

**SIFAT MEKANIK DAN TERMAL PADA BAHAN
NANOKOMPOSIT EPOXY – *CLAY* TAPANULI**

**Skripsi Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains
Bidang Fisika Material dan Zat Mampat**

Oleh :

Nidya Chitraningrum

030402054X



**DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA
DEPOK
2008**

LEMBAR PENGESAHAN

**SIFAT MEKANIK DAN TERMAL PADA BAHAN NANOKOMPOSIT
EPOXY – CLAY TAPANULI**

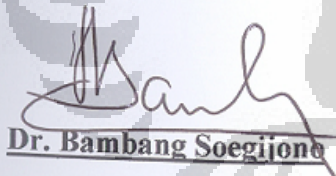
Skripsi ini telah diperiksa dan disetujui oleh

Pembimbing:



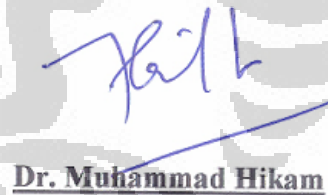
Dr. Ariadne L. Juwono

Penguji I



Dr. Bambang Soegijono

Penguji II



Dr. Muhammad Hikam

Mengetahui:

Ketua Departemen Fisika FMIPA UI

Dr. Azwar Manaf



Untuk kedua orangtuaku

Kakak dan adikku

serta

Untuk seseorang yang telah memberi warna dalam hidupku...

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kepada Allah SWT karena atas segala rahmat, kemudahan, dan kekuatan yang telah diberikan oleh-Nya, penulis dapat menyelesaikan kuliah, penelitian sampai dengan tahap penulisan skripsi ini. Skripsi yang berjudul “Sifat Mekanik dan Termal pada Bahan Nanokomposit Epoxy – *Clay* Tapanuli” ini diajukan sebagai salah satu syarat kelulusan pada program Strata 1 di Departemen Fisika FMIPA Universitas Indonesia.

Penulis juga mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Ibu Dr. Ariadne L. Juwono, selaku pembimbing penelitian tugas akhir yang telah bersedia menerima dan membimbing penulis dengan sangat sabar. Tanpa motivasi yang diberikan beliau, mungkin penelitian dan penulisan skripsi ini berjalan dengan sangat lamban. Terima kasih juga penulis haturkan kepada keluarga besar Ibu Dr. Ariadne L. Juwono yang telah banyak membantu penulis selama melakukan penelitian di PT. Dirgantara Indonesia, Bandung.

Penulis juga ingin mendedikasikan skripsi ini untuk kedua orang tua penulis, mama dan bapak yang telah memberikan dukungan moril dan spiritual yang tak terhingga kepada penulis. Terima kasih atas segala doa dan perhatian yang telah diberikan. Semoga penulisan ini dapat menjadi suatu kebanggaan bagi kedua orang tua penulis.

Penulis turut mengucapkan terima kasih kepada berbagai pihak yang telah membantu baik secara langsung dan tidak langsung dalam penulis menyelesaikan skripsi ini diantaranya :

1. Ibu Vera dan rekan, yang telah mengizinkan penulis melakukan pengamatan XRD di PT. Indocement Tungal Prakarsa, Cibinong, Bogor.
2. Bapak Handoko dan Bapak Sutarno, yang telah membimbing penulis selama melakukan penelitian di PT. Dirgantara Indonesia. Terima kasih atas waktu diskusi bersama penulis disela-sela pekerjaan yang begitu padat.
3. Bapak Dede Oekon, yang telah membantu penulis dalam pengamatan uji tarik di Laboratorium Komposit, PT. Dirgantara Indonesia, Bandung.
4. Bapak Samsu dan Bapak Sugeng, yang telah bersedia meluangkan waktunya untuk menemani penulis selama proses sintesa bahan nanokomposit epoxy-clay Tapanuli. Serta kepada keluarga besar PT. Dirgantara Indonesia yang baik secara langsung maupun tidak langsung memberikan dukungan dan semangat kepada penulis dalam penyelesaian penelitian. Kepada salah seorang karyawan di PT Dirgantara Indonesia, terima kasih atas nasihat yang begitu berharga bagi penulis dan sampai sekarang selalu diingat oleh penulis. Semoga penulis dapat menjalankan nasihat bapak dengan baik.
5. Bapak Dasep, yang telah bersedia membantu penulis selama melakukan uji HDT di Sentra Teknologi Polimer, Puspiptek, Serpong, Tangerang. Kepada keluarga besar Sentra Teknologi Polimer, Puspiptek, Serpong, Tangerang, terima kasih atas kerjasama yang menyenangkan bagi penulis selama melakukan penelitian.

6. Bapak Dr. Azwar Manaf, selaku Ketua Departemen Fisika Universitas Indonesia.
7. Ibu Prof. Dr. Rosari Saleh, selaku Ketua Peminatan Material dan Zat Mampat, Departemen Fisika Universitas Indonesia.
8. Ibu Prof. Dr. Rosari Saleh, selaku Ketua Sidang Tugas Akhir.
9. Bapak Dr. Bambang Soegijono, selaku Penguji I. Terima kasih atas semua diskusi dan pembelajaran selama perkuliahan.
10. Bapak Dr. Muhammad Hikam, selaku Penguji II. Terima kasih atas semua diskusi dan pembelajaran selama perkuliahan.
11. Seluruh dosen Peminatan Material dan Zat Mampat, Departemen Fisika Universitas Indonesia.
12. Ibu Ratna, selaku Sekretariat Departemen Fisika Universitas Indonesia serta seluruh karyawan Departemen Fisika Universitas Indonesia.
13. Kakak penulis, Nita Setyaningrum yang juga akan menyusun tesis. Semoga berhasil. Dan adik penulis Niken “YoCi” semoga sukses SPMB-nya. Terima kasih atas semua dukungan yang diberikan kepada penulis.
14. Krismansyah, beserta keluarga yang telah membantu serta memberi semangat dan motivasi kepada penulis selama penelitian dan penulisan.
15. Teman-teman Fisika angkatan 2004 yang “unik”, kompak dan selalu ceria, terima kasih atas kebersamaan dan suka duka yang luar biasa selama empat tahun bersama.
16. CewCew Fisika'04; Elly, Ira, Ais, Saad “Acha”, Nancy, Tere, Dewi, Ratu; yang luar biasa. SEMANGAT TEMAN2!!!

17. Teman-teman satu peminatan “Fisika Material dan Zat Mampat”, terima kasih atas suka duka selama dua tahun kuliah bersama. Kalian semua memang “luar biasa”!

18. Pihak-pihak lain yang tidak dapat disebutkan satu persatu, terima kasih atas bantuan moril dan material yang telah diberikan kepada penulis selama penelitian dan penulisan skripsi.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih memiliki kekurangan dan belum sempurna. Untuk itu penulis menerima kritik dan saran yang membangun demi kebaikan penulis pada masa mendatang.

Akhir kata, semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis pribadi dan pembaca pada umumnya.

Jakarta, Juni 2008

Nidya Chitraningrum

ABSTRAK

Pada penelitian ini, nanokomposit matriks epoxy dengan kandungan *organoclay* yang berbeda telah disintesa dan pengaruh *filler organoclay* diamati. Uji tarik dan HDT dilakukan untuk mendapatkan sifat nanokomposit. Karakterisasi sifat mekanik, seperti *tensile strength*, *tensile modulus*, dan *elongation at break* diperoleh.

Nanokomposit epoxy – clay telah disintesa melalui proses polimerisasi in-situ. Epoxy resin tipe DER 331 dan *Versamid 125* digunakan masing-masing sebagai matriks dan *curing agent*. *Nanofiller* yang digunakan adalah organoclay yang dibuat dengan *clay* yang berasal dari Tapanuli melalui reaksi pertukaran kation pada kation ammonium yang terdapat pada surfaktan heksadesiltrimetilamonium bromida (HDTMABr) dengan metode ultrasonik. Struktur dari organoclay dan nanokomposit epoxy – clay dikarakterisasi dengan menggunakan XRD.

Dari hasil XRD, basal spacing mineral clay akan mengembang dari 1.4 nm menjadi 2.2 nm. Sedangkan untuk epoxy – clay nanokomposit, tidak ada satupun hasil XRD yang memperlihatkan puncak difraksi. Puncak difraksi yang tidak terdeteksi dapat dihubungkan dengan struktur eksfoliasi atau *basal spacing* yang tinggi.

Hasil uji tarik menunjukkan bahwa *tensile modulus* pada nanokomposit meningkat dengan bertambahnya kandungan *clay*. Peningkatan maksimum diperoleh ketika dilakukan penambahan 2 wt% kandungan *clay*, yaitu sebesar 8.24%. Tidak seperti halnya *tensile modulus*, penambahan clay pada nanokomposit menghasilkan

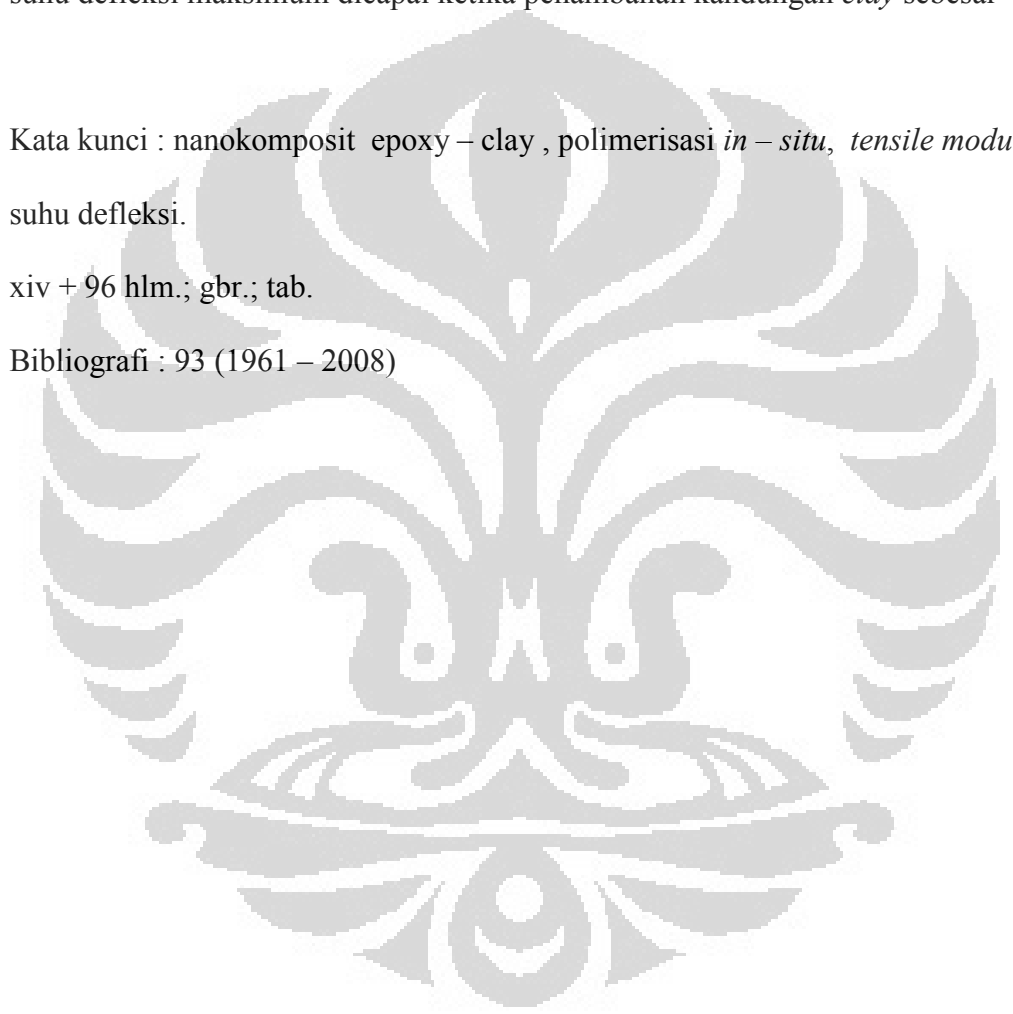
tensile strength dan *elongation at break* yang lebih rendah dibandingkan dengan epoxy murni.

Hasil dari uji *Heat Deflection Temperature* (HDT) menunjukkan peningkatan suhu defleksi maksimum dicapai ketika penambahan kandungan *clay* sebesar 4 wt%.

Kata kunci : nanokomposit epoxy – clay , polimerisasi *in – situ*, *tensile modulus*, suhu defleksi.

xiv + 96 hlm.; gbr.; tab.

Bibliografi : 93 (1961 – 2008)



ABSTRACT

In this research, epoxy matrix nanocomposites with different compositions of organoclay are manufactured and effect of organoclay filler were studied. Tensile test and HDT were conducted to obtain the performance of nanocomposites. The mechanical characteristics, such as tensile strength, tensile modulus, and elongation at break were evaluated.

Epoxy – clay nanocomposites were synthesized by an in – situ polymerization process. Epoxy resin DER 331 and Versamid 125 were used as a matrix and a curing agent, respectively. Organoclay as nanofiller was prepared from Tapanuli clay with a cation exchange reaction using ammonium cations of hexadecyltrimethylammonium bromide (HDTMABr) surfactant by ultrasonic method. Both structure of organoclay and epoxy – clay nanocomposites were characterized using XRD.

From XRD results, it was exhibited that the basal spacing of clay minerals was expanded from 1.4 nm to 2.2 nm. While, none of epoxy – clay nanocomposites showed any diffraction peak. The absence of diffraction peaks can be attributed to exfoliated structure or higher basal spacing.

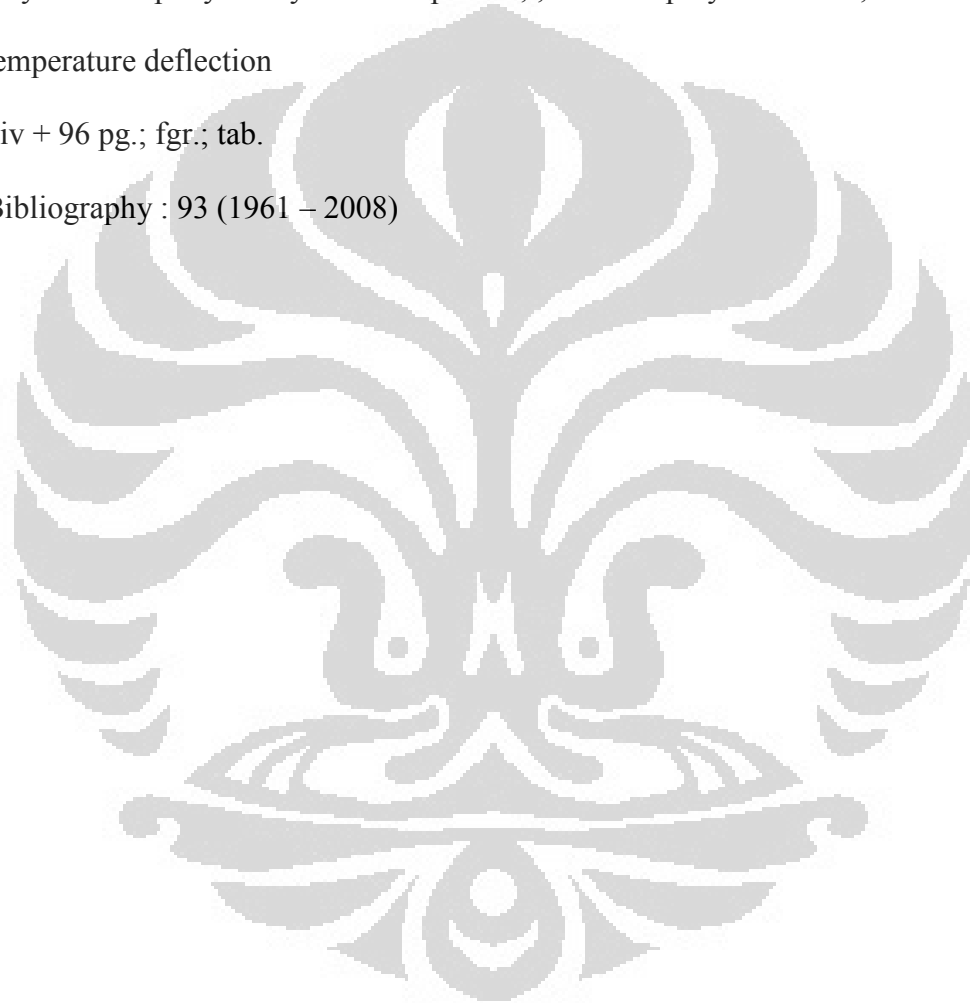
The tensile test results showed that the tensile modulus of the nanocomposites increases with increasing clay content. A maximum of 8.24% improvement is observed with an addition of 2 wt% clay. Unlike the tensile modulus, the nanocomposites of all clay content showed a lower tensile strength and elongation at break than that of the pure epoxy.

Heat Deflection Temperature (HDT) test exhibited that addition of 4 wt% clay provided a maximum of 10.45% improvement of temperature deflection.

Keywords : epoxy – clay nanocomposites, , in – situ polymerization, tensile modulus, temperature deflection

xiv + 96 pg.; fgr.; tab.

Bibliography : 93 (1961 – 2008)



DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	xii
DAFTAR ISI	xiv
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR TABEL	xx
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Masalah Penelitian.....	6
1.3. Tujuan Penelitian.....	7
1.4. Sistematika Penulisan.....	8
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	9
2.1. Mineral <i>Clay</i>	9
2.2. Bentonit.....	16
2.3. Surfaktan.....	20
2.4. <i>Organoclay</i>	23
2.5. Polimer Termoset.....	27
2.5.1. Resin Epoxy.....	32

2.5.2.	<i>Curing Agent (Hardener)</i>	35
2.6.	Nanokomposit.....	37
2.7.1.	Polimer – <i>Clay</i> Nanokomposit.....	40
2.7.2.	Epoxy – <i>Clay</i> Nanokomposit.....	47
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN		56
3.1.	Material.....	56
3.2.	Sistematika dan Tahapan Penelitian.....	56
3.3.	Cara Kerja.....	59
3.3.1.	Preparasi Bentonit.....	59
3.3.2.	Sintesa <i>Organoclay</i> Tapanuli.....	59
3.3.3.	Preparasi <i>Organoclay</i> Tapanuli.....	59
3.3.4.	Penentuan <i>Organoclay</i> yang Akan Dipakai Untuk Sintesa Bahan Nanokomposit Clay Tapanuli.....	60
3.3.5.	Penentuan Suhu Optimum Pencampuran Epoxy dan <i>Organoclay</i> Tapanuli.....	61
3.3.6.	Sintesa Nanokomposit Epoxy – <i>Clay</i> Tapanuli.....	61
3.3.7.	Uji XRD.....	62
3.3.8.	Uji Tarik.....	63
3.3.9.	Uji HDT.....	63
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN		65
4.1.	Hasil penentuan <i>organoclay</i> Tapanuli yang akan digunakan.....	65

4.2.	Hasil Penentuan Suhu Optimum Pencampuran Epoxy dan <i>Organoclay</i> Tapanuli.....	68
4.3.	Hasil Uji XRD.....	70
4.4.	Hasil Uji Tarik.....	73
4.5.	Hasil Uji HDT.....	82
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....		84
5.1.	Kesimpulan.....	84
5.2.	Saran.....	85
DAFTAR PUSTAKA.....		87

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Diagram lapisan tetrahedral.....	10
Gambar 2.2. Diagram lapisan oktahedral.....	10
Gambar 2.3. Struktur <i>kaolinite</i>	12
Gambar 2.4. Struktur <i>smectite</i>	13
Gambar 2.5. Struktur <i>illite</i>	14
Gambar 2.6. Struktur dioktahedral dan trioktahedral.....	16
Gambar 2.7. Struktur <i>montmorillonite</i>	19
Gambar 2.8. Model surfaktan.....	21
Gambar 2.9. Interaksi gugus hidrofilik dan hidrofobik dengan air.....	21
Gambar 2.10. Struktur Polimer.....	29
Gambar 2.11. Skematik proses <i>curing</i> pada polimer termoset.....	31
Gambar 2.12. Perkembangan sifat mekanik dan rheologi selama pembentukan jaringan.....	32
Gambar 2.13. Struktur gugus <i>epoxide</i>	32
Gambar 2.14. Struktur DGEBA.....	33
Gambar 2.15. Struktur resin epoxy novolac.....	34
Gambar 2.16. Proses <i>curing</i> pada resin epoxy dengan <i>hardener</i>	36
Gambar 2.17. Ilustrasi pembuatan nanokomposit dengan metode <i>solution induced intercalation</i>	42
Gambar 2.18. Ilustrasi pembuatan nanokomposit dengan metode	

polimerisasi <i>in-situ</i>	43
Gambar 2.19. Ilustrasi pembuatan nanokomposit dengan metode proses pada fasa leleh (<i>melt processing</i>).....	44
Gambar 2.20. Tipe PLSNs.....	45
Gambar 2.21. Karakterisasi tensile pada neat PP/f-mmt dan filled PP/2C18-mmt.....	46
Gambar 2.22. Pola difraksi XRD untuk RFC, epoxy murni dan epoxy/RFC Nanokomposit.....	50
Gambar 2.23. Karakterisasi SAXRD terhadap nanokomposit dengan kandungan <i>clay</i> yang bervariasi.....	51
Gambar 2.24. Kurva stress – strain pada epoxy – <i>clay</i> nanokomposit.....	51
Gambar 2.25. Pengaruh penambahan <i>clay</i> terhadap sifat mekanik Nanokomposit.....	52
Gambar 2.26. <i>Strain at break</i> akibat penambahan <i>nanoclay</i>	54
Gambar 2.27. Difraktogram nanokomposit epoxy – <i>organoclay</i> – <i>Versamid 125</i>	55
Gambar 2.28. <i>Tensile modulus</i> nanokomposit epoxy – <i>organoclay</i> – <i>Versamid 125</i>	55
Gambar 3.1. Tahapan sintesa <i>organoclay</i> Tapanuli.....	57
Gambar 3.2. Tahapan penelitian epoxy – <i>clay</i> Tapanuli.....	58
Gambar 3.3. BRUKER AXS D4 ENDEAVOR.....	60

Gambar 3.4. INSTRON 4206.....	63
Gambar 3.5. Instrumen tes HDT.....	64
Gambar 4.1. Difraktogram <i>clay</i> alam Tapanuli vs <i>organoclay</i> Tapanuli metode hidrotermal vs <i>organoclay</i> Tapanuli metode ultasonik.....	65
Gambar 4.2. Difraktogram suhu pencampuran nanokomposit epoxy – <i>organoclay</i> Tapanuli.....	69
Gambar 4.3. Difraktogram nanokomposit epoxy – <i>organoclay</i> Tapanuli – <i>Versamid 125</i>	71
Gambar 4.4. <i>Tensile modulus</i> pada nanokomposit epoxy – <i>clay</i> Tapanuli dengan variasi kandungan <i>clay</i>	75
Gambar 4.5. Kurva <i>stress – strain</i> 0 wt% <i>organoclay</i> – TU.....	76
Gambar 4.6. Kurva <i>stress – strain</i> 1 wt% <i>organoclay</i> – TU.....	77
Gambar 4.7. Kurva <i>stress – strain</i> 5 wt% <i>organoclay</i> – TU.....	78
Gambar 4.5. <i>Tensile strength</i> pada nanokomposit epoxy – <i>clay</i> Tapanuli dengan variasi kandungan <i>clay</i>	80
Gambar 4.6. <i>Elongation at break</i> pada nanokomposit epoxy – <i>clay</i> Tapanuli dengan variasi kandungan <i>clay</i>	81
Gambar 4.7. Suhu defleksi karena beban pada nanokomposit epoxy – <i>clay</i> Tapanuli dengan variasi kandungan <i>clay</i>	82

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Jarak <i>Basal Spacing Organoclay</i>	27
Tabel 2.2. <i>Heat Deflection Temperatures (HDT)</i> pada nanokomposit PP/mmt.....	46
Tabel 2.3. Perbandingan sifat mekanik dan HDT pada polimer nylon 6 dengan Cloisite [®] Nanokomposit.....	47
Tabel 4.1. Nilai $2\theta_{(001)}$ dan basal spacing pada <i>clay</i> alam Tapanuli, organoclay TH, dan TU.....	66

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Nanoteknologi telah membangkitkan perhatian yang sangat besar dari para ilmuwan di seluruh dunia, dan saat ini merupakan bidang riset yang paling bergairah. Nanoteknologi merupakan ilmu dan rekayasa dalam penciptaan material, struktur fungsional, maupun piranti ke dalam skala nanometer.

Bidang material nanokomposit akhir-akhir ini mendapatkan perhatian serius dari para ilmuwan. Berbagai penelitian yang dilakukan dengan sangat cermat terus menerus dilakukan. Penelitian yang dilakukan berdasarkan pemikiran/ide yang sangat sederhana, yaitu menyusun sebuah material yang terdiri atas blok-blok partikel homogen dengan ukuran nanometer. Ternyata hasil penelitian tersebut sungguh mengejutkan. Sebuah material baru lahir dengan sifat-sifat fisis yang jauh lebih baik dari material penyusunnya. Hal ini memicu perkembangan material nanokomposit di segala bidang dengan memanfaatkan ide sederhana tersebut [1].

Komposit adalah kombinasi dari satu atau lebih material yang tidak saling bereaksi dengan tujuan untuk menghasilkan sifat lebih baik dari material penyusunnya. Komposit dihasilkan dari pencampuran dalam sejumlah fase yang berbeda. Pencampuran ini dapat menghasilkan sifat baru yang tidak ditemui pada masing-masing material penyusunnya [1]. Beberapa material komposit terdiri dari

dua fasa, yaitu fasa matriks dan fasa terdispersi. Sifat yang dihasilkan komposit akan bergantung pada sifat, jumlah dan geometri dari fase terdispersi [2].

Nanokomposit dibuat dengan menyisipkan nanopartikel (*nano filler*) ke dalam sebuah material makroskopik (matriks). Nanopartikel yang biasa digunakan dalam nanokomposit diantaranya adalah *clay*, logam, CNT (*Carbon Nano Tube*). Sedangkan matriks yang biasa digunakan berupa matriks polimer, logam, dan keramik [1,2].

Nanokomposit berbasis *polimer* memiliki banyak keunggulan dibandingkan material komposit konvensional, makro maupun mikro. Keunggulannya antara lain meningkatkan sifat elektrik, konduktivitas termal, sifat mekanik dan resistensi terhadap suhu tinggi [3,4]. Semua keunggulan ini tergantung pada struktur dan sifat, serta komposisi penyusun material nanokomposit [2]. Bahan nanokomposit berbasis polimer dengan *nano filler* tanah lempung (*organoclay*) atau yang lebih dikenal dengan istilah *polymer layered silicate nanocomposite* (PLSNs) merupakan salah satu alternatif dalam pengembangan bahan baru. PLSNs membutuhkan hanya sedikit tanah lempung sebagai *filler* untuk menghasilkan kekuatan yang sama dengan komposit polimer konvensional [5]. Penggunaan *clay* sebagai *nano filler* tentu akan meningkatkan nilai tambah *clay* sebagai hasil tambang lempung sehingga akan meningkatkan keuntungan bagi negara pengekspor.

