

# PENGARUH FILLER ORAGANO-CLAY TERHADAP SIFAT MEKANIK MATERIAL NANOCOMPOSIT BERMATRIX EPOXY

Haipan Salam

Jurusan Pendidikan Teknik Mesin - FPTK, Universitas Pendidikan Indonesia, Jl. Setiabudi no. 207  
Bandung 40154, Indonesia

*Email: haipansalam@gmail.com*

## ABSTRAC

The aim of this research was to study the influence of the organoclay contents to the mechanical properties of nanocomposites materials. In situ polymerization used to synthesize nanocomposites epoxy-organo clay materials. Tensile test and compressive test were conducted based on ASTM standards. The nanocomposite properties were compared to epoxy matrix polymer. The amount of organoclay contained influence to mechanical properties of nanocomposite materials. The addition of 10.5 wt.% organoclay improved the tensile modulus about 185%. These decreases in the strength may be attributed to the fact that agglomerates and voids were formed. The compression test result showed that the addition of 3.1 wt.% organoclay demonstrated a 102% increase in compression strength and a 93% increase in load maximum compare to epoxy resin. An addition of 7.3 wt. % organoclay demonstrated an increase of modulus of the epoxy resin by 93%. Meanwhile, the addition of 10.5 wt. % organoclay caused the decreasing in yield compression up to 31%.

**Keywords:** *Nanocomposites epoxy-organo clay materials, Montmorillonite (MMT), cycloaliphatic amine, Mechanical properties.*

## 1. PENDAHULUAN

Resin epoxy memiliki peranan yang sangat penting dalam material komposit bermatriks polimer (PMC). Hal ini didasarkan pada sifat mekanik yang tinggi dan daya rekat yang baik dari resin epoxy[1]. Resin epoxy banyak digunakan dalam berbagai bidang aplikasi, seperti dalam bidang automotive dan aerospace, juga di dalam bidang rancang bangun gedung dan perangkat elektronik [2-4]. Resin epoxy dapat digunakan sebagai produk resin hasil casting, perekat dan sebagai pelapis pada slide bearings dan calender roller covers. Sifat mekanik matriks epoxy sangat beragam bergantung dari jumlah ikatan silang (crosslinked) yang terdapat dalam struktur molekul epoxy. Dengan semakin bertambah jumlah ikatan silang di dalam struktur molekul epoxy maka kekuatan dan kekakuannya material semakin meningkat pula. Namun dengan tersebut material epoxy menjadi sangat rapuh (brittel) [5-6].

Pada awal tahun 90-an, penelitian dari kalangan industri dan peneliti banyak menaruh perhatian di dalam bidang nanoteknologi material, khususnya penelitian di dalam bidang material nanokomposit bermatriks polimer dengan nanoclay montmorillonite (MMT) sebagai fillernya. Hal ini didasarkan pada fakta bahwa material nanokomposit memiliki nilai

thermal dan barrier properties, fire resistance dan sifat mekanik yang lebih baik dibandingkan dengan matriks polimernya. Sehingga material yang dihasilkan akan memiliki potensi untuk dapat diaplikasikan dalam berbagai macam bidang aplikasi [7]. Beberapa tahun ini, terdapat beberapa studi yang mempelajari peningkatan sifat mekanik (toughness, stiffness dan strength), wear resistance dan electrical resistivity material polimer dengan adanya penambahan sejumlah organoclay dengan ukuran nano [1,8-12]. Namun terdapat beberapa kendala dalam produksi dan aplikasi pembuatan material nanokomposit dalam skala industri, diantaranya yaitu tingginya biaya material bahan, proses yang kompleks dan keterbatasan dalam teknologi produksi. Selain itu, terdapat juga kendala dalam sintesa material nanokomposit seperti sulitnya untuk mendistribusikan partikel nano secara homogen di dalam matriks polimer [1]. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh penambahan kadar organoclay terhadap sifat mekanik material nanokomposit. Material nanokomposit epoxy-organo clay disintesa dengan menggunakan metoda polimerisasi in situ (in situ polymerization) dengan cycloaliphatic amine sebagai curing agent dan montmorillonite organoclay (MMT) sebagai filler.

