoxy, ikatan akibat interaksi polar antar rantai

*alkyl ammonium* dengan epoxy dan ikatan akibat interaksi antar gugus OH pada *clay* dengan epoxy, seperti pada Gambar 2.7 [10].



Gambar 2.7. Karakteristik ikatan antar permukaan *clay* dan epoxy: (A) ikatan adsorpsi antar permukaan *clay* dengan epoxy, (B) ikatan polar antar rantai alkyl ammonium dengan epoxy, (C) ikatan antar gugus OH pada *clay* dengan epoxy [10]

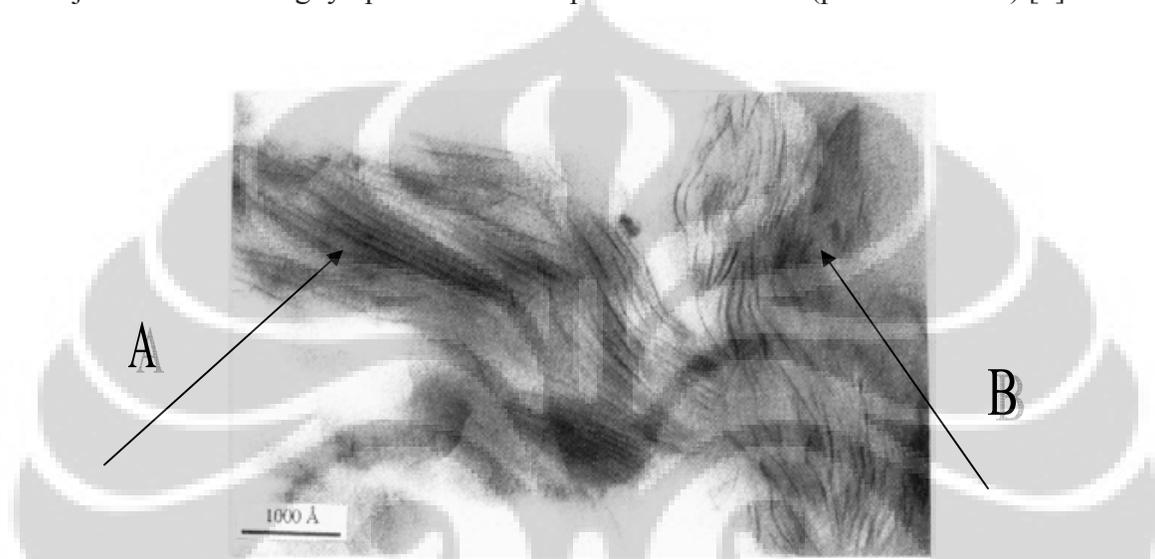
Karakterisasi struktur nanokomposit dapat dilakukan dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dan TEM (*Transmission Electron Microscope*), Gambar 2.8 dan 2.9 masing-masing menunjukkan hasil XRD dan TEM nanokomposit *clay*-epoxy.



Gambar 2.8. Difraktogram *organo clay* dalam keadaan yang berbeda-beda: (A) *organo clay*, (B) polimer interkalasi dalam *gallery space*, (C) eksfoliasi *organo clay* dalam nanokomposit [9]

Pada Gambar 2.8, struktur nanokomposit dikarakterisasikan oleh peningkatan *d-spacing* yang ditunjukkan oleh pergeseran puncak difraksi bidang (001) (*basal plane*). *Organo clay* yang awalnya memiliki *d-spacing* 17.6Å (pola difraksi A) mengalami peningkatan *d-*

*spacing* menjadi  $34.9\text{\AA}$  (pola difraksi B) setelah dilarutkan dalam epoxy resin pada temperatur  $75^{\circ}\text{C}$ . Peningkatan *d-spacing* ini menunjukkan terjadinya interkalasi pre-polimer ke dalam *gallery space*, yang sebelumnya telah terinterkalasi oleh senyawa kation organik. Selanjutnya setelah *curing agent* ditambahkan dalam campuran clay-epoxy resin dan proses polimerisasi selesai (*cured*), terbentuknya struktur eksfoliasi ditunjukkan oleh hilangnya puncak difraksi pada sudut rendah (pola difraksi C) [9].



Gambar 2.9. Struktur nanokomposit *clay-epoxy*: (A) struktur interkalasi (B) struktur eksfoliasi [8]

Pada Gambar 2.9, struktur nanokomposit dikarakterisasikan oleh interkalasi polimer di antara lapisan *clay*. Garis hitam yang tampak merupakan lapisan MMT dalam epoxy matrik. Struktur interkalasi pada nanokomposit *clay-epoxy* ditunjukkan oleh tanda panah A, sedangkan struktur eksfoliasi ditunjukkan oleh tanda panah B [8].

Metode sintesa nanokomposit dapat dibedakan menjadi tiga, dan seperti yang telah dijelaskan pada sub-bab 2.1, metode-metode ini adalah seperti berikut ini:

1. *Solution induced intercalation*
2. *In Situ Polymerization*
3. *Melt Processing*

Berikut ini adalah penjelasan singkat mengenai perkembangan penelitian nanokomposit *clay-epoxy* sejak lebih dari satu dekade yang lalu:

Penelitian nanokomposit *clay-epoxy* dimulai pada tahun 1989 oleh para peneliti Toyota, dengan harapan peningkatan sifat mekanik yang drastis pada nanokomposit nylon 6 dapat ditemukan pula pada nanokomposit epoxy. Akan tetapi, nanokomposit *clay-epoxy* yang dihasilkan, menggunakan metode *solution induce intercalation*, hanya mengalami sedikit peningkatan *impact resistance* dan HDT terhadap matriknya dibandingkan nanokomposit *clay-nylon 6* [28].

Selanjutnya pada tahun 1994, Muh S. Wang dan T. J. Pinnavaia berhasil mensintesa nanokomposit *clay-epoxy* dengan memanfaatkan kemampuan epoxy yang dapat terpolimerisasi antar sesama molekulnya akibat pengaruh temperatur tanpa disertai penambahan curing agent (*temperature induced self polymerization*). Akan tetapi, nanokomposit *clay-epoxy* yang dihasilkan memiliki struktur berupa partikel (*powder*), akibat perbedaan fasa antara epoxy matrik dan polyether-*clay*, yang menyebabkan pengujian sifat mekanik tidak dapat dilakukan. Disamping ini, Wang dan rekannya juga melaporkan bahwa faktor yang menentukan terbentuknya nanokomposit adalah *acidity* (kemampuan melepaskan ion H<sup>+</sup>) dan panjang rantai senyawa kation organik. Semakin tinggi *acidity* semakin cepat reaksi polimerisasi dalam *gallery space*, dan semakin panjang rantai semakin besar jarak *d-spacing* sehingga memungkinkan lebih banyak polimer yang masuk [28].

Pada tahun yang sama, Phillip B. Messersmith dan Emmanuel P. Giannelis berhasil mensintesa nanokomposit *clay-epoxy* menggunakan metode *in-situ polymerization*. Nanokomposit *clay-epoxy* yang dihasilkan mengalami peningkatan *dynamic modulus* yang jauh lebih tinggi dibandingkan epoxy yang ditambahkan *filler* dengan jumlah yang sama. Disamping ini, Messersmith dan rekannya juga melaporkan bahwa pilihan *curing agent* menentukan terbentuk atau tidak terbentuknya nanokomposit [7].

Juga pada tahun yang sama, Tie Lan dan T. J. Pinnavaia mensintesa nanokomposit *clay-epoxy* menggunakan metode *in-situ polymerization* dengan epoxy yang memiliki Tg di bawah temperatur ruang (*sub-ambient*). Nanokomposit *clay-epoxy* yang dihasilkan mengalami peningkatan kekuatan tarik (*tensile strength*) dan modulus tarik (*tensile modulus*) yang drastis terhadap epoxy matriknya, seperti halnya nanokomposit *clay-nylon 6* terhadap nylon 6 matriknya. Disamping ini, Tie Lan dan rekannya juga melaporkan bahwa panjang rantai senyawa kation organik menentukan terbentuknya struktur interkalasi atau eksfoliasi pada nanokomposit. Senyawa kation *alkyl ammonium*,  $C_nH_{2n+1}NH_3^+$ , dengan nilai  $n=8$  menghasilkan nanokomposit dengan struktur interkalasi dan eksfoliasi; akan tetapi, senyawa kation *alkyl ammonium* dengan nilai  $n=18$  menghasilkan nanokomposit yang seluruh strukturnya berupa struktur eksfoliasi [8].

Selanjutnya pada tahun 1995, Tie Lan, P. D. Kaviratna dan T. J. Pinnavaia memfokuskan penelitian nanokomposit *clay-epoxy* pada mekanisme pembentukan struktur eskfoliasi karena berdasarkan penelitian sebelumnya, nanokomposit *clay-epoxy* dengan struktur eksfoliasi ternyata memiliki sifat mekanik yang meningkat drastis terhadap epoxy matriknya, disamping karena menggunakan epoxy dengan sub-ambient Tg. Selain mempelajari mekanisme pembentukan struktur eksfoliasi, Tie Lan dan rekannya juga mempelajari mekanisme penyisipan epoxy resin ke dalam *gallery space* karena agar lapisan MMT dapat tereksfoliasi, epoxy resin harus terlebih dahulu disisipkan dalam *gallery space*. Semakin banyak epoxy resin dalam *gallery space* semakin mudah lapisan MMT tereksfoliasi. Tie Lan dan rekannya melaporkan bahwa penyisipan epoxy resin ke dalam *gallery space* tergantung pada panjang rantai senyawa kation organik dan CEC clay, sedangkan pembentukan struktur eksfoliasi pada nanokomposit selain tergantung pada panjang rantai senyawa kation organik juga tergantung pada *curing condition* yang menyebabkan kecepatan reaksi polimerisasi di dalam dan di luar *gallery space* sama. Semakin panjang rantai senyawa kation organik dan semakin kecil nilai CEC clay maka semakin banyak jumlah epoxy resin yang dapat disisipkan ke dalam *gallery space*. Bila reaksi polimerisasi di dalam *gallery space* lebih cepat dibandingkan di luar *gallery space* maka akan dihasilkan nanokomposit dengan struktur berupa powder, dan bila reaksi

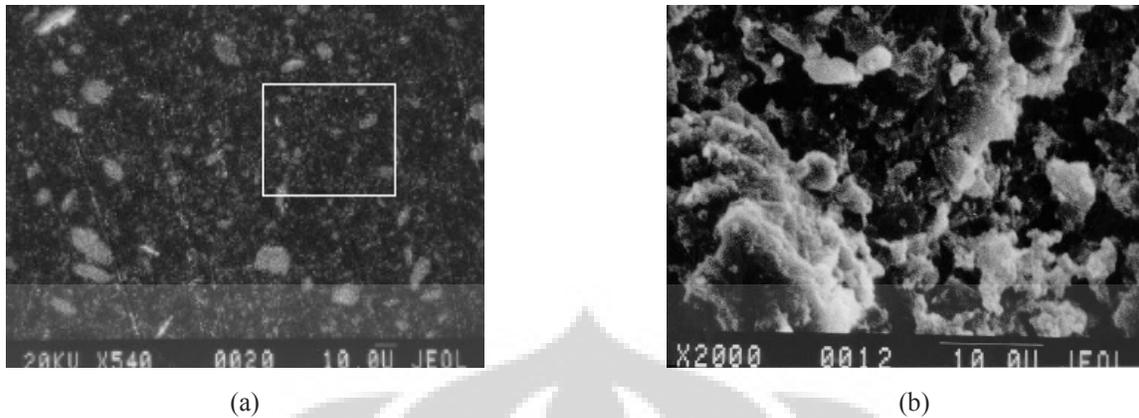
polimerisasi di luar *gallery space* lebih cepat dibandingkan di dalam *gallery space* maka akan dihasilkan nanokomposit dengan struktur interkalasi [9].

Selanjutnya pada tahun 1996, Hengzhen Shi, Tie Lan dan T. J. Pinnavaia berhasil mensintesa nanokomposit yang seluruh strukturnya berupa struktur eksfoliasi menggunakan senyawa kation *alkyl ammonium* dengan rantai pendek ( $n=3$ ), dengan menggunakan metode *in-situ polymerization* yang diikuti dengan proses *hot mold casting*. Hengzhen Shi dan rekannya memfokuskan penelitian nanokomposit *clay*-epoxy pada pengaruh dari karakteristik ikatan antar permukaan *clay* dan epoxy terhadap penambahan kekuatan (*reinforcement*). Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, karakteristik ikatan antar permukaan *clay* dan epoxy yang mungkin terjadi adalah: pertama, ikatan adsorpsi antara permukaan *clay* dengan epoxy; kedua, ikatan akibat interaksi polar antar rantai *alkyl ammonium* dengan epoxy; ketiga, ikatan akibat interaksi antar gugus OH pada *clay* dengan epoxy. Untuk mempelajari pengaruh dari karakteristik ikatan antar permukaan *clay* dan epoxy terhadap *reinforcement* maka, Hengzhen Shi dan rekannya membandingkan kekuatan tarik (*tensile strength*) dari nanokomposit yang memiliki rantai senyawa kation *alkyl ammonium* pendek ( $n=3$ ) dengan nanokomposit yang memiliki rantai senyawa kation *alkyl ammonium* panjang ( $n=18$ ). Hengzhen Shi dan rekannya melaporkan bahwa ikatan tipe pertama merupakan karakteristik ikatan yang paling berperan pada *reinforcement* dan sebaliknya, ikatan tipe kedua tidak berperan penting pada *reinforcement* karena kedua nanokomposit,  $n=3$  dan  $n=8$ , memiliki *tensile strength* yang sama. Sedangkan untuk mengetahui pengaruh ikatan tipe ketiga terhadap *reinforcement* perlu dilakukan penelitian lebih lanjut [10].

