



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI PENGARUH FORMULASI *FILLER CaCO<sub>3</sub>* DAN *Co-HEAT STABILIZER EPOXIDIZED SOYA BEAN OIL* SERTA PARAMETER PROSES PENCAMPURAN *HOT MELT MIXING* TERHADAP SIFAT MEKANIK *PLASTICIZED- POLI VINIL KLORIDA***

**SKRIPSI**

**RUDIYANSAH  
0806331973**

**FAKULTAS TEKNIK  
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL  
DEPOK  
JULI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI PENGARUH FORMULASI *FILLER* CaCO<sub>3</sub>, DAN *Co-HEAT STABILIZER EPOXIDIZED SOYA BEAN OIL* SERTA PARAMETER PROSES PENCAMPURAN *HOT MELT MIXING* TERHADAP SIFAT MEKANIK *PLASTICIZED- POLI VINIL KLORIDA***

**SKRIPSI**

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

**RUDIYANSAH  
0806331973**

**FAKULTAS TEKNIK  
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL  
DEPOK  
JULI 2012**

## **HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS**

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

**Nama : Rudiyansah**

**NPM : 0806331973**

**Tanda Tangan :**

**Tanggal : 12 Juli 2012**

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Rudiyansah

NPM : 0806331973

Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material

Judul Skripsi :

**Studi Pengaruh Formulasi Filler CaCO<sub>3</sub> dan Co-Heat Stabilizer Epoxidized Soya Bean Oil Serta Parameter Proses Pencampuran Hot Melt Mixing Terhadap Sifat Mekanik Plasticized-Poli Vinil Klorida**

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

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Mochammad Chalid, M.Sc. Eng

Penguji 1 : Dr. Ir. A. Herman Y., M.Phil. Eng

Penguji 2 : Ir. Soemadi Agustinus

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 12 Juli 2012

## KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kehadirat Allah SWT, atas limpahan rahmat dan karunian-Nya saya dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka membentuk pola pikir keteknikan dan juga untuk memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan studi jenjang sarjana teknik pada program studi teknik Metalurgi & Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

Dalam proses penulisan skripsi ini, penulis sadar bahwa telah banyak bantuan yang telah diterima oleh penulis dari berbagai pihak, oleh karena itu pada kesempatan ini saya ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Kedua orang tua dan keluarga saya yang telah muncurahkan keringat dan tenaga yang selalu mendukung penulis untuk terus menuntut ilmu dan menyelesaikan penelitian ini;
2. Yayasan Putera Sampoerna Foundation yang telah menyediakan dukungan moral dan materi kepada saya dalam menyelesaikan penelitian ini;
3. Dr. Mohammad Chalid, M.Sc. Eng, selaku pembimbing saya yang telah banyak menyediakan waktu, tenaga dan pemikiran dalam mengarahkan dan membentuk pola pikir penulis dalam penyelesaian penelitian dan penulisan skripsi ini;
4. Ir. Soemadi Agustinus dosen polimer departemen Teknik Metalurgi & Material FTUI yang telah banyak memberikan arahan dan masukan dalam merancang instrumentasi penelitian dan koreksi mengenai tujuan penelitian yang dilakukan penulis;
5. Dr. Ir. A. H. Yuwono, M.Phil. Eng selaku dosen pengujii yang memberikan banyak arahan dan bimbingan dalam penulisan karya skripsi ini;
6. Saudara Arief yang sabar dalam melakukan pengujian sifat mekanik terhadap ratusan sampel PVC milik penulis di laboratorium polimer lt 3 departemen Teknik Metalurgi & Material FTUI;

7. Ibu Ir. Aniek S. Handayani, M.Si dan ibu Dede penanggung jawab dan asisten laboratorium kimia fisika Institut Teknologi Indonesia (ITI) yang telah membantu dalam pembuatan sampel PVC dengan alat rheomix;
8. Bapak Asmu dan bapak Mulyadi dari PT. IALK yang telah menyediakan fasilitas pembuatan sampel uji tarik;
9. Bapak Nofrijon Sofyan, Phd dan mas Iyus yang telah membantu dalam pengujian FTIR di departemen Metalurgi & Material FTUI;
10. Bapak Ruchiyat dari PT. VMC yang telah menyediakan bahan baku penelitian dan waktu untuk berdiskusi dalam penyelesaian penelitian ini;
11. Saudara Ferdian yang membantu dalam penyediaan data EDAX dan SEM sampel *plasticized-PVC* untuk penelitian ini;
12. Teman-teman sepermainan kantin zona hijau (Metalurgi 2008) yang selalu *merecharge* kembali semangat penulis disela-sela kepenatan penelitian.

Akhir kata, saya berharap Allah SWT berkenan membalaik kebaikan semua pihak yang telah membantu dalam penelitian dan penulisan skripsi ini. Saya menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih banyak kekurangan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bersifat membangun sangat saya harapkan untuk perbaikan. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Depok, 12 Juli 2012



Penulis

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

---

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

Nama : Rudiyansah  
NPM : 0806331973  
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material  
Departemen : Teknik Metalurgi dan Material  
Fakultas : Teknik  
Jenis Karya : Skripsi

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

**Studi Pengaruh Formulasi Filler CaCO<sub>3</sub> dan Co-Heat Stabilizer Epoxidized Soya Bean Oil Serta Parameter Proses Pencampuran Hot Melt Mixing Terhadap Sifat Mekanik Plasticized-Poli Vinil Klorida**

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada Tanggal : 12 Juli 2010

Yang menyatakan,



(Rudiyansah)

## ABSTRAK

Nama : Rudiyansah  
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material  
Judul :

### **Pengaruh Formulasi *Filler CaCO<sub>3</sub>* dan *Co-Heat Stabilizer Epoxidized Soya Bean Oil* Serta Parameter Proses Pencampuran *Hot Melt Mixing* Terhadap Sifat Mekanik *Plasticized- Poli Vinil Klorida***

Poli Vinil Klorida (PVC) memiliki nilai kegunaan yang luas dan beragam dikarenakan sifat mekaniknya yang dapat disesuaikan dengan kebutuhan (contoh : *Unplasticized PVC* dan *Plasticized PVC* dimana penggunaan *plasticized PVC* mencapai 60% dari konsumsi PVC diseluruh dunia), namun memiliki keterbatasan dalam sifat kestabilan termal selama proses pencampuran *hot melt mixing* P-PVC. Kebutuhan akan *plasticized-poly (vinyl chloride)* (P-PVC) dengan nilai modulus kekakuan (*modulus young*) yang optimum dan nilai kekuatan tarik (*tensile strength*) yang tinggi dapat dicapai dengan menerapkan formulasi aditif *plasticizer* dan *filler CaCO<sub>3</sub>* serta pengaturan nilai parameter proses *hot melt mixing* seperti suhu, waktu dan kecepatan pencampuran dalam ranah nilai yang optimal, dan penggunaan *heat stabilizer* beserta *co-heat stabilizer epoxidized soya bean oil* (ESBO) ditujukan untuk mengatasi keterbatasan termal P-PVC selama proses pencampuran P-PVC dalam alat rheomix (*twin screw extruder*). Studi ini berusaha untuk memformulasikan *filler CaCO<sub>3</sub>*, *plasticizer di-octyl Phthalate* (DOP) dan ESBO serta parameter proses pencampuran dalam proses pencampuran PVC-P, dengan memvariasikan kadar *filler CaCO<sub>3</sub>* dari 0 hingga 90 PHR (*part per hundred PVC resin*) dan ESBO di nilai 0 hingga 6 PHR dengan menjaga kadar DOP tetap di nilai 28 PHR dalam resin PVC-XXX selama proses pencampuran lelehan, serta memvariasikan suhu pencampuran di suhu 170°C hingga 200°C, variasi waktu *mixing* dari 60 hingga 420 sekon dan memvariasikan kecepatan *mixing* di angka 90 hingga 120 rpm untuk mencapai nilai modulus kekakuan dan nilai kekuatan tarik yang optimal. Hasil menunjukkan bahwa penambahan *filler CaCO<sub>3</sub>* dari 0 hingga 90 PHR dalam proses pencampuran lelehan mampu meningkatkan nilai kekakuan PVC-P. Nilai kekuatan tarik dan modulus kekakuan mencapai nilai optimum di suhu, waktu dan kecepatan pencampuran di nilai 180°C, 300s dan 100 rpm. Hal yang menarik adalah bahwa ESBO tidak hanya bertindak sebagai *co-heat stabilizer*, disaat bersamaan penambahan ESBO dari 0 hingga 4 PHR mampu menurunkan nilai modulus kekakuan (bertindak seperti *plasticizer*) PVC-P, dan ini menunjukkan bahwa ESBO berpotensi untuk digunakan sebagai *primary plasticizer* yang berarti mengurangi penggunaan DOP.

Kata Kunci :

*Plasticized-PVC*, *filler CaCO<sub>3</sub>*, *epoxidized soya bean oil*, parameter proses pencampuran, modulus kekakuan dan kekuatan tarik

## **ABSTRACT**

Name : Rudiyansah  
Department : Metallurgy & Materials Engineering  
Title :

### **The Influence of Filler CaCO<sub>3</sub> and Co-Heat Stabilizer Epoxidized Soya Bean Oil Formulation with Hot Melt Mixing Process Parameters to Mechanical Properties of Plasticized-Poly (Vinyl Chloride)**

Poly (vinyl chloride) has versatile and varies application due to its mechanical properties that can be adjusted correspond to consumer needs (ex. Unplasticized PVC and Plasticized PVC where the usage of plasticized PVC reach 60% from all PVC consumption around the world), but still have many limitations which is PVC is unstable during processing (hot melt mixing). Demand of plasticized PVC with high tensile strength and modulus young can be achieved by optimizing the formulation of plasticizer, filler CaCO<sub>3</sub> with other additive and apply the optimum adjustment of mixing parameter process (temperature, time, and speed of mixing), and the usage of heat stabilizer and co-heat stabilizer epoxidized soya bean oil (ESBO) where synergize to stabilizing the molecules of plasticized PVC during processing. The aim of this research is to formulate the additive (filler, DOP, ESBO) and mixing parameter process which is can produce plasticized PVC with high mechanical properties by varying the concentration of filler CaCO<sub>3</sub> from 0 up to 90 PHR (parts per hundred PVC resin) and the concentration of ESBO from 0 up to 6 PHR while at the same time keeping the concentration of DOP still on 28 PHR in matrix of PVC-P during hot melt mixing, and varying the mixing temperature from 170°C going to 200°, varying the duration of mixing from 60 going to 420 seconds and varying the speed of mixing from 90 going to 120 rpm to obtain the optimum of modulus young and tensile strength properties. The result shown that the optimum modulus young and tensile strength of plasticized PVC was achieved by setting temperature, time, and rpm of hot melt mixing in certain value respectively 180°C, 300 seconds and 100 rpm. The remarks is that ESBO is not only acted as co-heat stabilizer, at the same time the addition of ESBO from 0 up to 4 PHR can reduce the modulus young properties of plasticized PVC (ESBO acted as secondary plasticizer), and this lead to conclusion that ESBO has a great potential to become primary plasticizer to reduce the usage of DOP that can be reduce the risk in health issue during processing of plasticized PVC.

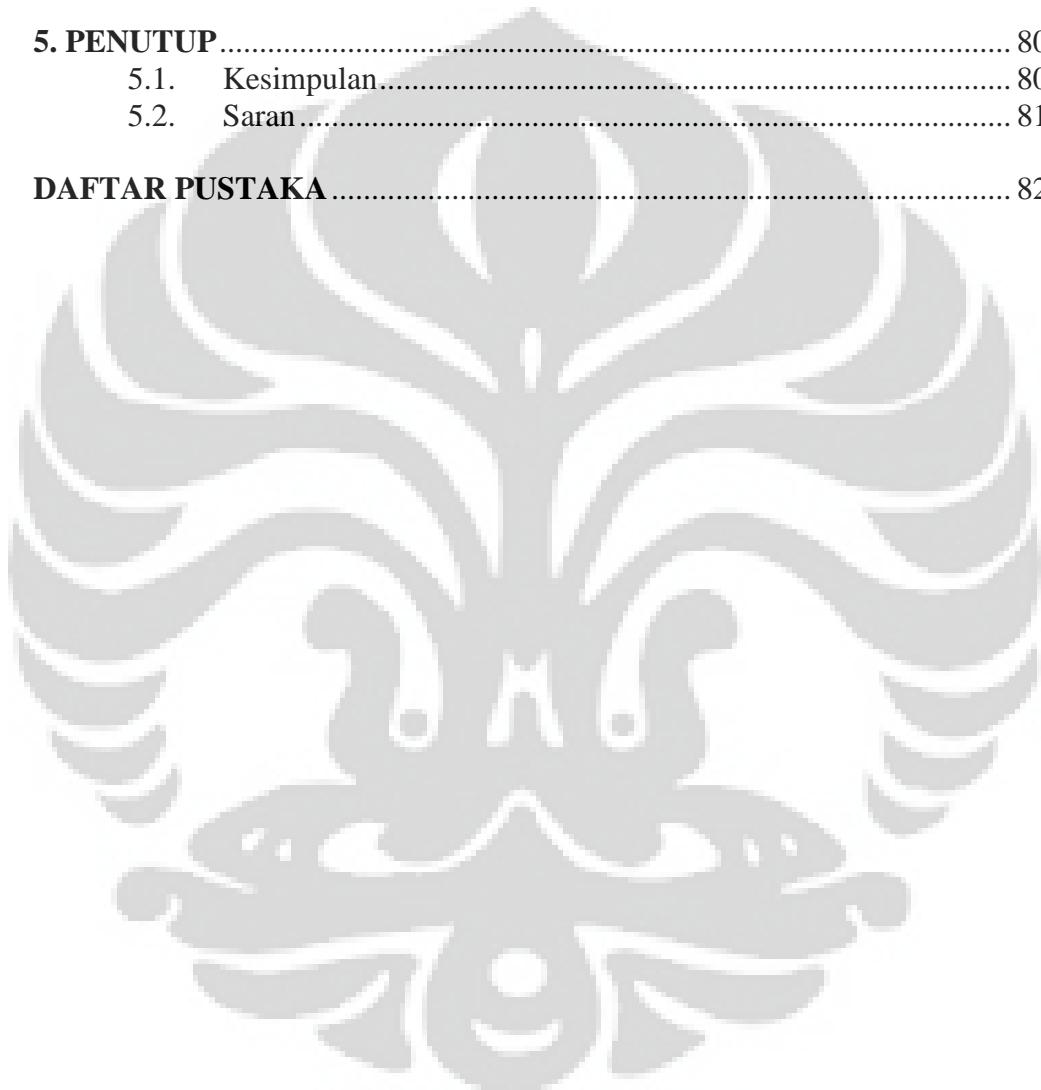
Key Words :

Plasticized-PVC, filler CaCO<sub>3</sub>, epoxidized soya bean oil, hot melt mixing parameter process, modulus young and tensile strength

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR .....	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH .....	vi
ABSTRAK .....	vii
ABSTRACT .....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
<b>1. PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1.    Latar Belakang.....	1
1.2.    Perumusan Masalah.....	3
1.3.    Tujuan Penelitian.....	4
1.4.    Sasaran Penelitian.....	4
1.5.    Ruang Lingkup Penelitian .....	5
1.6.    Hipotesis .....	6
1.7.    Sistematika Penulisan.....	6
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>8</b>
2.1.    Poli Vinil Klorida .....	8
2.2. <i>Filler</i> dalam Formulasi <i>Plasticized PVC</i> .....	10
2.3.    Nilai Mekanik Polimer .....	12
2.3.1.    Fenomena <i>Yielding</i> dalam Polimer.....	14
2.4.    Karakteristik PVC hasil Polimerisasi Suspensi .....	18
2.5. <i>Plasticizer Phthalate</i> serta Teori Plastisasi .....	21
2.6.    Kestabilan Termal PVC.....	22
2.7.    Reologi Lelehan Polimer.....	25
2.8.    Teori dan Mekanisme <i>Hot Melt Mixing</i> .....	29
2.9.    Evaluasi Proses Distribusi dan Dispersitas.....	32
2.10.    Evaluasi Performa ESBO .....	33
<b>3. METODE PENELITIAN .....</b>	<b>37</b>
3.1.    Diagram alir metodologi penelitian.....	37
3.2.    Bahan .....	38
3.3.    Formulasi Bahan.....	38
3.3.1.    Variasi Komposisi CaCO <sub>3</sub> 1200 .....	38
3.3.2.    Variasi Komposisi CaCO <sub>3</sub> 4000 .....	39
3.3.3.    Variasi waktu <i>Hot Mixing</i> .....	40
3.3.4.    Variasi suhu <i>Hot Mixing</i> .....	40
3.3.5.    Variasi Kecepatan <i>Hot Mixing</i> .....	41
3.3.6.    Variasi Komposisi ESBO .....	42

3.4.	3.3.7. Komposisi Sampel Pembanding .....	42
3.4.	Proses pembuatan sampel uji dan prinsip pengujian .....	44
<b>4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>48</b>
4.1.	Analisa Pengaruh Penambahan <i>filler CaCO<sub>3</sub></i> .....	48
4.2.	Analisa Pengaruh Parameter Proses Pencampuran .....	54
4.2.1.	Pengaruh Waktu dan Kecepatan Pencampuran .....	54
4.2.2.	Pengaruh Suhu Pencampuran <i>Hot Melt Mixing</i> .....	66
4.3.	Analisa Pengaruh ESBO terhadap sifat mekanik P-PVC.....	73
<b>5. PENUTUP .....</b>		<b>80</b>
5.1.	Kesimpulan.....	80
5.2.	Saran .....	81
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>82</b>



## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1.</b>	Sifat <i>filler</i> Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) .....	10
<b>Tabel 2.2.</b>	Tipikal sifat mekanik <i>plasticized-PVC</i> .....	12
<b>Tabel 2.3.</b>	Perbandingan karakteristik antara jaringan polimerik yang bersifat fleksibel dan rigid.....	16
<b>Tabel 2.4.</b>	Permodelan teoritis nilai <i>modulus young</i> polimer yang berisi <i>filler</i> .....	17
<b>Tabel 2.5.</b>	Representasi nilai absorbsi IR gugus fungsi .....	35
<b>Tabel 2.6.</b>	Representasi nilai absorbsi IR gugus fungsi .....	36
<b>Tabel 3.1.</b>	Variasi Komposisi $\text{CaCO}_3$ 1200.....	38
<b>Tabel 3.2.</b>	Parameter proses pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	39
<b>Tabel 3.3.</b>	Variasi Komposisi $\text{CaCO}_3$ 4000.....	39
<b>Tabel 3.4.</b>	Parameter proses pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	39
<b>Tabel 3.5.</b>	Komposisi formulasi <i>plasticized-PVC</i> .....	40
<b>Tabel 3.6.</b>	Variasi waktu <i>hot melt mixing</i> dalam proses pencampuran <i>hot melt mixing plasticized-PVC</i> .....	40
<b>Tabel 3.7.</b>	Komposisi formulasi <i>plasticized-PVC</i> .....	40
<b>Tabel 3.8.</b>	Variasi suhu <i>hot melt mixing</i> dalam proses pencampuran <i>hot melt mixing plasticized-PVC</i> .....	41
<b>Tabel 3.9.</b>	Komposisi formulasi <i>plasticized-PVC</i> .....	41
<b>Tabel 3.10.</b>	Variasi kecepatan <i>hot melt mixing</i> dalam proses pencampuran <i>hot melt mixing plasticized-PVC</i> .....	41
<b>Tabel 3.11.</b>	Variasi komposisi ESBO dalam formulasi <i>plasticized-PVC</i> .....	42
<b>Tabel 3.12.</b>	Parameter proses pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	42
<b>Tabel 3.13.</b>	Komposisi formulasi <i>plasticized-PVC</i> pembanding .....	42
<b>Tabel 3.14.</b>	Parameter proses pencampuran pembanding .....	43
<b>Tabel 4.1.</b>	Ringkasan sifat mekanik dari beberapa formulasi <i>plasticized-PVC</i> .....	52
<b>Tabel 4.2.</b>	Nilai mekanik <i>plasticized-PVC</i> terhadap variasi waktu dan kecepatan pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	63
<b>Tabel 4.3.</b>	Nilai mekanik <i>plasticized-PVC</i> terhadap variasi suhu pencampuran .....	70
<b>Tabel 4.4.</b>	Nilai mekanik <i>plasticized-PVC</i> terhadap konsentrasi ESBO.....	79

## DAFTAR GAMBAR

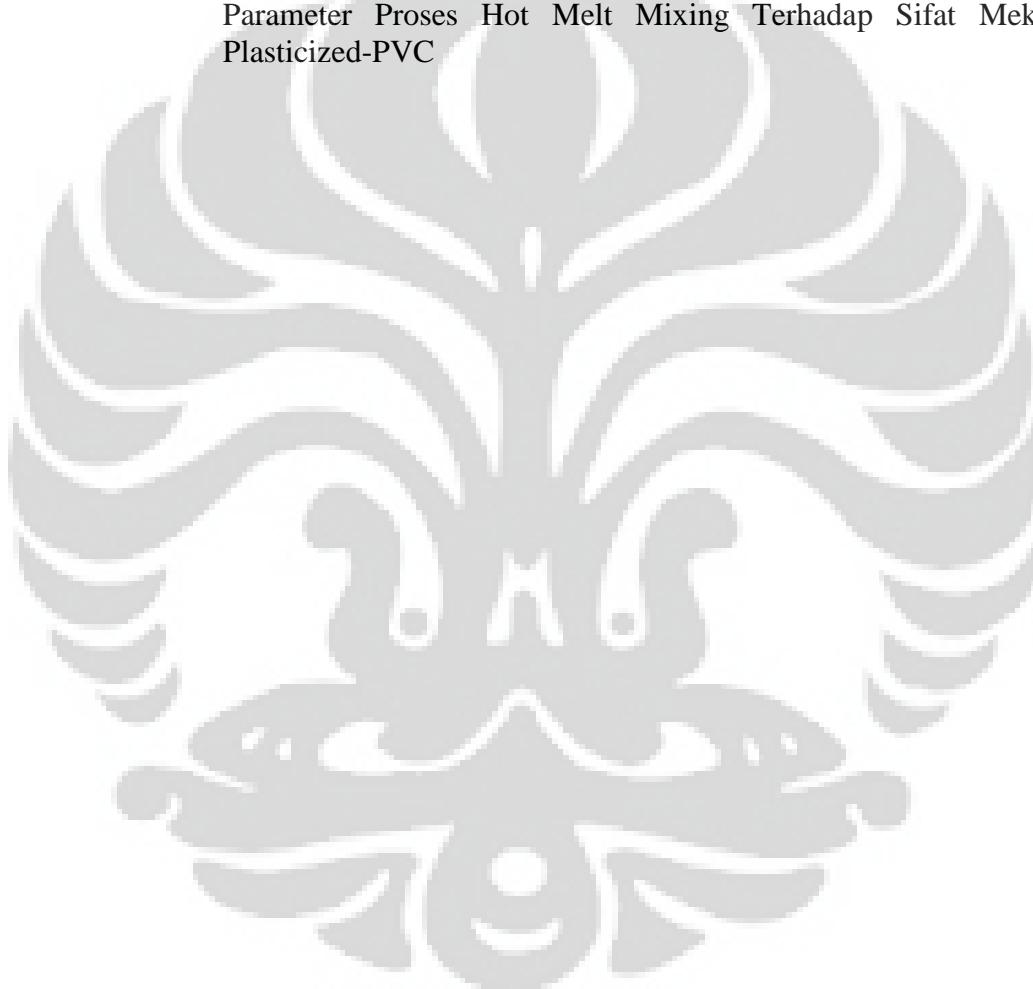
<b>Gambar 1.1.</b>	<i>Calendering unit</i> produksi P-PVC.....	5
<b>Gambar 2.1.</b>	Cacat struktur PVC .....	9
<b>Gambar 2.2.</b>	Idealisasi struktur molekul PVC .....	9
<b>Gambar 2.3.</b>	Alat rheomix <i>hot melt mixing</i> .....	11
<b>Gambar 2.4.</b>	Kurva tegangan-regangan material getas (A), material plastis (B), dan material sangat elastis (polimer) (C).....	13
<b>Gambar 2.5.</b>	Skematik kurva tegangan-regangan untuk suatu material dalam menentukan nilai <i>yield</i> dan <i>tensile strength</i> .....	13
<b>Gambar 2.6.</b>	Diagram ilustrasi kurva tegangan-regangan dalam menentukan nilai kekakuan dan pemuluran pada polimer .....	14
<b>Gambar 2.7.</b>	Presentatif skematik fenomena <i>necking</i> dititik (B) akibat proses <i>drawing</i> sampel polimer amorfus .....	15
<b>Gambar 2.8.</b>	Skematik diagram orientasi keteraturan dan ketidak aturan rantai molekul suatu polimer.....	15
<b>Gambar 2.9.</b>	Tahapan deformasi elastis pada polimer semikristalin.....	16
<b>Gambar 2.10.</b>	Skematik deformasi plastik dalam polimer semikristalin.....	18
<b>Gambar 2.11.</b>	Struktur makromolekul PVC suspensi .....	19
<b>Gambar 2.12.</b>	Pembentukan cincin benzena yang diinisiasi oleh pemutusan atom Cl tersier .....	20
<b>Gambar 2.13.</b>	Struktur molekul <i>di-octyl phthalate</i> (DOP) .....	21
<b>Gambar 2.14.</b>	Cacat struktur molekul PVC.....	23
<b>Gambar 2.15.</b>	Idealisasi struktur molekul <i>co-stabilizer</i> berbasis senyawaan Epoxy.....	24
<b>Gambar 2.16.</b>	Skematik kemungkinan reaksi antara ESBO dengan atom klorin labil dalam molekul PVC .....	24
<b>Gambar 2.17.</b>	Gambar skematik aliran laminar.....	25
<b>Gambar 2.18.</b>	Tipe aliran material bergantung terhadap <i>shear rate</i> .....	26
<b>Gambar 2.19.</b>	Representasi pengaruh suhu dan massa molar rataan terhadap keadaan fisik polimer amorfus .....	27
<b>Gambar 2.20.</b>	Kurva waktu <i>fusion</i> vs. <i>Ultimate Tensile Strength</i> (UTS).....	27
<b>Gambar 2.21.</b>	Variasi nilai <i>modulus young</i> (E) terhadap waktu dan temperatur .....	28
<b>Gambar 2.22.</b>	Viskositas <i>plasticized</i> -PVC dan proses gelasi vs. temperatur berbagai jenis <i>plasticizer</i> dalam matriks PVC .....	28
<b>Gambar 2.23.</b>	Proses pencampuran distributif dan dispersif pada proses pencampuran sistem polimer .....	29
<b>Gambar 2.24.</b>	Tegangan geser dan tegangan elongasi selama proses <i>dispersive mixing</i> .....	29
<b>Gambar 2.25.</b>	Peralatan mixing yang ideal.....	30
<b>Gambar 2.26.</b>	<i>Interfacial area</i> .....	31
<b>Gambar 2.27.</b>	Rataan tebal striasi ( r ) yang terbentuk dari produk surface interfacial area komponen terhadap volume total campuran .....	31

<b>Gambar 2.28.</b>	Skematik interaksi berkas elektron dengan sampel dalam pengujian SEM dan EDAX.....	33
<b>Gambar 2.29.</b>	Spektra infra red PVC murni dan PVC dengan plasticizer ....	33
<b>Gambar 2.30.</b>	Gugus eter sederhana asimetris (alkil).....	34
<b>Gambar 3.1.</b>	Diagram alir penelitian pengaruh aditif pada formulasi compounding PVC .....	37
<b>Gambar 3.2.</b>	<i>Dry mixer</i> .....	43
<b>Gambar 3.3.</b>	<i>Rheomix Twin Screw Extruder Counter Rottating</i> .....	44
<b>Gambar 3.4.</b>	Geometri sampel uji <i>micro tensile</i> .....	44
<b>Gambar 3.5.</b>	Cetakan mikro <i>tensile</i> untuk pengujian tarik polimer.....	45
<b>Gambar 3.6.</b>	Hidrolik <i>Hot Pressing</i> .....	45
<b>Gambar 3.7.</b>	Mesin Chatillon LF Plus <i>Universal Tensile Machine</i> .....	46
<b>Gambar 3.8.</b>	Instrumen <i>sputtering</i> sampel SEM .....	46
<b>Gambar 3.9.</b>	Instrumen uji SEM dan EDAX.....	46
<b>Gambar 3.10.</b>	<i>PerkinElmer FTIR Analysis device</i> .....	47
<b>Gambar 4.1.</b>	Kurva tegangan-regangan uji tarik pengaruh konsentrasi <i>filler CaCO<sub>3</sub></i> 1200 terhadap sifat mekanik <i>plasticized-PVC</i> .....	49
<b>Gambar 4.2.</b>	Grafik nilai kekuatan tarik ( <i>tensile strength</i> ) terhadap konsentrasi penambahan <i>filler CaCO<sub>3</sub></i> 1200 .....	49
<b>Gambar 4.3.</b>	Kurva tegangan-regangan uji tarik pengaruh konsentrasi <i>filler CaCO<sub>3</sub></i> 1200 terhadap sifat mekanik <i>plasticized-PVC</i> .....	50
<b>Gambar 4.4.</b>	Grafik nilai kekuatan tarik <i>plasticized-PVC</i> terhadap kadar penambahan <i>filler CaCO<sub>3</sub></i> 4000.....	50
<b>Gambar 4.5.</b>	Grafik nilai <i>modulus young plasticized-PVC</i> terhadap penambahan kadar <i>filler CaCO<sub>3</sub></i> 1200.....	51
<b>Gambar 4.6.</b>	Grafik nilai <i>modulus young plasticized-PVC</i> terhadap penambahan kadar <i>filler CaCO<sub>3</sub></i> 4000.....	51
<b>Gambar 4.7.</b>	Skematik konsentrasi tegangan pada <i>filler CaCO<sub>3</sub></i> dalam matriks PVC saat pembebanan tarik .....	53
<b>Gambar 4.8.</b>	Proses pencampuran distributif dan dispersif pada proses pencampuran sistem polimer .....	55
<b>Gambar 4.9.</b>	Skematik <i>shear stress</i> dan deformasi pada lelehan polimer .....	56
<b>Gambar 4.10.</b>	Kurva tegangan-regangan uji tarik pengaruh waktu <i>hot melt mixing</i> terhadap sifat mekanik <i>plasticized-PVC</i> .....	56
<b>Gambar 4.11.</b>	Proses <i>break-up thread liquid</i> (Arnitel®) dalam matriks PS .....	57
<b>Gambar 4.12.</b>	Grafik nilai <i>modulus young plasticized-PVC</i> terhadap waktu pencampuran <i>hot melt mixing plasticized-PVC</i> .....	58
<b>Gambar 4.13.</b>	Grafik nilai <i>tensile strength plasticized-PVC</i> terhadap variasi waktu pencampuran <i>hot melt mixing plasticized-PVC</i> .....	59
<b>Gambar 4.14.</b>	Pembentukan <i>interfacial area</i> pada proses <i>distributive mixing</i> .....	59

<b>Gambar 4.15.</b>	Kurva tegangan-regangan <i>plasticized-PVC</i> terhadap pengaruh kecepatan pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	60
<b>Gambar 4.16.</b>	Grafik nilai <i>modulus young plasticized-PVC</i> terhadap kecepatan pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	61
<b>Gambar 4.17.</b>	Grafik nilai <i>tensile strength plasticized-PVC</i> terhadap variasi kecepatan pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	62
<b>Gambar 4.18.</b>	Identifikasi qualitatif elemen pada matriks <i>plasticized-PVC</i> hasil proses pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	63
<b>Gambar 4.19.</b>	Grafik pengujian EDAX pada permukaan melintang <i>plasticized PVC</i> .....	64
<b>Gambar 4.20.</b>	Mikrografi SEM penampang patahan hasil pencampuran <i>hot melt mixing plasticized-PVC</i> selama 60 detik .....	65
<b>Gambar 4.21.</b>	Mikrografi SEM penampang patahan hasil pencampuran <i>hot melt mixing plasticized-PVC</i> selama 300 detik .....	66
<b>Gambar 4.22.</b>	Kurva hubungan <i>shear stress-strain rate</i> terhadap temperatur.....	67
<b>Gambar 4.23.</b>	Kurva tegangan-regangan <i>plasticized-PVC</i> terhadap variasi temperatur pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	67
<b>Gambar 4.24.</b>	Grafik nilai <i>modulus young plasticized-PVC</i> terhadap variasi suhu pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	68
<b>Gambar 4.25.</b>	Grafik nilai <i>tensile strength plasticized-PVC</i> terhadap variasi suhu pencampuran <i>hot melt mixing</i> .....	69
<b>Gambar 4.26.</b>	Mikrografi SEM hasil pencampuran <i>hot melt mixing plasticized-PVC</i> pada suhu 190°C .....	69
<b>Gambar 4.27.</b>	Skematik degradasi rantai molekul PVC akibat efek pemanasan (dehidroklorinasi) .....	71
<b>Gambar 4.28.</b>	Mikrografi SEM hasil pencampuran <i>hot melt mixing plasticized-PVC</i> pada suhu 200°C .....	72
<b>Gambar 4.29.</b>	Idealisasi reaksi antara ESBO dengan atom klorin labil dalam molekul PVC .....	73
<b>Gambar 4.30.</b>	Idealisasi reaksi <i>cross-linking</i> antara molekul PVC dengan ESBO .....	73
<b>Gambar 4.31.</b>	Struktur molekul <i>plasticizer di-octyl phthalate</i> (DOP) .....	74
<b>Gambar 4.32.</b>	Kurva transmisi-wavenumber DOP berdasarkan hasil uji FTIR .....	75
<b>Gambar 4.33.</b>	Kurva transmisi-wavenumber <i>plasticized-PVC</i> (suhu pencampuran <i>hot melt mixing</i> 200°C) berdasarkan hasil uji FTIR .....	75
<b>Gambar 4.34.</b>	Grafik pembacaan wavenumber gugus fungsional pada PVC suspensi.....	77
<b>Gambar 4.35.</b>	Kurva tegangan-regangan uji tarik pengaruh konsentrasi <i>epoxidized soya bean oil</i> terhadap sifat mekanik <i>plasticized-PVC</i> .....	77
<b>Gambar 4.36.</b>	Grafik nilai <i>modulus young plasticized-PVC</i> terhadap konsentrasi ESBO.....	78
<b>Gambar 4.37.</b>	Grafik nilai <i>tensile strength plasticized-PVC</i> terhadap konsentrasi ESBO.....	78

## **DAFTAR LAMPIRAN**

- Lampiran 1.** Formulasi dan Parameter Proses *Hot Melt Mixing*  
**Lampiran 2.** Foto Bahan Baku Formulasi  
**Lampiran 3.** Hasil Pengujian FTIR  
**Lampiran 4.** Uji *One-Way* ANOVA  
**Lampiran 5.** Nilai Mekanik *plasticized-PVC*  
**Lampiran 6.** Hasil Pengujian SEM *plasticized- PVC*  
**Lampiran 7.** Standard Operational Procedure Calendering Unit (Tarpauline)  
**Lampiran 8.** Hasil Pengujian EDAX dan Catatan Penelitian Pengaruh Aditif & Parameter Proses Hot Melt Mixing Terhadap Sifat Mekanik Plasticized-PVC



## **BAB 1**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1. Latar Belakang**

Poli Vinil Klorida atau PVC tergolong kedalam keluarga termoplastik, yang berarti PVC memiliki sifat mudah melunak (*softening*) atau mengalami *fusing/gelasi* ketika dipanaskan dan mengalami pengerasan ketika didinginkan. Bahan termoplastik, bila diformulasikan secara tepat, mampu diproses berulang kali tanpa mengalami perubahan kimia yang berarti. PVC dalam keadaan alamiahnya memiliki struktur molekul yang amorf, sehingga menjadikan PVC memiliki sifat transparansi yang baik, susut bahan yang rendah, stabilitas dimensi yang baik hingga temperatur transisi gelas (Tg), ketahanan *creep* yang baik, ketahanan impak yang baik namun sensitif terhadap takik<sup>[1]</sup>. Temperatur transisi gelas dapat diartikan sebagai temperatur dimana polimer bersifat *glassy*, seperti PVC, akan melunak menuju fasa *rubbery* yang kental (*viscous*), yang mengindikasikan bahwa region struktur molekul PVC yang amorf, memiliki energi termal yang cukup untuk memulai *sliding* dengan rantai molekul yang lain, hingga keadaan yang dapat diamati. Untuk PVC sendiri, nilai temperatur transisi gelas berada di temperatur 80°C - 85°C<sup>[1]</sup>. Karena PVC bersifat amorfus dalam keadaan alamiahnya, membuat PVC tidak memiliki nilai leleh yang pasti, namun berada di rentang suhu 170°C - 180°C. Meskipun PVC pada dasarnya bersifat amorfus, namun dalam kenyataannya masih terdapat region kristalin dalam matriksnya, yaitu sekitar 10%<sup>[1]</sup>.

Poli Vinil Klorida memiliki keterbatasan dalam pemrosesan pencampuran *hot melt mixing*, dikarenakan kestabilan termal PVC yang rendah, dan viskositas lelehan PVC yang tinggi. Oleh karena itu, dibutuhkan penambahan zat aditif yang sesuai untuk mendapatkan produk dengan variasi dan aplikasi yang beragam bergantung terhadap sifat produk yang diinginkan oleh pasar. Dengan mendesain formulasi PVC yang sesuai untuk menghasilkan variasi sifat produk yang beragam, maka PVC hingga saat ini dikenal sebagai salah satu anggota keluarga termoplastik yang paling banyak kegunaannnya. Daya tahan pakai PVC ( 85% produk PVC digunakan dalam aplikasi yang membutuhkan masa pakai menengah

hingga jangka panjang), biaya produksi yang efektif dalam pemrosesan produk PVC, menjadikan PVC sebagai komuditas termoplastik terbesar kedua setelah Poli Etilen<sup>[1]</sup>.

Sifat PVC sangat dipengaruhi oleh berat molekul rataan dan distribusi berat molekul, oleh karena jenis produk polimerisasi PVC sangat menentukan dalam tahapan awal pemrosesan PVC menjadi suatu produk<sup>[1]</sup>. Produk PVC (*PVC compound*) berasal dari kombinasi atau proses pencampuran polimer dengan aditif mengikuti kaidah formulasi yang tepat sesuai dengan kebutuhan penggunaannya. Dalam menyatakan kadar atau konsentrasi baik untuk polimer maupun bahan aditif dalam proses formulasi, biasanya digunakan istilah *parts per hundred of PVC resin* (phr).

Proses pembuatan produk atau PVC *compound* dilakukan melalui proses pencampuran *hot melt mixing* yang intensif terhadap seluruh bahan-bahan yang telah diformulasikan. Hasil pencampuran *hot melt mixing* yang baik diharapkan berwujud gel, ataupun bahan yang bersifat kenyal yang dihasilkan akibat pengaruh panas maupun tekanan geser yang diberikan alat *rheomix* terhadap polimer. Bergantung terhadap jenis PVC maupun jenis aditif yang digunakan, umumnya sebelum membentuk produk atau *compound* yang bersifat kenyal, dilakukan perlakuan *dry-blending* dimana PVC dan aditif masih berbentuk *powder* maupun *liquid* mengalami proses pencampuran yang tidak bergantung terhadap fungsi temperatur. Produk PVC atau PVC *compound* dapat diformulasikan dengan menggunakan *plasticizers*, menjadi produk PVC yang bersifat fleksibel, dan biasa dikenal dengan istilah PVC-*Plasticized*.

Pengendalian kualitas produk dalam suatu industri merupakan komponen penting yang menunjang kemajuan dan perkembangan dari industri tersebut. Pengendalian kualitas yang baik dapat menjaga kepercayaan konsumen terhadap produk yang dipakai, yang nantinya dapat memotivasi industri untuk melakukan inovasi pada kualitas produk maupun jenis produk yang dihasilkan.

Untuk menjawab permasalahan ini, tentunya harus dikaji ulang formulasi yang digunakan, serta didukung oleh pengkondisian parameter proses seperti

penyetelan suhu dan kecepatan *mixing*, suhu rol *calendering* serta suhu proses *laminating* yang sesuai.

Pengkajian produk *plasticized-PVC* kaitannya terhadap pengaruh penambahan aditif terhadap sifat mekanik *plasticized-PVC* dalam rangka mengoptimalkan biaya dan energi produksi dalam proses pembuatan *plasticized-PVC* harus dilakukan secara tepat.

### 1.2. Perumusan Masalah

Penelitian yang dilakukan terhadap kasus susut yang terjadi pada produk tarpaulin (*plasticized-PVC*), berangkat dari adanya dugaan terhadap penggunaan formulasi bahan dan parameter proses pencampuran *hot melt mixing* yang kurang optimal, yang mencakup penggunaan komposisi *filler CaCO<sub>3</sub>*, *epoxidized soya bean oil* (ESBO) sebagai *co-heat stabilizer*, kecepatan proses pencampuran *hot melt mixing*, durasi (waktu) pencampuran *hot melt mixing* dan temperatur proses pencampuran *hot melt mixing* dari PVC yang kurang optimal sehingga menyebabkan produk *plasticized-PVC* yang dihasilkan pada unit *calendering* mengalami penyusutan dan berimbang terhadap kualitas dan efisensi penggunaan bahan dalam proses produksi di unit *tarpauline* dalam industri *plasticized-PVC*.

Proses perumusan/formulasi dalam proses *compounding* adalah bagian terpenting dalam suatu *in-line* proses produksi. Proses formulasi tentunya sangat memperhatikan aspek rasio antara kualitas produk dan biaya produksi, oleh karena itu penelitian ini sangat dibutuhkan untuk memberikan gambaran mengenai pentingnya ketepatan dalam perumusan/formulasi dalam proses *compounding*, dan jika penelitian mengenai optimasi proses formulasi dalam *compounding* PVC ini berhasil dilakukan akan semakin terbuka lebar kesempatan untuk menghasilkan produk dengan kualitas terbaik, dan meminimalisir penyusutan, sehingga proses produksi menjadi lebih efisien, dan menjadikan produk *plasticized-PVC* yang siap bersaing dengan pasaran internasional.

### **1.3. Tujuan Penelitian**

Penelitian yang dilakukan bertujuan untuk mengetahui pengaruh komposisi penggunaan *filler* CaCO<sub>3</sub> dengan dua spesifikasi yang berbeda dan ESBO sebagai *co-heat stabilizer* serta parameter proses pencampuran *hot melt mixing* seperti kecepatan proses pencampuran *hot melt mixing* (kecepatan *screw*), durasi (waktu) proses pencampuran *hot melt mixing* serta temperatur proses pencampuran *hot melt mixing*, dimana dalam penelitian ini diharapkan dihasilkan produk *plasticized-PVC* yang memiliki nilai *modulus young* (modulus kekakuan) yang optimal namun tidak mengorbankan nilai *tensile strength* (kekuatan tarik) dari hasil pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC*, dimana semakin tinggi nilai kekakuan maka kecenderungan terjadinya susut menurun, namun kekuatan *tensile* yang tinggi dibutuhkan untuk menghasilkan produk *plasticized-PVC* yang baik<sup>[2]</sup>.

### **1.4. Sasaran Penelitian**

Sasaran penelitian ini mencakup lima hal terkait pengaruhnya terhadap sifat mekanik dan sifat susut dari hasil *compounding* dalam proses pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC*, yaitu :

1. Pengaruh komposisi *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000 dalam formulasi *plasticized-PVC* terhadap nilai *modulus young* atau modulus kekakuan serta nilai kekuatan tarik (*tensile strength*) dari hasil pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC*. Optimasi komposisi CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000 menjadi sorotan utama, karena penambahan dua jenis kapur yang berlainan ini, tentunya akan berakibat langsung terhadap nilai kekakuan produk hasil pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC*.
2. Pengaruh komposisi ESBO sebagai *co-heat stabilizer* dalam formulasi *plasticized-PVC* terhadap nilai kekakuan dan nilai kekuatan tarik dari *plasticized-PVC*. Peranan ESBO sebagai *co-heat stabilizer*, mampu meningkatkan kemampuan proses PVC pada suhu tinggi.
3. Pengaruh temperatur pada proses pencampuran *hot melt mixing* terhadap distribusi *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000, serta ESBO dalam matriks *plasticized-PVC* yang diukur dari nilai modulus kekakuan dan kekuatan

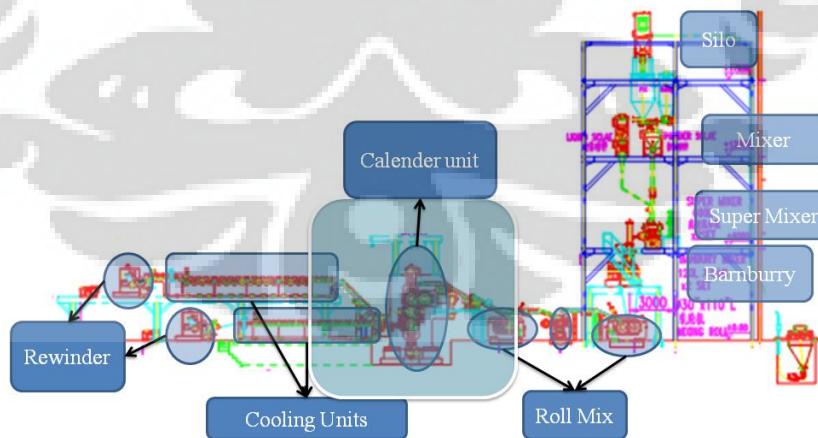
tarik dari *plasticized-PVC*, dimana temperatur memainkan peranan penting terhadap kualitas hasil proses pencampuran *hot melt mixing*.

4. Pengaruh kecepatan proses pencampuran *hot melt mixing* terhadap distribusi *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000, serta ESBO dalam matriks PVC, dan dapat diukur dari nilai modulus kekakuan dan kekuatan tarik dari *plasticized-PVC*.
5. Pengaruh waktu pencampuran *hot melt mixing* terhadap distribusi *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000, serta ESBO dalam matriks PVC, dan dapat diukur dari nilai modulus kekakuan dan kekuatan tarik dari *plasticized-PVC*.