Indonesia merupakan salah satu negara pengekspor bahan alam lempung (bentonit) yang cukup diperhitungkan di dunia. Cadangan bentonit Indonesia berjumlah sekitar 380 juta ton yang tersebar di beberapa pulau terutama Jawa dan Sumatra [6].

Pembuatan *organoclay* merupakan tahap awal dalam pengembangan bahan nanokomposit. *Clay*, dalam keadaan alaminya bersifat hidrofilik dan *immiscible* di dalam larutan organik. Sedangkan polimer merupakan hidrofobik. Untuk membuat keduanya *compatible*, polaritas *clay* harus dimodifikasi agar lebih bersifat “*organic*” sehingga dapat berinteraksi baik dengan polimer [7,8]. Salah satu cara untuk memodifikasi *clay* adalah dengan pertukaran kation anorganik pada permukaan *clay* dengan kation organik yaitu amina kuartener [9]. Amina kuartener merupakan suatu surfaktan yang mengandung ion nitrogen. Amina yang biasa digunakan mempunyai panjang rantai karbon 12-18 atom karbon [10].

Salah satu jenis *clay* yang banyak dipelajari adalah bentonit yang sebagian besar mengandung mineral montmorillonite. Jika montmorillonite menyerap air atau molekul organik lain, maka *montmorillonite* cenderung akan mengembang beberapa kali dari volume awal. Adanya interkalasi material organik (surfaktan kationik) yang mengisi ruang antar lapisan *montmorillonite* (MMT) mengakibatkan perubahan sifat mendasar pada struktur MMT. Jarak antar lapisan akan semakin besar dan permukaan bersifat hidrofobik sehingga MMT akan mudah berinteraksi dengan polimer.

Terdapat tiga metode yang biasa digunakan untuk memperkuat polimer dengan nano *filler* untuk menghasilkan nanokomposit diantaranya : Metode proses pada fasa leleh (*melt processing*), metode polimerisasi *in-situ* dan metode interkalasi dalam larutan (*solution induced intercalated*) [11].

Polimer merupakan molekul besar yang terbentuk dari unit-unit berulang sederhana (monomer) yang dihubungkan oleh ikatan kovalen [12]. Kata polimer

berasal dari bahasa Yunani *Poly* yang berarti “banyak” dan *mer* yang berarti “bagian”. Ada tiga metode utama untuk mensintesis polimer, yaitu sintesis organik, sintesis biologi pada sel dan organisme hidup, dan modifikasi kimia. Berdasarkan efek suhu terhadap sifatnya, polimer dapat diklasifikasikan menjadi dua, yaitu termoplastik dan termoset [13].

Termoplastik, sifatnya mirip logam, meleleh jika dipanaskan dan mengeras jika didinginkan. Proses pengerasan dan pelelehan ini bisa berlangsung berulang-ulang sesuai keinginan kita. Beberapa contoh dari polimer termoplastik diantaranya nylon, polypropylene dan ABS [13].

Termoset terbentuk melalui reaksi kimia secara *in-situ*, dimana setelah resin dan *hardener* dicampur maka akan terjadi proses pengerasan (polimerisasi). Sekali terjadi pengerasan, termoset tidak dapat lagi dicairkan ataupun dibentuk kembali. Selama proses *curingnya*, termoset akan membentuk rantai molekul tiga dimensi yang disebut *cross-linking*. Semakin tinggi jumlah *cross-linkingnya* maka material tersebut akan semakin *rigid* dan stabil secara termal. Beberapa contoh dari material resin yang digunakan dalam komposit termoset diantaranya adalah epoxy, *polyester*, *vinylester*, *phenolic*, *cyanate esters*, *bismaleimides*, dan *polyimides* [14].

Beberapa resin epoxy biasanya dihasilkan dari reaksi antara epichlorohydrin dengan Bisphenol A. Hasil reaksi ini memiliki viskositas yang tinggi. Resin epoxy dapat dimodifikasi bersamaan dengan produk lainnya untuk memperbaiki sifat hasil akhir resin epoxy seperti *toughness* atau *tensileness*. Sejumlah *filler* yang ditambahkan ke dalam resin epoxy akan berpengaruh besar dalam penentuan sifat

mekanik maupun perlakuan terhadap sistem resin. Resin epoxy merupakan bagian dari dua komponen epoxy yang memerlukan *hardener* untuk menentukan sifat mekanik dan perlakuan utama pada resin epoxy. *Hardener* bukan merupakan katalis serta reaksi antara *hardener* dengan resin epoxy akan berkontribusi terhadap sifat dasar dari sistem resin epoxy yang telah dipadatkan. Sifat mekanik sistem resin epoxy seperti *tensility*, *compression*, dan *flexural properties* juga dipengaruhi oleh *hardener*. Sifat sistem resin epoxy bergantung pada karakteristik fisik dan kimia yang terdapat pada resin epoxy dan *hardener*. Karakteristik kimia resin epoxy yang mempengaruhi pemakaian *hardener* epoxy adalah tingkat viskositas, intensitas dan jenis *diluents* dan *filler* yang digunakan pada resin epoxy. Sedangkan karakteristik fisik yang mempengaruhi pemakaian *hardener* diantaranya temperatur daerah kerja, temperatur sistem resin epoxy (seperti pemanasan pada resin) dan kelembaban [15].

Karena resin epoxy dapat dimodifikasi dengan menambahkan sejumlah *filler* ke dalam sistem, maka ketika sejumlah kecil *nanoclay* ditambahkan ke dalam epoxy resin akan terjadi peningkatan sifat mekanik seperti *tensile strength*, *impact strenght* dan modulus Young.

Pada keadaan padatnya, resin epoxy biasanya bersifat *brittle* dan tidak resistan terhadap keretakan, namun jika dikombinasikan dengan *nanoclay*, maka sifat-sifat mekaniknya menjadi lebih baik. Resin epoxy sendiri memiliki beberapa aplikasi diantaranya sebagai *adhesive*, kontruksi suatu material, dan dalam industri *aircraft* [16].

Penelitian ini menitikberatkan pada pembuatan material nanokomposit dari bahan epoxy clay Tapanuli untuk mempelajari pengaruh penambahan *clay* Tapanuli terhadap resin epoxy.

1.2. Perumusan Masalah Penelitian

Penelitian bahan nanokomposit epoxy – clay Tapanuli berfokus pada karakteristik sifat mekanik dan sifat termal melalui uji tarik dan uji HDT. Serta mengidentifikasi keberhasilan sintesa bahan nanokomposit epoxy – clay Tapanuli dengan menggunakan XRD. Dalam kasus tanah lempung, *d-spacing* yang meningkat menunjukkan adanya surfaktan dan atau resin epoxy yang menempati *gallery clay*.

Studi literatur dilakukan untuk mencari materi-materi yang berhubungan dengan sifat *organoclay* yang digunakan, proses pencampuran *organoclay* yang baik dan pengujian yang dilakukan pada bahan epoxy – *clay* Tapanuli. Hal yang dilakukan pertama kali adalah mencampur *organoclay* dengan epoxy dengan takaran 1wt% *organoclay* yang dicampur dengan epoxy pada temperatur 70⁰C, 75⁰C, dan 85⁰C yang kemudian diaduk menggunakan *mixer*. Analisa data XRD merupakan langkah awal untuk dapat mengetahui apakah clay Tapanuli telah terdispersi di dalam epoxy.

Uji tarik merupakan salah satu cara untuk mengetahui sifat mekanik pada suatu material. Beberapa hasil yang dapat diperoleh dari uji tarik ini adalah : Modulus Young, *stress*, *strain*, *maximum load*, dan *deflection of maximum load* [17].

Pada penelitian ini, penambahan *clay* Tapanuli pada resin epoxy diharapkan menghasilkan nanokomposit yang memiliki sifat mekanik seperti *tensile strength* dan modulus lebih baik dibandingkan resin epoxy penyusunnya.

Sedangkan uji HDT merupakan salah satu cara untuk mengetahui sifat termal suatu material. Dari uji HDT akan diamati temperatur dimana suatu sampel polimer atau plastik akan terdeformasi di bawah beban tertentu yang diberikan kepada sampel [18].

Pada penelitian ini, penambahan *clay* Tapanuli pada resin epoxy diharapkan menghasilkan nanokomposit dengan suhu defleksi karena beban yang lebih baik dibandingkan resin epoxy penyusunnya.

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan umum dilakukan penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh penambahan *clay* Tapanuli di dalam epoxy.

Sedangkan tujuan khusus penelitian adalah :

1. Menentukan jenis organoclay Tapanuli yang akan digunakan.
2. Mempelajari pembuatan bahan nanokomposit epoxy – *clay* Tapanuli.
3. Mempelajari sifat mekanik pada bahan nanokomposit epoxy – *clay* Tapanuli melalui uji tarik (*tensile test*).
4. Mempelajari sifat termal pada bahan nanokomposit epoxy – *clay* Tapanuli melalui uji HDT.

Penelitian dilaksanakan pada bulan Januari sampai dengan bulan Mei 2008

bertempat di ;

1. Laboratorium Kimia Industri, Departemen Fisika Universitas Indonesia.
2. PT Indosemen Tunggal Prakasa, Tbk, Cibinong, Bogor.
3. Laboratorium Komposit, PT Dirgantara Indonesia, Bandung.
4. Sentra Teknologi Polimer, Puspiptek, Serpong, Tangerang.

1.4. Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan pada skripsi ini adalah sebagai berikut :

BAB I : Pendahuluan, meliputi penjabaran tentang latar belakang, tujuan, perumusan masalah penelitian, dan sistematika penulisan karya tulis.

BAB II : Tinjauan Pustaka, meliputi penjabaran teori dasar penelitian, yaitu tentang mineral clay, bentonit, surfaktan, organoclay, kapasitas pertukaran kation (KTK), polimer termoset yang meliputi resin epoxy dan *curing agent* serta nanokomposit yang meliputi polimer – *clay* nanokomposit dan epoxy – *clay* nanokomposit.

BAB III : Bahan dan Cara Kerja, meliputi penjabaran tahap-tahap yang dilakukan dalam sintesa bahan nanokompost epoxy – *clay* Tapanuli.

BAB IV : Hasil dan Pembahasan, meliputi penjabaran hasil dan analisa untuk uji tarik, uji HDT dan uji XRD terhadap bahan nanokomposit epoxy – *clay* Tapanuli.

BAB V : Penutup, berisi kesimpulan dan saran terhadap penelitian yang telah dilakukan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Mineral Clay

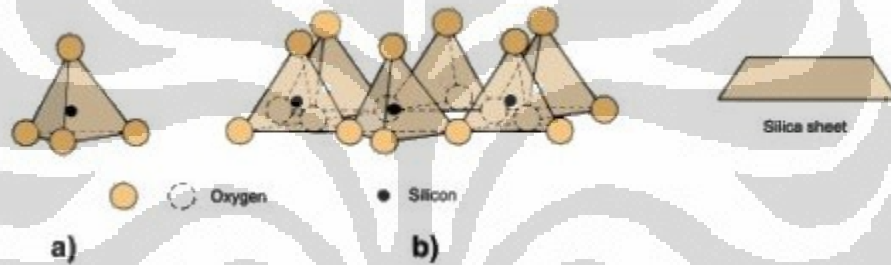
Menurut ahli mineralogi, mineral *clay* adalah mineral silikat berlapis (pilosilikat) atau mineral lain yang bersifat liat (*plasticity*) dan mengalami pengerasan saat dipanaskan atau dalam keadaan kering [19].

Mineral *clay* merupakan kelompok mineral penting karena kebanyakan mineral *clay* merupakan hasil pelapukan kimiawi. Mineral *clay* juga merupakan unsur utama tanah (*soil*) dan penyusun batuan sedimen. Mineral *clay* menyusun hampir 40% mineral pada batuan sedimen.

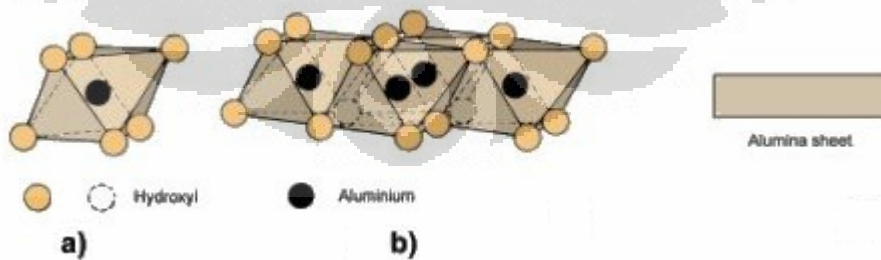
Istilah *clay* digunakan di Amerika Serikat dan *International Society of Soil Science* untuk menyatakan suatu batuan atau partikel mineral yang terdapat pada tanah (*soil*) dengan diameter kurang dari 0.002 mm. Sedangkan menurut sedimentologis, partikel *clay* berukuran kurang dari 0.004 mm [19].

Struktur dasar kristal pada mineral *clay* terdiri atas satu atau dua lapisan silikon dioksida dengan satu lembaran aluminium oksida atau magnesium oksida. Di dalam lapisan silika, unit dasarnya adalah silika tetrahedron. Pada struktur silika tetrahedron, atom silikon terikat pada 4 atom oksigen. Jika tiap tetrahedron membagi 3 dari 4 oksigen lain maka akan terbentuk struktur heksagonal yang disebut lapisan tetrahedral seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 [20].

Unit dasar alumina atau magnesium adalah oktahedron. Oktahedron ini dibentuk oleh aluminium atau magnesium dan ion *hidroksida*. Atom aluminium atau magnesium terikat pada 6 atom oksigen. Tiap oktahedron membagi seluruh 6 atom oksigennya untuk membentuk struktur heksagonal yang disebut lapisan oktahedral seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Dalam lapisan ini bisa terdapat atom aluminium saja, magnesium saja, atau keduanya [20].



Gambar 2.1. Diagram; (a). tetrahedron tunggal, dan (b). struktur lapisan tetrahedral [21]



Gambar 2.2. Diagram; (a). Oktahedron tunggal, dan (b). Struktur lapisan oktahedral

[21]

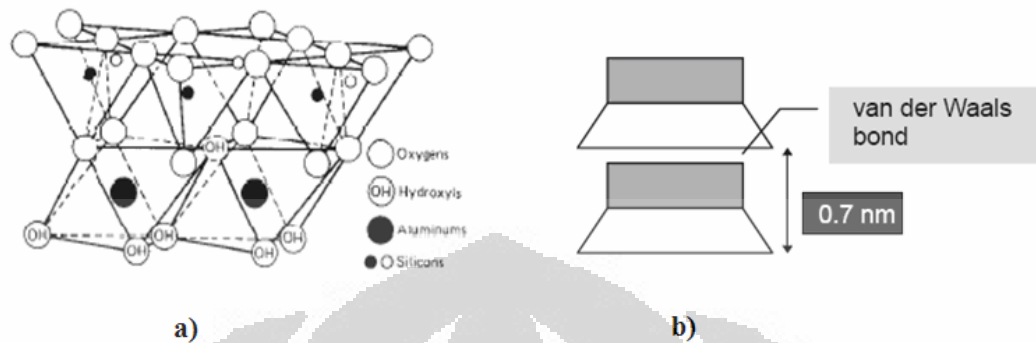
Berdasarkan struktur dan komposisi kimianya, mineral *clay* digolongkan menjadi tiga kelompok utama [20,22], yaitu :

1. *Kandite*

Kandite merupakan *clay* yang memiliki struktur dua lembar lapisan T-O, satu lapisan silika tetrahedral dan satu lapisan alumina oktahedral. Lapisan oktahedral *kandite* menyerupai struktur pada *gibbsite*. Karena lapisan tidak bermuatan (*neutral*) maka ikatan diantara lapisan merupakan ikatan Van der Waals lemah. Jenis yang paling umum untuk kelompok *kandite* adalah *kaolinite* yang memiliki formula kimia $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ dan struktur seperti pada gambar 2.3. Beberapa jenis kelompok *kandite* lainnya dengan struktur yang sama diantaranya adalah *Anauxite*, *Dickite*, dan *Nacrite*.

Kaolinite terbentuk melalui proses pelapukan atau alterasi hidrotermal mineral aluminosilikat. Karena itu, batuan yang kaya akan feldspar biasanya akan mengalami pelapukan menjadi *kaolinite*. Untuk pembentukan *kaolinite*, maka pada proses pelapukan atau alterasinya harus bersih dari ion-ion seperti ion Na, K, Ca, Mg dan Fe. Proses pelepasan ion-ion tersebut dilakukan pada kondisi asam (pH rendah). Sumber pembentuk *kaolinit* yang paling umum adalah batuan granitic, karena batuan granitic kaya akan feldspar.

Karena *kaolinite* tidak dapat menyerap air, maka *kaolinite* tidak dapat mengembang ketika kontak dengan air. Karena alasan inilah, maka *kaolinite* merupakan tipe *clay* yang biasa digunakan dalam industri keramik.



Gambar 2.3. Struktur *kaolinite* [22]

2. *Smectite*

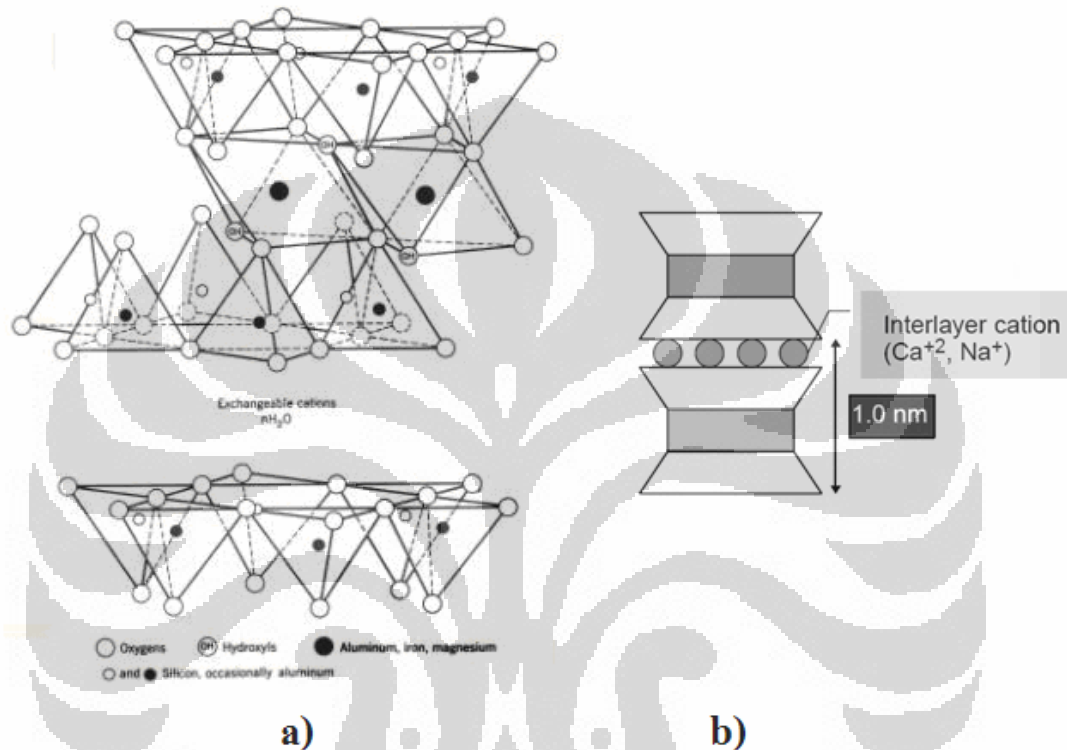
Smectite merupakan *clay* yang memiliki struktur T-O-T, satu lapisan alumina silikat yang diapit diantara dua lapisan silika tetrahedral seperti pada Gambar 2.4. Kerangka dasar *smectite* mirip dengan *pyrophyllite*, namun terdapat sejumlah Mg dan Fe yang tersubstitusi ke dalam lapisan oktahedral. Oleh karena itu, *smectite* dapat berupa dioktahedral maupun trioktahedral.

Aspek terpenting *smectite* adalah kemampuan molekul H₂O terabsorpsi di antara lembaran T-O-T sehingga menyebabkan volume mineral meningkat ketika terjadi kontak dengan air. Oleh karena itu, *smectite* dikenal sebagai *expanding clays*.

Contoh umum dari kelompok *smectite* adalah *Montmorillonite* dengan formula kimia $(1/2 \text{ Ca,Na})(\text{Al, Mg, Fe})_4(\text{Si, Al})_8\text{O}_{20}(\text{OH})_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

Montmorillonite merupakan komponen utama bentonit, yang terbentuk akibat pelapukan abu vulkanik. *Montmorillonite* mampu mengembang hingga beberapa kali volume awalnya ketika melakukan kontak dengan air.

Anggota lain dari kelompok *smectite* diantaranya adalah *Beidellite*, *Hectorite*, *Nontronite*, *Sauconite* dan *Saponite*.



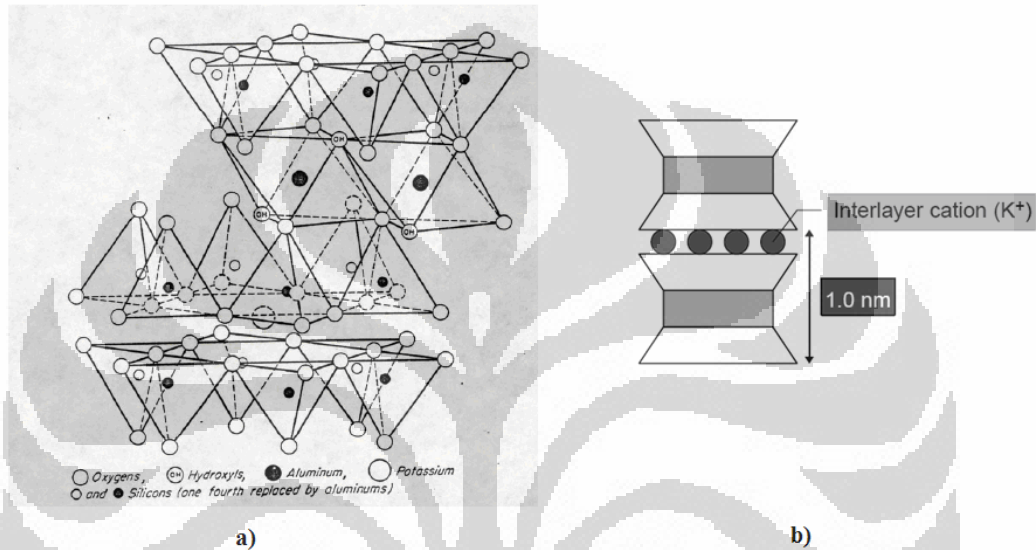
Gambar 2.4. Struktur *smectite* [22]

3. *Illite*

Illite clay memiliki struktur yang mirip dengan *Muscovite* namun telah mengalami defisiensi alkali dengan sedikit substitusi Al pada tetrahedral Si seperti pada Gambar 2.5. Formula umum untuk *illite* yaitu $K_yAl_4(Si_{8-y}, Al_y)O_{20}(OH)_4$.

Dengan nilai y biasanya berkisar antara $1 < y < 1.5$ tapi akan selalu nilai $y < 2$. Kation *interlayer* K, Ca atau Mg melindungi *clay* dari masuknya H₂O ke dalam struktur.

Oleh karena itu, *illite* dikenal sebagai *non-expanding clays*. *Illite* terbentuk dari pelapukan batuan yang kaya akan K atau Al dibawah kondisi pH tinggi. Oleh karena itu, sebagian besar *illite* terbentuk dari alterasi mineral seperti *muscovite* dan feldspar.



Gambar 2.5. Struktur *illite* [22,23]

Berdasarkan susunan lapisan tetrahedral dan oktahedral yang membentuknya, *clay* dapat diklasifikasikan menjadi dua kelompok [24,25], yaitu :

1. *Clay* 1:1

Clay ini terdiri dari satu lapisan tetrahedral dan satu lapisan oktahedral. Yang termasuk dalam kelompok ini adalah kaolinit.

2. *Clay* 2:1

Clay ini terdiri dari dua lapisan tetrahedral dan satu lapisan oktahedral. Kedua lapisan tetrahedral mengapit lapisan oktahedral. Yang termasuk dalam kelompok ini adalah smektit.

Lapisan tetrahedral dan oktahedral ini bersama-sama membentuk suatu lapisan yang masing-masing lapisannya berikatan melalui gaya Van der Waals, gaya elektrostatis serta ikatan hidrogen. Antara lapisan satu dengan lapisan lainnya memiliki ruang (*interlayer*) atau *gallery* yang dapat ditempati oleh sejumlah kation, molekul air, maupun molekul lainnya [25].

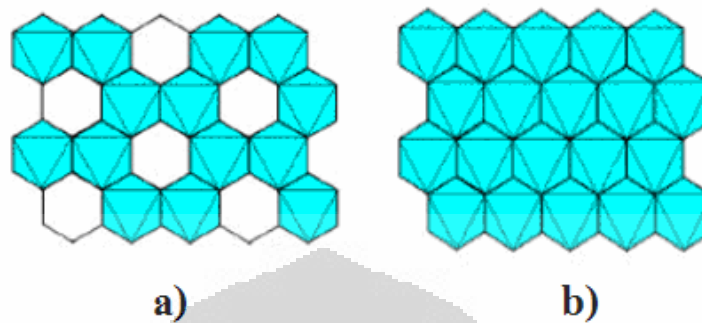
Berdasarkan jenis dan jumlah kation yang mengisi lembaran oktahedral, clay dapat diklasifikasikan menjadi dua kelompok [25,26], yaitu :

1. *Clay* dioktahedral

Pada lapisan oktahedral, hanya dua dari tiga posisi kation yang terisi, sedangkan posisi ketiga kosong. Ion O^{2-} atau OH^- dikelilingi oleh dua atom trivalen seperti pada Gambar 2.6. (a). Lapisan oktahedral dikenal sebagai *Gibbsite* ($Al_2(OH)_6$).

2. *Clay* trioktahedral

Pada lapisan oktahedral, ketiga posisi kation terisi. Ion O^{2-} atau OH^- dikelilingi oleh tiga atom divalen seperti pada Gambar 2.6. (b). Lapisan oktahedral dikenal sebagai lembaran *Brucite* ($Mg_3(OH)_6$).



Gambar 2.6. Struktur : a) dioktahedral dan b) trioktahedral [27]

2.2. Bentonit

Lempung bentonit pertama kali ditemukan secara tidak sengaja oleh Emile Pascal pada tahun 1830 di Big Horn Montain, Wyoming, Amerika Serikat [28]. Penemuan lain yang menyebutkan *montmorillonite* pertama kali ditemukan sekitar tahun 1847 di Montmorillon di Poitou-Charentes, daerah selatan Loire Valley. Nama bentonit pertama kali digunakan oleh seorang geolog Amerika setelah penemuannya sekitar tahun 1890 di daerah anak sungai Montana's Rock [28].

Bentonit merupakan mineral *clay* yang dihasilkan dari hasil pelapukan dan reaksi hidrotermal batuan lava (vulkanik) [29]. Sebagian besar bentonit merupakan mineral smektit, biasanya *montmorillonite*. Selain *montmorillonite*, bentonit juga mengandung mineral pengotor lain, seperti kuarsa, *illite*, kristobalit, feldspar, kalsit, gipsum, kaolinit dan plagioklas [30].