Selanjutnya pada tahun 2001, X. Kornman, H. Lindberg dan L. A. Berglund memfokuskan penelitian nanokomposit *clay*-epoxy pada pengaruh CEC *clay* terhadap struktur eksfoliasi. Kornman dan rekannya menggunakan metode *in-situ polymerization* dan melaporkan bahwa pada *clay* dengan nilai CEC rendah (94 meq/100g), struktur eksfoliasi sudah terbentuk pada saat pencampuran *clay* dalam epoxy resin, sedangkan pada *clay* dengan CEC tinggi (140 meq/100g), struktur eksfoliasi baru terbentuk setelah penambahan curing agent dan curing proses dan terbentuknya struktur eksfoliasi

tergantung pada lamanya waktu pencampuran *clay* dalam epoxy resin. Pada penelitian ini juga, Kornman dan rekannya menjelaskan mekanisme interkalasi epoxy resin ke dalam *gallery space* dan pembentukan struktur eksfoliasi [22]

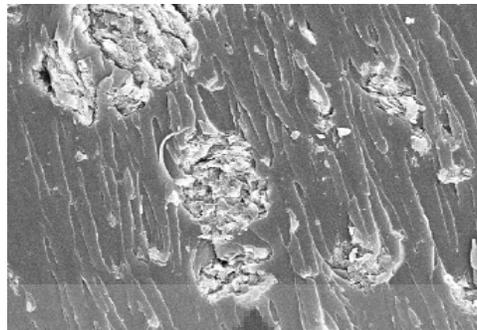
Pada tahun yang sama, Adam S. Zerda dan Alan J. Lesser memfokuskan penelitian nanokomposit *clay-epoxy* pada struktur interkalasi dari nanokomposit dengan epoxy yang memiliki Tg di atas temperatur ruang (*glassy epoxy*). Pada penelitian sebelumnya, struktur eksfoliasi pada nanokomposit dengan epoxy yang memiliki Tg sub-ambient (*rubbery epoxy*) berperan pada peningkatan tensile strength dan tensile modulus, sedangkan pada nanokomposit dengan *glassy epoxy*, struktur eksfoliasi tidak menghasilkan perilaku mekanik yang berbeda dari struktur butiran (*aggregate*) pada komposit konvensional, yaitu peningkatan kekakuan (*stiffness*) diikuti penurunan *toughness* dan strength. Pada penelitian ini, Adam S. Zerda dan rekannya melaporkan bahwa nanokomposit yang dihasilkan mengalami peningkatan *stiffness* yang diikuti oleh penurunan *tensile strength* dan kelenturan (*ductility*) seiring dengan penambahan komposisi *clay*, seperti halnya komposit konvensional. Walaupun demikian, Adam S. Zerda dan rekannya melaporkan bahwa struktur interkalsi pada nanokomposit yang dihasilkan berperan pada peningkatan *toughness* yang drastis terhadap matriknya seiring dengan penambahan komposisi *clay*. Pada penelitian ini juga, Adam S. Zerda dan rekannya menjelaskan mekanisme peningkatan *toughness* pada nanokomposit dengan *glassy epoxy* akibat struktur interkalasi. Gambar 2.10 menunjukkan struktur permukaan sebelum dan sesudah *fracture* pada nanokomposit dengan struktur interkalasi [11].



Gambar 2.10. Struktur permukaan nanokomposit dengan komposisi *clay* 12.5 (% berat): (a) sebelum (b) sesudah *fracture* [11]

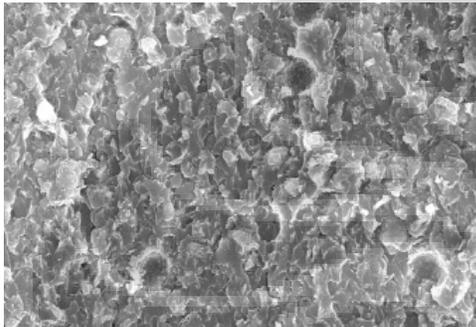
Selanjutnya pada tahun 2002, Ole Becker, Russel Varley dan George Simon mempelajari pengaruh penambahan *clay organo* terhadap sifat mekanik pada epoxy resin dengan jumlah gugus *oxirane* yang lebih banyak dibandingkan DGEBA epoxy; seperti: *trifunctional triglycidyl p-amino phenol* (TGAP) dan *tetrafunctional tetraglycidyl diamino diphenylmethane* (TGDDM) yang masing-masing memiliki tiga dan empat gugus *oxirane*. Ole Becker dan rekannya melaporkan bahwa dibandingkan DGEBA epoxy, pada TGAP dan TGDDM epoxy struktur eksfoliasi hanya dapat disintesis dengan jumlah *clay* yang lebih sedikit; walaupun demikian, peningkatan *toughness* diikuti peningkatan *stiffness* diamati baik pada DGEBA, TGAP maupun TGDDM epoxy [12].

Selanjutnya pada tahun 2004, Weiping Liu, Suong V. Hoa dan Martin Pugh memfokuskan penelitian nanokomposit *clay-epoxy* pada teknik pencampuran (*dispersion*) *organo clay* dalam epoxy matrik karena pada teknik pencampuran konvensional/*Direct Mixing* (DM), aglomerasi *clay* dengan ukuran makro ( $\mu\text{m}$ ) selalu ditemukan, disamping struktur interkalasi dan eksfoliasi. Weiping Liu dan rekannya melaporkan bahwa teknik pencampuran GMM (*Grinding Media Mill*) dan HPM (*High Pressure Mixing*) menghasilkan nanokomposit dengan *organo clay* yang tercampur dengan lebih baik dalam epoxy matriks dibandingkan teknik pencampuran konvensional. Gambar 2.11 menunjukkan struktur permukaan nanokomposit yang disintesa dengan teknik pencampuran DM, GMM dan HPM [30].



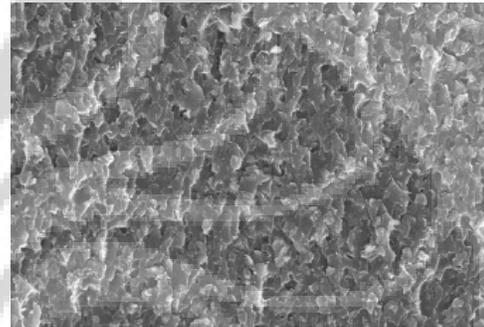
SEI 15.0kV x550 20µm

(a)



SEI 15.0kV x550 20µm

(b)



SEI 15.0kV x550 20µm

(c)

Gambar 2.11. Struktur permukaan nanokomposit dengan komposisi *clay* 5.66 (% berat) yang disintesa menggunakan teknik pencampuran: (a) *Direct Mixing* (DM), (b) *Grinding Media Mill* (GMM), (c) *High Pressure Mixing* (HPM) [30]

## BAB 3: METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Material

Material yang dipergunakan pada penelitian ini adalah seperti berikut ini:

#### 1. *Organo Clay*

Pada penelitian ini, *clay* yang digunakan adalah jenis *montmorillonite* (MMT) dan telah dimodifikasi melalui proses pertukaran kation menjadi *organo clay*.

*Organo clay* yang dipergunakan adalah *Nanomer I.30E* dari Nanocor, Inc., seperti pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. *Nanomer I.30E* dari Nanocor, Inc

*Nanomer I.30E* memiliki senyawa kation *primary octadecyl ammonium* dalam *gallery space*-nya ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{NH}_3^+$ -MMT) dan berasal dari Na-MMT (*sodium exchanged montmorillonite*) yang memiliki nilai CEC 120-130meq/100mg. Disamping ini, *Nanomer I.30E* juga memiliki partikel kering berukuran 8-10 $\mu\text{m}$  [31].

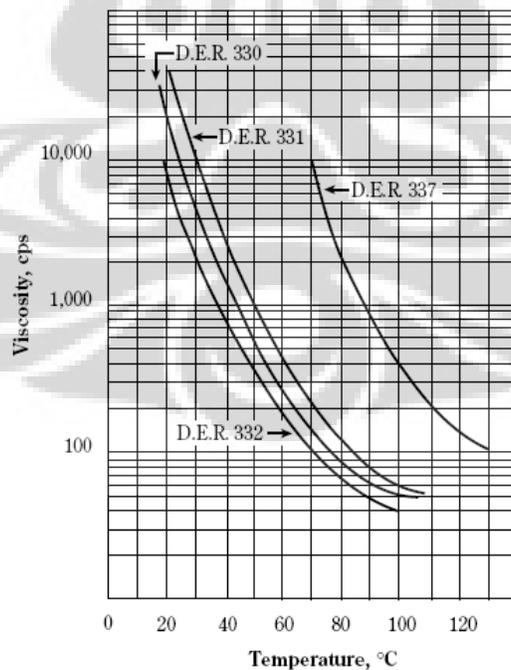
#### 2 *Epoxy resin*

Epoxy resin yang dipergunakan pada penelitian ini adalah *DER 331* dari *Dow Plastics*, seperti pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. *DER 331* dari *Dow Plastics*

*DER 331* adalah epoxy resin jenis *bifunctional diglycidyl ether of bisphenol A* (DGEBA) yang memiliki *epoxy equivalent weight* 182-192 dan viskositas yang dapat diatur berdasarkan temperatur, seperti pada Gambar 3.3 [25].



Gambar 3.3. Viskositas *DER 331* pada berbagai temperatur berbeda [25]

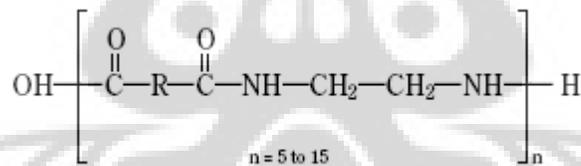
### 3 Curing agent

Curing agent yang dipergunakan pada penelitian ini adalah *Versamide 125* dari *Cognis. Co*; seperti pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4. *Versamid 125* dari *Cognis. Co*

*Versamide 125* adalah senyawa *polyamide* yang terdiri dari *dimerized fatty acid* dan *polyamine*, dengan struktur kimia seperti pada Gambar 3.5 [25].

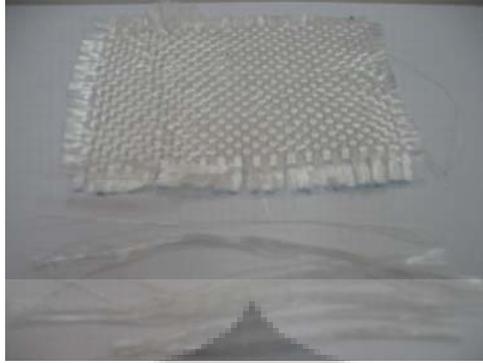


Gambar 3.5. Struktur kimia *polyamide* [25]

Penambahan *Versamide 125 curing agent* pada *DER 331 epoxy resin* akan menghasilkan *epoxy cross link* yang memiliki  $T_g$   $84^\circ\text{C}$  [26].

### 4 Serat gelas

Serat gelas yang dipergunakan pada penelitian ini adalah serat gelas komersial,  $600\text{g/m}^2$ , dan bentuk berupa anyaman (*weaving*), seperti pada Gambar 3.6.