## 1.5 Ruang Lingkup Penelitian

Mengingat bahwa kasus susut ini yang terjadi pada produk tarpaulin dan dijumpai pada plant tarpaulin yang ada di industri *flexible banner* PVC, terbagi menjadi dua klasifikasi besar batasan ranah permasalahan pada :

1. *Plant* tarpaulin pada industri *flexible banner* PVC umumnya terdiri dari dua mesin utama, yaitu mesin *calendering* dan mesin *laminating* seperti terlihat pada Gambar 1.1.



**Gambar 1.1** *Calendering unit* pada pabrik pembuatan *flexibel banner* PVC

2. Pada mesin utama Calender, fokus perhatian pada formulasi bahan baku serta parameter proses *hot melt mixing* (suhu, kecepatan screw dan waktu *mixing* pada proses *hot melt mixing*), serta mengevaluasi hasil *hot melt*

*mixing* dengan cara mengukur nilai mekanik (*modulus young, tensile strength, yield strength* dan % elongasi) serta distribusi aditif yang digunakan melalui pengamatan SEM serta EDAX, dan kinerja ESBO dalam formulasi PVC serta produk degradasi PVC selama proses *hot melt mixing* melalui pengamatan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR).

## 1.6 Hipotesis

Penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000 dengan rasio 1 : 3 dalam formulasi serta pengaturan kecepatan *screw* dalam proses pencampuran *hot melt mixing* di kecepatan 100 rpm mampu memberikan sifat modulus kekakuan dan nilai kekuatan tarik yang optimal yang mampu meminimalisir terjadinya penyusutan selama proses laminasi, dan penambahan ESBO hingga 4 phr (*parts per hundred* PVC resin) kedalam formulasi fleksibel PVC serta pengaturan suhu pencampuran *hot melt mixing* di suhu 180°C mampu meningkatkan performa ESBO dalam fleksibel PVC dalam upaya menurunkan nilai kekakuan namun disaat bersamaan meningkatkan nilai kekuatan tarik dari fleksibel PVC, dan juga mencegah terjadinya dehidroklorinasi pada rantai PVC. Penambahan ESBO menurunkan nilai Tg (transisi glas) yang menjelaskan menurunnya nilai kekakuan dari fleksibel PVC.

## 1.7. Sistematika Penulisan

Skripsi ini terdiri dari lima bab, yaitu :

- **Bab 1 Pendahuluan**

Bab ini berisi latar belakang penelitian, perumusan permasalahan, tujuan penelitian, sasaran penelitian, ruang lingkup penelitian, hipotesis dan sistematika penulisan.

- **Bab 2 Tinjauan Pustaka**

Bab ini berisi studi literatur dasar teori, yang berkaitan dengan penelitian ini guna penyelesaian permasalahan.

- **Bab 3 Metode Penelitian**

Bab ini berisi diagram alir penelitian, variabel penelitian, formulasi penelitian, komposisi material, peralatan preparasi sampel pengujian, peralatan karakterisasi sampel dan prosedur penelitian secara detail.

- **Bab 4 Hasil dan Pembahasan**

Bab ini berisi data-data hasil penelitian beserta pembahasannya.

- **Bab 5 Penutup**

Bab ini berisi kesimpulan akhir berdasarkan pembahasan serta saran terhadap penelitian lanjutan.



## **BAB 2**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

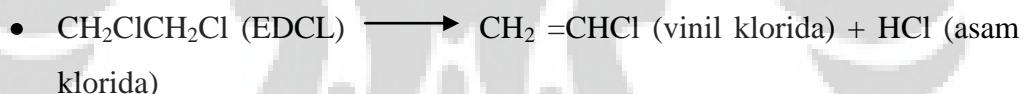
#### **2.1. Poli Vinil Klorida**

Poli vinil klorida merupakan produk dari polimerisasi monomer vinil klorida, dimana material awal untuk memproduksi poli vinil klorida secara komersial berasal dari etilen dan klorida. Etilen merupakan produk turunan dari proses *cracking* atau pemecahan rantai alifatik gas alam atau hidrokarbon rantai rendah seperti etana, propana atau butana. Klorida dihasilkan dari proses sel elektrolisis air laut<sup>[1]</sup>.

Monomer vinil klorida diproduksi dari proses klorinasi langsung rantai etilen dengan menggunakan katalis dalam proses pirolisis dengan menghasilkan produk etilen diklorida (*1,2-dichloroethane*; EDCL). Reaksi klorinasi langsung pada rantai etilen terlihat pada persamaan reaksi dibawah ini:

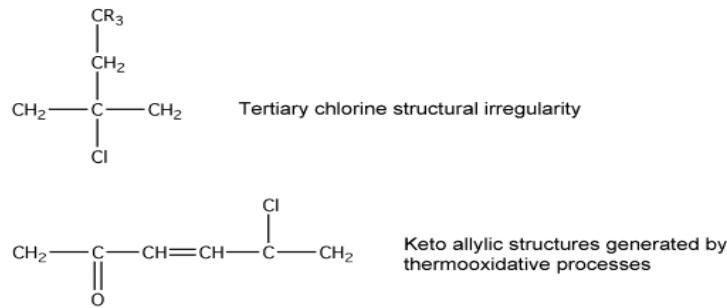


EDCL berwujud cairan pada suhu ruang dan tekanan atmosfer normal, dan kemudian EDCL ditransportasikan menuju unit *cracking* untuk mengalami dekomposisi termal pada temperatur tinggi, mengikuti reaksi seperti dibawah ini :



Vinil klorida yang terbentuk kemudian selanjutnya dipolimerisasi dengan melakukan polimerisasi radikal bebas vinil klorida menggunakan bantuan inisiator seperti senyawaan organik peroksida untuk membentuk produk polimerisasi berupa PVC homopolimer, dengan berat molekul teoritis berkisar dari 40,000 – 170,000<sup>[1]</sup>.

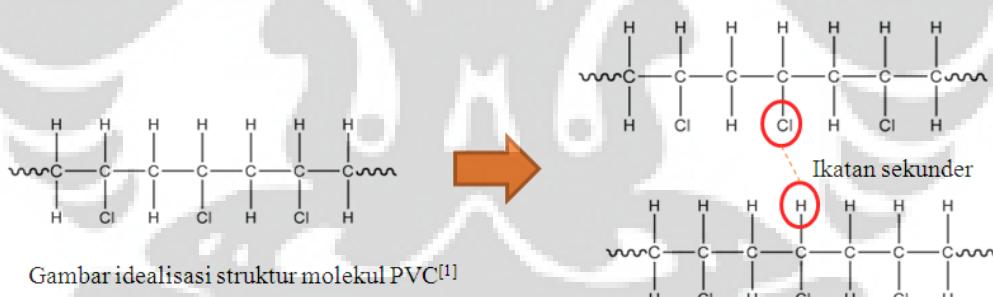
Struktur kimia rantai molekul PVC merujuk pada bentuk rantai dan cabang rantai teoritis yang terbentuk selama proses polimerisasi terlihat pada Gambar 2.1.



**Gambar 2.1.** Cacat struktur molekul PVC<sup>[1]</sup>

Pada Gambar 2.1 terlihat strukutur rantai molekul PVC yang memiliki cacat struktur akibat adanya ketidakaturan struktur yang diakibatkan adanya atom klor yang terikat oleh atom karbon tertier. Selain itu, selama proses polimerisasi muncul cacat strukutur yang diakibatkan oleh proses oksidasi panas.

Polimer PVC komersial secara esensial bersifat amorfus, namun memiliki sedikit fasa kristalin hingga 10% dan struktur teratur fasa nematic 2D yang bergantung pada jenis polimerisasi. Nilai transisi glas dari PVC homopolimer berada pada ranah nilai 80°C. Terlihat pada Gambar 2.2 strukutur rantai PVC tipikal, yang menyebabkan PVC bersifat amorfus<sup>[1]</sup>.



**Gambar 2.2.** Idealisasi struktur molekul PVC<sup>[1]</sup>

Teknik polimerisasi monomer vinil klorida menjadi poli vinil klorida ada tiga macam, yaitu<sup>[1]</sup> :

- Proses polimerisasi suspensi
- Proses polimerisasi mikro suspensi
- Proses polimerisasi emulsi

Dari ketiga proses polimerisasi diatas, proses polimerisasi suspensi adalah proses polimerisasi yang paling umum digunakan untuk memproduksi PVC,

dengan tipikal ukuran butir partikel S-PVC 100-180  $\mu\text{m}$ , bentuk geometri partikel cukup kompleks dan tidak beraturan<sup>[1]</sup>.

## 2. 2. *Filler dalam formulasi plasticized PVC*

Saat ini *filler* merupakan salah satu komposisi terpenting dalam formulasi industri termoplastik, yang penggunaannya terus mengalami peningkatan. Penggunaan *filler* berjenis anisotropik, seperti mineral dengan bentuk *fiber* maupun berbentuk *flake* (*talc*, *kaolin*, *mica*)<sup>[2]</sup>.

**Tabel 2.1.** Sifat *filler* Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ )<sup>[2]</sup>

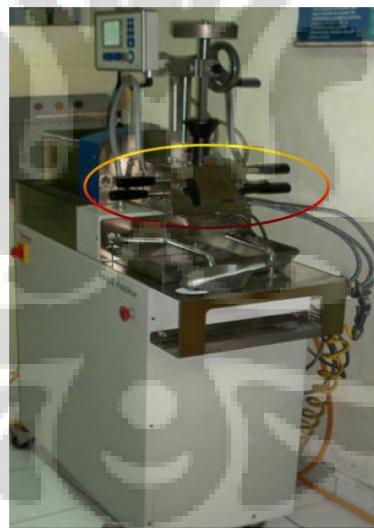
<b>Filler</b>	<i>Limestone, Chalk, Marble</i>	<b>Remarks</b>
<b>Mineralogical Name</b>	<i>Calcite, Calcspar</i>	
<b>Chemical Composition</b>	$\text{CaCO}_3$ (90-99.5%), $\text{MgCO}_3$ (0.5-10%), $\text{Fe}_2\text{O}_3 < 0.2\%$	
<b>Properties</b>		
<i>Decomposition (°C)</i>	550	<i>onset temperature</i>
<i>Acid Solubility</i>	<i>very high</i>	
<i>Water solubility (gr/100 ml)</i>	0.0013	18°C
<i>Loss on Ignition (%)</i>	43.5	950°C
<i>Density (gr/cm<sup>3</sup>)</i>	2.7	
<i>Hardness (Mohs)</i>	3	
<i>Modulus (MPa)</i>	35,000	
<i>Poisson Ratio</i>	0.27	
<i>Surface Energy (J/m<sup>2</sup>)</i>	0.07	
<i>Thermal Conductivity (W/m.K)</i>	2.5	
<i>Thermal Exp. Coefficient (1/K)</i>	$1 \times 10^{-5}$	<i>linier</i>
<i>Specific Heat (J/Kg.K)</i>	866.5	0 - 100°C
<i>Volume Resistivity (Ω.cm)</i>	$1 \times 10^{10}$	
<i>Surface Resistivity (Ω.cm)</i>	$5 \times 10^9$	50% r.h.
<i>Dielectric Constant (10<sup>4</sup> Hz)</i>	8	20°C
<i>Refractive Index</i>	1.48 - 1.65	<i>birefringent</i>

Secara tradisional atau umum yang dikenal oleh dunia industri, penggunaan *filler*  $\text{CaCO}_3$  dalam industri PVC, adalah suatu hal yang wajar dan merupakan suatu keharusan. Penambahan *filler*  $\text{CaCO}_3$  mampu mereduksi biaya

formulasi, namun disaat yang bersamaan meningkatkan sifat mekanik dari PVC itu sendiri<sup>[2]</sup>.

Penguatan sifat mekanik *plasticized-poly(vinyl chloride)* (PVC-P) dapat dilakukan dengan menggunakan *filler* anisotropik seperti *talc* ( $\text{CaCO}_3$ ), lebih khususnya *filler natural*  $\text{CaCO}_3$ . Selama proses ekstrusi hasil pencampuran *hot melt mixing plasticized*-PVC seperti terlihat pada gambar 2.1, orientasi *filler* dapat berubah terkait dengan proses penekanan yang dilakukan. Tentunya ada hubungan antara kondisi proses ekstrusi (suhu, rasio penekanan) dan perubahan orientasi *filler* ( $\text{CaCO}_3$ ) yang ada didalam PVC yang tentunya secara langsung mempengaruhi sifat mekanik (*tensile strength* dan *modulus young*) dari *plasticized-poly(vinyl chloride)*<sup>[1]</sup>.

Pada Gambar 2.3 terlihat pada ranah ekstrusi, proses pencampuran *hot melt mixing* sangat menentukan sifat mekanik dan kualitas *plasticized*-PVC sebelum dilakukan proses *drawing* untuk membentuk produk *tarpauline*. Proses pencampuran *hot melt mixing* bertujuan untuk mendistribusikan dan mendispersikan aditif secara homogen dalam matriks polimer.



**Gambar 2.3.** Alat rheomix *hot melt mixing*<sup>[3]</sup>

Pada Gambar 2.3 terlihat alat rheomix *hot melt mixing* PVC, dimana seluruh komposisi formulasi yang telah mengalami *dry blending* masuk melalui *feeder*.

*Filler CaCO<sub>3</sub>* merupakan *filler* yang paling banyak dan paling umum digunakan dalam industri PVC, hampir 80%<sup>[1]</sup>. Tentunya perlu diperhatikan beberapa hal terkait pemilihan CaCO<sub>3</sub> yang hendak dijadikan *filler* dalam PVC sebagai penyeimbang biaya dalam formulasi agar didapat produk dengan kualitas yang rasional terhadap harga PVC itu sendiri. Beberapa hal yang perlu diperhatikan antara lain : bentuk *filler* CaCO<sub>3</sub>, ukuran *filler* CaCO<sub>3</sub>, kekerasan CaCO<sub>3</sub>, warna *filler* CaCO<sub>3</sub>, berat spesifik *filler* CaCO<sub>3</sub>, maupun kondisi permukaan partikel CaCO<sub>3</sub> apakah sudah *ditreatment* atau belum<sup>[4]</sup>.

Penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> kedalam matriks PVC lebih ditujukan untuk menurunkan biaya produksi (reduksi pemakaian bahan baku PVC), sehingga *filler* CaCO<sub>3</sub> lebih digolongkan kedalam jenis *extenders filler*. *Extenders filler* CaCO<sub>3</sub> meningkatkan sedikit interaksi molekul polimer<sup>[5]</sup>.

Sebagai alat bantu perbandingan, berikut tersaji nilai mekanik *plasticized-PVC* pada Tabel 2.2.

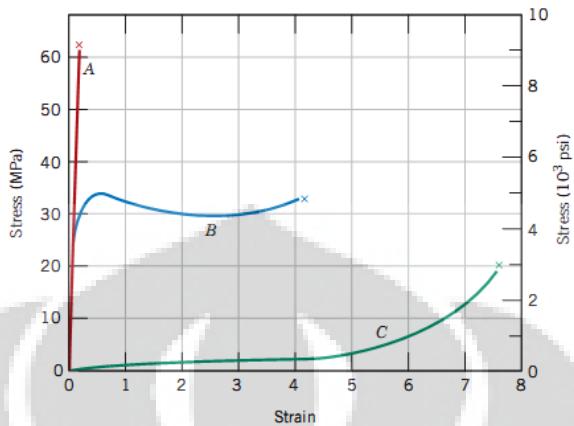
**Tabel 2.2.** Tipikal sifat mekanik *plasticized-PVC*<sup>[5]</sup>

<b>Sifat Mekanik</b>	<b>Material</b>	
	<b>PVC-Plasticized</b>	<b>PVC-Rigid</b>
<i>Tensile strength, (MPa)</i>	<b>9.6</b>	44.4
<i>Tensile Modulus (GPa)</i>		2.75
<i>Impact Strength (J/m)</i>	<b>293</b>	181
<i>Heat deflection temperature @ 1.82 MPa (°C)</i>		68
<i>Density (gr/cm<sup>3</sup>)</i>	<b>1.4</b>	1.4
<i>Dielectric strength (MV/m)</i>	<b>25.6</b>	34
<i>Dielectric constant @ 60 Hz</i>	<b>5.5</b>	3.4

### 2.3. Nilai mekanik polimer

Sifat mekanik berupa nilai modulus kekakuan berdasarkan interpretasi kurva tegangan-regangan yang disajikan oleh Gambar 2.4 menerangkan bahwa polimer tergolong dalam material sangat elastis, dengan nilai modulus kekakuan yang paling rendah dibandingkan dengan nilai modulus kekakuan material getas maupun material plastis, oleh karenanya modifikasi nilai modulus kekakuan material polimer menjadi hal yang menarik untuk aplikasi tertentu seperti aplikasi

*plasticized-PVC* yang membutuhkan nilai modulus kekakuan tertentu yang dapat dicapai dengan penambahan *filler*  $\text{CaCO}_3$  dengan jumlah tertentu.

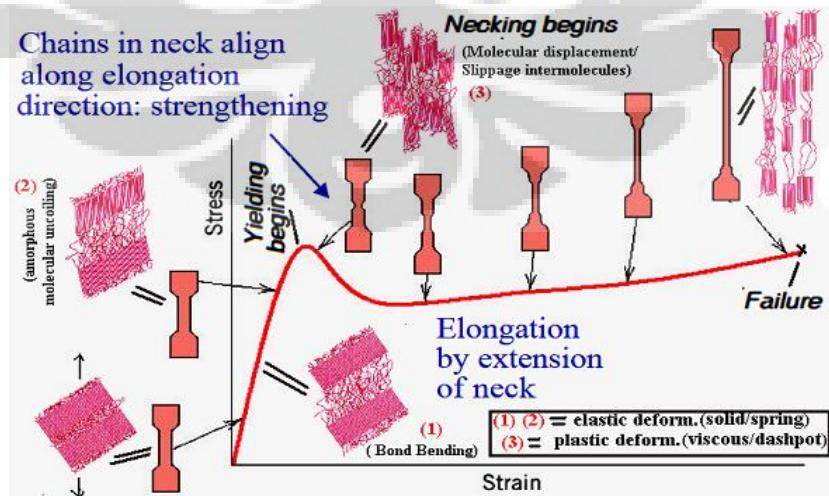


**Gambar 2.4.** Kurva tegangan-regangan material getas (A), material plastis (B), dan material sangat elastis (polimer) (C)<sup>[6]</sup>

Penentuan nilai mekanik suatu bahan berbasiskan pada nilai modulus kekakuan ( $E$ ) diukur pada daerah elastis, dimana nilai modulus kekakuan diukur dengan persamaan 1 berikut :

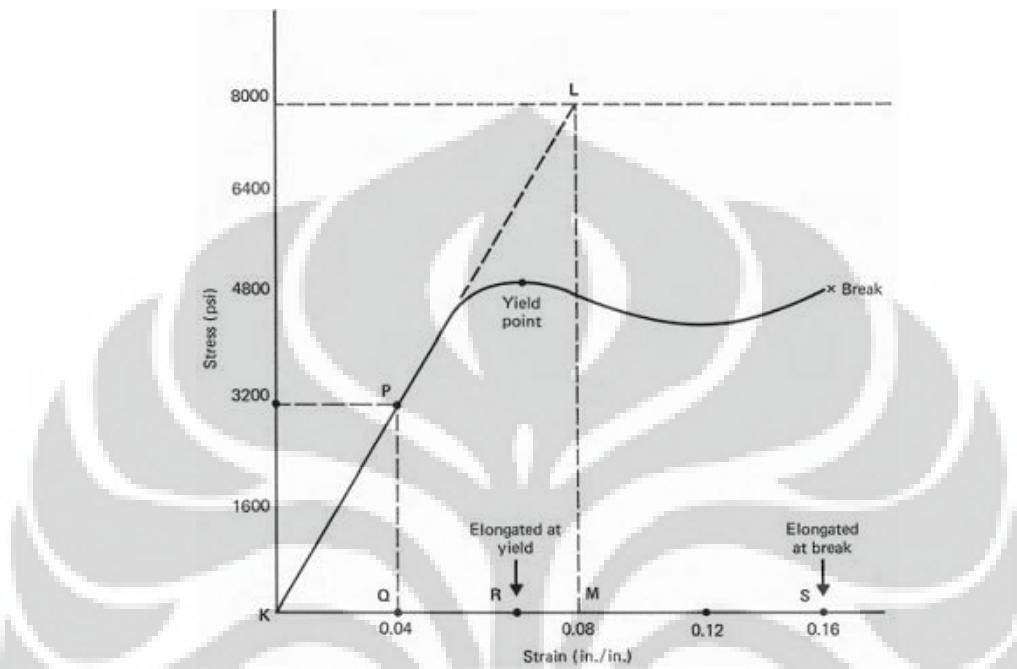
dengan  $\sigma$  = tegangan dan  $\varepsilon$  = besar regangan

Persamaan 1 dikenal dengan hukum Hooke, dan hanya berlaku pada daerah elastis saja, atau pengukuran dilakukan sebelum menyentuh nilai *yield strength*, seperti yang terlihat pada Gambar 2.5<sup>[6]</sup> dan 2.6<sup>[7]</sup>.



**Gambar 2.5.** Skematik kurva tegangan-regangan untuk suatu material dalam menentukan nilai *yield* dan *tensile strength*<sup>[6]</sup>

Pada Gambar 2.5 terlihat kemiringan garis pada daerah elastis (sebelum menyentuh titik *yield strength*/ $\sigma_y$ ) menunjukan nilai modulus kekakuan suatu material, semakin tinggi kemiringan garis, maka semakin kaku/plastis material tersebut.

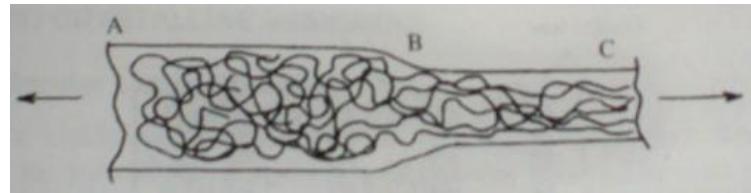


**Gambar 2.6.** Diagram ilustrasi kurva tegangan-regangan dalam menentukan nilai kekakuan dan pemuluran pada polimer<sup>[7]</sup>

Penentuan nilai modulus dan pemuluran polimer selama proses pengujian tarik *uniaxial* dapat dilakukan seperti pada Gambar 2.6 yang terlihat pada gambar diatas. Nilai elongasi pada titik *yield* dan elongasi pada saat patahan pada polimer setelah uji tarik *uniaxial*.

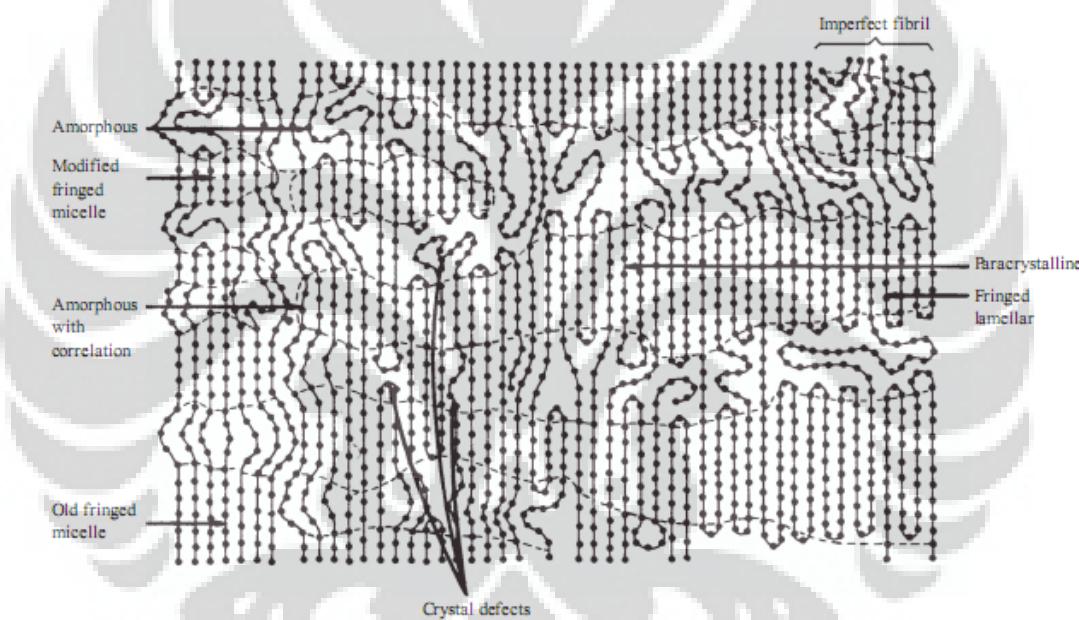
### 2.3.1. Fenomena yielding dalam polimer

Pada saat fenomena *necking* terjadi pada rantai polimer yang bersifat amorfus seperti PVC, terjadi penataan ulang rantai polimer akibat penarikan *uniaxial* menusun susunan fibril, dimana mereduksi jarak antar molekul dan berkontribusi dalam menguatkan interaksi antara rantai molekul dan rapat jenis energi kohesif dari sistem jaringan polimerik rantai molekul PVC<sup>[5]</sup>. Fenomena *necking* pada rantai polimer bersifat amorfus terlihat pada Gambar 2.7.



**Gambar 2.7.** Presentatif skematik fenomena *necking* dititik (B) yang terjadi akibat proses *drawing* sampel polimer amorfus<sup>[5]</sup>

*Poli vynil chloride* tergolong kedalam material polimer termoplastik, dan memiliki fasa kristalin dan amorfus dalam penyusunan rantai molekulnya, sehingga PVC memiliki nilai Tg dan Tm. Proporsi fasa amorfus dan kristalin menentukan nilai Tg dan Tm pada PVC, secara umum diketahui bahwa nilai Tg PVC berada dalam rentang 80°C - 85°C<sup>[1]</sup>.



**Gambar 2.8.** Skematis diagram orientasi keteraturan dan ketidak aturan rantai molekul suatu polimer<sup>[8]</sup>

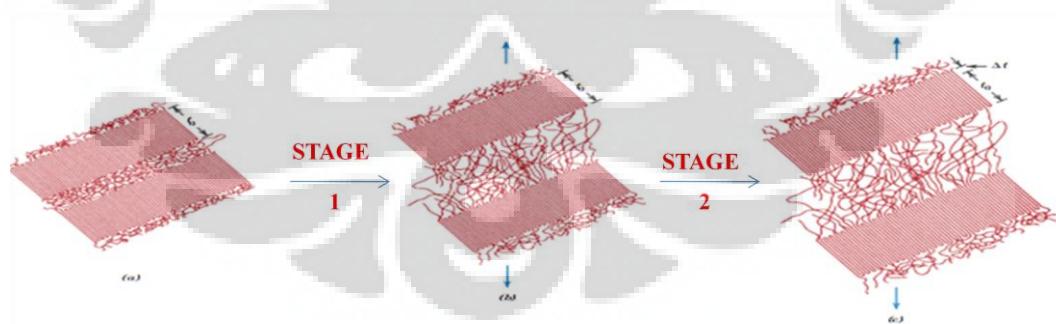
Pada Gambar 2.8 terlihat bahwa polimer PVC memiliki fasa amorfus dan fasa kristalin, dimana ada rantai molekul yang membentuk suatu pola keteraturan (*long range order*) dan ada rantai molekul yang membentuk pola yang acak (*short range order*), karena adanya fasa kristalin dan fasa amorfus dalam polimer PVC, maka PVC tergolong sebagai polimer semikristalin, meskipun PVC dominan memiliki fasa amorfus dalam jaringan polimerik yang terbentuk oleh monomer vinil klorida<sup>[5]</sup>. Perbandingan karakteristik antara jaringan polimerik yang bersifat fleksibel dengan jaringan polimerik yang bersifat rigid terlihat pada tabel 2.3.

**Tabel 2.3.** Perbandingan karakteristik antara jaringan polimerik yang bersifat fleksibel dan rigid<sup>[5]</sup>

<i>Characteristics</i>	<i>Rigid Networks (Elasticity from Enthalpic Origin)</i>	<i>Elastomeric Networks (Elasticity from Entropic Origin)</i>
<i>Elastic modulus</i>	<b>High (2-3 GPa)</b>	<i>low (1 x 10-3 GPa)</i>
<i>Reversible Strain</i>	<b>Low (0.1%)</b>	<i>High (100% and more)</i>
<i>Variation of the temperature while stretching</i>	<b>Decreasing</b>	<i>Increasing</i>
<i>Variation of the length while heating</i>	<b>Stretching</b>	<i>Shrinking</i>

Pada tabel 2.3 terlihat bahwa jaringan polimerik yang bersifat rigid ditandai dengan huruf *bold*, seperti yang dimiliki oleh jaringan polimerik PVC pada keadaan naturalnya memiliki nilai *modulus young* yang tinggi, sehingga PVC umumnya ditemui dengan memiliki nilai kekakuan yang tinggi, dan memiliki nilai pemuluran reversibel yang rendah.

Efek penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> kedalam suatu polimer akan memberikan efek peningkatan nilai modulus kekakuan dan menurunkan nilai kekuatan tarik polimer. Penambahan *filler* ini dimaksudkan untuk meningkatkan nilai mekanik dan merasionalkan biaya produksi, sehingga penggunaan *filler* CaCO<sub>3</sub> banyak dilakukan pada industri termoplastik (PE, PP dan PVC)<sup>[2]</sup>.



**Gambar 2.9.** Tahapan deformasi elastis pada polimer semikristalin. (a) Dua sambungan susunan rantai lamellae dan interlamellae sebelum deformasi. (b) Pemuluran rantai molekul fasa amorfus pada tahap awal deformasi. (c) Penambahan ketebalan kristalit *lamellar* (reversibel) akibat penekukan dan penarikan rantai polimer pada fasa kristalin<sup>[6]</sup>

Pada Gambar 2.9 terlihat bahwa selama proses deformasi elastis (daerah elastis), rantai molekul pada fasa amorfus dan fasa kristalin mengalami

peregangan, dan hal ini ditemui pada saat melakukan pembebahan tarik terhadap polimer semikristalin. Pada tahap 1 diterangkan bahwa, rantai molekul pada fasa amorfus mengalami peregangan dan terus meregang, namun energi pembebahan belum mampu meregangkan rantai molekul pada fasa kristalin, karena energi pembebahan masih bisa diakomodir oleh peregangan rantai molekul fasa amorfus.

Penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub>, memiliki tujuan utama untuk merubah nilai mekanik yang berada pada daerah elastis, sehingga penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> akan menghambat mobilitas molekul PVC yang ada pada fasa amorfus untuk melakukan peregangan akibat deformasi elastis. Pengukuran besarnya nilai mekanik suatu polimer setelah penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> dapat diukur dengan berbagai jenis permodelan seperti yang tertera dalam tabel 2.4.

**Tabel 2.4.** Permodelan teoritis nilai *modulus young* polimer yang berisi *filler*<sup>[3]</sup>

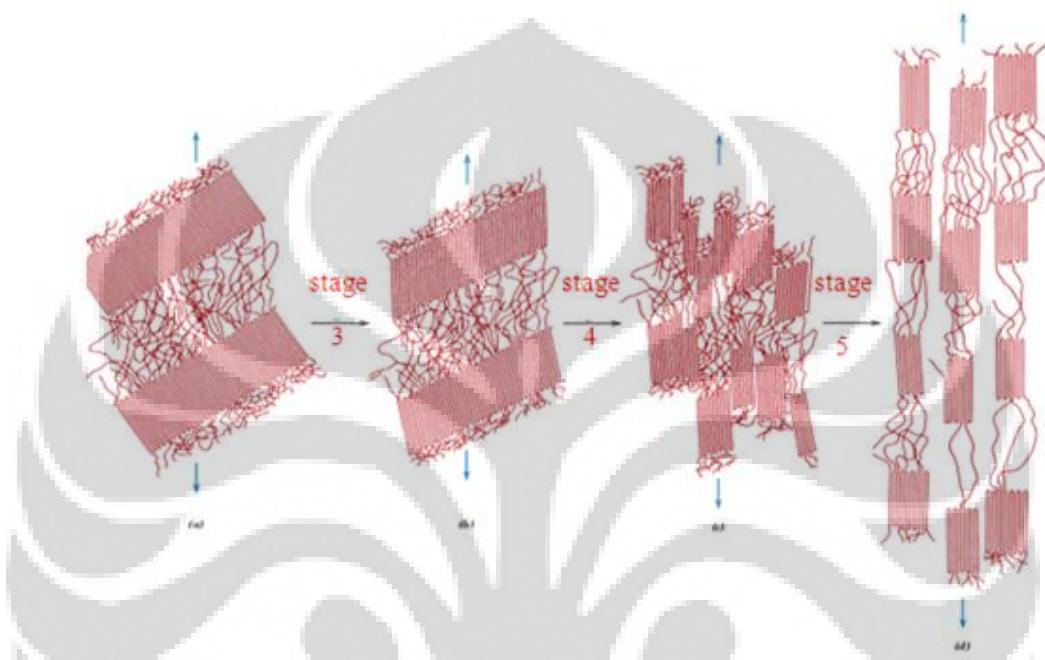
Model	Equation
Einstein	$E_R = 1 + 2.5\phi$
Guth–Smallwood	$E_R = 1 + 2.5\phi + B\phi^2$ $B$ is usually 14.1
Kerner	$E_R = \frac{G_p\phi/[(7 - 5\nu)G_m + (8 - 10\nu)G_p] + \phi/[15(1 - \nu)]}{G_m\phi/[(7 - 5\nu)G_m + (8 - 10\nu)G_p] + \phi/[15(1 - \nu)]}$
Nielsen	$E_R = \frac{1 + A\phi}{1 - \psi\phi}$ $\psi = 1 + [(1 - \phi_m)/\phi_m^2]\phi$ $A = f(\text{geometry})$

Dimana E<sub>R</sub> adalah modulus relatif;  $\Phi$  fraksi volum *filler*; G<sub>p</sub> *shear modulus* dari *filler*; G<sub>m</sub> *shear modulus* dari matriks;  $\nu$  *poison ratio* dari polimer;  $\Phi_m$  volum maksimum yang dapat ditempati *filler* didalam matriks.

Perlu dicatat bahwa nilai fraksi volum yang dijadikan acuan dalam perhitungan kekuatan mekanik suatu polimer yang telah ditambahkan *filler*, bukan nilai fraksi berat, karena tiap *filler* memiliki nilai *maximum packing fraction* ( $\nu_{fmax}$ ), yang menjelaskan seberapa banyak *filler* yang mampu ditampung didalam matriks polimer<sup>[2]</sup>.

Pada Gambar 2.10 terlihat, setelah energi pembebahan tidak mampu lagi diakomodir oleh peregangan yang dilakukan rantai molekul polimer yang ada pada fasa amorfus, maka terjadilah perengan rantai molekul yang ada pada fasa

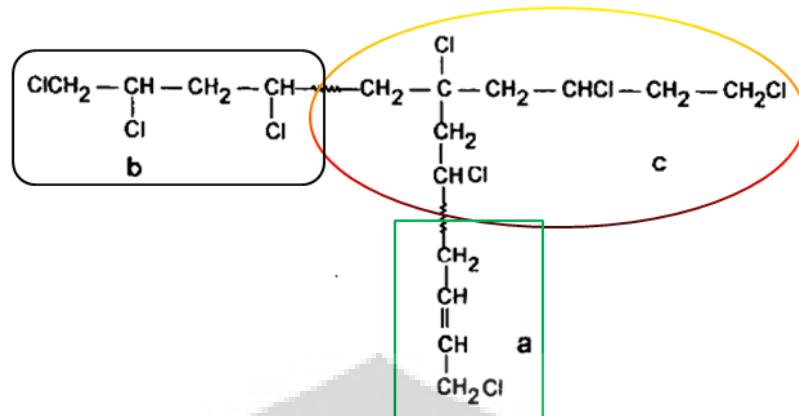
kristalin, dan terlihat pada tahap 3, saat rantai molekul polimer pada fasa kristalin mengalami *shearing*. Proses *shearing* berlanjut dan menyebabkan rantai molekul polimer pada fasa kristalin terfragmentasi menjadi beberapa bagian kecil, seperti yang terlihat pada Gambar 2.10 tahap 4, dan akhirnya mengalami *failure* pada saat hasil fragmentasi rantai molekul pada fasa kristalin mengalami peregangan lebih lanjut (putus) seperti terlihat pada Gambar 2.10 tahap 5.



**Gambar 2.10.** Skematik deformasi plastik dalam polimer semikristalin. (b) *lamellar chain folds* region kristalin mengalami deformasi sehingga mengalami kemiringan. (c) Pemisahan segmen pada fasa kristalin. (d) Pemaketan orientasi segmen kristalin hasil pemisahan searah dengan sumbu pembebanan dan menghasilkan produk deformasi pada polimer semikristalin<sup>[6]</sup>

#### 2.4. Karakteristik PVC hasil polimerisasi suspensi

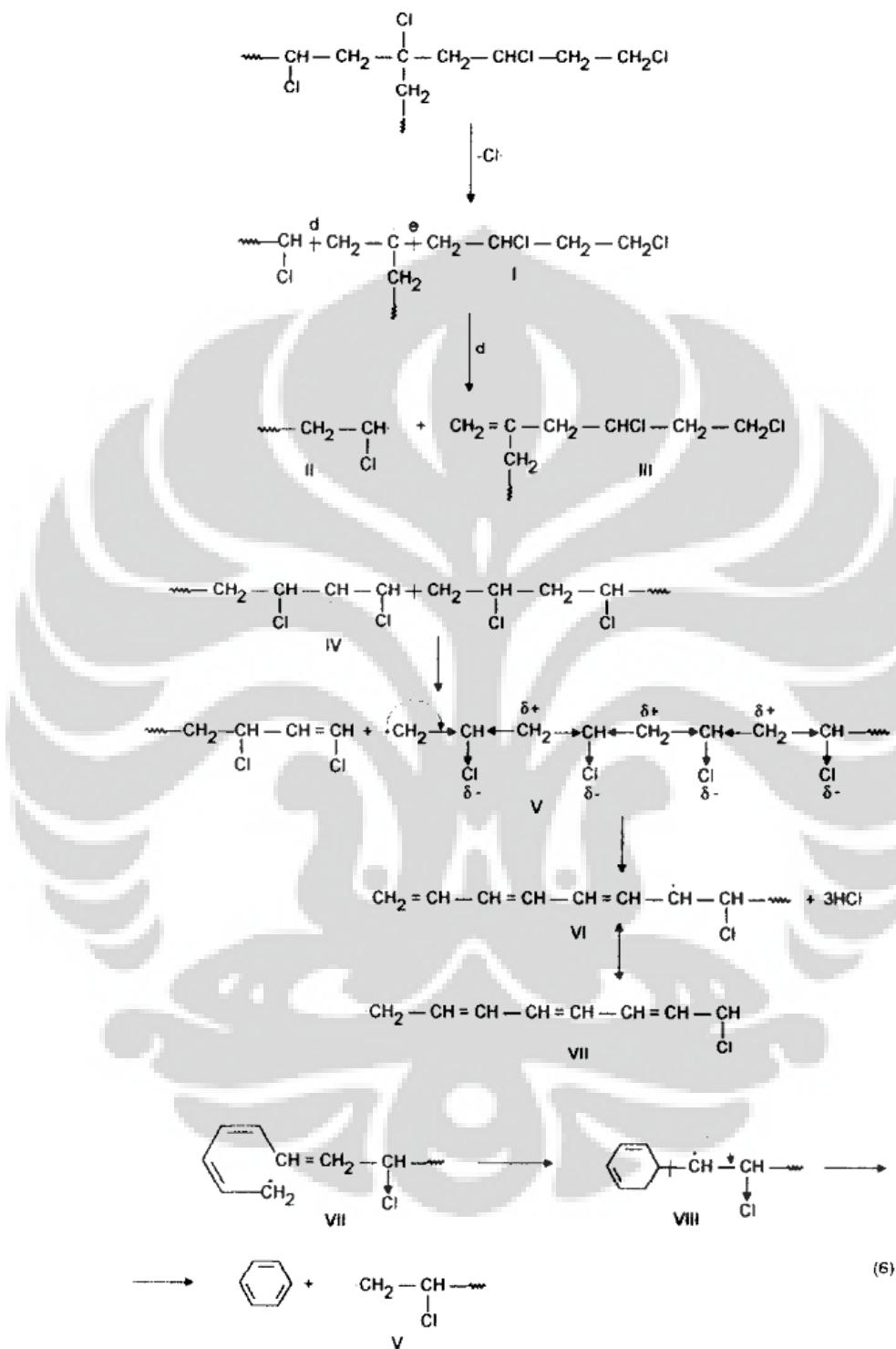
PVC yang digunakan dalam penelitian ini berjenis PVC suspensi, struktur makromolekul PVC yang dihasilkan dari teknik suspensi memiliki tipikal bentuk makromolekul seperti terlihat pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11. Struktur makromolekul PVC suspensi<sup>[9]</sup>

Tipikal struktur makromolekul PVC yang dihasilkan dari teknik polimerisasi suspensi terlihat pada Gambar 2.11, dimana terbagi menjadi tiga segmen struktur, yaitu struktur a, b dan c. Persentase kehadiran struktur a, b dan c berurutan dalam struktur makromolekul PVC-S sebesar 30%, 40% dan 25%<sup>[9]</sup>. Pada suhu 200°C PVC suspensi mengalami degradasi ditandai dengan terjadinya proses dehidroklorinasi dan juga pembentukan struktur cincin benzena yang dihasilkan dari struktur segmen c dimana terdapat atom Cl tersier seperti terlihat pada Gambar 2.12.

Pada Gambar 2.12 terlihat bahwa pembentukan cincin benzena yang diinisiasi oleh atom Cl tersier pada struktur makromolekul PVC suspensi yang berkontribusi dalam proses degradasi rantai makromolekul PVC pada saat mengalami pemrosesan *hot melt mixing* di suhu 200°C. Keberadaan cincin benzena dapat dideteksi dengan pengujian FTIR dimana nilai vibrasi gugus fungsi yang terekam dari pengujian FTIR terhadap sampel plasticized PVC yang telah mengalami proses pencampuran *hot melt mixing* di suhu 200°C.



**Gambar 2.12.** Pembentukan cincin benzena yang diinisiasi oleh pemutusan atom Cl tersier<sup>[9]</sup>

Hasil pencampuran *hot melt mixing* PVC tergolong dalam jenis *plasticized-PVC*, karena ada penambahan aditif *Diocetyl Phtalate* (DOP) dalam

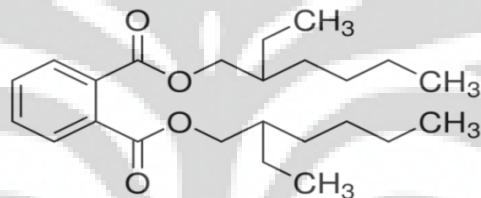
PVC, sehingga PVC ini dijadikan bahan dasar dalam pembuatan *flexible banner* berbasis PVC (lembaran PVC yang fleksibel)<sup>[1]</sup>.

### 2.5. Plasticizer Phthalate serta teori plastisasi

Pemilihan *plasticizer* dalam menciptakan produk *plasticized-PVC* mempertimbangkan beberapa hal berikut<sup>[2]</sup> :

- Jenis polimer (berat molekul, dan kompatibilitas terhadap *plasticizer*)
- Jenis dan konsentrasi *plasticizer* (berat molekul, polaritas molekul), proses plastisasi dan homogenitas produk

Jenis *plasticizer* yang paling kompatibel dan memiliki performa terbaik yang dikenal saat ini dan sangat cocok digunakan dalam membuat produk *plasticized-PVC* adalah *plasticizer* jenis *di-octyl phthalate* (DOP). Struktur molekul DOP dapat dilihat pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13. Struktur molekul *di-octyl phthalate* (DOP)<sup>[1]</sup>

Pada Gambar 2.13 dapat terlihat bahwa *plasticizer* jenis DOP memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan *plasticizer* jenis *phthalate* lainnya<sup>[1]</sup>, yaitu :

- Nilai *diffusion coefficient* rendah, sehingga *value* dalam hal *long-term stability* meningkat
- Interaksi minimal terhadap resin PVC pada suhu ruangan
- Sifat mekanik setelah proses *fusion* baik
- Tekanan uap cairan yang tinggi (tidak mudah menguap)
- Fleksibilitas pada suhu ruangan yang baik
- Biaya murah
- Sangat kompatibel dengan PVC

Dengan urutan kompatibilitas antara *plasticizer* phthalate dengan PVC :

DBP > **DOP** > DINP > DIDP > DIUP > DOA > DTDP  
 > DOS

Teori proses plastisasi dalam molekul polimer terbagi menjadi dua teori, yaitu<sup>[1]</sup>:

a. Teori gel/pelumasan

Pada teori gel/pelumasan dijelaskan bahwa *plasticizer* berperan dalam melemahkan gaya *intermolecular friction* dalam rantai molekul polimer, sehingga molekul yang satu dengan yang lain bisa lebih *mobile* saat deformasi terjadi. Rigiditas resin PVC berasal dari interaksi gesekan antarmolekul, yang mengikat rantai PVC bersamaan dalam jaringan yang rigid. Pada saat dipanaskan, interaksi gaya gesekan melemah, dan memungkinkan untuk molekul *plasticizer* untuk masuk diantara rantai PVC.

b. Teori *free volum*

Pada teori *free volum* dijelaskan bahwa *plasticizer* meningkatkan *free volum* yang ada antar molekul polimer yang berada dalam fasa amorfus maupun kristalin, semakin besar *free volum*, maka mobilitas rantai molekul polimer akan semakin meningkat, sehingga interaksi antar molekul terhindari akibat meningkatnya *free volum*. *Plasticizer* disini tidak berinteraksi dengan rantai molekul PVC, melainkan molekul *plasticizer* hanya meningkatkan ruang kosong antar molekul PVC.