Terdapat beberapa tipe bentonit yang penamaannya berdasarkan pada unsur-unsur dominan penyusunnya, seperti K, Na, Ca, dan Al. Yang pertama adalah tipe

swelling atau *sodium bentonite* (Na-bentonit) yang lebih banyak kandungan Na^+ pada interlayernya. Na-bentonit disebut *swelling bentonite* karena jika didispersikan ke dalam air, maka bentonit akan mengembang hingga delapan kali volume awal dan akan terdispersikan cukup lama sehingga sulit untuk disedimentasi. Karena kemampuan mengembangnya, maka sodium bentonit dapat digunakan sebagai *sealant*, khususnya untuk menutup sistem pembuangan subsurface untuk bahan bakar nuklir dan untuk mengkarantina logam pengotor pada air bawah tanah [28]. Selain itu, karena sifat koloidnya yang sangat baik, Na-bentonit juga terkadang digunakan dalam lumpur bor pada sumur minyak dan gas. Na-bentonit banyak terdapat di Wyoming, Montana, dan Dakota Selatan [31].

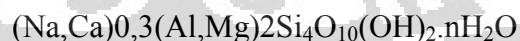
Tipe bentonit lainnya adalah *non-swelling* atau *calcium bentonite* yang lebih banyak kandungan Ca^{2+} pada interlayernya. Ca-bentonit biasa digunakan sebagai bahan pemucat warna, penjernih minyak goreng, serta bahan perekat pasir cetak. Dengan penambahan zat kimia pada kondisi tertentu, Ca-bentonit dapat dimanfaatkan sebagai bahan lumpur bor setelah melalui pertukaran ion, sehingga terjadi perubahan menjadi Na-bentonit dan diharapkan terjadi peningkatan sifat reologi dari suspensi mineral tersebut agar mencapai persyaratan sebagai bahan lumpur sesuai dengan spesifikasi standar [32]. Ca-bentonit banyak ditemukan di daerah Texas dan Missisipi, Amerika Utara.

Endapan bentonit di Indonesia tersebar di Pulau Jawa, Pulau Sumatra, serta sebagian Pulau Kalimantan dan Pulau Sulawesi. Umumnya bentonit yang ada di Indonesia merupakan Ca-bentonit. Beberapa lokasi yang sedang di eksploitasi, di

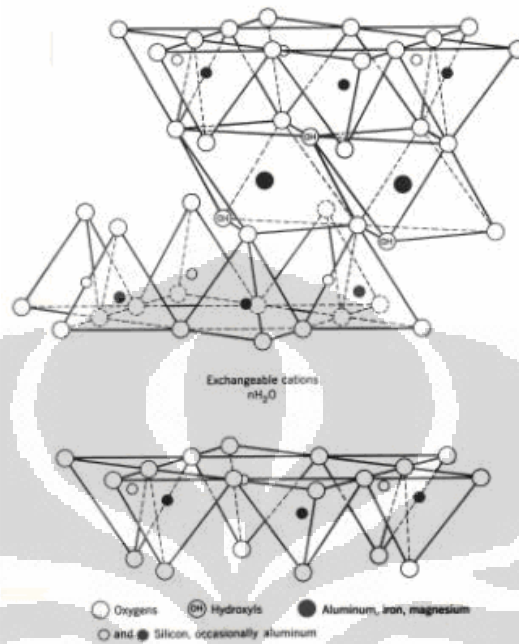
antaranya Tasikmalaya, Leuwiliang, serta Nanggulan. Indikasi endapan Na-bentonit di Indonesia terdapat di Pangkalan Brandan, Sorolangun-Bangko, dan Boyolali [32]. Potensi adanya bentonit juga terdapat di Kabupaten Tapanuli Selatan yang tersebar di kecamatan Sipirok, Desa Hasahatan Dolok, Gaduh, Sijuk dan Liang [33].

Montmorillonite merupakan salah satu mineral pengotor yang terdapat pada bentonit. *Montmorillonite* menyusun sekitar 60 sampai 85% di dalam bentonit. *Montmorillonite* termasuk dalam kelompok *clay* 2 : 1. Struktur kristal *montmorillonite* terbentuk oleh dua lapisan tetrahedral silika yang digabungkan dengan lapisan oktahedral dari aluminium atau magnesium hidroksida yang ditunjukkan pada Gambar 2.7.

Montmorillonite memiliki kemampuan mengembang (*swelling*) yang tinggi sehingga molekul air atau molekul polar lainnya dapat masuk ke dalam *gallery* yang akan menyebabkan terjadinya ekspansi yang bersifat reversibel [34]. Formula umum untuk *montmorillonite*, yaitu ;



Unsur penyusun *montmorillonite* terdiri dari 0.84% Na; 0.73%Ca; 9.83% Al; 20.46% Si; 4.04% H; dan 64.11% O. Sedangkan dalam bentuk oksidanya, *montmorillonite* terdiri dari 1.13%Na₂O; 1.02% CaO; 18.57% Al₂O₃; 43.77% SiO₂; serta 36.09% H₂O [35].



Gambar 2.7. Struktur *montmorillonite* [36]

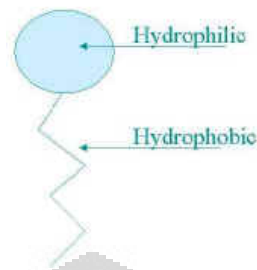
Substitusi isomorfik merupakan penggantian kation valensi tinggi oleh kation yang bervalensi rendah dari luar. Substitusi ini terjadi jika jari-jari kation tidak banyak berbeda. Adanya substitusi isomorfik ion Si^{4+} oleh ion Al^{3+} atau ion Fe^{3+} pada kerangka tetrahedral maupun ion Al^{3+} oleh ion Mg^{2+} , Fe^{2+} , Li^+ , Ni^{2+} , atau Cu^{2+} pada kerangka oktahedral menyebabkan penurunan muatan. Muatan negatif pada lapisan diimbangi oleh adsorpsi kation Na^+ , K^+ , Cs^+ , maupun Ca^{2+} pada *interlayer* [37].

Substitusi isomorfik *montmorillonite* terjadi pada kerangka oktahedral. Pada kerangka oktahedral *montmorillonite*, terjadi penggantian satu dari setiap enam kation Al^{3+} oleh kation Mg^{2+} . Sementara pada kerangka tetrahedral, 15% kation Si^{4+} digantikan oleh kation Al^{3+} .

Montmorillonite memiliki kapasitas pertukaran kation sekitar 80 sampai 150 miliekuivalen per 100 gram *montmorillonite*. *Basal spacing* (d) *montmorillonite* berkisar antara 9.6 sampai 21 Å, bergantung pada ukuran kation penyeimbang dan kemampuan hidrasi kation. Ikatan Van der Waals bekerja untuk mempertahankan struktur *interlayer* [38].

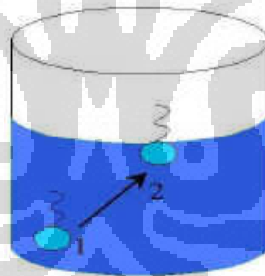
2.3. Surfaktan

Surfaktan atau zat aktif permukaan merupakan molekul organik yang terdiri dari gugus liofilik (suka pelarut) dan gugus liofobik (tidak suka pelarut). Jika pelarutnya adalah air maka kedua gugus tersebut disebut sebagai hidrofilik dan hidrofobik. Model surfaktan terdiri atas dua bagian, yaitu kepala dan ekor yang menunjukkan sifat yang berbeda. Bagian kepala bersifat hidrofilik (suka air) dan bagian ekor bersifat hidrofobik (tidak suka air). Bagian hidrofilik surfaktan merupakan ion logam atau senyawaan logam, sedangkan bagian hidrofobik surfaktan merupakan rantai hidrokarbon alkil atau alkilaril. Karena surfaktan terbentuk dari dua bagian yang memiliki kecenderungan yang berbeda itulah maka surfaktan dapat dikatakan memiliki kepribadian ganda. Model surfaktan ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Model surfaktan [39]

Jika surfaktan berinteraksi di dalam air, maka gugus ekornya akan muncul ke permukaan. Bagian kepala dari surfaktan akan tenggelam di bawah permukaan air dan bagian ekor surfaktan akan keluar dari permukaan air seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9. Interaksi gugus hidrofilik dan hidrofobik dengan air [39]

Surfaktan dengan konsentrasi rendah bertindak sebagai adsorben pada permukaan maupun pada batas antar muka dalam sistem. Surfaktan merupakan *emulsion agent* yang biasa ditemukan pada sabun dan detergen [39], serta bertindak sebagai *wetting agent* yang dapat menurunkan tegangan permukaan cairan,

mempermudah proses penyebaran cairan pada permukaan, dan menurunkan tegangan antar muka dua cairan [40,41].

Surfaktan dapat dikelompokkan berdasarkan muatan pada gugus hidrofiliknya [42], antara lain ;

1. Surfaktan non-ionik

Surfaktan non-ionik memiliki gugus hidrofilik yang tidak bermuatan di dalam larutan. Umumnya surfaktan non-ionik merupakan senyawa alkohol. Contoh surfaktan non-ionik adalah eter alkohol.

2. Surfaktan kationik

Surfaktan kationik memiliki gugus hidrofilik yang bermuatan positif di dalam larutan. Umumnya surfaktan kationik merupakan senyawa amonium kuartener (NR_4^+). Contoh surfaktan kationik adalah heksadesiltrimetil amonium bromida ($\text{HDTMA}^+\text{Br}^-$) $\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{N}^+(\text{CH}_3)_3\text{Br}^-$ dan oktadesiltrometil amonium bromida (OTMABr) $\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}^+(\text{CH}_3)_3\text{Br}^-$.

3. Surfaktan anionik

Surfaktan anionik memiliki gugus hidrofilik yang bermuatan negatif di dalam larutan. Surfaktan anionik mengandung gugus sulfat, sulfonat, atau karbositat. Contoh surfaktan anionik diantaranya adalah *alkyl sulphates*, *alkyl ethoxylate sulphate* dan sabun.

4. Surfaktan zwitter ionik (amfoter)

Surfaktan zwitter ionik memiliki gugus hidrofilik yang dapat bermuatan positif (kationik), negatif (anionik) maupun tidak bermuatan (non-ionik) di dalam larutan,

bergantung pada pH larutan. Umumnya surfaktan zwitter ionik merupakan senyawa betain dan asam amino. Contoh surfaktan zwitter ionik adalah *alkyl betaine*.

2.4. *Organoclay*

Secara alamiahnya, *clay* bersifat hidrofilik dan *immiscible* di dalam larutan organik. Karena itu, perlu untuk mengubah sifat hidrofilik *clay* menjadi organofilik. Proses yang umum digunakan adalah dengan mengikat rantai hidrokarbon (surfaktan) pada permukaan lapisan *clay* sehingga memungkinkan *clay* bercampur dengan larutan organik. *Clay* yang organofilik dapat diperoleh dari *clay* hidrofilik melalui pertukaran ion dengan kation organik seperti ion *alkylammonium*. Sebagai contoh, di dalam *montmorillonite*, ion sodium yang terkandung dalam *clay* dapat dipertukarkan dengan *amino acid* seperti *12-aminododecanoic acid* (ADA) [43], dengan reaksi sebagai berikut :



Dalam mineralogi, Kapasitas Pertukaran Kation (KTK) atau *Cation Exchange Capacity* (CEC) didefinisikan sebagai kapasitas suatu tanah mengalami pertukaran ion bermuatan positif (kation) dengan kation lain dalam larutan [44]. Atau KTK dapat pula didefinisikan sebagai tingkat kemampuan suatu mineral liat untuk dapat menyerap dan melakukan pertukaran kation. Partikel tanah dan material organik memiliki muatan negatif pada permukaannya. Mineral kation dapat mengabsorpsi muatan negatif permukaan atau partikel organik dan inorganik dari tanah [45].

Nilai KTK dinyatakan dalam jumlah miliekuivalen ion (mek) per 100 gram mineral liat. Parameter ini digunakan untuk mengetahui kesuburan tanah dan kemampuan untuk melindungi air bawah tanah dari kontaminasi kation anorganik lainnya [44]. Tinggi rendahnya nilai KTK bergantung pada tekstur tanah dan kandungan material organik di dalamnya. Secara umum, kebanyakan jenis *clay* dan material organik di dalam tanah memiliki nilai KTK yang tinggi. Tipe *clay* yang berbeda memiliki nilai KTK yang beragam. Smektit memiliki nilai KTK tertinggi yaitu sekitar 80 – 100 mek/100 gr, kemudian illite berkisar antara 15 – 40 mek/100gr, dan *clay* kaolinite memiliki nilai KTK diantara 3 – 15 mek/100 gr [45].

Nilai KTK juga dipengaruhi oleh kondisi pH tanah. Beberapa jenis mineral tanah menunjukkan peningkatan nilai KTK seiring dengan meningkatnya pH tanah [45].

Penentuan kapasitas pertukaran kation suatu mineral tanah dapat dilakukan dengan berbagai metode. Salah satunya dengan metode yang sering digunakan adalah menjenuhkan mineral tanah dengan ion NH_4^+ . Jumlah ion amonium yang teradsorpsi dapat ditentukan dengan metode Kjeldahl. Metode ini dikembangkan oleh Hofmann dan Giese pada tahun 1939 [46].

Metode lainnya dilakukan dengan menjenuhkan mineral tanah pada salah satu jenis kation. Pencucian dengan air destalasi dilakukan untuk menghilangkan kelebihan garamnya. Kation tersebut kembali digantikan melalui penjenuhan dengan kation lainnya. Larutan dikumpulkan dan ditentukan kandungan kation yang tergantikan. Metode tersebut dikembangkan oleh Mechlich pada tahun 1948 [46].

Penentuan KTK dengan surfaktan kationik merupakan metode baru yang dikembangkan oleh Kloppenburg (1997) serta Janek dan Lagaly (2003). Prinsipnya adalah sama seperti pertukaran oleh kation pada umumnya. Metode ini memiliki kelemahan, yaitu surfaktan berlebih dapat menempel pada permukaan mineral tanah melalui mekanisme adsorpsi, sehingga hasil yang diperoleh kurang akurat [46].

Studi mengenai KTK juga telah dikembangkan oleh Yunfei Xi dkk (2004) untuk mempelajari perilaku termal dan perubahan jarak ruang antar lapisan organoclay. Diperoleh hasil bahwa pada konsentrasi 0.4 KTK penyusunan surfaktan oktadesiltrimetilamonium bromida merupakan bentuk *monolayer* sementara pada konsentrasi 0.8 KTK terbentuk *lateral-bilayer* [47].

Studi lainnya dilakukan oleh Jonghyun Park dkk tentang eksfoliasi di dalam resin epoxy yang terjadi pada *clay* komersial yang telah di treatment dengan *n-hexadecyl ammonium chloride* yang berfungsi sebagai agen pertukaran kation. Diperoleh hasil bahwa ketika *clay* dilakukan *treatment* dengan *n-hexadecyl ammonium chloride*, nilai KTK adalah sebesar 129 mek ion ammonium per 100 gr *clay*. Nilai ini telah melebihi nilai maksimum KTK *clay* yaitu 92 mek/100 gr *clay*. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat sejumlah *n-hexadecyl ammonium chloride* yang terserap ke dalam permukaan *clay* [48].

Clay yang telah dimodifikasi oleh molekul organik disebut sebagai *organoclay*. *Organoclay* dapat disintesa melalui modifikasi bentonit oleh amina kuartener. Amina kuartener yang digunakan umumnya surfaktan yang mengandung ion nitrogen. Ion nitrogen pada amina kuartener bermuatan positif, sehingga mampu

menggantikan ion natrium maupun ion kalsium pada interlayer *clay*. Amina yang digunakan umumnya memiliki rantai karbon panjang (12 sampai 18 atom karbon). Interkalasi surfaktan kationik dapat meningkatkan *basal spacing clay*. Meningkatnya *d-spacing* ini dapat terlihat dari data XRD. Beberapa studi menunjukkan bahwa *d-spacing organoclay* bergantung pada panjang rantai alkil dan rapatannya pengemasan surfaktan dalam *gallery clay*.

Hendrik Heinz dkk (2006) menyatakan bahwa gugus kepala (*head group*) molekul organik yang menginterkalasi *montmorillonite* turut mempengaruhi dinamika dan penyusunan rantai pada ruang antar lapisan. Pada proses tersebut terjadi interaksi organik-anorganik. Gugus R-NH^{3+} membentuk ikatan hidrogen dengan oksigen silikat dengan jarak rata-rata 150 pm, sementara gugus amina kuartener, $\text{R-N(CH}_3\text{)}^{3+}$ tidak membentuk ikatan hidrogen dan sebagai implikasinya $\text{R-N(CH}_3\text{)}^{3+}$ memiliki mobilitas yang tinggi dibandingkan R-NH^{3+} [49].

Studi mengenai *organoclay* juga telah dilakukan oleh Irwansyah (2007) dengan membuat *organoclay* dari bentonit alam Tapanuli yang sebelumnya telah mengalami proses fraksinasi dan purifikasi karbonat dengan menggunakan surfaktan kationik heksadesiltrimetilamonium bromida dengan melakukan variasi konsentrasi surfaktan, yaitu 0.5 ; 1.0 ; dan 2.0 kali kapasitas tukar kation. *Organoclay* yang berasal dari bentonit alam ini kemudian dibandingkan dengan bentonit komersial yang juga disintesa dengan menggunakan surfaktan yang sama dengan variasi konsentrasi surfaktan yang sama seperti pada sintesa *organoclay* dari bentonit alam. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi surfaktan yang

digunakan maka jarak *basal spacing organoclay* akan semakin besar. Tabel 2.1 menunjukkan perubahan basal spacing pada setiap *organoclay*.

Tabel 2.1. Jarak *Basal Spacing Organoclay*

No	Organoclay	2θ	d (Å)
1	F2C	5.547	15.91928
2	F2C-0.5KTK	5.742	15.37928
3	F2C-1.0KTK	4.709	18.75215
4	F2C-2.0KTK	3.858	22.88662
5	BSC-0.5KTK	5.851	15.0915
6	BSC-1.0KTK	5.161	17.10826
7	F2C-2.0KTK	5.013	17.6147

Dimana F2C adalah bentonit alam yang telah melalui tahap dua kali fraksinasi dan mengalami purifikasi karbonat. Sedangkan BSC adalah bentonit komersial yang telah mengalami purifikasi karbonat [50].

Organoclay berfungsi sebagai adsorben untuk penjernihan air bawah tanah [49,51], penjerihan minyak goreng dan kelapa sawit [52,53], *solvent* termasuk metil etil keton, t-butil alkohol (TBA), penghilangan senyawa fosfat, penghilangan limbah organik, pemurnian senyawa aromatik dari senyawa olefin, serta sebagai bahan dasar *nanofiller* dalam pembuatan nanokomposit [54].

2.5. Polimer Termoset

Polimer merupakan molekul besar yang terbentuk dari suatu molekul sederhana (*mer*) yang tersusun secara berulang. Polimer dapat diklasifikasikan berdasarkan struktur molekulnya [55], antara lain ;

1. Polimer linear

Tiap *mer* dihubungkan satu sama lain dari ujung monomer dengan ujung monomer lainnya seperti pada Gambar 2.10.(a). Contoh polimer dengan struktur molekul linear adalah *polyethylene*, *polyvinyl chloride*, *polystyrene*, *polymethyl methacrylate*, *nylon*, dan *fluorocarbon*.

2. Polimer bercabang (*branched polymer*)

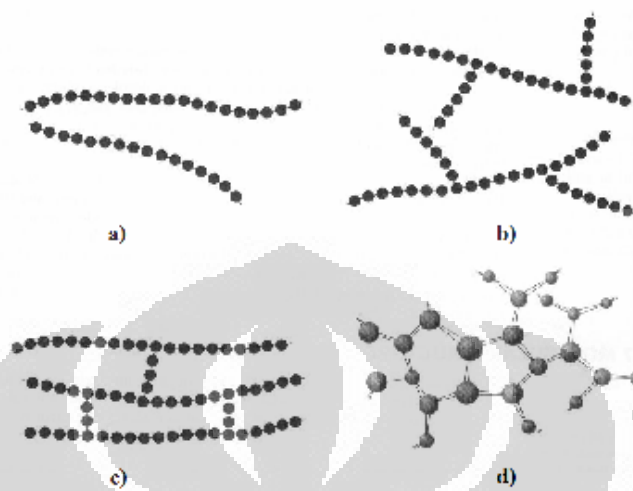
Mer dihubungkan pada satu bagian *mer* utama dengan bentuk bercabang seperti pada Gambar 2.10.(b). Contoh polimer dengan struktur molekul bercabang adalah *polysaccharides*.

3. Polimer berpalang (*crosslinked polymer*)

Rantai polimer linear yang berdekatan dihubungkan oleh ikatan kovalen dengan rantai polimer linear lain pada berbagai posisi seperti pada Gambar 2.10.(c). Contoh polimer dengan struktur molekul palang adalah *rubber*.

4. Polimer jaringan (*network polymer*)

Suatu unit *mer* trifungsional yang memiliki tiga ikatan kovalen aktif dan membentuk jaringan tiga dimensi seperti pada Gambar 2.10 (d). Material polimer dengan struktur jaringan memiliki sifat mekanik dan termal yang khusus. Contoh polimer dengan struktur molekul jaringan adalah epoxy dan *phenol-formaldehyde*.



Gambar 2.10. Struktur Polimer; a) linear, b) bercabang, c) palang, d) jaringan [54]

Berdasarkan perilaku polimer terhadap proses termal, polimer dapat dibedakan menjadi dua macam, yaitu polimer termoplastik dan polimer termoset. Polimer termoplastik akan menjadi lunak ketika memperoleh pemanasan sehingga dapat dibentuk sesuai dengan kebutuhan. Ketika mendingin, polimer termoplastik akan mengeras. Proses ini dapat terus berulang beberapa kali melalui tahap pemanasan dan pendinginan dengan degradasi struktur polimer minimum. Sedangkan pada polimer termoset, sekali telah memadat, maka material tersebut tidak dapat lagi dicairkan atau dibentuk kembali sekalipun diberikan pemanasan terhadapnya. Oleh karena itulah, polimer termoset secara umum memiliki kekuatan dan ketahanan yang lebih baik dibandingkan dengan polimer termoplastik [56].

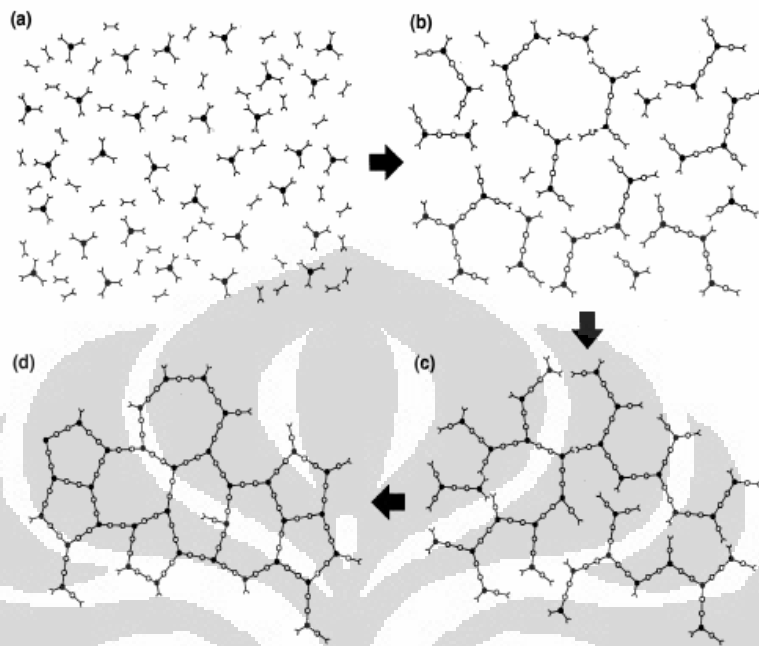
Selama proses pemadatannya, polimer termoset membentuk rantai tiga dimensi maka termoset merupakan polimer dengan struktur jaringan. Karena strukturnya yang berupa jaringan maka molekul pada polimer termoset yang telah

memadat tidak fleksibel dan tidak dapat dicairkan kembali atau dibentuk kembali. Semakin tinggi tingkat jaringan (*network*) polimer termoset, maka material tersebut akan semakin *rigid* dan stabil secara termal [57].

Dalam bentuk belum padatnya, polimer termoset adalah campuran molekul-molekul kecil reaktif, biasanya berupa monomer. Katalis terkadang ditambahkan pada polimer termoset untuk mempercepat proses pematatan (*curing*). Beberapa polimer termoset memasukkan filler khusus atau penguat fiber yang bertujuan untuk mengurangi biaya, memodifikasi sifat fisis polimer termoset, mengurangi mengurangi terjadinya penyusutan selama proses pematatan, atau untuk memperbaiki ketahanan terhadap api. Secara umum, polimer termoset memiliki stabilitas dimensi yang baik, resistan terhadap bahan kimia, dan stabilitas termal yang baik [57].

Beberapa contoh polimer termoset diantaranya adalah epoxy, *phenolic*, *polyurethane*, *dicyanate*, *bismaleimide*, dan *acrylate* [57].

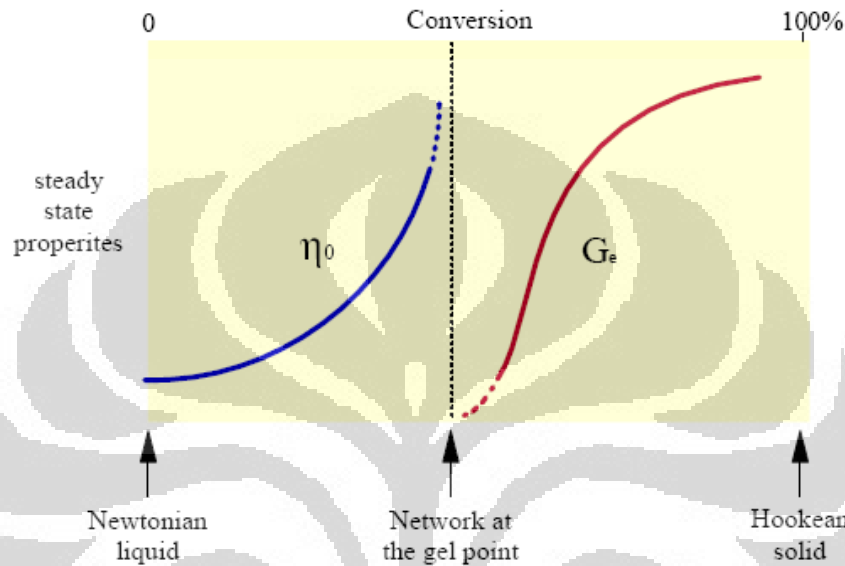
Reaksi kimia yang terjadi dalam proses pematatan polimer termoset ditunjukkan pada Gambar 2.11; (a). Proses pematatan dimulai dengan pertumbuhan dan percabangan rantai polimer. Proses ini mempercepat kenaikan berat molekul yang menyebabkan viskositas bertambah. (b). Membentuk formasi gel dengan jaringan yang belum sempurna. (c). Proses pematatan hampir sempurna, (d). Jaringan polimer termoset yang telah memadat [58].