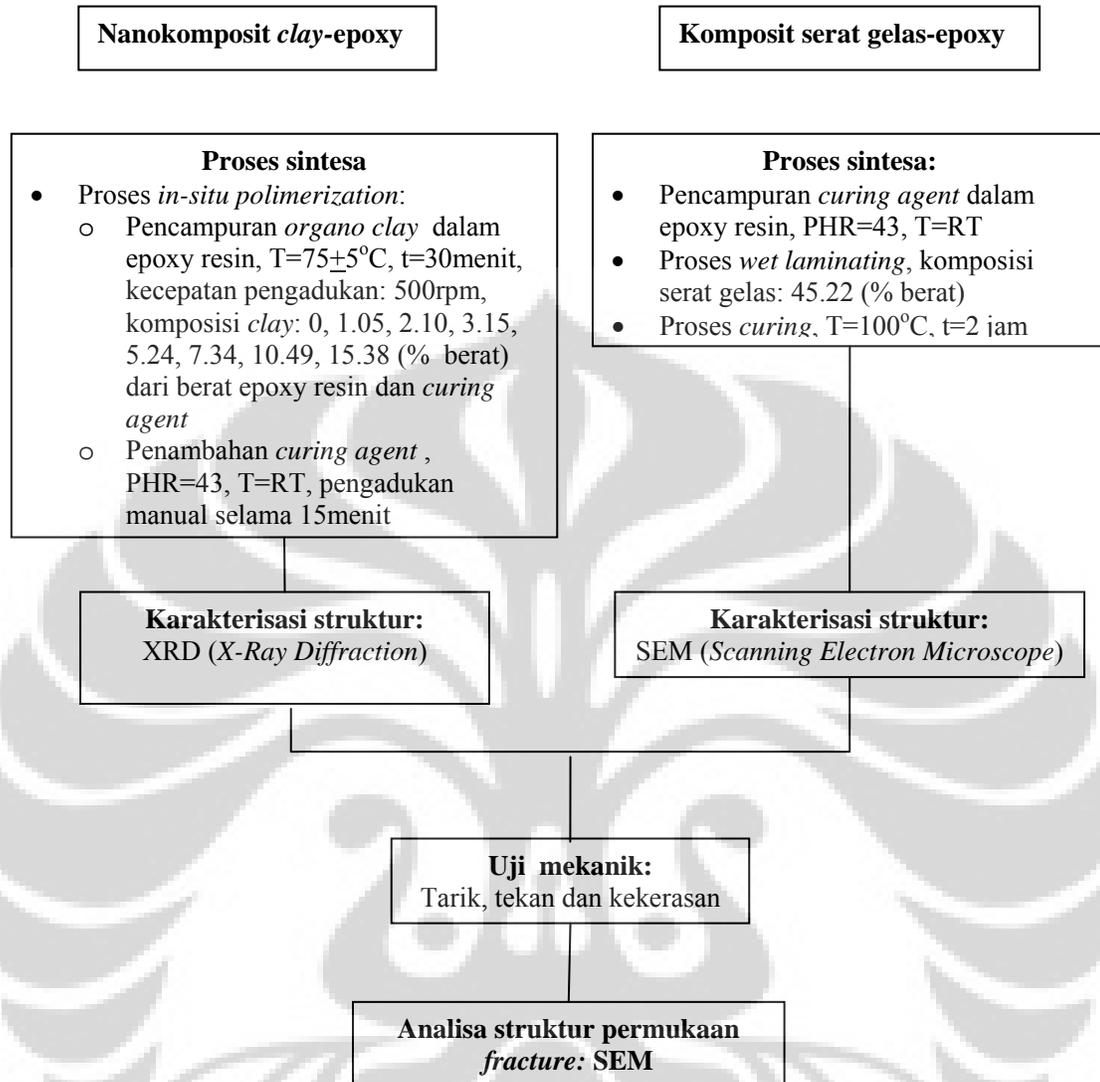
Gambar 3.6. Serat gelas komersial

### 3.2 Sistematika dan tahapan penelitian

Sistematika penelitian pada penelitian ini adalah seperti berikut ini:

1. Sintesa nanokomposit dan komposit konvensional
2. Karakterisasi struktur
3. Uji sifat mekanik
4. Analisa struktur permukaan *fracture*

Sedangkan tahapan penelitian pada penelitian ini adalah seperti pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7. Diagram tahapan penelitian

### 3.3 Peralatan penelitian

Peralatan yang dipergunakan untuk sintesa nanokomposit dan komposit konvensional pada penelitian ini adalah sbb:

#### 1 Alat timbang elektronik

Alat timbang elektronik yang dipergunakan pada penelitian ini adalah *Mettler Toledo* tipe *AB204S*, seperti pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8. Alat timbang elektronik *Mettler Toledo* tipe *AB204S*

## 2 *Pengaduk dan mesin pengaduk*

Pengaduk (*stirrer*) dan mesin pengaduk (*mixer*) yang dipergunakan pada penelitian ini masing-masing adalah pengaduk berbentuk baling-baling dan mesin *drill press*, seperti pada Gambar 3.9.



(a)



(b)

Gambar 3.9. Pengaduk (a) dan mesin pengaduk (b)

## 3 *Pemanas air*

Pemanas air (*water bath*) yang dipergunakan pada penelitian ini adalah elemen pemanas (*heating element*) yang ditambahkan dengan pengatur temperatur (*thermo controller*), seperti pada Gambar 3.10.

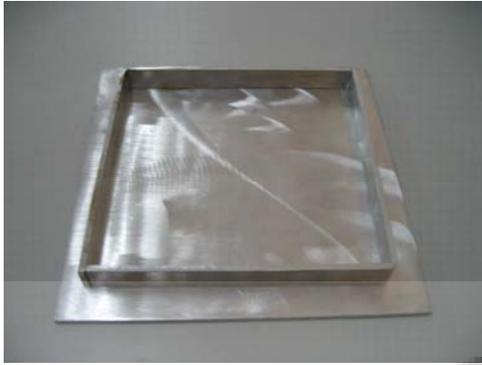


Gambar 3.10. Elemen pemanas yang ditambahkan pengatur temperatur

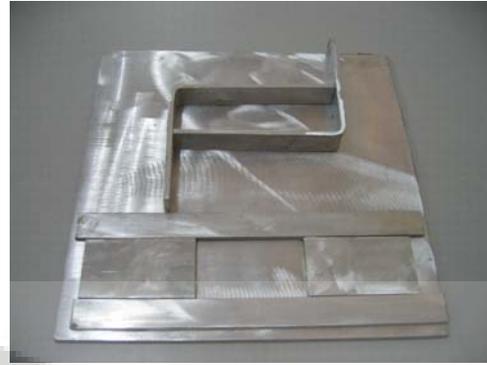
Berdasarkan hasil pengukuran, alat pemanas ini menghasilkan temperatur dengan toleransi  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ .

#### 4 Cetakan

Cetakan yang dipergunakan pada penelitian ini adalah cetakan aluminum dengan dimensi yang disesuaikan untuk specimen uji tarik, tekan dan kekerasan. Cetakan untuk specimen uji tarik memiliki dimensi 20x20cm, lihat Gambar 3.11a, dan cetakan untuk specimen uji tekan dan kekerasan memiliki dimensi masing-masing 4x10cm dan 5x8cm, lihat Gambar 3.11b



(a)



(b)

Gambar 3.11. Cetakan untuk specimen uji tarik (a) dan cetakan untuk specimen uji tekan (atas) dan uji kekerasan (bawah) (b)

## 5 Pemanas

Pemanas (*oven*) yang dipergunakan pada penelitian ini adalah pemanas masakan yang umum diperjual belikan (*cooking oven*), seperti pada Gambar. 3.12.



Gambar 3.12. Pemanas yang umum diperjual belikan

Berdasarkan hasil pengukuran, pemanas masakan ini menghasilkan temperatur dengan toleransi  $\pm 10^{\circ}\text{C}$ .

## 6 Termometer elektronik

Termometer elektronik yang dipergunakan pada penelitian ini adalah *Fluke multimeter* tipe 87 IV, seperti pada Gambar 3.13.



Gambar 3.13. Fluke multimeter tipe 87 IV

### 3.4 Sintesa nanokomposit *clay-epoxy*

Sintesa nanokomposit *clay-epoxy* dilakukan di PT. Korosi Specindo, Jakarta, menggunakan metode *in-situ polymerization* dengan langkah-langkah sbb [9, 22, 25, 32]:

1. Epoxy resin sebanyak 200g dipanaskan sampai  $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  (lihat Gambar 3.14a)
2. *Organo clay* ditambahkan sedikit demi sedikit dalam epoxy resin selagi pengadukan dengan kecepatan 500rpm selama 30menit (lihat Gambar 3.14a)
3. Campuran *organo clay-epoxy* resin didinginkan sampai mencapai temperatur ruang
4. *Curing agent* sebanyak 86g (43phr/part per hundred resin) ditambahkan ke dalam campuran *organo clay-epoxy* resin lalu diaduk secara manual selama 15menit
5. Campuran *organo clay*, epoxy resin dan *curing agent* dituangkan ke dalam cetakan yang telah dilapisi lembaran alumunium (*Aluminum Foil*)
6. Proses *curing* dilakukan dengan pemanasan pada  $100^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  selama 2jam (lihat Gambar 3.14b)



(a)



(b)

Gambar 3.14. Proses pengadukan *organo clay* dalam epoxy resin (a) dan proses curing (b)

Nanokomposit *clay-epoxy* yang disintesa pada penelitian ini memiliki komposisi *clay* yang bervariasi, yaitu: 0, 1.05, 2.10, 3.15, 5.24, 7.34, 10.49 dan 15.38 (% berat) dari berat epoxy resin dan *curing agent*.

### 3.5 Sintesa komposit serat gelas-epoxy

Sintesa komposit serat gelas-epoxy dilakukan di PT. Korosi Specindo, Jakarta, menggunakan metode *wet laminating*, seperti yang telah dijelaskan pada sub-bab 2.4, lihat Gambar 3.15.



(a)



(b)

Gambar 3.15. Proses penambahan lembaran serat gelas yang telah dibasahi epoxy (a) dan proses *curing* dengan diberikan tekanan (b)

Komposit serat gelas-epoxy yang disintesa pada penelitian ini memiliki komposisi serat gelas 45.22 (% berat).

### 3.6 Karakterisasi struktur nanokomposit dan komposit konvensional

Karakterisasi struktur nanokomposit dilakukan di PT. Indocement, Cibinong, menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*), sedangkan karakterisasi struktur komposit konvensional dilakukan di Universitas Indonesia (UI), Salemba, menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*), seperti berikut ini:

#### 1. XRD

- Preparasi specimen XRD

XRD dilakukan langsung pada nanokomposit *clay-epoxy* yang telah dibentuk menjadi lingkaran dengan diameter 3.5cm, seperti pada Gambar 3.16.



Gambar 3.16. Specimen XRD

- Peralatan XRD

Peralatan XRD yang digunakan adalah *D4-Endeavor*, seperti pada Gambar 3.17,



Gambar 3.17. *D4-Endeavor*

dengan operasional parameter yang digunakan adalah seperti berikut ini:

1. *Scanning angle* : 1 s/d 60° (2-theta)
2. *Step size* : 0.018°
3. *Step speed* : 0.1 detik/step
4. *Source of Radiation* : Cu (1.54Å)
5. *Radiation filter* : Ni
6. *Voltage* : 35 kV
7. *Current* : 45mA

- Kalkulasi d-spacing

Berdasarkan hasil XRD, *d-spacing* dapat dikalkulasi dari sudut difraksi bidang (001) menggunakan hukum *Bragg*, seperti berikut ini:

$$\lambda = 2d \sin \theta$$

dimana  $\lambda$  adalah panjang gelombang,  $d$  adalah *d-spacing*, dan  $\theta$  adalah sudut difraksi [29].

## 2. SEM

- Preparasi specimen SEM

Preparasi specimen dilakukan dengan cara memasukan specimen dalam epoxy *mounting*, kemudian bagian permukaan yang akan dikarakterisasi dipotong dan dihaluskan dengan amplas 1200, seperti pada Gambar 3.18.



Gambar 3.18. Specimen SEM

Setelah mendapatkan permukaan yang cukup halus, specimen kemudian dilapisi dengan lapisan emas.

- Peralatan SEM

Peralatan SEM dan pelapis emas yang digunakan masing-masing adalah *JEOL JSM-5310 LV* dan *JEOL JFC-1200*, seperti pada Gambar 3.19. *Acceleration voltage* yang digunakan pada pengamatan SEM adalah 30 KV.



(a)



(b)

Gambar 3.19. (a) *JEOL JSM-5310 LV*, (b) *JEOL JFC-1200*

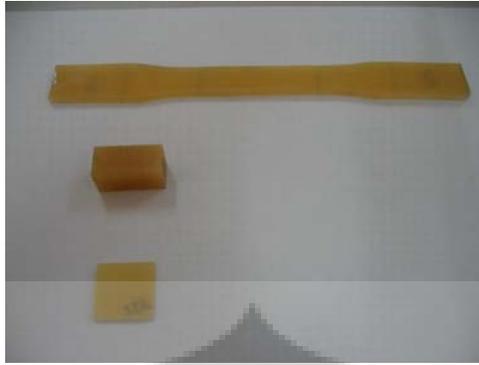
### 3.7 Uji sifat mekanik

Pengujian sifat mekanik nanokomposit dan komposit pada penelitian ini dilakukan di RCMS (*Research Center for Material Science*) UI, Salemba, menggunakan standar, proses preparasi specimen dan peralatan uji sifat mekanik seperti berikut ini:

#### 1 Standar uji sifat mekanik

Standar uji sifat mekanik yang digunakan pada penelitian ini adalah *ASTM D638* untuk uji tarik, *ASTM D695* untuk uji tekan dan *JIS K7215* untuk uji kekerasan.

Berdasarkan standar ini, specimen uji tarik, tekan dan kekerasan masing-masing adalah seperti yang terlihat pada Gambar 3.20 dari atas ke bawah.