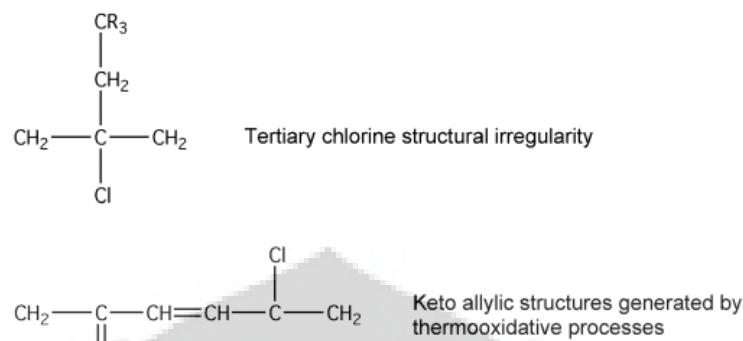
Penambahan *plasticizer* kedalam formulasi *hot melt mixing* polimer PVC adalah menurunkan nilai Tg dari PVC. Gnanou, Yves dan Fontanille, Michel menjelaskan bahwa PVC mampu mengakomodir penambahan *plasticizer* DOP hingga 50% dan nilai Tg dari PVC dapat turun hingga nilai 100°C<sup>[5]</sup>.

## 2.6. Kestabilan termal PVC

Ferraria A.M, *et al* menjelaskan sifat ketahanan P-PVC dalam kondisi *natural ageing*, bahwa kualitas DOP sebagai *plasticizer* yang ekonomis dan berkualitas terbukti dari ketahanan produk kabel insulator (indoor) berbasis PVC setelah dipakai kurang lebih 35 tahun, masih memiliki sifat mekanik (*tensile strength*) yang baik<sup>[10]</sup>.

Rentannya PVC terhadap termal, membuat PVC mudah terdegradasi, berikut beberapa faktor utama penyebab terdegradasinya produk berbasis PVC,

yaitu : oksigen, kelembaban, tegangan mekanik, media/lingkungan yang agresif, dan *ionising radiation*<sup>[11],[12],[13]</sup>.



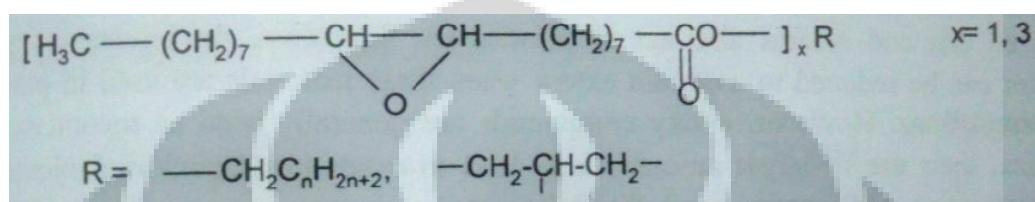
Gambar 2.14. Cacat struktur molekul PVC<sup>[1]</sup>

Pada Gambar 2.14 terlihat fenomena degradasi rantai molekul PVC, dimana atom klor labil yang terikat oleh atom karbon tertier cenderung melepaskan diri, dan atom karbon membentuk ikatan rangkap dua (*keto allylic*) dengan mengikat atom oksigen akibat pengaruh proses *thermo oxidative*. Akibat dari cacat rantai molekul PVC yang membentuk struktur *keto allylic* adalah terbentuknya bercak hitam pada permukaan produk pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC*, akibat adanya ikatan rangkap dua (*allylic sequence*) pada rantai utama molekul PVC<sup>[1]</sup>.

Sifat PVC yang tidak stabil terhadap efek termal/panas merupakan keterbatasan PVC selama proses pencampuran *hot melt mixing*. Ketidakstabilan PVC dapat diatasi dengan penambahan *primary heat stabilizer* dan *co-heat stabilizer* untuk mencegah terjadinya degradasi termal (dehidroklorinasi) pada rantai molekul PVC<sup>[2]</sup>.

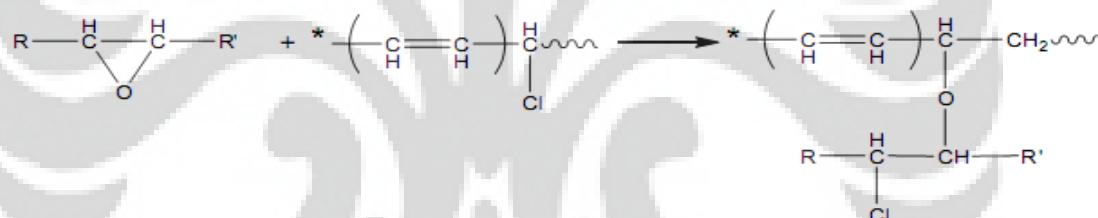
Jenis *primary heat stabilizer* yang paling populer digunakan dalam industri PVC adalah *Barium/Zinc stabilizer*, dimana yang berbentuk *liquid* lebih populer digunakan. *Liquid Barium/Zinc stabilizer* digunakan dalam berbagai aplikasi PVC semirigid maupun *plasticized PVC*, mencakup jenis pemrosesan PVC berupa *calendering, extrusion, injection molding, extrusion blow molding, injection blow molding* dan *plastisol processing*. Keunggulan *liquid Barium/Zinc stabilizer* yaitu tidak menimbulkan plate out, minim asap, tidak menimbulkan bau, memberikan kemampuan print yang baik (untuk produk tarpauline), ketahanan terhadap cuaca yang baik, dan bebas fenol. Performa *Barium/Zinc stabilizer* dapat

dingkatkan dengan penambahan *co-heat stabilizer* bebas logam seperti *epoxidized soya bean oil* (ESBO) dalam menstabilkan rantai molekul PVC selama proses pencampuran *hot melt mixing*. Efek *co-stabilizer epoxy compound* (ESBO) bergantung pada jenis *primary stabilizer* yang digunakan, sehingga memberikan efek yang berbeda terhadap panas maupun cahaya. Penggunaan ESBO mampu mencegah terjadinya peristiwa *blackening* akibat formulasi yang mengandung Zn<sup>[2]</sup>.



Gambar 2.15. Idealisasi struktur molekul *co-stabilizer* berbasis senyawaan Epoxy<sup>[2]</sup>

Pada Gambar 2.15 terlihat struktur molekul *co-stabilizer* berbasis senyawaan epoxy (ESBO) yang biasa digunakan dalam meningkatkan performa *primary heat stabilizer Barium/Zinc stabilizer*.



Gambar 2.16. Skematik kemungkinan reaksi antara ESBO dengan atom klorin yang labil dalam molekul PVC<sup>[14]</sup>

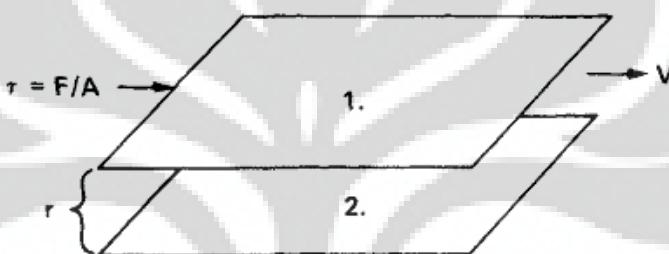
Penambahan ESBO sebagai *co-stabilizer* umumnya maksimal hingga 5 phr (*part per hundred resin*) untuk mencegah terjadinya peristiwa dehidroklorinasi. Penambahan ESBO juga mampu menghalangi terjadinya peristiwa *zipper dehiroklorinasi* (peristiwa tergonjungasinya rantai Polyene dari rantai utama PVC yang ditandai adanya bercak hitam pada permukaan produk PVC) seperti yang terdapat pada Gambar 2.14 dapat dihindari dan dihasilkannya produk PVC dengan kualitas permukaan yang baik<sup>[2]</sup>. Teknik terbaru yang ditemukan untuk menjawab keterbatasan PVC terhadap pemanasan adalah dengan ‘mencangkokan’ gugus fungsi epoxy ke dalam rantai PVC (polimer modifikasi), sehingga meningkatkan sifat kestabilan termal dari PVC<sup>[15]</sup>.

## 2.7. Reologi lelehan polimer

Pemahaman mengenai parameter proses pencampuran hot melt mixing tidak lepas dari perilaku reologi lelehan polimer pada saat proses pencampuran hot melt mixing. Pengertian reologi sebagai studi yang mempelajari hubungan antara sifat aliran material terhadap deformasi yang diterima material, secara matematis dinyatakan dengan persamaan<sup>[16]</sup> :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\text{Shear stress}}{\text{Shear rate}} \dots\dots\dots \text{Persamaan 2}$$

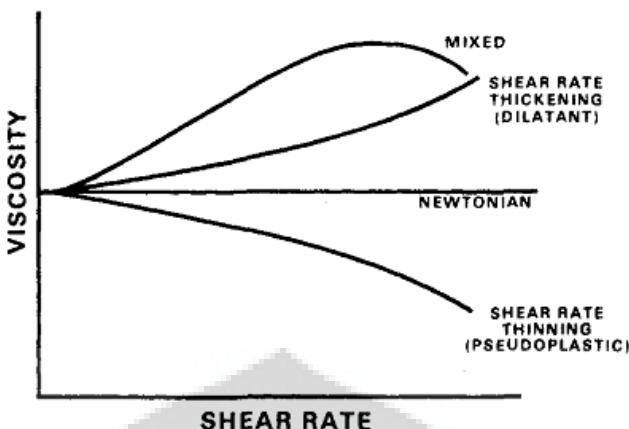
Nilai viskositas (resistansi aliran material) dinyatakan sebagai rasio antara *shear stress* dan *shear rate* dalam aliran material yang bersifat *laminar*, ilustrasi aliran laminar terlihat pada Gambar 2.17<sup>[16]</sup>.



Gambar 2.17. Gambar skematis aliran laminar<sup>[16]</sup>

*Shear stress* adalah gaya tangensial per satuan luasan yang bekerja pada suatu lapisan cairan komponen campuran, dan *shear rate* adalah rasio kecepatan perpindahan lapisan cairan (ditunjukkan oleh nomor 1) menuju sejumlah jarak  $r$  dengan keadaan akhir lapisan cairan (ditunjukkan oleh nomor 2). Lebih akurat dinyatakan bahwa *shear rate* diartikan sebagai kecepatan perubahan kecepatan dengan jarak dalam sistem lapisan ( $dv/dr$ )<sup>[16]</sup>.

Dalam material polimer ditemukan fenomena aliran yang unik, dimana tidak mengikuti hukum aliran material Newton, sehingga sistem polimer (baik lelehan maupun larutan) memiliki sifat aliran non-Newtonian. Seperti ditunjukkan oleh Gambar 2.18, bahwa ada dua kemungkinan perilaku aliran non-Newtonian yang mungkin terbentuk pada suatu sistem polimer, yaitu fenomena *thickening* (peningkatan nilai viskositas seiring peningkatan pemberian *shear rate*) dan fenomena *thinning* (penurunan nilai viskositas seiring peningkatan pemberian *shear rate*)<sup>[13]</sup>.



Gambar 2.18. Tipe aliran material bergantung terhadap *shear rate*<sup>[16]</sup>

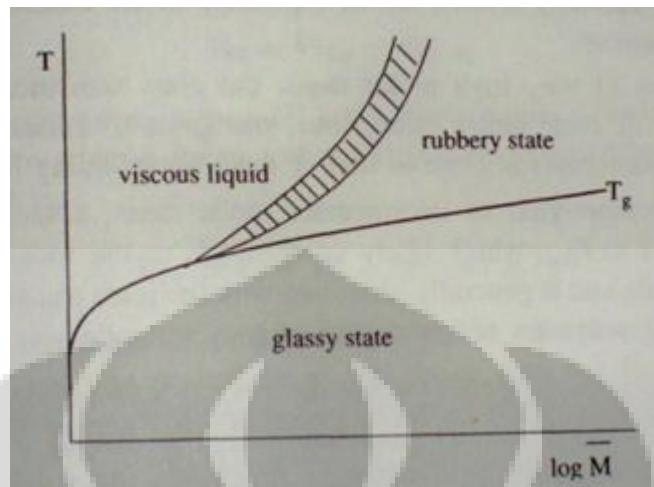
Fenomena *shear rate thickening (dilatant)* harus lebih diperhatikan dalam proses pencampuran *hot melt mixing* polimer jenis *dilatant*, karena peningkatan nilai viskositas polimer selama pencampuran dapat merusak perlengkapan alat *mixing*.

Kualitas hasil proses pencampuran *hot melt mixing* tidak hanya dipengaruhi oleh ranah formulasi, tetapi juga dipengaruhi oleh parameter proses pencampuran, seperti waktu, kecepatan dan suhu pencampuran *hot melt mixing*. Sebagai contoh, *flexible banner* dibuat melalui proses *calendering* dan laminasi, yang melibatkan suhu, tegangan penarikan terhadap lembaran PVC yang nantinya berimplikasi kepada *internal stress* atau *residual stress* setelah penarikan (penyebab utama peristiwa susut dalam produk *flexible banner*/lembaran PVC yang bersifat fleksibel), dan juga pembekuan rantai molekul produk PVC selama proses pendinginan<sup>[17]</sup>.

Suhu memainkan peran dalam menentukan keberhasilan proses gelasi atau *gelation* selama pembuatan lembaran PVC yang bersifat fleksibel. Suhu juga menentukan mobilitas dan orientasi rantai molekul PVC yang nantinya berpengaruh terhadap sifat *swelling* dari PVC pada saat dimixing dalam *Strainer Extruder* dan keluar melalui *extruder* (*swelling* dijumpai pada bagian *extruder*, saat PVC bersifat *viscous*)<sup>[2]</sup>.

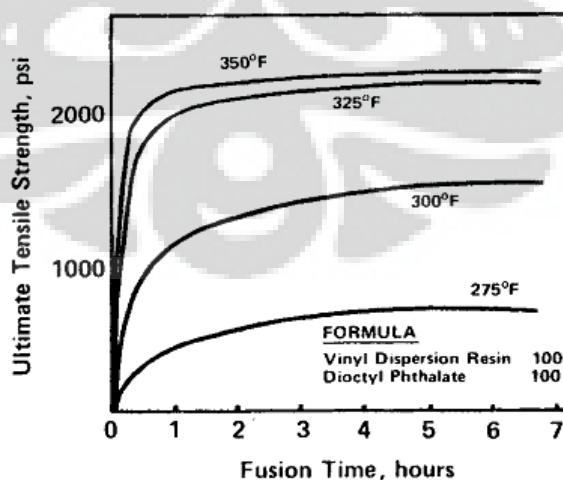
Suhu mempengaruhi perilaku keadaan sifat fisik rantai polimer PVC, terkait dengan keadaan rantai molekul PVC yang bersifat amorfus, proses *hot melt mixing* ideal terjadi pada saat rantai molekul PVC berada dalam keadaan rubbery like dimana mobilisasi rantai polimer PVC berada dalam keadaan optimum,

seperti terlihat pada Gambar 2.19 yang menunjukkan efek temperatur dan massa molar terhadap keadaan fisik rantai polimer amorfus seperti PVC.



**Gambar 2.19.** Representasi pengaruh suhu dan massa molar rataan terhadap keadaan fisik polimer amorfus<sup>[5]</sup>

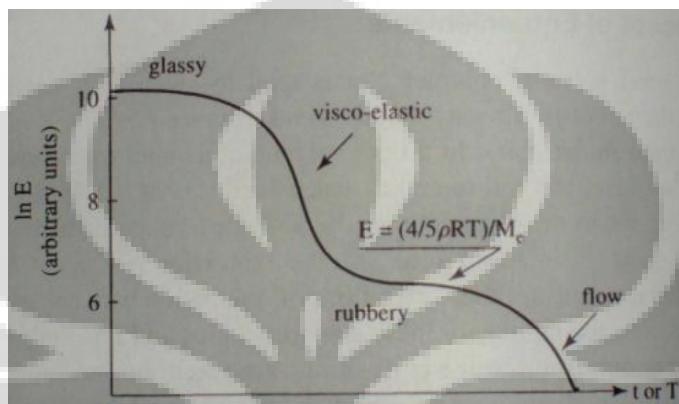
Suhu mempengaruhi waktu terjadinya proses *fusing*, yaitu proses dimana fasa cairan yang terdispersi bertransformasi menjadi pasta (adonan) homogen akibat pemrosesan panas (*hot melt mixing*). Proses perubahan *fusion* (melting) peleahan struktur kristalit dalam partikel polimer, diikuti dengan proses pelarutan leahan polimer dalam aditif *plasticizer* adalah pengertian proses *fusion*. Suhu *fusion* yang terbaik adalah suhu yang menghasilkan sifat mekanik *plasticized-PVC* yang paling optimal, karena biasanya suhu proses *fusion* dinyatakan sebagai kurva tegangan terhadap waktu *fusion* seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2.20.



**Gambar 2.20.** Kurva waktu *fusion* vs. *Ultimate Tensile Strength* (UTS)<sup>[16]</sup>

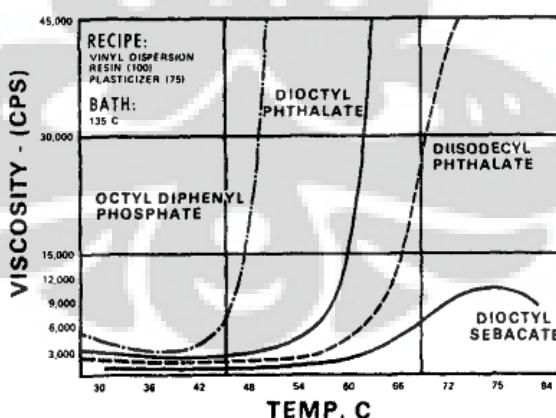
Pada Gambar 2.20 terlihat bahwa suhu pencampuran *hot melt mixing* sangat mempengaruhi nilai mekanik *plasticized-PVC*, sehingga dibutuhkan suhu *fusion* yang optimal untuk menghasilkan produk *plasticized-PVC* dengan nilai mekanik yang sesuai dengan kebutuhan *compounder*.

Pada Gambar 2.21 terlihat variasi nilai *modulus young* terhadap temperatur, dimana nilai variasi *modulus young* terhadap temperatur ini dapat dijadikan nilai acuan dalam menentukan keadaan *hot melt mixing* yang tepat.



Gambar 2.21. Variasi nilai *modulus young* (*E*) terhadap waktu dan temperatur<sup>[5]</sup>

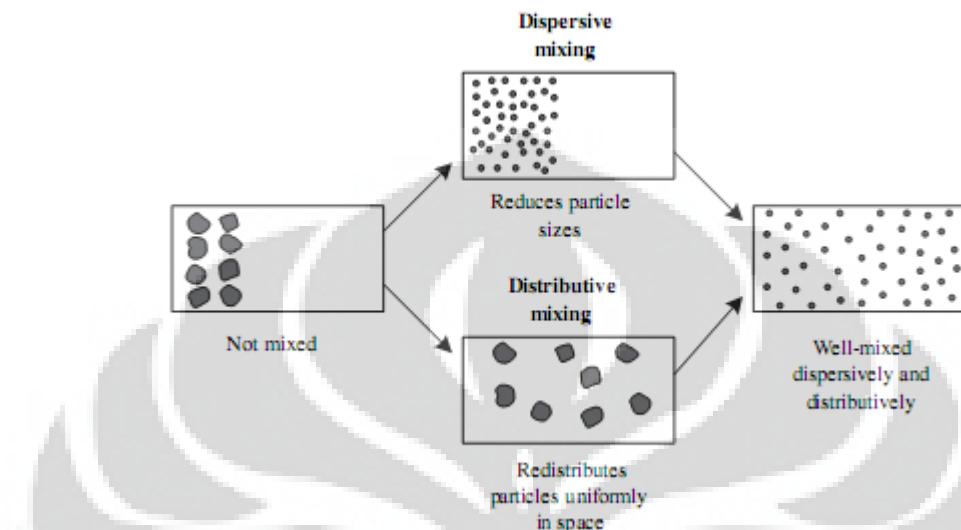
Pengaruh suhu pencampuran *hot melt mixing* sangat penting dalam memahami proses terjadinya gelasi *plasticizer* dalam matriks PVC. Kurva antara nilai viskositas *plasticizer* dan proses gelasi terhadap temperatur dapat dilihat pada Gambar 2.22.



Gambar 2.22. Viskositas *plasticized-PVC* dan proses gelasi vs. temperatur berbagai jenis *plasticizer* dalam matriks PVC<sup>[16]</sup>

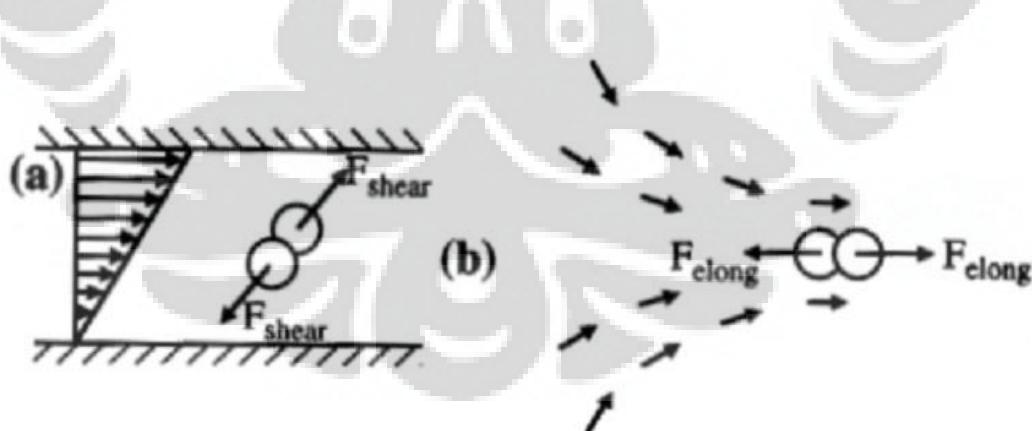
## 2.8. Teori dan mekanisme *hot melt mixing*

Tujuan utama proses pencampuran *hot melt mixing* adalah mendapatkan hasil *mixing* yang terdispersi dan terdistribusi secara homogen dalam seluruh matriks polimer seperti terlihat pada Gambar 2.23.



**Gambar 2.23.** Proses pencampuran distributif dan dispersif pada proses pencampuran sistem polimer<sup>[18]</sup>

*Dispersive mixing* membutuhkan energi tegangan yang tinggi (geseran dan elongasi) untuk membelah partikel agar terdispersi seperti terlihat pada Gambar 2.24.



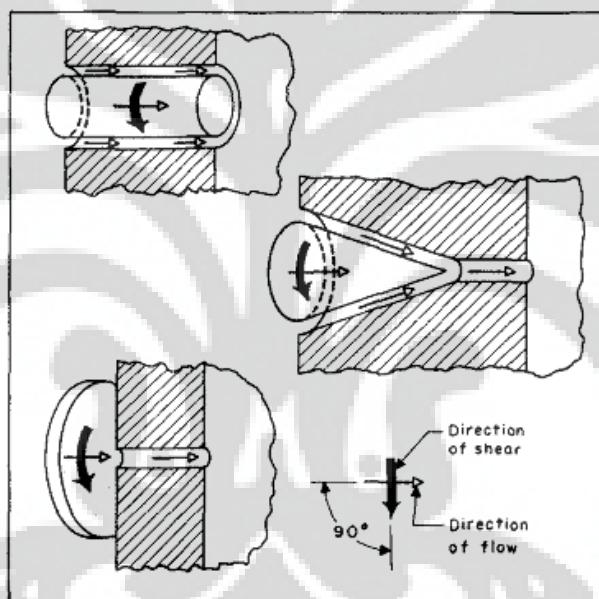
**Gambar 2.24.** Tegangan geser dan tegangan elongasi selama proses *dispersive mixing*<sup>[19]</sup>

Teori pencampuran biasanya memperhitungkan massa partikel yang tersegregasi atau *nonrandom* dari dua komponen, dan mendeformasi (deaglomerasi/ membuat random) partikel dari dua komponen melalui cara deformasi laminar atau deformasi geser<sup>[16]</sup>.

Detail tujuan *mixing* dijelaskan seperti berikut<sup>[20]</sup> :

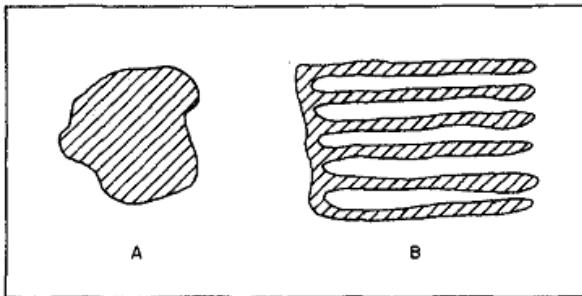
- a. Mereduksi ketidak seragaman komposisi
- b. Meningkatkan probabilitas keberadaan elemen minor dalam campuran polimer pada daerah manapun
- c. Mereduksi ukuran domain
- d. Memecah partikel aglomerat

Evaluasi proses *mixing* dapat dilakukan dengan melihat *interfacial area* yang terbentuk dan ketebalan rataan striasi yang terbentuk pada matriks polimer. Proses pencampuran yang ideal memerlukan peralatan *mixing* yang ideal pula seperti yang terlihat pada Gambar 2.25<sup>[16]</sup>, beberapa contoh peralatan *mixing* yang ideal.



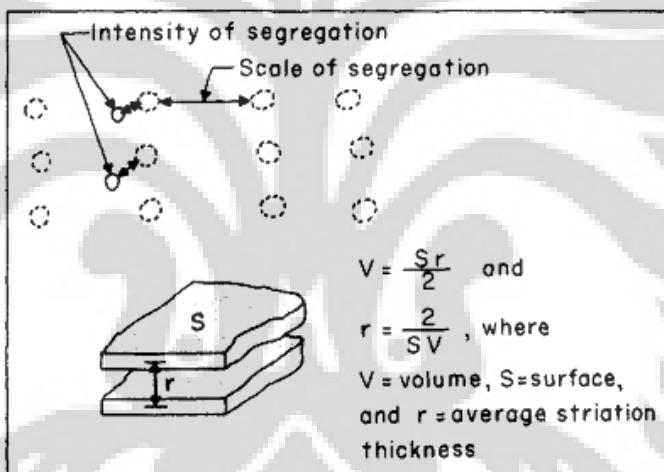
Gambar 2.25. Peralatan mixing yang ideal<sup>[16]</sup>

Berdasarkan Gambar 2.25 tegangan geser diberikan pada arah aliran dengan sudut yang tepat, laju tegangan geser bervariasi dengan memvariasikan nilai kecepatan putaran alat *mixing*. Sebagai alat bantu evaluasi proses *mixing*, *interfacial area* dan tebal rataan striasi yang terbentuk dalam matriks PVC dapat digunakan, seperti terlihat pada Gambar 2.26 dan 2.27.



Gambar 2.26. *Interfacial area* (A) meningkat menjadi *interfacial area* (B)<sup>[16]</sup>

Pada Gambar 2.26 semakin besar nilai *interfacial area* yang terbentuk, maka hasil *distributive mixing* akan semakin homogen. Nilai *interfacial area* sangat erat kaitannya dengan keberhasilan *distributive mixing*, *interfacial area* terbentuk dengan melakukan proses pencampuran *hot melt mixing* pada keadaan viskositas leahan polimer yang optimal, lebih spesifik bahwa *distributive mixing* lebih mudah dilakukan pada leahan polimer dengan viskositas rendah<sup>[19]</sup>.



Gambar 2.27. Rataan tebal striasi ( $r$ ) yang terbentuk dari produk surface interfacial area komponen terhadap volume total campuran<sup>[16]</sup>

Hasil *dispersive mixing* dapat dievaluasi berdasarkan intensitas segregasi antara komponen dalam campuran seperti yang terlihat pada Gambar 2.27. Semakin besar nilai rataan tebal striasi yang terbentuk, maka proses *dispersive mixing* dan *distributive mixing* akan semakin optimal.

Nilai kecepatan pengaduk alat *mixing* rpm atau *torque* dan suhu *mixing* yang digunakan dalam mensimulasi pembuatan PVC *compound* untuk keperluan *flexible banner*, mempengaruhi proses *gelation* PVC yang sudah ditambahkan berbagai macam aditif<sup>[21]</sup>.

Dalam proses mixing polimer, tentunya hasil mixing dengan distribusi dan dispersitas yang homogen merupakan prioritas utama. Untuk memperoleh derajat distribusi dan dispersitas yang homogen, perlu memperhatikan beberapa parameter proses seperti *rates of shear, total strain, fluid elements reorientation*, viskositas dan desain proses mixing tentunya mempengaruhi morfologi polimer yang merepresentasikan derajat distribusi dan dispersitas hasil mixing polimer<sup>[20]</sup>.

Untuk menghasilkan derajat dispersitas yang baik, perlu diperhatikan faktor tegangan selama proses *mixing*, dimana jika dalam proses *mixing* PVC didapati viskositas yang cukup tinggi, maka dibutuhkan parameter tegangan geser (*dilatant*) yang tinggi pula, yang artinya energi yang dikonsumsi untuk menghasilkan distribusi yang tinggi semakin tinggi pula, karena dalam keadaan viskositas yang tinggi, derajat distribusi akan semakin sulit tercapai, hal ini sesuai dengan persamaan energi *mixing* yang dikonsumsi dengan viskositas sistem polimer berikut<sup>[19]</sup> :

$$P = \frac{F^2}{9 \pi^2 r_1^2 r_2^2 \eta} \dots \dots \dots \text{Persamaan 3}$$

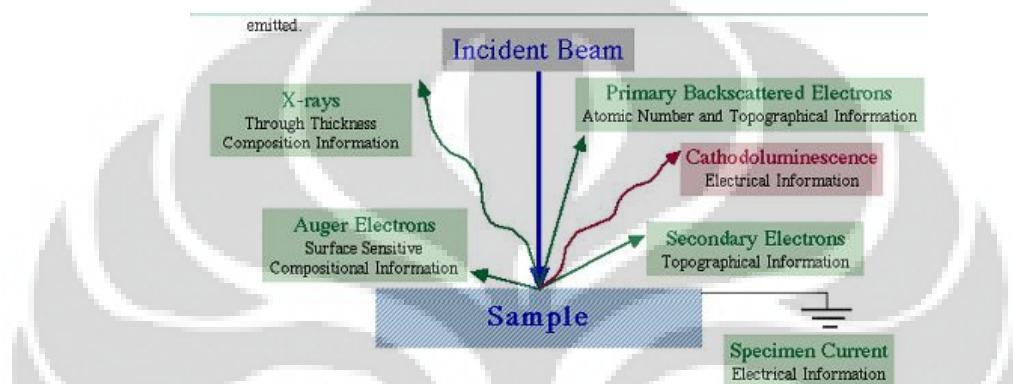
Dimana nilai P adalah energi yang terdisipasi per unit volum, dan F adalah gaya dibutuhkan untuk mensegregasi partikel (deaglomerisasi). Sehingga dalam keadaan viskositas leahan polimer yang tinggi (*dilatant*) proses *dispersive mixing* akan lebih mudah tercapai namun proses *distributive mixing* sulit tercapai, sedangkan sebaliknya, dalam keadaan viskositas leahan polimer yang rendah (*pseudo plastic*) proses *dispersive mixing* sulit tercapai namun proses *distributive mixing* mudah tercapai<sup>[19]</sup>.

Selain paramater tegangan, ukuran *droplet* dalam proses *mixing* haruslah dibuat serendah mungkin, sehingga derajat dispersitas yang tinggi dapat tercapai selama proses mixing<sup>[20]</sup>.

## 2.9 Evaluasi proses distribusi dan dispersitas proses *hot melt mixing*

Evaluasi distribusi dan dispersitas *filler* dalam matriks PVC dilakukan dengan melakukan pengujian SEM dan EDAX. Pengujian SEM digunakan untuk melihat topografi dan distribusi serta dispersitas *filler* CaCO<sub>3</sub> dalam matriks PVC dengan mendeteksi partikulat filler CaCO<sub>3</sub> dan melihat komposisi permukaan. Topografi permukaan matriks PVC dideteksi dengan penembakan berkas

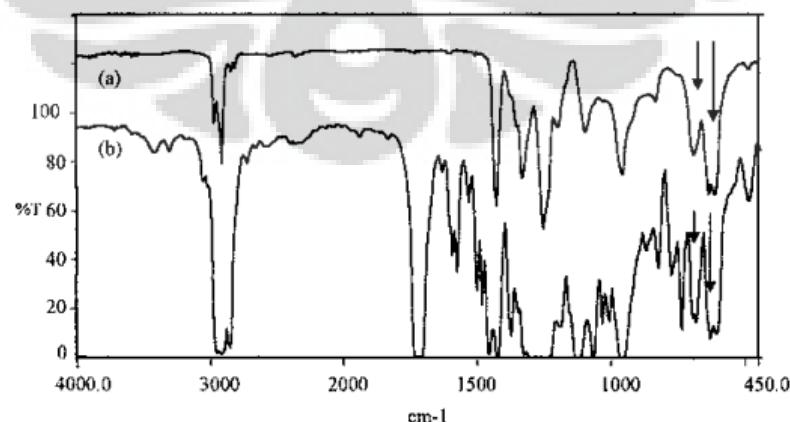
(*incident beam*) oleh *electron source* ( $\text{LaB}_6$ ) dalam pengujian SEM, dimana berkas *secondary electron* diterima oleh detektor *secondary electron*, pembacaan komposisi matriks PVC yang telah diisi oleh berbagai macam aditif dilakukan dengan menembakan *incident beam* dan menangkap sinyal *backscattered electron* yang mampu membedakan atom bermomor atom tinggi dan rendah dengan perbedaan warna gelap-terang, dimana atom dengan nomor atom yang tinggi akan menampilkan warna yang lebih terang begitu juga sebaliknya<sup>[22]</sup>. Skematik interaksi antara berkas elektron dengan sampel terlihat pada Gambar 2.28.



**Gambar 2.28.** Skematik interaksi berkas elektron dengan sampel dalam pengujian SEM dan EDAX<sup>[22]</sup>

## 2.10. Evaluasi performa ESBO

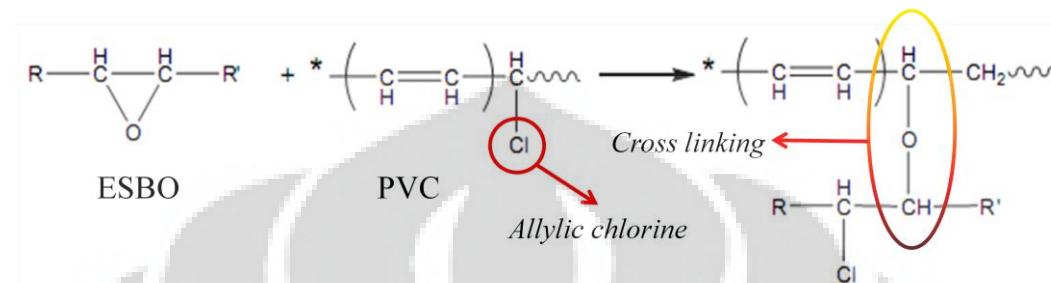
Proses evaluasi performa ESBO dalam menstabilkan *plasticized-PVC* dalam suhu tinggi dilakukan dengan melakukan pengujian FTIR. Terlihat pada Gambar 2.29 nilai spektra infra red dari PVC murni dan PVC yang mengandung plasticizer sebagai sumber rujukan hasil pengujian FTIR yang dilakukan terhadap sampel plasticized PVC.



**Gambar 2.29.** Spektra infra red PVC murni (a) dan PVC dengan plasticizer (b). Nilai vibrasi C-Cl stretching ditandai oleh panah<sup>[23]</sup>

Kemungkinan besar gugus fungsi yang terbentuk akibat ikatan *cross linking* antara ESBO dengan molekul PVC adalah gugus eter sederhana (pada rantai utama alkil) seperti terlihat pada Gambar 2.30, dengan nilai frekuensi vibrasi sebesar  $1100\text{ cm}^{-1} - 1300\text{ cm}^{-1}$ <sup>[24]</sup>.

Ikatan *cross-linking* yang terbentuk akibat interaksi ESBO dengan molekul PVC



Gambar 2.30. Gugus eter sederhana asimetris (alkil) yang terbentuk akibat interaksi antara ESBO dengan molekul PVC<sup>[15]</sup>

Pada Gambar 2.30 terlihat bahwa proses pengukuran frekuensi vibrasi ikatan hasil interaksi antara molekul PVC dengan ESBO sebagai *co-stabilizer* didasarkan pada perekaman nilai frekuensi vibrasi gugus eter sederhana asimetri (alkil). Nilai vibrasi molekul dicocokan dengan tabel IR *spectroscopy* seperti terlihat pada Tabel 2.5.

**Tabel 2.5.** Representasi nilai absorbsi IR gugus fungsi<sup>[24]</sup>

<b>Functional Group</b>	<b>Molecular Motion</b>	<b>Wavenumber (cm<sup>-1</sup>)</b>
<i>ethers</i>	<i>C-O-C stretch (dialkyl)</i>	1300-1000
	<i>C-O-C stretch (diaryl)</i>	~1250 & ~1120
<i>alkanes</i>	<i>C-H stretch</i>	2950-2800
	<i>CH<sub>2</sub> bend</i>	~1465
	<i>CH<sub>3</sub> bend</i>	~1375
	<i>CH<sub>2</sub> bend (4 or more)</i>	~720
<i>aromatics</i>	<i>C-H stretch</i>	3020-3000
	<i>C=C stretch</i>	~1600 & ~1475
	<i>C-H bend (mono)</i>	770-730 & 715-685
	<i>C-H bend (ortho)</i>	770-735
	<i>C-H bend (meta)</i>	~880 & ~780 & ~690
	<i>C-H bend (para)</i>	850-800
<i>alcohols</i>	<i>O-H stretch</i>	~3650 or 3400-3300
	<i>C-O stretch</i>	1260-1000
<i>aldehydes</i>	<i>C-H aldehyde stretch</i>	~2850 & ~2750
	<i>C=O stretch</i>	~1725
<i>ketones</i>	<i>C=O stretch</i>	~1715
	<i>C-C stretch</i>	1300-1100
<i>carboxylic acids</i>	<i>O-H stretch</i>	3400-2400
	<i>C=O stretch</i>	1730-1700
	<i>C-O stretch</i>	1320-1210
	<i>O-H bend</i>	1440-1400

**Tabel 2.6.** Representasi nilai absorbsi IR gugus fungsi<sup>[24]</sup>

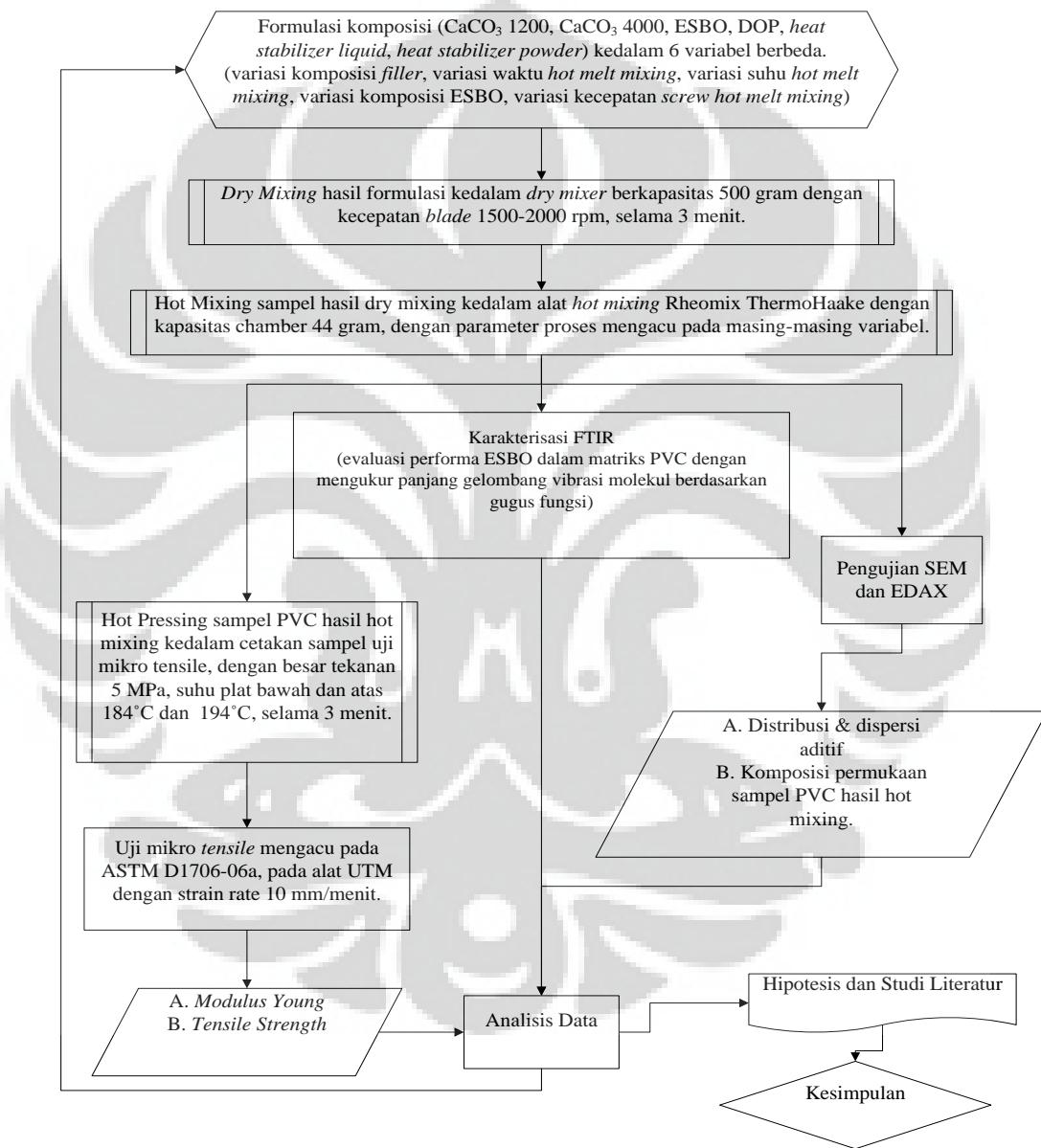
<i>Functional Group</i>	<i>Molecular Motion</i>	<i>Wavenumber (cm<sup>-1</sup>)</i>
<i>ethers</i>	<i>C-O-C stretch (dialkyl)</i>	1300-1000
	<i>C-O-C stretch (diaryl)</i>	~1250 & ~1120
<i>alkanes</i>	<i>C-H stretch</i>	2950-2800
	<i>CH<sub>2</sub> bend</i>	~1465
	<i>CH<sub>3</sub> bend</i>	~1375
	<i>CH<sub>2</sub> bend (4 or more)</i>	~720
<i>esters</i>	<i>C=O stretch</i>	1750-1735
	<i>C-C(O)-C stretch (acetates)</i>	1260-1230
	<i>C-C(O)-C stretch (all others)</i>	1210-1160
<i>acid chlorides</i>	<i>C=O stretch</i>	1810-1775
	<i>C-Cl stretch</i>	730-550
<i>alkyl halides</i>	<i>C-F stretch</i>	1400-1000
	<i>C-Cl stretch</i>	785-540
	<i>C-Br stretch</i>	650-510
	<i>C-I stretch</i>	600-485

## BAB 3

### METODE PENELITIAN

#### 3.1. Diagram alir metodologi penelitian

Penelitian mengenai pengaruh formulasi *filler* CaCO<sub>3</sub> dan ESBO serta parameter proses pencampuran *hot melt mixing* terhadap sifat mekanik *plasticized* PVC mengikuti alur metode penelitian seperti terlihat pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1.** Diagram alir penelitian pengaruh aditif pada formulasi *compounding* PVC terhadap sifat mekanik *plasticized* PVC

### 3.2. Bahan

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan bahan PVC jenis suspensi. Kapur yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari dua jenis kapur yaitu  $\text{CaCO}_3$  1200 dan  $\text{CaCO}_3$  4000 yang sudah mengalami perlakuan pada permukaan kapurnya, dimana nilai *average size distribution* berkisar di nilai 5 - 10 $\mu\text{m}$  untuk  $\text{CaCO}_3$  1200 dan 2 - 5  $\mu\text{m}$  untuk  $\text{CaCO}_3$  4000. *Heat stabilizer* yang digunakan ada dua jenis, yaitu *heat stabilizer* berjenis *liquid/cairan* (berbasis Ba/Zn) bermerk dagang X dan *heat stabilizer* berjenis *powder/bubuk* berbasis (Ba/Zn). *Plasticizer* yang digunakan dalam formulasi PVC pada penelitian ini adalah DOP (*dioctyl phthalate*), dan ESBO digunakan sebagai *co-heat stabilizer* dalam formulasi fleksibel PVC yang dilakukan dalam penelitian ini.

### 3.3. Formulasi bahan (*Compounding*)

#### 3.3.1 Variasi Komposisi $\text{CaCO}_3$ 1200

Pada ranah variasi komposisi  $\text{CaCO}_3$  1200, terlihat bahwa dalam setiap memvariasikan kadar  $\text{CaCO}_3$  1200, kadar  $\text{CaCO}_3$  4000 tetap dijaga pada nilai yang tetap, yaitu 30 phr (*part per hundred PVC resin*), terlihat pada Tabel 3.1 dan 3.2.

