



DISERTASI

JUDUL :

**"PREPARASI DAN KARAKTERISASI POLIVINILKLORIDA
TERMODIFIKASI ANHIDRIDA MALEAT DAN BUTIL AKRILAT
DENGAN PENGISI SEPIOLITE DAN ORGANO-SEPIOLITE SEBAGAI
BAHAN KABEL TAHAN PANAS"**

PENULIS : UNGKAP SIAHAAN

**Ungkap Siahaan
Serdik SPPK 1 T.A 2024
No. Serdik : 202409002045
POKJAR 3**

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI POLIVINILKLORIDA
TERMODIFIKASI ANHIDRIDA MALEAT DAN BUTIL AKRILAT
DENGAN PENGISI SEPIOLITE DAN ORGANO-SEPIOLITE
SEBAGAI BAHAN KABEL TAHAN PANAS**

DISERTASI

**UNGKAP SIAHAAN
198103006**



**PROGRAM STUDI DOKTOR ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SUMATERA UTARA
MEDAN
2023**

Kamis, 17 Oktober 2024

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI POLIVINILKLORIDA
TERMODIFIKASI ANHIDRIDA MALEAT DAN BUTIL AKRILAT
DENGAN PENGISI SEPIOLITE DAN ORGANO-SEPIOLITE
SEBAGAI BAHAN KABEL TAHAN PANAS**

DISERTASI

**UNGKAP SIAHAAN
198103006**



**PROGRAM STUDI DOKTOR ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SUMATERA UTARA
MEDAN
2023**

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI POLIVINILKLORIDA
TERMODIFIKASI ANHIDRIDA MALEAT DAN BUTILAKRILAT
DENGAN PENGISI SEPIOLITE DAN ORGANO-SEPIOLITE
SEBAGAI BAHAN KABEL TAHAN PANAS**

DISERTASI

Diajukan sebagai syarat untuk mempertahankan gelar Doktor dalam Program Ilmu
Kimia, di bawah pimpinan Rektor Universitas Sumatera Utara
Prof. Dr. Muryanto Amin, S.Sos., M.Si. dipertahankan pada tanggal bulan Mei tahun
2023 di Medan, Sumatera Utara

**UNGKAP SIAHAAN
198103006**



**PROGRAM STUDI DOKTOR ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS SUMATERA UTARA
MEDAN
2023**

PERNYATAAN ORISINALITAS

PREPARASI DAN KARAKTERISASI POLIVINILKLORIDA TERMODIFIKASI ANHIDRIDA MALEAT DAN BUTILAKRILAT DENGAN PENGISI SEPIOLITE DAN ORGANO-SEPIOLITE SEBAGAI BAHAN KABEL TAHAN PANAS

DISERTASI

Saya menyatakan bahwa disertasi ini adalah hasil karya saya sendiri, kecuali beberapa kutipan dan ringkasan yang masing-masing disebutkan sumbernya.

Medan, Mei 2023

Ungkap Siahaan
198103006

PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai sivitas akademika Universitas Sumatera Utara, saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Ungkap Siahaan
NIM : 198103006
Program Studi : S3 Ilmu Kimia
Jenis karya ilmiah : Disertasi

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Sumatera Utara Hak Bebas Royalti Non-Eksklusif (*Non-Exclusive Royalty Free Right*) atas disertasi saya yang berjudul:

Preparasi Dan Karakterisasi Polivinilklorida Termodifikasi Anhidrida Maleat dan Butilakrilat dengan Pengisi Sepiolite dan Organo-Sepiolite Sebagai Bahan Kabel Tahan Panas

Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan), dengan Hak Bebas Royalti Non-Eksklusif ini, Universitas Sumatera Utara berhak menyimpan, mengalih media, menformat, mengelola dalam bentuk data-base, merawat dan mempublikasikan disertasi saya tanpa meminta izin dari saya selama mencantumkan nama saya sebagai penulis dan sebagai pemegang dan atau sebagai penulis dan sebagai pemilik hak cipta.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sebenarnya.