## 2. METODE

### 2.1. Bahan-bahan dan Sintesa nanokomposit epoxy-organo clay

Bahan-bahan yang digunakan pada sintesa material nanokomposit yaitu epoxy jenis *bifunctional diglycidylether of bisphenol A* (DGEBA) (DER 331, DOW Chemical Co.), curing agent jenis *cycloaliphatic amine* (Versamine® C31, COGNIS Corporation) dan organo-clay yang digunakan yaitu organoclay jenis *montmorillonite* (MMT) dengan rantai samping yang digunakan yaitu *primary amine, octadecylammonium*, dengan nilai CEC sebesar 145 meq/100 g (*Nanomer 1.30E, Nanocor, Inc.*).

Sebelum dilakukan sintesa, organo-clay yang akan digunakan dipanaskan pada temperatur 50°C kurang lebih selama 12 jam untuk mengilangkan kandungan uap air. Sintesa nanokomposit epoxy-organoclay dilakukan dengan mencampurkan epoxy resin dan organo-clay (*wt% organo-clay = 0 – 10 wt%*) pada temperatur 80°C selama 30 menit dengan kecepatan pengadukan 2000 rpm. Setelah diaduk selama 30 menit, campuran epoxy-organoclay didinginkan sampai mencapai temperatur kamar. Kemudian ditambahkan curing agent (43 phr) dan diaduk selama 10 menit dengan kecepatan pengadukan 350 rpm. Proses curing dilakukan pada temperatur 150°C selama 2 jam.

Tabel 1: Komposisi Material Nanokomposit.

Sampel	Organo Clay (wt.%)
B0	0
B1	1.0
B3	3.1
B4	4.2
B5	5.2
B7	7.3
B10	10.5

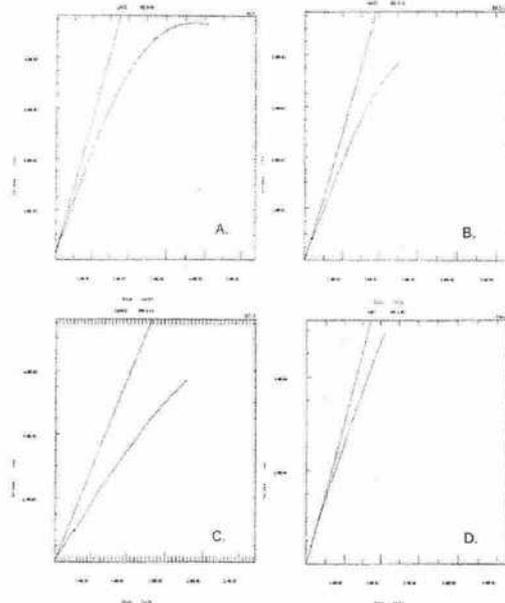
### 2.2. Pengujian sifat fisik dan mekanik material nanokomposit

Pengujian sifat mekanik dari material yang dilakukan antara lain yaitu uji tarik dan uji tekan. Uji tarik yang dilakukan berdasarkan pada standar ASTM D638 dengan kecepatan tarik (loading rate) 5 mm/min, menggunakan Instron 4206 testing machine. Extensometer tipe clip digunakan untuk menghitung nilai strain pada daerah gauge length dari spesimen. Kekuatan tarik, tensile modulus and failure strain didapat setelah dilakukan pengujian. Spesimen uji tekan dipotong mengacu pada standar ASTM D695. Uji tekan dilakukan dengan menggunakan Instron 4206 testing machine. Kecepatan penekanan (compression a crosshead speed) yang digunakan 1.72 mm/min. Kekuatan tekan, modulus tekan, dan yield compression didapat setelah pengujian. Fracture surfaces spesimen hasil uji tarik dianalisa dengan menggunakan SEM.

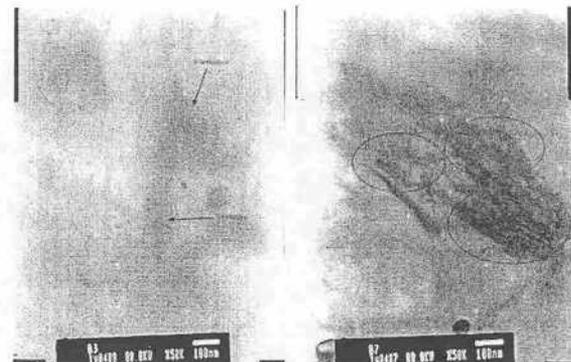
## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 3.1. Tensile test

