

Sifat Termomekanik Komposit PEG/SiO₂ Amorf Menggunakan *Dynamic Mechanical Analyzer* (DMA)

Allif Rosyidy Hilmi, Suminar Pratapa

Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

e-mail: suminar.pratapa@gmail.com

Abstrak—*Dynamic Mechanical Analyzer* (DMA) adalah sebuah teknik serbaguna yang memberikan informasi sifat termomekanik material dalam kondisi pembebanan dinamis. DMA melengkapi informasi yang diberikan oleh teknik analisis termal yang tradisional seperti *Differential Scanning Calorimetry* (DSC), *thermogravimetric analysis* (TGA) dan *Thermal Mechanical Analysis* (TMA). Data keluaran dari DMA diantaranya modulus simpan (*storage modulus, G'*), modulus hilang (*loss modulus, G''*), dan faktor redaman (*damping factor, tan δ*) yang bergantung terhadap temperatur, DMA juga memberikan informasi temperatur transisi gelas (*glass transition temperature, T_g*) dan energi aktivasi degradasi (*E_a*). DMA dapat memberikan informasi mengenai ikatan antarmuka antara penguat dan matrik dalam komposit. Kondisi pembebanan dinamik sering dijumpai dalam sistem konstruksi sipil yang disebabkan oleh gelombang suara, angin, gempa bumi dan gelombang laut. Dalam penelitian ini material yang digunakan adalah komposit PEG4000/SiO₂ amorf, mode yang digunakan adalah mode geser (*shear-mode*) dengan menerapkan variasi frekuensi. Komposisi pengisi (*filler*) dalam komposit sebesar 40%wt SiO₂ amorf. Silika yang digunakan berasal dari pasir silika Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan. Pembentukan komposit dilakukan dengan metode likuid.

Kata Kunci— *Dynamical Mechanical Analyzer* (DMA), energi aktivasi degradasi, komposit PEG/SiO₂ amorf, modulus simpan.

I. PENDAHULUAN

Perkembangan yang cukup menarik tentang pemanfaatan serat alami sebagai pengisi dalam komposit. Selain serat alami juga dikembangkan pengisi serat kaca dan karbon. Penggunaan serat tersebut sebagai pengisi karena biaya produksi rendah, modulus tinggi tertentu, ringan, butuh energi yang rendah, ketersediaan luas dan biodegradasi [1]. Selain serat, penggunaan pengisi berupa pengisi partikel juga menarik untuk dikembangkan khususnya pengisi partikel anorganik. Pengisi partikel anorganik sebagai pengisi dalam komposit berbasis polimer organik telah banyak menggantikan aplikasi polimer konvensional dalam berbagai bidang. Komposit tersebut menunjukkan kombinasi sifat yang menarik dari pengisi anorganik seperti kekakuan, stabilitas panas yang tinggi dan sifat mekanik. Penggabungan penguat serat dan partikel di komposit polimer termoset maupun termoplastik telah memperluas aplikasi di banyak bidang baik di bidang rekayasa maupun teknologi. Bahkan beberapa pengisi serat alami dan pengisi berupa partikel dalam bahan

komposit bermatrik polimer telah dikembangkan menggunakan sintesis tertentu untuk mengembangkan penelitian di bidang mesin sampai bidang biomedik [1]-[2].

Di antara komposit berbasis polimer dengan pengisi bahan anorganik yaitu PEG dan silika. PEG dan silika (PEG/SiO₂) mulai dikenal sebagai material yang sedang diteliti sebagai biomaterial. Secara khusus, beberapa penelitian sebelumnya menunjukkan keramik silika merupakan bahan *bioactive* dan *biocompatible* [3]. Pada penelitian sebelumnya, silika sudah pernah dipadukan dengan PEG (PEG/SiO₂) di antaranya sintesis PEG/SiO₂ yang dimanfaatkan di bidang medis untuk membangun jaringan tulang [4]. Selain dikembangkan dalam bidang biomaterial, PEG/SiO₂ juga dikembangkan dalam bidang energi, di antaranya bahan *hybrid* PEG/SiO₂ dalam pembentukan membran elektroda dari *fuel cells* [5].