Medan, Mei 2023

Ungkap Siahaan

PENGESAHAN DISERTASI

Judul : Preparasi dan Karakterisasi Polivinilklorida
Termodifikasi Anhidrida Maleat dan Butilakrilat
Dengan Pengisi Sepiolite dan Organo-Sepiolite
Sebagai Bahan Kabel Tahan Panas
Nama : Ungkap Siahaan
Nomor Induk Mahasiswa : 198103006
Program Studi : Doktor (S-3) Ilmu Kimia
Fakultas : MIPA – Universitas Sumatera Utara

Disetujui Oleh
Komisi Pembimbing

Promotor

Prof. Basuki Wirjosentono, M.S., Ph.D.
NIDK.8990660023

Co-promotor

Co-promotor

Dr. Darwin Yunus Nasution, M.S.
NIP. 195508101981031006

Dr. Cut Fatimah Zuhra, M.Si.
NIP.197404051999032001

Ketua Program Studi

Dr. Marpongahatun, M.Sc.
NIP. 196111151988032002

Telah dinyatakan lulus pada

Tanggal Mei 2023

PANITIA PENGUJI DISERTASI

Pimpinan Sidang	: Prof. Dr. Muryanto Amin, S.Sos, M.Si.	Rektor USU
Ketua	: Prof. Basuki Wirjosentono, MS, Ph.D.	USU Medan
Anggota	: Dr. Darwin Yunus Nasution, M.Si.	USU Medan
	Dr. Cut Fatimah Zuhra, M.Si.	USU Medan
	Dr. Bambang Yudoyono, M.Sc.	UNSRI - Palembang
	Dr. Irwana Nainggolan, M.Sc.	USU Medan

PREPARASI DAN KARAKTERISASI POLIVINILKLORIDA TERMODIFIKASI ANHIDRIDA MALEAT DAN BUTILAKRILAT DENGAN PENGISI SEPIOLITE DAN ORGANO-SEPIOLITE SEBAGAI BAHAN KABEL TAHAN PANAS

ABSTRAK

Upaya dalam meningkatkan ketahanan panas material yang sering digunakan dalam perangkat elektronik seperti resin Polivinil Klorida (PVC) sangat diperlukan untuk menghindari dekomposisi PVC apabila terbakar yang juga dapat menghasilkan asap beracun. Bahan tanah liat sepiolite (Sep) yang mengandung struktur magnesium silikat hidrat telah banyak digunakan sebagai bahan pengisi paduan karet yang berfungsi bukan saja sebagai penguat, tetapi juga sebagai bahan termal-stabiliser dan penghambat nyala. Sedangkan untuk meningkatkan kompatibilitas pengisi sepiolite dalam matriks karet dan polimer umumnya dilakukan modifikasi dengan komonomer reaktif. Pengisi senyawa sepiolite juga dapat dilapisi menggunakan surfaktan cetiltrimetilammonium bromida (CTAB) menjadi organo-sepiolite (Osep) untuk menurunkan sifat hidrofilitasnya agar setara dengan matrik polimer. Dalam penelitian ini, resin PVC termodifikasi komonomer reaktif anhidrida maleat (AM) dan butilakrilat (BA) dengan inisiator benzoil peroksida (BPO) telah dipreparasi dengan metode reaktor refluks dalam pelarut THF/xilena dengan bahan pengisi sepiolite/organo-sepiolite (Sep/Osep), dan pembanding MgO. Kondisi optimum proses preparasi diperoleh dengan variasi komposisi komonomer pereaksi modifikasi dan waktu serta atmosfer reaksi (udara/nitrogen). Kemudian, bahan tahan panas PVC yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan pengujian: struktur kimia gugus fungsi (spektroskopi FTIR), sifat mekanis (kekuatan tarik dan kemuluran), sifat morfologi (mikroskopi SEM), sifat termal (termogravimetri: TGA dan *differential scanning calorimetry*: DSC).

Diperoleh bahwa hasil paduan PVC dengan pengisi MgO dan sepiolite yang optimum (jernih) diperoleh bilamana kandungan pengisi MgO/sepiolite adalah 5 prp. Adhesi matriks PVC lebih baik pada permukaan pengisi sepiolite dibandingkan pada permukaan pengisi MgO, MgO dan sepiolite mampu berperan sebagai penahan dekomposisi termal sampel PVC. Modifikasi dengan komonomer anhidrida maleat dan butilakrilat (AM/BA) dapat membentuk gel PVC-tercangkok-AM/BA yang berperan sebagai penguat dan homopolimer poli-(AM/BA)_n yang berfungsi sebagai plastisiser dalam resin PVC. Kondisi optimum reaksi modifikasi resin PVC dengan komonomer AM/BA dengan inisiator BPO dalam reaktor refluks pelarut xilena adalah bilamana kandungan komonomer AM 10 prp dan BA 5 prp. Analisis spektroskopi FTIR menunjukkan serapan gugus karbonil sehubungan pengikatan komonomer AM/BA dalam matriks PVC, yang terikat secara kimia-fisika melalui reaksi pencangkakan rantai tunggal, pencangkakan rantai panjang dan terinterpenetrasi. Dapat diprediksi bahwa selama proses modifikasi resin PVC dengan komonomer AM/BA terjadi kompetisi antara: reaksi pencangkakan rantai tunggal, pembentukan ikatan silang polimer PVC, reaksi homopolimerisasi komonomer AM/BA, yang dapat berlanjut pada reaksi pencangkakan rantai panjang.