Pengujian sifat mekanik material nanokomposit dan komposit epoxy-glass fiber meliputi uji tarik dan tekan. Hasil uji tarik terhadap material tersebut dapat dilihat pada kurva stress vs. strain Gambar 1. Pada kurva dalam Gambar 1.(a-c) terlihat adanya penurunan nilai *stain to failure* terhadap penambahan jumlah organoclay pada material nanokomposit. Penurunan nilai *stain to failure* dapat disebabkan oleh tidak terdispersi dengan baiknya organoclay di dalam matriks epoxy. Hal ini dapat dilihat dari hasil analisa TEM pada Gambar 2, organoclay yang ditambahkan ke dalam matriks epoxy tidak semua terdispersi, masih terdapat partikel organoclay yang membentuk gumpalan-gumpalan. Curing agent jenis *cycloaliphatic amine* yang digunakan cenderung untuk menghasilkan material plastis. Matriks epoxy yang bersifat plastis, setelah ditambahkan organoclay sifatnya berubah menjadi brittle. Hal ini dapat dilihat dari pola kurva pada Gambar 1.

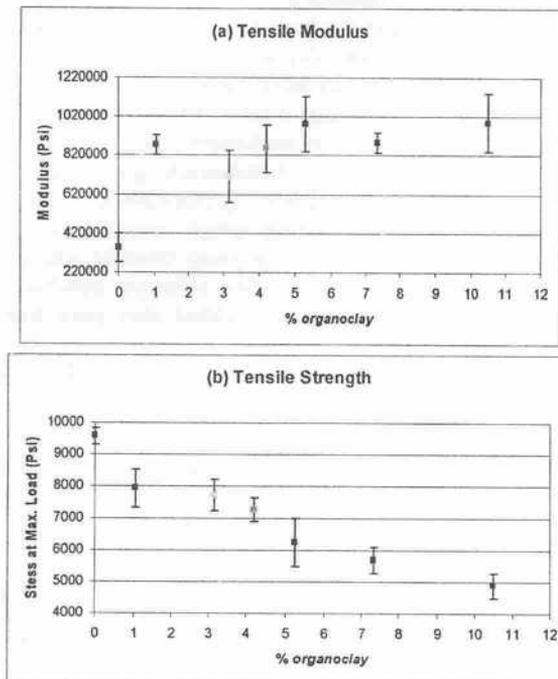


Gambar 1: Kurva stress vs. strain uji tarik. a. Matriks epoxy (0 wt.%), b. Nanokomposit 3,1 wt.%, c. Nanokomposit 7,3 wt.%, d. Nanokomposit 10,5 wt.%.



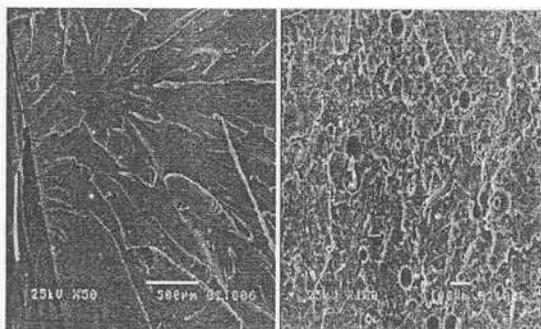
Gambar 2 Hasil analisa TEM material nanokomposit epoxy-organoclay.

Perubahan sifat plastis menjadi brittle semakin terlihat dengan adanya penambahan jumlah organoclay. Hal ini menandakan bahwa filler organoclay yang digunakan menyebabkan material nanokomposit yang dihasilkan menjadi kaku. Jika dilihat dari pola kurva yang terbentuk, maka dapat diketahui material yang terbentuk bersifat brittle.

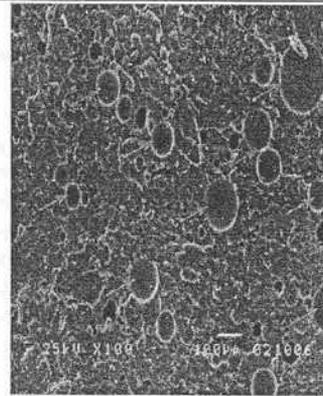


Gambar 3. Nilai sifat mekanik material nanokomposit dengan penambahan nilai jumlah organoclay. a. Modulus, b. Tensile strength.