**Tabel 3.1.** Variasi Komposisi  $\text{CaCO}_3$  1200

<b>Percobaan</b>	<b>Bahan (<i>parts per hundred PVC resin</i>)</b>						
	<b>DOP</b>	<b><math>\text{CaCO}_3</math> 1200</b>	<b><math>\text{CaCO}_3</math> 4000</b>	<b>PVC XXX</b>	<b>Stabilizer Liquid</b>	<b>Stabilizer Powder</b>	<b>ESBO</b>
1	28	0	30	100	2	2	2
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	40	30	100	2	2	2
4	28	60	30	100	2	2	2

**Tabel 3.2.** Parameter proses pencampuran *hot melt mixing*

Percobaan	Parameter Proses Pencampuran <i>Hot Melt Mixing</i>		
	Suhu <i>Hot Mixing</i> (°C)	Waktu <i>Hot Mixing</i> (s)	RPM
1	180	240	120
2	180	240	120
3	180	240	120
4	180	240	120

### 3.3.2 Variasi komposisi CaCO<sub>3</sub> 4000

Komposisi CaCO<sub>3</sub> 1200 dijaga tetap pada kadar 20 phr, ketika memvariasikan kadar CaCO<sub>3</sub> 4000. Parameter proses *hot melt mixing* dijaga sama dengan parameter proses pencampuran pada variasi komposisi CaCO<sub>3</sub> 1200, terlihat pada tabel 3.3 dan 3.4.

**Tabel 3.3.** Variasi Komposisi CaCO<sub>3</sub> 4000

Percobaan	Bahan ( <i>parts per hundred PVC resin</i> )						
	DOP	CaCO <sub>3</sub> 1200	CaCO <sub>3</sub> 4000	PVC XXX	Stabilizer Liquid	Stabilizer Powder	ESBO
1	28	20	0	100	2	2	2
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	20	60	100	2	2	2
4	28	20	90	100	2	2	2

**Tabel 3.4.** Parameter proses pencampuran *hot melt mixing*

Percobaan	Parameter Proses Pencampuran <i>Hot Melt Mixing</i>		
	Suhu <i>Hot Mixing</i> (°C)	Waktu <i>Hot Mixing</i> (s)	RPM
1	180	240	120
2	180	240	120
3	180	240	120
4	180	240	120

### 3.3.3 Variasi waktu *Hot Melt Mixing*

Perlu diperhatikan bahwa komposisi *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 dan 4000 tidak divariasi, yang divariasi hanya parameter durasi/waktu proses pencampuran *hot melt mixing*, terlihat pada Tabel 3.5 dan 3.6.

**Tabel 3.5.** Komposisi formulasi *plasticized-PVC*

<b>Percobaan</b>	<b>Bahan (parts per hundred PVC resin)</b>						
	<b>DOP</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> 1200</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> 4000</b>	<b>PVC XXX</b>	<b>Stabilizer Liquid</b>	<b>Stabilizer Powder</b>	<b>ESBO</b>
1	28	20	30	100	2	2	2
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	20	30	100	2	2	2
4	28	20	30	100	2	2	2

**Tabel 3.6.** Variasi waktu *hot melt mixing* dalam proses pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC*

<b>Percobaan</b>	<b>Parameter Proses Pencampuran Hot Melt Mixing</b>		
	<b>Suhu Hot Mixing (°C)</b>	<b>Waktu Hot Mixing (s)</b>	<b>RPM</b>
1	180	60	120
2	180	180	120
3	180	300	120
4	180	420	120

### 3.3.4 Variasi suhu Hot Mixing

Perlu diperhatikan bahwa komposisi *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000 tidak divariasi, yang divariasi hanya parameter suhu proses pencampuran *hot melt mixing*, terlihat pada Tabel 3.7 dan 3.8 komposisi dan parameter proses pencampuran.

**Tabel 3.7.** Komposisi formulasi *plasticized-PVC*

<b>Percobaan</b>	<b>Bahan (parts per hundred PVC resin)</b>						
	<b>DOP</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> 1200</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> 4000</b>	<b>PVC XXX</b>	<b>Stabilizer Liquid</b>	<b>Stabilizer Powder</b>	<b>ESBO</b>
1	28	20	30	100	2	2	2
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	20	30	100	2	2	2
4	28	20	30	100	2	2	2

**Tabel 3.8.** Variasi suhu *hot melt mixing* dalam proses pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC*

<b>Percobaan</b>	<b>Parameter Proses Pencampuran <i>Hot Melt Mixing</i></b>		
	<b>Suhu <i>Hot Mixing</i> (°C)</b>	<b>Waktu <i>Hot Mixing</i> (s)</b>	<b>RPM</b>
1	170	240	120
2	180	240	120
3	190	240	120
4	200	240	120

### 3.3.5 Variasi Kecepatan Hot Mixing

Perlu diperhatikan bahwa komposisi *filler CaCO<sub>3</sub>* 1200 dan 4000 tidak divariasikan, yang divariasikan hanya parameter suhu proses pencampuran *hot melt mixing*, seperti terlihat pada Tabel 3.9 dan 3.10.

**Tabel 3.9.** Komposisi formulasi *plasticized-PVC*

<b>Percobaan</b>	<b>Bahan (<i>parts per hundred PVC resin</i>)</b>						
	<b>DOP</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> 1200</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> 4000</b>	<b>PVC XXX</b>	<b>Stabilizer Liquid</b>	<b>Stabilizer Powder</b>	<b>ESBO</b>
1	28	20	30	100	2	2	2
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	20	30	100	2	2	2
4	28	20	30	100	2	2	2

**Tabel 3.10.** Variasi kecepatan *hot melt mixing* dalam proses pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC*

<b>Percobaan</b>	<b>Parameter Proses Pencampuran <i>Hot Melt Mixing</i></b>		
	<b>Suhu <i>Hot Mixing</i> (°C)</b>	<b>Waktu <i>Hot Mixing</i> (s)</b>	<b>RPM</b>
1	180	240	90
2	180	240	100
3	180	240	110
4	180	240	120

### 3.3.6 Variasi Komposisi ESBO

Untuk melihat pengaruh penambahan ESBO terhadap kestabilan termal dan sifat mekanik *plasticized-PVC*, kadar ESBO yang dimasukkan dalam formulasi divariasikan dari 0 sampai 6 phr, seperti yang terlihat pada Tabel 3.11 dan 3.12.

**Tabel 3.11.** Variasi komposisi ESBO dalam formulasi *plasticized-PVC*

<b>Percobaan</b>	<b>Bahan (parts per hundred PVC resin)</b>						
	<b>DOP</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> 1200</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> 4000</b>	<b>PVC XXX</b>	<b>Stabilizer Liquid</b>	<b>Stabilizer Powder</b>	<b>ESBO</b>
1	28	20	30	100	2	2	0
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	20	30	100	2	2	4
4	28	20	30	100	2	2	6

**Tabel 3.12.** Parameter proses pencampuran *hot melt mixing*

<b>Percobaan</b>	<b>Parameter Proses Pencampuran Hot Melt Mixing</b>		
	<b>Suhu Hot Mixing (°C)</b>	<b>Waktu Hot Mixing (s)</b>	<b>RPM</b>
1	180	240	120
2	180	240	120
3	180	240	120
4	180	240	120

### 3.3.7 Komposisi Sampel Pembanding

Sebagai pembanding hasil pencampuran *hot melt mixing* dengan memvariasikan komposisi dan parameter proses pencampuran, berikut disajikan komposisi *plasticized-PVC* sebagai pembanding seperti yang terlihat pada Tabel 3.13 dan 3.14.

**Tabel 3.13.** Komposisi formulasi *plasticized-PVC* pembanding

<b>Percobaan</b>	<b>Bahan (parts per hundred PVC resin)</b>						
	<b>DOP</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> 1200</b>	<b>CaCO<sub>3</sub> 4000</b>	<b>PVC XXX</b>	<b>Stabilizer Liquid</b>	<b>Stabilizer Powder</b>	<b>ESBO</b>
1	28	0	0	100	2	2	2
2	28	20	50	100	2	2	2

**Tabel 3.14.** Parameter proses pencampuran pembanding

<b>Percobaan</b>	<b>Parameter Proses Pencampuran <i>Hot Melt Mixing</i></b>		
	<b>Suhu <i>Hot Mixing</i> (°C)</b>	<b>Waktu <i>Hot Mixing</i> (s)</b>	<b>RPM</b>
1	180	240	120
2	180	240	120

Setelah melakukan formulasi di tiap variabel uji, hasil formulasi kemudian mengalami perlakuan *dry mixing* dengan menggunakan *dry mixer* berkapasitas 500 gram, dengan kecepatan blade/mata pisau 1500-2000 rpm seperti terlihat pada Gambar 3.2, proses *dry mixing* dilakukan selama 3 menit untuk setiap sampel, dimana dalam selang 1 menit sekali mesin *dry mixing* dimatikan selama 5 detik. Sampel hasil *dry mixing* kemudian dimasukkan ke dalam alat *Hot Melt Mixing* ThermoHaake *Twin Screw Extruder Counter rottating* terlihat pada gambar 3.3, dengan kapasitas *chamber* sebesar 44 gram, suhu, waktu dan kecepatan *mixing* disesuaikan dengan parameter proses pada setiap variabel.

**Gambar 3.2.** *Dry mixer* (tampak depan)

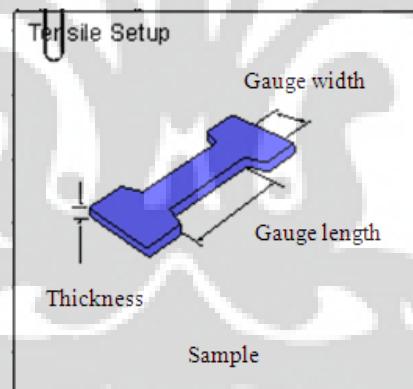
Setelah didapat hasil pencampuran yang bersifat kering, kemudian sampel hasil pencampuran kering ini dimasukkan ke dalam alat *hot melt mixing* seperti terlihat pada Gambar 3.3 untuk menghasilkan produk pencampuran yang terdistribusi dan terdispersi secara merata.



**Gambar 3.3 Rheomix Twin Screw Extruder Counter Rottating**

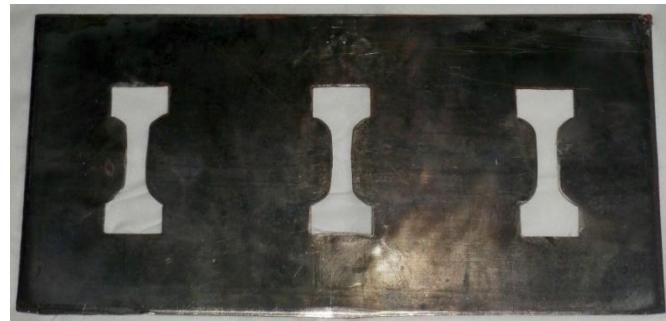
### 3.4. Proses pembuatan sampel uji dan prinsip pengujian

Sampel PVC yang telah mengalami perlakuan *hot melt mixing*, kemudian disiapkan menjadi sampel uji, berupa sampel uji tarik *micro tensile* dengan dimensi tebal  $\pm 1\text{ mm}$ , *gauge length*  $\pm 15.5\text{ mm}$  dan lebar  $\pm 5.5\text{ mm}$ .



**Gambar 3.4.** Geometri sampel uji *micro tensile*

Preparasi sampel uji tarik mikro *tensile* tertera pada Gambar 3.4 dibuat dengan cara, melakukan *hot pressing* terhadap sampel *plasticized-PVC* yang telah di *hot melt mixing* kedalam cetakan sampel uji tarik mikro *tensile* seperti terlihat pada Gambar 3.5.



**Gambar 3.5.** Cetakan mikro *tensile* untuk pengujian tarik polimer (PVC)

Untuk mencetak sampel mikro *tensile* digunakan alat *hot pressing* seperti terlihat pada Gambar 3.6 dengan menyetel suhu operasi plat atas dan plat bawah *hot pressing* berada di suhu 184°C untuk plat bawah dan 194°C untuk plat atas, dimana besarnya tekanan pada alat hidrolik *hot pressing* di set pada angka 50 Kg/cm<sup>2</sup> dan lama pressing 3 menit.



**Gambar 3.6.** Hidrolik Hot Pressing

Pengujian mikro *tensile* dilakukan dengan menggunakan mesin Chatillon LF Plus *Universal Tensile Machine* LLOYD Instruments. Ltd seperti terlihat pada Gambar 3.7 dengan kapasitas pembebanan hingga 1 kN, dan pengujian mengacu pada standar ASTM D1708-06, dengan kecepatan penarikan 10 mm/menit.

Nilai mekanik yang tercatat seperti nilai modulus kekakuan dan nilai kekuatan tarik akan diverifikasi dengan menggunakan *tools* statistika *one way ANOVA* untuk melihat signifikansi pengaruh tiap variabel terhadap nilai mekanik *plasticized PVC*, dengan memperhatikan nilai p yang dihasilkan, dimana jika  $p < 0.05$  maka variabel pengujian memiliki pengaruh signifikan terhadap nilai mekanik *plasticized PVC*.



**Gambar 3.7.** Mesin Chatillon LF Plus *Universal Tensile Machine*

Untuk pengujian SEM dan Edax, sampel PVC hasil *hot mixing* (*fresh*, tidak mengalami perlakuan *hot pressing*) dipreparasi dengan cara *dicoating* oleh logam Au untuk menghindari terjadinya *charging* seperti terlihat pada Gambar 3.8.



**Gambar 3.8.** Instrumen *sputtering* sampel SEM<sup>[22]</sup>

Komposisi permukaan dan distribusi aditif yang digunakan selama proses *compounding* akan terlihat melalui SEM dan Edax seperti terlihat pada Gambar 3.9.



**Gambar 3.9.** Instrumen uji SEM dan EDAX<sup>[22]</sup>

Pengujian SEM dan EDAX difokuskan pada komposisi permukaan dan distribusi aditif pada matriks PVC, dimana daerah yang diamati adalah permukaan potongan melintang dari sampel *plasticized*-PVC. Persebaran *filler* CaCO<sub>3</sub> dan arah aliran lelehan PVC selama proses pencampuran *hot melt mixing* terlihat dalam pengujian SEM. Untuk penggunaan EDAX difokuskan untuk mengetahui komposisi permukaan matriks *plasticized*-PVC yang telah diberikan aditif, informasi komposisi didapatkan dari *output* pengujian EDAX berupa plot data antara energi sub kulit atom yang telah ditembakkan berkas elektron Si-Li terhadap intensitas (*count per second*).



**Gambar 3.10.** *PerkinElmer FTIR Analysis device*

Performa penggunaan ESBO sebagai *co-heat stabilizer* dapat dievaluasi dengan menggunakan *PerkinElmer FTIR Analysis device* yang ada di departemen Metalurgi & Material FTUI seperti terlihat pada Gambar 3.10, dimana sampel diamati nilai frekuensi vibrasi molekul pada spektrum infra red tertentu<sup>[18]</sup>, dimana FTIR akan merekam frekuensi vibrasi gugus fungsi seluruh komponen gugus fungsi yang ada pada sampel *plasticized*-PVC sebelum dan sesudah mengikat atom Cl yang labil (atom Cl tersier) pada molekul PVC, sehingga terekam gugus fungsi baru, yaitu gugus fungsi hasil ikatan gugus fungsi epoksi dengan atom Cl labil dari molekul PVC berupa gugus eter sederhana (alkil). Selain itu penggunaan FTIR ditujukan juga untuk melihat produk degradasi PVC selama pemrosesan *hot melt mixing*, seperti pengecekan keberadaan gugus benzena.

## **BAB 4**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

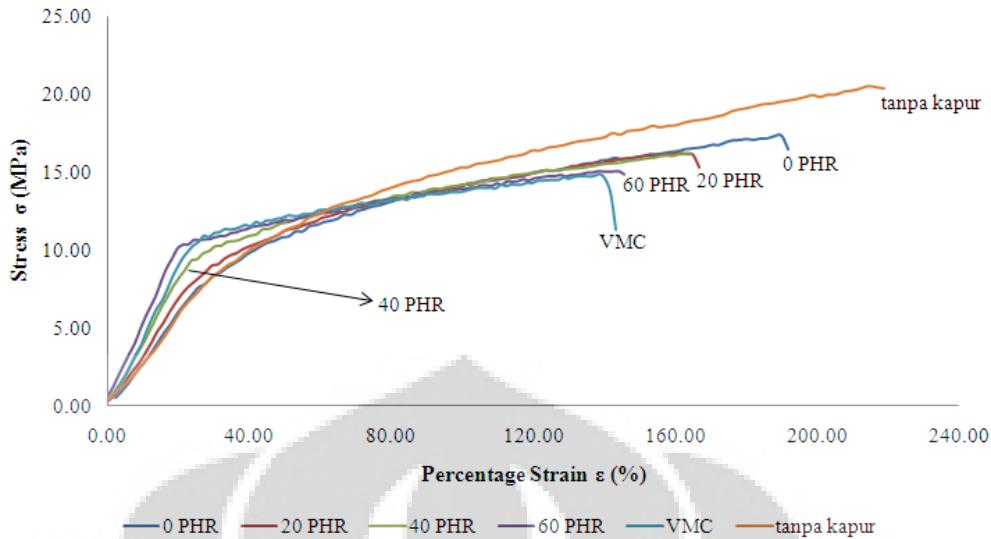
Proses penambahan aditif baik berupa *filler CaCO<sub>3</sub>*, *plasticizer*, *co-heat stabilizer* berbasis epoksi, maupun parameter proses pencampuran (suhu, waktu dan kecepatan pencampuran) dalam proses *hot melt mixing plasticized-PVC*, banyak mempengaruhi sifat mekanik dari produk hasil proses *hot melt mixing plasticized-PVC*. Berikut pembahasan pengaruh penambahan *filler CaCO<sub>3</sub>* dan ESBO beserta aditif lainnya dan juga parameter proses pencampuran *hot melt mixing* terhadap sifat mekanik *plasticized-PVC*.

#### **4.1. Analisa Pengaruh Penambahan *filler CaCO<sub>3</sub> 1200* dan *CaCO<sub>3</sub> 4000***

Studi pengaruh penambahan *filler CaCO<sub>3</sub>* dalam proses pencampuran *hot melt mixing PVC* terhadap sifat mekanik *plasticized-PVC* dilakukan dengan membandingkan dua jenis *filler* dengan kualitas berbeda (*CaCO<sub>3</sub> 1200* dan *CaCO<sub>3</sub> 4000*) yang ditambahkan kedalam formulasi *hot melt mixing PVC* dengan kadar penambahan berbeda, dimulai dari 0 phr (*part per hundred PVC resin*), 20 phr, 40 phr dan 60 phr untuk penambahan *filler CaCO<sub>3</sub> 1200*, sedangkan untuk penambahan *CaCO<sub>3</sub> 4000* dimulai dengan memvariasikan konsentrasi dari 0 phr, 30 phr, 60 phr dan 90 phr, dimana saat memvariasikan kadar *filler CaCO<sub>3</sub> 1200*, kadar *CaCO<sub>3</sub> 4000* dijaga tetap pada kadar 30 phr, dan saat memvariasikan kadar *filler CaCO<sub>3</sub> 4000*, kadar *filler CaCO<sub>3</sub> 1200* dijaga tetap pada kadar 20 phr.

Pengaruh penambahan *filler CaCO<sub>3</sub>* terhadap sifat mekanik produk *hot melt mixing PVC*, dievaluasi dengan melakukan uji tarik dengan mesin Chatilon LF plus dengan mengacu pada standar ASTM D1708-06a, dimana *strain rate* proses penarikan sebesar 10mm/menit.

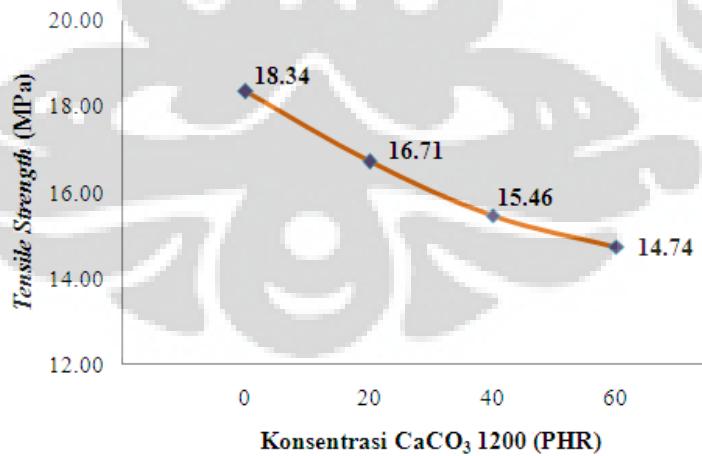
Sebelum pengujian tarik sampel mengalami perlakuan/pengkondisian pada temperatur 25°C selama 40 jam sebelum dilakukan uji tarik. Nilai mekanik yang ingin dievaluasi adalah nilai modulus kekakuan (*modulus young*) dan nilai kekuatan tarik (*tensile strength*).



**Gambar 4.1.** Kurva tegangan-regangan uji tarik pengaruh konsentrasi *filler*  $\text{CaCO}_3$  1200 terhadap sifat mekanik *plasticized-PVC*

Pada Gambar 4.1 terlihat bahwa seiring dengan penambahan  $\text{CaCO}_3$  1200 kedalam formulasi *hot melt mixing plasticized-PVC* akan mengakibatkan peningkatan nilai modulus kekakuan, namun menurunkan nilai kekuatan tarik dari *plasticized-PVC*. Partikel penguat atau *filler* pada umumnya akan meningkatkan nilai modulus kekakuan namun menurunkan nilai kekuatan tarik pada saat patah<sup>[2]</sup>.

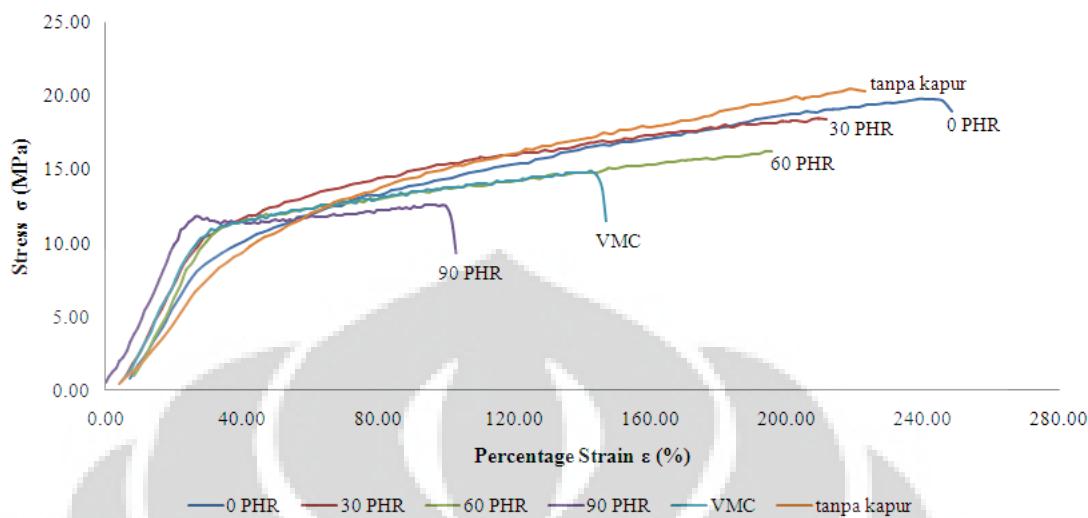
Nilai kekuatan tarik (*tensile strength*) akibat penambahan  $\text{CaCO}_3$  1200 dan  $\text{CaCO}_3$  4000 pada formulasi *plasticized-PVC* dapat dilihat pada Gambar 4.2 dan 4.4.



**Gambar 4.2.** Grafik nilai kekuatan tarik (*tensile strength*) terhadap konsentrasi penambahan *filler*  $\text{CaCO}_3$  1200

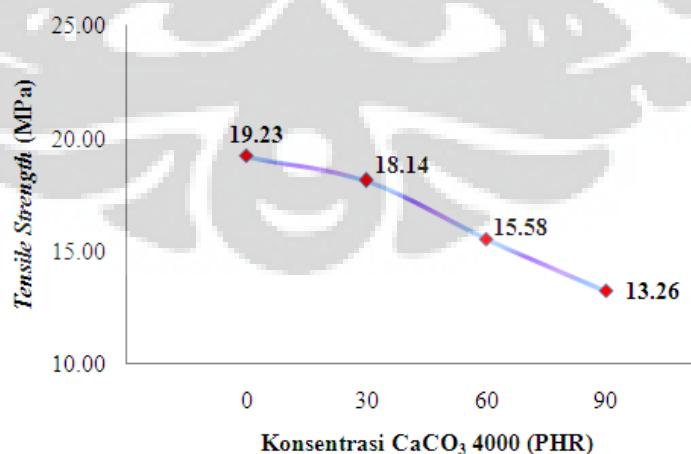
Pada Gambar 4.2 terlihat penurunan nilai kekuatan tarik (*tensile strength*) seiring dengan penambahan kadar *filler*  $\text{CaCO}_3$  1200, dan hal ini senada dijumpai

pada pengaruh penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> 4000 terhadap matriks *plasticized-PVC* seperti yang terlihat pada Gambar 4.4.



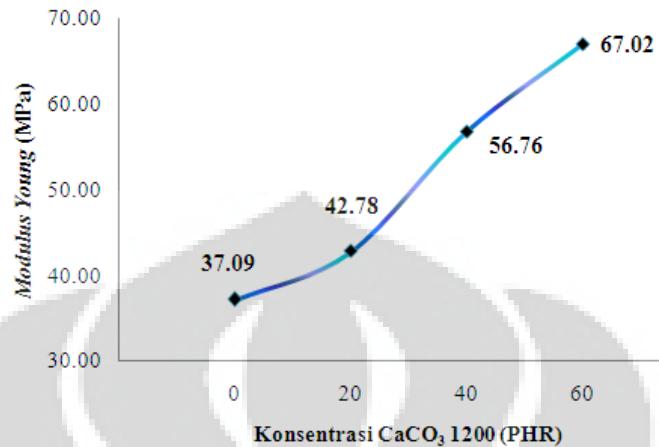
**Gambar 4.3.** Kurva tegangan-regangan uji tarik pengaruh konsentrasi *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 terhadap sifat mekanik *plasticized-PVC*

Penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> baik CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000 lebih dimaksudkan untuk meningkatkan nilai modulus kekakuan seperti terlihat pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.3, dimana seiring dengan meningkatnya nilai modulus kekakuan, resiko terjadinya susut produk *plasticized-PVC* akan tereduksi<sup>[2]</sup>, terlihat pada Gambar 4.4, 4.5 dan 4.6, secara berurutan memperlihatkan penurunan nilai kekuatan tarik seiring penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> 4000, dan peningkatan nilai modulus kekakuan seiring dengan penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000.



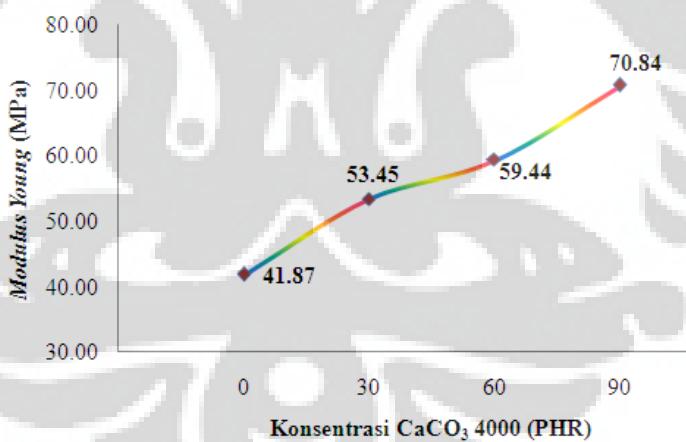
**Gambar 4.4.** Grafik nilai kekuatan tarik *plasticized-PVC* terhadap kadar penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> 4000

Penurunan nilai kekuatan tarik dijumpai pula pada penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> 4000, meskipun *filler* yang digunakan berbeda kualitas, seperti terlihat pada Gambar 4.4.



**Gambar 4.5.** Grafik nilai *modulus young* *plasticized-PVC* terhadap penambahan kadar *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200

Gambar 4.5 dan Gambar 4.6 menerangkan bahwa peningkatan nilai *modulus young* memang secara signifikan dapat ditingkatkan dengan meninggikan penambahan kadar CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000 kedalam formulasi *plasticized-PVC*.



**Gambar 4.6.** Grafik nilai *modulus young* *plasticized-PVC* terhadap penambahan kadar *filler* CaCO<sub>3</sub> 4000

Berikut tabel ringkasan sifat mekanik (nilai modulus kekakuan dan kekuatan tarik) dari produk *plasticized-PVC* yang ditambahkan CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000 dengan variasi kadar phr berbeda, dimana digunakan sebagai nilai pembanding dari *plastized-PVC* yang tidak ditambahkan *filler* CaCO<sub>3</sub> sama sekali dan formulasi *plasticized-PVC* PT.XXX:

**Tabel 4.1.** Ringkasan sifat mekanik dari beberapa formulasi *plasticized*-PVC

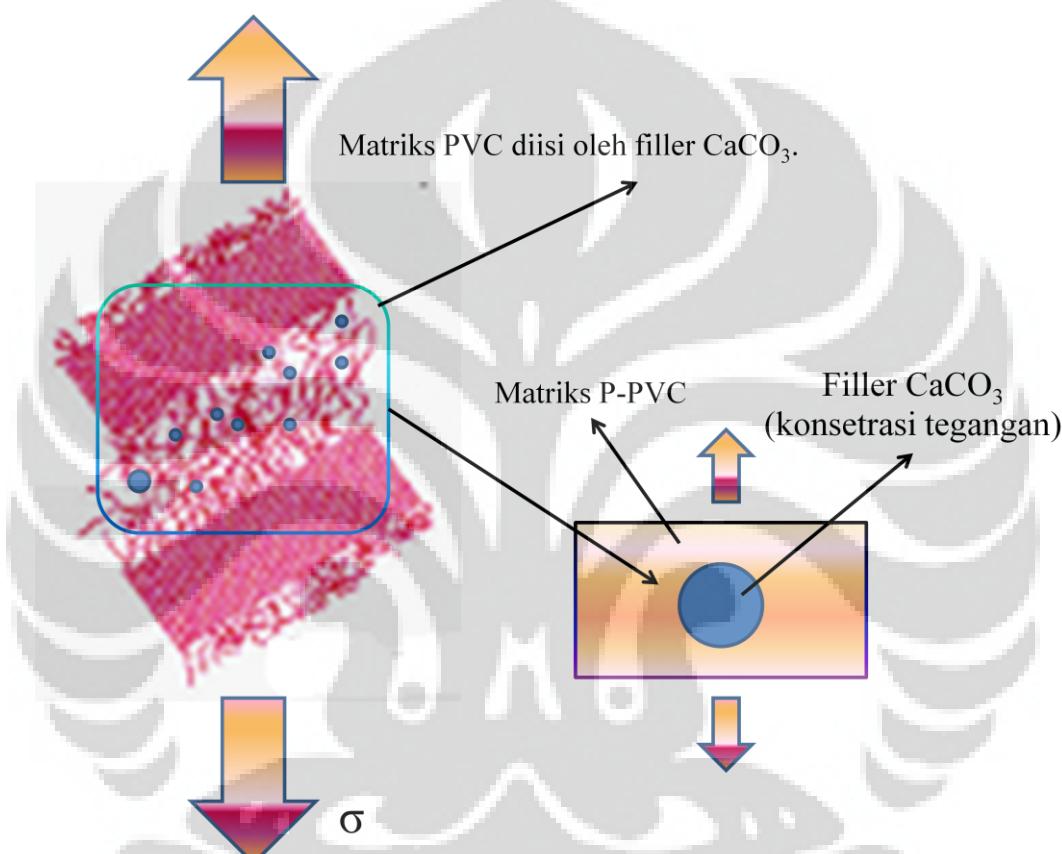
<b>Variabel</b>	<b>Nilai Mekanik</b>							
	<i>Modulus Young (MPa)</i>				<i>Tensile Strength (MPa)</i>			
<b>CaCO<sub>3</sub></b>	<b>0</b>	<b>20</b>	<b>40</b>	<b>60</b>	<b>0</b>	<b>20</b>	<b>40</b>	<b>60</b>
<b>CaCO<sub>3</sub></b> 1200	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>
	37.09	42.78	56.76	67.02	18.34	16.71	15.46	14.74
<b>CaCO<sub>3</sub></b> 4000	<b>0</b>	<b>30</b>	<b>60</b>	<b>90</b>	<b>0</b>	<b>30</b>	<b>60</b>	<b>90</b>
	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>	<b>PHR</b>
Tanpa CaCO <sub>3</sub>	33.88				20.1			
Formulasi	<b>CaCO<sub>3</sub> 1200 20 PHR &amp; CaCO<sub>3</sub> 4000 50 PHR</b>							
PT.XXX	53.76				15.14			

Pada Tabel 4.1 terlihat jelas komparasi pengaruh atau efek yang ditimbulkan akibat penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 dan CaCO<sub>3</sub> 4000.

Mekanisme peningkatan nilai modulus kekakuan *plasticized*-PVC akibat penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 maupun CaCO<sub>3</sub> 4000 memiliki penjelasan yang sama, yaitu mengkompensasi pembebanan *uniaxial* selama penarikan, sehingga beban *uniaxial* langsung diakomodir oleh partikel penguat CaCO<sub>3</sub>, sehingga rantai polimer tidak menerima pembebanan secara langsung, dan juga menurunkan mobilitas rantai molekul PVC akibat ditempatinya ruang kosong antara rantai molekul PVC oleh *filler* CaCO<sub>3</sub>. Akibatnya dibutuhkan energi yang lebih tinggi untuk menggerakkan rantai molekul PVC (untuk mendeformasi) dari region elastis-plastis, sehingga terjadi peningkatan nilai *modulus young* seiring dengan penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub>. Peningkatan kadar *filler* CaCO<sub>3</sub> memiliki efek kompromi yaitu menurunkan nilai kekuatan tarik, karena penambahan kadar *filler* akan membuat jenuh matriks *plasticized*-PVC, sehingga penguat *filler* CaCO<sub>3</sub> tidak lagi mampu mengakomodir pembebanan (*stress concentration*) setelah melewati batas elastis, dan langsung mendistribusikan pembebanan ke matriks *plasticized*-PVC, semakin banyak kadar *filler* CaCO<sub>3</sub> maka semakin banyak pula *stress concentration* akibat pembebanan namun saat nilai pembebanan melewati

region elastis menuju region plastis dan tepat sesaat akan mengalami *failure*, secara masif pembebahan akan didistribusikan langsung ke matriks *plasticized-PVC*, sehingga terjadi penurunan nilai kekuatan tarik (*tensile strength*) pada produk *plasticized-PVC*, seperti terlihat pada Gambar 4.2 dan 4.4.

Skematik untuk menjelaskan apa yang terjadi saat penambahan *filler* CaCO<sub>3</sub> 1200 maupun CaCO<sub>3</sub> 4000 kedalam matriks *plasticized-PVC*, ditunjukkan oleh Gambar 4.7.



Gambar 4.7. Skematik konsentrasi tegangan pada *filler* CaCO<sub>3</sub> yang berada dalam matriks PVC saat pembebahan tarik<sup>[26]</sup>

Pada Gambar skematik 4.7 terlihat bahwa pada saat pembebahan tarik, *filler* CaCO<sub>3</sub> yang mengisi matriks PVC, menyulitkan mobilisasi rantai molekul PVC pada region fasa amorfus pada saat dikenai pembebahan tarik dari luar, *filler* CaCO<sub>3</sub> mengakomodir pembebahan hingga terjadi *stress concentration* pada *filler* penguat CaCO<sub>3</sub>.

## 4.2. Analisa Pengaruh Parameter Proses Pencampuran *Hot Melt Mixing*

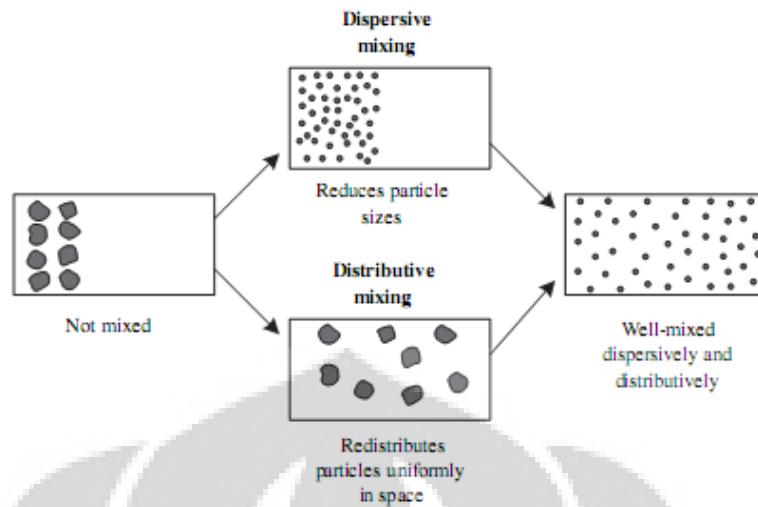
### 4.2.1. Pengaruh Waktu dan Kecepatan Pencampuran *Hot Melt Mixing*

Parameter proses pencampuran seperti waktu, suhu dan kecepatan memainkan peranan penting dalam menghasilkan produk pencampuran *plasticized-PVC* yang optimal dari segi sifat mekanik. Proses pencampuran pada dasarnya mengkondisikan aditif dengan matriks polimer untuk terdistribusi dan terdispersi secara merata. Studi mengenai pengaruh parameter proses pencampuran (waktu, suhu dan kecepatan pencampuran) dilakukan dengan memvariasikan waktu pencampuran dimana suhu dan kecepatan pencampuran dijaga tetap di suhu 180°C dan 100 RPM, untuk melihat pengaruh variasi suhu, waktu dan kecepatan pencampuran dijaga tetap 240 sekon dan 100 RPM, sedangkan untuk melihat pengaruh variabel kecepatan pencampuran, waktu dan suhu pencampuran dijaga tetap 240 sekon dan 180°C.

Proses pencampuran dengan melibatkan variabel suhu, dikenal dengan istilah *compounding* atau *hot melt mixing*. Proses *hot melt mixing* dibutuhkan untuk menghasilkan distribusi dan dispersi aditif maupun filler dalam matriks polimer yang ideal (contoh: proses *hot melt mixing* PVC dengan 4-5 aditif). Proses *compounding/hot melt mixing* secara esensialnya bertujuan untuk<sup>[20]</sup> :

- a. Mereduksi ketidak seragaman komposisi
- b. Meningkatkan probabilitas keberadaan elemen minor dalam campuran polimer pada daerah manapun
- c. Mereduksi ukuran domain
- d. Memecah partikel aglomerat

Proses pencampuran secara distributif dan dispersif untuk mendapatkan sifat mekanik yang optimal dari produk *hot melt mixing* polimer terlihat pada Gambar 4.8.



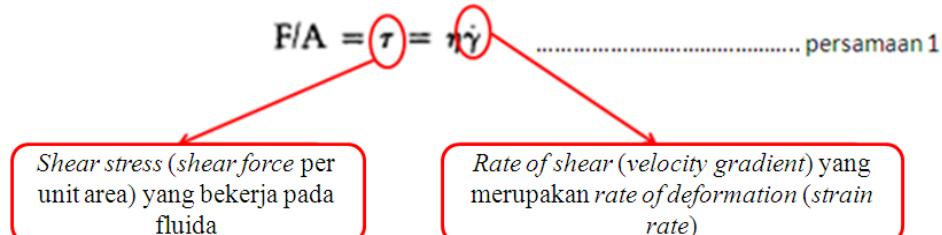
**Gambar 4.8.** Proses pencampuran distributif dan dispersif pada proses pencampuran sistem polimer<sup>[18]</sup>

Hasil pencampuran yang terdistribusi dan terdispersi pada suatu sistem polimer adalah hasil yang diharapkan dari proses pencampuran, terlihat pada Gambar 4.8.

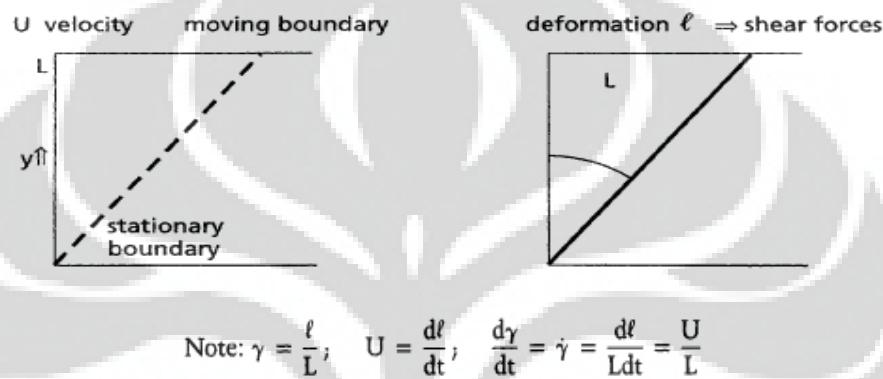
Optimasi proses pencampuran tergantung pada kondisi viskositas dan tegangan yang diberikan pada saat proses pencampuran, dimana nilai viskositas sangat bergantung terhadap energi (panas) yang diserap oleh molekul polimer.

Proses evaluasi hasil pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC* dilakukan dengan cara melakukan uji tarik dan juga dengan pengamatan melalui *Scanning Electron Microscope* (SEM). Pada Gambar 4.10 terlihat nilai modulus kekakuan yang dihasilkan dengan memvariasikan waktu proses pencampuran *hot melt mixing*.

Pada proses pencampuran, sejumlah *shear stress* dan *strain rate* diberikan pada leahan polimer untuk mendapatkan hasil pencampuran yang terdistribusi dan terdispersi. Pemberian tegangan geser/ deformasi maupun pemberian laju peregangan pada leahan polimer, akan mempengaruhi sifat reologi polimer<sup>[21]</sup> dan hubungan antara *shear stress* maupun *strain rate* pada leahan polimer dinyatakan dengan persamaan 1 :

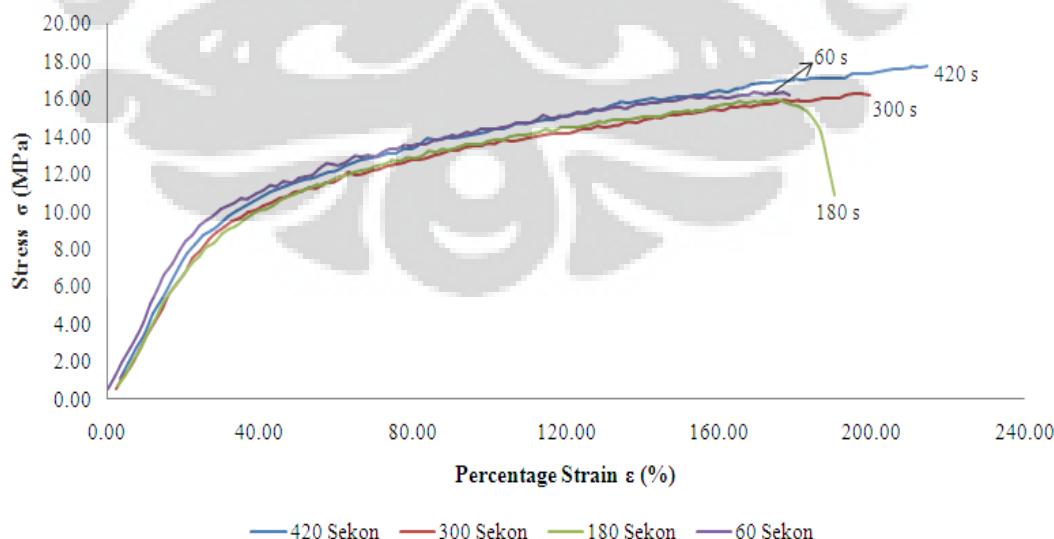


Persamaan 1 diatas dinyatakan sebagai persamaan Newton dalam hal aliran material. Skematik mengenai *shear stress* dan deformasi yang bekerja pada lelehan polimer disajikan dalam Gambar 4.9.



Gambar 4.9. Skematik *shear stress* dan deformasi pada lelehan polimer<sup>[19]</sup>

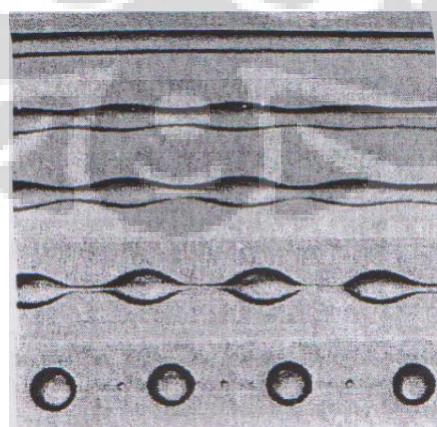
Dua parameter yaitu *shear stress* (parameter *dispersive mixing*) dan deformasi (*strain rate* parameter dalam *distributive mixing*) penting kaitannya sebagai alat bantu penjelasan perilaku reologi lelehan polimer sekaligus dalam mengontrol proses pencampuran *distributive* dan *dispersive*<sup>[21]</sup>.