Gambar 2.11. Skematik proses *curing* pada polimer termoset [58]

Ketika sejumlah rantai polimer saling berhubungan satu sama lain membentuk suatu jaringan maka berat molekulnya menjadi tidak terhingga. Perubahan yang tiba-tiba dan irreversibel dari suatu bentuk cairan *viscous* ke dalam bentuk elastis gel atau *rubber* ini disebut sebagai titik gel (*gel point*). Titik gel pada sistem *cross-linking* secara kimia dapat didefinisikan sebagai saat dimana berat molekul rata-rata menyimpang hingga batas tak terhingga [59]. Perkembangan secara makroskopis dari proses pepadatan ini ditunjukkan pada Gambar 2.12. Pada tahap awal proses pepadatan, polimer termoset dapat terkarakterisasi melalui meningkatnya viskositas polimer (η). Titik gel terletak bertepatan dengan modulus keseimbangan yang pertama kali muncul (G_e). Reaksi akan berlanjut diluar titik gel untuk

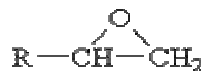
menyempurnakan struktur jaringan, dimana sifat fisis seperti modulus akan bertambah sampai jaringan terbentuk sempurna.



Gambar 2.12. Perkembangan sifat mekanik dan rheologi selama pembentukan jaringan [60]

2.6.1. Resin Epoxy

Resin epoxy didefinisikan sebagai molekul yang terdiri atas lebih dari satu gugus *epoxide*. Gugus *epoxide* juga disebut sebagai *oxirane* atau gugus *ethoxyline* yang memiliki struktur seperti pada Gambar 2.13 [61].



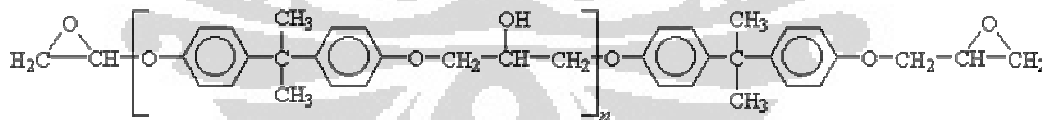
Gambar 2.13. Struktur gugus *epoxide* [62]

Resin epoxy termasuk dalam jenis polimer termoset. Terdapat dua tipe utama dari resin epoxy, yaitu epoxy *glycidyl* dan epoxy *non-glycidyl*. *Glycidyl* merupakan epoxy yang dibuat melalui reaksi kondensasi campuran antara *dihydroxy*, *dibasic acid* atau *diamine* dengan *epichlorohydrin*. Epoxy *glycidyl* diklasifikasikan menjadi *glycidyl-ether*, *glycidyl ester*, dan *glycidyl-amine*. Sedangkan epoxy *non-glycidyl* dibuat dari peroksidasi ikatan ganda *olifinik*. Epoxy *non-glycidyl* dapat berupa resin epoxy *aliphatic* atau *cycloaliphatic* [61].

Epoxy yang biasa digunakan adalah jenis epoxy *glycidyl-ether* seperti *diglycidyl ether of bisphenol-A* (DGEBA) dan resin epoxy novolac [61].

1. *Diglycidyl ether of bisphenol-A* (DGEBA)

Resin epoxy komersial pertama dan paling umum digunakan adalah resin epoxy *Diglycidyl ether of bisphenol-A* (DGEBA) yang disintesis dari reaksi antara *bisphenol-A* dengan *epichlorohydrin*. Struktur resin epoxy DGEBA ditunjukkan pada Gambar 2.14.



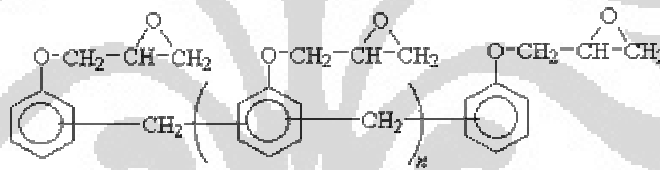
Gambar 2.14. Struktur DGEBA [62]

Sifat resin DGEBA bergantung kepada nilai *n* yang merupakan jumlah pengulangan unit yang biasa dikenal sebagai derajat polimerisasi. Derajat

polimerisasi bergantung pada stokiometri reaksi sintesis. Pada beberapa produk komersial, nilai n biasanya berkisar antara 0 sampai dengan 25.

2. Resin Epoxy Novolac

Resin epoxy novolac berasal dari resin *phenolic novolac* dari *glycidyl ether*. *Phenol* direaksikan dalam jumlah berlebih dengan *formaldehyde* dan dengan batuan katalis *acidic* untuk menghasilkan resin *phenolic novolac*. Resin epoxy novolac disintesis dengan mereaksikan resin *phenolic novolac* dengan *epichlorohydrin* dengan batuan sodium hydroxide sebagai katalis. Struktur resin epoxy novolac ditunjukkan pada Gambar 2.15.



Gambar 2.15. Struktur resin epoxy novolac [62]

Resin epoxy novolac secara umum terdiri atas banyak gugus *epoxide*. Jumlah gugus *epoxide* per molekul bergantung pada jumlah gugus *phenolic hydroxide* di dalam resin *phenolic novolac*. Gugus *epoxide* yang banyak memungkinkan resin ini mencapai tingkat *cross-link* yang besar sehingga menghasilkan ketahanan terhadap temperatur, kimia, dan pelarut yang sangat baik. Resin epoxy novolac biasa digunakan untuk memformulakan pencetakan campuran dalam pengemasan

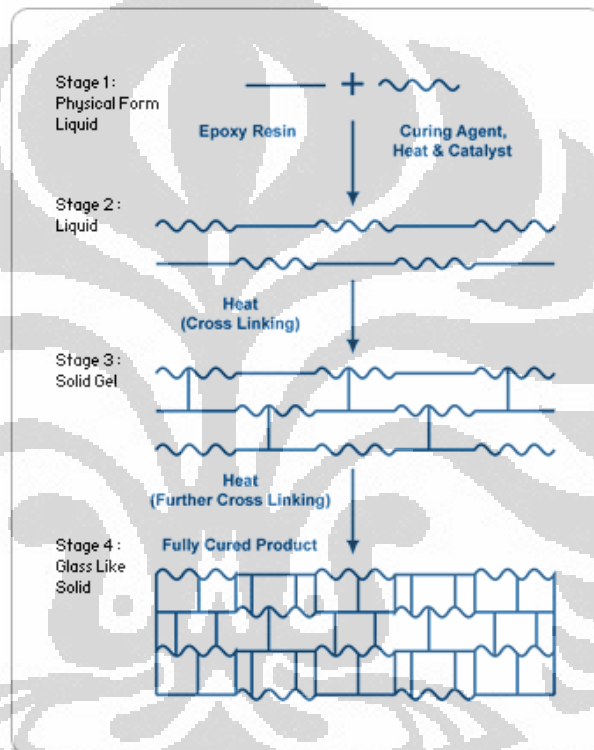
mikroelektronik karena menunjukkan *performance* yang sangat baik pada temperatur tinggi, sifat mekanik, sifat kelistrikan, resistan terhadap panas dan kelembaban.

2.6.2. *Curing Agent (Hardener)*

Proses curing merupakan reaksi kimia yang terjadi pada gugus *epoxide* di dalam resin epoxy (cair) yang bereaksi dengan *curing agent (hardener)* untuk membentuk padatan dengan *cross linking* tiga dimensi. Resin epoxy akan memadat dengan cepat dan mudah pada temperatur *curing* berkisar antara 5-150 °C bergantung pada pemilihan *hardener*. Jenis *hardener* yang berbeda akan memberikan karakteristik pepadatan serta sifat hasil akhir yang berbeda juga.

Proses *curing* yang terjadi pada resin epoxy dan *hardener* ditunjukkan seperti pada Gambar 2.16. Ketika resin epoxy dan *hardener* dicampurkan dengan penambahan katalis dan pemanasan, maka resin dan *curing agent* akan bereaksi dengan melepaskan sejumlah panas. Sistem epoxy reaktif akan selalu melepaskan panas ketika proses *curing* terjadi, oleh karena itu reaksi yang terjadi disebut reaksi eksotermik. Panas eksotermik ini akan mempengaruhi kecepatan reaksi. Tahap berikutnya adalah pembentukan formasi rantai linear dari kombinasi resin dan *curing agent*. Karena masih berupa rantai linear, maka material campuran ini masih dalam bentuk cair namun viskositas akan bertambah dengan cepat. Penggunaan panas dan katalis akan mempercepat reaksi selanjutnya. Rantai polimer linear akan melalui reaksi kimia ke dalam proses *cross-link* untuk membentuk sistem terpolimerisasi dengan tingkat berat molekul tinggi. Selama tahap reaksi ketiga ini, material akan

berubah bentuk dari cairan kental menjadi bentuk *solid gel*. Pada tahap ini, material mengalami penambahan kekuatan. Pada tahap akhir akan melengkapi proses *cross-linking* yang terjadi sebelumnya. Material yang terjadi akan menjadi padat dan kuat, serta resistan terhadap kimia [63].



Gambar 2.16. Proses *curing* pada resin epoxy dengan *hardener* [63]

Studi mengenai sifat termal pada resin epoxy yang telah dipadatkan dengan hardener telah dilakukan oleh Wei Fang Su (2002). Menggunakan dua jenis resin epoxy yaitu *rigid rod tetramethyl biphenyl* (TMBP) dan *flexible diglycidyl ethers bisphenol-A* (DGEBA) yang masing-masing dipadatkan dengan hardener jenis phthalic anhydride (PA) dan phenolic resin (PF5110). Hasil yang diperoleh

menunjukkan bahwa resin epoxy yang dipadatkan dengan menggunakan jenis PF5110 memiliki sifat termal yang lebih baik dibandingkan dengan resin epoxy yang dipadatkan dengan hardener jenis PA yang ditunjukkan oleh nilai Tg dan temperatur dekomposisi yang lebih besar. Resin epoxy DGEBA memiliki temperatur dekomposisi yang lebih besar dibandingkan epoxy *rigid rod* TMBP. Tetapi dalam penggunaan sistem curing dengan PA, rigid rod epoxy TMBP memiliki stabilitas termal yang lebih baik dibandingkan dengan resin epoxy DGEBA [64].

2.7. Nanokomposit

Nanokomposit merupakan material yang dibuat dengan menyisipkan nanopartikel (*nanofiller*) ke dalam suatu material makroskopik (matriks). Pencampuran nanofiller ke dalam matriks penyusun merupakan bagian di dalam perkembangan dunia nanoteknologi.

Setelah menambahkan sejumlah nanopartikel ke dalam material matriks, nanokomposit yang dihasilkan menunjukkan sifat yang lebih unggul dibandingkan sifat material sebelumnya. Sebagai contoh, dengan menambahkan *carbon nanotube* pada suatu material maka konduktivitas elektrik dan konduktivitas termal material tersebut akan berubah. Pada jenis nanopartikel lainnya, juga dapat menghasilkan perubahan sifat optik, sifat dielektrik atau sifat mekanik seperti kekakuan (*stiffness*) dan kekuatan (*strength*) menjadi lebih baik. Jepang telah menjual deodorizer kamar mandi sejak tahun 1992 yaitu katalis pendukung yang terdiri dari nanopartikel emas berukuran 2-5 nm yang diletakkan di atas besi oksida ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Katalis ini berfungsi

untuk menghancurkan molekul odor di udara dalam kamar mandi. Emas yang selama ini dikenal sebagai bukan logam aktif, mengalami perubahan sifat dramatis ketika ukurannya direduksi dalam skala nanometer dan ditempatkan di atas substrat yang sesuai [65].

Mobil balap F1 terbuat dari komposit serat karbon yang didispersi ke dalam resin. Pencampuran yang sesuai menghasilkan kekuatan yang setara baja namun beratnya enam kali lebih ringan dari baja. Material dengan sifat demikian menjadi bahan utama pembuatan mobil F1 sehingga laju yang tinggi dapat dicapai tanpa mengabaikan faktor keamanan jika terjadi benturan (akibat kekuatan mekanik yang tinggi) [65].

Nanopartikel titanium dioksida yang didispersikan ke dalam resin epoxy dapat menahan beban yang lebih besar sebelum patah dibandingkan dengan komposit yang mengandung partikel berukuran mikrometer atau resin epoxy murni. Nanokomposit ini juga sanggup menahan goresan jauh lebih baik daripada resin murni atau mikrokomposit. Kemampuan menahan goresan ini berpeluang dipakai secara luas pada perancangan bahan pakaian baru yang tetap terlihat baik untuk jangka waktu lama (karena tahan goresan), atau pada perancangan cat kendaraan jenis baru maupun bahan pelapis lainnya [65].

Dalam konferensi nanokomposit pada tahun 2000 telah diungkapkan dengan jelas keunggulan sifat yang dapat dihasilkan dari sisipan nanomaterial, baik dalam kaitannya dengan pasangan *filler* konvensional dan polimer dasarnya. Sifat yang telah ditunjukkan mengalami perkembangan substansial diantaranya : sifat mekanik seperti

kekuatan, modulus dan stabilitas dimensional; permeabilitas yang lebih kecil terhadap gas, air, dan hidrokarbon, stabilitas termal, resistan terhadap api dan emisi asap yang kecil, resistan terhadap bahan kimia, tampak permukaan yang lebih baik, konduktivitas elektrik yang baik, dan transparansi optik dalam kaitannya dengan polimer yang disisipkan secara konvensional [65].

Studi mengenai nanokomposit ini pernah dilakukan dengan menggunakan *carbon black* sebagai filler di dalam polymer. Di peroleh hasil berupa sifat mekanik, termal, optik, dan sifat listrik yang unik dan lebih baik dibandingkan polimer penyusun yang digunakan [66].

Studi lainnya melibatkan penggunaan *carbon nanotube* (CNT) sebagai nanopartikel di dalam polimer (polythiophene) yang memberikan sifat kelistrikan yang sangat baik sehingga bahan nanokomposit ini dipakai dalam aplikasi dioda organik, dalam mikroelektronik, material elektroda, optoelektronik dan sensor [67].

Beberapa bidang nanokomposit yang terus dikembangkan para peneliti diantaranya adalah nanokomposit tulang, nanokomposit serat karbon, nanokomposit logam-polimer, nanokomposit polimer-semikonduktor, nanokomposit polimer elektrolit, nanokomposit polimer elektrolit luminisens, nanokomposit logam-bulk dan keramik, dan nanokomposit polimer-clay.

Berbagai penelitian sedang dilakukan untuk mengembangkan kombinasi material matriks dan filler yang lebih efisien dan menuju pengendalian yang lebih baik selama tahap produksi dilakukan.

2.7.1. Polymer – Clay Nanokomposit

Polimer – *clay* nanokomposit pertama kali dilakukan pada awal tahun 1961 ketika Blumstein mendemonstrasikan polimerisasi yang terjadi antara monomer *vinyl* yang diinterkalasi di dalam *clay montmorillonite*. Ternyata diperoleh suatu polimer dengan sifat yang tidak biasa. Namun ketika itu, belum diketahui bahwa itu merupakan nanokomposit [68].

Penggabungan *organoclay* ke dalam matriks polimer telah dikenal selama lebih dari 50 tahun. Pada tahun 1950, Carter dkk mengembangkan organoclay dengan onium organik untuk memperkuat sifat lateks elastomer. Pada tahun 1963, penggabungan organoclay ke dalam matriks termoplastik polyefin dilakukan oleh Nahin dan Backlund of Union Oil Co. Mereka berhasil membuat bahan komposit *organoclay* yang memiliki ketahanan terhadap pelarut dan kekuatan tarik yang tinggi melalui proses iradiasi yang melibatkan *cross linking*. Pada tahun 1976, Fujiwara dan Sakamoto dari Unichika Co. memperoleh bahan nanokomposit campuran *polyamide/organoclay* pertama. Baru satu dekade kemudian, tim peneliti dari Toyota (1990) mengembangkan metode untuk menghasilkan bahan nanokomposit nylon-6/clay menggunakan polimerisasi yang sama seperti pada proses yang dilakukan oleh Unichika. Ini dilakukan untuk memproduksi *cover timing belt* dalam setiap mobil Toyota. Selain itu, Toyota juga telah mengembangkan campuran polimer-clay nanokomposit menggunakan berbagai jenis polimer seperti resin epoxy, polystyrene, acrylic polymer, rubber, dan polyimide dengan pendekatan yang sama. Mereka menyatakan bahwa bahan nanokomposit menunjukkan perubahan yang luar biasa,

yaitu terjadi peningkatan kekuatan, modulus, suhu defleksi karena beban, sifat ketahanan terhadap air dan gas, dan kekuatan impak yang lebih baik dibandingkan polimer *nylon-6* murni [69].

Setelah itu diikuti oleh aplikasi otomotif lainnya, seperti cover mesin Mitsubishi GDI yang berbasis nanokomposit *Clay/Nylon-6*, pijakan kaki mobil General Motors yang berbasis nanokomposit *clay/polyolefin* pada mobil GMC Safari dan Chevrolet Astro. Tahun 1993, Toyota Central R&D di Nagakute, Jepang kembali melaporkan pembuatan komposit *nylon* yang mengandung nanopartikel *clay*. Penambahan nanopartikel ke dalam *nylon* murni secara dramatis dapat meningkatkan kekuatan mekaniknya. Komposit tersebut juga tahan terhadap suhu yang lebih tinggi. Saat ini komposit tersebut digunakan pada lapisan *air intake* pada Toyota Camry. Selain aplikasi pada bidang otomotif, penggunaan nanokomposit clay-polimer dapat pula dikembangkan dalam kemasan minuman [65].

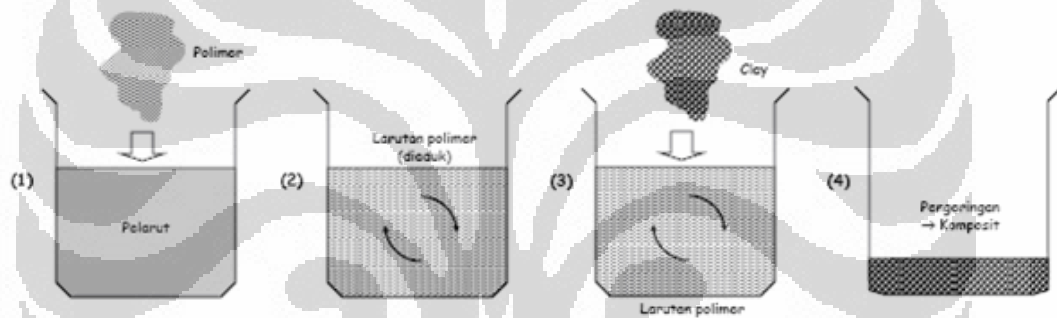
Berbagai kelompok penelitian juga telah melakukan studi mengenai polimer/clay nanokomposit dengan berbagai jenis polimer, meliputi polystyrene, resin epoxy, poly(methyl methacrylate), polycaprolactone, polyolefins, polyurethanes, polyimides, dan lain sebagainya.

Terdapat beberapa metoda yang biasa dipakai untuk membuat nanokomposit clay-polimer [70], antara lain adalah ;

1. Metode interkalasi dalam larutan (*solution induced intercalation*)

Metode interkalasi dalam larutan melibatkan polimer yang terlarut dalam pelarut organik, kemudian *organoclay* akan didispersikan dalam larutan tersebut. Selanjutnya

pelarut diuapkan atau polimer diendapkan. Gambar 2.17. adalah ilustrasi pembuatan nanokomposit dengan metode *solution induced intercalation*. Berhasil tidaknya metoda ini bergantung pada dispersi *organoclay*, disamping masalah lain seperti mahalnya biaya yang dibutuhkan untuk menyediakan pelarut, banyaknya jumlah pelarut yang dibutuhkan untuk mendapatkan dispersi filler yang baik, masalah teknis fasa separasi dan masalah kesehatan dan keamanan. Teknik ini banyak digunakan dalam kasus polimer yang larut dalam air.

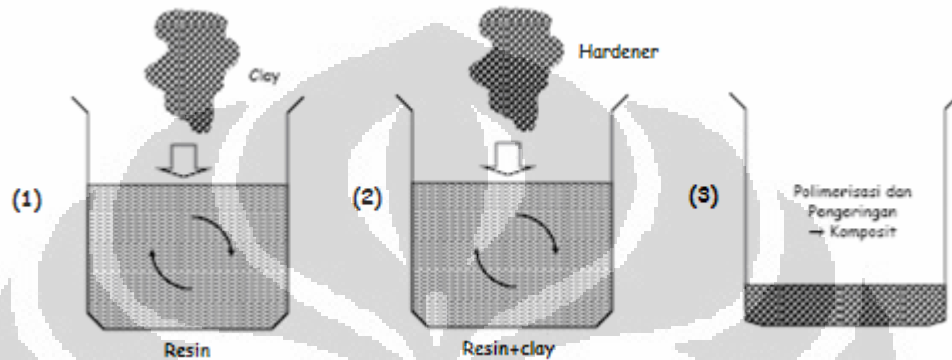


Gambar 2.17. Ilustrasi pembuatan nanokomposit dengan metode *solution induced intercalation*

2. Metode polimerisasi *in-situ*

Metode polimerisasi *in-situ* melibatkan lapisan organoclay yang didispersikan ke dalam prekursor polimer sebelum proses polimerisasi dilakukan. Polimerisasi dilakukan setelah *organoclay* terdispersi secara homogen sehingga hasil akhirnya adalah polimer yang telah mengandung *organoclay* di dalam matriksnya. Gambar 2.18. adalah ilustrasi pembuatan nanokomposit dengan metode polimerisasi *in-situ*.

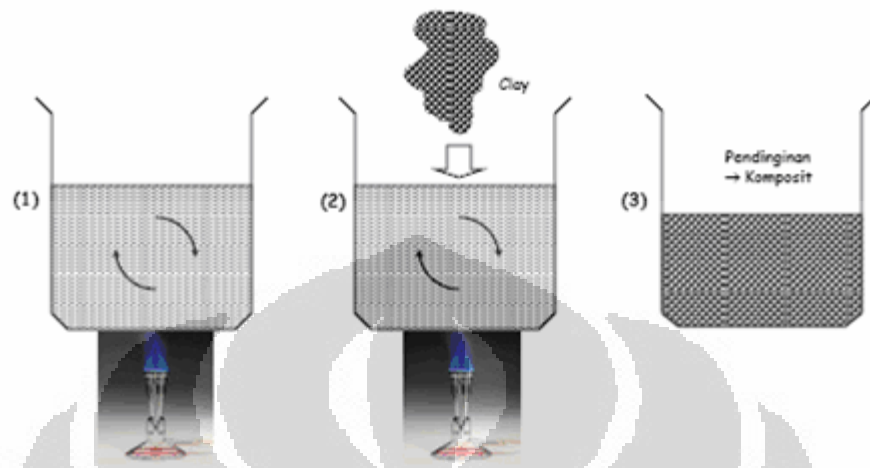
Contoh adalah dalam membuat komposit *nanoclay*-epoxy resin, nanopartikel *clay* terlebih dahulu didispersikan secara merata dengan resin epoxy baru dicampur dengan *hardener*.



Gambar 2.18. Ilustrasi pembuatan nanokomposit dengan metode polimerisasi *in-situ*

3. Metode proses pada fasa leleh (*melt processing*)

Pada metoda *melt processing*, *nanoclay* didispersikan secara langsung ke dalam polimer selama proses pelelehan. Pelelehan polimer menyebabkan proses pencampuran *clay* dan polimer dapat dilakukan dengan mudah karena berada dalam fasa cair. Dalam metoda ini, silikat harus mengalami perlakuan permukaan sebelumnya melalui modifikasi organik seperti metoda sebelumnya (polimerisasi *in situ*). Metode ini tidak memerlukan kehadiran pelarut seperti pada metode *solution induced intercalation*. Namun, walaupun diperlukan pelarut, jumlah yang diperlukan tidak terlalu banyak. Gambar 2.19. adalah ilustrasi pembuatan nanokomposit dengan metode *melt processing*.



Gambar 2.19. Ilustrasi pembuatan nanokomposit dengan metode proses pada fasa leleh (*melt processing*)

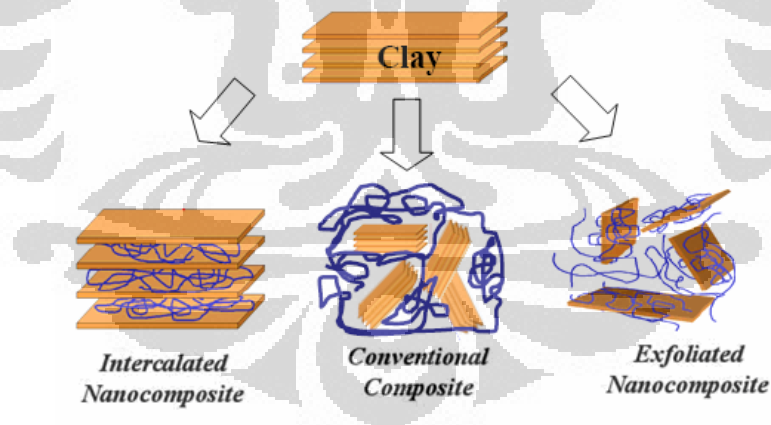
Cara lapisan *organoclay* terdispersi di dalam polimer akan mempengaruhi tingkat interaksi clay dengan polimer yang akan berpengaruh pada sifat material. Terdapat dua jenis *polymer layered silicate nanocomposites* (PLSNs) yang berbeda berdasarkan cara dispersi *clay* ke dalam polimer [71] ;

1. *Intercalated Nanocomposites* ; terjadi ketika lapisan *organoclay* terpisah pada jarak tertentu dengan polimer. Tipe PLSNs ini dihasilkan dengan penambahan surfaktan pada tanah lempung alam, sehingga memungkinkan banyak rantai hidrokarbon yang terdispersi ke dalam lapisan *organoclay* sehingga menghasilkan penguatan yang optimal. Lapisan *organoclay* akan memperkuat polimer secara mekanik, namun adanya pemisahan jarak lapisan tersebut akan mempengaruhi tingkat penguatan optimal yang dapat dicapai oleh PLSNs.

2. *Exfoliated Nanocomposites* ; terjadi ketika lapisan *clay* terdispersi ke dalam polimer dengan pemisahan dan orientasi yang acak. Tipe PLSNs ini juga dihasilkan dengan penambahan surfaktan yang terdiri dari rantai hidrokarbon pada tanah lempung alam, sama seperti pada *intercalated nanocomposite*. Keberadaan *clay* yang acak memberikan penguatan mekanik yang cukup besar.

Selanjutnya, ada kemungkinan terbentuk *conventional composite* dimana tidak terdapat interaksi antara lapisan *organoclay* dengan matriks polimer. Ukuran partikel yang dimiliki oleh *conventional composite* mencapai 100 mikron. Karena itu, *organoclay* berperan sebagai *microfiller*.