Dalam pengaplikasiannya, sudah barang tentu komposit tersebut sering berada di bawah pengaruh beban/gaya yang bergerak atau beban/gaya dinamis, baik dalam pembebanan secara geser maupun tarik. Maka sangat perlu dilakukan teknik pengujian untuk menyelidiki bagaimana struktur komposit dan kerjanya di bawah pengaruh tekanan periodik seperti perilaku redaman [1].

Teknik DMA berguna dalam menggambarkan struktur dan redaman sebagai fungsi frekuensi, waktu, tekanan, atmosfer atau kombinasi dari parameter tersebut. Respon mekanik pembebanan dinamis oleh DMA dari sistem multi-komponen seperti komposit sangat kompleks dan melibatkan teori persamaan konstitutif dan mikromekanik. DMA juga tergantung pada susunan fisik atau struktur dari fasa seperti antarmuka, morfologi dan sifat konstituen [6], [7]. Para peneliti menjelaskan bahwa kehadiran pengisi dapat mempengaruhi sifat termomekanik dari bahan komposit [1].

II. METODE

Pasir yang digunakan berasal dari pasir Tanah Laut, Kalimantan Selatan, Indonesia. Pasir tersebut kemudian dilakukan proses pemurnian dengan melalui beberapa tahap yaitu pengayakan, pencucian, separasi magnet, penggilingan dan pelindian (perendaman) dalam HCl. Proses selanjutnya yaitu kopresipitasi, pasir silika dilarutkan dalam NaOH dengan proses hidrotermal kemudian diendapkan dengan proses titrasi HCl. Produk yang dihasilkan berupa serbuk silika amorf.

Sintesis komposit PEG4000/SiO₂ amorf dilakukan dengan memanaskan PEG4000 sampai PEG mencair, kemudian dicampur dengan serbuk silika amorf. Selanjutnya dicetak dan dikompaksi. Komposisi SiO₂ amorf yang digunakan dalam komposit PEG4000/SiO₂ amorf sebanyak 40% wt.

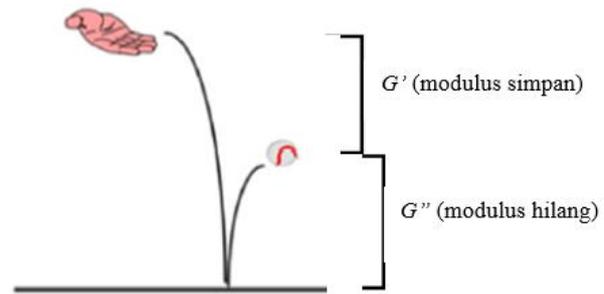
Komposit PEG4000/SiO₂ amorf diuji dengan instrumen DMA, *dynamic mechanical analyzer*. Instrumen DMA yang digunakan adalah Mettler Toledo tipe DMA/SDTA861. Mode pengukuran yang digunakan adalah mode *shear* untuk mendapatkan modulus geser dari komposit PEG4000/SiO₂ amorf. Dimensi komposit saat pengukuran dengan instrumen DMA adalah 5x5x1 mm. Pengujian DMA dilakukan dengan variasi frekuensi 1, 10, 100, 150 dan 200 Hz dengan rentang temperatur 25-80°C. Dari pengujian tersebut akan didapatkan informasi mengenai modulus simpan, modulus hilang dan temperatur transisi gelas (T_g). Serta energi aktivasi komposit diperoleh dengan menggunakan persamaan *Arrhenius*.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Dynamic Mechanical Analysis (DMA)

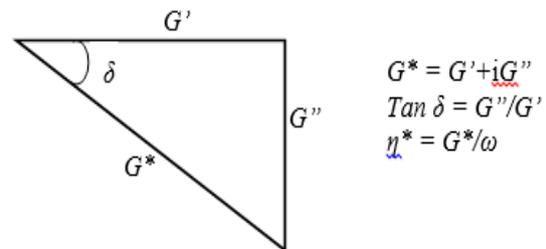
Dynamic Mechanical Analyzer merupakan alat yang sangat diperlukan dan efektif untuk menentukan morfologi dan sifat viskoelastisitas dari polimer kristal dan bahan komposit yang berhubungan dengan relaksasi primer dan parameter lainnya, seperti densitas krosling, fragil, viskositas kompleks, modulus simpan/modulus hilang, *creep*, *stress-relaxation modulus*, dan variasi non-Arrhenius untuk hubungan waktu dan temperatur. DMA merupakan sebuah teknik di mana deformasi kecil diterapkan pada sebuah sampel dalam gaya siklik. Material tersebut merespon dengan menampilkan regangan dan redaman yang berupa modulus dan tan delta. Respon tersebut kemudian direkam oleh DMA dan dikeluarkan berupa data modulus simpan, modulus hilang dan $\tan \delta$. DMA bekerja dengan menerapkan deformasi sinusoidal pada yang diketahui geometrinya. Karena menerapkan gaya sinusoidal pada bahan, maka dapat modulus diekspresikan sebagai komponen dalam sumbu x sebagai *storage modulus* (modulus simpan) dan sebagai sumbu y (*out of phase*) sebagai *loss modulus* (modulus hilang). Perbandingan modulus hilang dengan modulus simpan didefinisikan sebagai $\tan \delta$, itu adalah ukuran energi yang terbuang.