Berdasarkan hasil uji tarik didapat nilai modulus untuk material nanokomposit meningkat dengan penambahan jumlah *organoclay* (Gambar 3.a). Nilai modulus meningkat sebesar 186% dengan penambahan jumlah *organoclay* sebesar 10,5 wt.% dengan matriks *epoxy* sebagai pebanding. Namun nilai *tensile strength* berkurang dengan bertambahnya jumlah *organoclay* (Gambar 3.b). Nilai *tensile strength* berkurang sebanyak 49% dengan penambahan jumlah *organoclay* 10,5 wt.%.



a. Matriks epoxy (→, awal patahan).  
b. Nanokomposit 3,1 wt.% (→void, →gumpalan partikel organoclay)



c. Nanokomposit 7,3 wt.% (→ void, →gumpalan partikel *organoclay*)  
Gambar 4: Hasil analisa SEM patahan uji tarik. a. Matriks epoxy (0 wt.%), b. Nanokomposit 3,1 wt.%, c. Nanokomposit 7,3 wt.%.

Penurunan nilai tensile strength dapat disebabkan karena adanya gumpalan partikel *organoclay*. Gumpalan ini timbul karena tidak terdispersi dengan sempurna *organoclay* di dalam epoxy dan juga dapat disebabkan oleh jumlah *organoclay* yang telah melewati batas jenuh. Dengan adanya gumpalan *organoclay* maka kekuatan ikatan adisi pada matriks di antara lapisan aluminium silika *organoclay* berkurang. Selain itu, nilai tensile strength yang kecil dapat disebabkan oleh adanya void di dalam material nanokomposit epoxy-*organoclay*. Hal ini terlihat dari hasil analisa SEM pada Gambar 4.

Dalam analisa patahan uji tarik pada Gambar 4 dapat dilihat morfologi permukaan material. Pada Gambar 4.a patahan material matriks epoxy, terlihat morfologi permukaan matriks epoxy yang halus dan datar, juga terlihat awal retakan yang terjadi pada saat uji tarik. Pusat atau awal retakan dapat disebabkan karena adanya void yang menyebabkan ikatan silang dalam molekul epoxy lemah. Maka hal tersebut dapat menjadi awal terbentuknya patahan dan menyebabkan nilai tensile strength yang kecil. Untuk material nanokomposit (Gambar 4.b-c), morfologi permukaan patahan terlihat berbeda dengan morfologi matriks epoxy. Morfologi material nanokomposit terlihat kasar, bergelombang dan terdapat banyak void dan gumpalan partikel *organoclay*. Dengan bertambahnya jumlah *organoclay* terlihat kekasaran permukaan semakin besar juga. Hal ini dikarenakan telah terdispersinya *organoclay* dalam matriks epoxy. Morfologi permukaan yang berwarna gelap merupakan element karbon yang berasal dari epoxy dan yang berwarna terang merupakan identifikasi dari silikon dan aluminium yang berasal dari *organoclay*. Gumpalan partikel mengindikasikan bahwa *organoclay* tidak terdispersi dengan sempurna di dalam epoxy dan void merupakan gas yang terperangkap di dalam campuran yang disebabkan pada saat proses mixing dan viskositas yang meningkat karena konsentrasi *organoclay* yang bertambah besar.

Dalam Gambar 4.(b-c) dapat terlihat dengan jelas gumpalan partikel-partikel organoclay dan void di dalam material nanokomposit. Dengan bertambahnya jumlah organoclay terlihat jumlah gumpalan partikel dan void semakin bertambah. Timbulannya gumpalan partikel dan void dapat disebabkan oleh konsentrasi yang telah lewat jenuh atau karena proses sintesa yang tidak optimal. Sedangkan void yang terbentuk disebabkan oleh gas yang terperangkap di dalam campuran. Hal ini dikarenakan adanya peningkatan viskositas dengan bertambahnya jumlah organoclay. Peningkatan viskositas akan menyebabkan resin sulit untuk melepaskan gas yang terbentuk pada proses polimerisasi dan void menjadi terperangkap. Void yang terbentuk menyebabkan ikatan silang pada molekul polimer yang terbentuk terganggu dan ikatan menjadi mudah putus.