Gambar 4.10. Kurva tegangan-regangan uji tarik pengaruh waktu *hot melt mixing* terhadap sifat mekanik *plasticized-PVC*

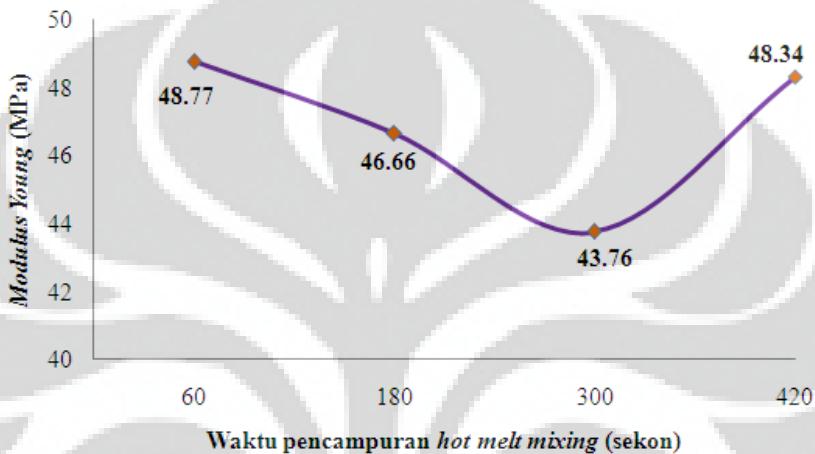
Pada Gambar 4.10 terlihat bahwa nilai modulus kekakuan pada saat waktu pencampuran selama 60 sekon, nilai modulus kekakuan dan kekuatan tarik *plasticized-PVC* berada dalam nilai tertinggi, yaitu secara berurutan 48.77 MPa dan 17.10 MPa, dan kemudian nilai modulus kekakuan turun pada saat lama pencampuran menjadi 180 sekon dan 300 sekon secara berurutan yaitu 46.66 MPa dan 43.76 MPa, namun pada saat lama pencampuran 180 sekon dan 300 sekon, nilai kekuatan tarik (*tensile strength*) tidak mengalami perubahan yang signifikan dari 16.48 MPa menjadi 16.36 MPa. Pada saat lama pencampuran 420 sekon, nilai modulus kekakuan meningkat dan lebih besar dibandingkan dengan nilai modulus kekakuan yang dihasilkan oleh lama pencampuran proses *hot melt mixing* selama 180 sekon dan 300 sekon, dengan nilai modulus kekakuan 48.34 MPa serta nilai kekuatan tarik yang meningkat dan lebih besar dibandingkan dengan hasil yang diberikan oleh 180 sekon dan 300 sekon, yaitu sebesar 16.97 MPa.

Variabel waktu pencampuran *hot melt mixing* 300 sekon memberikan nilai modulus kekakuan dan kekuatan tarik yang optimum, dikarenakan pada saat waktu pencampuran berada diangka 300 sekon, proses pencampuran distributif dan dispersif telah tercapai dengan diindikasikan dengan viskositas yang ideal untuk mendukung proses *break-up of liquid thread* pada aditif yang ditambahkan kedalam matriks PVC. Proses *break-up of liquid thread* adalah proses homogenisasi fasa cairan (*plasticizer, liquid heat stabilizer* dan *epoxidized soya bean oil*) dalam matriks PVC agar tersebar secara merata, seperti yang terlihat pada Gambar 4.11.



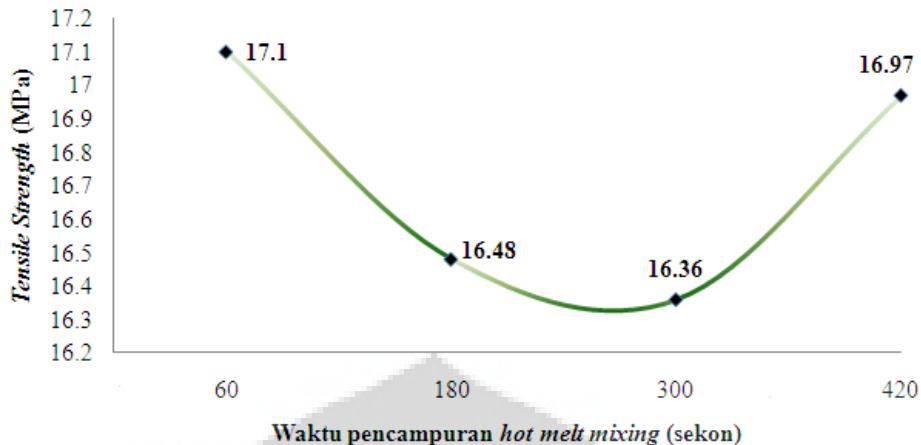
**Gambar 4.11.** Proses *break-up thread liquid* (Arnitel®) dalam matriks *PolyStyrene*<sup>[20]</sup>

Waktu pencampuran pada proses *hot melt mixing* selama 60 sekon dan 180 sekon, proses *break-up thread liquid* pada aditif berbentuk cairan yang dimasukkan kedalam formulasi *plasticized PVC* belum sepenuhnya optimal, sehingga terjadi penurunan nilai modulus kekakuan dari 60 sekon hingga 300 sekon, dan kemudian naik kembali pada waktu 420 sekon. Nilai modulus kekakuan dan kekuatan tarik *plasticized-PVC* terhadap variasi waktu pencampuran *hot melt mixing* dapat dilihat pada gambar 4.12 dan 4.13 secara berurutan.



**Gambar 4.12.** Grafik nilai *modulus young plasticized-PVC* terhadap waktu pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC*

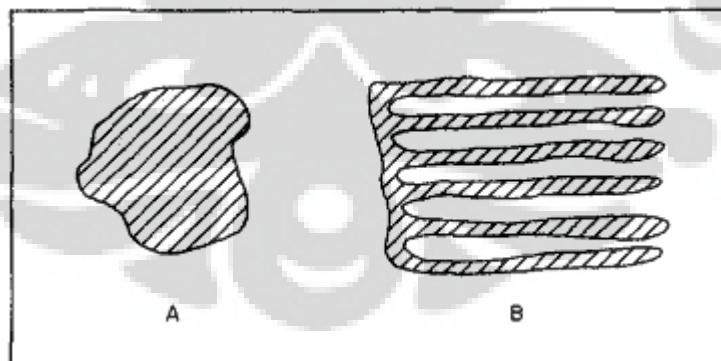
Pada Gambar 4.12 sangat jelas terlihat bahwa proses *break-up thread liquid* baru terjadi secara optimal pada lama pencampuran 300 sekon, dimana pada waktu 300 sekon, *plasticizer* sudah terdistribusi secara homogen kedalam matriks PVC. Secara teoritis, penurunan nilai modulus kekakuan akan diikuti dengan kenaikan nilai kekuatan tarik (*tensile strength*) suatu polimer, namun pada kasus ini, karena pada waktu pencampuran 300 sekon, hanya aditif berbentuk cairan saja yang telah terdistribusi secara merata, melainkan *filler CaCO<sub>3</sub>* ikut tercampur secara distributif kedalam matriks PVC namun membentuk aglomerasi (partikel besar seperti ditunjukkan oleh gambar 4.21, semakin lama proses pencampuran dilakukan, maka nilai *interfacial area* akan semakin tinggi dan menjadi kunci keberhasilan *distributive mixing*, sehingga ditemukan nilai modulus kekakuan dari *plasticized-PVC* setelah mengalami pencampuran 300 sekon berada pada nilai terendah dibandingkan dengan nilai modulus kekakuan yang dihasilkan pada waktu mixing yang lain seperti yang terlihat pada Gambar 4.12.



**Gambar 4.13.** Grafik nilai *tensile strength* *plasticized-PVC* terhadap variasi waktu pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC*

Nilai kekuatan tarik *plasticized-PVC* pada hasil pencampuran *hot melt mixing* dengan durasi 300 sekon memberikan nilai yang terendah seperti terlihat pada Gambar 4.13, hal ini dikarenakan terjadinya aglomerasi  $\text{CaCO}_3$  dalam matriks PVC, namun perubahan nilai kekuatan tarik tidaklah begitu signifikan akibat pengaruh durasi proses pencampuran *hot melt mixing*.

*Distributive mixing* fokus pada proses penyeragaman, dimana parameter terpenting dari proses *distributive mixing* adalah parameter regangan/ *strain* maupun *interfacial area* yang terbentuk selama proses pencampuran. Skematik mengenai *interfacial area* sebagai kunci keberhasilan *distributive mixing* disajikan pada Gambar 4.14.

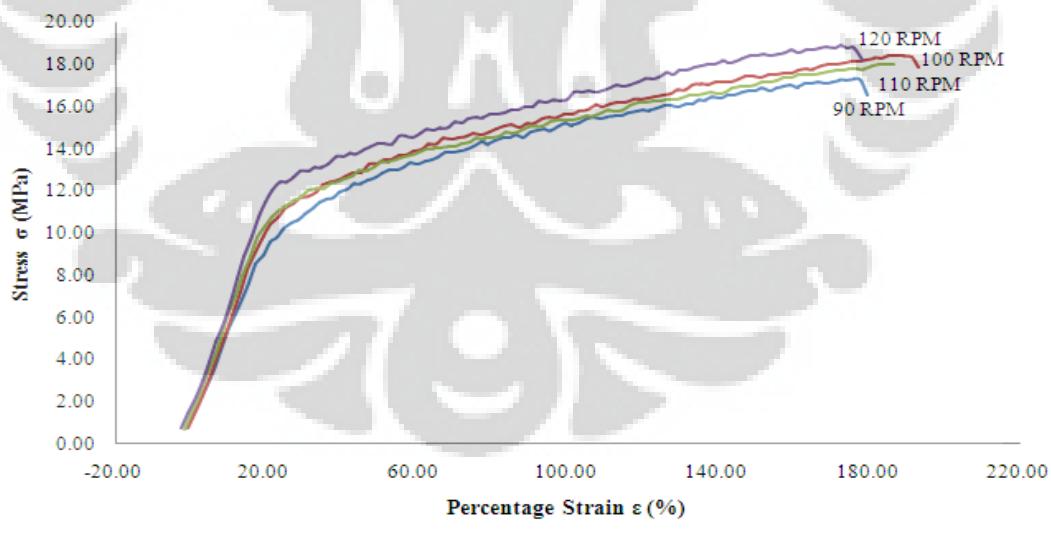


**Gambar 4.14.** Pembentukan *interfacial area* pada proses *distributive mixing*<sup>[16]</sup>

Perlu diperhatikan gambar 4.14, bahwa *interfacial area* pada keadaan A meningkat menjadi suatu bentuk dengan bentuk *interfacial area* B, semakin tinggi nilai *interfacial area* yang terbentuk, maka kesuksesan *distributive mixing* semakin tinggi<sup>[16]</sup>.

Parameter regangan bisa dipenuhi dengan memberikan waktu yang cukup bagi aditif untuk mengalami peregangan (jika aditif berbentuk cairan) dalam matriks PVC, sedangkan *dispersive mixing* fokus untuk mereduksi ukuran *filler* atau mencegah terbentuknya aglomerat akibat gaya elektrostatik antar permukaan *filler*, dimana parameter *dispersive mixing* terletak pada besaran nilai tegangan yang dihasilkan pada proses pencampuran. *Dispersive mixing* memerlukan parameter tegangan yang tinggi, oleh karenanya *dispersive mixing* akan lebih mudah tercapai pada sistem polimer yang memiliki nilai viskositas yang tinggi.

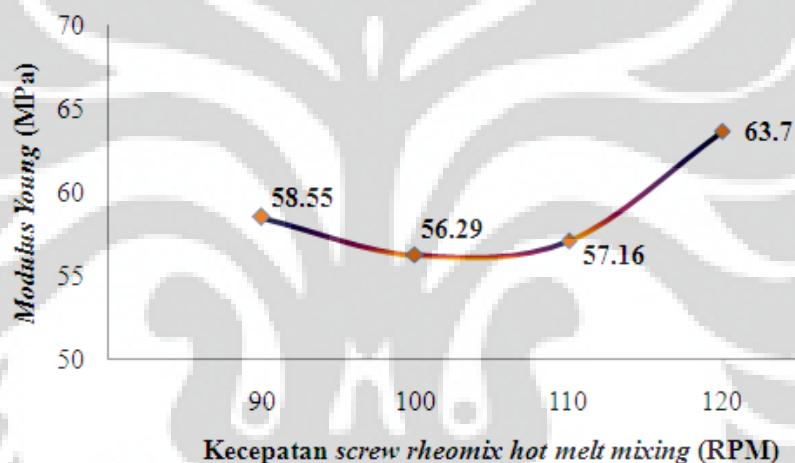
Proses *distributive mixing* dapat juga dicapai dengan meninggikan kecepatan pencampuran. Kecepatan pencampuran yang semakin tinggi akan memberikan kontribusi laju regangan/ *strain rate* semakin tinggi pula, dan memungkinkan pencampuran secara distributif terjadi secara optimal. Pengaruh kecepatan pencampuran memiliki efek yang sama dengan pengaruh waktu pencampuran terhadap sifat mekanik *plasticized-PVC*, yaitu sama-sama berpengaruh besar terhadap hasil proses *distributive mixing hot melt mixing plasticized-PVC*, terlihat pada Gambar 4.15, pengaruh kecepatan pencampuran terhadap nilai modulus kekakuan (*modulus young*) dan nilai kekuatan tarik (*tensile strength*) dari *plasticized-PVC*.



**Gambar 4.15.** Kurva tegangan-regangan *plasticized-PVC* terhadap pengaruh kecepatan pencampuran dalam proses *hot melt mixing*

Kurva tegangan-regangan pada Gambar 4.15 memperlihatkan bahwa peningkatan kecepatan pencampuran dalam proses *hot melt mixing* meningkatkan

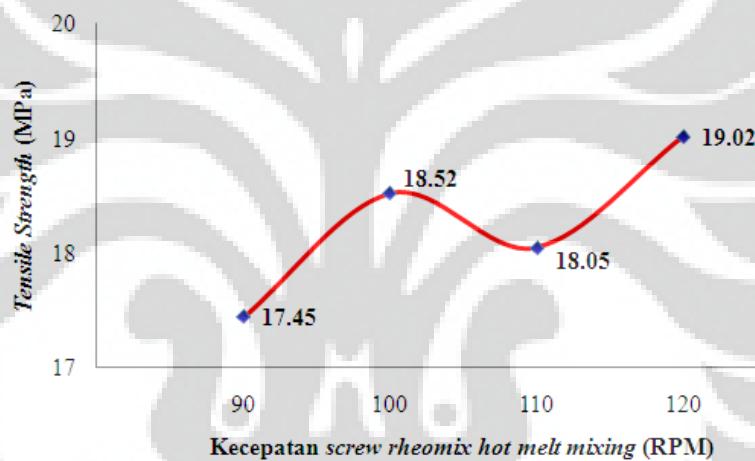
nilai modulus kekakuan, meskipun nilai modulus kekakuan pada kecepatan pencampuran 100 RPM menurun dari nilai 58.55 MPa pada kecepatan pencampuran 90 RPM menjadi 56.29 MPa pada kecepatan pencampuran 100 RPM, kemudian meningkat lagi nilainya hingga kecepatan pencampuran 120 RPM, seperti terlihat pada Gambar 4.16. Penurunan nilai modulus kekakuan *plasticized* PVC hasil proses pencampuran *hot melt mixing* pada kecepatan 100 RPM disebabkan akibat terdistribusinya *plasticizer* secara homogen dalam matriks PVC, seiring kenaikan kecepatan pencampuran derajat distribusi pun meningkat, sehingga tidak hanya *plasticizer* saja yang terdistribusi merata melainkan *filler CaCO<sub>3</sub>* ikut terdistribusi secara merata akibatnya nilai modulus kekakuan pada kecepatan pencampuran 110 dan 120 RPM mengalami peningkatan.



**Gambar 4.16.** Grafik nilai *modulus young plasticized-PVC* terhadap kecepatan pencampuran *hot melt mixing*

Nilai kekuatan tarik hasil pencampuran pada kecepatan pencampuran 100 RPM lebih besar yaitu 18.52 MPa dibandingkan dengan kecepatan pencampuran 90 dan 110 RPM, yaitu sebesar 17.45 MPa dan 18.05 MPa, namun nilainya tetap lebih kecil dibandingkan dengan nilai kekuatan tarik yang dihasilkan pada kecepatan pencampuran 120 RPM, yaitu 19.02 MPa. Hal ini terjadi karena kecepatan pencampuran 100 RPM memberikan parameter regangan yang optimal untuk mendukung terjadinya *break-up thread liquid* pada *plasticizer* dalam upaya mewujudkan hasil proses pencampuran yang seragam (distributif), namun belum bisa mendistribusikan *filler CaCO<sub>3</sub>* dalam matriks PVC, sehingga menjadi masuk akal jika nilai kekuatan tarik hasil proses pencampuran dengan kecepatan

pencampuran 100 RPM memberikan nilai yang besar dibandingkan dengan nilai kekuatan tarik yang diberikan pada kecepatan pencampuran 90 dan 110 RPM seperti yang terlihat pada Gambar 4.17. Namun kenaikan nilai kekuatan tarik akibat proses pencampuran dengan menggunakan kecepatan 120 RPM menghasilkan nilai yang paling tinggi, hal ini dimungkinkan karena kuantitas ikatan jaring silang akibat interaksi ESBO dengan rantai molekul PVC yang mengandung atom Cl yang labil meningkat, kecepatan 120 RPM memberikan *input* panas yang lebih besar sehingga ikatan jaring silang semakin banyak terbentuk selama pemrosesan dan berakibat meningkatnya nilai kekuatan tarik *plasticized* PVC. Pengaruh kecepatan *mixing* sama halnya dengan pengaruh waktu proses pencampuran *hot melt mixing*, dimana nilai kekuatan tarik tidaklah berubah secara signifikan.



**Gambar 4.17.** Grafik nilai *tensile strength plasticized-PVC* terhadap variasi kecepatan pencampuran *hot melt mixing*

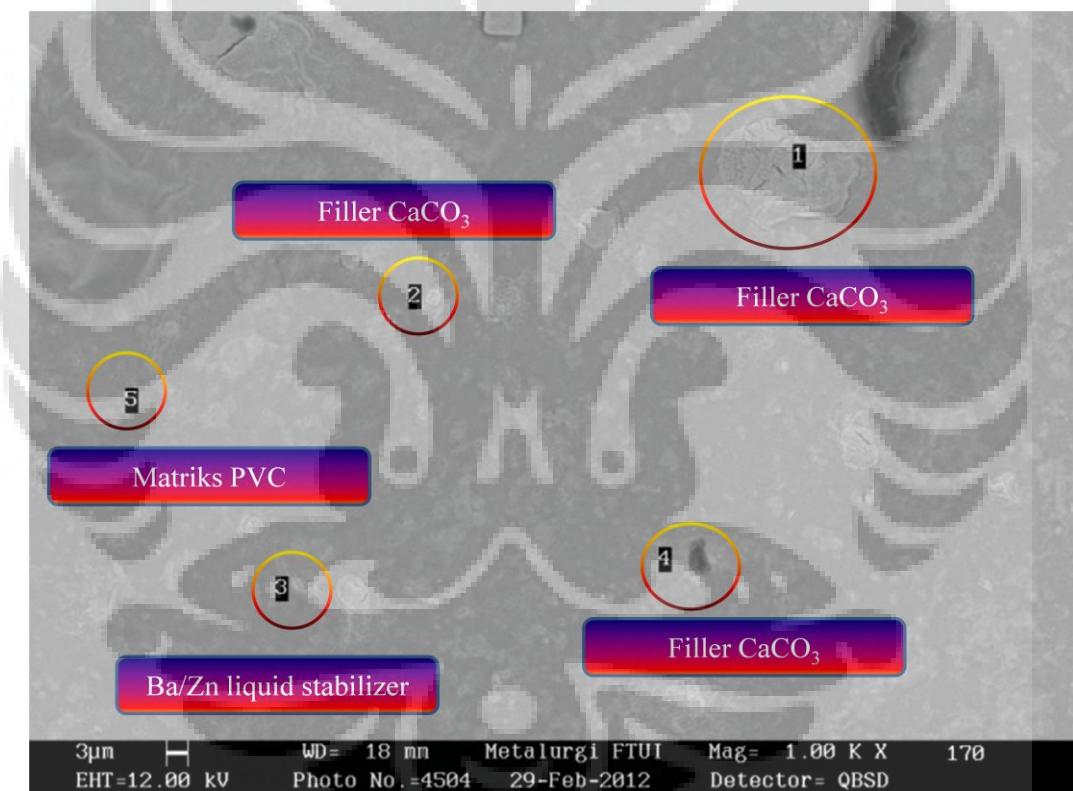
Ditinjau dari nilai modulus kekakuan dan nilai kekuatan tarik, terlihat jelas bahwa kecepatan pencampuran 100 RPM memberikan nilai modulus kekakuan dan kekuatan tarik paling optimum dibandingkan dengan kecepatan pencampuran yang lain, dikarenakan baik aditif berbentuk cairan (*plasticizer*) dan juga *filler* (solid) telah terdistribusi merata dalam matriks PVC, semakin besar kecepatan pencampuran maka kontribusi nilai laju peregangan dalam proses pencampuran semakin besar, dan hasil pencampuran distributif semakin optimal.

Ringkasan nilai mekanik (modulus kekakuan dan kekuatan tarik) dari *plasticized-PVC* terhadap variabel parameter proses terangkum dalam tabel berikut :

**Tabel 4.2.** Nilai mekanik *plasticized-PVC* terhadap variasi waktu dan kecepatan pencampuran *hot melt mixing*

	<i>Modulus Young (MPa)</i>				<i>Tensile Strength (MPa)</i>			
	<b>60 s</b>	<b>180 s</b>	<b>300 s</b>	<b>420 s</b>	<b>60 s</b>	<b>180 s</b>	<b>300 s</b>	<b>420 s</b>
Variabel	51.08	49.93	39.7	53.32	17.1	16.48	16.36	16.97
Variabel	<b>90 RPM</b>	<b>100 RPM</b>	<b>110 RPM</b>	<b>120 RPM</b>	<b>90 RPM</b>	<b>100 RPM</b>	<b>110 RPM</b>	<b>120 RPM</b>
	58.55	56.29	57.16	63.7	17.45	18.52	18.05	19.02

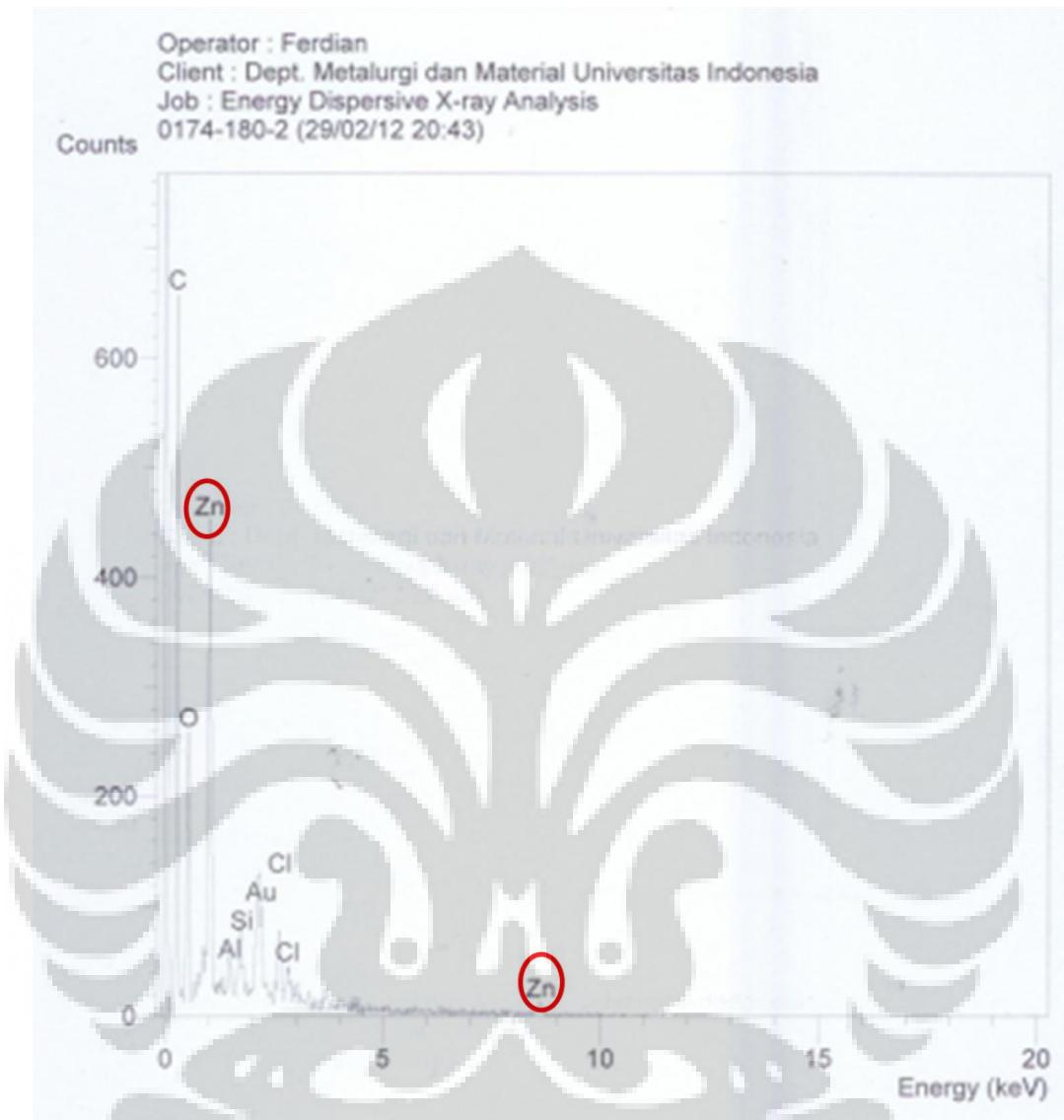
Tinjauan kualitas hasil proses pencampuran variasi waktu dan kecepatan pencampuran *hot melt mixing* dilakukan dengan melakukan pengamatan SEM dan EDAX, seperti terlihat pada Gambar 4.18, 4.19 dan 4.20.



**Gambar 4.18.** Identifikasi qualitatif elemen pada matriks *plasticized-PVC* hasil proses pencampuran *hot melt mixing*

Hasil penembakan EDAX pada matriks *plasticized-PVC* menunjukkan distribusi  $\text{CaCO}_3$  sudah cukup baik meskipun mengalami perlakuan *hot melt mixing* di temperatur  $170^\circ\text{C}$ , hal ini terbukti dari penembakan di tiga titik yang berbeda dan acak ditemui elemen  $\text{CaCO}_3$ . Penembakan terhadap matriks PVC di titik nomor 5 menunjukkan intensitas energi *back scattered electron* dari kulit atom

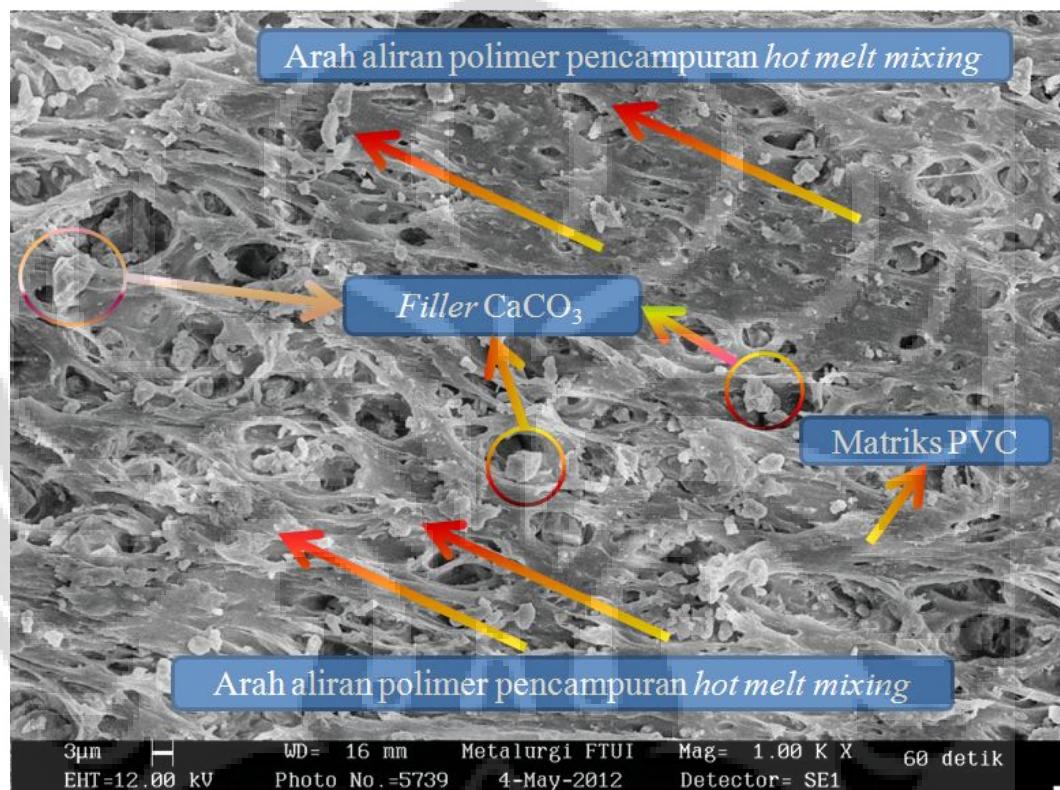
Klor dan Karbon yang tinggi, dan muncul beberapa peak intensitas energi back scattered elektron yang berasal dari kulit atom Klor.



**Gambar 4.19** Grafik pengujian EDAX pada permukaan melintang *plasticized* PVC

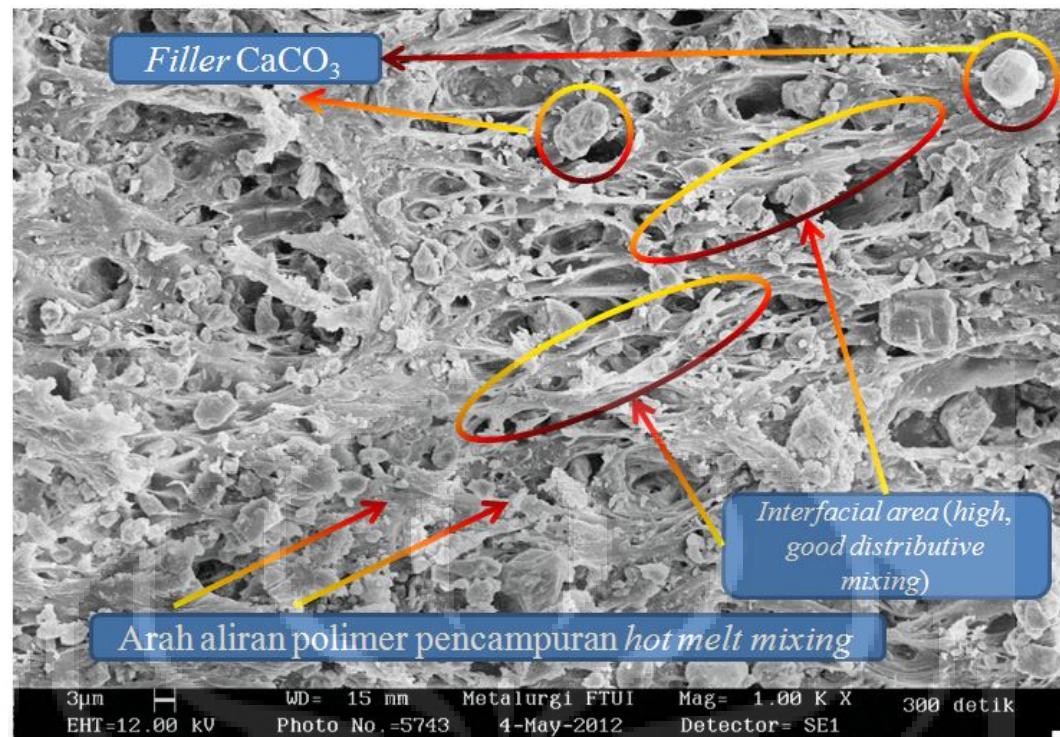
Berdasarkan Gambar 4.19 intensitas keberadaan Ba/Zn nyaris tidak terdeteksi, karena setelah melakukan penembakan di 20 titik secara acak hanya ditemui satu buah peak intensitas energi *back scattered electron* dari kulit atom Zn, sedangkan elemen Ba tidak ditemukan, hal ini bisa disebabkan karena kelimpahan Ba/Zn *stabilizer* yang sangat kecil, yaitu hanya 2 phr, dan karena bentuknya yang berupa cairan, kemungkinan besar *heat stabilizer* Ba/Zn sudah mengikat atom Klor yang labil selama pemrosesan *plasticized*-PVC dan menjadi suatu kesatuan dengan rantai molekul PVC, sehingga tidak dapat ditinjau sebagai

elemen lagi, dan hal ini berlaku juga dengan tidak terdeteksinya ESBO dalam penembakan EDAX, karena ESBO telah berinteraksi dengan rantai molekul PVC dalam menstabilkan atom Klor yang labil, sehingga gugus fungsi epoksi dalam ESBO tidak terdeteksi, hanya alemen penyusun senyawa organik seperti Karbon dan Oksigen. Kemungkinan besar elemen Zn yang terbaca dalam matriks PVC adalah produk  $ZnCl_2$  yang terbentuk akibat proses pengikatan atom Klor labil oleh Ba/Zn *heat stabilizer liquid*.



**Gambar 4.20** Mikrografi SEM penampang patahan hasil pencampuran *hot melt mixing* plasticized-PVC selama 60 detik (perbesaran 1000x)

Penampang patahan produk hasil pencampuran *hot melt mixing* terlihat seperti pada Gambar 4.20, terlihat bahwa persebaran/distribusi *filler*  $CaCO_3$  belum begitu optimal, masih ada daerah dengan perbedaan konsentrasi *filler* yang berbeda, dari hasil SEM terlihat juga arah aliran polimer yang belum begitu halus, *interfacial area* matriks polimer PVC masih belum begitu besar (aliran regangan rendah), sehingga dapat dipastikan proses *distributive mixing* belum optimal.

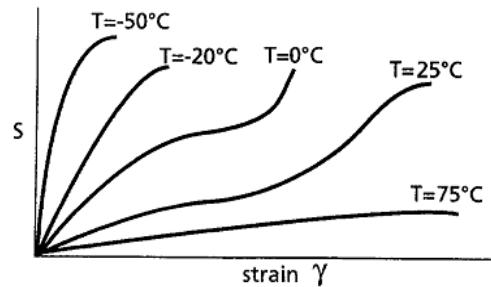


**Gambar 4.21** Mikrografi SEM penampang patahan hasil pencampuran *hot melt mixing* plasticized-PVC selama 300 detik (pembesaran 1000x)

Hasil *distributive mixing* optimal ditandai dengan nilai *interfacial area* yang tinggi, seperti yang terlihat pada Gambar 4.21. Distribusi *filler*  $\text{CaCO}_3$  terlihat homogen. Waktu 300 sekon sebagai lamanya proses pencampuran memberikan nilai mekanik yang optimum.

#### 4.2.2. Pengaruh Suhu Pencampuran *Hot Melt Mixing Plasticized-PVC*

Poli Vinil Klorida memiliki keterbatasan dalam ranah pemrosesan dikarenakan sifatnya yang tidak stabil terhadap temperatur. Penggunaan *heat stabilizer* dan *co-heat stabilizer* sangat intensif dalam pemrosesan PVC, sehingga kendala sifat PVC yang tidak stabil secara termal dapat teratasi. Pencampuran *hot melt mixing* tetap memegang dua prinsip dasar tujuan yang akan dicapai, yaitu hasil pencampuran yang distributif dan dispersif. *Dispersive mixing* sangat dipengaruhi oleh viskositas leahan polimer dan memperhatikan *stress parameter*, dan *distributive mixing* sangat dipengaruhi laju peregangan dan *interfacial area* yang terbentuk selama proses pencampuran. Parameter pencampuran berupa temperatur mempengaruhi nilai viskositas leahan polimer, dimana kenaikan temperatur akan menurunkan nilai viskositas polimer<sup>[21]</sup>.

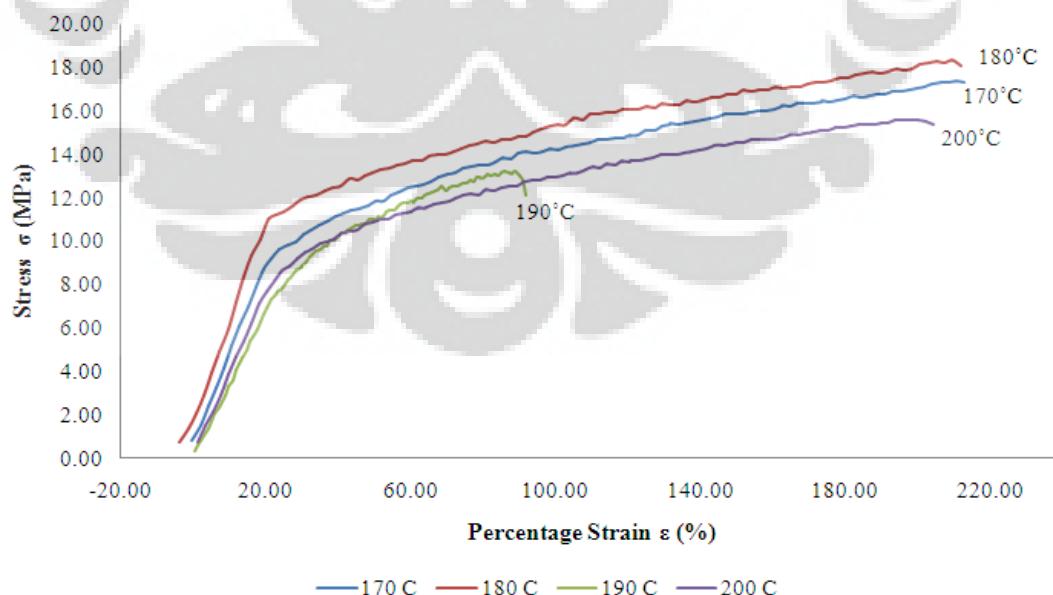


**Gambar 4.22.** Kurva hubungan *shear stress-strain rate* terhadap temperatur<sup>[27]</sup>

Pada Gambar 4.22 terlihat jelas bahwa seiring kenaikan temperatur, maka nilai viskositas suatu material polimer akan menurun. Menjadi penting variabel temperatur dalam proses pencampuran *hot melt mixing* suatu polimer.

Salah satu parameter proses pencampuran adalah temperatur pencampuran, dimana temperatur pencampuran sangat menentukan kualitas hasil pencampuran. Semakin tinggi temperatur pencampuran, maka nilai viskositas polimer akan menurun, dan akan menyulitkan proses pencampuran *dispersive mixing*, namun disisi lain memudahkan proses *distributive mixing* dalam proses pencampuran lelehan polimer<sup>[19]</sup>.

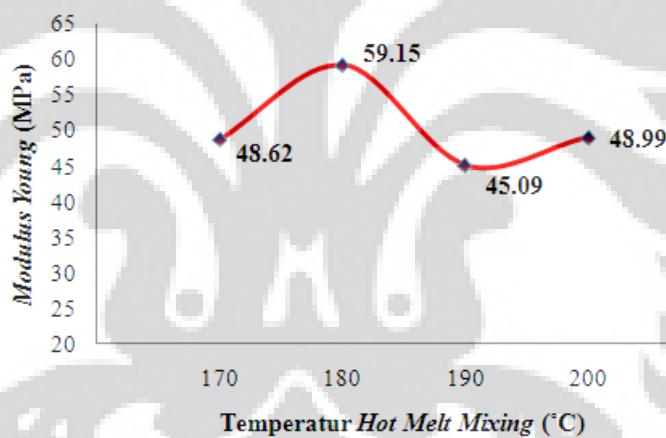
Evaluasi pengaruh suhu pencampuran dalam proses *hot melt mixing* dilakukan dengan melakukan uji tarik dengan mengacu standar ASTM D1708-06a. Hasil pengujian uji tarik berupa kurva tegangan-regangan tersaji pada gambar 4.23.



**Gambar 4.23.** Kurva tegangan-regangan *plasticized-PVC* terhadap variasi temperatur pencampuran *hot melt mixing*

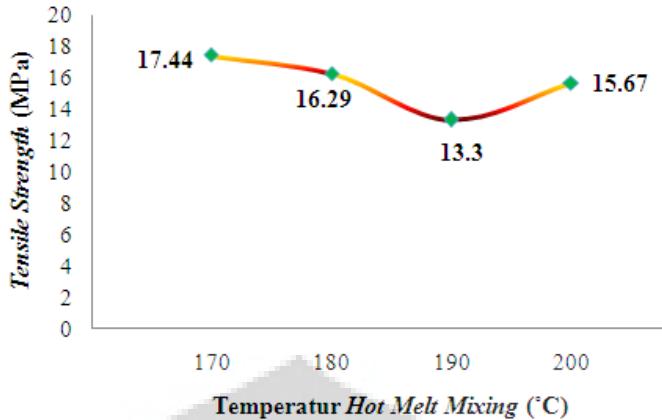
Pada Gambar 4.23, terlihat bahwa nilai modulus kekakuan pada daerah elastis-plastis meningkat dari temperatur pencampuran *hot melt mixing* 170°C dari nilai 48.62 MPa menjadi 59.15 MPa pada hasil pencampuran di suhu 180°C, namun mengalami penurunan seiring dengan kenaikan suhu menuju 190°C dan 200°C dengan nilai modulus kekakuan masing-masing sebesar 45.09 MPa dan 48.99 MPa.

Kenaikan nilai modulus kekakuan dari hasil pencampuran *hot melt mixing* di suhu 170°C menuju 180°C dikarenakan pada suhu 180°C telah tercapai proses *distributive mixing* yang optimal, dimana *filler CaCO<sub>3</sub>* telah terdistribusi secara homogen, karena viskositas matriks PVC berada dalam kondisi optimum dan memungkinkan terjadinya *break-up thread liquid* dari matriks PVC untuk membentuk *interfacial area* yang lebih tinggi, sehingga seiring dengan penambahan *strain rate* yang diberikan dari kecepatan *screw* alat rheomix, *filler CaCO<sub>3</sub>* akan menempati seluruh bagian dari matriks PVC secara homogen.



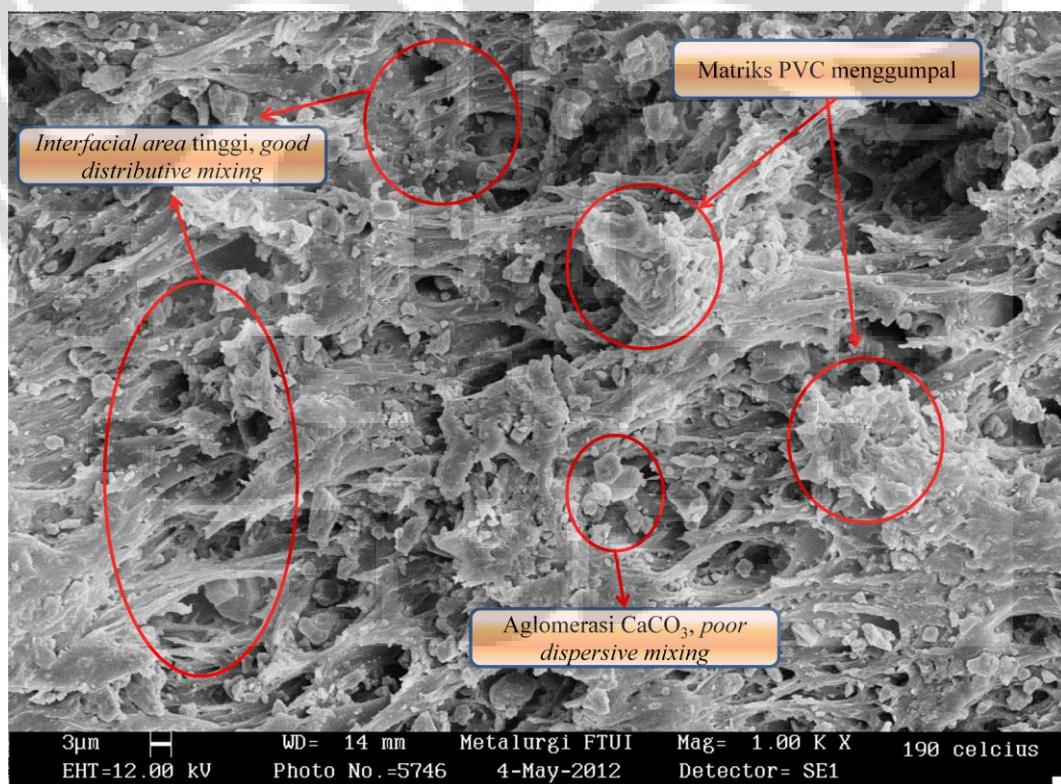
**Gambar 4.24.** Grafik nilai modulus young plasticized-PVC terhadap variasi suhu pencampuran *hot melt mixing*

Pada Gambar 4.24 terlihat bahwa nilai modulus kekakuan berada pada nilai optimal di suhu pencampuran *hot melt mixing* 180°C, karena nilai viskositas lelehan matriks PVC berada dalam keadaan optimum untuk melakukan proses *break-up thread liquid*, sehingga *filler CaCO<sub>3</sub>* mampu didistribusikan secara homogen dalam matriks PVC. Nilai *interfacial area* dari matriks PVC pada suhu 180°C mencapai nilai maksimum, sehingga nilai modulus kekakuan mencapai nilai tertinggi pada kondisi suhu pencampuran 180°C.



**Gambar 4.25.** Grafik nilai *tensile strength plasticized-PVC* terhadap variasi suhu pencampuran *hot melt mixing*

Pada Gambar 4.25 nilai *tensile strength plasticized-PVC* pada pencampuran *hot melt mixing* di suhu 190°C memiliki nilai terendah karena hasil pencampuran menunjukkan terjadinya aglomerasi *filler CaCO<sub>3</sub>* sehingga terjadi konsentrasi pembebanan yang tidak seragam pada *filler CaCO<sub>3</sub>* yang tersebar dalam matriks PVC, terlihat dalam Gambar 4.26.