Gambar 3.20. Specimen uji tarik (atas), tekan (tengah) dan kekerasan (bawah)

## 2 *Preparasi specimen uji mekanik*

Berikut ini adalah penjelasan proses preparasi specimen uji tarik, tekan dan kekerasan:

- Preparasi specimen uji tarik

Preparasi specimen uji tarik adalah seperti berikut ini:

1. Lembaran hasil cetakan yang berukuran 20x20cm dipotong menjadi specimen berukuran 2x17.5cm
2. Untuk mendapatkan bentuk yang diinginkan, jepit specimen ini dengan plat alumunium yang telah dibentuk sesuai dengan specimen uji tarik, lalu buang bagian specimen yang melebihi plat alumunium dengan cara diamplas (lihat Gambar 3.21a)
3. Untuk mendapatkan ketebalan yang diinginkan, letakkan specimen di antara kaca dengan ketebalan sesuai specimen uji tarik pada permukaan yang rata, lalu buang bagian specimen yang melebihi kaca dengan cara diamplas (lihat Gambar 3.21b)



(a)



(b)

Gambar 3.21. Proses pembentukan (a) dan proses pengurangan ketebalan (b) specimen uji tarik

- Preparasi specimen uji tekan

Preparasi specimen uji tekan adalah seperti berikut ini:

1. Potongan hasil cetakan yang berukuran 4x10cm, dipotong menjadi specimen berukuran 2x4cm
2. Gunakan mesin *milling* untuk mendapatkan bentuk yang diinginkan (lihat Gambar 3.22)



Gambar 3.22. Proses pembentukan specimen uji tekan dengan mesin *milling*

- Preparasi specimen uji kekerasan

Preparasi specimen uji kekerasan adalah seperti berikut ini:

1. Potongan hasil cetakan yang berukuran 5x8cm, dipotong menjadi specimen berukuran 2.5x2.5cm
2. Untuk meratakan sisi-sisi specimen, gunakan alat bantu seperti pada Gambar 3.23a, lalu buang bagian yang berlebih dengan cara diampelas
3. Untuk mendapatkan ketebalan yang diinginkan, letakkan specimen di antara kaca dengan ketebalan sesuai specimen uji kekerasan pada permukaan yang rata, lalu buang bagian specimen yang melebihi kaca dengan cara diampelas (lihat Gambar 3.23b)



Gambar 3.23. Proses pengrataan (a) dan proses pengurangan ketebalan (b) specimen uji kekerasan

### 3 *Peralatan Uji Mekanik*

Peralatan uji mekanik yang digunakan pada penelitian ini adalah seperti berikut ini:

- Peralatan uji tarik dan tekan

Uji tarik dan tekan dilakukan dengan menggunakan *Shimadzu Servopulser Loading Assembly model EHF-FD1-10LA* dan *Shimadzu Load Controller model 4825*, seperti pada Gambar 3.24, dengan kecepatan pengujian 15 mm/menit untuk uji tarik dan 5mm/menit untuk uji tekan.



(a)



(b)

Gambar 3.24. (s) *Shimadzu servopulser loading assembly*, (b) *Shimadzu load controller*

- Peralatan uji kekerasan

Uji kekerasan dilakukan dengan menggunakan *Mitutoyo 811 Durometer D*, seperti pada Gambar 3.25.



Gambar 3.25. *Mitutoyo 811 Durometer D*

### 3.8 Struktur permukaan *fracture*

Struktur permukaan *fracture* nanokomposit dan komposit konvensional dipelajari dengan menggunakan SEM, seperti berikut ini. Sebagai pembandingan, *Nanomer I30E* dan struktur permukaan nanokomposit sebelum *fracture* dipelajari menggunakan SEM.

### 1. *Preparasi specimen*

- Struktur permukaan *fracture*

Preparasi specimen dilakukan dengan cara mematahkan specimen menjadi dua bagian lalu memotong bagian yang mendekati permukaan *fracture*, tanpa merusak permukaan *fracture*, kemudian melapisi permukaan *fracture* dengan lapisan emas.

- Partikel Nanomer I30E

Setelah dilapisi dengan lapisan emas, partikel Nanomer I30E siap untuk dipelajari dengan SEM.

- Struktur permukaan nanokomposit sebelum *fracture*

Preparasi specimen untuk mempelajari permukaan nanokomposit sebelum *fracture* sama seperti preparasi specimen untuk mempelajari struktur komposit serat gelas-epoxy diatas.

### 2. *Peralatan SEM*

Peralatan SEM dan karbon *Coater* yang digunakan masing-masing adalah *JEOL JSM-5310 LV* dan *JEOL JFC-1200*. *Acceleration voltage* yang digunakan pada pengamatan SEM adalah 30 KV.

## BAB 4: HASIL

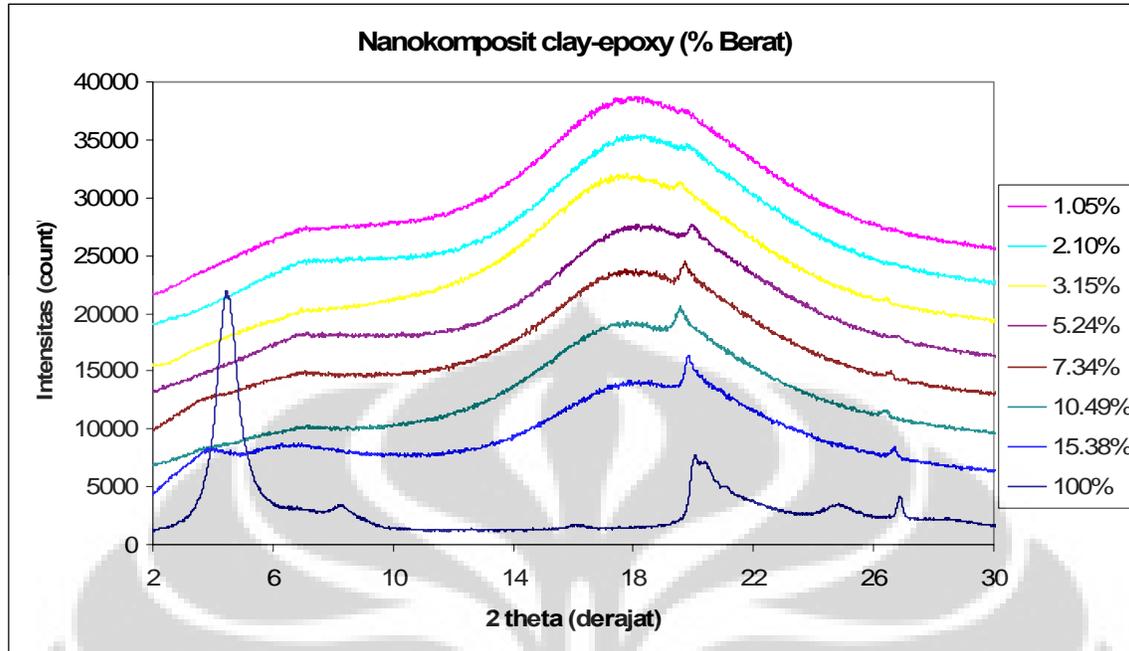


(a)

(b)

Gambar 4.1. Nanokomposit dengan kandungan *clay*: 0, 1.05, 2.10, 3.15, 5.24, 7.34, 10.49, 15.38 (% berat) dan komposit konvensional dengan kandungan serat gelas: 45.22 (% berat), dari kiri ke kanan, untuk: (a) uji tarik, (b) uji tekan dan kekerasan

Gambar 4.1 menunjukkan specimen nanokomposit dengan komposisi *clay*: 0, 1.05, 2.10, 3.15, 5.24, 7.34, 10.49 dan 15.38 (% berat); dan komposit konvensional dengan komposisi serat gelas: 45.22 (% berat) dari kiri ke kanan, untuk uji tarik, tekan dan kekerasan.



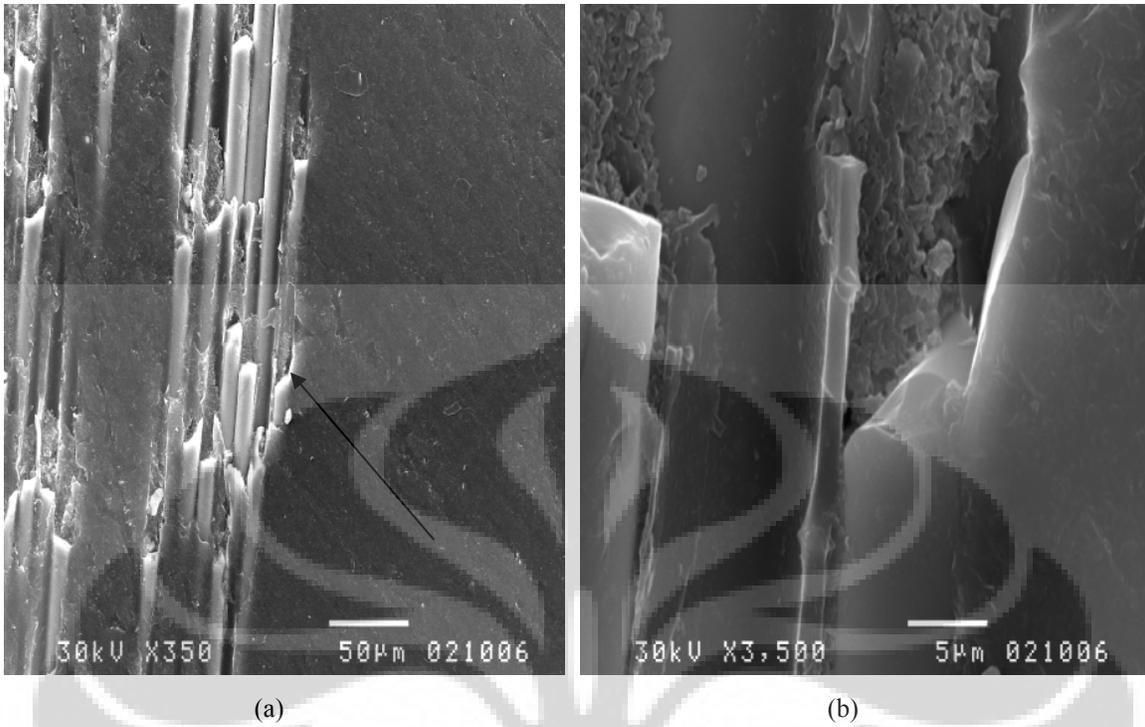
Gambar 4.2. Difraktogram XRD nanokomposit *clay*-epoxy

Gambar 4.2 menunjukkan difraktogram nanokomposit dengan komposisi *clay*: 1.05, 2.10, 3.15, 7.34, 10.49, 15.38 dan 100 (% berat) dari atas ke bawah.

Tabel 4.1.  $2\theta_{(001)}$ ,  $d\text{-spacing}_{(001)}$  dan struktur pada nanokomposit dengan komposisi *clay* yang bervariasi

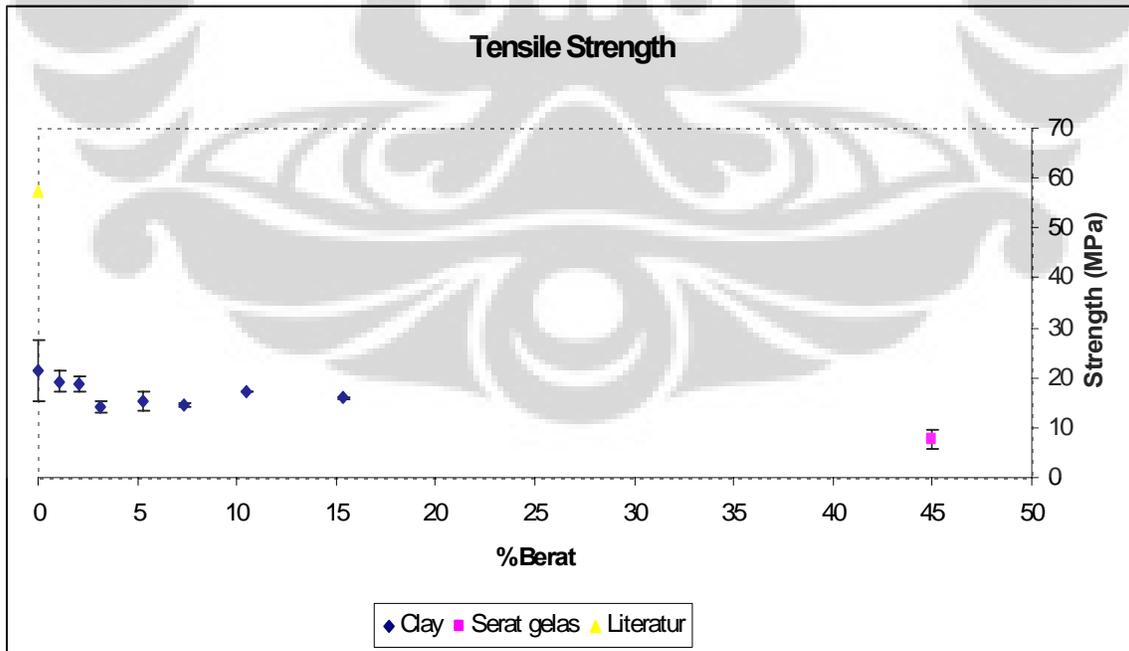
No	Komposisi <i>clay</i> (% berat)	$2\theta_{(001)}$ (derajat)	$d\text{-spacing}_{(001)}$ (Å)	Struktur nanokomposit
1	1.05	-	>80	eksfoliasi
2	2.10	-	>80	eksfoliasi
3	3.15	-	>80	eksfoliasi
4	5.24	-	>80	eksfoliasi
5	7.34	3.9	22.6	interkalasi & eksfoliasi
6	10.49	-	>80	eksfoliasi
7	15.38	3.9	22.6	Interkalasi & eksfoliasi
8	100.00	4.2	21.4	-

Tabel 4.1 menunjukkan struktur yang terbentuk dari nanokomposit dengan komposisi *clay* yang bervariasi berdasarkan pergeseran sudut dan perubahan intensitas puncak difraksi bidang (001).