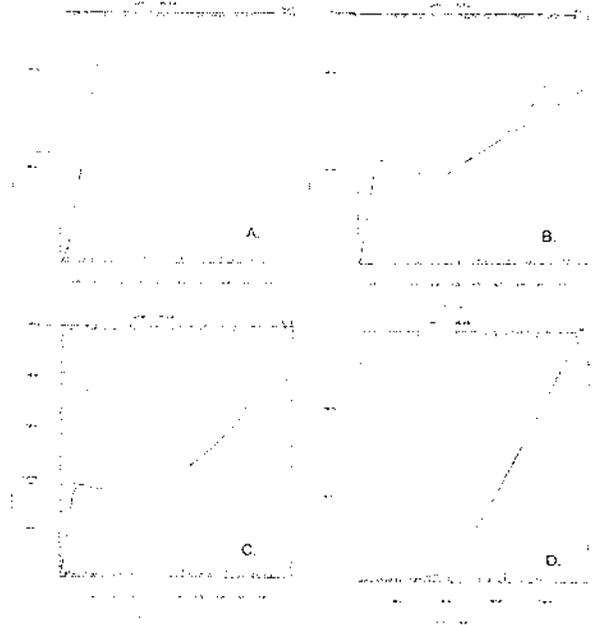
Jika dibandingkan hasil uji tarik antara material nanokomposit dan matriks epoxy terlihat nilai uji tarik yang jauh berbeda. Perbandingan nilai uji tarik antara kedua material tersebut dapat dilihat pada Table 2. Untuk nanokomposit dengan kadar organoclay 10,5 wt% diperoleh peningkatan nilai modulus sebesar 186% dan penurunan nilai tensile strength sebesar 49% jika dibandingkan dengan matriks epoxy. Hal ini disebabkan oleh adanya gumpalan partikel yang tidak terdispersi secara sempurna dan void yang terperangkap di dalam material. Kedua hal tersebut sangat berpengaruh terhadap nilai uji tarik. Selain itu jumlah filler yang digunakan dapat juga berpengaruh terhadap nilai uji tarik.

### 3.2. Uji Tekan

Seperti halnya uji tarik, uji tekan dilakukan juga terhadap material nanokomposit dan matriks epoxy. Uji tekan dilakukan karena pengujian ini memiliki kesensitivitas yang lebih baik dibandingkan uji tarik. Seperti yang telah disebutkan di atas, hasil analisa TEM dan SEM terhadap material nanokomposit ditemukan adanya gumpalan partikel organoclay dan void. Dengan uji tekan dapat dilihat lebih jelas pengaruh gumpalan partikel dan void terhadap sifat mekanik material tersebut. Hasil uji tekan pada kedua material tersebut dapat dilihat pada kurva *stress vs. strain* Gambar 5.

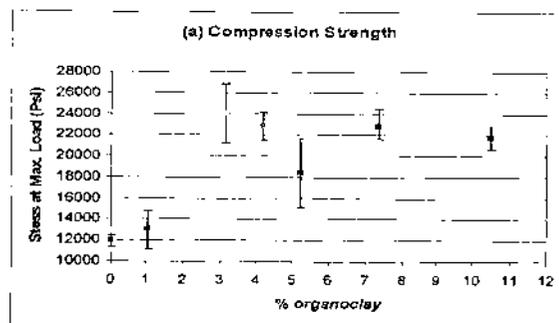
Pada Gambar 5, dapat dilihat perbedaan antara material matriks epoxy, dan nanokomposit. Dilihat dari pola kurva *stress vs. strain*, untuk material nanokomposit terlihat adanya deformasi struktur setelah material menerima beban. Dengan terjadinya deformasi pada struktur maka akan meningkatkan nilai beban maksimum. Selain itu, pada Gambar 5.c terlihat adanya nilai *stress* yang berkurang yang disebabkan oleh adanya void pada material. Namun setelah terjadinya deformasi maka nilai *stress* kembali naik sampai nilai *stress* maksimum dimana kekuatan dari material telah berkurang. Perubahan yang paling terlihat dari uji