Penambahan pengisi sepiolite dan organo-sepiolite berfungsi sebagai penguat paduan PVC pada kandungan rendah. Patahan paduan PVC memperlihatkan adanya

partikel pengisi (Sep/Osep) yang terdistribusi merata, permukaan yang lebih kasar dan serpih patahan yang tajam. Penambahan sepiolite dan organo-sepiolite (sepiolite-terlapis-CTAB) mampu meningkatkan ketahanan termal paduan PVC terkait dan juga meningkatkan suhu transisi kaca (T_g) dan panas pelelehan/kristalisasi dari paduan PVC terkait. Formulasi optimum paduan PVC termodifikasi anhidrid maleat dan butilakrilat dengan pengisi sepiolite dan organo-sepiolite dapat dikembangkan dalam skala pilot dan skala produksi, untuk menghasilkan bahan setengah jadi manufaktur komponen tahan panas yang bebas pelepasan dan kontaminasi bahan aditif.

Kata kunci : polinivil klorida, anhidrida maleat, butilakrilat, sepiolite, bahan tahan panas

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF MALEIC AND BUTYLACRYLATE MODIFICATION POLYVINYL CHLORIDE WITH SEPIOLITE AND ORGANO-SEPIOLITE FILLERS AS HEAT RESISTANT CABLE MATERIALS

ABSTRACT

Efforts to increase the heat resistance of materials that are often used in electronic devices such as Polyvinyl Chloride (PVC) resins are needed to avoid the decomposition of PVC when burned which can also produce toxic fumes. Sepiolite clay material (Sep) containing hydrated magnesium silicate structure has been widely used as a filler in rubber alloys that function not only as a reinforcement, but also as a thermal stabilizer and flame retardant. Meanwhile, to increase the compatibility of the sepiolite filler in the rubber and polymer matrix, modifications are generally made with reactive comonomers. The sepiolite filler can also be coated using the surfactant cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) to organo-sepiolite (Osep) to reduce its hydrophilicity to match the polymer matrix. In this study, PVC resin modified by maleic anhydride (AM) and butylacrylate (BA) reactive comonomer with benzoyl peroxide (BPO) as the initiator was prepared by reflux reactor method in THF/xylene solvent with sepiolite/organo-sepiolite as filler (Sep/Osep), and a comparison of MgO. The optimum conditions for the preparation process were obtained by varying the composition of the modified reagent comonomer and the reaction time and atmosphere (air/nitrogen). Then, the heat-resistant PVC produced was characterized using the following tests: chemical structure of functional groups (FTIR spectroscopy), mechanical properties (tensile strength and elongation), morphological properties (SEM microscopy), thermal properties (thermogravimetry: TGA and differential scanning calorimetry: DSC)

It was found that the optimum (clear) yield of PVC alloy with MgO and sepiolite filler was obtained when the MgO/sepiolite filler content was 5 prp. The PVC matrix adhesion was better on the surface of the sepiolite filler than on the MgO filler surface, MgO and sepiolite were able to act as a barrier to thermal decomposition of PVC samples. Modification with maleic anhydride and butylacrylate (AM/BA) comonomer can form AM/BA-grafted PVC gel which acts as a reinforcement and poly-(AM/BA)_n homopolymer which functions as a plasticizer in PVC resin. The optimum condition for the modified reaction of PVC resin with AM/BA comonomer with BPO as the initiator in a xylene solvent reflux reactor is when the comonomer AM is 10 prp and BA is 5 prp. FTIR spectroscopic analysis showed the absorption of carbonyl groups due to the binding of AM/BA comonomer in PVC matrix, which was bound chemically-physically through single-chain grafting, long-chain grafting and interpenetration reactions. It can be predicted that during the modification process of PVC resin with AM/BA comonomer, there will be competition between: single chain grafting reaction, formation of PVC polymer crosslinks, AM/BA comonomer homopolymerization reaction, which can lead to long chain grafting reaction.

The addition of sepiolite and organo-sepiolite fillers serves as a reinforcement for PVC alloys at low concentrations. The PVC alloy fracture showed the presence of evenly distributed filler particles (Sep/Osep), a rougher surface and sharp fracture flakes. The addition of sepiolite and organo-sepiolite (sepiolite-coated-CTAB) is able to increase the thermal resistance of the associated PVC alloy and also increase the glass transition temperature (T_g) and heat of melting/crystallization of the associated PVC alloy. The optimum formulation of maleic anhydride and butylacrylic modified PVC alloys with sepiolite and organo-sepiolite fillers can be developed on a pilot scale and production scale, to produce semi-finished materials for manufacturing heat-resistant components that are free from release and contamination of additives.