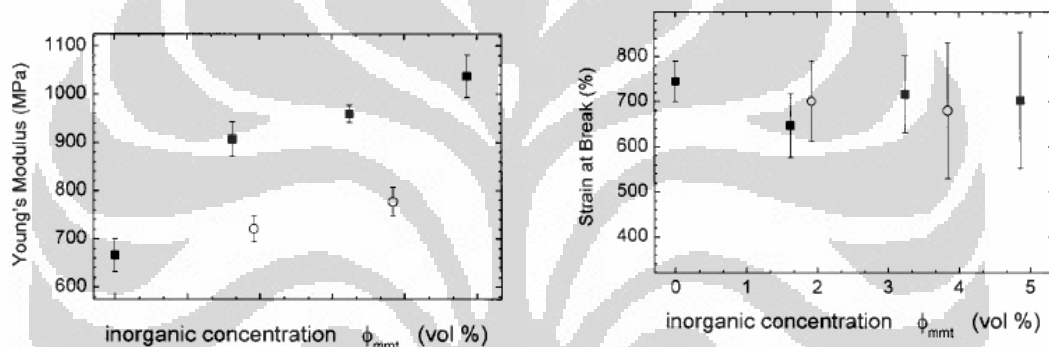
Penjelasan mengenai ketiga tipe PLSNs ini dapat lebih dipahami dengan melihat Gambar 2.20.



Gambar 2.20. Tipe PLSNs [72]

Berbagai studi mengenai polimer – *clay* nanokomposit terus dilakukan dengan berbagai variasi jenis polimer. Seperti yang dilakukan oleh E. Manias (2001) yang

melakukan sintesa terhadap nanokomposit melalui dua cara. Yang pertama adalah dengan menggunakan *functionalized polypropylene* dengan *organo-montmorillonite* biasa (2C18-mmt). Dan kedua dengan menggunakan *neat/unmodified polypropylene* dengan silikat yang telah dimodifikasi organik *semi-flourinated*. yang dibentuk melalui proses interkalasi [73]. Hasil yang diperoleh ditunjukkan oleh Gambar 2.21. dan Tabel 2.2.



Gambar 2.21. Karakterisasi tensile pada neat PP/f-mmt (■) yang dibandingkan dengan filled PP/2C18-mmt (○) [73]

Tabel 2.2. Heat Deflection Temperatures (HDT) pada nanokomposit PP/mmt [73]

organo-mmt filler loading ϕ_{o-mmt} (wt %)	HDT (°C)	
	neat-PP/f-mmt	neat-PP/alkyl-mmt
0 (neat PP)	109 ± 3	109 ± 3
3	144 ± 5	130 ± 7 ^a
6	152 ± 5	141 ± 7 ^b
9	153 ± 5	

^aC18-mmt filler yang diproses dengan extruder, ^b2C18-mmt filler yang diproses dengan twin-head mixer.

Cloisite[®] nanokomposit merupakan produk *nylon* nanokomposit yang dihasilkan oleh *Southern Clay Product* dimana dengan penambahan 5% *clay* memberikan sifat mekanik yang lebih baik dibandingkan polimer penyusunnya. *Nanoclay* yang terdispersi ke dalam polimer *nylon* memberikan peningkatan sifat diantaranya *tensile strength* sebesar 23%, *tensile modulus* sebesar 69%, modulus flexural sebesar 56% dan temperatur karena beban sebesar 68%. Peningkatan sifat mekanik dan HDT pada Cloisite[®] terlihat pada Tabel 2.3. [74]

Tabel 2.3. Perbandingan sifat mekanik dan HDT pada polimer nylon 6 dengan Cloisite[®] Nanokomposit [74]

	Nylon 6	Cloisite [®] Nanocomposite (5%)
Tensile Strength (MPa)	82	101
Tensile Modulus (MPa)	2756	4657
Flexural Modulus (MPa)	2431	3780
HDT, °C	57	96

Peningkatan modulus secara dramatis juga ditunjukkan oleh penelitian yang dilakukan oleh perusahaan Toyota dengan mengamati sifat dari struktur eksfoliasi nanokomposit pada polyamide 6-clay. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa nilai modulus meningkat hingga mencapai 90% hanya dengan penambahan 4wt% nanoclay [75].

2.7.2. Epoxy – Clay Nanokomposit

Diantara berbagai jenis resin yang beredar di pasaran, terdapat tiga jenis resin yang biasa digunakan, yaitu poliester, vinil ester dan epoxy. Pemilihan epoxy resin

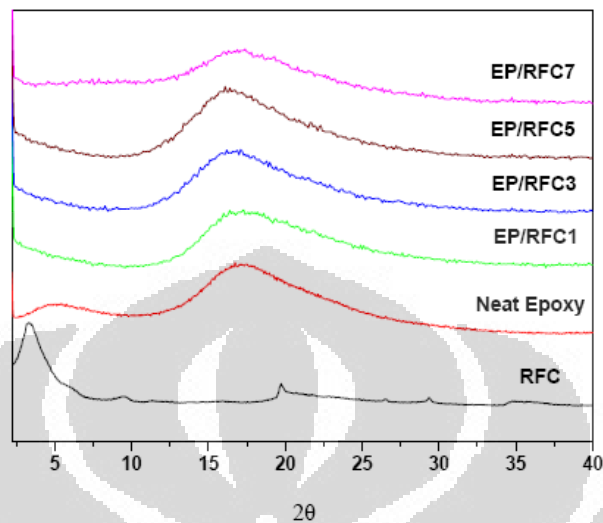
sebagai bahan dasar pembuatan bahan nanokomposit adalah didasarkan pada kekuatan dan kekakuan resin epoxy yang relatif lebih besar dibandingkan dengan polimer jenis lain.

Studi mengenai perilaku polimer-*clay* nanokomposit khususnya dengan menggunakan resin epoxy telah banyak dilakukan baik di luar negeri maupun di Indonesia. Studi tentang pembuatan bahan nanokomposit yang pernah dilakukan di Indonesia dan telah dipublikasikan dalam *Jurnal Nanosains dan Teknologi* oleh Hadiyawardan dkk (2008). Studi yang dilakukan adalah bertujuan untuk menciptakan suatu material nanokomposit superkuat, ringan dan transparan dengan biaya yang murah dan proses produksi yang sederhana. Material yang digunakan adalah nanopartikel SiO_2 yang didispersikan di dalam resin epoxy. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa dengan penambahan silikon dioksida (SiO_2) pada polimer resin dengan variasi bahan, waktu dan suhu telah berhasil menambah kekuatan resin epoxy melalui uji tekan pada sampel. Dimana peningkatan kekuatan mekanik material meningkat sekitar 24% yaitu 1682.5 kg/cm^2 dibandingkan dengan material tanpa penambahan nanopartikel sebesar 1366.8 kg/cm^2 . Peningkatan kekuatan mekanik ini terjadi dengan penambahan fraksi massa SiO_2 sebesar 0.0087 gram [76].

Penelitian mengenai epoxy – *clay* nanokomposit terus dilakukan. Selanjutnya dilakukan oleh *Tuskegee University* (2006), Alabama yang telah mengembangkan suatu teknik berharga untuk menciptakan material nanokomposit. Resin epoxy yang digunakan merupakan resin epoxy komersial SC-15 yang diperoleh dari Applied

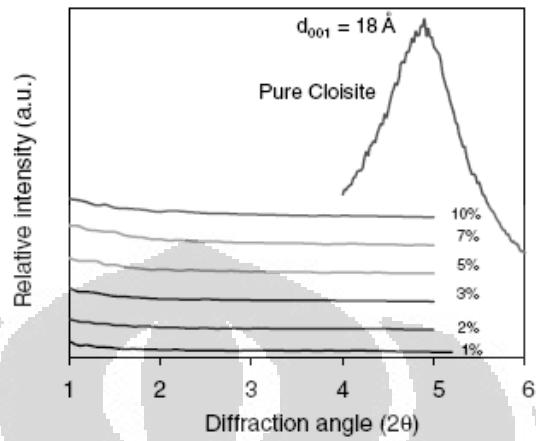
Poleramic, Inc yang terdiri atas dua bagian yaitu bagian A resin campuran antara DGEBA dan epoxy penguat *aliphatic diglycidyl ether*, dan bagian B yaitu campuran *hardener cycloaliphatic amine* dan *polyoxylalkylamine*. Sedangkan *clay* inorganik yang digunakan adalah *montmorillonite* jenis K-10 dengan *surface area* sebesar 220-270 m²/g yang diperoleh dari Sigma-Aldrich Co, USA. Hasil yang diperoleh dengan melakukan uji *three-point bending* mengindikasikan bahwa penambahan 2 wt% *clay* ke dalam epoxy menunjukkan peningkatan *flexural strength* yang paling tinggi dibandingkan dengan yang lain dan melalui *mechanical dynamic analysis* (DMA) juga menunjukkan bahwa penambahan 2 wt% *clay* yang didispersikan ke dalam epoxy memberikan nilai *storage modulus* yang paling besar [77].

Wang dkk juga telah berhasil melakukan modifikasi *clay montmorillonite* yang dengan garam flame retardant phosphonium (RFC) melalui reaksi pertukaran ion sebagai bahan untuk sintesa nanokomposit epoxy-RFC. XRD, TEM, TGA digunakan untuk mempelajari struktur nanokomposit. Gambar 2.22. menunjukkan pola difraksi XRD pada RFC, epoxy murni dan epoxy/RFC dengan variasi komposisi RFC. Dari hasil XRD menunjukkan bahwa *layer spacing* RFC di dalam nanokomposit epoxy/RFC adalah melebihi 4.41 nm yang merupakan batas deteksi XRD.

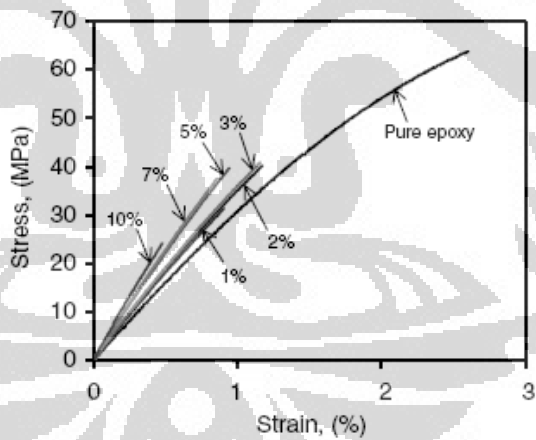


Gambar 2.22. Pola difraksi XRD untuk RFC, epoxy murni dan epoxy/RFC nanokomposit [77]

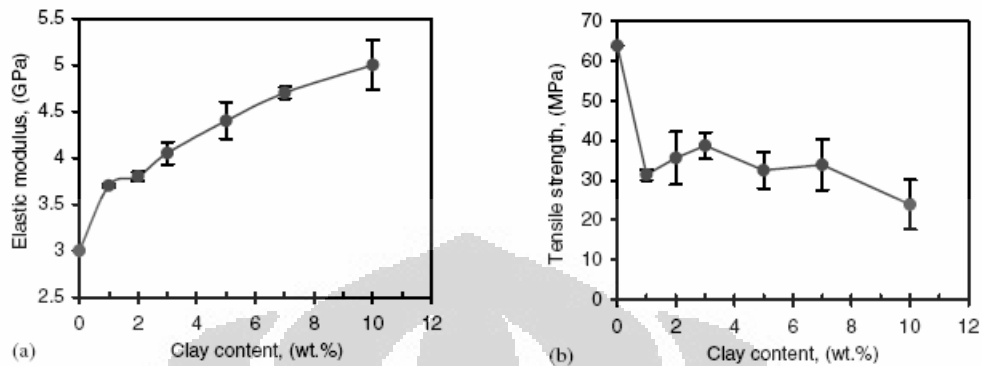
Asma Yasmin dkk (2003) telah berhasil melakukan sintesa epoxy – clay nanokomposit dengan proses *melt compounding*. Hasil yang diperoleh adalah modulus nanokomposit bertambah seiring dengan pertambahan kandungan clay di dalam resin epoxy [79]. Gambar 2.23. menunjukkan karakterisasi nanokomposit dengan SAXRD. Gambar 2.24. menunjukkan grafik *stress-strain* nanokomposit. Gambar 2.25. menunjukkan pengaruh penambahan *clay* terhadap sifat mekanik nanokomposit .



Gambar 2.23. Karakterisasi SAXRD terhadap nanokomposit dengan kandungan *clay* yang bervariasi [79]



Gambar 2.24. Kurva stress – strain pada epoxy – *clay* nanokomposit [79]

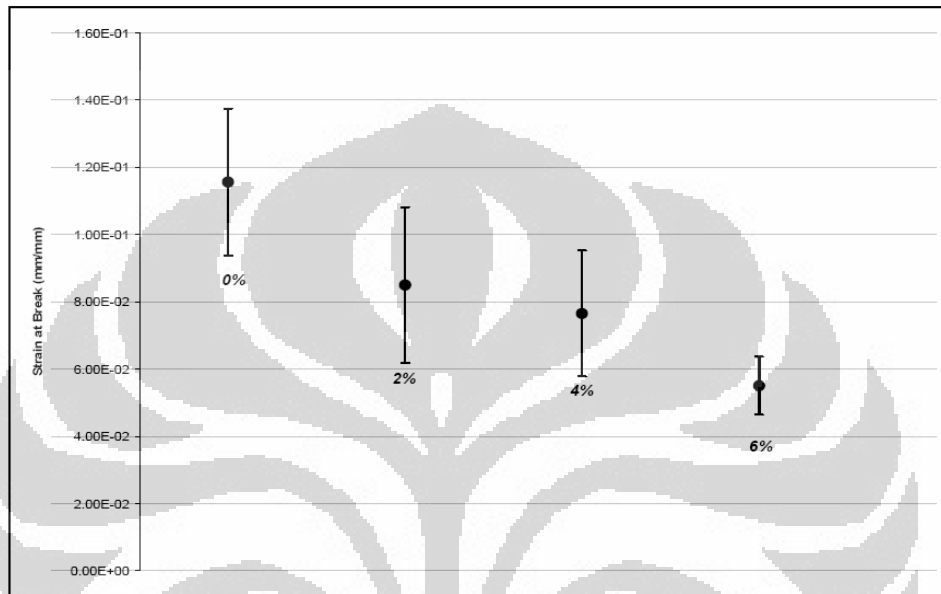


Gambar 2.25. Pengaruh penambahan *clay* terhadap sifat mekanik nanokomposit; (a) modulus elastik dan (b) tensile strength [79]

Studi mengenai pengaruh *filler* nanoclay terhadap resin epoxy kembali dilakukan oleh Manan Aggarwal (2006) dengan menggunakan resin epoxy komersial yang merupakan produksi dari System Three Inc. Dan *clay* yang digunakan untuk mensintesis nanokomposit merupakan clay komersial merupakan *montmorillonite* yang diproduksi oleh Nanocor. Persentase nano *clay* didalam resin epoxy bervariasi yaitu 0%, 2%, 4%, dan 6%. Karakteristik yang diamati adalah sifat mekanik yang dihasilkan yang meliputi tensile strength, strain saat patah, dan modulus Young. Selain itu karakteristik flammabilitas dinilai dengan *cone calorimetry*. Selain itu juga dilakukan *izod impact test* terhadap bahan nanokomposit. Persiapan pembuatan bahan nanokomposit epoxy – *clay* dilakukan dengan cara yang berbeda. Yang pertama setelah melakukan pencampuran nano *clay* ke dalam resin epoxy, kemudian dicampur dengan *curing agent* dan dicetak dalam cetakan aluminium kemudian bahan

nanokomposit dioven. Setelah proses oven bahan nanokomposit yang telah memadat didiamkan selama 24 jam. Sedangkan cara yang kedua, setelah didiamkan selama 24 jam, dilakukan proses *post-curing*, yaitu dengan memasukkan sampel yang telah dilepas dari cetaknya ke dalam oven dengan temperatur 100°C selama 2 jam. Hasil yang diperoleh menunjukkan terdapat indikasi peningkatan sifat mekanik bahan nanokomposit dibandingkan material awal. Ini ditunjukkan oleh beban maksimum akibat penambahan 2wt% clay ke dalam resin epoxy meningkat dari 1650 N menjadi 1900 N. Ternyata proses *post-curing* juga mempengaruhi sifat mekanik epoxy – clay nanokomposit. Untuk penambahan 2wt% nanoclay ke dalam resin epoxy dengan melewati proses *post-curing* memiliki stress puncak yang lebih besar dibandingkan bahan nanokomposit epoxy – clay yang dibuat tanpa melewati *post-curing*. Persentase strain at break akan menurun seiring dengan peningkatan kandungan nanoclay. Kandungan clay 0 %wt didalam resin epoxy memiliki strain at break maksimum kemudian nilai ini akan berkurang secara linear. Gambar 2.26 menunjukkan perubahan strain at break akibat dari penambahan nanoclay. Untuk uji flammabilitas yang dilakukan, diperoleh hasil yang kurang baik dimana data yang diperoleh dari uji flammabilitas tidak konsisten dan berubah-ubah. Begitu pula dengan *izod impact test* yang diperlakukan kepada bahan nanokomposit epoxy – clay. Penambahan nano clay ke dalam resin epoxy tidak secara drastis mempengaruhi nilai *impact strength* material. Namun untuk sampel yang melewati proses *post-curing* mengalami peningkatan dalam *impact strength*nya. Contohnya adalah untuk 0 wt%

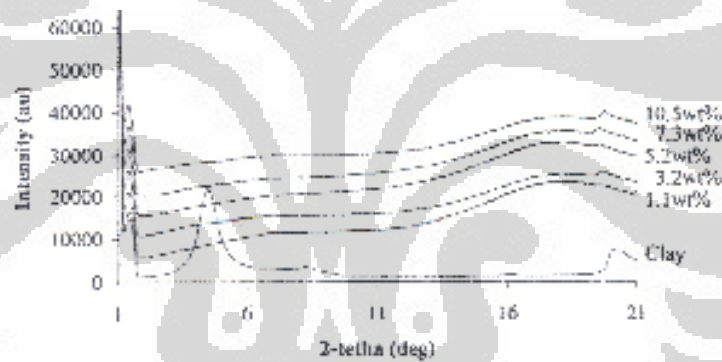
nanoclay yang melalui tahapan *post-curing*, nilai *impact strength*nya meningkat dari 1.6 menjadi 1.8 kJ/m² [80].



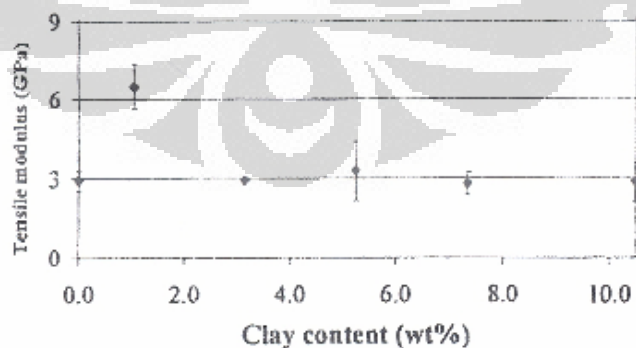
Gambar 2.26. *Strain at break* akibat penambahan *nanoclay* [80]

Pengaruh penambahan *clay* terhadap sifat mekanik resin epoxy juga telah dilakukan oleh Surya Kencana dkk (2007) yang berhasil mensintesa nanokomposit dengan menggunakan *organoclay* Nanomer I30E, resin epoxy DER 331 dan curing agent Versamid 125 dengan metode polimerisasi *in-situ*. Difraktogram *clay* dan epoxy – *clay* – Versamid 125 nanokomposit ditunjukkan pada Gambar 2.27. Terdapat pergeseran puncak difraksi bidang (001) dari sudut 4.2 derajat menjadi tidak terdeteksi menunjukkan bahwa seluruh *organoclay* mengalami peningkatan d-spacing dari 21.4 Å menjadi >80 Å. Sedangkan untuk penambahan 7.34wt% *clay*, terjadi pergeseran puncak difraksi bidang (001) dari sudut 4.2 derajat menjadi 3.9 derajat

menunjukkan peningkatan d-spacing dari 21.4 Å menjadi 22.6 Å. Hasil uji tarik menunjukkan bahwa nanokomposit epoxy – clay – Versamid 125 mengalami peningkatan *tensile modulus* yang proporsional dengan penambahan *clay*. Penurunan *tensile modulus* ini diikuti oleh penurunan *tensile strength* seiring dengan penambahan komposisi *clay* pada resin epoxy. Gambar 2.28 menunjukkan *tensile strength* dan *tensile modulus* dari epoxy dan nanokomposit epoxy – organoclay – Versamid 125. *Tensile modulus* mengalami peningkatan sekitar dua kali untuk penambahan 1.1 wt% clay dari nilai *tensile modulus* resin epoxy [81].



Gambar 2.27. Difraktogram nanokomposit epoxy – organoclay – Versamid 125 [81]



Gambar 2.28. *Tensile modulus* nanokomposit epoxy – organoclay – Versamid 125 [81]

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Material

Material yang digunakan dalam pembuatan *organoclay* Tapanuli, antara lain bentonit alam dari daerah Tapanuli, aquades, serta surfaktan heksadesiltrimetilammonium bromida (HDTMABr) dari Sigma – Aldrich, Inc.

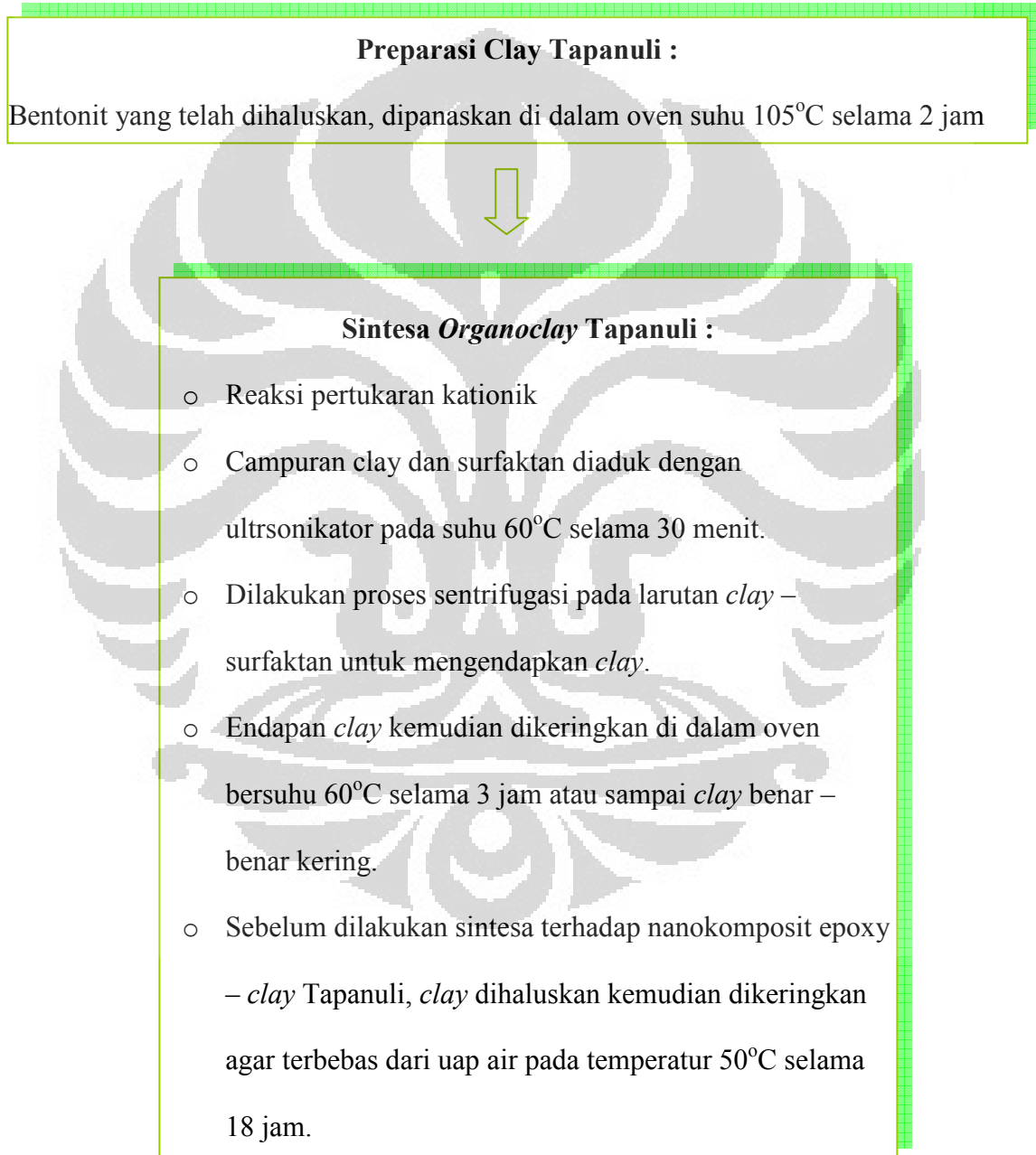
Epoxy resin yang digunakan dalam penelitian ini adalah jenis DER 331 dari *Dow Plastics*. DER 331 merupakan epoxy resin jenis *bifunctional diglycidyl ether of bisphenol A* (DGEBA) yang memiliki *equivalent weight* epoxy antara 182-192 dan viskositas yang dapat diatur berdasarkan suhu [82].

Curing agent yang digunakan dalam penelitian ini adalah jenis *Versamide 125* dari *Cognis. Co.* *Versamide 125* merupakan senyawa polyamide yang terdiri dari dimerized fatty acid dan polyamine [82]. Penambahan *hardener Versamide 125* pada resin epoxy DER 331 akan menghasilkan epoxy *cross-link* yang memiliki Tg 84°C [83].

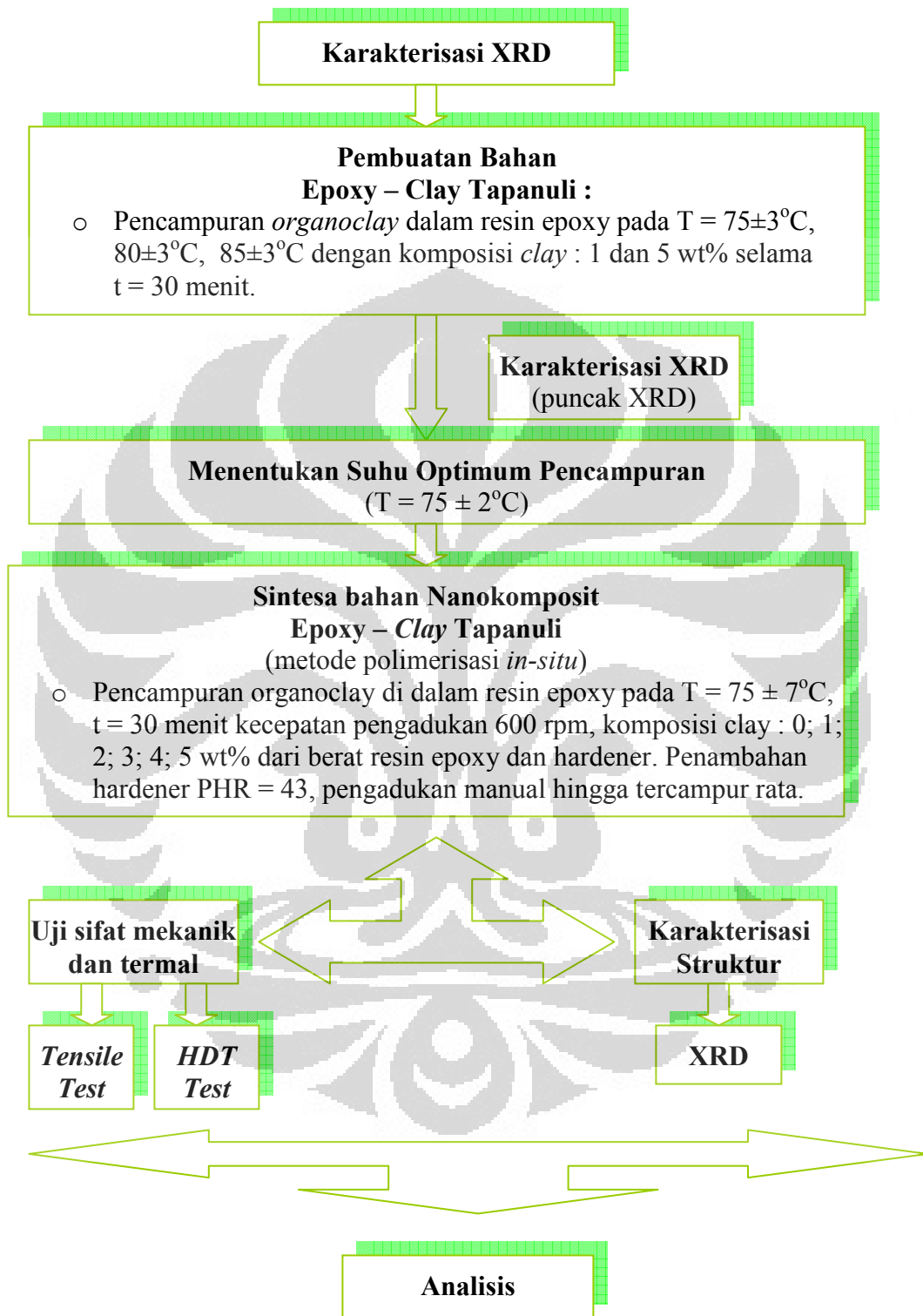
3.2. Sistematika dan Tahapan Penelitian

Sistematika penelitian pada penelitian ini diantaranya; sintesa bahan nanokomposit epoxy – *clay* Tapanuli, uji sifat mekanik dan termal serta XRD dari bahan nanokomposit epoxy – *clay* Tapanuli.