Modulus simpan atau modulus dinamik biasanya berhubungan dengan modulus Young. Hal ini sering dikaitkan dengan "*stiffness/kekakuan*" dari materi dan menentukan seberapa kaku atau tipis sampel. G' dianggap sebagai kecenderungan bahan/kemampuan untuk menyimpan energi yang diberikan. Modulus hilang (G'') atau kerugian modulus dinamis, merupakan respon viskositas bahan dan dianggap sebagai kecenderungan bahan untuk menghilangkan energi yang diterapkan untuk itu. Modulus hilang sering dikaitkan dengan "gesekan internal" dan sensitif terhadap berbagai jenis gerakan molekul, transisi, proses relaksasi, morfologi, dan heterogenitas struktural lainnya.



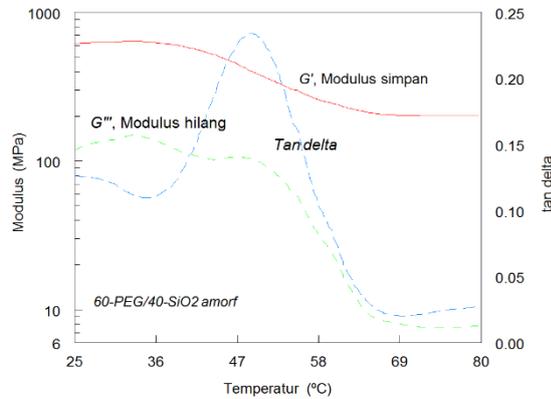
Gambar 1. Ilustrasi dari modulus simpan dan modulus hilang [1].

Gambar 1. merupakan ilustrasi dari modulus simpan dan modulus hilang. Jika bola yang dilepas dari ketinggian tertentu ke lantai maka bola tersebut akan memantul dengan ketinggian tertentu (tinggi pantul). Ketinggian setelah bola memantul tersebut merupakan ilustrasi dari modulus simpan bahan, sedangkan selisih antara ketinggian saat ketinggian bola dilepas dan ketinggian bola setelah memantul merupakan ilustrasi dari modulus hilang. Dengan demikian, jika redaman relatif besar baik itu berasal dari faktor lantai atau dari bola tersebut maka ketinggian bola setelah memantul akan kecil (modulus simpan kecil) sedangkan selisih ketinggian saat ketinggian bola dilepas dan ketinggian bola setelah memantul besar (modulus hilang tinggi).



Gambar 2. Hubungan antara G' , G'' , dan $\tan \delta$ (Menard, 2008)