**Gambar 4.26.** Mikrografi SEM hasil pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC* pada suhu 190°C (perbesaran 1000x)

Pada Gambar 4.26 terlihat jelas bahwa aliran polimer akibat proses pencampuran *hot melt mixing* pada suhu 190°C memberikan hasil aliran polimer

yang lebih acak dibandingkan dengan Gambar 4.20, dimana suhu pencampuran *hot melt mixing* dilakukan pada suhu 180°C. Terdapat aglomerat *filler* CaCO<sub>3</sub> pada Gambar 4.26, yang menandakan deaglomerasi *filler* CaCO<sub>3</sub> pada proses pencampuran *hot melt mixing* di suhu 190°C tidak optimal, karena proses aglomerasi membutuhkan nilai viskositas leahan polimer yang agak kental (viskositas leahan PVC di suhu 190°C lebih rendah dibandingkan dengan viskositas leahan PVC di suhu 180°C) dan menyebabkan penurunan nilai modulus kekakuan , namun hasil *distributive mixing* pada suhu 190°C lebih baik dibandingkan dengan hasil pencampuran *hot melt mixing* seperti yang terlihat pada Gambar 4.21, sehingga distribusi *plasticizer* DOP lebih baik, dan juga sekaligus menyebabkan penurunan nilai modulus kekakuan. Ringkasan nilai mekanik *plasticized-PVC* terhadap variasi suhu pencampuran *hot melt mixing* :

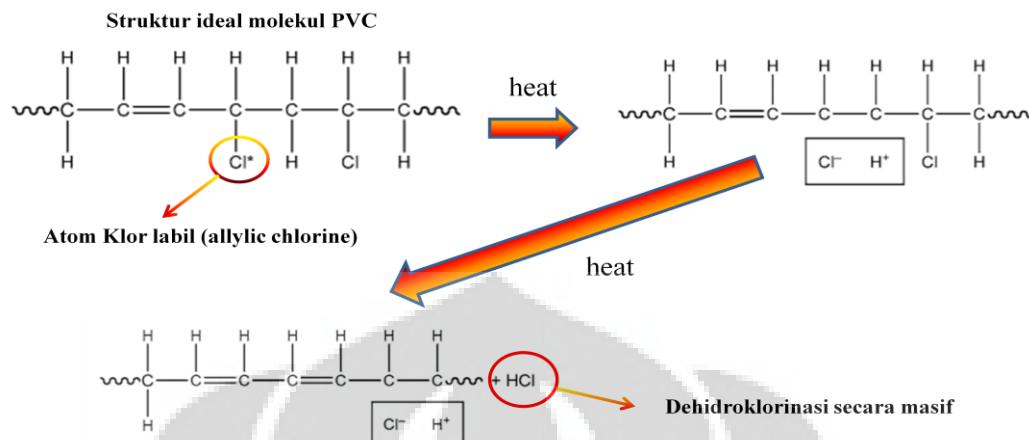
**Tabel 4.3.** Nilai mekanik *plasticized-PVC* terhadap variasi suhu pencampuran

Variabel	<i>Modulus Young (MPa)</i>				<i>Tensile Strength (MPa)</i>			
	<b>170°C</b>	<b>180°C</b>	<b>190°C</b>	<b>200°C</b>	<b>170°C</b>	<b>180°C</b>	<b>190°C</b>	<b>200°C</b>
Nilai	48.62	59.15	45.09	48.99	17.44	16.29	13.3	15.67

Terjadinya penggumpalan matriks PVC bisa diartikan sebagai proses inisiasi degradasi rantai molekul PVC yang mulai terikat dengan molekul ESBO.

Peningkatan suhu pencampuran dari 180°C menuju 190°C menyebabkan penurunan nilai modulus kekakuan, dan kemudian nilai modulus kekakuan meningkat lagi seiring dengan kenaikan suhu pencampuran *hot melt mixing* di suhu 200°C. Penyebab penurunan nilai modulus kekakuan dari nilai 59.15 MPa di suhu 180°C menjadi 45.09 MPa di suhu 190°C, dikarenakan adanya mekanisme degradasi (dehidroklorinasi) secara masif.

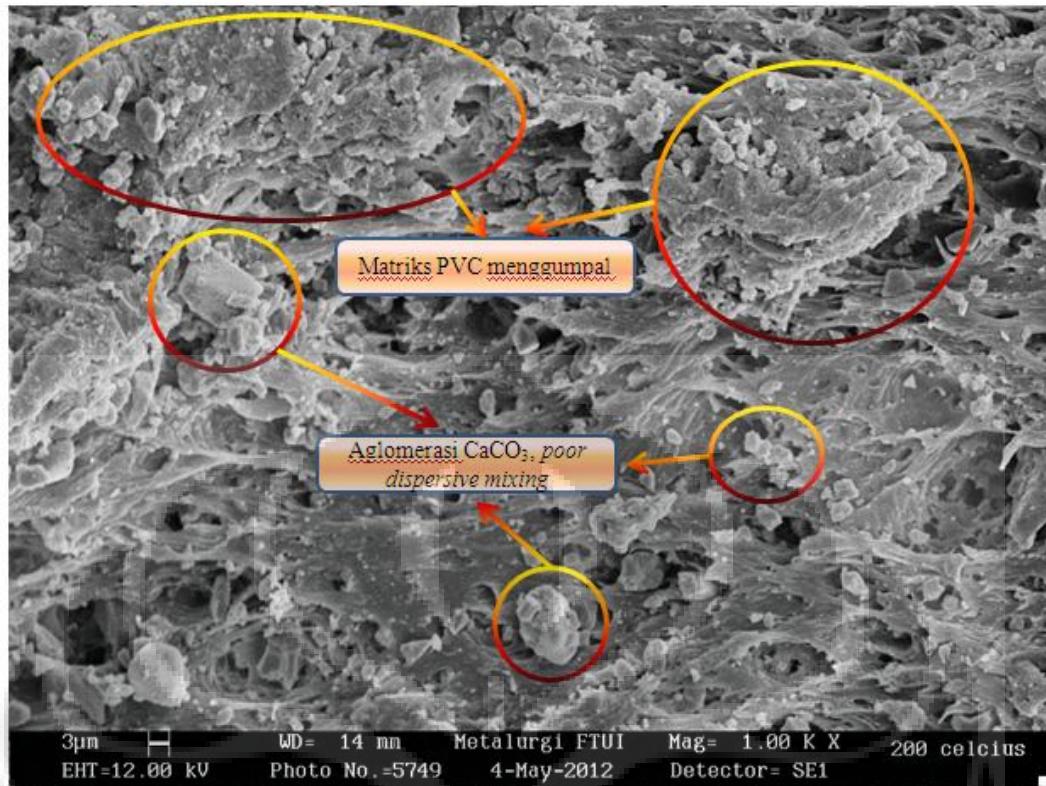
### Sebelum diberikan panas



**Gambar 4.27.** Skematik degradasi rantai molekul PVC akibat efek pemanasan (dehidroklorinasi)<sup>[1]</sup>

Pada Gambar 4.27 dapat terlihat proses dehidroklorinasi yang berakibat pada pengurangan berat rantai molekul, dan mengurangi gaya friksi antar molekul, sehingga rantai molekul PVC menjadi lebih *mobile*, ditambah lagi dengan adanya efek *plasticizer* yang berada dalam ruang *free volume*, sehingga bersinergi dalam menurunkan ikatan antar molekul PVC dan meningkatkan mobilitas rantai molekul PVC.

Peningkatan nilai modulus kekakuan dari suhu pencampuran 190°C sebesar 45.09 MPa menjadi 48.99 MPa pada suhu pencampuran 200°C, diakibatkan adanya interaksi *cross linking* antara rantai molekul PVC dengan *co-heat stabilizer epoxidized soya bean oil* (ESBO) selain itu, pada suhu 200°C terjadi pembentukan cincin benzena yang diinisiasi oleh atom Cl tertier, sehingga adanya cincin benzena mengurangi mobilisasi rantai molekul polimer PVC selama proses pembebasan uniaxial.

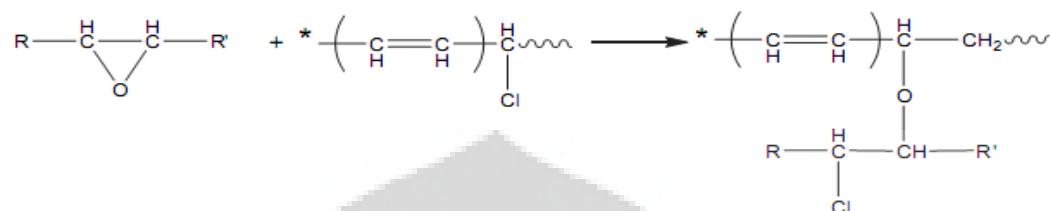


**Gambar 4.28.** Mikrografi SEM hasil pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC* pada suhu 200°C (perbesaran 1000x)

Pada Gambar 4.28 terlihat bahwa semakin banyak terjadi deaglomerasi *filler* CaCO<sub>3</sub>, namun tidak serta merta menurunkan nilai modulus kekakuan, karena pada hasil pengamatan SEM hasil pencampuran *hot melt mixing* pada suhu 200°C terlihat bahwa penggumpalan matriks akibat interaksi molekul PVC dengan ESBO semakin jenuh, dan menyebabkan menyulitkan mobilisasi rantai molekul PVC, sehingga dibutuhkan energi lebih untuk mendeformasi rantai molekul PVC hasil pencampuran *hot melt mixing* di suhu 200°C dibandingkan dengan hasil pencampuran di suhu 190°C, sehingga nilai modulus kekakuan meningkat dari 45.09 MPa pada suhu 190°C menjadi 48.99 MPa pada suhu 200°C.

#### 4.3. Analisa Pengaruh *epoxidized soya bean oil* (ESBO) terhadap sifat mekanik *plasticized-PVC*

Kemungkinan reaksi antara molekul ESBO dengan rantai molekul PVC disajikan dalam Gambar 4.29.

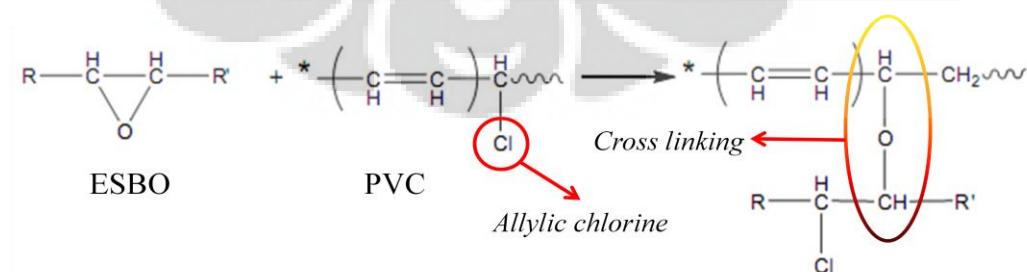


**Gambar 4.29.** Idealisasi reaksi antara ESBO dengan atom klorin yang labil dalam molekul PVC<sup>[15]</sup>

Untuk mengevaluasi pembentukan ikatan *cross linking* antara rantai molekul PVC dengan *co-heat stabilizer* ESBO seperti terlihat pada Gambar 4.29, dilakukan pengamatan dengan menggunakan *Fourier Transform-Infra Red* (FTIR) dengan bantuan perangkat PerkinElmer FTIR Analysis di laboratorium polimer lantai 3 Departemen Metalurgi dan Material FTUI, dimana diamati frekuensi vibrasi gugus fungsi, sehingga didapat nilai pengamatan berupa *wavenumber* gugus fungsi yang terdapat dalam sampel *plasticized-PVC* yang mengalami proses pencampuran *hot melt mixing* pada temperatur 200°C.

Proses pengamatan melalui FTIR untuk mendeteksi ikatan *cross linking* yang terbentuk akibat interaksi antara *co-heat stabilizer* ESBO dengan rantai molekul PVC sekaligus merupakan cara untuk mengevaluasi performa *co-heat stabilizer* ESBO dalam menstabilkan molekul PVC dalam temperatur pemrosesan yang relatif tinggi (180°C < T < 200°C).

##### Ikatan *cross-linking* yang terbentuk akibat interaksi ESBO dengan molekul PVC

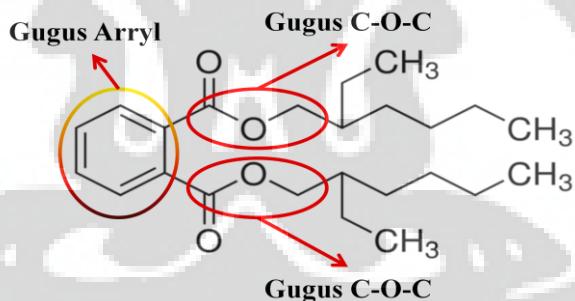


**Gambar. 4.30.** Idealisasi reaksi *cross-linking* antara molekul PVC dengan ESBO<sup>[15]</sup>

Berdasarkan Gambar 4.30 terlihat bahwa untuk mengevaluasi performa ESBO dalam menstabilkan atom Klor yang labil, nilai vibrasi gugus C-O-C yang terbentuk pada pengujian nilai vibrasi molekul dengan metode FTIR dapat terukur.

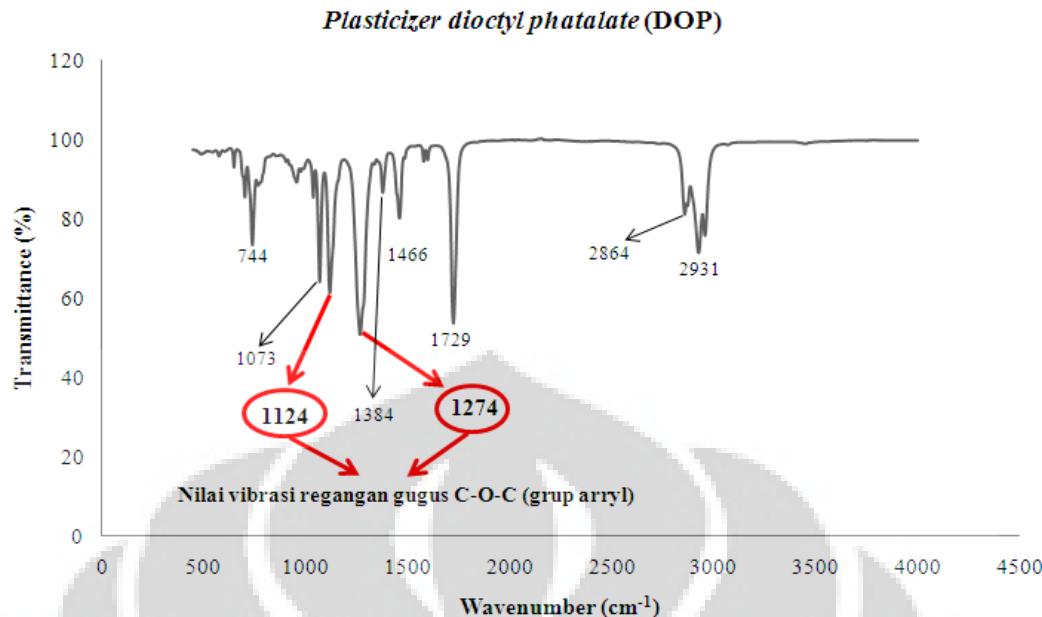
Berdasarkan posisi frekuensi dan intensitas gugus C-O-C (eter sederhana), nilai frekuensi gugus C-O-C terletak pada nilai  $1100\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan hasil pembacaan vibrasi regangan anti-simetris gugus C-O-C<sub>vas</sub>(COC) dan memiliki rentang nilai frekuensi yang lebar, sedangkan nilai vibrasi regangan simetris gugus C-O-C sangat lemah<sup>[24]</sup>.

Perlu diingat karena rentang nilai *wavenumber* dari C-O-C lebar dari  $1100 - 1300\text{ cm}^{-1}$ , maka ada dua klasifikasi jenis gugus C-O-C yang teridentifikasi berdasarkan pengamatan FTIR, yaitu gugus regangan C-O-C (dialkil) dengan rentang nilai *wavenumber*  $1100 - 1300\text{ cm}^{-1}$  dan gugus regangan C-O-C (diaril) dengan nilai *wavenumber*  $1250\text{ cm}^{-1}$  dan  $1120\text{ cm}^{-1}$ , karena pada rantai molekul *plasticizer di-octyl phthalate* memiliki gugus regangan C-O-C (diaril), maka nilai yang terbaca pada pengamatan FTIR yang berada disekitar nilai 1250 dan  $1120\text{ cm}^{-1}$  adalah gugus regangan C-O-C milik *plasticizer*, bukan hasil interaksi antara ESBO dan molekul PVC<sup>[24]</sup>.



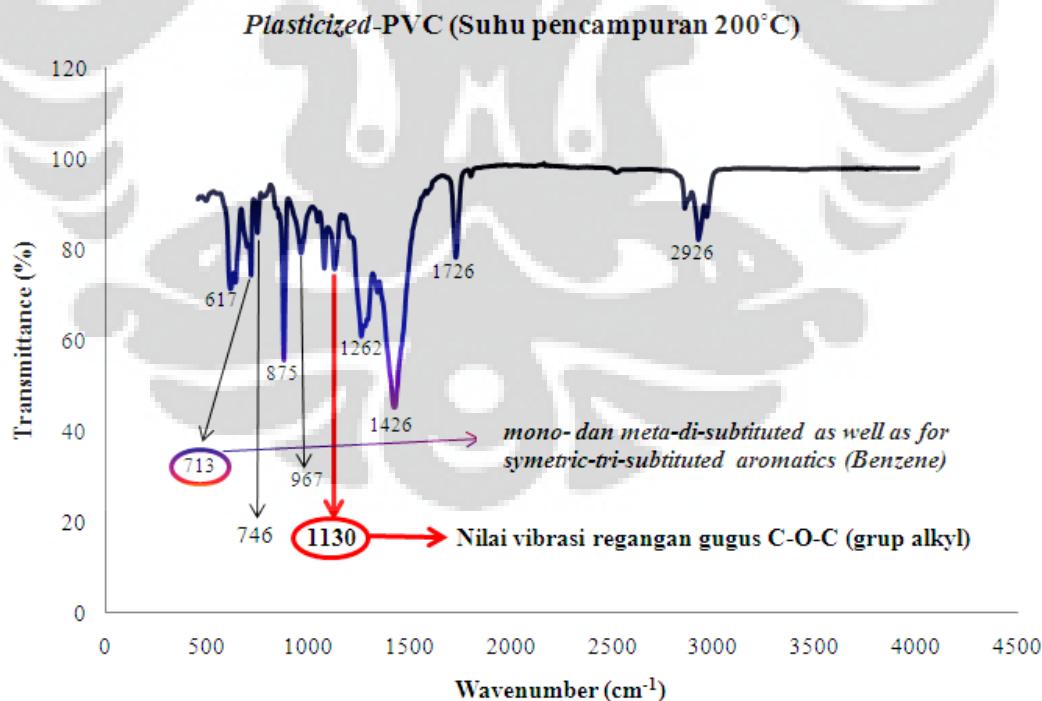
**Gambar 4.31** Struktur molekul *plasticizer di-octyl phthalate* (DOP)<sup>[2]</sup>

Pada Gambar 4.31 diketahui bahwa DOP memiliki gugus C-O-C, namun nilai frekuensi vibrasi dari gugus C-O-C yang terdapat pada molekul DOP berbeda nilainya dengan nilai frekuensi vibrasi gugus C-O-C hasil interaksi ikatan ESBO dengan molekul PVC yang memiliki atom Klor yang labil.



**Gambar 4.32** Kurva transmisi-wavenumber DOP berdasarkan hasil uji FTIR

Gambar 4.32 sangat jelas menerangkan bahwa munculnya 2 buah puncak dari hasil pengujian FTIR sampel DOP dengan nilai  $1124 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1274 \text{ cm}^{-1}$  merupakan identitas dari frekuensi vibrasi regangan gugus C-O-C (grup aril) dari molekul DOP.

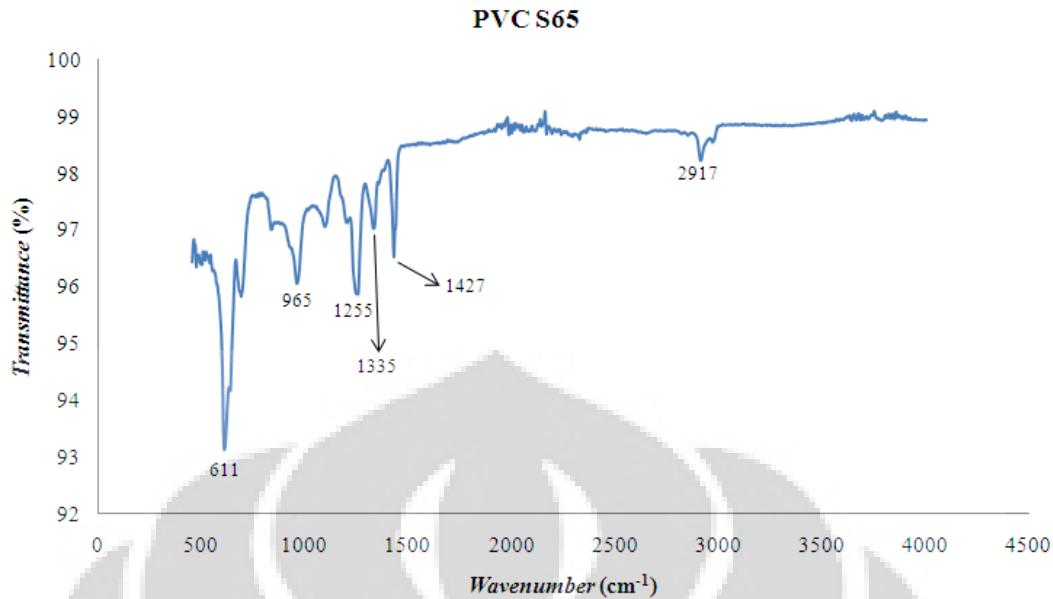


**Gambar 4.33** Kurva transmisi-wavenumber plasticized-PVC (suhu pencampuran *hot melt mixing*  $200^\circ\text{C}$ ) berdasarkan hasil uji FTIR

Hasil uji FTIR yang terlihat pada Gambar 4.33 terlihat puncak transmisi dengan nilai frekuensi vibrasi sebesar  $1130\text{ cm}^{-1}$  pada sampel *plasticized-PVC* yang mengalami proses pencampuran *hot melt mixing* di suhu  $200^\circ\text{C}$ . Besar nilai frekuensi vibrasi sebesar  $1130\text{ cm}^{-1}$  merupakan nilai khas dari frekuensi vibrasi regangan gugus C-O-C (grup alkil) yang berasal dari ikatan *cross-linking* yang terbentuk antara molekul *co-heat stabilizer* ESBO dengan molekul PVC. Jelas bahwa ESBO bereaksi dengan molekul PVC membentuk ikatan jaring silang (*cross linking*) yang menyebabkan nilai modulus kekakuan *plasticized-PVC* hasil pencampuran *hot melt mixing* di suhu  $200^\circ\text{C}$  meningkat menjadi 48.99 MPa dari yang sebelumnya 45.09 MPa dari hasil pencampuran *hot melt mixing* di suhu  $190^\circ\text{C}$ , dan data hasil uji FTIR menunjukkan bahwa performa *co-heat stabilizer* ESBO dalam menstabilkan molekul PVC dalam temperatur tinggi terbukti dengan ditemuinya nilai frekuensi vibrasi sebesar  $1130\text{ cm}^{-1}$  pada sampel *plasticized-PVC* yang mengalami proses pencampuran *hot melt mixing* di suhu  $200^\circ\text{C}$ .

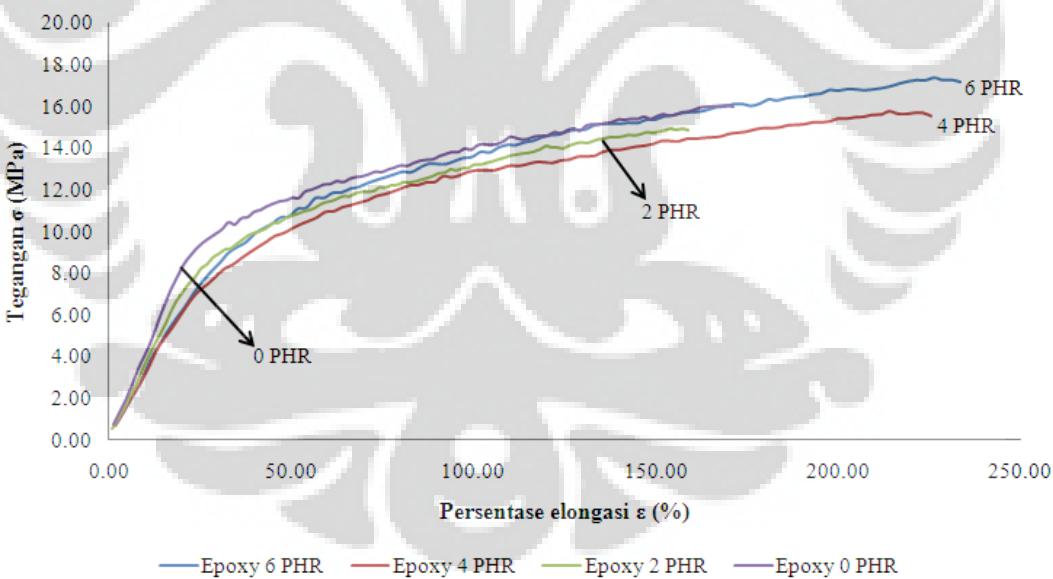
Nilai *wavenumber*  $713\text{ cm}^{-1}$  yang terdeteksi pada pengujian FTIR pada sampel *plasticized PVC* menunjukkan bahwa terdapat gugus fungsi berupa cincin benzena, dengan kemungkinan bentuk geometri cincin *mono-* dan *meta-di-substituted*, karena nilai vibrasi sebesar  $713\text{ cm}^{-1}$  adalah nilai yang khas, dan diperkuat bahwa kemunculan nilai frekuensi vibrasi sebesar  $713\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas yang tinggi (sekitar 75%) berdasarkan pengujian FTIR yang dilakukan, semakin meyakinkan bahwa dalam sampel *plasticized PVC* yang telah mengalami proses pencampuran *hot melt mixing* di suhu  $200^\circ\text{C}$  mengalami degradasi termal ditandai dengan pembentukan cincin benzena yang diinisiasi oleh atom Klor tertier.

Sebagai pembanding berikut tampilan hasil uji FTIR dari PVC hasil polimerisasi teknik suspensi yang belum ditambahkan aditif, seperti terlihat pada Gambar 4.34.



**Gambar 4.34** Grafik pembacaan *wavenumber* gugus fungsional yang ada pada PVC suspensi

Selain menstabilkan *plasticized-PVC* selama pencampuran *hot melt mixing*, *co-heat stabilizer* ESBO pun memiliki pengaruh terhadap sifat mekanik *plasticized-PVC*.

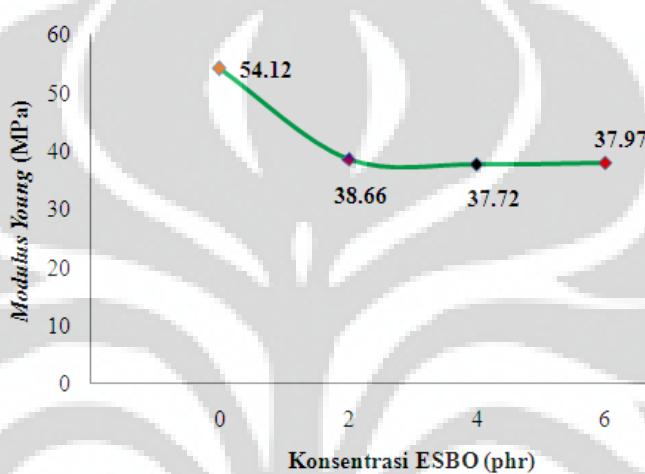


**Gambar 4.35** Kurva tegangan-regangan uji tarik pengaruh konsentrasi *epoxidized soya bean oil* terhadap sifat mekanik *plasticized-PVC*

Hasil uji tarik *plasticized-PVC* dengan variasi konsentrasi dalam formulasi ESBO dalam *plasticized-PVC* seperti pada Gambar 4.35 menunjukkan bahwa penambahan ESBO menurunkan nilai modulus kekakuan *plasticized-PVC*. Nilai modulus kekakuan *plasticized-PVC* dengan 0 phr ESBO, 2 phr ESBO, 4 phr

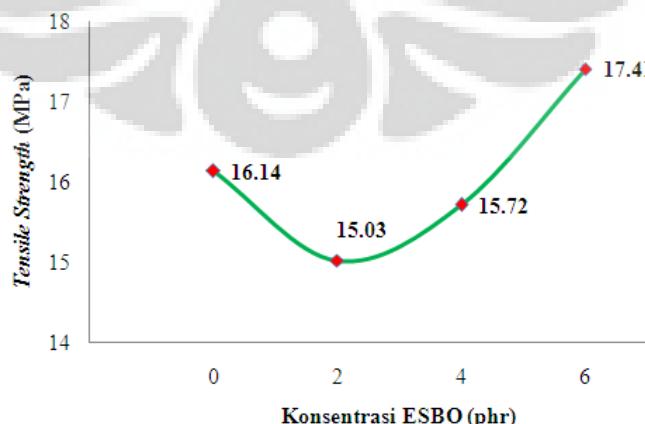
ESBO dan 6 phr ESBO menunjukkan nilai secara berturut-turut sebesar 54.12 MPa, 38.66 MPa, 37.72 MPa dan 37.97 MPa. Terjadi penurunan nilai modulus kekakuan seiring penambahan ESBO dari 0 phr hingga 4 phr, namun tidak begitu mempengaruhi nilai modulus kekakuan *plasticized-PVC* setelah penambahan 6 phr ESBO.

Hasil ini menunjukkan ESBO bertindak sebagai *secondary plasticizer* dalam *plasticized-PVC*. Penambahan 1 – 5 phr ESBO sebagai *secondary plasticizer* umum dilakukan dalam memproduksi *plasticized-PVC*<sup>[22]</sup>.



**Gambar 4.36** Grafik nilai *modulus young* *plasticized-PVC* terhadap konsentrasi ESBO

Pengaruh penambahan ESBO dalam formulasi pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC* seperti terlihat pada gambar 4.36 menunjukkan bahwa penambahan ESBO dari 0 hingga 4 phr menurunkan nilai modulus kekakuan *plasticized-PVC*, sehingga dapat dikatakan bahwa ESBO bertindak sebagai *secondary plasticizer* dalam matriks PVC.



**Gambar 4.37** Grafik nilai *tensile strength* *plasticized-PVC* terhadap konsentrasi ESBO

Nilai *tensile strength plasticized-PVC* menurun seiring penambahan ESBO dari 0 phr sampai 2 phr, namun kemudian nilai *tensile strength* meningkat seiring penambahan ESBO hingga 4 dan 6 phr terlihat seperti pada gambar 4.37. Hal ini terjadi, selain sebagai *secondary plasticizer*, ESBO juga bertindak sebagai *secondary stabilizer* dengan membentuk ikatan jaring silang (*cross linking*) dengan molekul PVC, sehingga dibutuhkan energi lebih untuk mendeformasi rantai molekul PVC yang telah terhubung silang dengan ESBO pada daerah plastis, dan menyebabkan kenaikan nilai *tensile strength* dari *plasticized-PVC* yang mengandung ESBO dengan konsentrasi 4 dan 6 phr.

Ringkasan sifat mekanik *plasticized-PVC* terhadap penambahan konsentrasi ESBO dalam formulasi *plasticized-PVC* :

**Tabel 4.4.** Nilai mekanik *plasticized-PVC* terhadap konsentrasi ESBO

<b>Variabel</b>	<i>Modulus Young (MPa)</i>				<i>Tensile Strength (MPa)</i>			
	<b>0 PHR</b>	<b>2 PHR</b>	<b>4 PHR</b>	<b>6 PHR</b>	<b>0 PHR</b>	<b>2 PHR</b>	<b>4 PHR</b>	<b>6 PHR</b>
Nilai	54.12	38.66	37.72	37.97	16.14	15.03	15.72	17.41

Menjadi hal yang menarik bahwa *epoxidized soya bean oil* tidak hanya bertindak sebagai *secondary stabilizer*, namun juga bertindak sebagai *secondary plasticizer* dalam formulasi *plasticized-PVC*.

## **BAB 5**

### **PENUTUP**

#### **5.1. Kesimpulan**

Berdasarkan data hasil pengujian dan analisa yang telah dilakukan dapat ditarik beberapa kesimpulan, diantaranya :

1. Peningkatan penambahan *filler CaCO<sub>3</sub>* 1200 terhadap formulasi *plasticized-PVC* dari 0 sampai 60 phr menyebabkan peningkatan sifat mekanik yaitu peningkatan nilai modulus kekakuan (*modulus young*) dari 37.09 MPa menjadi 67.02 MPa, namun menurunkan nilai kekuatan tarik (*tensile strength*) dari 18.34 MPa menjadi 14.74 MPa.
2. Peningkatan penambahan *filler CaCO<sub>3</sub>* 4000 terhadap formulasi *plasticized-PVC* dari 0 sampai 90 phr menyebabkan peningkatan sifat mekanik yaitu peningkatan nilai modulus kekakuan dari 41.87 MPa menjadi 70.84 MPa, namun menurunkan nilai kekuatan tarik dari 19.23 MPa menjadi 13.26 MPa.
3. Penambahan *co-stabilizer epoxidized soya bean oil* dari 0 sampai 6 phr kedalam formulasi *plasticized-PVC* menurunkan nilai modulus kekakuan *plasticized-PVC*, dari 54.12 MPa menjadi 37.72 MPa.
4. Peningkatan durasi/waktu proses pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC* dari 60 sekon hingga 420 sekon secara umum menurunkan nilai modulus kekakuan dan kekuatan tarik secara berurutan dari 51.08 MPa menjadi 39.7 MPa dan dari 17.1 MPa menjadi 16.97 MPa.
5. Peningkatan kecepatan proses pencampuran *hot melt mixing* dari 90 rpm menjadi 120 rpm secara umum menurunkan nilai modulus kekakuan dari 58.55 MPa menjadi 57.16, serta secara umum meningkatkan nilai kekuatan tarik dari 17.45 MPa menjadi 18.52 MPa.
6. Peningkatan suhu pencampuran *hot melt mixing plasticized-PVC* dari 170°C sampai 200°C secara umum menurunkan nilai modulus kekakuan dari 48.62 MPa menjadi 48.99 MPa, serta menurunkan kekuatan tarik dari 17.44 MPa menjadi 15.67 MPa.

## 5.2. Saran

Saran dan rekomendasi yang dapat dihimpun berdasarkan pengujian yang dilakukan, adalah sebagai berikut :

1. Proses *dry mixing* seluruh komposisi formulasi *plasticized-PVC* dalam alat pencampur kering sebelum dilakukan proses *hot melt mixing* harus optimal, usahakan aditif berbentuk cairan seperti *plasticizer*, ESBO dan Ba/Zn *primary stabilizer*, teraduk dalam komponen serbuk PVC secara merata dengan melakukan *dry mixing* selama 3 menit dan diinterupsi selang 1 menit sekali untuk memastikan hasil *dry mixing*.
2. Untuk menghasilkan nilai mekanik yang lebih tinggi dalam hal nilai modulus kekakuan dan kekuatan tarik, dapat digunakan PVC dengan *K-value* yang lebih tinggi semisal PVC dengan nilai *K-value* sebesar 67 atau 70.
3. Jika penggunaan ESBO hanya ditujukan untuk *co-heat stabilizer*, penambahan ESBO hingga 2 phr sudah mengakomodir kebutuhan perlindungan PVC selama pemrosesan agar terhindar dari degradasi.
4. Untuk mengevaluasi derajat distribusi dan dispersitas hasil pencampuran hot melt mixing dapat dilakukan dengan pengujian uji konduktifitas listrik terhadap sampel PVC.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Patrick S.G. 2005. *Practical Guide to PolyVinylChloride*. Rapra Technology Ltd. England.
2. Zweifel, Hans. 2001. *Plastics Additives Handbooks*. Hanser Publisher. Munich, Germany.
3. Fras, Isabelle. *Mechanical properties of plasticized poly (vinylchloride): effect of drawing and filler orientation*. Polymer.39 (1998) 4773-4783.
4. Wiebking, Henry. 1998. *Filler in PVC A Review of the basic*. Specialty Minerals Inc.
5. Yves, Gnanou dan Fontanille, Michel. 2008. *Organic and Physical Chemistry of Polymers*. John Wiley&Sons Inc.
6. Callister, William D.Jr. 2007. *Materials Science and Engineering An Introduction 7<sup>th</sup> edition*. John Wiley & Sons, Inc.
7. Shah, Vishu. 2007. *Handbook of Plastics Testing and Failure Analysis 3rd edition*. Wiley&Sons.
8. Sweeney, J dan Ward, I.M. 2004. *An Introduction to The Mechanical Properties of Solid Polymers 2<sup>nd</sup> edition*. John Wiley & Sons, Inc.
9. McNeill, Ian C et al. 1995. *A study of the products of PVC thermal degradation*. Polymer Degradation and Stability 49, 181-191.
10. Ferraria, A.M. *Comparison of Different photo-oxidation conditions of poly(vinyl chloride) for outdoor applications*. Polymer Testing. 27 (2008) 743-751.
11. Arelanno, Martin et al. *Effect of stearate preheating on thermal stability of plasticized PVC compounds*. Polymer Degradation and Stability. 91 (2006) 2715-2722.
12. Ito, Mikiya dan Nagai, Kazukiyo. *Analysis of Degradation Mechanism of plasticized PVC under artificial aging conditions*. Polymer Degradation and Stability. 92 (2007) 260-270.
13. Jakubowicz, Ignacy et al. *Effects of accelerated and natural ageing on plasticized polyvinylchloride (PVC)*. Polymer Degradation and Stability. 66 (1999) 415-421.

14. Szakacs, Tibor dan Ivan, Bela. *Epoxidation of Thermally degraded poly(vinyl chloride)*. Polymer Degradation and Stability. 85 (2004) 1035-1039.
15. Ankner K, et al. *Network Formation by epoxidised soybean oil in plastisol poly(vinyl chloride)*. Polymer Degradation and Stability 94 (2009) 1986-1990.
16. Berins, Michael L. 1991. *SPI Plastics Engineering Handbook*. Kluwer Academic Press. Society of the Plastics Industry, Inc.
17. Chauffoureaux, J.C. *Rheological Functions and Processing by Extrusion and Stretching of PVC Biaxially Oriented Sheets*. Pure & Applied Chemistry. 53 (1981) 521-531.
18. Tadmor, Zehev dan Gogos, Costas G. 2006. *Principles of Polymer Processing*. John Wiley&Sons Inc.
19. Chalid, Mochammad. 2011. *Diktat Kuliah Material Aditif*. Fakultas Tenik Universitas Indonesia.
20. Gotsis, Alexandros D. *Diktaat Polymerekunde II : Samengestelde Kunststoffen*. Faculteit der Scheikundige Technologie en der Materiaalkunde TU Delft.
21. Jana, Sadhan C dan Sau, Madhusudan. *Effects of viscosity ratio and composition on development of morphology in chaotic mixing in polymers*. Polymer. 45 (2004) 1665-1678.
22. Munir,Badrul. 2010. *Karakterisasi Material 1 SEM*. Teknik Metalurgi & Material Universitas Indonesia.
23. Nishikida, Koichi dan Coates, John. 2003. *Infrared and Raman Analysis of Polymers*. Marcel Dekker Inc.
24. Gunzler, Helmut dan Gremlich, Hans-Ulrich. 2002. *IR Spectroscopy An Introduction*. Wiley-VCH. Germany.
25. Harper, Charles. 2006. *Handbook of Plastics Technologies*. McGraw-Hill.
26. Zulfia, Anne. *Pengantar Material Komposit*. Slide Kuliah Material Komposit 2010 Teknik Metalurgi & Material FTUI.
27. Ram, Arie. 1997. *Fundamental of Polymer Engineering*. Plenum Press.

28. Dahl, R et al. *Thermally stability of poly(vinyl chloride) with epoxidized soybean oil as primary plasticizer*. Polymer degradation and Stability. 94 (2009) 2275- 2281.