Sedangkan tahapan penelitian dalam pembuatan *organoclay* Tapanuli ditunjukkan seperti pada gambar 3.1. Dan tahapan penelitian epoxy – *clay* Tapanuli ditunjukkan seperti pada gambar 3.2.



Gambar 3.1. Tahapan sintesa *organoclay* Tapanuli



Gambar 3.2. Tahapan penelitian epoxy – clay Tapanuli

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Preparasi Bentonit

Bentonit dihaluskan dengan cara digerus dengan menggunakan lumpang dan mortar, kemudian bentonit dipanaskan di dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam

3.3.2. Sintesa *Organoclay* Tapanuli

Sebanyak sepuluh gram *clay* Tapanuli dimasukkan ke beaker glass kemudian didispersikan dalam 300 mL aquades. Sebanyak 2.92 gram surfaktan HDTMABr (2 KTK) didispersikan dalam 200 ml aquades. Kemudian surfaktan yang telah larut, dituangkan secara perlahan ke dalam larutan *clay* Tapanuli. Campuran diaduk hingga rata secara manual. Campuran kemudian diu dengan menggunakan ultrasonikator KRISBOW pada suhu 60°C selama 30 menit. Endapan yang terjadi dipisahkan dengan menuangkan cairan di atasnya ke wadah lain. Sisa endapan disentrifugasi untuk memperoleh *organoclay* Tapanuli yang terbentuk. *Organoclay* Tapanuli dipanaskan di dalam oven pada suhu 60°C selama 3 jam sampai kering.

3.3.3. Preparasi *Organoclay* Tapanuli

Organoclay Tapanuli dihaluskan dengan cara digerus dengan menggunakan lumpang dan mortar. Kemudian *organoclay* Tapanuli dipanaskan di dalam oven pada suhu 50°C selama 18 jam untuk menghilangkan kandungan uap air.

3.3.4. Penentuan *Organoclay* yang Akan Dipakai Untuk Sintesa Bahan Nanokomposit Clay Tapanuli

Organoclay yang dibuat dengan metode hidrotermal (*organoclay* – TH) dilakukan perbandingan dengan *organoclay* yang telah dibuat dengan metode ultrasonik (*organoclay* – TU). Untuk dapat melihat perbedaan diantara keduanya, maka diamati dengan XRD. Analisa XRD dilakukan dengan menggunakan instrumen XRD BRUKER AXS D4 ENDEAVOR seperti pada Gambar 3.3. yang dilakukan pada rentang sudut 2θ antara 1 sampai dengan 40° dengan kenaikan sudut 0.02° setiap 0.1 detik. Hasil XRD kedua jenis *organoclay* ini dibandingkan dengan hasil XRD untuk *clay* alam Tapanuli.



Gambar 3.3. BRUKER AXS D4 ENDEAVOR

3.3.5. Penentuan Suhu Optimum Pencampuran Epoxy dan Organoclay Tapanuli

Waterbath dipanaskan hingga mencapai suhu 70°C. Kemudian *beaker glass* yang telah berisi 10 gram epoxy dicelupkan dalam *waterbath* sampai bagian epoxy benar-benar terendam dalam air yang telah mencapai suhu 70°C. Resin epoxy ditunggu hingga mencapai suhu 70°C. Setelah epoxy mencapai suhu 70°C, sebanyak 0.1 gr *organoclay* – TU didispersikan dalam resin epoxy dan terus diaduk secara manual selama 30 menit di dalam *waterbath*. Hasil dispersi *organoclay* – TU di dalam resin epoxy diamati dengan XRD.

Hal yang sama dilakukan untuk suhu pencampuran 75°C dan 85°C serta kandungan *organoclay* – TU dan *organoclay* – TH yang berbeda.

3.3.6. Sintesa Nanokomposit Epoxy – Clay Tapanuli

Organoclay Tapanuli dihaluskan dengan cara digerus dengan menggunakan lumpang dan mortar. Kemudian *organoclay* Tapanuli dipanaskan di dalam oven pada suhu 50°C selama 18 jam. *Waterbath* dipanaskan hingga mencapai suhu 75°C. Kemudian *beaker glass* yg telah berisi sejumlah epoxy dicelupkan ke dalam *waterbath* sampai bagian epoxy benar-benar terendam dalam air yang telah mencapai temperatur 75°C. Sejumlah tertentu *organoclay* Tapanuli dimasukkan ke dalam resin epoxy dan campuran diaduk dengan menggunakan *mixer* berkecepatan 600 rpm selama 30 menit. Campuran epoxy – *clay* Tapanuli dikeluarkan dan didinginkan dari *waterbath* hingga mencapai suhu kamar. Setelah campuran epoxy – *clay* Tapanuli

mencapai suhu kamar, *curing agent (hardener)* ditambahkan sebanyak 43% dari jumlah resin epoxy ke dalam campuran epoxy – *clay* Tapanuli dan diaduk rata. Cetakan spesimen terlebih dahulu dibersihkan dari kotoran lain. *Release agent* dioleskan pada permukaan cetakan spesimen. Kemudian cetakan dipanaskan di dalam oven sampai *release agent* benar-benar kering. Cetakan didinginkan beberapa saat kemudian dilakukan kembali pengolesan *release agent* pada permukaan cetakan spesimen dan pemanasan ke dalam oven sampai kurang lebih tiga kali pengulangan. Cetakan spesimen siap digunakan untuk spesimen uji tarik, uji termal, dan uji XRD.

Setelah cetakan spesimen siap, campuran epoxy – *clay* Tapanuli dituangkan ke dalam cetakan uji tarik, uji HDT dan analisa XRD. Campuran epoxy – *clay* Tapanuli kemudian dimasukkan ke dalam oven bersuhu 150°C selama 2 jam untuk proses *curing* [82]. Melakukan tahap yang sama untuk kandungan *clay* 1; 2; 3; 4; dan 5 wt%.

3.3.7. Uji XRD

Spesimen XRD berdiameter 3.5 cm. Uji XRD bertujuan untuk menganalisa struktur material nanokomposit. Uji XRD dilakukan menggunakan instrumen XRD BRUKER AXS D4 ENDEAVOR yang dilakukan pada rentang sudut 2θ antara 1 sampai dengan 40° dengan interval kenaikan sudut 0.02° setiap 0.1 detik.

3.3.8. Uji Tarik

Uji tarik dilakukan berdasarkan pada standard ASTM D-638. Uji tarik dilakukan pada suhu ruang (25°C) dengan kelembaban relatif 65%. Menggunakan instrumen uji tarik INSTRON-4206 dengan *crosshead speed* sebesar 5 mm/menit.



Gambar 3.4. INSTRON 4206

Pertama-tama tebal dan lebar leher spesimen uji tarik yang berbentuk *dog bone* diukur dengan jangka sorong. Kemudian kedua ujung spesimen uji tarik dijepitkan pada holder dan ditarik. Diperoleh nilai beban maksimum, stress saat beban maksimum, strain saat beban maksimum, modulus Young dan *tangent modulus*.

3.3.9. Uji HDT

Uji HDT dilakukan berdasarkan pada standard ISO 75 dengan ukuran 80 x 10 x 4 mm. Tebal dan lebar spesimen uji HDT diukur dengan mikrometer. Mengkondisikan spesimen uji HDT pada suhu 23°C dan kelembaban relatif 50% selama 48 jam. *Waterbath* yang telah terisi media penghantar panas yaitu minyak

silikon disiapkan. Spesimen uji HDT diletakkan di atas penyangga dengan posisi *flatwise*. Termometer diletakkan ke dalam support dan diusahakan agar ujung termometer berada sedekat mungkin dengan permukaan spesimen uji HDT tanpa menyentuh permukaan spesimen. *Nominal surface stress* ditambahkan sebesar 1.8 MPa. *Support* diletakkan ke dalam *waterbath*. Suhu minyak silikon dinaikkan dengan kecepatan $12 \pm 1^\circ\text{C}/6$ menit dan minyak silikon diaduk selama pengujian. Laju pemanasan dikontrol setiap interval 6 menit. Suhu minyak silikon dicatat jika telah tercapai defleksi 0.34 mm. Suhu tersebut didefinisikan sebagai suhu defleksi oleh beban. Diperoleh nilai rata-rata dari hasil 2 kali pengujian yang telah dilakukan. Gambar 3.5. menunjukkan instrumen tes HDT; (a) Penyangga spesimen, (b) Pengontrol suhu dan *waterbath*



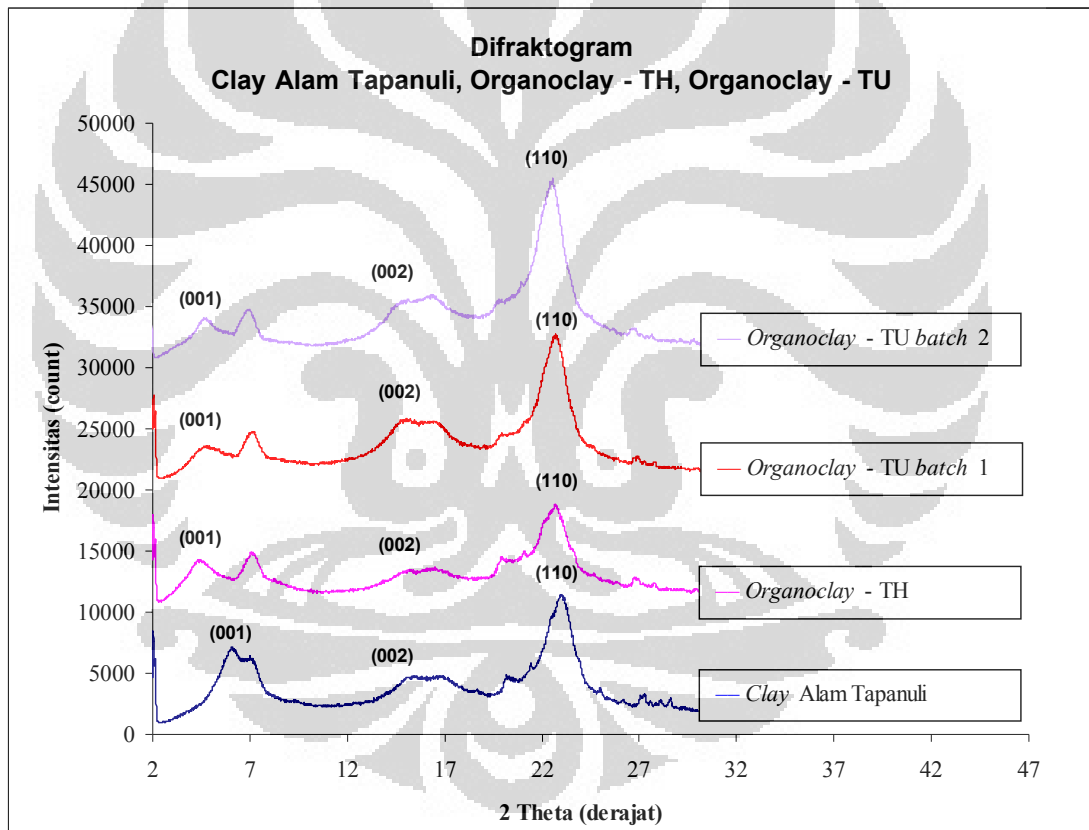
Gambar 3.5. Instrumen tes HDT

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil Penentuan Organoclay Tapanuli yang Akan Digunakan

Gambar 4.1 menunjukkan difraktogram *clay* alam, *organoclay* – TU batch 1, dan *organoclay* – TU batch 2, dan *organoclay* – TH.



Gambar 4.1. Difraktogram *clay* alam Tapanuli , *organoclay* – TU batch 1, *organoclay* – TU batch 2, dan *organoclay* – TH.

Organoclay – TH dan TU keduanya sama-sama menggunakan HDTMABr sebagai surfaktan. Perbedaan diantara keduanya adalah jika pada pembuatan *organoclay* - TH, campuran antara *clay* yang telah dilarutkan dengan surfaktan 2 KTK, dipindahkan dalam wadah teflon dan perlakuan hidrotermal pada wadah dilakukan selama 3 jam dengan temperatur 110°C. Endapan hasil hidrotermal kemudian disaring dan dicuci dengan aquades sampai bebas dari bromida kemudian dikeringkan dalam oven vakum pada suhu 70°C selama 6 jam. *Organoclay* – TH sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Andy (2007) [84]. Sedangkan *organoclay* – TU batch 1 dilakukan oleh Irwansyah [50]. *Organoclay* – TU batch 2 disintesa seperti yang dilakukan oleh Irwansyah. Tabel 4.1. menunjukkan *basal spacing* masing – masing *organoclay* hasil analisis difraktogram.

Tabel 4.1. Nilai $2\theta_{(001)}$ dan basal spacing pada *clay* alam Tapanuli, *organoclay* TH dan TU

No	Sampel	Dua tetha (derajat)	Basal spacing (Å)
1	<i>Clay</i> Alam Tapanuli	6.21	14.2
2	<i>Organoclay</i> – TH	4.89	18.1
3	<i>Organoclay</i> – TU batch 1	3.99	22.1
4	<i>Organoclay</i> – TU batch 2	3.97	22.2

Dari Tabel 4.1. menunjukkan bahwa penambahan sejumlah surfaktan pada *clay* alam Tapanuli, dapat meningkatkan *basal spacing* pada kedua *organoclay* – TH

dan TU. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat sejumlah surfaktan yang telah terinterkalasi ke dalam *gallery clay*. Menurut Ray Frost (2006), peningkatan *basal spacing* kemungkinan disebabkan oleh peningkatan jumlah surfaktan yang mengisi *gallery clay* [85].

Pada sejumlah studi mengenai interkalasi surfaktan di dalam *gallery clay* menunjukkan bahwa *d-spacing* pada *organoclay* bergantung pada panjang rantai alkil surfaktan di dalam *gallery mineral clay*. Setelah rantai *alkylammonium* masuk ke dalam *interlayer* silikat, terjadi interaksi antara gugus kepala kation *alkylammonium* dengan permukaan silikat, rantai hidrokarbon kation *alkylammonium* dengan permukaan silikat, dan interaksi rantai hidrokarbon dengan rantai hidrokarbon kation *alkylammonium*. Interaksi elektrostatis yang kuat antara muatan negatif permukaan *clay* dengan muatan positif gugus kepala surfaktan mengakibatkan gugus kepala surfaktan mendekati permukaan *clay*. Terdapat tiga jenis interaksi ketika surfaktan mengisi *gallery clay*, yaitu interkalasi surfaktan kationik melalui pertukaran kation dan mengikat sisi permukaan *clay* akibat dari interaksi elektrostatis, adsorpsi surfaktan kationik pada *gallery clay*, serta adsorpsi fisik surfaktan kationik pada permukaan eksternal *clay* [86].

Dari hasil difraktogram pada Tabel 4.1. terlihat bahwa *organoclay* - TU memiliki *basal spacing* yang lebih besar dibandingkan dengan *organoclay* - TH. Perbedaan jarak *basal spacing* ini mengisyaratkan bahwa terdapat lebih banyak surfaktan yang dapat masuk ke dalam *gallery clay* yang disintesa dengan metode ultrasonik. Peningkatan *basal spacing* pada *organoclay* Tapanuli dibandingkan

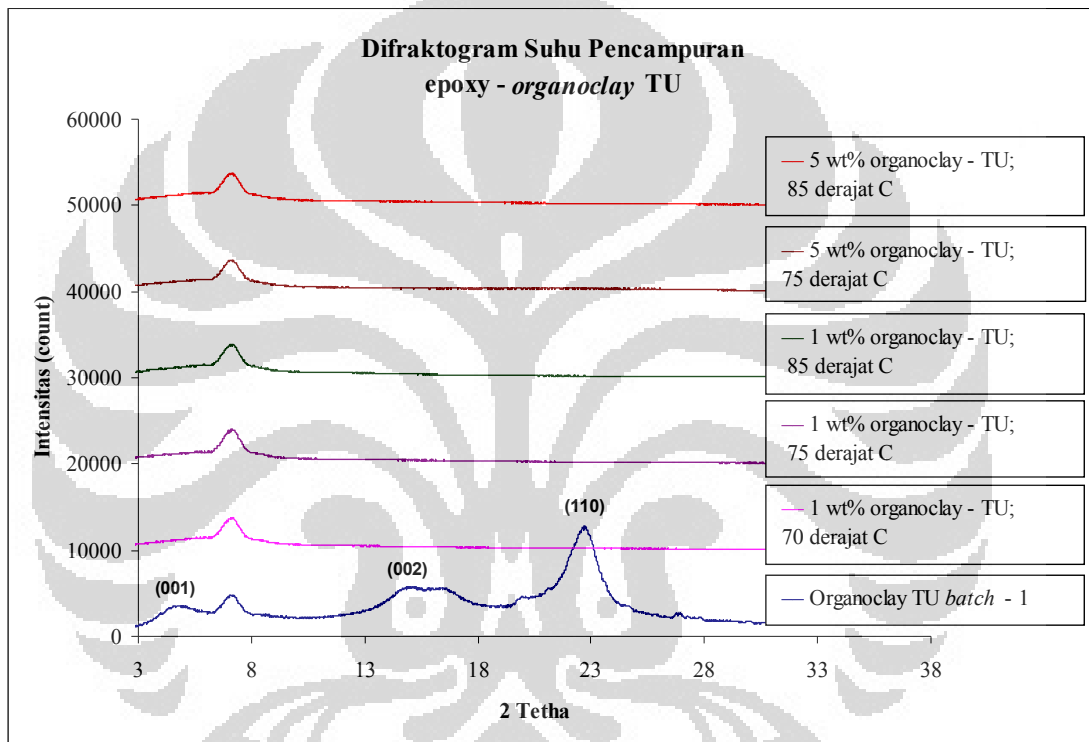
dengan clay alam Tapanuli, menunjukkan bahwa *gallery clay* mengalami pelebaran atau interkalasi sehingga memberikan ruang yang lebih besar bagi monomer untuk berdifusi ke dalam *gallery clay* dan membentuk matriks polimer. Jika dibandingkan dengan *organoclay* komersial Nanomer I30E dari Nanocor, Inc., yang memiliki *basal spacing* 21.4 Å yang telah berhasil digunakan untuk sintesa bahan nanokomposit epoxy – clay oleh S. Kencana [81], maka pemilihan *organoclay* - TU lebih tepat digunakan untuk sintesa bahan nanokomposit epoxy – *organoclay* Tapanuli berikutnya.

Pengamatan dengan XRD pada *organoclay* – TU batch 1 dan batch 2 menunjukkan *d-spacing* kedua batch relatif sama. Ini menunjukkan bahwa sintesa *organoclay* – TU bersifat *repeatable*.

4.2. Hasil Penentuan Suhu Optimum Pencampuran Epoxy dan Organoclay Tapanuli

Sebelum melakukan sintesa bahan nanokomposit epoxy – *organoclay* Tapanuli perlu dilakukan pengamatan terlebih dahulu terhadap pengaruh *organoclay* Tapanuli yang dicampurkan ke dalam resin epoxy. Pencampuran dilakukan pada suhu 70; 75; dan 85°C dengan komposisi *organoclay* adalah 1 dan 5 % berat. Pengaruh *organoclay* dapat diamati melalui perubahan *basal spacing* dari hasil analisis XRD. Dalam kasus tanah lempung, peningkatan *d-spacing* menunjukkan adanya resin epoxy yang telah menempati *gallery clay*.

Gambar 4.2. menunjukkan difraktogram pencampuran epoxy – *organoclay* Tapanuli tanpa proses *curing* dengan komposisi 1 (% berat *organoclay* Tapanuli) pada suhu pencampuran 70 ; 75 ; dan 85°C, dan komposisi 5 (% berat *organoclay* Tapanuli) pada suhu pencampuran 75 dan 85°C selama 30 menit.



Gambar 4.2. Difraktogram campuran epoxy – *organoclay* Tapanuli pada berbagai suhu dan kandungan *organoclay* – TU

Seperti yang telah ditunjukkan pada Gambar 4.1. karakteristik puncak difraksi yang menunjukkan bidang (001) pada *organoclay* – TU batch 1 memiliki nilai *basal spacing* pada 22.1 Å. Namun dari Gambar 4.2., tidak terdeteksi satupun dari hasil analisa XRD nanokomposit epoxy – *organoclay* Tapanuli yang menunjukkan puncak

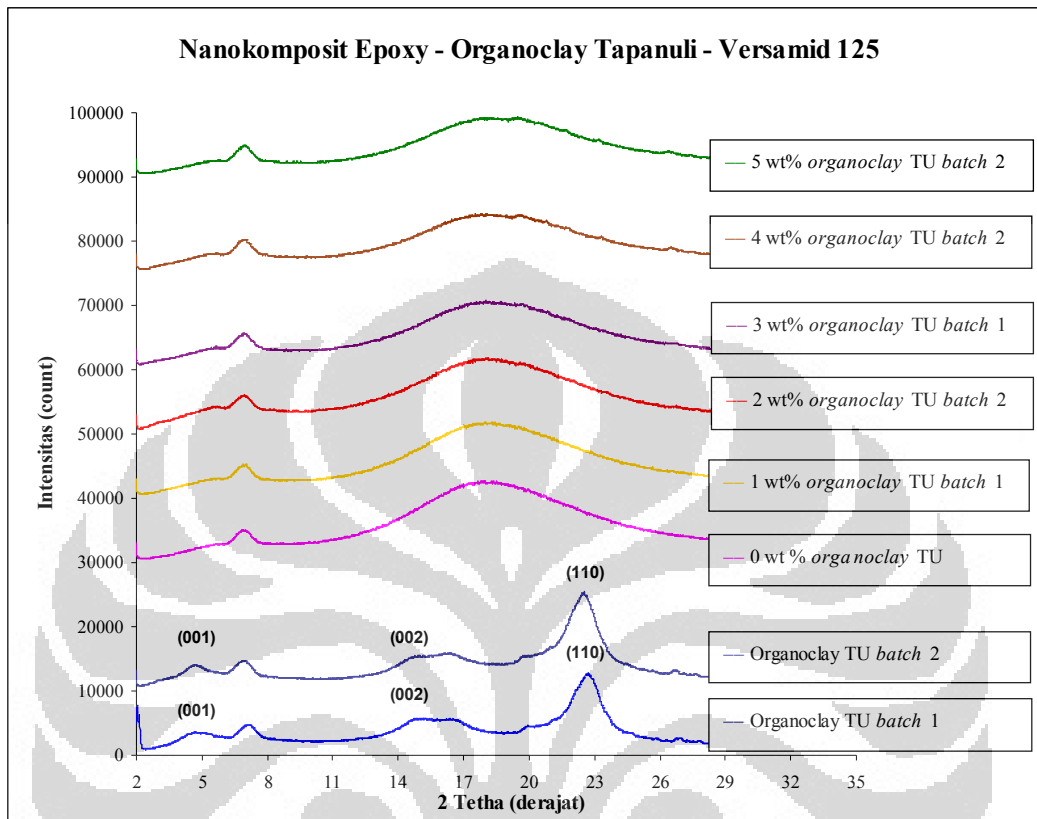
difraksi. Tidak terdeteksinya *basal spacing* d_{001} pada setiap pencampuran epoxy – organoclay – TU menunjukkan telah terjadi peningkatan *basal spacing organoclay* akibat pencampuran *organoclay* Tapanuli dengan resin epoxy. Ini berarti bahwa pencampuran dapat terjadi pada suhu antara 70 sampai 85°C.

Pemilihan temperatur $75 \pm 2^\circ\text{C}$ sebagai suhu pencampuran dalam proses sintesa nanokomposit epoxy – organoclay Tapanuli dilakukan berdasarkan pada proses pencampuran *organoclay* Nanomer I30E dalam resin epoxy dengan jenis yang sama (DER 331) yang dilakukan oleh S. Kencana dkk dengan suhu pencampuran $75 \pm 5^\circ\text{C}$ [81].

4.3. Hasil uji XRD

Pola difraksi untuk nanokomposit yang terdiri atas kandungan organoclay 0; 1; 2; 3; 4; dan 5 (% berat) yang telah melalui proses curing pada suhu 150°C selama 2 jam ditunjukkan pada Gambar 4.3.

Gambar 4.3. menunjukkan pola difraksi seperti pada Gambar 4.2. Dimana untuk setiap nanokomposit epoxy – organoclay TU – Versamid 125 tidak tampak puncak difraksi seperti yang ditunjukkan pada organoclay TU. Menurut Asma Yasmin, puncak difraksi yang tidak terdeteksi dapat dihubungkan pada jarak *basal spacing* yang cukup besar, maupun terdapat orientasi acak *platelets clay* [79].



Gambar 4.3. Difraktogram nanokomposit epoxy – organoclay Tapanuli – Versamid 125

Menurut S. Kencana dkk, pergeseran puncak difraksi bidang (001) menjadi tidak terdeteksi pada nanokomposit epoxy – clay menunjukkan bahwa struktur nanokomposit yang terbentuk adalah struktur eksfoliasi [81]. Walaupun demikian, untuk pengkajian struktur nanokomposit dengan lebih mendalam, uji TEM perlu dilakukan agar struktur nanokomposit dapat diketahui dengan pasti, apakah terjadi struktur eksfoliasi atau interkalasi.