Keywords : polynivil chloride, maleic anhydride, butylacrylate, sepiolite, heat-resistant material

PRAKATA

Puji dan syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas kasih dan karunia-Nya, yang telah memberikan kemudahan bagi penulis untuk menyelesaikan Penelitian dan Penulisan Disertasi yang berjudul “PREPARASI DAN KARAKTERISASI POLIVINILKLORIDA TERMODIFIKASI ANHIDRIDA MALEAT DAN BUTILAKRILAT DENGAN PENGISI SEPIOLITE DAN ORGANO-SEPIOLITE SEBAGAI BAHAN KABEL TAHAN PANAS” sebagai syarat kelulusan untuk meraih gelar Doktor. Dengan selesainya Disertasi ini, banyak pihak yang juga telah membantu saya baik secara moril maupun materil. Oleh karena itu, pada kesempatan ini saya menyampaikan ucapan terima kasih yang mendalam kepada :

1. Prof. Dr. Muryanto Amin, S.Sos, M.Si., selaku Rektor Universitas Sumatera Utara atas kesempatan dan fasilitas yang diberikan kepada saya untuk mengikuti perkuliahan hingga menyelesaikan penulisan Disertasi ini.
2. Irjen Pol. Drs. R. Z. Panca Putra S., M.Si., selaku Kapolda Sumatera Utara atas kesempatan yang diberikan kepada saya untuk mengikuti pendidikan program Doktor di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara.
3. Kombes Pol. Teguh Yuswardhie, S.I.K., M.H., selaku Kabidlabfor Polda Sumatera Utara atas kesempatan yang diberikan kepada saya untuk mengikuti pendidikan program Doktor di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara.
4. Dr. Nursahara Pasaribu, M.Sc., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara atas kesempatan yang diberikan kepada saya untuk mengikuti pendidikan program Doktor di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara.
5. Ketua Program Studi Doktor S3 Kimia FMIPA USU, Ibu Dr. Marpongahtun, M.Sc atas kesempatan, ilmu, fasilitas dan bantuan yang diberikan kepada penulis selama mengikuti pendidikan Doktor S3 Kimia FMIPA Universitas Sumatera Utara.

6. Bapak Prof. Basuki Wirjosentono, M.S., Ph.D., selaku Promotor yang senantiasa dengan sabar memberikan arahan, bimbingan serta dukungan kepada penulis hingga Penelitian dan Disertasi ini dapat terselesaikan dengan baik.
7. Bapak Dr. Darwin Yunus Nasution, M.S., selaku Co-Promotor yang senantiasa dengan sabar memberikan arahan, bimbingan serta dukungan kepada penulis hingga Penelitian dan Disertasi ini dapat terselesaikan dengan baik.
8. Ibu Dr. Cut Fatimah Zuhra, M.Si., selaku Co-Promotor yang senantiasa dengan sabar memberikan arahan, bimbingan serta dukungan kepada penulis hingga Penelitian dan Disertasi ini dapat terselesaikan dengan baik.
9. Bapak Prof. Dr. Bambang Yudono, M.Sc., selaku penguji dari FMIPA Universitas Sriwijaya yang senantiasa memberikan pengarahan dan masukan serta saran kepada saya demi perbaikan dalam penulisan Disertasi ini.
10. Ibu Dr. Irwana Nainggolan, M.Sc., selaku penguji yang senantiasa memberikan pengarahan dan masukan serta saran demi perbaikan dalam penulisan Disertasi ini.
11. Bapak/Ibu dosen S1, S2, S3 Departemen Kimia Fakultas Matematika dan dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara yang telah memberikan saran dan dukungan kepada saya selama pendidikan Doktor.
12. Ibu Inggi Prawita, selaku pegawai tata usaha Program Doktor Kimia, yang selalu membantu penyelenggaraan penyelesaian disertasi ini.
13. Ayahanda H. Siahaan dan Ibunda K. Pakpahan, yang telah mendidik dan membesarkan penulis dengan penuh kasih sayang dan selalu mendoakan penulis di setiap waktu dalam penyelesaian pendidikan dan penulisan disertasi ini.
14. Bapak Mertua AKP (P) A. K. Simarmata dan Ibu Mertua R.M. Padang yang memberikan dukungan dan penyertaan dalam doa hingga selesainya disertasi ini.
15. Ibu Diana Adnanda Nasution dan adik Tanty Naomi Siahaan yang sangat khusus membantu penulis dalam penelitian dan penulisan disertasi ini.
16. Teristimewa penulis ucapkan kepada istri tercinta : Dr. Verawaty Simarmata, S.T., M.M, dan anak-anakku Beatrice Benedicta Ulina Siahaan, Bellanice Bonifacia Ulita Siahaan, Berto Abraham Makmur Siahaan yang memberikan dukungan dan perhatian kepada penulis saat penyelesaian pendidikan dan

penulisan disertasi ini.