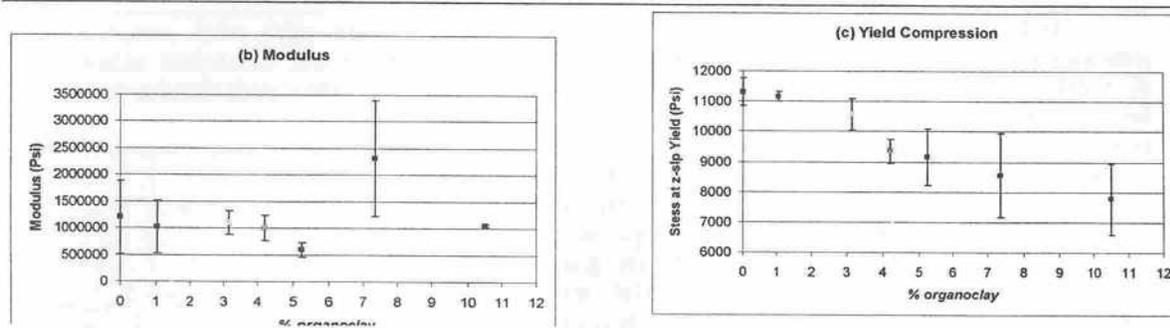
tekan ini yaitu pada nilai *compression strength*, modulus dan *yield*. Perubahan nilai-nilai uji tekan tersebut dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 5: Kurva *stress vs. strain* uji tekan. a. Matriks epoxy, b. Nanokomposit 3,1 wt.%, c. Nanokomposit 7,3 wt.%, d. Nanokomposit 10,5 wt.%.

Pada Gambar 6, terlihat adanya penambahan nilai *compression strength* dengan bertambahnya jumlah organoclay. Nilai *compression strength* meningkat sebesar 102% sampai dengan penambahan jumlah organoclay 3,1 wt.% dan kemudian turun dengan nilai *compression strength* yang tidak banyak berubah. Hal ini dapat mengindikasikan bahwa jumlah penambahan filler maksimum yaitu sebesar 3,1 wt.%. Nilai modulus tidak terlalu banyak berubah dengan adanya penambahan jumlah organoclay. Penambahan nilai modulus maksimum yaitu sebesar 93% dengan jumlah organoclay 7,3 wt.%. Namun nilai *yield* berkurang dengan bertambahnya jumlah organoclay jika dibandingkan dengan matriks epoxy. Pengurang terbesar yaitu sebesar 31% dengan jumlah penambahan organoclay 10,5 wt.%.





Gambar 6: Nilai sifat mekanik material nanokomposit dengan penambahan nilai jumlah organoclay. a. Compression strength, b. Modulus, c. Yield.

Table 2: Perbandingan nilai uji tarik material nanokomposit dan komposit epoxy-glass fiber.

SAMPEL	Filler (wt.%)	Stress at Max. Load (kPsi)	% Strain at Max. Load (%)	Modulus (kPsi)
Matriks polimer	0	9,58	3,94	344,94
Nanokomposit	10,5	4,88	1,45	987,64

Jika membandingkan hasil uji tekan antara nanokomposit dan komposit epoxy-glass fiber maka material nanokomposit hasil sintesa memiliki

nilai uji yang lebih besar dalam beban maksimum, modulus dan yield. Perbandingan nilai kedua material tersebut dapat dilihat dalam Table 3.

Table 3: Perbandingan nilai uji tekan material nanokomposit dan matriks epoxy.

SAMPEL	Filler (wt.%)	Load at. Max. Load (Kg)	Stress at Max. Load (kPsi)	Modulus (MPsi)	Yield compression (kPsi)
Matriks polimer	-	1345,75	11,89	1,20	11,31
Nanokomposit	1,0	1432,33	12,96	1,02	11,15
Nanokomposit	3,1	2592,67	24,01	1,10	10,57
Nanokomposit	7,3	2516,67	22,78	2,31	8,56
Nanokomposit	10,5	2300,75	21,79	1,06	7,78

Berdasarkan nilai uji tekan (Tabel 3) dapat diketahui pengaruh *filler* terhadap sifat mekanik dari material. Dengan jumlah *filler* tertentu maka suatu material akan mempunyai sifat mekanik yang lebih besar dibandingkan dengan matriks *epoxy*-nya. Untuk nanokomposit dengan kadar *organoclay* 3,1 wt.% diperoleh nilai *compression strength* dan beban maksimum lebih besar 102% dan 93% dari matriks *epoxy*-nya. Sedangkan untuk kadar *organoclay* 7,3 wt.% diperoleh peningkatan nilai modulus sebesar 93% dari matriks *epoxy*-nya. Untuk kadar *organoclay* 10,5 wt.% diperoleh penurunan nilai *yield compression* sebesar 31% dari matriks *epoxy*-nya. Peningkatan nilai *yield compression* material nanokomposit dipengaruhi oleh *filler organoclay* yang digunakan. *Filler organoclay* dengan dimensi yang berukuran nanometer akan lebih mudah untuk melakukan deformasi dan membentuk suatu struktur yang baru dengan kekuatan yang lebih baik dari sebelumnya. Beban yang diterima akan diredam oleh lapisan aluminium silikat *organoclay*. Hal ini dimungkinkan karena terdapatnya gumpalan partikel dan *void* pada material nanokomposit. Kedua hal tersebut akan mengurangi nilai *stress* pada material.