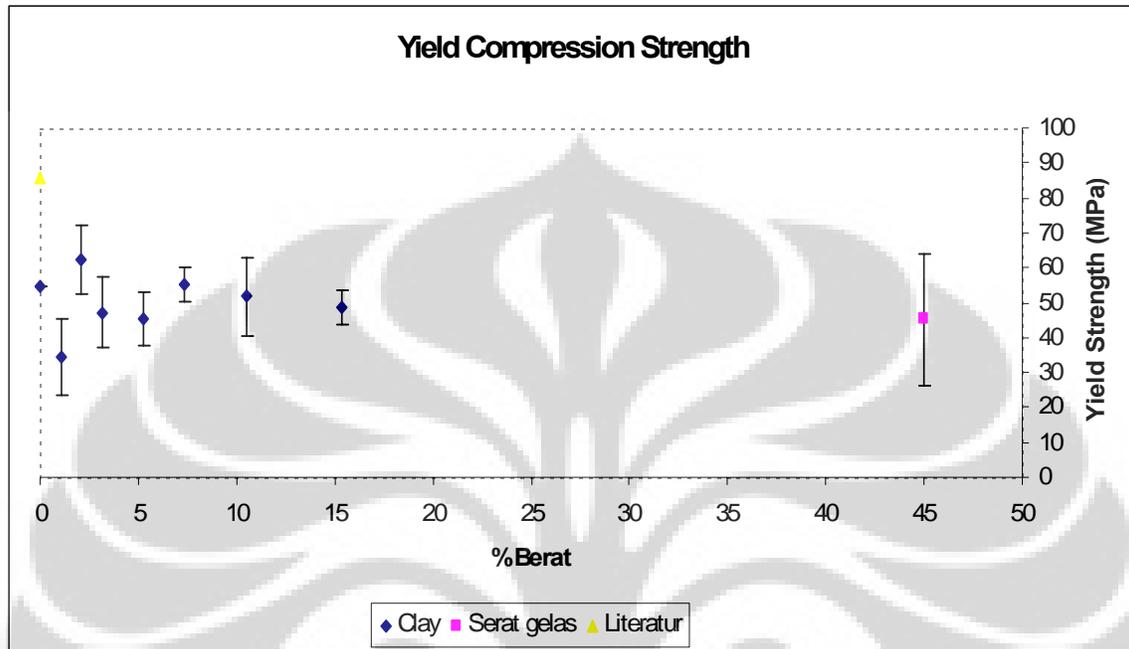
Gambar 4.3. Struktur komposit serat gelas-epoxy: (a) pembesaran 350X, (b) pembesaran 3500X

Gambar 4.3 menunjukkan struktur komposit serat gelas epoxy.



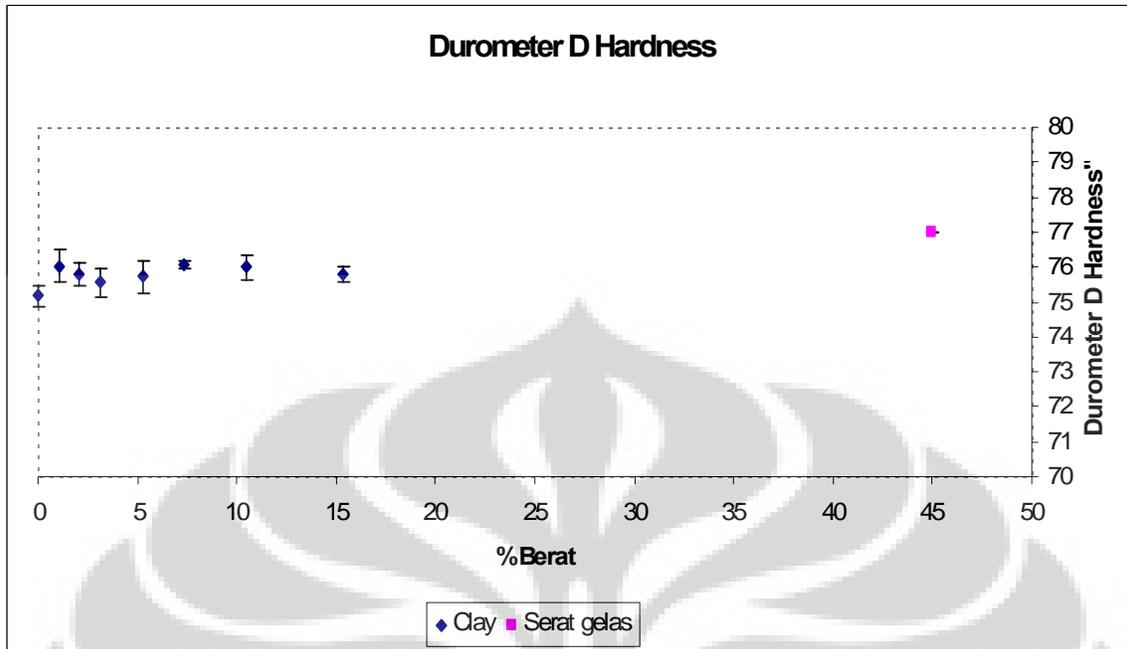
Gambar 4.4. Tensile strength dari nanokomposit dan komposit konvensional

Gambar 4.4 menunjukkan *tensile strength* dari nanokomposit dengan komposisi *clay* yang bervariasi dan komposit konvensional



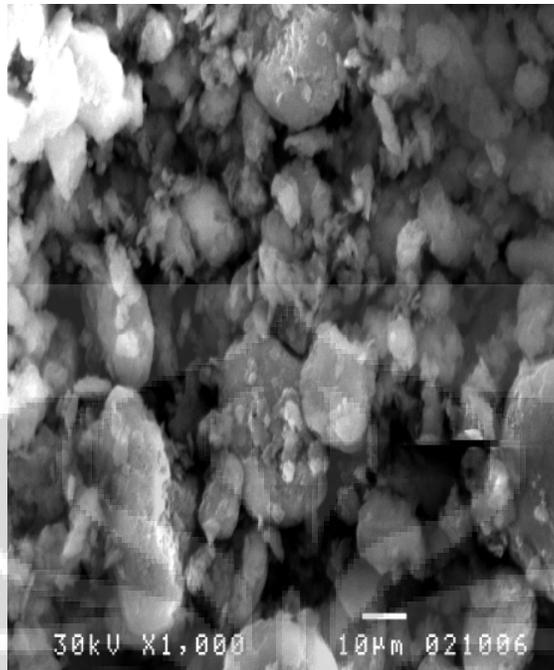
Gambar 4.5. *Yield compression strength* dari nanokomposit dan komposit konvensional

Gambar 4.5 menunjukkan *yield compression strength* dari nanokomposit dengan komposisi *clay* bervariasi dan komposit konvensional.



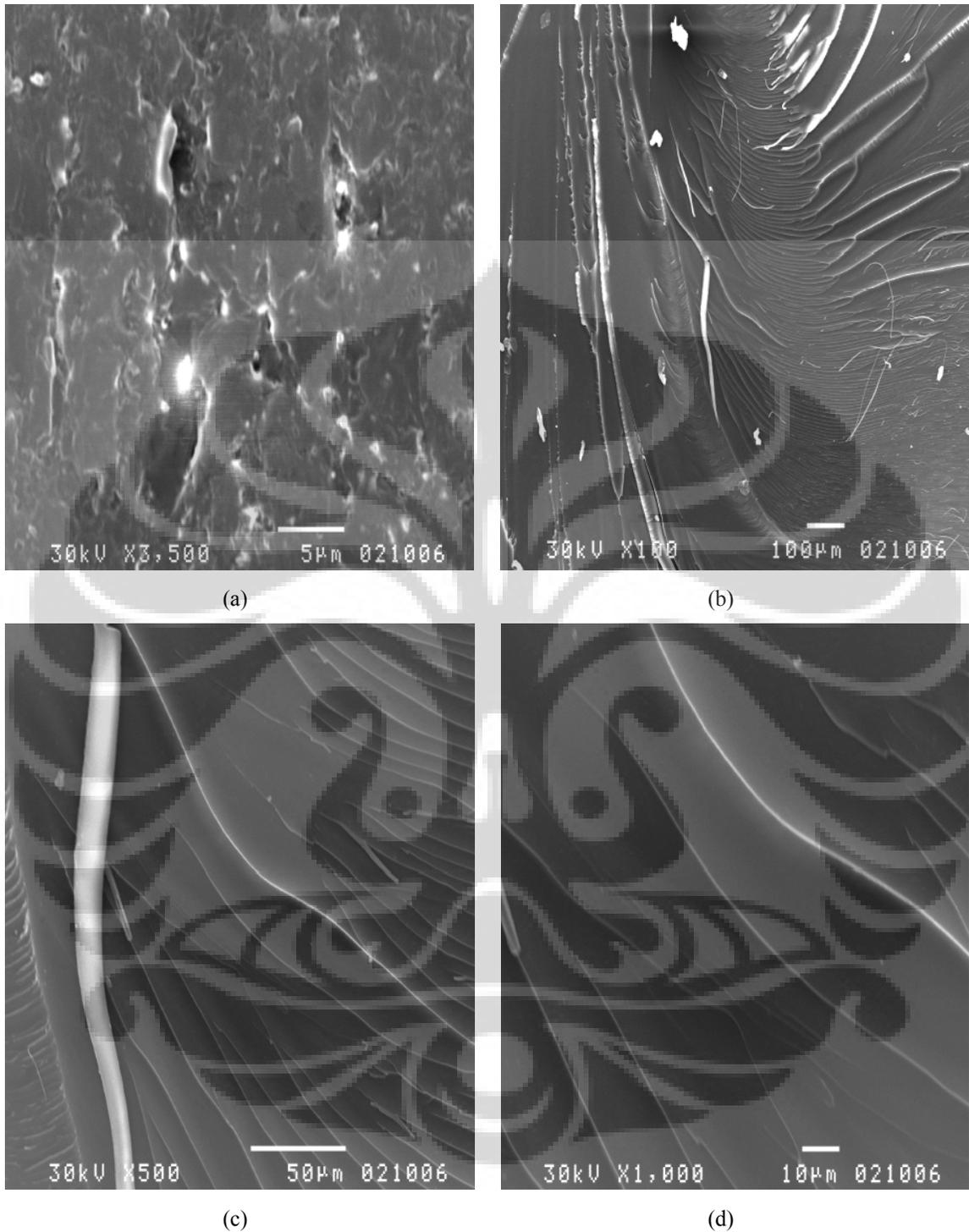
Gambar 4.6. *Durometer D hardness* dari nanokomposit dan komposit konvensional

Gambar 4.6 menunjukkan *Durometer D hardness* dari nanokomposit dengan komposisi *clay* yang bervariasi dan komposit konvensional.