17. Personil Bidlabfor Polda Sumatera Utara yang memberikan dukungan dan semangat bagi penulis dalam penelitian dan penulisan disertasi ini.
18. Dan teman-teman Program Doktor Kimia USU seangkatan stambuk 2019, Pratiwi Aritonang, Nanang Wijaya, Bobby Cahyady, Supiyani, Nazla Lubis, Amru Daulay, dan Herman Purba yang memberikan dukungan dan semangat bagi penulis dalam penelitian dan penulisan disertasi ini.

Penulis menyadari bahwa Disertasi ini masih terdapat kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan saran dan masukan yang membangun demi kesempurnaan Disertasi ini. Akhir kata, penulis berharap semoga Disertasi ini dapat bermanfaat bagi penelitian dan kemajuan ilmu pengetahuan di masa yang akan datang.

Medan, Mei 2023
Penulis,

Ungkap Siahaan

RIWAYAT HIDUP

DATA PRIBADI

Nama lengkap beserta gelar : Ungkap Siahaan, S.Si., M.Si.
Tempat dan tanggal lahir : Sosordoloktolong, 19 Oktober 1975
Alamat rumah : Jl. Gaperta Ujung Gang Berkat No.12 A Medan
Kelurahan Tanjung Gusta Kecamatan Medan Helvetia
Telepon/HP : +62 812-6341-8886
Email : hinalang_siahaan@yahoo.co.id

DATA PENDIDIKAN

SD : SD Negeri 173526 Hinalang Balige
(tamat tahun 1988)
SMP : SMP Katolik Budi Darma Balige
(tamat tahun 1991)
SMA : SMA Katolik Bintang Timur Balige
(tamat tahun 1994)
STRATA-1 : Kimia, FMIPA Universitas Sumatera Utara
(tamat tahun 2000)
STRATA-2 : Kimia, FMIPA Universitas Sumatera Utara
(tamat tahun 2019)

DATA PEKERJAAN

Anggota POLRI yang bertugas di Bidlabfor Polda Sumatera Utara
Pangkat AKBP
Jabatan Wakabid Labfor Polda Sumatera Utara, tahun 2020 - sekarang
Kasubbid Fiskomfor Bidlabfor Polda Sumatera Utara, tahun 2019 - 2020
Kasubbid Dokupalfor Labfor Cabang Medan, tahun 2014 - 2018
Kaur Dokupalfor Labfor Cabang Medan, tahun 2011 - 2013
Kabagren Polres Tanah Karo, tahun 2010 - 2011
Laboran Pratama II Unit Dokupalfor Labfor Cabang Medan, tahun 2004 - 2009
Panit Balistik Labfor Cabang Medan, tahun 2003 - 2004
Pama Labfor Cabang Medan, tahun 2001 - 2002

DAFTAR ISI

	Halaman
PENGESAHAN DISERTASI	i
ABSTRAK	iii
<i>ABSTRACT</i>	v
PRAKATA	vii
RIWAYAT HIDUP	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR GRAFIK	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xviii
DAFTAR SINGKATAN	xix
BAB I PENDAHULUAN	73
1.1 Latar Belakang	73
1.2 Permasalahan Penelitian	75
1.3 Hipotesis Penelitian	75
1.4 Tujuan Penelitian	75
1.5 Manfaat Penelitian	75
1.6 Ruang Lingkup Penelitian	76
1.7 Urgensi Penelitian	77
1.8 Keterbaruan	77
1.9 Penelitian terdahulu:	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	79
2.1 Polivinil Klorida	79
2.2 Aplikasi PVC	81
2.3 Anhidrida Maleat (MA)	82
2.4 Butil Akrilat	83
2.5 Sepiolite	84
2.6 Sepiolite sebagai nanofiler polimer	85
2.7 Peningkat Adhesi pada Permukaan Substrates	85
2.8 Karakterisasi Campuran Polimer	87