#### 4. KESIMPULAN

Penambahan kadar *organoclay* akan berpengaruh terhadap sifat mekanik material nanokomposit. Untuk nanokomposit dengan kadar *organoclay* 10,5 wt.% diperoleh peningkatan nilai modulus sebesar 186% dan penurunan nilai *tensile strength* sebesar 49% jika dibandingkan dengan matriks *epoxy*-nya. Penurunan nilai *tensile strength* mungkin disebabkan karena terdapatnya gumpalan *organoclay* dan *void* yang terperangkap di dalam material nanokomposit. Dari hasil uji tekan, untuk kadar *organoclay* 3,1 wt.% diperoleh nilai *compression strength* dan beban maksimum lebih sebesar 102% dan 93% dari matriks *epoxy*-nya. Sedangkan untuk kadar *organoclay* 7,3 wt.% diperoleh peningkatan nilai modulus sebesar 93% dari matriks *epoxy*-nya. Untuk kadar *organoclay* 10,5 wt.% diperoleh penurunan nilai *yield compression* sebesar 31% dari matriks *epoxy*-nya.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Dana Penelitian Hibah Ristek, Hibah Pasca, Program studi Ilmu Material Universitas Indonesia, Composite and bonding division PT. Dirgantara

Indonesia dan Divisi QCRD PT. Indocement Tbk atas bantuan dalam proses penelitian PUSTAKA

- [1] Adam S. Zerda, Alan J. Lesser, 2001, "Intercalated Clay Nanocomposite: Morphology, Mechanics, and Fracture Behavior", *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, Vol. 37, p 1137-1146.
- [2] Akane Okada and Arimitsu Usuki, 2006, "Twenty years of polymer-clay nanocomposite", *Macromolecular Materials and Engineering*, Vol. 291, p 1449-1476.
- [3] Yasmin, J.J. Luo, J.L. Abot, I.M. Daniel, 2006, "Mechanical and thermal behavior of clay/epoxy nanocomposite", *Composites Science and Technology*, Vol. 66, p 2415-2422.
- [4] Bernd Wetzels, et al, 2006, "Epoxy nanocomposite-fracture and toughening mechanisms", *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 73, p 2375-2398.
- [5] B Qi, Q.X. Zhang, M. Bannister, Y.W. Mai, 2006, "Investigation of the mechanical properties of DGEBA-based epoxy resin with nanoclay additive", *Composite Structure*, Vol. 75, p 514-519.
- [6] Cigdem Basara, Ulku Yilmazer, Goknur Bayram, 2005, "Synthesis and characterization of epoxy base nanocomposites", *Journal Applied Polymer Science*, Vol. 98, p 1081-1086.
- [7] Farzana Hussain, Jihua Chen, Mehdi Hojjati, 2007, "Epoxy-silicate nanocomposite: Cure monitoring and characterization", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 445-446, p 467-476.
- [8] F. L. Matthews, R. D. Rawlings, 1995, *Composite Materials: Engineering and Science*, 1<sup>st</sup> ed, Chapman & Hall, p1-72.
- [9] Hiroaki Miyagawa, Kit H. Foo, Isaac M. Daniel, Lawrence T. Drzal, 2005, "Mechanical properties and failure surface morphology of amine-cured epoxy/clay nanocomposite", *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 96, p 281-287.
- [10] J.W. Cho and D.R. Paul, 2001, "Nylon-6 nanocomposite by met compounding", *Polymer*, Vol. 42, p 1083-1094.
- [11] Michael, C.Y. Niu, 2000, *Composite airframe structure: practical design information and data*, 3<sup>rd</sup> ed, Hongkong Conmilit Press Ltd., p 1-123.
- [12] S. T. Peters, 1998, *Handbook of Composites*, 2<sup>nd</sup> ed, Chapman & Hall.