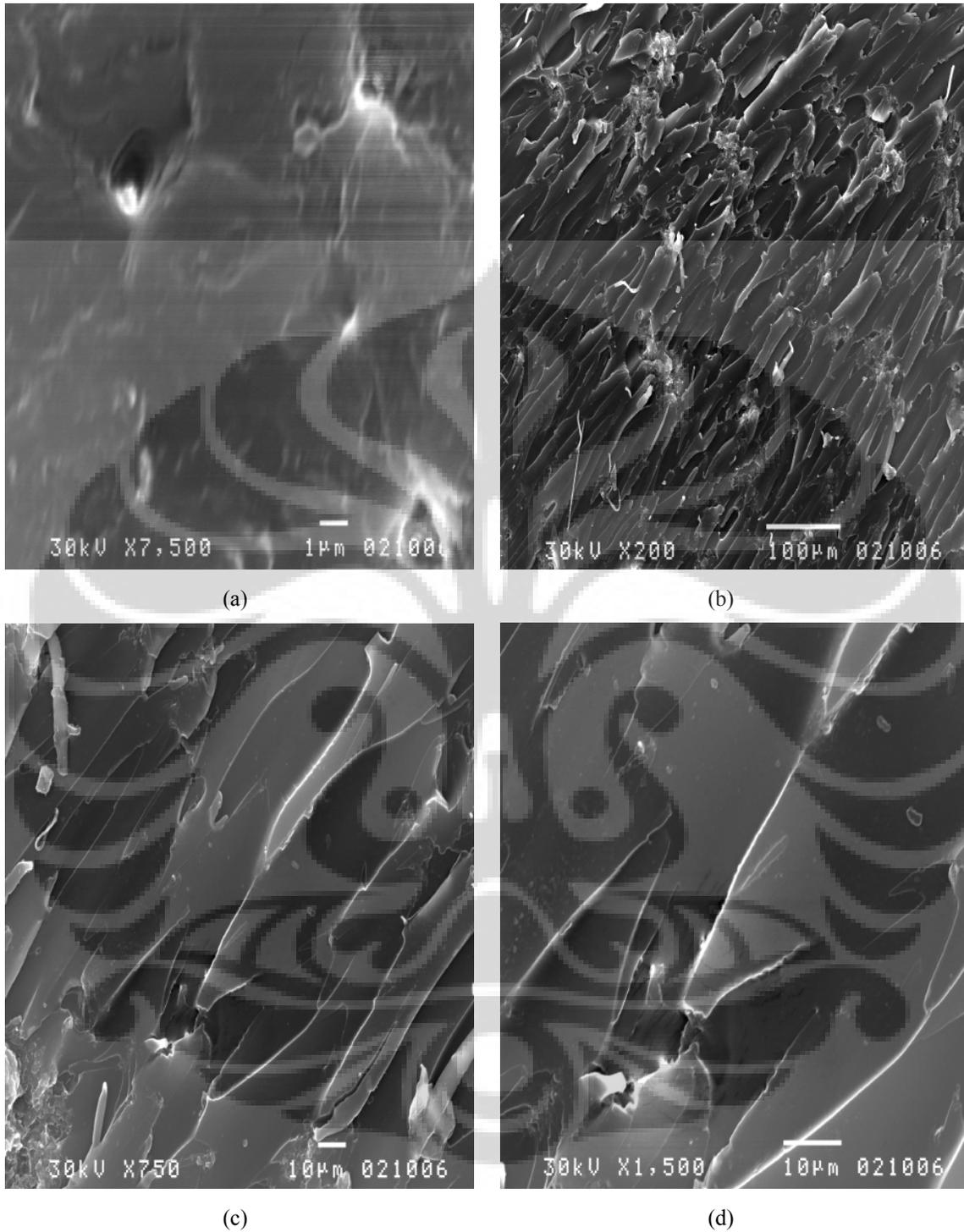
Gambar 4.7. Photograph SEM *Nanomer I30E*

Gambar 4.7 menunjukkan photograph SEM *Nanomer I30E*.



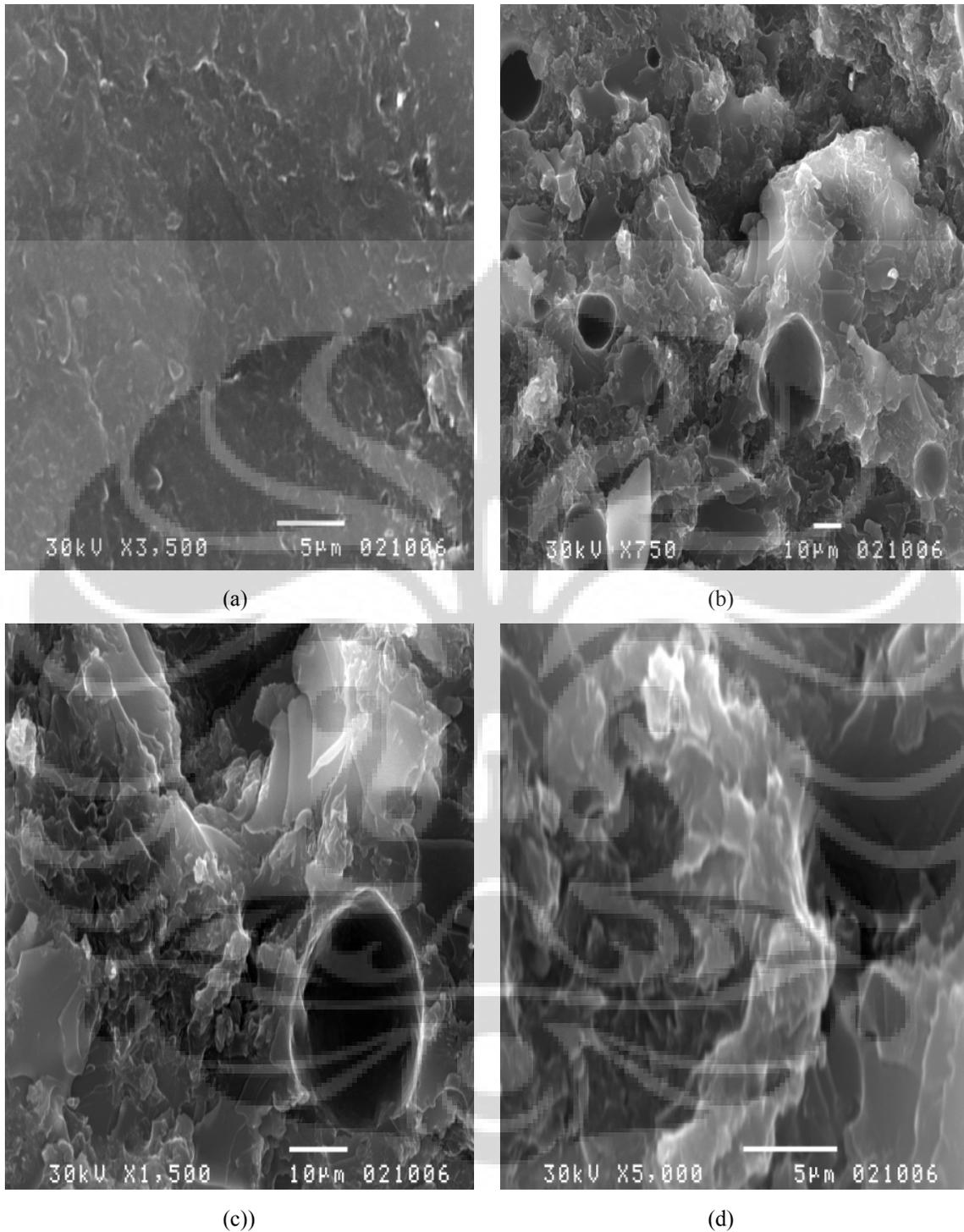
Gambar 4.8. Photograph SEM dari nanokomposit dengan komposisi *clay* 0% berat: (a) struktur permukaan sebelum *fracture*, (b), (c) dan (d) masing-masing adalah struktur permukaan setelah *fracture* dengan pembesaran 100X, 500X dan 1000X

Gambar 4.8 menunjukkan struktur permukaan nanokomposit dengan komposisi *clay* 0% berat sebelum dan sesudah *fracture*.



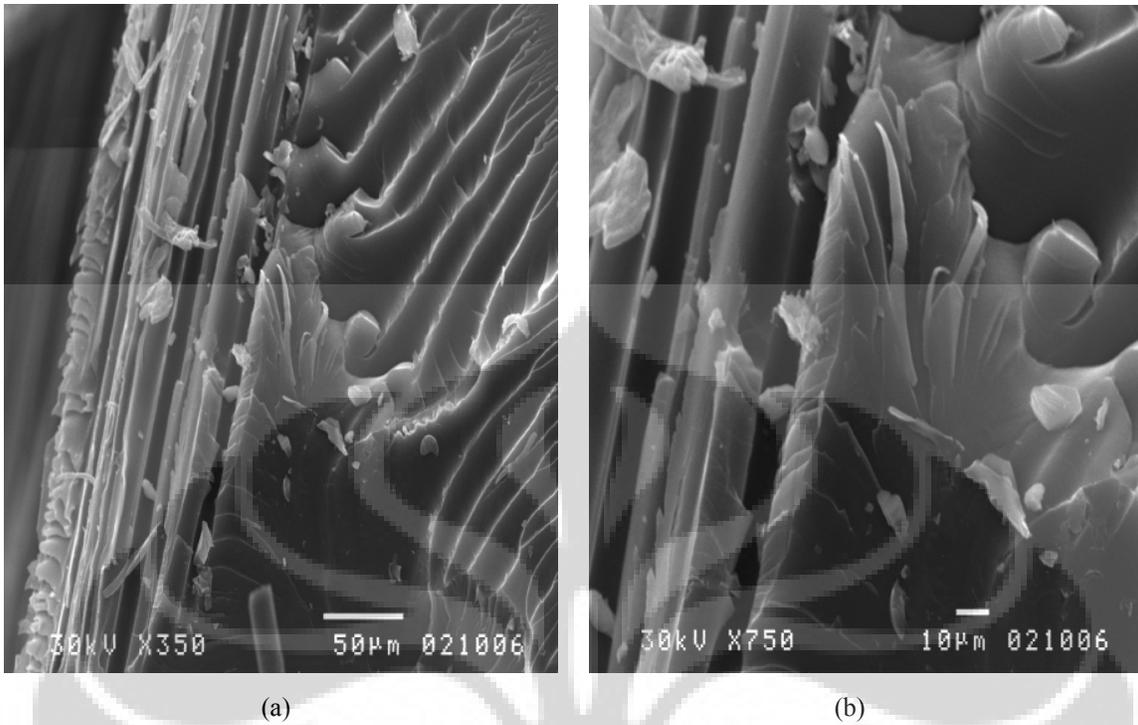
Gambar 4.9. Photograph SEM dari nanokomposit dengan komposisi *clay* 2.10% berat: (a) struktur permukaan sebelum *fracture*, (b), (c) dan (d) masing-masing adalah struktur permukaan setelah *fracture* dengan pembesaran 200X, 750X dan 1500X

Gambar 4.9 menunjukkan struktur permukaan nanokomposit dengan komposisi *clay* 2.10% berat sebelum dan sesudah *fracture*.



Gambar 4.10. Photograph SEM dari nanokomposit dengan komposisi *clay* 15.38% berat: (a) struktur permukaan sebelum *fracture*, (b), (c) dan (d) masing-masing adalah struktur permukaan setelah *fracture* dengan pembesaran 750X, 1500X dan 5000X

Gambar 4.10 menunjukkan struktur permukaan nanokomposit dengan komposisi *clay* 15.38% berat sebelum dan sesudah *fracture*.



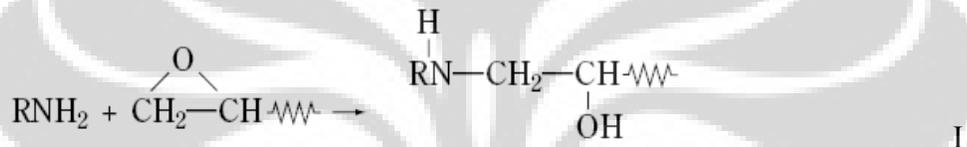
Gambar 4.11. Photograph SEM permukaan *fracture* dari komposit konvensional: (a) pembesaran 350X, (b) pembesaran 1500X

Gambar 4.11 menunjukkan struktur permukaan komposit konvensional setelah *fracture*.

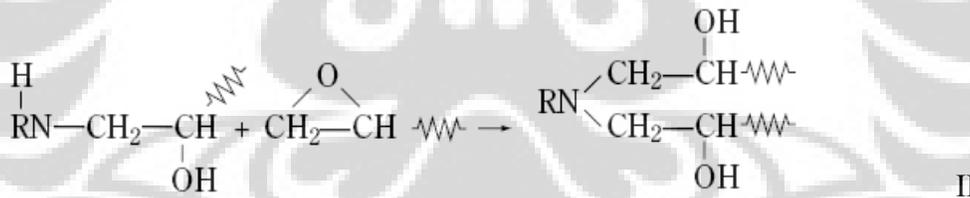
## BAB 5: DISKUSI

Molekul DGEBA (*bifunctional diglycidyl ether of bisphenol A*) dan molekul *polyamide* dapat bereaksi membentuk molekul makro dengan struktur *cross link* karena baik gugus *amine* maupun gugus *carboxyl* pada *polyamide* dapat bereaksi dengan rantai *oxirane* pada DGEBA, seperti berikut ini [25]:

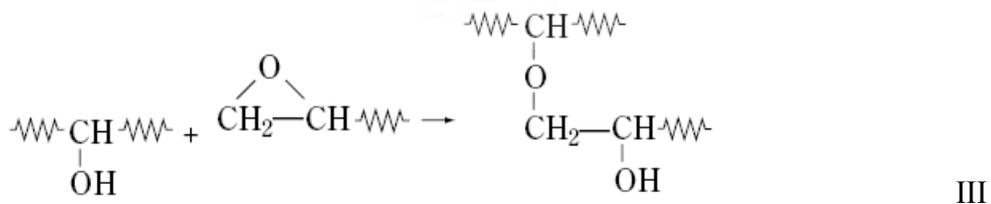
- Gugus *primary amine* pada *polyamide* dapat bereaksi dengan rantai *oxirane* pada DGEBA membentuk gugus *secondary amine* (reaksi I).