2.8.1 Uji Kuat Tarik	87
2.8.2 Analisa Morfologi Dengan SEM	88
2.8.3 Analisa Termal dengan <i>Termogravimetric Analysis</i> (TGA)	89
2.8.4 Analisis Gugus Fungsi dengan <i>Fourier Transform Infra Red Spectroscopy</i> (FTIR)	90
2.8.5 Analisa Termal dengan <i>Differential Scanning Calorimetry</i> (DSC)	91
BAB III METODE PENELITIAN	93
3.1 Lokasi Penelitian	93
3.2 Alat dan Bahan	93
3.3 Metode Penelitian	93
3.4 Prosedur Penelitian	94
3.4.1 Optimasi Preparasi dan Karakterisasi Paduan Polivinilklorida (PVC) dengan Pengisi MgO dan Sepiolite	94
3.4.2 Modifikasi polivinilklorida (PVC) dengan Komonomer Anhidrida Maleat/Butilakrilat (AM/BA) dengan Inisiator Benzoilperoksida (BPO)	95
3.4.3 Preparasi dan karakterisasi resin/paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi MgO, sepiolite/organo-sepiolite (Sep/Osep)	95
3.5 Karakterisasi dari Hasil Penelitian	95
3.5.1 Pengujian Gugus Fungsi	94
3.5.2 Pengujian sifat Mekanis	95
3.5.3 Sifat morfologi (SEM)	95
3.5.4 Pengujian sifat Thermal	95
3.6 Diagram Alir Penelitian	96
3.6.1 Optimasi Preparasi dan Karakterisasi Paduan Polivinilklorida (PVC) dengan Pengisi MgO dan Sepiolite	96
3.6.2 Modifikasi polivinilklorida (PVC) dengan Komonomer Anhidrida Maleat/Butilakrilat (AM/BA) dengan Inisiator Benzoilperoksida (BPO)	97
3.6.3 Preparasi dan karakterisasi resin/paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi MgO, sepiolite/organo-sepiolite (Sep/Osep)	97
BAB IV HASIL PENELITIAN	99
4.1 Optimasi preparasi dan karakterisasi paduan polivinilklorida (PVC) dengan pengisi MgO dan Sepiolite	99
4.1.1 Karakterisasi Sifat Mekanis	99
4.1.2 Karakterisasi Sifat Morfologis	101
4.1.3 Karakterisasi Sifat Termal	102
4.2 Modifikasi polivinilklorida (PVC) dengan komonomer anhidrida maleat/butilakrilat (AM/BA) dengan inisiator benzoilperoksida (BPO)	103

4.2.1 Analisis Spektroskopi FTIR	105
4.2.2 Prediksi mekanisme reaksi PVC dengan komonomer AM/BA	106
4.2.3 Karakterisasi Sifat Mekanis	110
4.2.4 Karakterisasi Sifat Morfologis	113
4.2.5 Karakterisasi Sifat Termal	113
4.3 Karakterisasi resin/paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sepiolite dan Organo-sepiolite	115
4.3.1 Karakterisasi Sifat Mekanis	115
4.3.2 Karakterisasi Sifat Morfologi	117
4.3.3 Karakterisasi Sifat Termal	119
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	123
5.1 Kesimpulan	123
5.2 Saran	124
DAFTAR PUSTAKA	125
LAMPIRAN	131

DAFTAR TABEL

Nomor Tabel	Judul	Halaman
4.1	Hasil uji TGA dari sampel PVC dengan pengisi MgO dan Sepiolite	30
4.2	Komposisi modifikasi PVC dengan komonomer anhidrida maleat (AM) dan butilakrilat (BA) dalam reactor refluks pelarut xilena sesuai prosedur 3.4.3.	32
4.3	Hasil uji DSC dan TGA dari sampel PVC-g-AM dan PVC-g-BA	41
4.4	Hasil uji DSC dan TGA dari sampel PVC-g-AM-Sep dan PVC-g-AM-Osep	47
4.5	Hasil uji DSC dan TGA dari sampel PVC-g-BA-Sep dan PVC-g-BA-Osep	48