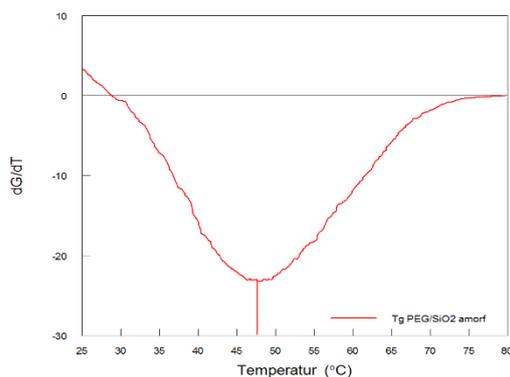
Faktor redaman ($\tan \delta$) dinyatakan sebagai angka tak berdimensi dan dianggap sebagai faktor redaman mekanik yang didefinisikan sebagai rasio *loss* dan modulus simpan ($\tan \delta = G''/G'$) ditunjukkan pada Gambar. 2. Hubungan antara modulus hilang, modulus simpan dan Faktor redaman dalam grafik DMA terhadap suhu ditunjukkan pada Gambar. 3. Komponen yang dihasilkan yang diperoleh dari plot disebut sebagai modulus kompleks (modulus geser), dinotasikan dengan (G^*). Nilai Faktor redaman yang tinggi merupakan indikasi dari bahan yang memiliki komponen regangan non-elastis yang tinggi sementara faktor redaman dengan nilai yang rendah menunjukkan elastisitas tinggi. Peningkatan dalam ikatan antarmuka serat/matiks menghasilkan reduksi faktor redaman karena mobilitas dari rantai molekul pada antarmuka serat/matriks menurun. Faktor redaman terkait dengan gerakan molekul, viskoelastisitas, selain cacat tertentu yang berkontribusi terhadap redaman seperti dislokasi, batas butir, batas fasa dan berbagai antarmuka [3].



Gambar 3. Hubungan antara G' , G'' , dan $\tan \delta$ terhadap temperatur dalam DMA (Saba et al., 2016b).

B. Temperatur Transisi Gelas (T_g)

Temperatur transisi gelas (T_g) didefinisikan sebagai temperatur di mana (i) titik tengah dari gradien modulus simpan (G') terhadap fungsi temperatur atau (ii) daerah di mana G' meningkat dengan kenaikan frekuensi saat temperatur tetap atau (iii) terdapat puncak faktor redaman atau (iv) terdapat puncak modulus hilang (G''). T_g merupakan temperatur yang mengindikasikan proses relaksasi dalam sebuah polimer di mana material berubah dari bahan yang bersifat gelas menuju bahan yang bersifat karet [8]. Dalam beberapa kondisi, antara modulus simpan (G'), modulus hilang (G'') dan faktor redaman ($\tan \delta$) memberikan nilai T_g yang berbeda. Perbedaan tersebut diduga karena kompleksnya tingkah laku mekanikal dinamik (*dynamic mechanical behavior*) komposit yang timbul akibat pembatasan gerak molekul polimer karena kehadiran pengisi. Tingkah laku ini sangat dipengaruhi oleh sifat mekanikal dinamik (*dynamic mechanical properties*) dari matrik, pengisi dan ikatan antarmuka [9].



Gambar 4. Temperatur transisi gelas PEG4000/SA-40

Pada jurnal ini, nilai T_g diperoleh dari gradien modulus simpan (G') terhadap fungsi temperatur. Meskipun kurva faktor redaman diperoleh dari DMA yang menunjukkan sebagai salah satu definisi temperatur transisi gelas pada komposit, tetapi kecocokan antara gradien modulus simpan terhadap definisi terjadinya proses relaksasi adalah lebih akurat. Sehingga analisis temperatur transisi gelas diperoleh dari gradien modulus simpan dG'/dT [10].

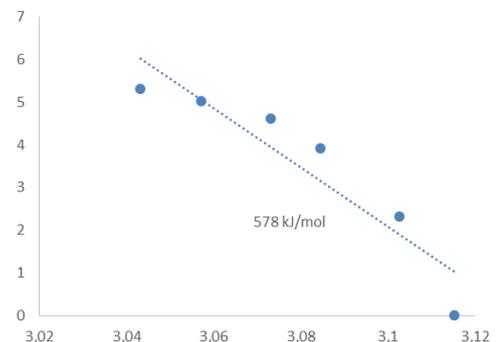
Gambar.4. memperlihatkan bahwa kurva PEG/SA-20 mempunyai nilai diferensial minimum pada temperatur 48°C. Artinya pada suhu tersebut komposit mulai

bertransisi dari daerah gelas menuju daerah karet. Pada temperatur tersebut terjadi slip pada rantar rantai molekul polimer.

C. Energi Aktivasi

Untuk menyebabkan terjadinya transisi maka dibutuhkan energi. Energi tersebut disebut dengan energi aktivasi dari transisi. Energi aktivasi diperlukan untuk menghasilkan transisi gelas. Daerah T_g mengindikasikan terjadinya relaksasi dalam sebuah polimer di mana material berubah dari daerah gelas ke daerah karet. Energi aktivasi diperoleh dari *slope* antara $\ln(f \text{ in Hz})$ terhadap $1000/T$ (K^{-1}) di mana f adalah frekuensi stimulus yang diterapkan pada bahan dalam Hz dan T adalah temperatur yang ditetapkan dalam kelvin.