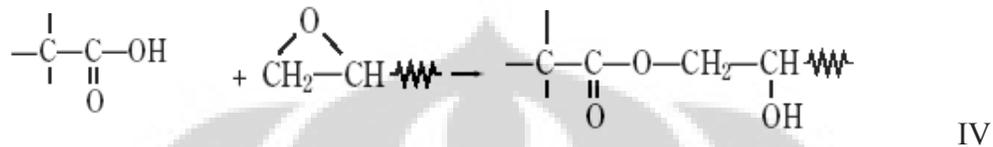
- Gugus *secondary amine* yang terbentuk selanjutnya dapat bereaksi dengan rantai *oxirane* berbeda membentuk molekul dengan gugus *hydroxyl* (reaksi II).



- Pada akhirnya, gugus *hydroxyl* yang terbentuk selanjutnya bereaksi dengan rantai *oxirane* berbeda membentuk molekul dengan struktur *cross link* (reaksi III).



- Di sisi yang lain pada molekul polyamide, gugus *carboxyl* pada saat yang bersamaan bereaksi dengan rantai *oxirane* membentuk molekul dengan gugus *hydroxyl* (reaksi IV), yang selanjutnya dapat bereaksi dengan rantai *oxirane* berbeda membentuk molekul dengan struktur *cross link* seperti pada reaksi III.



Gambar 4.2 menunjukkan bahwa *organo clay Nanomer I30E* memiliki difraktogram yang sama dengan *organo clay C18-CWC*, yang juga berasal dari *Nanocor*, lihat Gambar 2.2. Oleh karena itu, berdasarkan Gambar 2.2, puncak difraksi pada Gambar 4.2 pada sudut: 4.2, 8.5, 16.5, 20.0 dan 20.5 derajat masing-masing merupakan difraksi bidang: (001), (002), (003), (110) dan (004). Struktur nanokomposit yang terbentuk kemudian dikarakterisasikan oleh pergeseran sudut dan perubahan intensitas puncak difraksi bidang (001) dari sudut 4.2 derajat menjadi tidak terdeteksi untuk komposisi *clay*: 1.05, 2.10, 3.15, 5.24 dan 10.49 (% berat), dan 3.9 derajat diikuti dengan penurunan intensitas untuk komposisi *clay*: 7.34 & 15.38 (% berat). Pada Tabel 4.1, pergeseran puncak difraksi bidang (001) dari sudut 4.2 derajat menjadi tidak terdeteksi menunjukkan bahwa seluruh *organo clay* mengalami peningkatan *d-spacing* dari 21.4Å menjadi >80Å; sehingga, struktur nanokomposit yang terbentuk adalah struktur eksfoliasi. Sedangkan pergeseran puncak difraksi bidang (001) dari sudut 4.2 derajat menjadi 3.9 derajat menunjukkan peningkatan *d-spacing* dari 21.4Å menjadi 22.6Å, dan penurunan intensitas menunjukkan bahwa hanya sebagian *organo clay* yang mengalami peningkatan *d-spacing* sebesar 1.2Å dan sebagian lainnya mengalami peningkatan *s-spacing* sebesar >58.6Å; sehingga, struktur nanokomposit yang terbentuk adalah struktur interkalasi dan eksfoliasi.

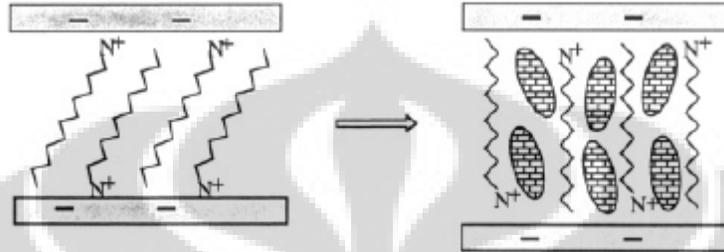
Untuk mendapatkan struktur nanokomposit maka epoxy resin harus terlebih dahulu disisipkan ke dalam *gallery space*. Menurut Tie Lan dan rekannya, faktor utama yang menentukan penyisipan/interkalasi epoxy resin ke dalam *gallery space* adalah panjang

rantai *alkyl ammonium*, semakin panjang rantai semakin banyak epoxy yang dapat terinterkalasi, dan mekanisme interkalasi epoxy resin ke dalam *gallery space* adalah perubahan orientasi rantai *alkyl ammonium* dalam *gallery space* untuk mendapatkan interaksi polar yang optimum antara epoxy resin dan rantai *alkyl ammonium*. Epoxy resin dapat masuk ke dalam *gallery space* karena epoxy memiliki polaritas sejenis dengan rantai *alkyl ammonium*, kemudian agar rantai *alkyl ammonium* dapat berinteraksi polar secara optimum di dalam *gallery space*, rantai *alkyl ammonium* merubah orientasinya dari orientasi *monolayer*, *bilayer* atau *parffin-like* menjadi orientasi vertikal. Perubahan orientasi rantai *alkyl ammonium* di dalam *gallery space* diikuti oleh peningkatan *d-spacing* yang menyebabkan semakin banyak epoxy resin yang masuk ke dalam *gallery space* [9].

Selain menentukan interkalasi epoxy resin dalam *gallery space*, panjang rantai *alkyl ammonium* juga menentukan pembentukan struktur nanokomposit. Menurut Tie Lan dan rekannya, mekanisme pembentukan struktur nanokomposit adalah peningkatan *d-spacing* akibat perubahan orientasi rantai *alkyl ammonium* memudahkan molekul *curing agent* untuk masuk ke dalam *gallery space* dan bereaksi dengan epoxy resin. Reaksi *cross link* antara *curing agent* dan epoxy resin di dalam *gallery space* selanjutnya meningkatkan *d-spacing*; sehingga memungkinkan lebih banyak molekul *curing agent* dan epoxy masuk, dan reaksi polimerisasi lebih lanjut dalam *gallery space* akhirnya mengakibatkan terbentuknya struktur eksfoliasi. Disamping ini, pembentukan struktur nanokomposit juga ditentukan oleh *curing condition* sehingga kecepatan reaksi polimerisasi di dalam dan di luar *gallery space* sama. Kecepatan reaksi polimerisasi yang berbeda akibat perbedaan temperature pada internal dan eksternal *gallery space* dapat diatasi dengan menggunakan senyawa kation *alkyl ammonium* dengan *acidity* yang tinggi. Senyawa kation *alkyl ammonium* dengan *acidity* yang tinggi dapat berperan sebagai katalis untuk mempercepat reaksi di dalam *gallery space* sehingga menyamai kecepatan reaksi polimerisasi di luar *gallery space* [9].

Pada Nanomer I30E kering, *primary octadecyl ammonium* dalam *gallery space* memiliki orientasi *paraffin-like*, dan setelah Nanomer I30E dicampurkan dalam DER 331 selama

30 menit pada temperatur  $75^{\circ}\text{C}$ , *primary octadecyl ammonium* dalam *gallery space* memiliki orientasi vertikal, seperti pada Gambar 5.1. Disamping ini *primary octadecyl ammonium* juga memiliki *acidity* yang tinggi [9].



Gambar 5.1. Perubahan orientasi rantai *primary octadecyl ammonium* dari orientasi paraffin-like menjadi orientasi vertikal setelah dicampurkan dalam *DER 331* [9]

Setelah ditambahkan *Versamid 125*, campuran *organo clay*, epoxy dan *curing agent* dibiarkan curing selama 2 jam pada temperature  $100^{\circ}\text{C}$ . Pada Tabel 4.1, nanokomposit dengan komposisi *clay*: 1.05, 2.10, 3.15 dan 5.24 (% berat) memiliki struktur eksfoliasi, hal ini sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya bahwa *alkyl ammonium* dengan panjang rantai  $>8$  atom karbon dan ion *onium* dengan *acidity* tinggi dapat menghasilkan struktur eksfoliasi [8]. Nanokomposit dengan komposisi *clay*: 7.34 dan 15.38 (% berat) memiliki struktur interkalasi dan eksfoliasi, hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa nanokomposit dengan komposisi *clay* rendah memiliki struktur eksfoliasi dan nanokomposit dengan komposisi *clay* yang lebih tinggi memiliki struktur interkalasi [8]. Akan tetapi nanokomposit dengan komposisi *clay*: 10.49 (% berat) tidak memiliki struktur interkalasi seperti halnya nanokomposit dengan komposisi *clay*: 7.34 dan 15.38 (% berat), hal ini mungkin karena struktur interkalasi yang dihasilkan memiliki distribusi *d-spacing* yang bervariasi sehingga tidak terdeteksi oleh XRD [22].

Komposit serat gelas-epoxy, seperti pada Gambar 4.3, memiliki struktur berukuran makro yang terdiri dari fasa serat gelas dengan diameter  $\pm 10\mu\text{m}$  dan fasa epoxy dengan permukaan yang mengkilap (*glassy*), yang merupakan ciri khas material *brittle*.

Hasil uji tarik, seperti pada Gambar 4.4, menunjukkan bahwa nanokomposit mengalami penurunan *tensile strength* seiring dengan peningkatan komposisi *clay*, hal ini sesuai dengan hasil penelitian Adam S. Zerda dan rekannya, bahwa peningkatan *tensile modulus* diikuti oleh penurunan *tensile strength* dan *ductility* seiring dengan penambahan komposisi *clay* pada *glassy epoxy* [11]. Sedangkan komposit konvensional yang disintesa sebagai pembanding ternyata memiliki *tensile strength* yang lebih rendah dari pada epoxy maupun nanokomposit. Gambar 4.4 juga menunjukkan bahwa *tensile strength* epoxy yang disintesa pada penelitian ini ternyata hanya  $\pm 30\%$  dari *tensile strength* epoxy literatur.

Hasil uji tekan, seperti pada Gambar 4.5, menunjukkan bahwa nanokomposit tidak mengalami perubahan *yield strength* seiring dengan peningkatan komposisi *clay*, hal ini juga sesuai dengan hasil penelitian Adam S. Zerda dan rekannya, bahwa *yield strength* tidak mengalami perubahan seiring dengan penambahan komposisi *clay* pada *glassy epoxy* [11]. Sedangkan komposit konvensional yang disintesa sebagai pembanding ternyata tidak memiliki *yield strength* yang jauh berbeda dengan epoxy maupun nanokomposit. Gambar 4.5 juga menunjukkan bahwa *yield strength* epoxy yang disintesa pada penelitian ini ternyata hanya  $\pm 60\%$  dari *yield strength* epoxy literatur.

Hasil uji kekerasan, seperti pada Gambar 4.6, menunjukkan penambahan *clay* dalam epoxy sedikit meningkatkan kekerasan akan tetapi peningkatan kekerasan tidak tergantung pada komposisi *clay*. Sedangkan komposit konvensional yang disintesa sebagai pembanding ternyata memiliki kekerasan yang hanya sedikit lebih baik dari pada epoxy dan nanokomposit.

Nanokomposit yang disintesa pada penelitian ini memiliki sifat mekanik yang secara keseluruhan lebih baik dari pada komposit konvensional karena dengan komposisi penguat yang lebih sedikit dibandingkan komposit konvensional, nanokomposit dan komposit konvensional memiliki sifat mekanik yang tidak jauh berbeda. Walaupun demikian, nanokomposit *clay*-epoxy tidak bisa disimpulkan memiliki sifat mekanik yang lebih baik dari pada komposit serat gelas-epoxy karena komposit serat gelas-epoxy yang

disintesa tidak optimal atau memiliki sifat mekanik yang jauh lebih rendah dari literatur, contoh: *tensile strength* literatur untuk komposit serat gelas-epoxy dengan komposisi serat gelas 65 (% berat) adalah 1020Mpa [1], sedangkan *tensile strength* pada penelitian ini adalah  $\pm 10$ Mpa. Komposit serat gelas-epoxy tidak optimal karena proses *wet laminating* yang kurang baik, preparasi specimen yang kurang baik dan kandungan serat gelas yang hanya 45.22 (% berat).

Sedangkan perbedaan nilai *tensile strength* dan *yield strength* antara penelitian dan literatur pada epoxy, mungkin disebabkan karena perbedaan: proses preparasi specimen, kecepatan pengujian tarik dan tekan dan pengoperasian alat, disamping kenyataannya bahwa alat uji tarik & tekan yang digunakan telah melewati batas tanggal kalibrasi. Dengan demikian, nilai *tensile strength* dan *yield strength* yang didapatkan pada penelitian ini hanya dapat digunakan secara internal dan dibandingkan untuk sampel pada *batch* yang sama.

Butiran *Nanomer I30E*, seperti pada Gambar 4.7, merupakan aglomerasi partikel *clay* berukuran nano, dengan ukuran aglomerasi yang bervariasi.

Upaya untuk mendapatkan struktur permukaan (*morphology*) yang sesungguhnya sebelum *fracture* tidak berhasil, seperti pada Gambar 4.8a, 4.9a dan 4.10a, hasil SEM tidak menunjukkan struktur permukaan epoxy dan nanokomposit yang sesungguhnya melainkan struktur permukaan yang terabrasi. Gambar 4.3 selain menunjukkan struktur komposit konvensional juga menunjukkan butiran yang berasal dari permukaan yang terabrasi terperangkap di antara permukaan serat gelas dan epoxy.