DAFTAR GAMBAR

Nomor Gambar	Judul	Halaman
2.1	Berbagai bidang penggunaan resin PVC sebagai bahan komoditas, bahan teknik, maupun bahan khusus	8
2.2	Struktur Anhidrida Maleat	11
2.3	Struktur Butil Akrilat	12
2.4	Struktur sepiolite yang merupakan lapisan SiO ₄ yang diselingi lapisan magnesium hidroksida hidrat, dengan formula: [Si ₁₂ O ₃₀ Mg ₈ (OH) ₄](H ₂ O) ₄ .8H ₂ O	14
2.5	Mekanisme fisika-kimia adhesi pada permukaan substrat: (a) adhesi mekanis, (b) adhesi difusi, (c) adhesi dispersif, dan (d) adhesi kimia, Mahendra (2019).	14
3.1	Diagram Alir Optimasi Preparasi dan Karakterisasi Paduan Polivinilklorida (PVC) dengan Pengisi MgO dan Sepiolite	24
3.2	Diagram Alir Modifikasi polivinilklorida (PVC) dengan Komonomer Anhidrida Maleat/ Butilakrilat (AM/BA) dengan Inisiator Benzoylperoksida (BPO)	25
3.3	Diagram Alir Preparasi dan karakterisasi resin/paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi MgO, sepiolite/organo-sepiolite (Sep/Osep)	25
4.1	Micrograph patahan paduan PVC dengan (a) kontrol; (b) PVC-MgO dan (c) PVC-Sep	26
4.2	Hasil uji TGA dari sampel PVC dengan pengisi MgO dan sepiolite	27
4.3	Hasil analisa FT-IR pada sampel (a) PBV-g-MA (b) PVC-g-BA	28
4.4.a	Diagram mekanisme reaksi inisiasi modifikasi PVC dengan komonomer AM/BA dan inisiator BPO, dalam reaktor refluks pelarut xilena (Td: 135°C)	29
4.4.b	Diagram mekanisme reaksi propagasi modifikasi PVC dengan komonomer AM/BA dan inisiator BPO, dalam reaktor refluks pelarut xilena (Td: 135°C)	29
4.4.c	Diagram mekanisme reaksi terminasi modifikasi PVC dengan komonomer AM/BA dan inisiator BPO, dalam reaktor refluks pelarut xilena (Td: 135°C)	29

4.5	Micrograph patahan paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sep/Osep	31
4.6	Hasil uji DSC (a) dan (b) dan TGA (c) dari sampel PVC-g-AM-Sep dan PVC-g-AM-Osep	32
4.7	Hasil mikroskopi SEM penampang patahan paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sep/Osep	34
4.7.a	Diagram mekanisme reaksi propagasi modifikasi PVC dengan komonomer AM/BA dan inisiator BPO, dalam reactor refluks pelarut xilena (Td: 135 °C)	35
4.7.b	Diagram mekanisme reaksi terminasi modifikasi PVC dengan komonomer AM/BA dan inisiator BPO, dalam reactor refluks pelarut xilena (Td:135 °C)	36
4.8	Micrograph patahan paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sep/Osep	38
4.9	Hasil uji DSC (a) dan (b) dan TGA (c) dari sampel PVC-g-AM-Sep dan PVC-g-AM-Osep	38
4.10	Hasil uji DSC (a) dan (b) dan TGA (c) dari sampel PVC-g-BA-Sep dan PVC-g-BA-Osep	39
4.11	Karakterisasi morfologi patahan paduan a) PVC b) PVC-g-MA dan c) PVC-g-BA	40
4.12	Karakterisasi termal a,b) DSC dan c) TGA dari paduan PVC modifikasi AM dan BA	41
4.13	Hasil karakterisasi sifat mekanis paduan a-c) PVC-g-MA dan d-f) PVC-g-BA modifikasi dengan Sep dan Osep	43
4.14	Hasil karakterisasi morfologi paduan a-c) PVC-g-MA dan d-f) PVC-g-BA modifikasi dengan b,e)Sep dan c,f) Osep	45
4.15	Karakterisasi termal a,b) DSC dan c) TGA dari paduan PVC-g-AM modifikasi Sep dan Osep	46
4.16	Karakterisasi termal a,b) DSC dan c) TGA dari paduan PVC-g-BA modifikasi Sep dan Osep	48

DAFTAR GRAFIK

Nomor Grafik	Judul	Halaman
4.1	Kekuatan Tarik paduan PVC dengan bahan pengisi sepiolite dan MgO	26
4.2	Kemuluran paduan PVC dengan bahan pengisi sepiolite dan MgO	27
4.3	Modulus Elastisitas paduan PVC dengan bahan pengisi sepiolite dan MgO	28
4.5	Grafik Kemuluran dari PVC-g-AM dan PVC-g-BA	31
4.6	Nilai Modulus Elastisitas PVC-g-AM dan PVC-g-BA	32
4.8	Micrograph patahan paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sep/Osep	38
4.9	Hasil uji DSC (a) dan (b) dan TGA (c) dari sampel PVC-g-AM-Sep dan PVC-g-AM-Osep	38
4.10	Hasil uji DSC (a) dan (b) dan TGA (c) dari sampel PVC-g-BA-Sep dan PVC-g-BA-Osep	39
4.12	Karakterisasi termal a,b) DSC dan c) TGA dari paduan PVC modifikasi AM dan BA	41
4.13	Hasil karakterisasi sifat mekanis paduan a-c) PVC-g-MA dan d-f) PVC-g-BA modifikasi dengan Sep dan Osep	43
4.15	Karakterisasi termal a,b) DSC dan c) TGA dari paduan PVC-g-AM modifikasi Sep dan Osep	46
4.16	Karakterisasi termal a,b) DSC dan c) TGA dari paduan PVC-g-BA modifikasi Sep dan Osep	48