## **LAMPIRAN**



Universitas Indonesia

Kampus Baru UI Depok 16424

Fakultas Teknik

Teknik Metalurgi dan Material

Nama : Rudiyansah

Nomor Pokok Mahasiswa (NPM) : 0806331973

LAMPIRAN 1

**Percobaan *Hot Mixing* PVC (Variasi Komposisi CaCO<sub>3</sub>, Waktu *Hot Mixing*, Suhu *Hot Mixing*, Kecepatan *Hot Mixing*, Komposisi )**

**A. Variasi Komposisi CaCO<sub>3</sub> 1200**

Percobaan	Bahan (phr)						
	DOP	CaCO <sub>3</sub> 1200	CaCO <sub>3</sub> 4000	PVC S65	Stabilizer Liquid	Stabilizer Powder	ESBO
1	28	0	30	100	2	2	2
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	40	30	100	2	2	2
4	28	60	30	100	2	2	2

Percobaan	Parameter Proses		
	Suhu Hot Mixing (°C)	Waktu Hot Mixing (s)	RPM
1	180	240	120
2	180	240	120
3	180	240	120
4	180	240	120

### B. Variasi Komposisi CaCO<sub>3</sub> 4000

Percobaan	Bahan (phr)						
	DOP	CaCO <sub>3</sub> 1200	CaCO <sub>3</sub> 4000	PVC S65	Stabilizer Liquid	Stabilizer Powder	ESBO
1	28	20	0	100	2	2	2
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	20	60	100	2	2	2
4	28	20	90	100	2	2	2

Percobaan	Parameter Proses		
	Suhu Hot Mixing (°C)	Waktu Hot Mixing (s)	RPM
1	180	240	120
2	180	240	120
3	180	240	120
4	180	240	120

### C. Variasi Waktu Hot Mixing

Percobaan	Bahan (phr)						
	DOP	CaCO <sub>3</sub> 1200	CaCO <sub>3</sub> 4000	PVC S65	Stabilizer Liquid	Stabilizer Powder	ESBO
1	28	20	30	100	2	2	2
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	20	30	100	2	2	2
4	28	20	30	100	2	2	2

Percobaan	Parameter Proses		
	Suhu Hot Mixing (°C)	Waktu Hot Mixing (s)	RPM
1	180	60	120
2	180	180	120
3	180	300	120
4	180	420	120

### D. Variasi Suhu Hot Mixing

Percobaan	Bahan (phr)						
	DOP	CaCO <sub>3</sub> 1200	CaCO <sub>3</sub> 4000	PVC S65	Stabilizer Liquid	Stabilizer Powder	ESBO
1	28	20	30	100	2	2	2
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	20	30	100	2	2	2
4	28	20	30	100	2	2	2

Percobaan	Parameter Proses		
	Suhu Hot Mixing (°C)	Waktu Hot Mixing (s)	RPM
1	170	240	120
2	180	240	120
3	190	240	120
4	200	240	120

#### E. Variasi Kecepatan Hot Mixing

Percobaan	Bahan (phr)						
	DOP	CaCO <sub>3</sub> 1200	CaCO <sub>3</sub> 4000	PVC S65	Stabilizer Liquid	Stabilizer Powder	ESBO
1	28	20	30	100	2	2	2
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	20	30	100	2	2	2
4	28	20	30	100	2	2	2

Percobaan	Parameter Proses		
	Suhu Hot Mixing (°C)	Waktu Hot Mixing (s)	RPM
1	180	240	90
2	180	240	100
3	180	240	110
4	180	240	120

#### F. Variasi Komposisi Epoxy

Percobaan	Bahan (phr)						
	DOP	CaCO <sub>3</sub> 1200	CaCO <sub>3</sub> 4000	PVC S65	Stabilizer Liquid	Stabilizer Powder	ESBO
1	28	20	30	100	2	2	0
2	28	20	30	100	2	2	2
3	28	20	30	100	2	2	4
4	28	20	30	100	2	2	6

Percobaan	Parameter Proses		
	Suhu Hot Mixing (°C)	Waktu Hot Mixing (s)	RPM
1	180	240	120
2	180	240	120
3	180	240	120
4	180	240	120

### Komposisi Sampel Pembanding ( Hasil Hot Mixing )

Percobaan	Bahan (phr)						
	PVC S65	DOP	CaCO <sub>3</sub> 1200	CaCO <sub>3</sub> 4000	Epoxy	Stabilizer Powder	Stabilizer Liquid
1	100	28	0	0	2	2	2
2	100	28	20	50	2	2	2

Percobaan	Parameter Proses		
	Suhu Hot Mixing (°C)	Waktu Hot Mixing (s)	RPM
1	180	240	120
2	180	240	120

## LAMPIRAN 2 : Foto Bahan Baku



Rabu/18 April 2012

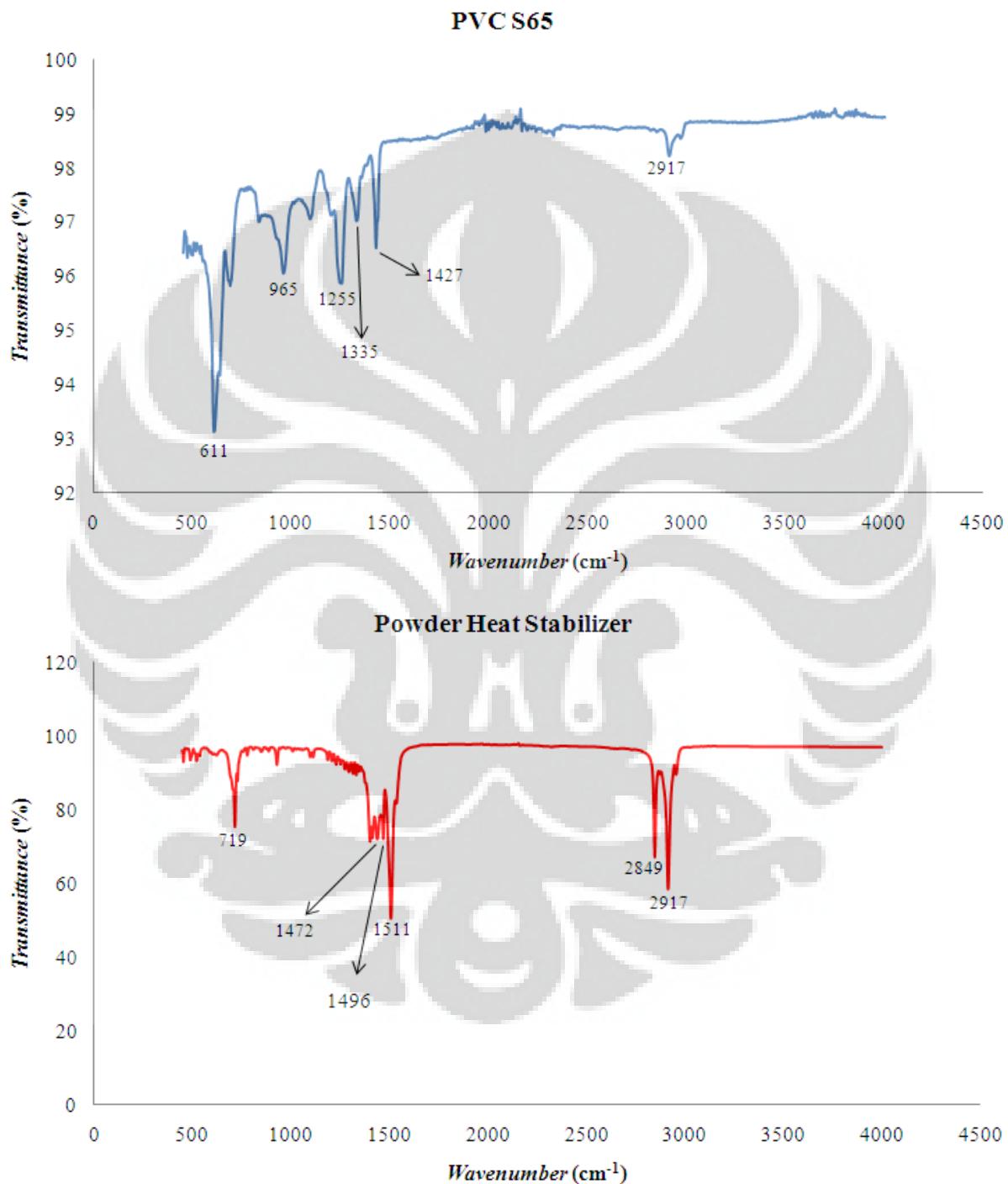
Operator : PhD. Nofrijon Sofyan

PerkinElmer FTIR Spectrometer Two

---

### LAMPIRAN 3

#### Hasil Pengujian FTIR

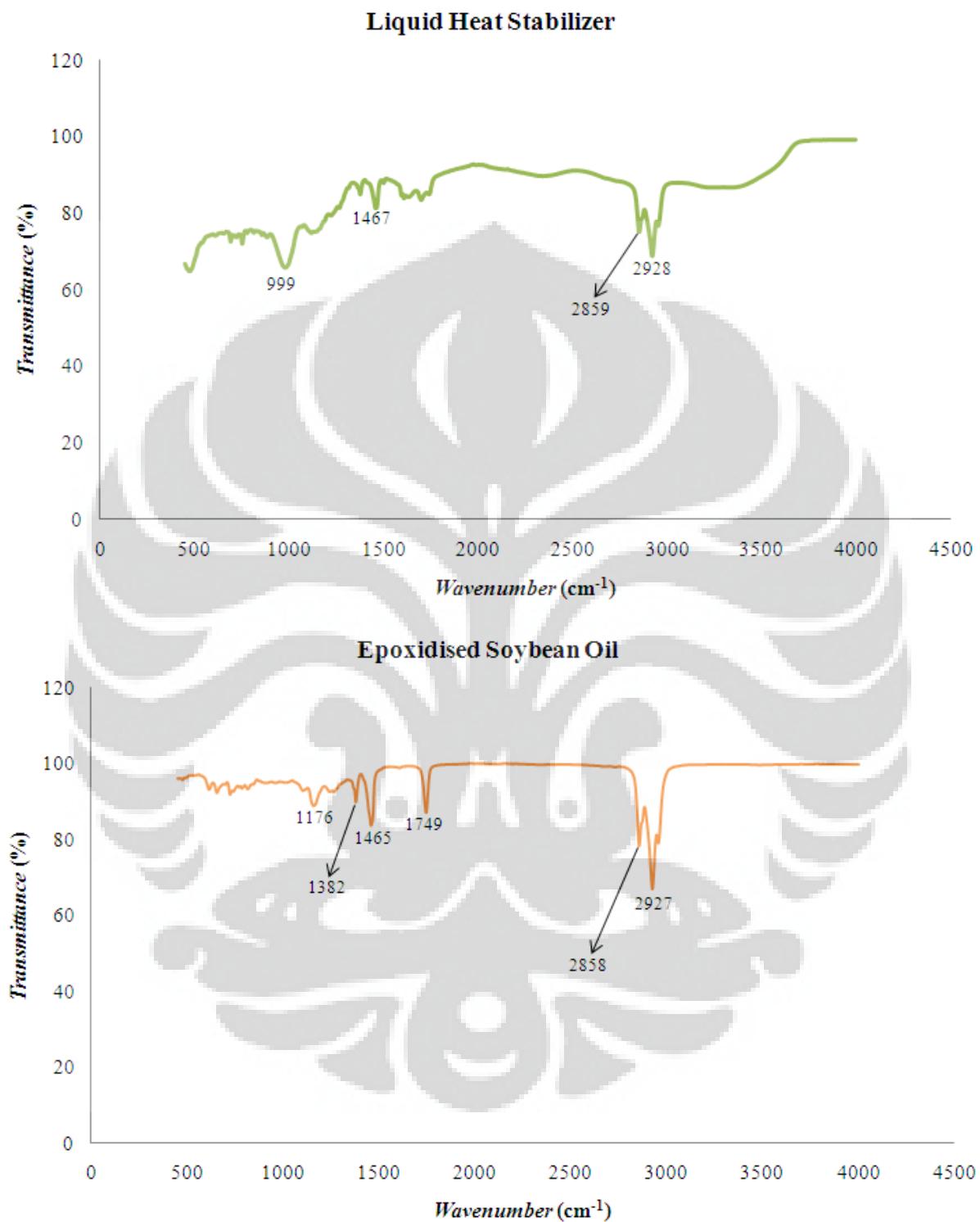


Rabu/18 April 2012

Operator : PhD. Nofrijon Sofyan

PerkinElmer FTIR Spectrometer Two

---

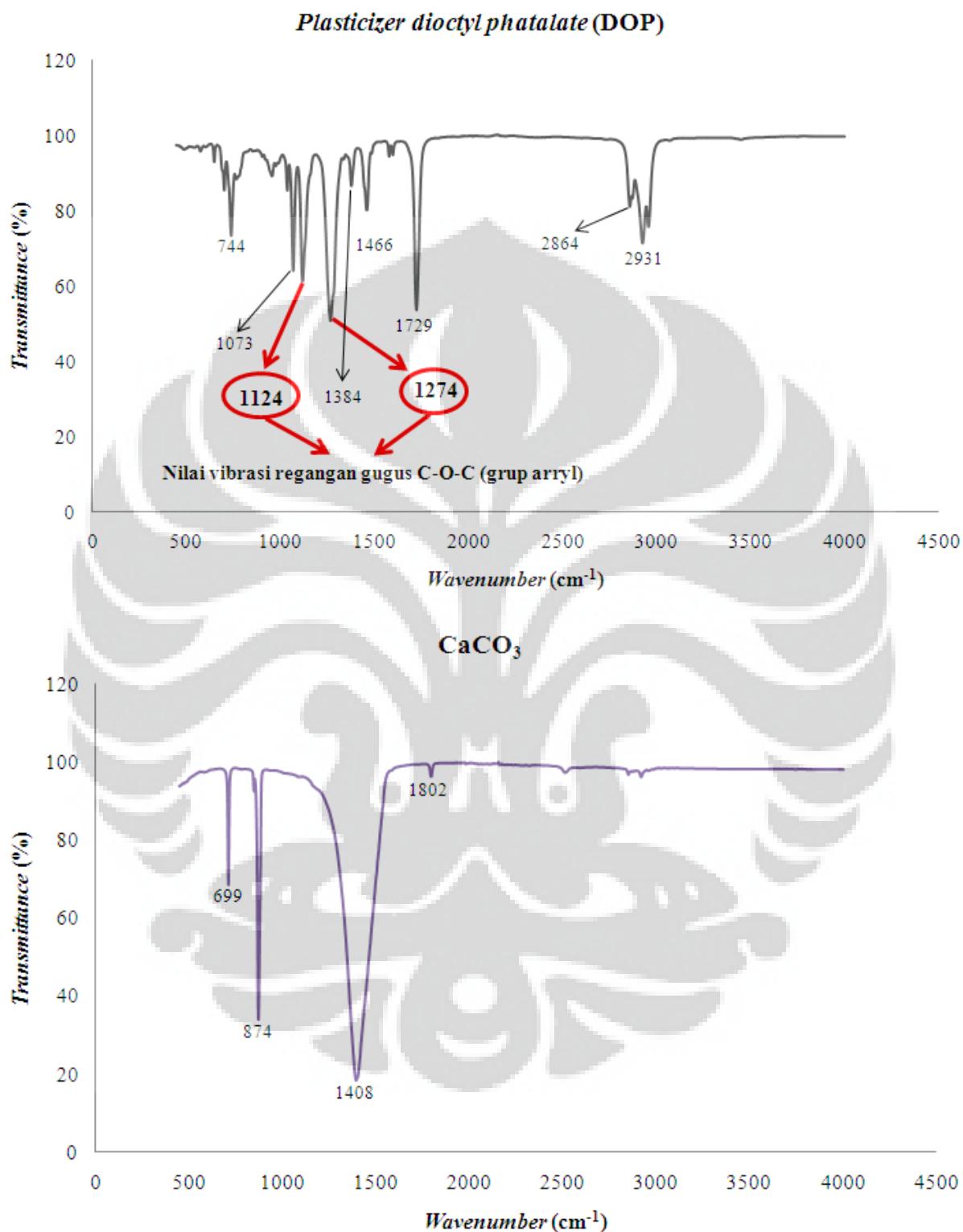


Rabu/18 April 2012

Operator : PhD. Nofrijon Sofyan

PerkinElmer FTIR Spectrometer Two

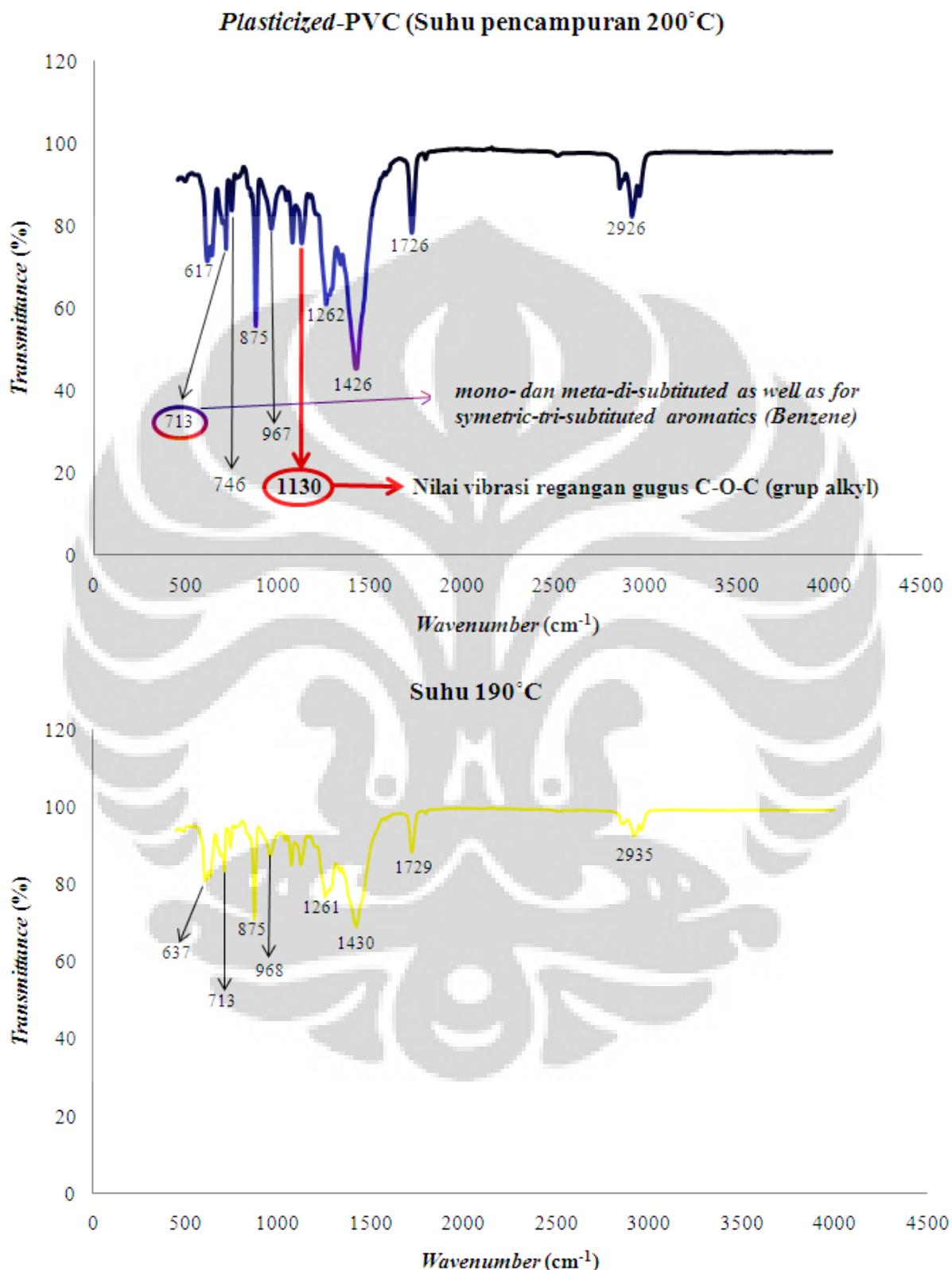
---



Rabu/18 April 2012

Operator : PhD. Nofrijon Sofyan

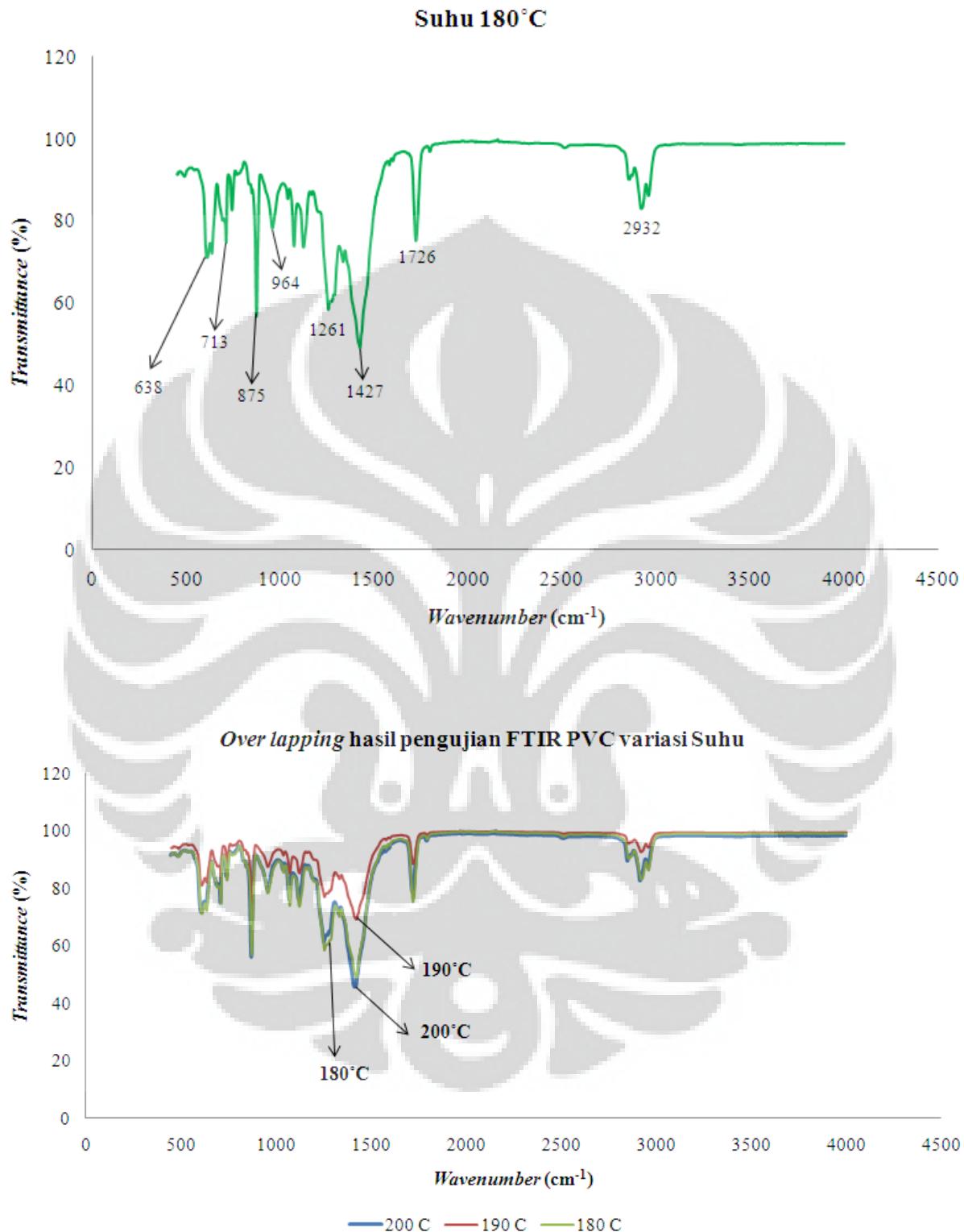
PerkinElmer FTIR Spectrometer Two



Rabu/18 April 2012

Operator : PhD. Nofrijon Sofyan

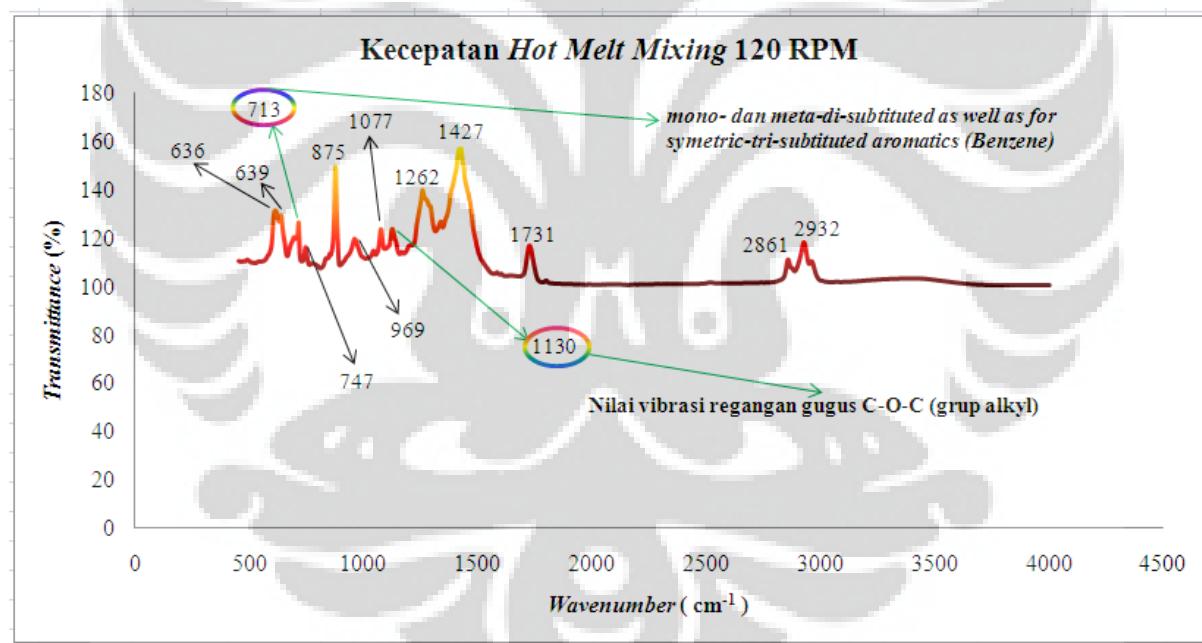
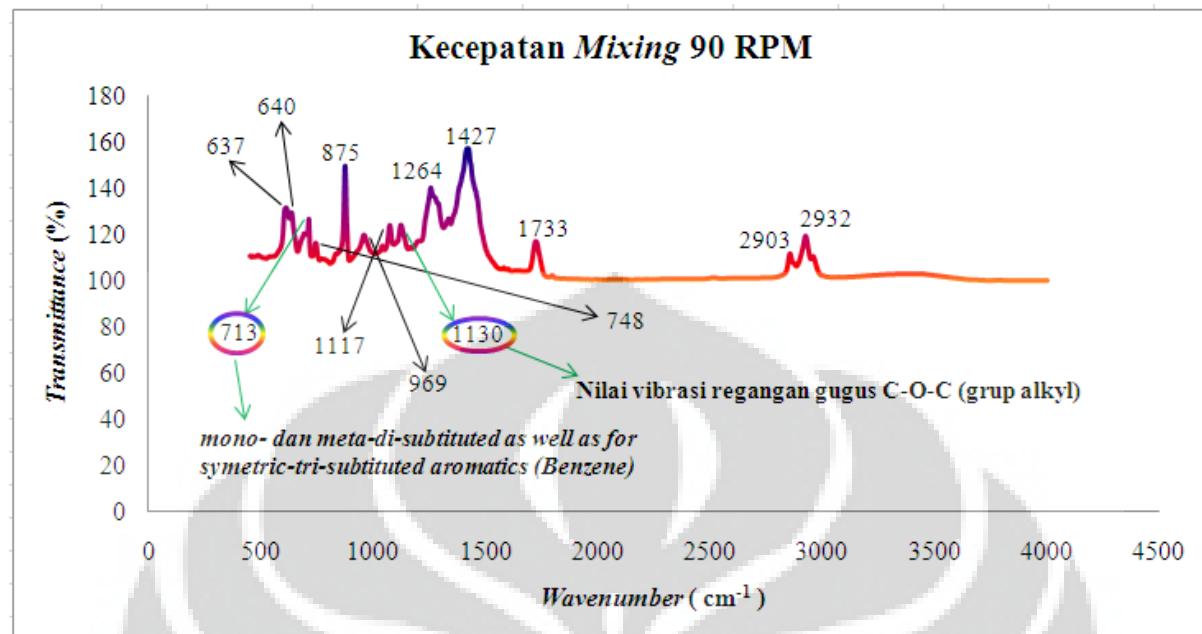
PerkinElmer FTIR Spectrometer Two



Rabu/18 April 2012

Operator : PhD. Nofrijon Sofyan

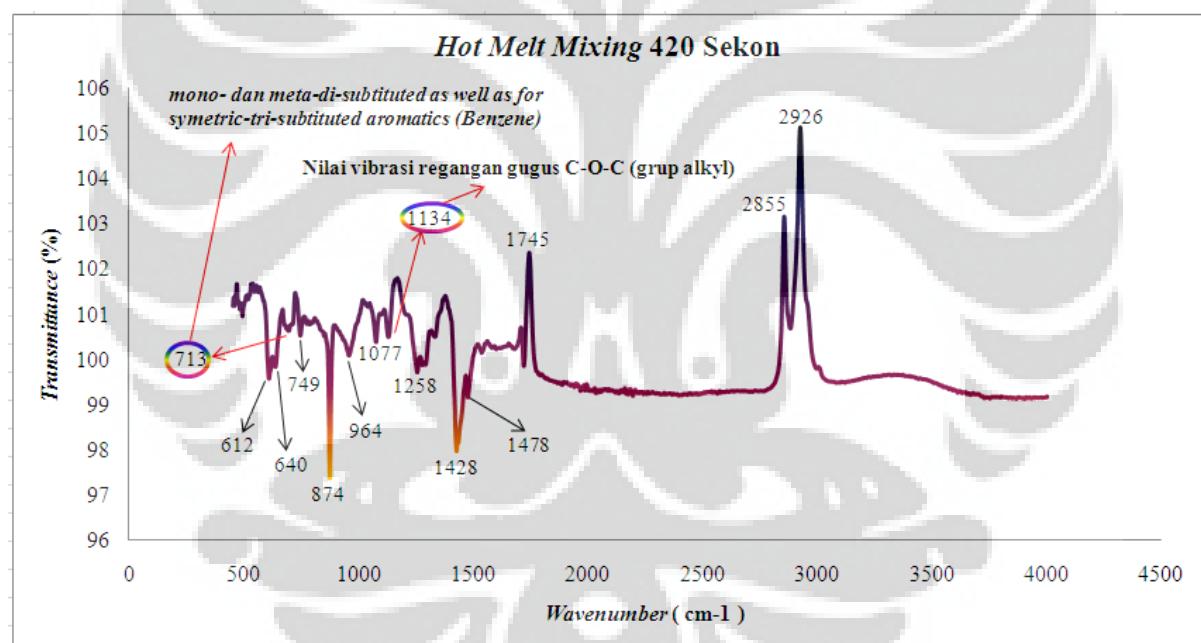
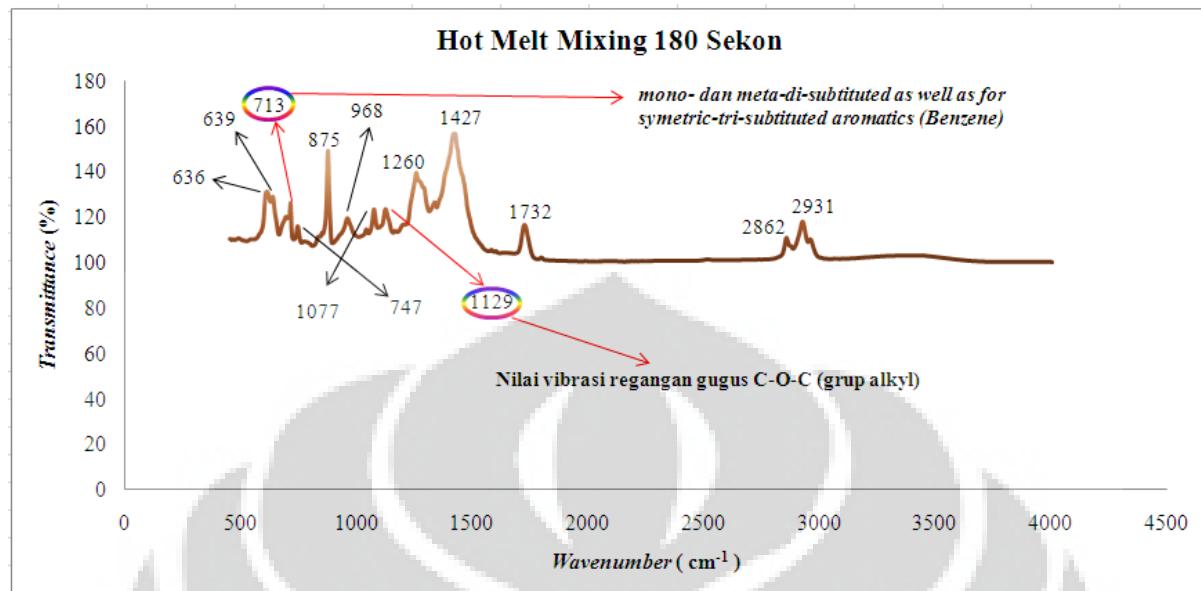
PerkinElmer FTIR Spectrometer Two



Rabu/18 April 2012

Operator : PhD. Nofrijon Sofyan

PerkinElmer FTIR Spectrometer Two



**Report**

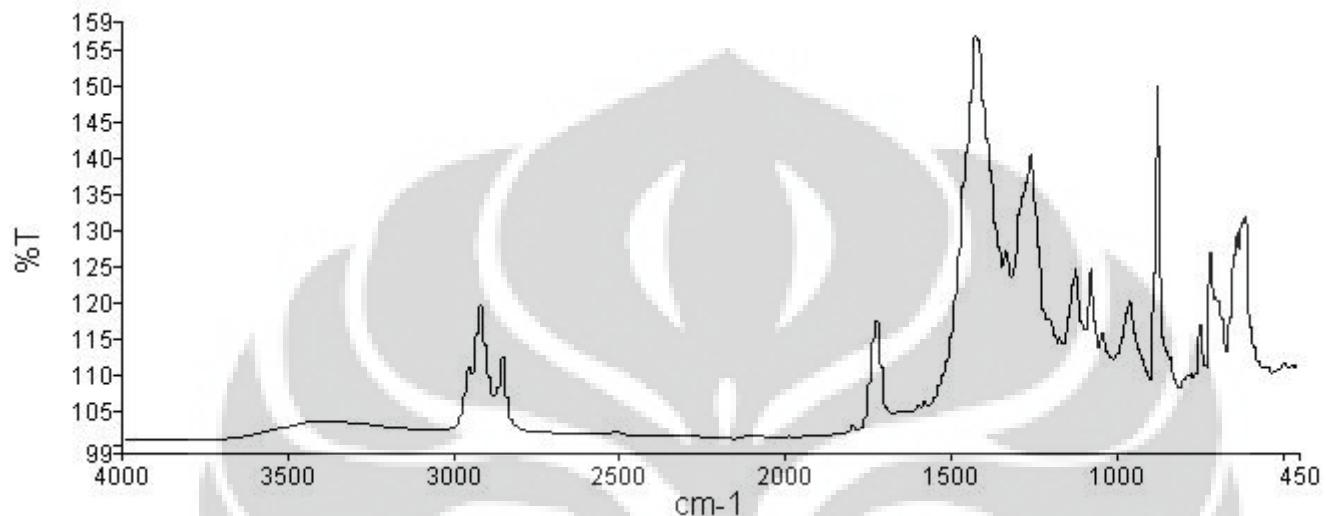
Filename

PVC 90 RPM B

**Sample Details**

Instrument

Spectrum Graph



Name	Description
— PVC 90 RPM B	Sample 031 By Administrator Date Thursday, June 28 2012

**Compare Result**

## Report

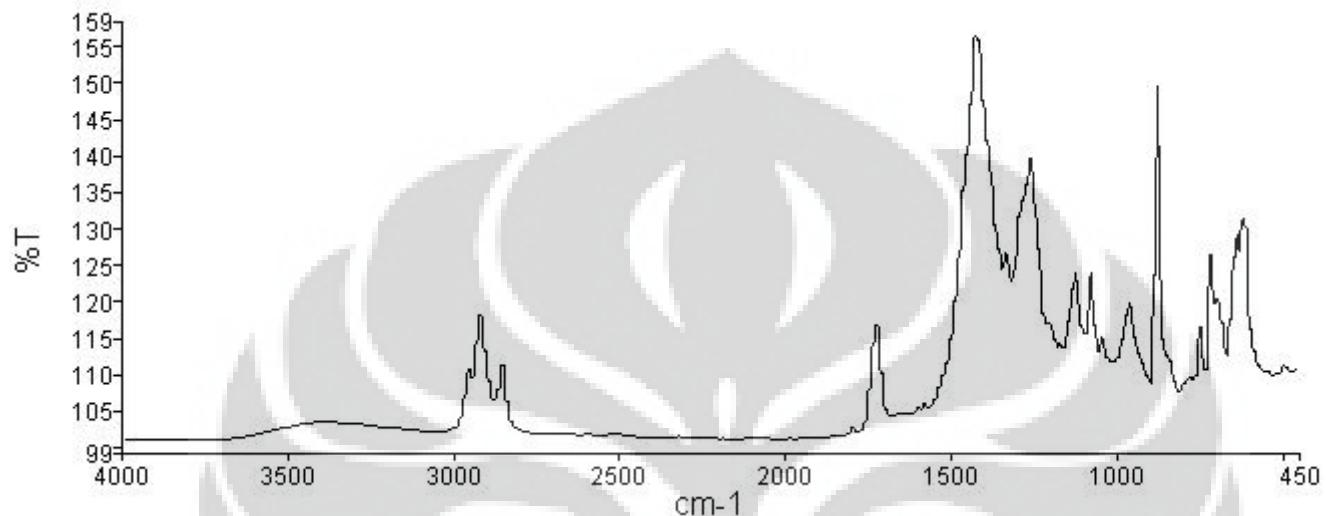
Filename

PVC 120 RPM

## Sample Details

### Instrument

### Spectrum Graph



Name	Description
— PVC 120 RPM	Sample 028 By Administrator Date Thursday, June 28 2012

## Compare Result

**Report**

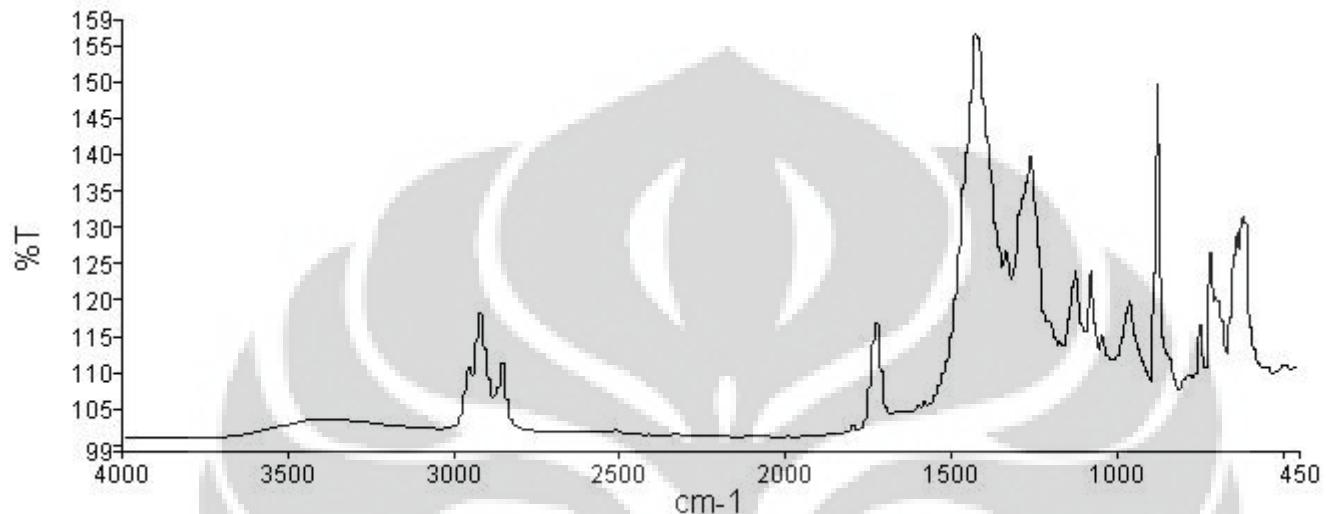
Filename

PVC 180 Sec

**Sample Details**

Instrument

Spectrum Graph



Name	Description
— PVC 180 Sec	Sample 029 By Administrator Date Thursday, June 28 2012

**Compare Result**

**Report**

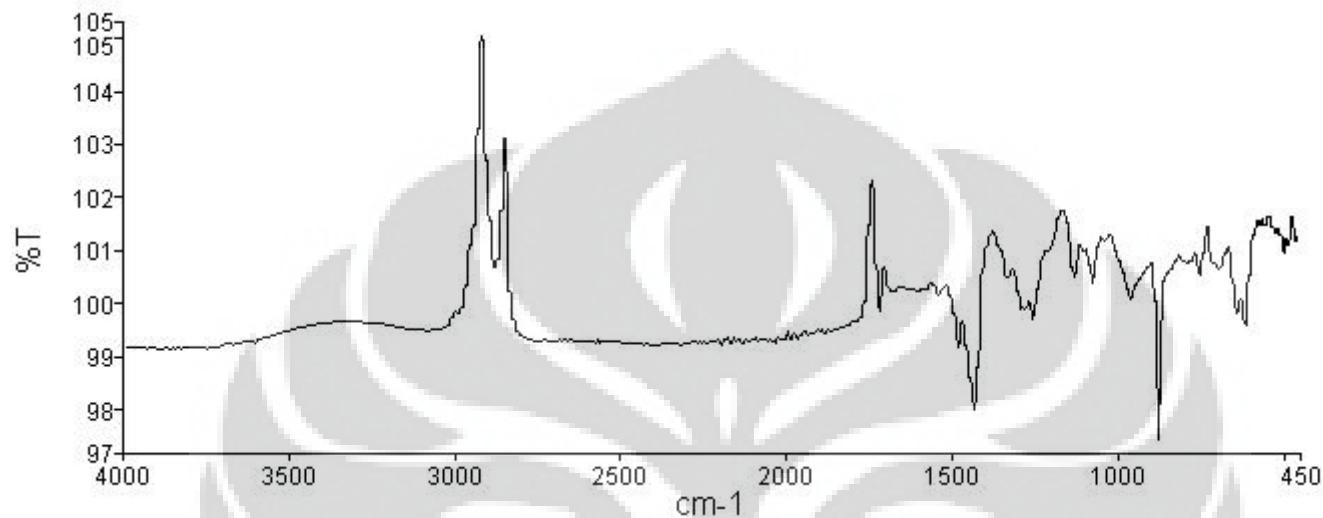
Filename

PVC 420 Sec

**Sample Details**

**Instrument**

**Spectrum Graph**



Name	Description
— PVC 420 Sec	Sample 030 By Administrator Date Thursday, June 28 2012

**Compare Result**

## LAMPIRAN 4

Pengujian One-Way ANOVA terhadap nilai data hasil pengujian mekanik Plasticized-PVC

### One-way ANOVA: modulus versus suhu

Source	DF	SS	MS	F	P
suhu	3	363.8	121.3	2.90	0.102
Error	8	334.7	41.8		
Total	11	698.4			

S = 6.468 R-Sq = 52.08% R-Sq(adj) = 34.12%

### One-way ANOVA: tensile versus suhu

Source	DF	SS	MS	F	P
suhu	3	15.85	5.28	3.88	0.056
Error	8	10.91	1.36		
Total	11	26.76			

S = 1.168 R-Sq = 59.24% R-Sq(adj) = 43.96%

### One-way ANOVA: modulus versus kecepatan

Source	DF	SS	MS	F	P
kecepatan	3	133.1	44.4	0.73	0.561
Error	8	484.1	60.5		
Total	11	617.2			

S = 7.779 R-Sq = 21.56% R-Sq(adj) = 0.00%

### One-way ANOVA: tensile versus kecepatan

Source	DF	SS	MS	F	P
kecepatan	3	2.14	0.71	0.53	0.671
Error	8	10.70	1.34		
Total	11	12.84			

S = 1.156 R-Sq = 16.71% R-Sq(adj) = 0.00%

### One-way ANOVA: modulus versus waktu

Source	DF	SS	MS	F	P
waktu	3	46.3	15.4	0.26	0.850
Error	8	469.8	58.7		
Total	11	516.2			

S = 7.664 R-Sq = 8.98% R-Sq(adj) = 0.00%

### One-way ANOVA: tensile versus waktu

Source	DF	SS	MS	F	P
waktu	3	1.164	0.388	0.98	0.447
Error	8	3.154	0.394		
Total	11	4.319			
S = 0.6279	R-Sq = 26.96%	R-Sq(adj) = 0.00%			

### One-way ANOVA: modulus versus CaCO3\_4000

Source	DF	SS	MS	F	P
CaCO3_4000	3	1312.7	437.6	13.07	0.002
Error	8	267.8	33.5		
Total	11	1580.5			
S = 5.786	R-Sq = 83.05%	R-Sq(adj) = 76.70%			

### One-way ANOVA: tensile versus CaCO3\_4000

Source	DF	SS	MS	F	P
CaCO3_4	3	64.62	21.54	19.51	0.000
Error	8	8.83	1.10		
Total	11	73.46			
S = 1.051	R-Sq = 87.98%	R-Sq(adj) = 83.47%			

### One-way ANOVA: modulus versus CaCO3\_1200

Source	DF	SS	MS	F	P
CaCO3_1200	3	1652.4	550.8	18.79	0.001
Error	8	234.5	29.3		
Total	11	1887.0			
S = 5.414	R-Sq = 87.57%	R-Sq(adj) = 82.91%			

### One-way ANOVA: tensile versus CaCO3\_1200

Source	DF	SS	MS	F	P
CaCO3_1200	3	22.368	7.456	9.34	0.005
Error	8	6.387	0.798		
Total	11	28.756			
S = 0.8935	R-Sq = 77.79%	R-Sq(adj) = 69.46%			

### **One-way ANOVA: modulus versus epoxidized**

Source	DF	SS	MS	F	P
epoxidized	3	536.7	178.9	4.38	0.042
Error	8	326.5	40.8		
Total	11	863.2			

S = 6.389 R-Sq = 62.17% R-Sq(adj) = 47.99%

### **One-way ANOVA: tensile versus epoxidized**

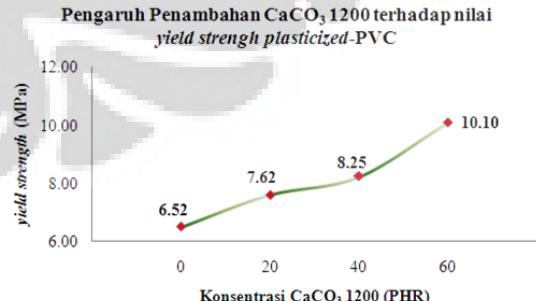
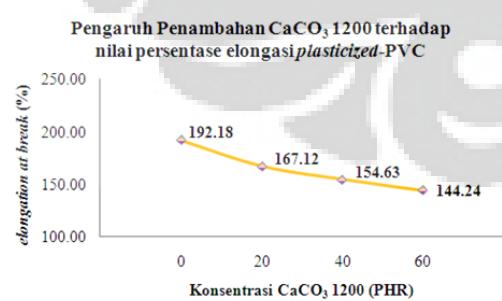
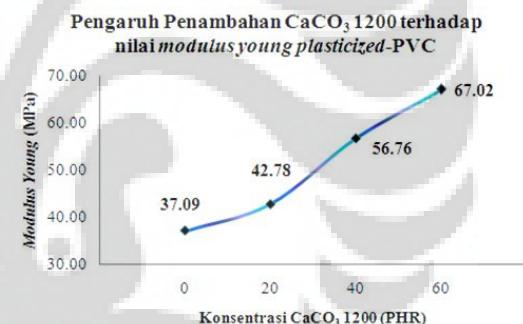
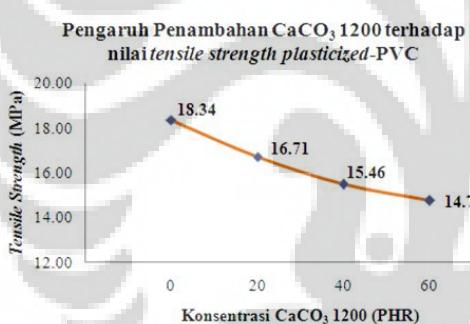
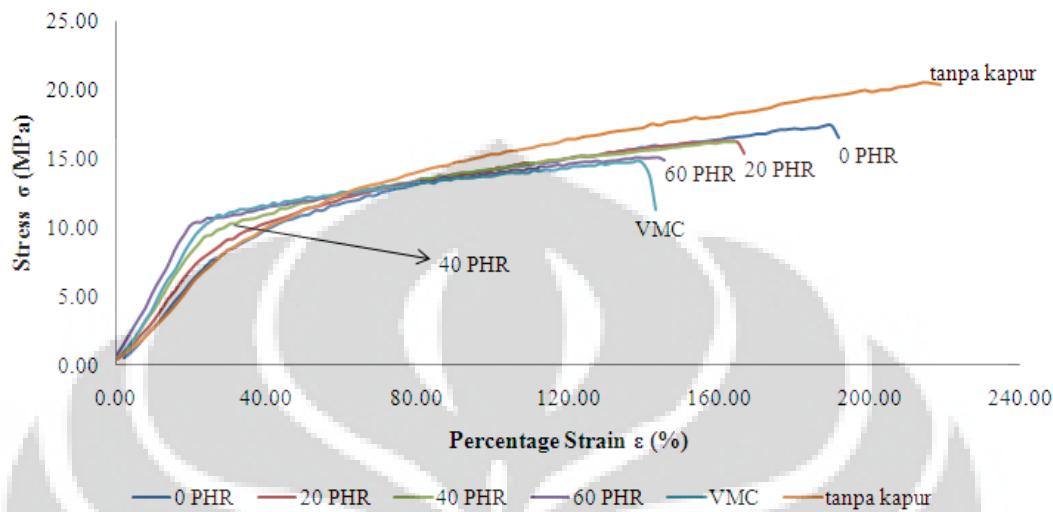
Source	DF	SS	MS	F	P
epoxidized	3	2.280	0.760	1.26	0.351
Error	8	4.822	0.603		
Total	11	7.102			

S = 0.7764 R-Sq = 32.10% R-Sq(adj) = 6.64%

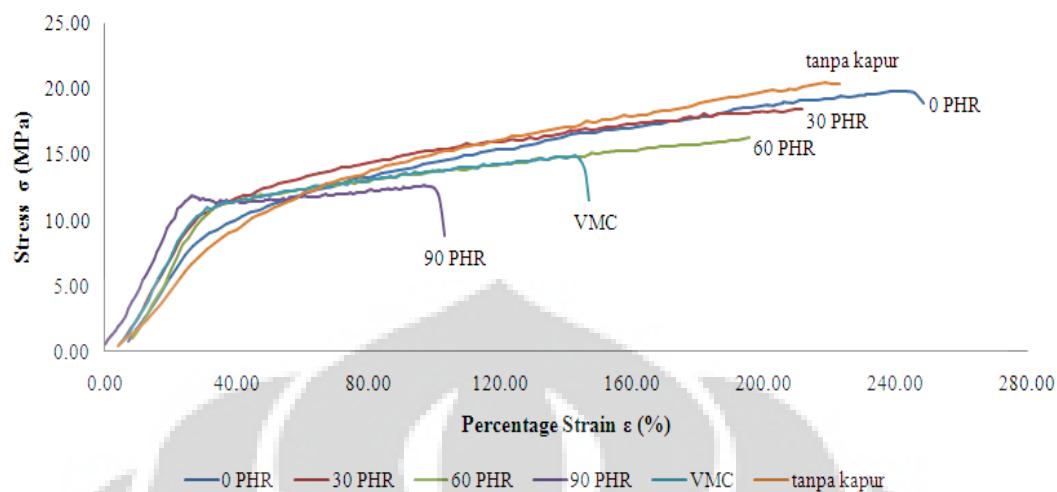
## LAMPIRAN 5

### Nilai mekanik *plasticized-PVC*

#### Pengaruh Konsentrasi $\text{CaCO}_3$ 1200 pada *Compounding PVC* terhadap Sifat Mekanik



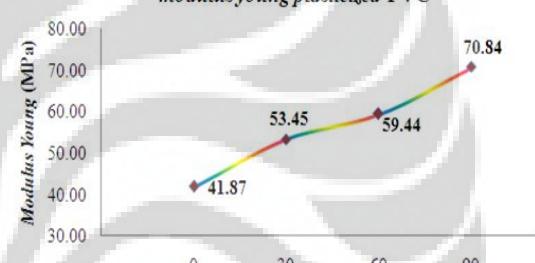
### Pengaruh Konsentrasi $\text{CaCO}_3$ 4000 pada Compounding PVC terhadap Sifat Mekanik