Walaupun demikian, struktur permukaan epoxy dan nanokomposit yang sesungguhnya ternyata dapat diperoleh dari permukaan *fracture*. Struktur permukaan epoxy yang sesungguhnya adalah terdiri dari fasa epoxy yang homogen dan *glassy*, seperti pada Gambar 4.8b, 4.8c dan 4.8d. Sedangkan struktur permukaan nanokomposit yang sesungguhnya adalah terdiri dari fasa "epoxy" dan fasa "aglomerasi *clay*", Dalam fasa "epoxy", *organo clay* mungkin telah tercampur sempurna, secara eskfoliasi atau

interkalasi, sedangkan pada fasa "aglomerasi *clay*", epoxy mungkin sudah terinterkalasi dalam *gallery space*. Weiping Liu dan rekannya melaporkan bahwa fasa "aglomerasi *clay*" terbentuk karena penggunaan teknik dispersi *Direct Mixing* (DM), dan fasa "aglomerasi *clay*" ini dapat dihilangkan menggunakan teknik pencampuran: *Grinding Media Mill* (GMM) dan *High Pressure Mixing* (HPM) [30]. Pada nanokomposit dengan komposisi *clay* berbeda, konsentrasi fasa "epoxy" dan fasa "aglomerasi *clay*" juga berbeda. Pada nanokomposit dengan komposisi *clay*: 2.10 (% berat), konsentrasi fasa "epoxy" lebih dominan dari pada fasa "aglomerasi *clay*", seperti pada Gambar 4.9b dan 4.9c, dan pada nanokomposit dengan komposisi *clay*: 15.38 (% berat), konsentrasi fasa "aglomerasi *clay*" jauh lebih dominan dari pada fasa "epoxy", seperti pada Gambar 4.10b, 4.10c dan 4.10d. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian Adam S. Zerda dan rekannya bahwa konsentrasi fasa aglomerasi *clay* meningkat seiring dengan meningkatnya komposisi *clay* [11]. Adam S. Zerda dan rekannya juga melaporkan bahwa pada komposisi *clay* 12.5 (% berat) fasa aglomerasi *clay* yang terbentuk dapat dibedakan menjadi dua, yaitu: fasa aglomerasi *clay* yang berukuran kecil dan besar, seperti pada Gambar 2.10a [11]. Pada penelitian ini, fasa "aglomerasi *clay*" yang terbentuk pada komposisi 15.38 (% berat) tidak dapat dibedakan karena struktur permukaan sebelum *fracture* tidak berhasil didapatkan, lihat Gambar 4.10a, walaupun demikian, struktur permukaan setelah *fracture* nanokomposit ini terlihat serupa dengan nanokomposit dengan komposisi *clay* 12.5 (% berat) yang didapatkan Adam S. Zerda dan rekannya, lihat Gambar 2.10b [11]

Penurunan *tensile strength* seiring dengan peningkatan komposisi *clay* dapat dijelaskan berdasarkan struktur permukaan. Konsentrasi aglomerasi *clay* meningkat seiring dengan penambahan komposisi *clay*, dan aglomerasi *clay* dalam epoxy matriks dapat berperan sebagai *stress concentration* [11].

Disamping memiliki struktur permukaan yang berbeda, epoxy dan nanokomposit juga memiliki struktur permukaan *fracture* yang berbeda. Struktur permukaan *fracture* epoxy menunjukkan garis radius berkala yang umum disebut *river line markings*, seperti pada Gambar 4.8. Garis radius berkala dapat menunjukkan arah *crack propagation* yaitu

searah dengan bertambahnya radius. Sedangkan struktur permukaan *fracture* nanokomposit dengan komposisi *clay* 2.10 (% berat) menunjukkan tanda *fracture* yang berbentuk kerucut, seperti pada gambar 4.9d, hal ini serupa dengan struktur permukaan *fracture* nanokomposit dengan komposisi *clay* 5.66 (% berat) yang diperoleh Weiping Liu dan rekannya, seperti pada Gambar 2.11a [30].

Sedangkan struktur permukaan *fracture* nanokomposit dengan komposisi *clay* 15.38 (% berat) menunjukkan struktur butiran kasar yang tidak beraturan, seperti pada Gambar 4.10b, hal ini serupa dengan struktur *fracture* nanokomposit dengan komposisi *clay* 12.5 (% berat) yang diperoleh Adam S. Zerda dan rekannya, seperti pada Gambar 2.10b [11].

Disamping memiliki struktur permukaan *fracture* yang berbeda, epoxy dan nanokomposit juga memiliki luas permukaan *fracture* yang berbeda. Luas permukaan *fracture* meningkat seiring dengan penambahan komposisi *clay*, dan menurut Adam S. Zerda dan rekannya, peningkatan luas permukaan *fracture* menyebabkan peningkatan *fracture toughness* [11].

Struktur permukaan *fracture* pada komposit serat gelas-epoxy, seperti pada Gambar 4.11, menunjukkan delaminasi serat gelas dari epoxy matriks dan *river lines* pada epoxy matriks. Gambar 4.11 juga menunjukkan bahwa komposit serat gelas-epoxy yang dihasilkan tidak optimal, disamping konsentrasi serat gelas yang lebih rendah, adalah karena delaminasi serat gelas dari epoxy matriks akibat proses *wet laminating* yang kurang baik.

## BAB 6: KESIMPULAN & SARAN

Pada penelitian ini, nanokomposit dengan menggunakan *Organo clay Nanomer I30E*, epoxy resin *DER 331* dan *curing agent Versamid 125* telah berhasil disintesa: struktur eksfoliasi pada komposisi *clay*  $<7.34$  (% berat) dan struktur eksfoliasi dan interkalasi pada komposisi *clay*  $\geq 7.34$  (% berat).

Hasil uji tarik, tekan dan kekerasan menunjukkan bahwa penurunan *tensile strength* seiring dengan penambahan komposisi *clay* pada nanokomposit, *yield compression strength* yang tidak mengalami perubahan seiring dengan penambahan komposisi *clay*, dan kekerasan yang sedikit mengalami peningkatan setelah penambahan *clay*, akan tetapi peningkatan kekerasan tidak tergantung pada komposisi *clay*. Hasil uji tarik, tekan dan kekerasan juga menunjukkan bahwa komposit serat gelas-epoxy yang disintesa tidak optimal.

Struktur permukaan *fracture* epoxy dan nanokomposit menunjukkan bahwa aglomerasi *clay* pada nanokomposit dapat berperan sebagai *stress concentration*. *Tensile strength* pada nanokomposit mengalami penurunan seiring dengan penambahan komposisi *clay* karena konsentrasi *stress concentration* yang meningkat seiring dengan penambahan komposisi *clay*. Disamping ini, setelah mengalami *fracture* epoxy dan nanokomposit menunjukkan struktur permukaan *fracture* yang berbeda. Struktur permukaan *fracture* epoxy menunjukkan *river lines*, nanokomposit dengan komposisi *clay* 2.10 (% berat) menunjukkan tanda *fracture* berbentuk kerucut dan nanokomposit dengan komposisi *clay* 15.38 (% berat) menunjukkan struktur butiran kasar yang tidak beraturan.

Struktur permukaan *fracture* komposit serat gelas-epoxy menunjukkan komposit yang disintesa tidak optimal karena proses *wet laminating* yang kurang baik sehingga terjadi delaminasi serat gelas dari epoxy matriks.

Dengan demikian berdasarkan sifat mekanik dan struktur permukaan *fracture*, nanokomposit yang disintesa dengan epoxy resin *DER 331* dan *curing agent Versamid 125* tidak layak digunakan untuk aplikasi struktural pada pesawat terbang menggantikan komposit serat gelas-epoxy. Epoxy dengan gugus *oxirane* yang lebih tinggi mungkin menghasilkan nanokomposit dengan sifat mekanik yang lebih baik untuk aplikasi struktural pada pesawat terbang. Disamping ini, teknik pencampuran GMM dan HPM mungkin dapat menghasilkan nanokomposit dengan sifat mekanik yang lebih baik, dibandingkan dengan teknik pencampuran DM yang digunakan pada penelitian ini.



## DAFTAR ACUAN:

- 1) Callister, W.D., Jr., Materials Science and Engineering an Introduction, 5<sup>th</sup> ed.; John Wiley & Sons, Inc.: New York, Chichester, Weinheim, Brisbane, Singapore, Toronto, 1999.
- 2) Matthews, F.L., Rawlings, R.D., Composite Materials: Engineering and Science, 1<sup>st</sup> ed.; Chapman & Hall.: London, Glasgow, New York, Tokyo, Melbourne, Madras, 1994.
- 3) Niu, M.C.Y., Composite Airframe Structures Practical Design Information and Data; Hong Kong Conmilit Press Ltd.:Hong Kong, 1992.
- 4) Harris, B., Engineering Composite Materials; The Institute of Metals.: London, Brookfield, 1986.
- 5) Gilman, J.W. et al., 1995, Nanocomposites: A revolutionary new flame retardant March 2006
- 6) Kawasumi, M., et al. Macromolecules. 1997, 30, 6333-6338.
- 7) Messermith, P.B., Giannelis, E.P. Chem. Mater. 1994, 6, 1719-1725.
- 8) Lan, T., Pinnavaia, T.J. Chem. Mater. 1994, 6, 2216-2219.
- 9) Lan, T., Kaviratna, P.D., Pinnavaia, T.J. Chem. Mater. 1995, 7, 2144-2150.
- 10) Shi, H.Z., Lan, T., Pinnavaia, T.J. Chem Mater. 1996, 8, 1584-1587.
- 11) Zerda, A.S., Lesser, A.J. J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys. 2001, 39, 1137-1146.

- 12) Becker, O., Varley, R., Simon, G. Polymer. 2002, 43, 4365-4373.
- 13) Yano, K., et al. J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem. 1993, 31, 2493-2499.
- 14) Kojima, Y., et al. J. Mater. Res. 1993, 8, 1185-1189.
- 15) Brown, J..M., Curliss, D., Vaia, R.A. Chem. Mater. 2000, 12, 3376-3384.
- 16) Feynman, R., 2005, Nano world: There's plenty of room at the bottom, 3 pages, [www.nanocompositech.com/review-nanocomposite.htm](http://www.nanocompositech.com/review-nanocomposite.htm); 5<sup>th</sup> Aug 2006.
- 17) Colloidal Dynamics Pty Ltd., The Clay Minerals; Colloidal Dynamics Pty Ltd.: Australia, 1999.
- 18) Cho, J.W., Paul, D.R. Polymer. 2001, 42, 1083-1094.
- 19) Amethyst Galleries, Inc., 1995, 1996, 1997, 1998, The Silicate Class, 7 pages, <http://mineral.galleries.com/minerals/silicate/class.htm>; 17<sup>th</sup> March 2006
- 20) Wang, Z., Pinnavaia, T.J. Chem. Mater. 1998, 10, 1820-1826
- 21) Kunimine Industries Co., Ltd., Bentonite, 3 pages, [www.kunimine.co.jp/english/bent/bent\\_01.htm](http://www.kunimine.co.jp/english/bent/bent_01.htm); 17<sup>th</sup> March 2006
- 22) Kornmann, X., Lindberg, H., Berglund, L.A. Polymer. 2001, 42, 1303-1310
- 23) Nanocor, Inc., Polymer Grade Montmorillonites; Nanocor, Inc.: USA, 2006
- 24) Kunimine Industries Co., Ltd., Bentonite, 3 pages, [www.kunimine.co.jp/english/bent/bent\\_02.htm](http://www.kunimine.co.jp/english/bent/bent_02.htm); 17<sup>th</sup> March 2006

- 25) Dow Chemical Company., Dow Liquid Epoxy Resins; Dow Chemical Company.: USA, 1999
- 26) Cognis. Co., Versamid 125, Cognis. Co.: USA, 2003
- 27) Giannelis, E.P., Krishnamoorti, R., Manias, E. Adv. Polym. Sci. 1999, 138,
- 28) Wang, M.S., Pinnavaia, T.J. Chem. Mater. 1994, 6, 468-474
- 29) Cullity, B. D., Elements of X-Ray Diffraction, 2<sup>nd</sup> ed.; Addison-Wesley Publishing Company, Inc.: Reading, Massachusetts-Menlo Park, California-London-Amsterdam-Don Mills, Ontario-Sydney, XXXX
- 30) Liu, W.P., Hoa, S.V., Pugh, M. Poster: Epoxy-Clay Nanocomposites: Dispersion, Morphology and Performance; Concordia University.: Montreal, Quebec, Canada, 2004
- 31) Nanocor, Inc., Material Safety Data Sheet, Product Name: Nanomer I30E, Nanocor, Inc., USA, 2006
- 32) Nanocor, Inc., Dispersion Guidelines for Nanomer I30E Nanoclay, Nanocor, Inc., USA