Beberapa penelitian yang mempelajari mengenai epoxy – clay nanokomposit yang melalui proses *curing* dengan amine menyebutkan bahwa eksfoliasi yang terjadi pada struktur nanokomposit dapat dipengaruhi oleh parameter – parameter diantaranya : (1). Jenis ion *alkylammonium* yang digunakan akan berpengaruh pada dispersi clay – matriks dan polimerisasi yang terjadi di dalam *gallery clay*; (2). Panjang rantai alkil yang mengontrol difusi ke dalam *gallery* dan memberikan pengaruh yang kuat terhadap pengembangan (*swelling*) mineral *clay* oleh monomer epoxy; (3). Jenis *curing agent* yang digunakan (seperti aromatic diamines, aliphatic diamines, anhydrides) yang mempengaruhi *glass transition temperatur* resin; (4). Kondisi *curing* yang memberi pengaruh terhadap laju polimerisasi dan Tg resin [87].

Struktur eksfoliasi nanokomposit epoxy – *clay* juga ditunjukkan dari hasil XRD seperti pada Gambar 2.22. yang dilakukan oleh Wang dkk [79]. Dari gambar 2.22. refleksi puncak difraksi $d_{(001)}$ menunjukkan *basal spacing* sebesar 2.67 nm pada $2\theta = 3.3^\circ$. Sedangkan untuk hasil XRD nanokomposit, tidak ada puncak difraksi yang dapat diamati dalam *range* sudut $2\sim 10^\circ$. Untuk mempelajari struktur nanokomposit selanjutnya, dilakukan uji TEM. Dari hasil TEM *micrograph* pada nanokomposit EP/RFC dengan kandungan 5wt% RFC, tampak bahwa platelet clay terdispersi di dalam matriks epoxy secara acak dan homogen. Dari *micrograph* TEM dengan pembesaran tinggi, menunjukkan bahwa hampir kesemua lapisan silikat berada dalam struktur eksfoliasi.

Gambar 2.3. juga menunjukkan perkiraan terjadi struktur nanokomposit epoxy – *clay* dengan menggunakan hasil *small angle* XRD (SAXRD) yang telah dilakukan

oleh Asma Yasmin [80]. Gambar 2.22. merupakan pola SAXRD untuk nanokomposit dengan variasi kandungan *clay*. *Organoclay* komersial (Cloisite[®] 30B) menunjukkan karakterisasi puncak difraksi bidang (001) pada 18nm. Namun tidak terdapat satupun nanokomposit yang menunjukkan puncak difraksi. Ada dua alasan yang dapat menjelaskan ketidakterdeteksian puncak difraksi pada nanokomposit, diantaranya adalah telah terjadi struktur eksfoliasi atau terjadi struktur interkalasi yang tidak beraturan dengan rata-rata d-spacing lebih besar dari 7nm. Untuk mengetahui struktur nanokomposit yang sebenarnya, maka uji TEM dilakukan. Pada kandungan *clay* 1, 5, dan 10 wt% menunjukkan bahwa telah terjadi dispersi *nanoclay* yang homogen pada keseluruhan bagian. Hasil TEM juga menunjukkan bahwa struktur yang terjadi pada setiap kandungan *clay* lebih kepada struktur interkalasi yang tidak teratur dibandingkan struktur tereksfoliasi. Menurut Liu, pada kandungan *clay* yang tinggi, tingkat viskositas akan meningkat yang dapat menghasilkan suatu *shear force* yang lebih besar yang akan meningkatkan *basal spacing clay* di dalam resin epoxy [88]

4.4. Hasil Uji Tarik

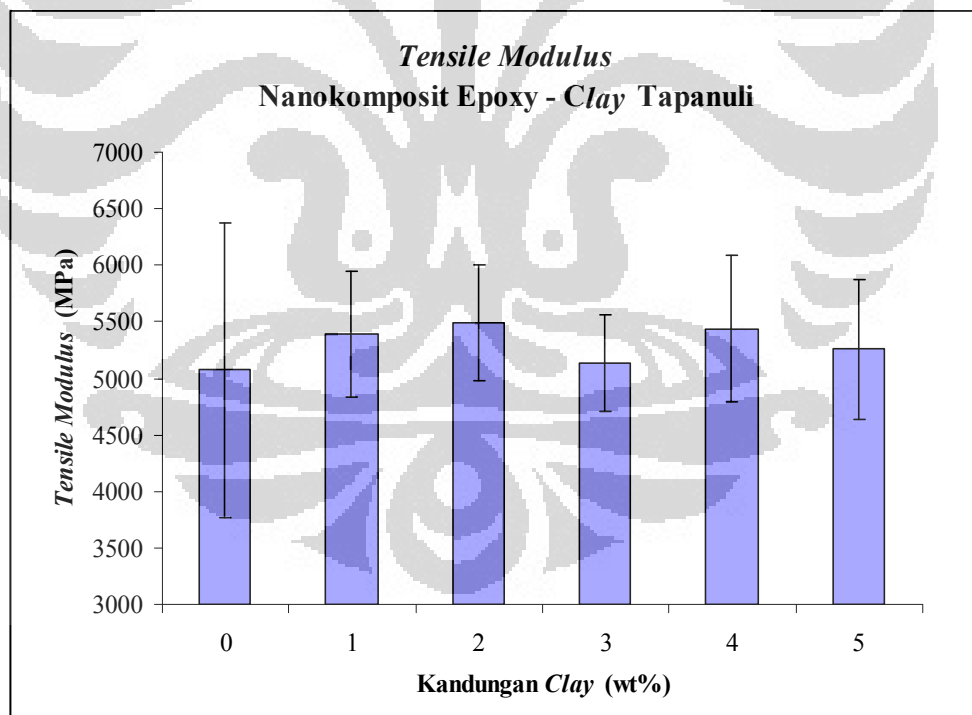
Uji tarik yang dilakukan terhadap suatu spesimen bertujuan untuk mengetahui ketahanan spesimen sebelum mengalami patah. Gambar 4.4. menunjukkan *tensile modulus* nanokomposit epoxy – *clay* Tapanuli terhadap variasi kandungan *clay*. Tensile modulus merupakan rasio perubahan *stress* terhadap *strain*. Pada kurva *stress* – *strain*, *tensile modulus* dapat ditentukan dari kemiringan dari kurva stress - strain. Dari Gambar 4.4. terlihat bahwa nilai modulus berubah dengan penambahan

organoclay Tapanuli ke dalam resin epoxy. Beberapa studi mengenai nanokomposit epoxy – *clay* juga menunjukkan hubungan linear antara *tensile modulus* dengan penambahan kandungan *clay*. Berdasarkan pada Polymer Data Handbook, nilai *tensile modulus* dari resin epoxy yang tidak mengandung *clay* berkisar antara 3000 – 5000 MPa [89]. Hasil *tensile modulus* yang diperoleh pada penelitian ini untuk resin epoxy sebesar 5073 MPa sesuai dengan nilai literatur. Peningkatan *tensile modulus* yang terbesar terjadi ketika kandungan *clay* 2 wt% dalam resin epoxy yaitu sekitar 8.24% dari *tensile modulus* epoxy murni.

Dari gambar 2.25 (a) memperlihatkan bahwa nilai *tensile modulus* akan meningkat seiring dengan penambahan kandungan *clay*. Peningkatan nilai *tensile modulus* nanokomposit dibandingkan dengan epoxy murninya dapat dihubungkan dengan terjadinya eksfoliasi dan dispersi partikel *nanoclay* yang baik sehingga mereduksi mobilitas rantai polimer pada kandungan *clay* tertentu dan adanya adhesi permukaan yang baik antara matriks polimer dengan partikel *clay*.

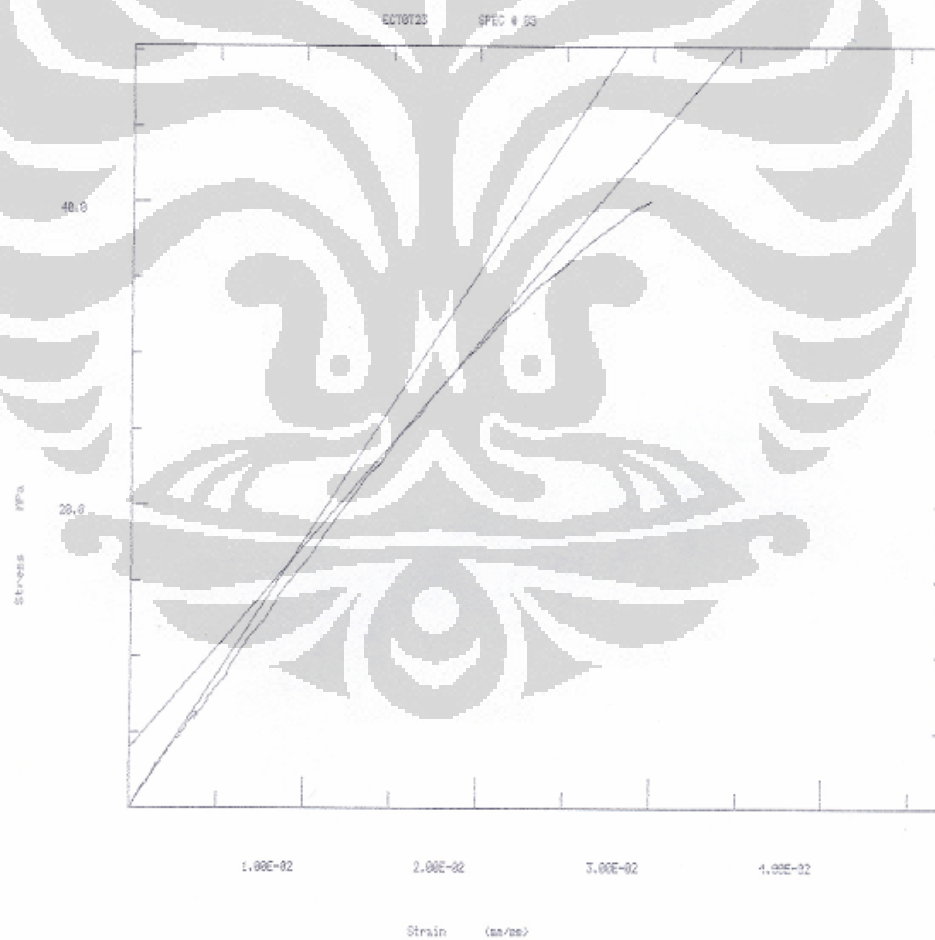
Dari Gambar 4.4. memperlihatkan bahwa nanokomposit dengan kandungan *clay* 2 wt% memiliki peningkatan *tensile modulus* paling tinggi. Dan pada 3 wt% *clay*, terjadi penurunan nilai *tensile modulus* hingga mendekati nilai *tensile modulus* untuk epoxy murni. Karena itu, dapat dikatakan bahwa kandungan *clay* 2wt% merupakan kandungan optimal pada nanokomposit yang dibuat dalam penelitian ini. Penelitian yang dilakukan oleh Surya Kencana menyebutkan bahwa peningkatan maksimum *tensile modulus* pada epoxy – *clay* Tapanuli adalah ketika kandungan *clay* sebesar 1.1wt% yang meningkat sekitar dua kali dari nilai epoxy murninya [81].

Dalam penelitian ini, pada penambahan kandungan clay 1 wt% menunjukkan laju kenaikan *tensile modulus* yang paling tinggi dari nilai *tensile modulus* epoxy murni. Dan pada penambahan berikutnya laju peningkatan tensile modulus mulai berkurang. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Surya dan Asma Yasmin yang menunjukkan adanya laju peningkatan *tensile modulus* tertinggi ketika penambahan 1wt% clay. Namun laju peningkatan *tensile modulus* akan berkurang seiring dengan bertambahnya kandungan *clay*. Menurut Liu, penurunan laju *tensile modulus* untuk kandungan clay yang lebih besar dapat dihubungkan dengan adanya sejumlah partikel clay yang tidak tereksfoliasi [88].

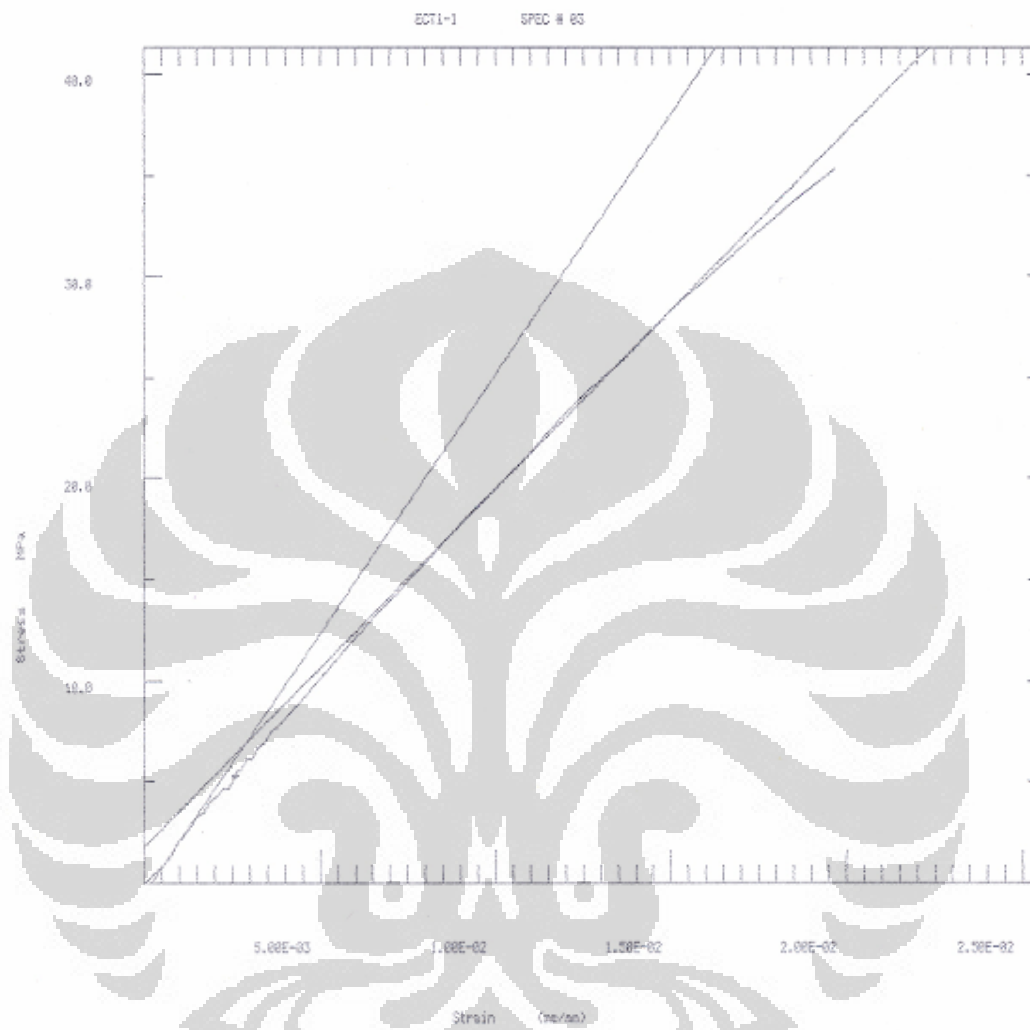


Gambar 4.4. *Tensile modulus* pada nanokomposit epoxy – *clay* Tapanuli dengan variasi kandungan *clay*

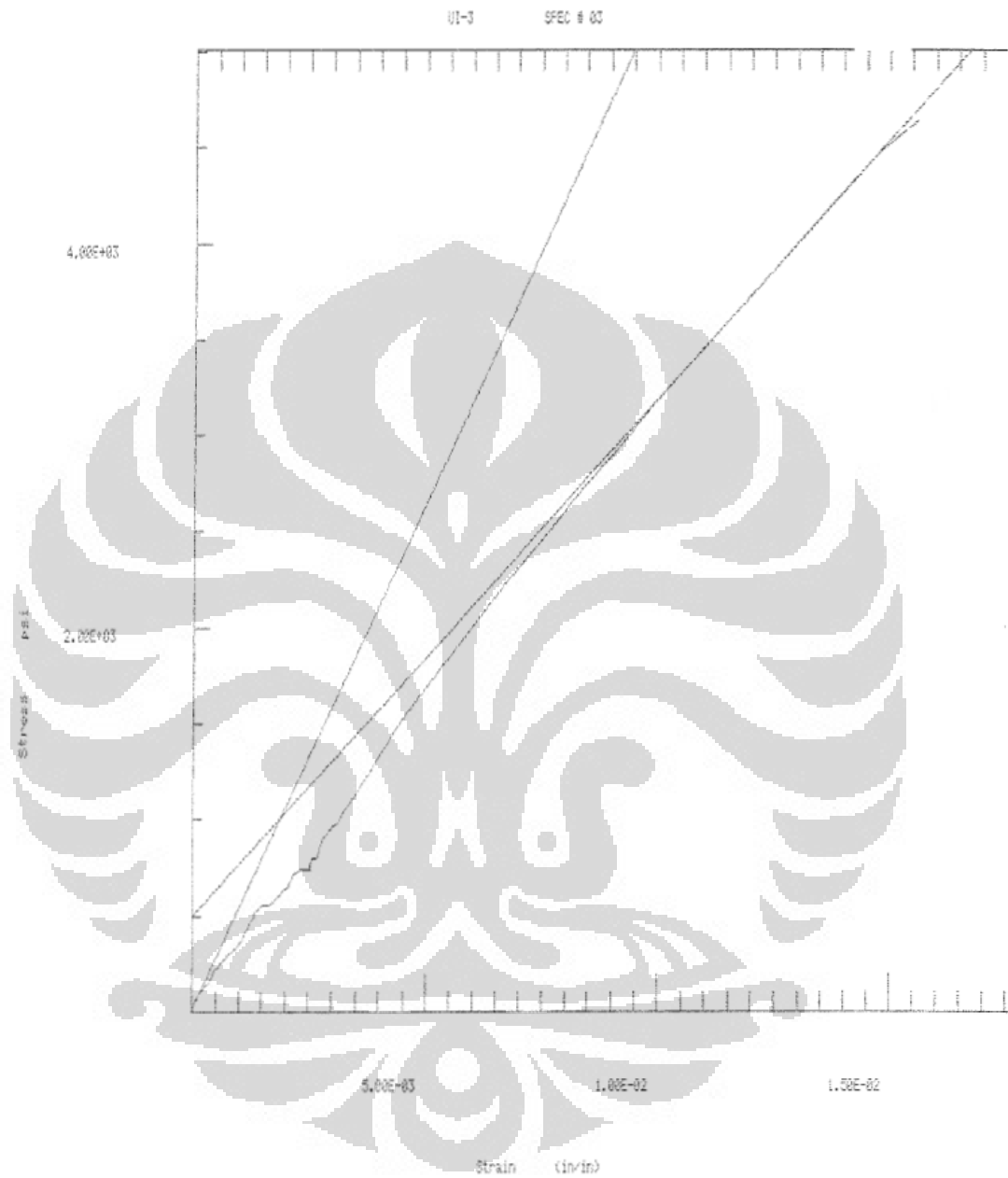
Gambar 4.5. ; 4.6. ; dan 4.7. masing-masing menunjukkan kurva *stress-strain* pada nanokomposit epoxy – *clay* dengan kandungan clay 0; 1; dan 5 wt% *clay*. Dari kurva *stress-strain* tersebut, beberapa parameter seperti *tensile strength*, *elongation at break*, *tensile modulus* dan *tangent modulus* dapat diketahui. Grafik yang pada Gambar 4.5 sampai 4.7 sesuai dengan kurva *stress-strain* yang terdapat pada Gambar 2.24. yang menunjukkan bahwa nilai strain akan berkurang seiring dengan penambahan clay Tapanuli.



Gambar 4.5. Kurva *stress – strain* 0 wt% organoclay – TU



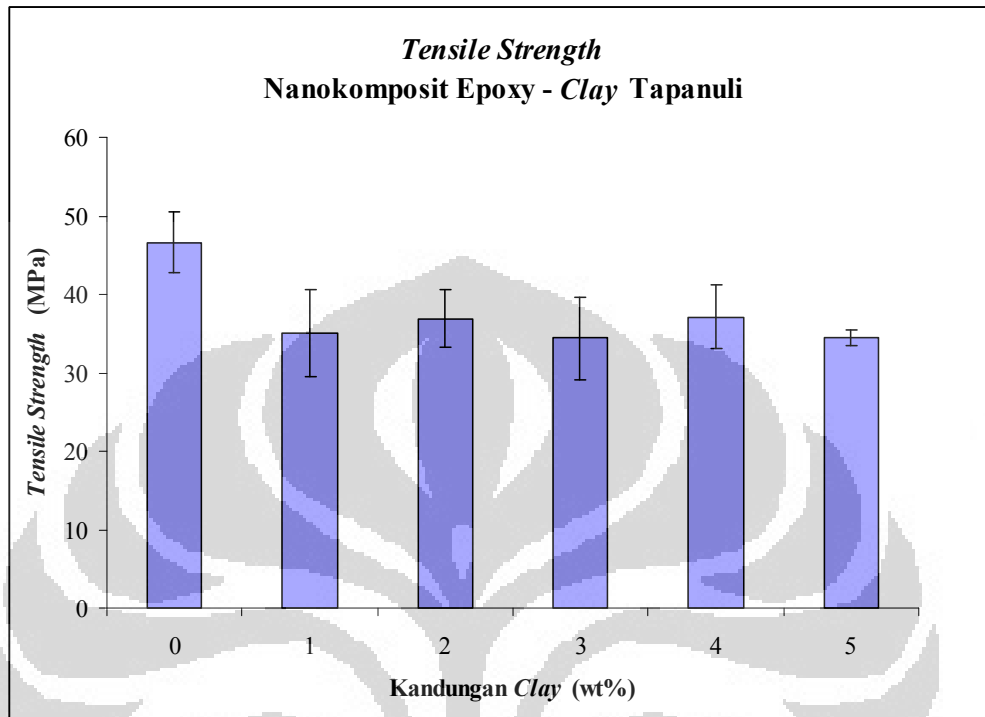
Gambar 4.6. Kurva *stress – strain* 1 wt% organoclay – TU



Gambar 4.7. Kurva *stress – strain* 5 wt% *organoclay* – TU

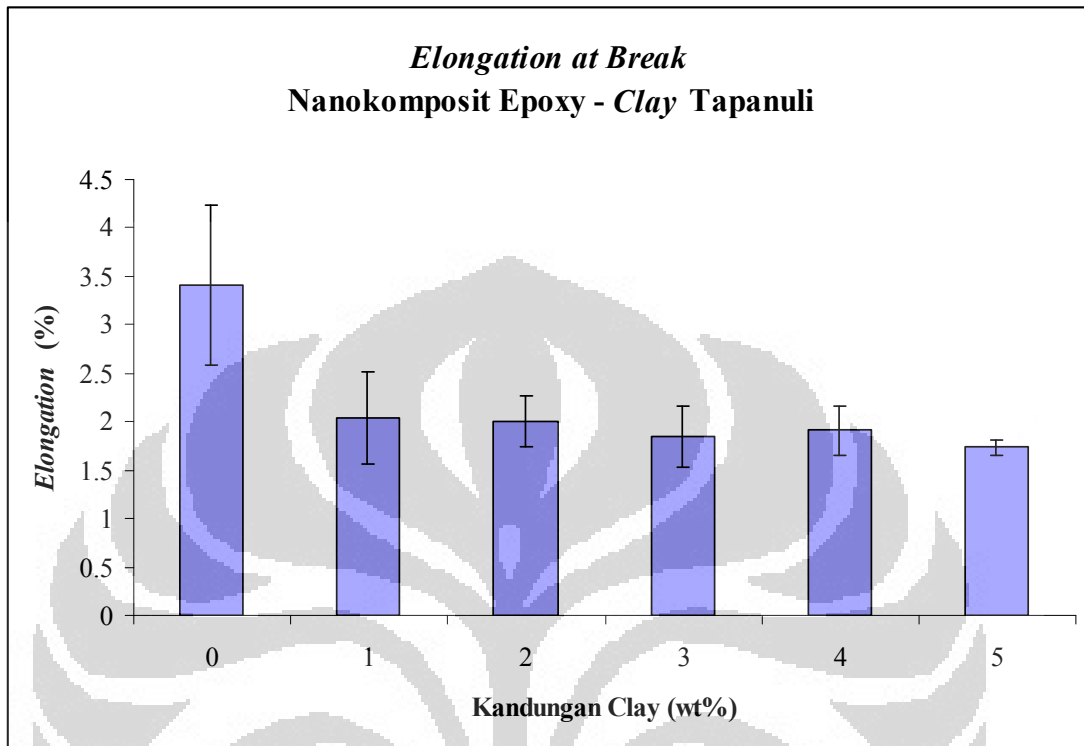
Gambar 4.8 menunjukkan *tensile strength* dari nanokomposit epoxy – clay TU terhadap variasi kandungan *clay*. *Tensile strength* mengukur seberapa besar gaya

yang diperlukan untuk menarik suatu spesimen sampai pada titik dimana spesimen akan patah. Atau dengan kata lain, *tensile strength* suatu material merupakan jumlah stress maksimum yang diperlukan untuk dapat mematahkan spesimen. Dari Gambar 4.8. terlihat bahwa penambahan kandungan *clay* Tapanuli di dalam resin epoxy akan mengakibatkan penurunan nilai *tensile strength* dibandingkan *tensile strength* epoxy murni. Ini sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh S. Kencana dkk yang menyebutkan bahwa nanokomposit epoxy – *clay* mengalami penurunan yang seiring dengan peningkatan komposisi *clay* seperti pada Gambar 2.28. Pada beberapa referensi juga menyebutkan penambahan *clay* ke dalam resin epoxy mengakibatkan penurunan *tensile strength*. Resin epoxy murni dengan densitas 1.2 – 1.4 g/cm³ memiliki *tensile strength* berkisar antara 50 – 110 MPa [14]. Sedangkan menurut data yang dimiliki oleh Polymer Data Handbook, menyebutkan nilai stress ketika patah untuk resin epoxy murni berkisar antara 30 – 90 MPa [89]. Penurunan nilai *tensile strength* yang seiring dengan penambahan kandungan *clay* merupakan suatu respon yang khas ketika suatu filler yang *brittle* ditambahkan ke dalam polimer. Mohan dkk menyatakan bahwa penurunan *tensile strength* pada sistem epoxy – *clay* dapat dijelaskan dengan dua alasan. Pertama, dengan lebih banyak kandungan *clay* di dalam epoxy, maka distribusi *clay* di dalam epoxy akan semakin tidak homogen, sehingga memungkinkan terjadinya pengumpulan *clay*. Kedua, terjadi gelembung udara selama proses pencampuran akibat dari viskositas epoxy yang menjadi semakin tinggi.



Gambar 4.8. *Tensile strength* pada nanokomposit epoxy – clay Tapanuli terhadap variasi kandungan clay

Gambar 4.9. menunjukkan *elongation* saat patah dari nanokomposit epoxy – clay TU dengan variasi kandungan clay. *Elongation at break* merupakan strain yang dialami oleh spesimen ketika spesimen patah. Berdasarkan Polymer Data Handbook, resin epoxy murni memiliki *elongation at break* antara 1 – 2% [89]. Dari Gambar 4.9. terlihat bahwa penambahan kandungan clay Tapanuli ke dalam resin epoxy mengakibatkan penurunan strain. Penurunan nilai strain saat terjadi patah ini sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Manan Aggarwal (Gambar 2.26) [80].