Dalam DMA, stimulusnya merupakan tegangan osilasi sinusoidal dan responnya merupakan regangan osilasi sinusoidal. Karena sudut fase mempengaruhi frekuensi stimulus, frekuensi-frekuensi yang yang digunakan diatur dengan nilai yang sama konstan. Dengan demikian, peningkatan sudut fase akan dihasilkan pada transisi gelas dan temperatur tersebut pada sudut fase maksimum [11].



Gambar 5. Energi aktivasi PEG4000/SA-40

Energi aktivasi degradasi dari PEG/SA-40 ditunjukkan pada Gambar 5. Energi yang dibutuhkan untuk membuat komposit PEG/SA-40 bertransisi dari daerah gelas menuju karet adalah 578 kJ/mol. Ada beberapa faktor yang mempengaruhi besarnya energi aktivasi di antaranya jenis pengisi, distribusi sebaran pengisi, distribusi ukuran pengisi dan antarmuka.

IV. KESIMPULAN

Instrumen *dynamic mechanical analyzer* (DMA) merupakan instrumen penting untuk mendapatkan sifat termomekanik bahan. DMA dapat mengukur modulus simpan, modulus hilang, faktor redaman dan mendapatkan temperatur transisi gelas (T_g) dan energi aktivasi komposit.

DAFTAR PUSTAKA

[1] N. Saba, M. Jawaid, O. Y. Allothman, dan M. T. Paridah, "A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites," *Constr. Build. Mater*, vol. 106, hal. 149–159, Mar 2016.

[2] D. W. Lee dan B. R. Yoo, "Advanced silica/polymer composites: Materials and applications," *J. Ind. Eng. Chem.*, vol. 38, hal. 1–12, Jun 2016.

- [3] M. Catauro, R. A. Renella, F. Papale, dan S. Vecchio Cipriotti, "Investigation of bioactivity, biocompatibility and thermal behavior of sol-gel silica glass containing a high PEG percentage," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 61, hal. 51–55, Apr 2016.
- [4] R. Thangamuthu dan C. W. Lin, "Preparation of gas diffusion electrodes using PEG/SiO₂ hybrid materials and the effect of their composition on microstructure of the catalyst layer and on fuel cell performance," *J. Power Sources*, vol. 161, no. 1, hal. 160–167, Okt 2006.
- [5] M. S. Sreekala, S. Thomas, dan G. Groeninckx, "Dynamic mechanical properties of oil palm fiber/phenol formaldehyde and oil palm fiber/glass hybrid phenol formaldehyde composites," *Polym. Compos.*, vol. 26, no. 3, hal. 388–400, 2005.
- [6] M. Jawaid dan H. A. Khalil, "Effect of layering pattern on the dynamic mechanical properties and thermal degradation of oil palm-jute fibers reinforced epoxy hybrid composite," *BioResources*, vol. 6, no. 3, hal. 2309–2322, 2011.
- [7] N. Saba, M. Jawaid, O. Y. Allothman, dan M. T. Paridah, "A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites," *Constr. Build. Mater.*, vol. 106, hal. 149–159, 2016.
- [8] V. G. Geethamma, G. Kalaprasad, G. Groeninckx, dan S. Thomas, "Dynamic mechanical behavior of short coir fiber reinforced natural rubber composites," *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 36, no. 11, hal. 1499–1506, Nov 2005.
- [9] M. Baboo, M. Dixit, K. Sharma, dan N. S. Saxena, "Activation energy and thermo-mechanical properties of trans-polyisoprene and liquid cis-polyisoprene blends," *Thermochim. Acta*, vol. 502, no. 1–2, hal. 47–50, Apr 2010.
- [10] C. A. Gracia-Fernández, S. Gómez-Barreiro, J. López-Beceiro, J. Tarrío Saavedra, S. Naya, dan R. Artiaga, "Comparative study of the dynamic glass transition temperature by DMA and TMDSC," *Polym. Test.*, vol. 29, no. 8, hal. 1002–1006, Des 2010.