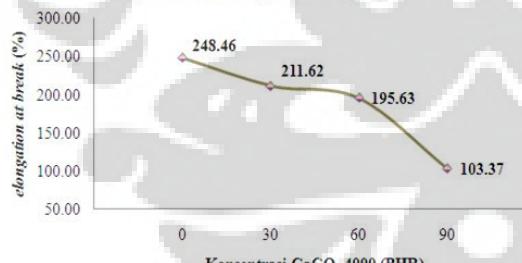
Pengaruh Penambahan  $\text{CaCO}_3$  4000 terhadap nilai Tensile Strength plasticized-PVC



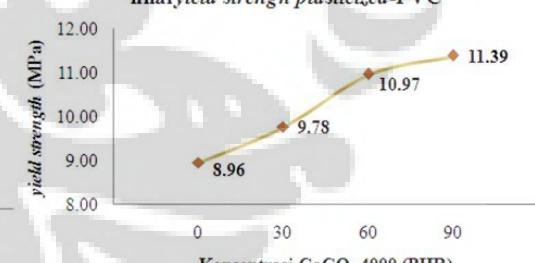
Pengaruh Penambahan  $\text{CaCO}_3$  4000 terhadap nilai modulus young plasticized-PVC



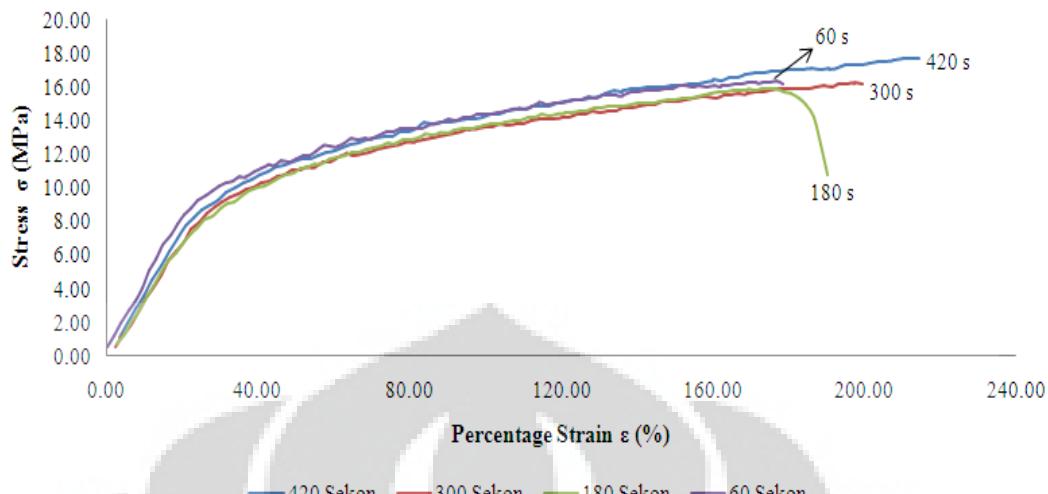
Pengaruh Penambahan  $\text{CaCO}_3$  4000 terhadap nilai persentase elongasi plasticized-PVC



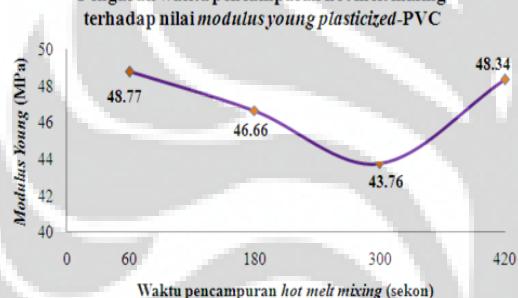
Pengaruh Penambahan  $\text{CaCO}_3$  4000 terhadap nilai yield strength plasticized-PVC



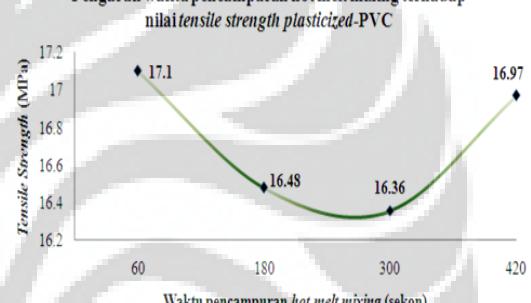
### Pengaruh Waktu Hot Melt Mixing terhadap sifat mekanik plasticized-PVC



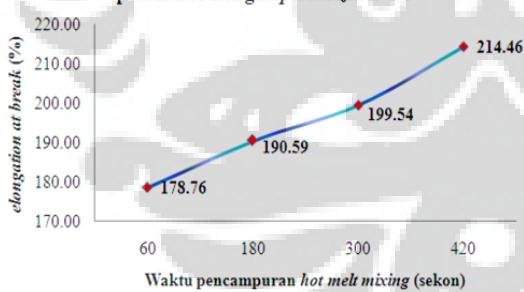
Pengaruh waktu pencampuran hot melt mixing terhadap nilai modulus young plasticized-PVC



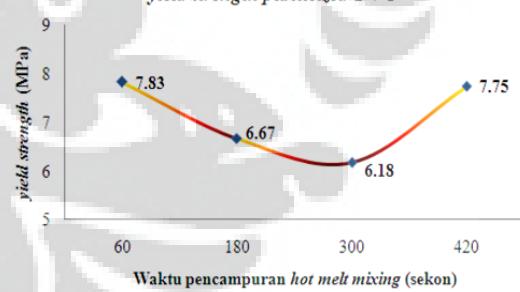
Pengaruh waktu pencampuran hot melt mixing terhadap nilai tensile strength plasticized-PVC



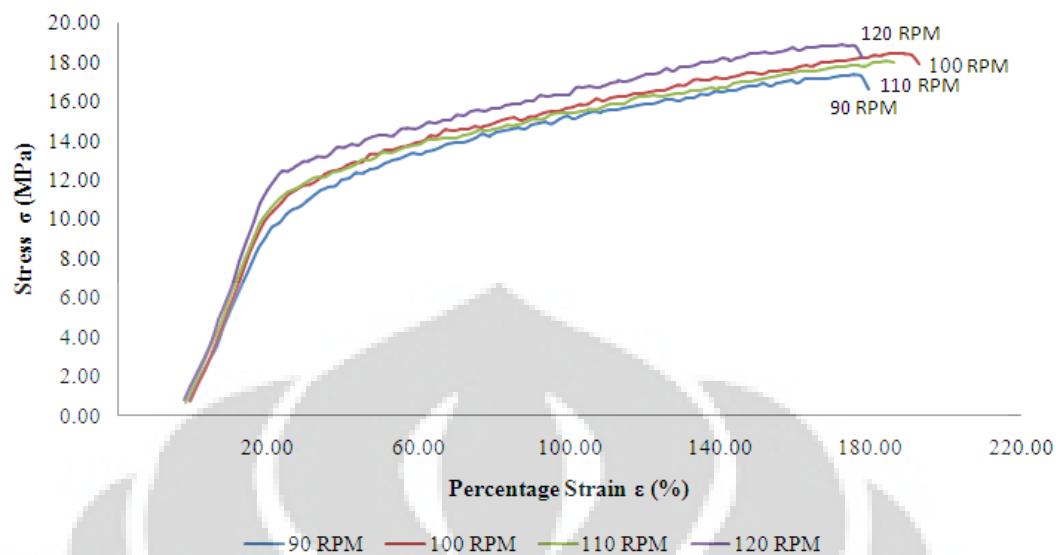
Pengaruh Waktu Hot Melt Mixing terhadap nilai persentase elongasi plasticized-PVC



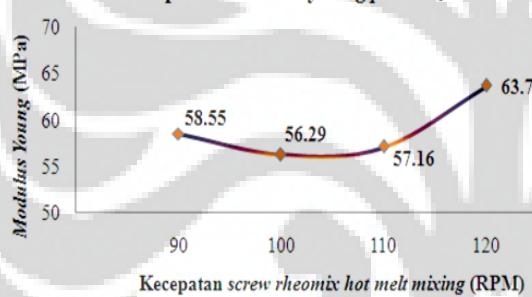
Pengaruh Waktu Hot Melt Mixing terhadap nilai yield strength plasticized-PVC



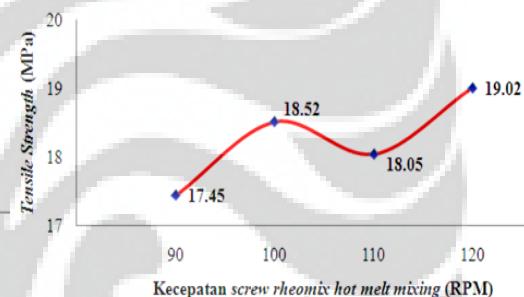
## Pengaruh Kecepatan Pencampuran *Hot Melt Mixing* Terhadap Sifat Mekanik Plasticized-PVC



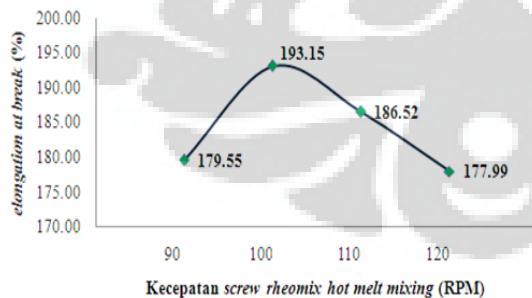
Pengaruh Kecepatan Pencampuran *hot melt mixing* terhadap nilai *modulus young plasticized-PVC*



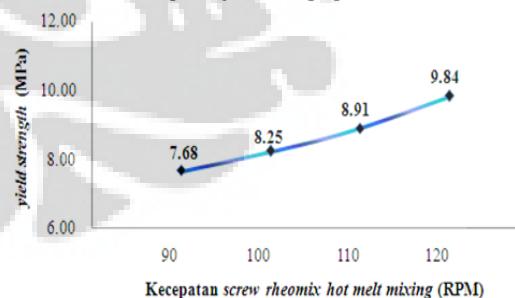
Pengaruh Kecepatan Pencampuran *hot melt mixing* terhadap nilai *tensile strength plasticized-PVC*



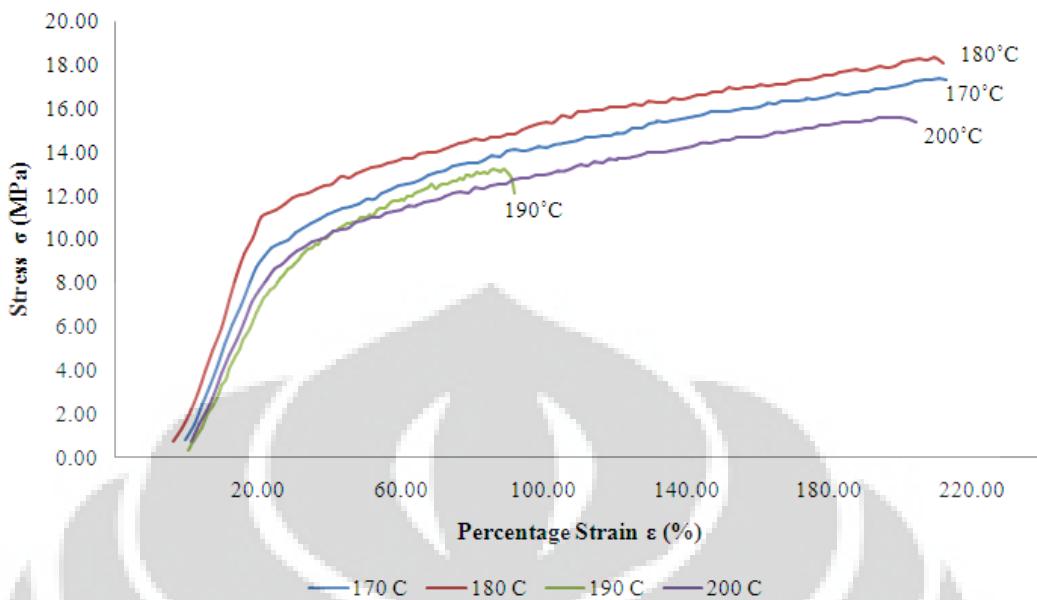
Pengaruh Kecepatan Pencampuran *hot melt mixing* terhadap nilai persentase elongasi *plasticized-PVC*



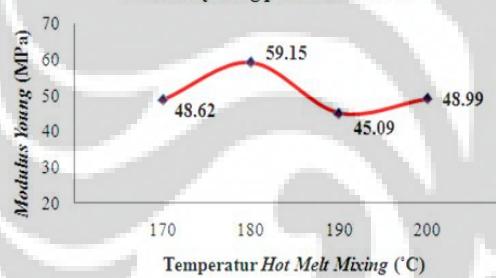
Pengaruh Kecepatan Pencampuran *hot melt mixing* terhadap nilai *yield strength plasticized-PVC*



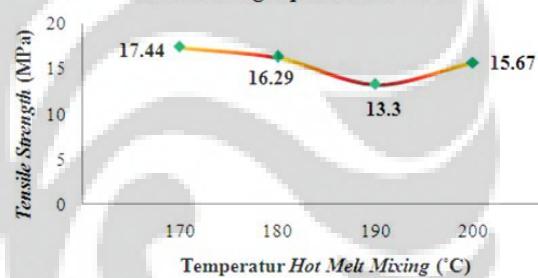
## Pengaruh Suhu Pencampuran *Hot Melt Mixing* terhadap Sifat Mekanik plasticized-PVC



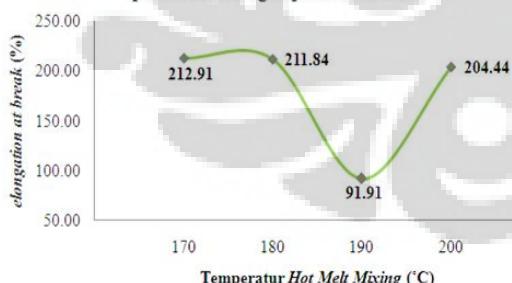
Pengaruh Suhu *Hot Melt Mixing* terhadap nilai modulus young plasticized-PVC



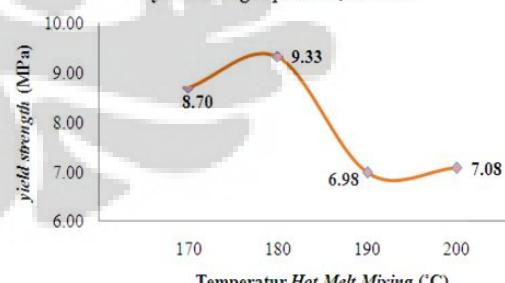
Pengaruh Suhu *Hot Melt Mixing* terhadap nilai tensile strength plasticized-PVC



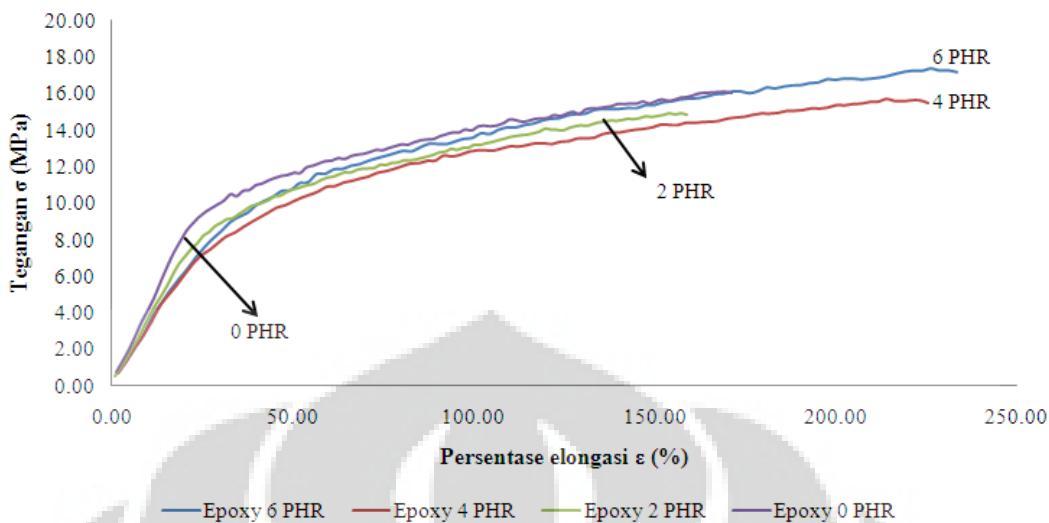
Pengaruh Suhu *Hot Melt Mixing* terhadap nilai persentase elongasi plasticized-PVC



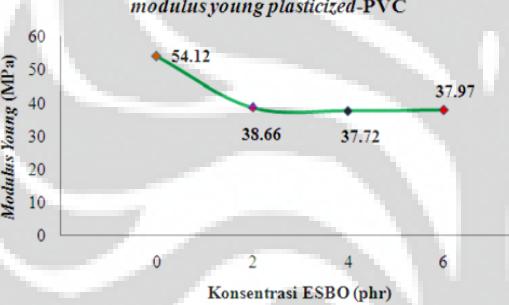
Pengaruh Suhu *Hot Melt Mixing* terhadap nilai yield strength plasticized-PVC



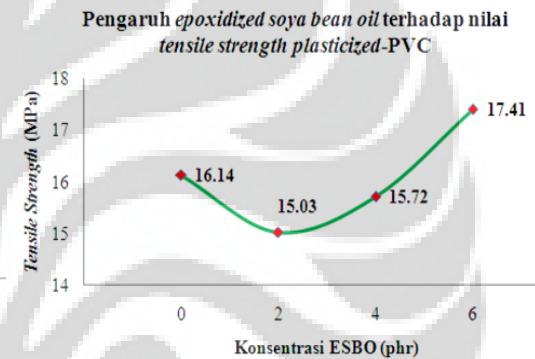
### Pengaruh epoxidized soya bean oil terhadap sifat mekanik plasticized-PVC



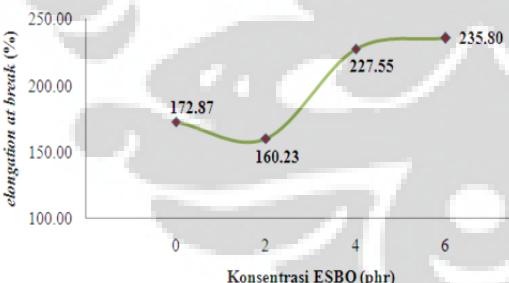
Pengaruh epoxidized soya bean oil terhadap nilai modulus young plasticized-PVC



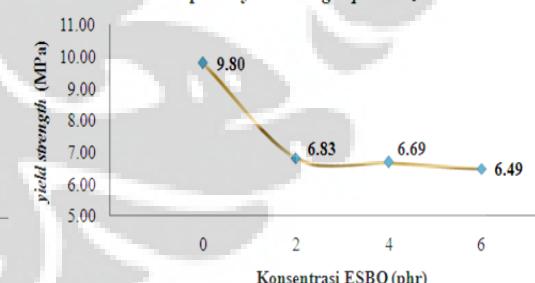
Pengaruh epoxidized soya bean oil terhadap nilai tensile strength plasticized-PVC



Pengaruh Penambahan Epoxidized Soya Bean Oil terhadap nilai persentase elongasi plasticized-PVC

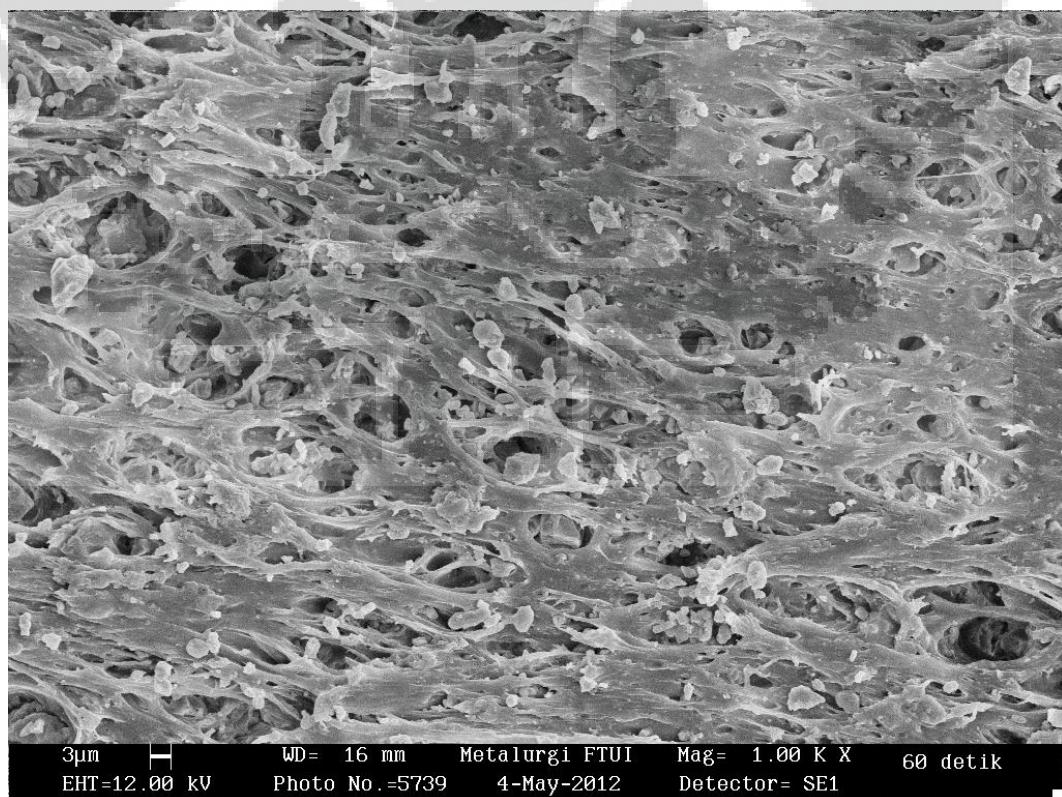
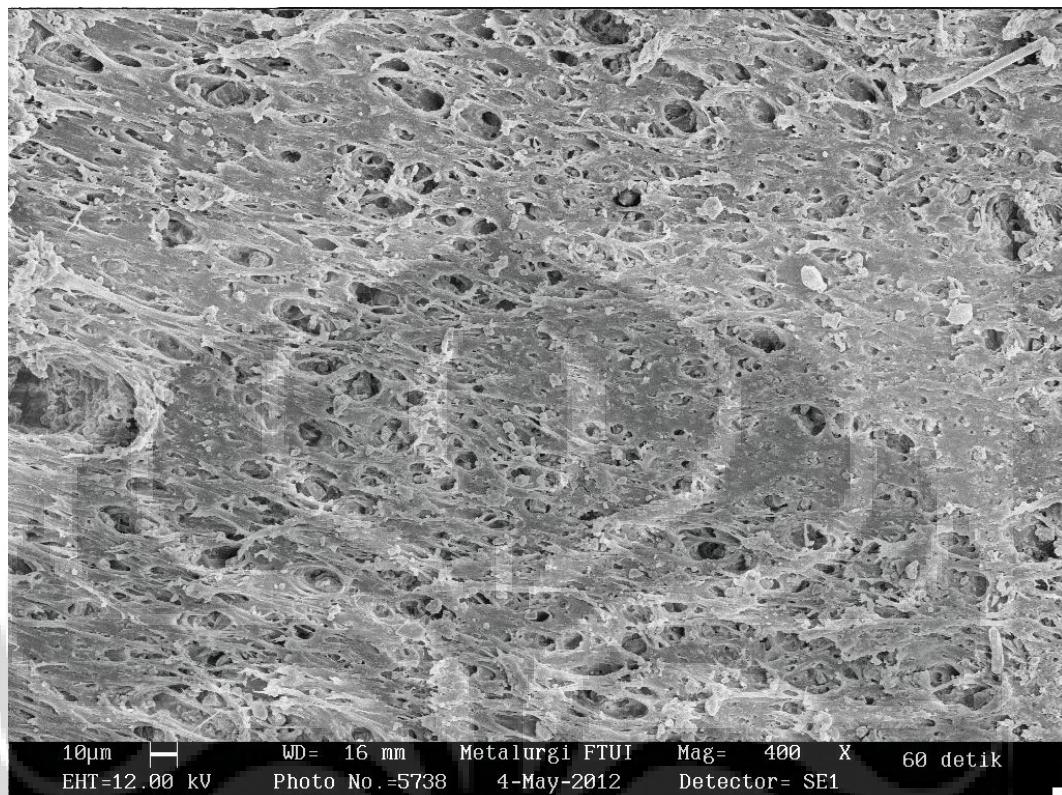


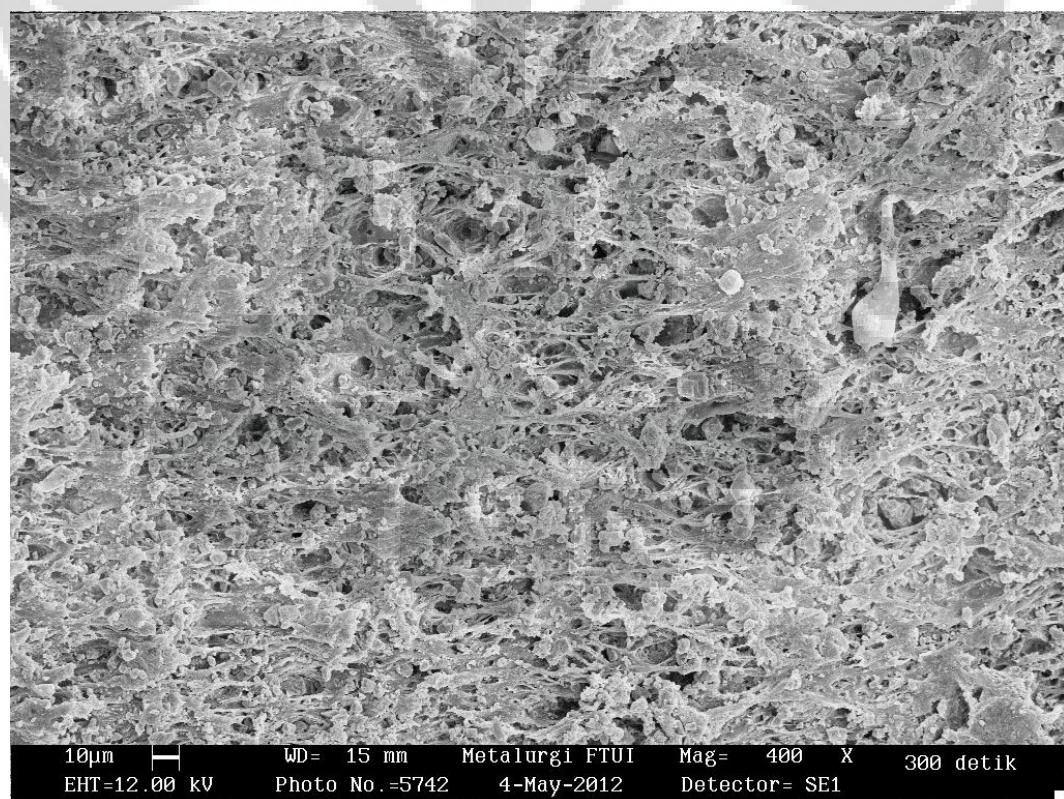
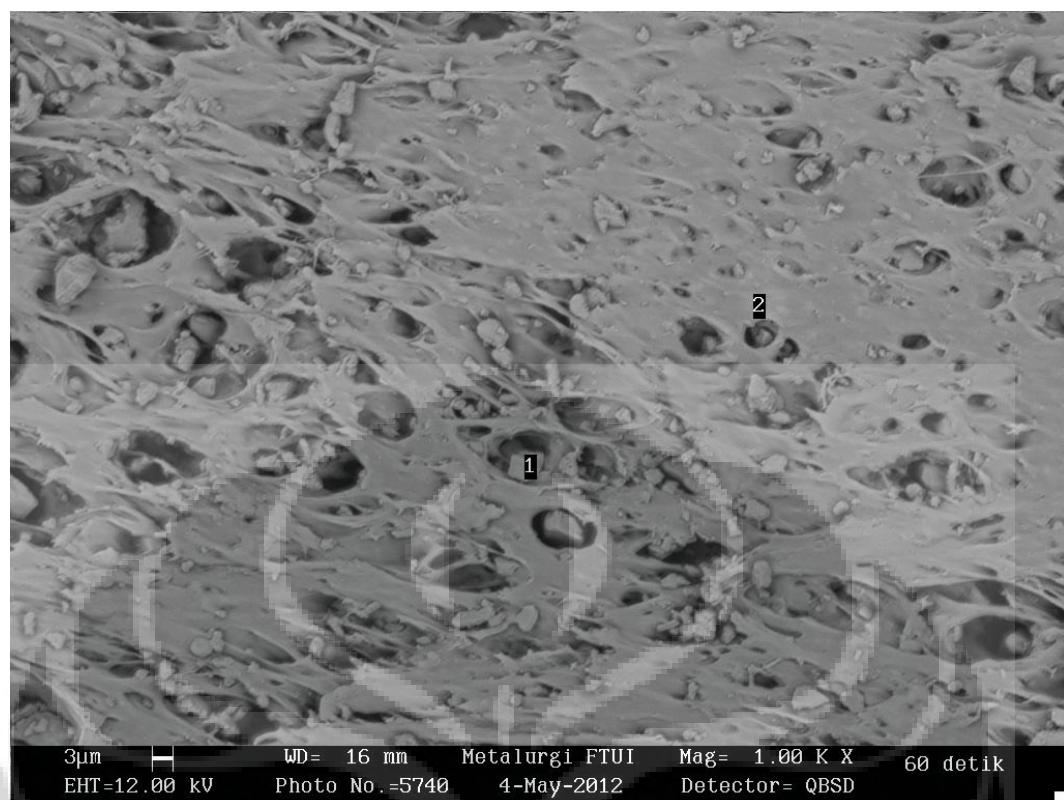
Pengaruh Penambahan Epoxidized Soya Bean Oil terhadap nilai yield strength plasticized-PVC

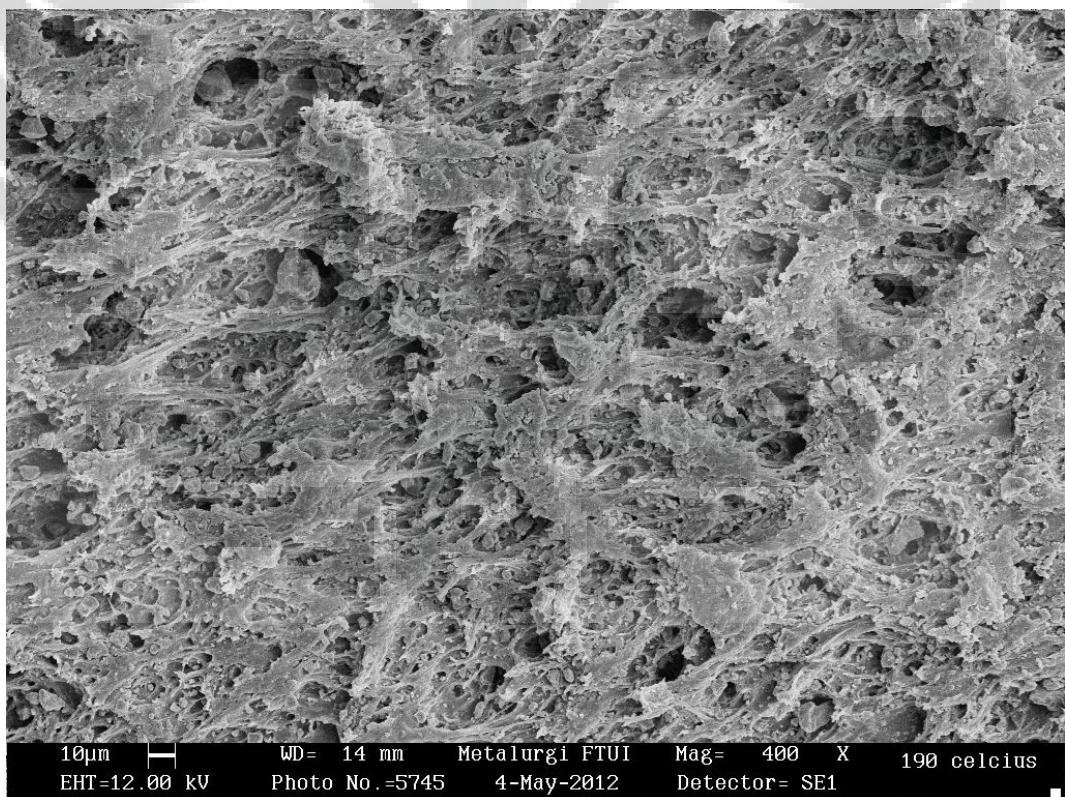
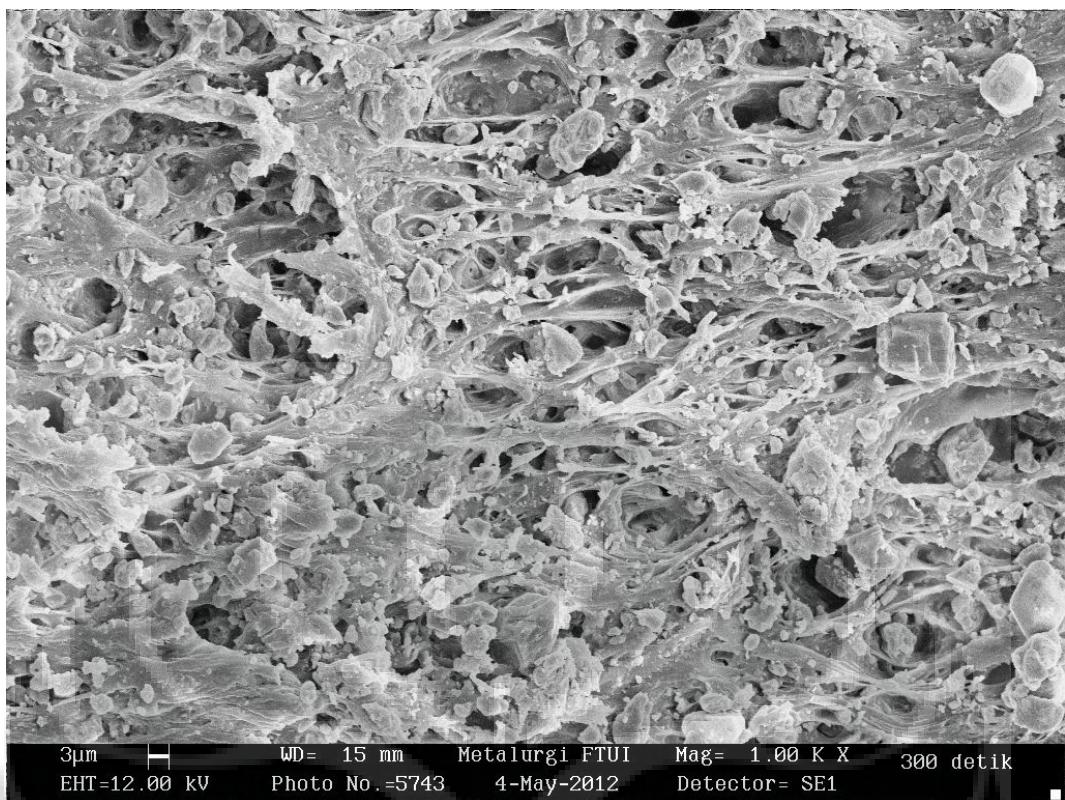


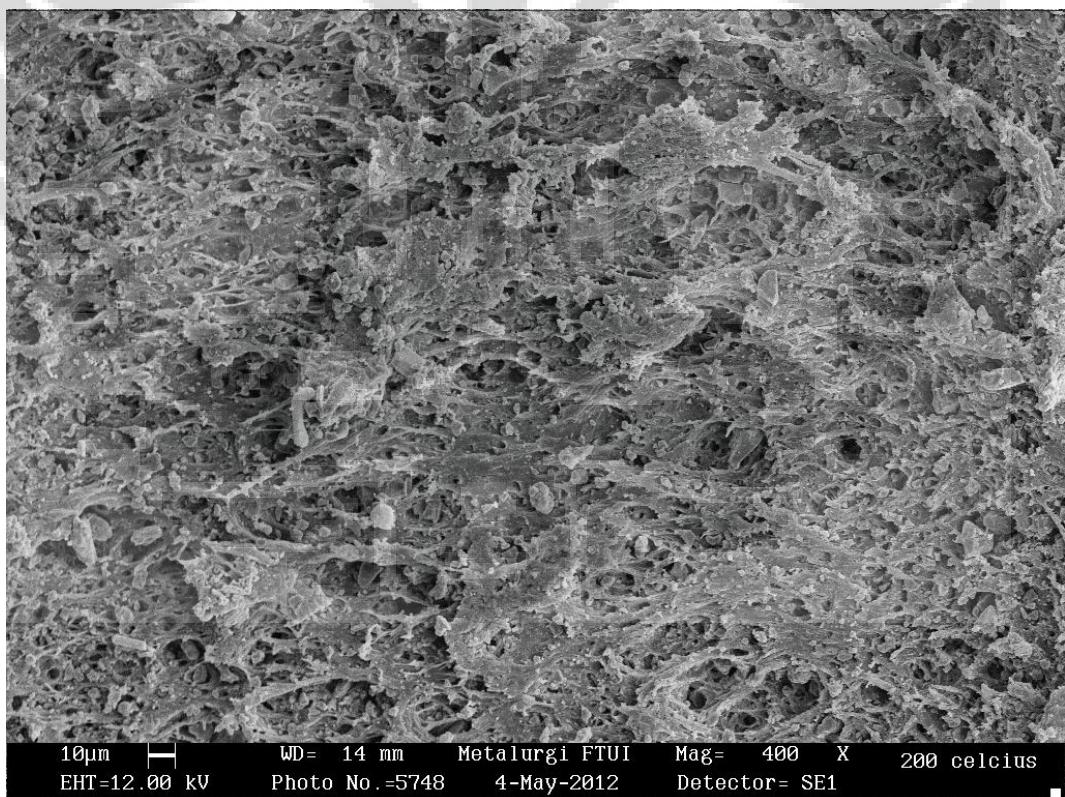
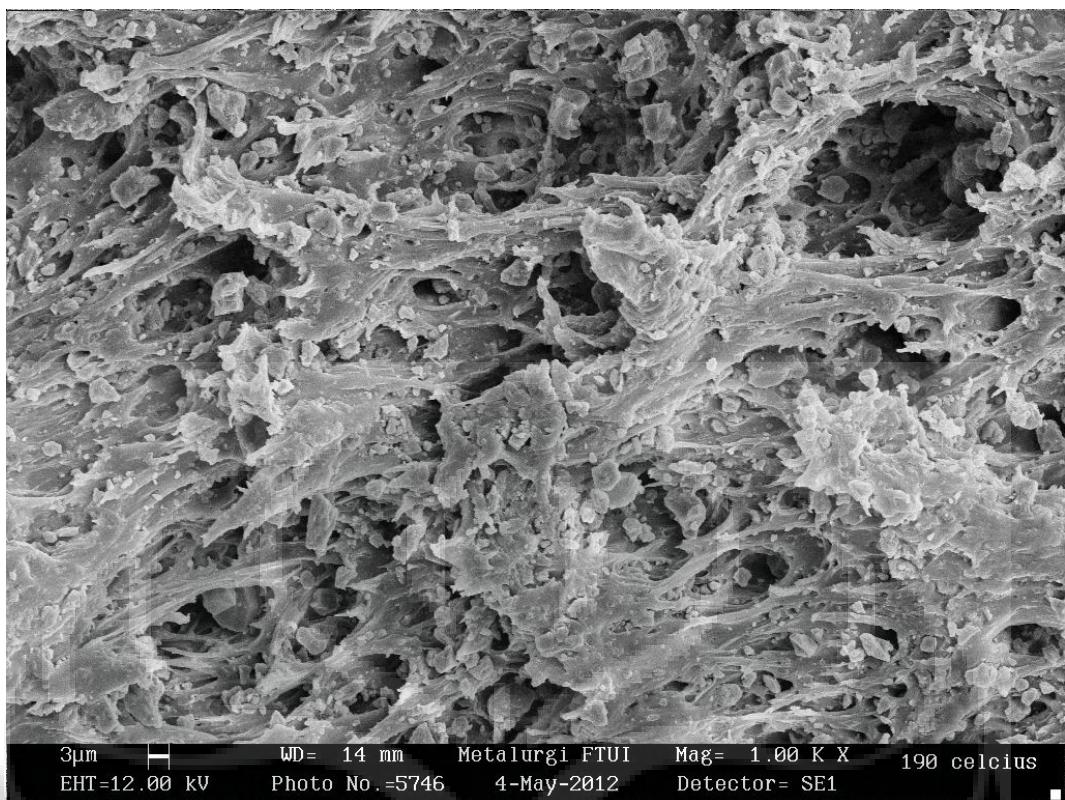
## LAMPIRAN 6

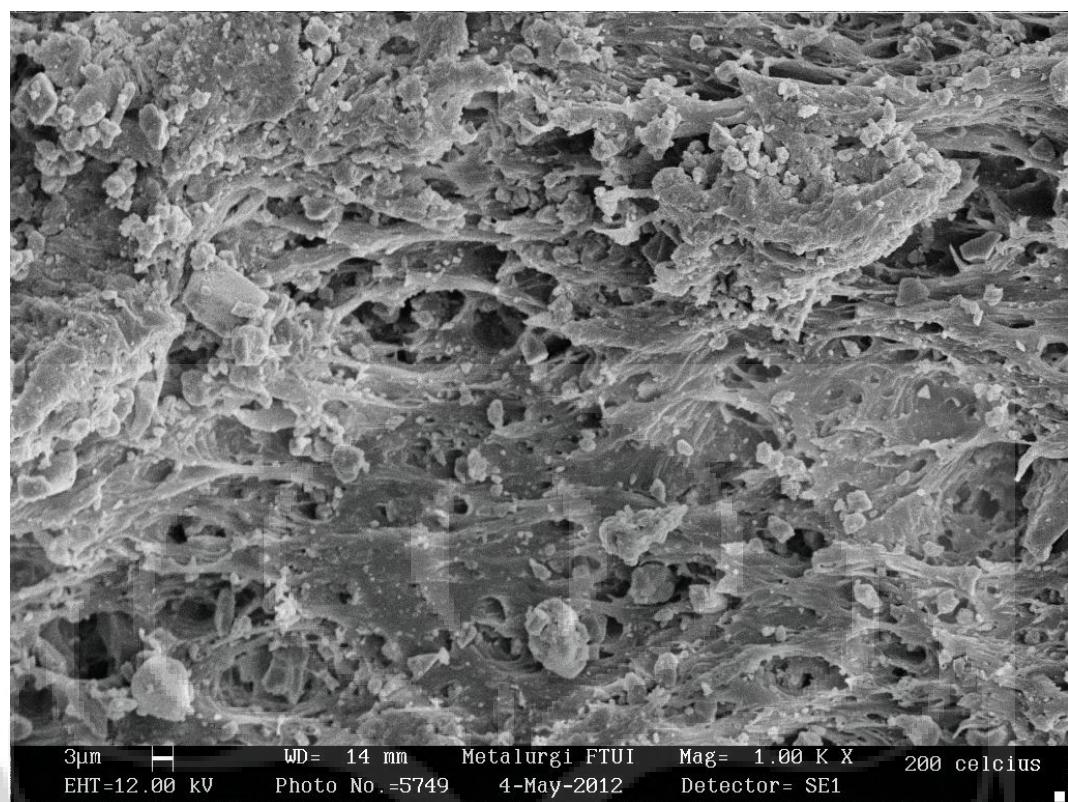
### HASIL PENGUJIAN SEM











## LAMPIRAN 7

### STANDARD OPERATIONAL PROCEDURE CALENDERING UNIT (TARPAULINE)

<i>Item</i>	<i>Temperature operation</i>	<i>Speed operation</i>
Mixing Roll A	190°C - 195°C	663 rpm - 665 rpm
Strainer Extruder	185°C - 190°C	589 rpm - 771 rpm
Mixing Roll B	185°C - 190°C	663 rpm - 665 rpm
Calendering Roll 1	185°C - 195°C	6.4 meter/menit
Calendering Roll 2	190°C - 205°C	12.6 meter/menit
Calendering Roll 3	185°C - 190°C	14 meter/menit
Calendering Roll 4	164°C - 170°C	15 meter/menit
Take off 1	165°C - 170°C	16.7 meter/menit
Take off 2	170°C - 175°C	16.9 meter/menit
Take off 3	-	16.9 meter/menit
Take off 4	-	17 meter/menit
Take off 5	-	17 meter/menit
Emboss	-	18.6 meter/menit
Stretch	-	24.7 meter/menit
Tempering roll 1 - 5	-	24.5 meter/menit
Cooling roll 1 - 4	-	23.7 meter/menit
Cooling roll 5 - 8	-	24.1 meter/menit
Cooling roll 9 - 12	-	24.1 meter/menit
Cooling roll 13 - 16	-	24.7 meter/menit
Metering Guide	-	25.2 meter/menit
Rewinder	-	26.4 meter/menit
Floor Type Material Machine	-	30.1 meter/menit