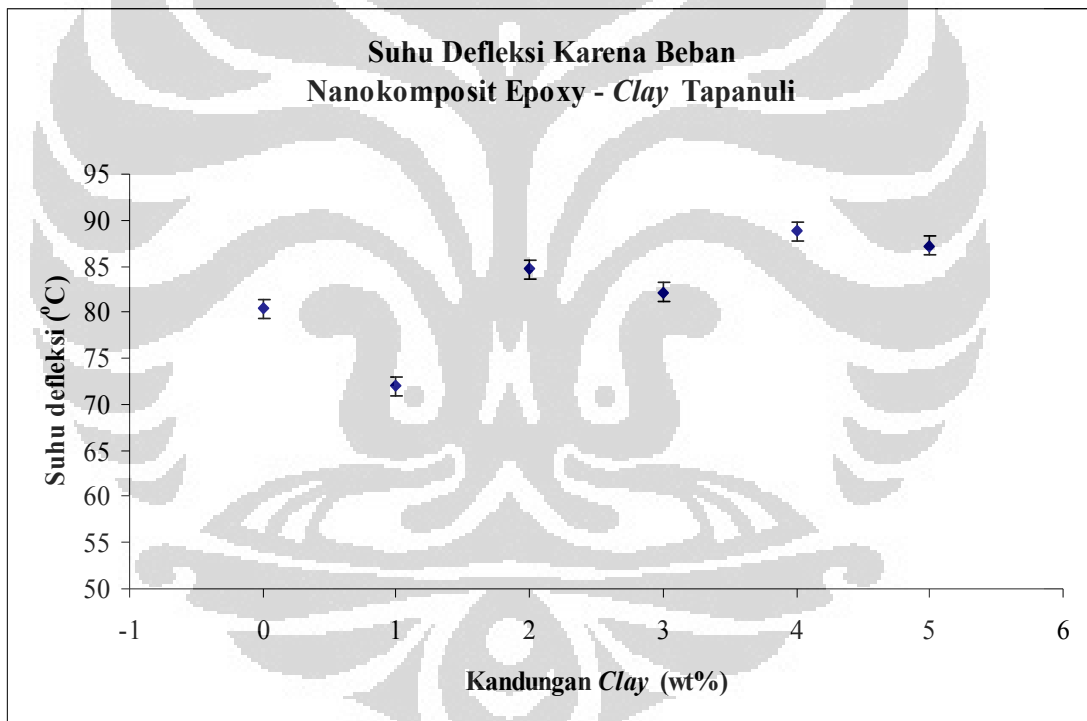
Gambar 4.9. *Elongation at break* pada nanokomposit epoxy – clay Tapanuli dengan variasi kandungan clay

Menurut Fornes dkk, telah terjadinya penurunan nilai *elongation at break* pada kandungan clay yang rendah (1wt%) kemungkinan disebabkan oleh adanya tumpukan lapisan silikat yang teramati pada struktur nanokomposit dari hasil TEM. Tumpukan lapisan silikat ini mengakibatkan nanokomposit menjadi lebih brittle [90].

Menurut Seyed dkk, penurunan nilai *elongation at break* yang seiring dengan penambahan kandungan clay di dalam polimer, dapat dihubungkan dengan kekakuan (*stiffness*) yang meningkat oleh penambahan kandungan clay [91].

4.5. Hasil Uji HDT

Uji termal HDT yang dilakukan pada spesimen ini bertujuan untuk menentukan suhu defleksi sampel HDT karena beban. Gambar 4.10. menunjukkan perubahan suhu defleksi pada nanokomposit epoxy – clay TU dengan variasi kandungan clay. Berbagai penelitian mengenai uji HDT untuk polimer – clay nanokomposit menunjukkan bahwa nilai suhu defleksi karena beban akan meningkat seiring dengan bertambahnya kandungan clay di dalam polimer.



Gambar 4.10. Suhu defleksi karena beban pada nanokomposit epoxy – clay Tapanuli dengan variasi kandungan clay

Dari Gambar 4.10. menunjukkan nilai suhu defleksi karena beban menghasilkan nilai yang kurang konsisten. Dimana untuk penambahan 1 wt% clay

Tapanuli, justru menurunkan nilai suhu defleksi karena beban sebesar 4.36% dari nilai suhu defleksi untuk epoxy murni. Sedangkan pada kandungan *clay* Tapanuli 2wt% sampai dengan 5wt% menunjukkan peningkatan suhu defleksi dibandingkan epoxy murni namun kenaikannya pun tidak signifikan. Peningkatan suhu defleksi maksimum dicapai ketika kandungan clay 4 wt% yaitu sebesar 10.45%.

Penurunan nilai suhu defleksi karena beban pada kandungan clay 1 wt% kemungkinan karena adanya tumpukan *clay* di dalam epoxy. Namun, untuk memastikan adanya tumpukan *clay* tersebut, maka perlu dilakukan studi lanjut menggunakan SEM atau TEM.

Menurut Kojima dkk, nilai suhu defleksi karena beban bergantung pada *aspect ratio* partikel *clay* yang terdispersi dalam polimer [92]. Studi yang dilakukan oleh Sinha Ray dkk menggunakan variasi beban untuk menentukan kebergantungan suhu defleksi terhadap beban yang digunakan. Hasil yang diperoleh menyatakan bahwa semakin besar beban yang dikenakan pada spesimen, maka suhu defleksi akan semakin kecil. Ini berarti bahwa untuk beban yang lebih besar, akan sangat sulit untuk bisa mencapai suhu defleksi yang tinggi jika tidak terdapat interaksi yang kuat antara matriks polimer dengan *clay* [93].

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Nanokomposit dengan menggunakan *clay* Tapanuli yang telah dimodifikasi dengan surfaktan heksadesiltrimetilammonium bromida, resin epoxy DER 331 dan *curing agent* Versamid 125 telah berhasil disintesa.

Dari hasil uji XRD, terjadi perubahan *basal spacing* pada *organoclay* Tapanuli dari 2.213 nm menjadi tidak terdeteksi. Ini mengisyaratkan bahwa kemungkinan telah terjadi struktur eksfoliasi pada nanokomposit epoxy – *clay* Tapanuli.

Penambahan *organoclay* Tapanuli ke dalam matriks epoxy melalui metode pencampuran mekanik, memberikan pengaruh terhadap beberapa sifat mekanik seperti *tensile modulus*, *tensile strength*, dan *elongation at break*. Dari uji tarik yang telah dilakukan, peningkatan *tensile modulus* akan diikuti oleh penurunan harga *tensile strength*. Sedangkan nilai *elongation at break* akan berkurang dengan adanya penambahan *organoclay* ke dalam matriks epoxy. Dilakukan pengamatan juga untuk sifat termal pada nanokomposit epoxy – *clay* Tapanuli melalui uji HDT. Dari uji HDT diperoleh bahwa harga suhu defleksi karena beban akan bernilai maksimum (meningkat sekitar 10.45%) ketika dilakukan penambahan kandungan *clay* sebesar 4 wt% .

5.2. Saran

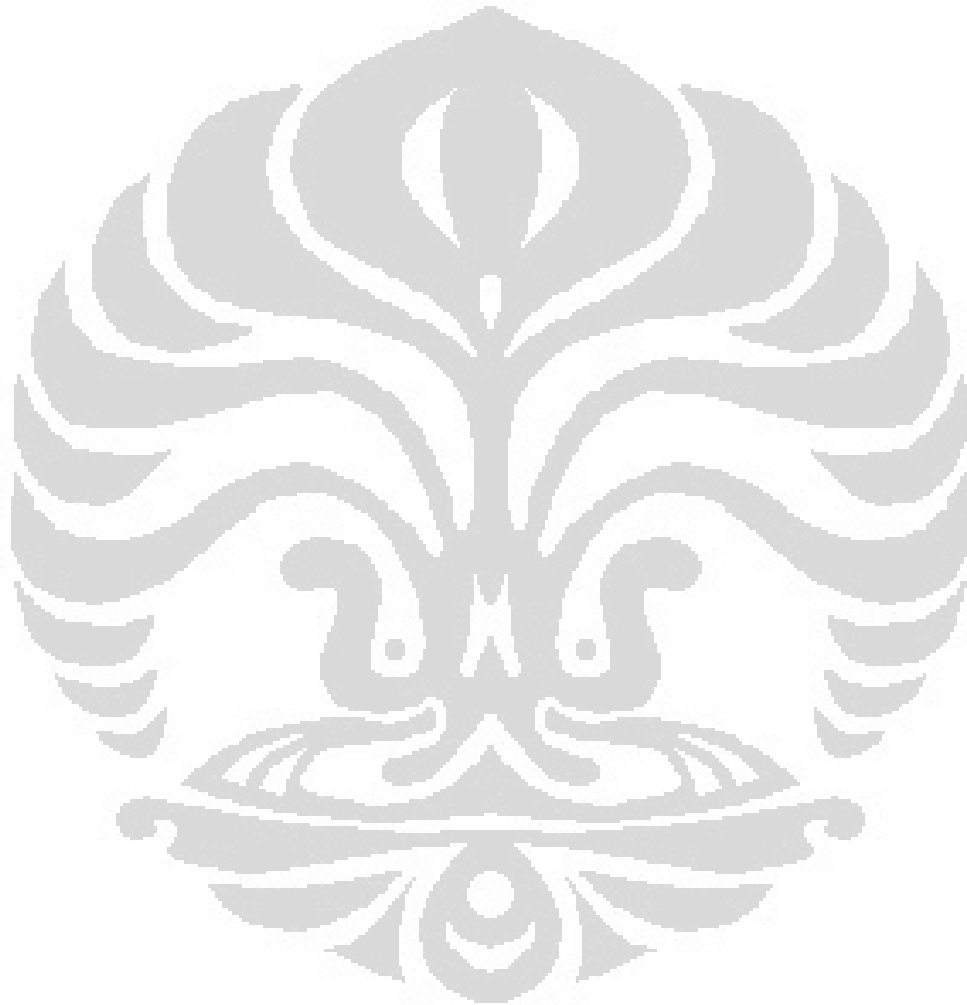
Untuk penelitian selanjutnya disarankan agar mencoba untuk melakukan pencampuran *organoclay* ke dalam matriks epoxy dengan menggunakan sonikator dalam proses pencampurannya. Karena dalam penelitian yang dilakukan oleh Manan Aggarwal menyebutkan bahwa melakukan pencampuran dengan gelombang ultrasonik memberikan dispersi *organoclay* ke dalam resin epoxy yang lebih baik dibandingkan dengan pencampuran secara mekanik [80].

Selain itu akan menjadi lebih baik apabila melakukan perbandingan pengaruh *nanoclay* ke dalam epoxy dengan pengaruh *nanofiller* lain seperti *carbon nanofiber* dan *carbon nanotube* jika didispersikan ke dalam resin epoxy.

Untuk memberikan pengaruh terhadap sifat mekanik yang lebih baik pada nanokomposit epoxy – *clay*, dapat juga dilakukan penelitian dengan menggunakan jenis epoxy dan *curing agent* yang berbeda. Dengan menggunakan jenis epoxy dengan gugus *epoxide* yang lebih tinggi, diharapkan akan menghasilkan nanokomposit yang memiliki sifat mekanik maupun termal yang lebih baik. Selain itu, dengan menggunakan *curing agent* yang berbeda dapat memberikan proses polimerisasi yang terjadi juga akan berbeda.

Untuk mencegah terjadinya *bubble* di dalam spesimen, sebaiknya melakukan proses vacuum terhadap campuran epoxy – *clay* nanokomposit sebelum dilakukan proses *curing*.

Untuk mempelajari lebih lanjut mengenai struktur nanokomposit, sebaiknya melakukan uji TEM sehingga dapat memastikan apakah terjadi struktur interkalasi atau eksfoliasi pada nanokomposit.



DAFTAR PUSTAKA

1. [http://www.nano2008.org/Buku Pengantar Nanosains/Bab 1 Pendahuluan.pdf](http://www.nano2008.org/Buku_Pengantar_Nanosains/Bab_1_Pendahuluan.pdf).
Jumat, 14 Maret 2008, pukul 08:52.
2. Callister, William D. *Materials Science And Engineering*. 1993. USA : John Wiley & Sons, Inc. pp. 514.
3. <http://en.wikipedia.org/wiki/nanocomposite.html>. Jumat, 14 Maret 2008, pukul 09:13.
4. [http://en.wikipedia.org/wiki/composite material.html](http://en.wikipedia.org/wiki/composite_material.html). Jumat, 14 Maret 2008, pukul 09:17.
5. Liem, T dan X. Xie. 2003. “*Nanoscience and Nanotechnology*” *Inovation*, vol.3 (3), pp8-13.
6. Astuti, R. Hadi. 2005. *Purifikasi dan Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay*. Skripsi Sarjana Kimia. Universitas Indonesia.
7. Hay, J.N. dan S.J. Shaw. 2000. *Nanocomposites – Properties and Applications*.
8. Ryan. January/February 2003. *Nanocomposites*. Polymer News, Issue 8.
9. Sherman, Lilli Manolis. *Nanocomposites – A Little Goes a Long Way*. Juni 1999.
10. [http://www.devileye.net/catalog/binder/hydraulic fluids..html](http://www.devileye.net/catalog/binder/hydraulic_fluids..html). Sabtu, 12 April 2008, pukul 08:25.
11. Downing, Alyssa. *Polymer Nanocomposite Are The Future*. 2005. University of Wisconsin-Stout.

12. Billmeyer, Fred W. 1994. *Text Book of Polymer Science*. New York : John Wiley & Sons. pp. 3.
13. Syarief. R.,S. Santausa dan Isyana. 1989. *Teknologi Pengemasan Pangan, PAU Pangan dan Gizi*, IPB Bogor.
14. Mazumdar, Sanjay K, Ph.D. 2002. *Composite Manufacturing*. New York : CRC Press. Subbab 2.3.1.
15. <http://www.epoxyandepoxyflooring.com>. Senin, 18 Februari 2008, pukul 22:47.
16. <http://en.wikipedia.org/epoxy.html>. Minggu 2 Maret 2008, pukul 06:54.
17. <http://www.lloyd-instruments.co.uk/testtypes/tensile.html>. Rabu 13 Februari 2008, pukul 19:56.
18. http://en.wikipedia.org/wiki/heat_deflection_temperature.html. Rabu 13 Februari 2008, pukul 20:08.
19. <http://www.clay.org.au/mins.html>. Minggu 7 April 2008, pukul 21:33
20. <http://www.tulane.edu/~sanelson/eens211/clayminerals.pdf>. Rabu 20 Februari 2008, pukul 06.52.
21. http://hydram.epfl.ch/VICAIRE/mod_3/chap_1/main.html. Kamis 20 Maret 2008, pukul 22:55.
22. <http://www.mala.bc.ca/~earles/geol212/lecture/unit01/uiuc-clays.pdf>. Selasa 19 Februari 2008, pukul 19:48.
23. http://www.umaine.edu/pse/sc/claysminerals-structure_and_function.pdf. Jumat 21 Maret 2008, pukul 06:11.

24. http://en.wikipedia.org/wiki/clay_mineral.html. Selasa, 19 Februari 2008, pukul 17.46.
25. *Mc Graw Hill Encyclopedia of Science and Technology* 3. 1987. USA : Mc Graw Hill Book Company. pp. 653-661.
26. <http://www.tulane.edu/~sanelson/eens211/index.html>. Selasa, 19 Februari 2008, pukul 19.50.
27. <http://ruby.colorado.edu/~smyth/G5200/28layersilicates.pdf>. Kamis, 20 Maret 2008, pukul 14.31.
28. <http://www.en.wikipedia.org/wiki/bentonite.html>. Jumat, 21 Maret 2008, pukul 18.33.
29. <http://www.webref.org/geology/b/bentonite.html>. Minggu, 30 Maret 2008, pukul 17.12.
30. http://www.ima-na.org/about_industrial_minerals/bentonite.html. Jumat, 21 Maret 2008, pukul 06.35.
31. http://www.waterandwastewater.com/www_services/ask_tom_archieve/wyoming_bentonite_pond_liners_and_sealants.html. Jumat, 21 Maret 2008, pukul 06:39.
32. <http://www.tekmira.esdm.go.id/data/bentonit/ulasan.asp?xdir=Bentonit&commld=8&comm=Bentonite>. Sabtu, 12 April 2008, pukul 11:24.
33. <http://www.distam-propsu.go.id/kegiatan4.php>. Sabtu, 12 April 2008, pukul 11:08.

34. *Mc Graw Hill Encyclopedia of Science and Technology 11*. 1987. USA : Mc Graw Hill Book Company. pp. 416-417.
35. <http://www.webminerals.com/data/motmorillonite.shtml>. Jumat, 11 April 2008, pukul 10:42.
36. Mitchell, J.K. 1993. *Fundamentals of Soil Behavior*. New York : John Wiley & Sons Inc.
37. Xi, Yunfei, Ray L. Frost, He Hongping, Theo Kloprogge, dan Thor Bostrom. 2005. *Modification of Wyoming Montmorillonite Surface Using A Cationic Surfactant*. *Langmuir*. 21: 8675-8680.
38. [http://www.classes.ce.ttu.edu/CE5321/lecture/soil mineralogy.ppt](http://www.classes.ce.ttu.edu/CE5321/lecture/soil%20mineralogy.ppt).
39. <http://www.princeton.edu/~pmi/outreach/scsp/mixturesandsolutions/milk/surfactant/html>. Senin, 10 April 2008, pukul 12:59.
40. <http://en.wikipedia.org/wiki/surfactant.html>.
41. Rosen, Milton J. 1978. *Surfactants and Interfacial Phenomena*. Canada : John Wiley & Sons, Inc.
42. http://www.scienceinthebox.com/en_uk/glossary/surfactant_en.html. Senin, 10 April 2008, pukul 13:00.
43. <http://www.azom.com/details.asp?ArticleID=936>. Jumat, 21 Maret 2008, pukul 06:17.
44. http://en.wikipedia.org/wiki/cation_exchange_capacity.html. Sabtu, 22 Maret 2008, pukul 15:33.

45. <http://www.soils.tfrec.wsu.edu/webnutritiongood/soilprops/04CEC.html>. Sabtu, 22 Maret 2008, pukul 08:14.
46. Ammann, Lars. 2003. *Cation Exchange and Adsorption on Clays and Clay Minerals*. Disertasi FMIPA Christian – Albrechts – Universität Kiel.
47. Xi, Yunfei, Zhe Ding, Hongping He, dan Ray L. Frost.. 2004. *Structure of Organoclay : An X-ray Diffraction and Thermogravimetric Analysis Study*. Journal of Colloids and Interface Science. 277(1): pp. 116-120.
48. Park, Jonghyun, dan Sadhan C. Jana. 2004. *Adverse Effect of Thermal Dissociation of Alkyl Ammonium Ions on Nanoclay Exfoliation in Epoxy – Clay System*. Polymer 45 : 7673-7679.
49. Heinz, Hendrik, R.A. Vaia, R. Krishnamoorti, dan B.L. Farmer. 2006. *Self-Assembly of Alkylammonium Chain on Montmorillonite : Effect of Chain Length, Head Group Structure, and Cation Exchange Capacity*. Chem. Mater.
50. Irwansyah. 2007. *Modifikasi Bentonit Menjadi Organoclay Dengan Surfaktan HeksaDesilTriMetilAmonium Bromida Melalui Interkalasi Metode Ultrasonik*. Skripsi Sarjana Kimia. Universitas Indonesia.
51. <http://www.wateronline.com/content/news/article.asp?docid={002610ec-9add-11d4-8c69-009027de0829}&VNETCOOKIE=NO>. Jumat, 11 April 2008, pukul 16:42.
52. http://www.aquatechnology.com/info_organoclay.html. Senin, 17 Maret 2008, pukul 18:47.

53. http://www.ecologixsystems.com/v_filtration_mcm830p.php. Jumat, 11 April 2008. pukul 16:35.
54. Xie, Wei, Jyh Ming Hwu, George J. Jiang, Thandi M. Buthelezi, dan Wei-Ping Pan. Januari 2003. *A Study of The Effect of Surfactant on The Properties of Polystyrene-Montmorillonite Nanocomposite*. Polymer Engineering and Science. Vol.43, No.1.
55. Callister, William D. *Materials Science And Engineering*. 1993. USA : John Wiley & Sons, Inc. pp. 457.
56. Idol, James D, dan Richard L. Lehman. 2004. *The CRC Handbook of Mechanical Engineering*. New York : CRC Press. pp.12-19.
57. Prime, R. Bruce. *An Introduction to Thermosets*. Diperoleh dari <http://www.primethermosets.com>. Minggu, 23 Maret 2008, pukul 10:13.
58. Prime, R. Bruce. 1997. *Chapter 6 "Thermosets" in Thermal Characterization of Polymeric Materials*. San Diego : Academic Press.
59. Winter, H.H. 1987. *Polym. Eng. Sci.* 27, 1698.
60. Winter, H.H, Baumgärtel M, dan Soskey P. 1993. *A Parsimonious Model For Viscoelastic Liquids and Solids*. Collyer AA, ed, *Techniques in Rheological Measurement*. Chapman & Hall London.
61. <http://sunilbhangale.tripod.com/epoxy.html>. Senin, 3 Maret 2008, pukul 13:46.
62. http://www.freewebs.com/greengrip/epoxide_group,DGEBA,Novolac_structure.doc. Minggu, 23 Maret 2008, pukul 06:45.

63. http://www.labtops.com/performance/perform_epoxyresin.html. Senin, 3 Maret 2008, pukul 13:44.
64. Su, Wei-Fang, Yin-Chung Lee, dan Wei-Ping Han. 2002. *Thermal Properties of Phthalic Anhydride- and Phenolic Resin-Cured Rigid Rod Epoxy Resins*. *Thermochimica Acta* 392-393.
65. http://www.nano2008.org/Buku_Pengantar_Nanosains/Bab_8_Nanokomposit.pdf. Jumat, 14 Maret 2008, pukul 08:48.
66. http://www.continentalcarbon.com/pdfs/what_is_carbon_black.pdf. Jumat, 14 Maret 2008, pukul 08:50.
67. Ash, B.J., A. Eitan. 2004. *Polymer Nanocomposites with Particle and Carbon Nanotube Fillers*. Dekker Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology.
68. Blumstein, A. 1961. *Bull. Chim. Soc.*, pp. 899
69. Cho, J.W., and D.R. Paul. 2001. *Nylon-6 Nanocomposites by Melt Compounding*. *Polymer* 42, pp. 1083-1094.
70. Singh, Bhupendra. *Polymer Clay Nanocomposite*. Department of Chemical Technology, University of Mumbai.
71. Hackman, I., and L. Hollaway. 2005. *Durability and Mechanical Properties of Polymer-Layered Silicate Nanocomposites*. School of Engineering, University of Surrey.

72. DaSilva, Manuel. Mei 2006. *Polymer-Clay Nanocomposites “The Processing Challenges of a Naturally Occuring Reinforcement”*. School of Materials Engineering, Purdue University.
73. Manias, E., A. Touny, L. Wu, K. Strawhecker, B. Lu, and T.C. Chung. 2001. *Polypropylene/Montmorillonite Nanocomposites. Review of The Synthetic Routes and Materials Properties*. Chem. Mater. 13, pp. 3516 – 3523.
74. <http://www.nanoclay.com/testdata.asp>. Kamis, 8 Mei 2008, pukul 11.21.
75. Kommann, Dr. X. *Polymer-Layered Silicate Nanocomposites*.
76. Hadiywarman, Agus Rijal, Bebeh W. Nuryadin, Mikrajuddin, Abdullah, dan Khairurrijal. Februari 2008. *Fabrikasi Material Nanokomposit Superkuat, Ringan dan Transparan Menggunakan Metode Simple Mixing*. Jurnal Nanosains & Teknologi. Vol.1 No.1.
77. Yuanxin, Z., Farhana Pervin, Mohammad A. Biswas, Vijaya K. Rangari, Shaik Jeelani. 2006. *Fabrication and Characterization of Montmorillonite Clay – Filled SC-15 Epoxy*. Materials Letters 60.
78. Wang, W.S., Y. W. Wu, H. S. Chen, Y.W. Chen-Yang. 2007. *Preparation and Properties of Effective Epoxy – Clay Nanocomposites with Exfoliated Reactive Flame Retardant Clay*. Polymer Preprints., 48(2), pp.452.
79. Yasmin, A., Jandro L. Abot, dan Isaac M. Daniel. 2003. *Processing of Clay/Epoxy Nanocomposites by Shear Mixing*. Scripta Materialia 49, pp. 81 – 86.

80. Aggarwal, Mannan. 2006. *Evaluation of Flammability, Mechanical, and Impact Properties of Epoxy – Clay Nanocomposites*. Department of Engineering Technology, Pittsburg State University.
81. Kencana, S. 2007. *Pengaruh Penambahan Tanah Lempung Terhadap Sifat Mekanik & Struktur Permukaan Fracture Nanokomposit*. Tesis Magister Ilmu Material. Universitas Indonesia.
82. Dow Chemical Company., Doe Liquid Epoxy Resin; Dow Chemical Company. 1999. USA.
83. Cognis. Co., Versamid 125, Cognis. Co. 2003. USA.
84. Andy. 2007. *Sintesis dan Karakterisasi Organoclay dari Lempung Alam dan Lempung Sintesis yang Dimodifikasi Surfaktan HDTMABr Melalui Metode Hidrotermal*. Skripsi Sarjana Kimia. Universitas Indonesia.
85. Frost, Ray L., He Hongping, Theo Kloprogge, Thor Bostrom, Loc Duong, Peng Yuan, Xi Yunfei, dan Dan Yang. 2006. *Changes in The Morphology of Organoclay with HDTMA+ Surfactant Loading*. Applied Clay Science, 31 : pp. 262 – 271.
86. Hongping, He, Jannick Duchet, Jocelyne Galy, dan Jean Francois Gerard. 2006. *The Influence of Cationic Surfactant Removal on The Thermal Stability of Organoclays*. Journal of Colloids and Interface Science. 295 : pp. 202 – 208.
87. Messersmith, P.B., E.P. Giannelis. 1993. Chem. Mater. 5. 1064.
88. Liu, X., Wu. Q. Polymer 2001; 42; 10013

89. Mark, E. James. 1998. *Polymer Data Handbook*. Oxford University Press, Inc. pp. 90-95.
90. Fornes, TD., Yoon PJ, Keskkula H, dan DR. Paul. 2001. *Nylon 6 Nanocomposites : The Effect of Matrix Molecular Weight*. *Polymer* 2001 : 42, pp. 9929 – 9940.
91. Ahmadi, Seyed Javad., Huang Yudong, dan Wei Li. 2004. *Synthesis of EPDM/Organoclay Nanocomposites : Effect of The Clay Exfoliation on Structure and Physical Properties*. *Iranian Polymer Journal* 13 (5), pp. 415-422.
92. Kojima, Y., Usuki A, Kawasumi M, Okada A, Fukushima Y, Karauchi T, dan Kamigaito O. 1993. *Mechanical Propeties of Nylon 6 – Clay Hybrid*. *J Master Res* : 8, pp. 1185 – 1189.
93. Ray, S.Sinha., Yamada K, Okamoto M, Ueda K. 2003. *New Polyactide/ Layered Silicate Nanocomposites. 2. Concurrent Improvement of Material Properties, Biodegradabilit, and Melt Rheology*. *Polymer* 2003: 44, pp. 857-866