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor LAMPIRAN	Judul	Halaman
I	Foto Alat dan Bahan Proses pembuatan PVC-g-MA dan PVC-g-BA dengan pengisi sepiolite dan organo sepiolite	59
II	Surat Penerimaan (Letter of Acceptance) Publikasi pada Prosiding Seminar Internasional Bereputasi	61
III	Sertifikat <i>Proceeding</i>	62
IV	Publikasi pada Prosiding Seminar Internasional Bereputasi 2 nd ICOCSTI 2021	63
V	Jurnal Publikasi Internasional	70
VI	Jurnal Publikasi Internasional	90

DAFTAR SINGKATAN

- AM : *Anhyrida Maleic*
- BA : *Butyl Acrylate*
- DSC : *Diferensial scanning calorimetry*
- FT-IR : *Fourier Transform Infrared*
- Osep : *Organo Sepiolite*
- PVC : *Polyvinil Chloride*
- SEM : *Scanning Electron Microscope*
- Sep : *Sepiolite*
- TGA : *Thermogravimetric Analysis*
- XRD : *X-Ray Diffraction*

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Beberapa dekade terakhir, pengembangan yang pesat dalam penelitian struktur dan sifat-sifat polimer telah diteliti. *Polivinil klorida* (PVC) adalah salah satu bahan polimer yang paling banyak digunakan di dunia dalam hal produksi, murah, aplikasinya yang serbaguna dan fleksibel. PVC merupakan bahan termoplastik yang secara ekonomi paling unggul dibandingkan dengan bahan sejenisnya seperti polipropilena (PP), polietilena (PE) dan polistirena (PS). PVC banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari termasuk pada industri kimia, pertambangan, farmasi, mesin dan pertanian karena sifatnya yang sulit terbakar dan mudah diproses. Selain itu, kelebihan dari bahan PVC adalah memiliki sifat tahan api yang baik karena kandungan klorinnya yang tinggi. Namun, biasanya bahan pembuat plastik (*plasticizer*) yang digunakan dalam penggunaan PVC dapat meningkatkan resiko terbakar. Sehingga, beberapa bahan aditif sering ditambahkan selama penggunaan PVC sehingga memiliki dampak tertentu pada sifat tahan api dan menurunkan kadar asap dari bahan PVC. Selain itu, PVC menghasilkan gas beracun dan kabut asap pada saat dibakar di udara. Tetapi karena suhu PVC yang rendah, penerapannya di beberapa bidang aplikasi menjadi sangat terbatas. Misalnya, pipa air panas harus digunakan di atas 80°C namun suhu tertinggi dari PVC biasanya hanya sekitar 65°C. Modifikasi dengan bahan pengisi (*filler*) merupakan salah satu cara yang efektif dalam mengurangi biaya dan memperkuat sifat mekanik, tetapi terbatas dalam meningkatkan ketahanan panasnya.

Tanah liat berstruktur jarum yang dimodifikasi dengan bahan organik seperti sepiolite dianggap sebagai nanofiller untuk PVC pertama kali dilaporkan pada tahun 2013. Sepiolite dari magnesium silikat hidrat mempunyai kelebihan karena kemudahan dalam proses pembuatan dengan daya pembasahan (*wettability*) yang tinggi oleh polimer non polar. Sebagai tambahan, kontak area yang lebih rendah antara struktur jarum sepiolite dibandingkan dengan kontak area antar lapisan tanah liat dapat memudahkan untuk mendispersikan sepiolite. Dengan demikian, sepiolite

alami masih dapat dianggap sebagai bahan pengisi alternatif yang hemat biaya untuk PVC sehingga dapat meningkatkan daya tahan panas. Selanjutnya, untuk meningkatkan daya adhesi dari PVC adalah memanfaatkan kompatibel. Bahan kompatibel sebagian besar adalah polimer fungsional yang digabungkan untuk menurunkan tegangan antar muka dan untuk meningkatkan interaksi antar muka antar polimer.

Hammiche *et al*, 2020 mensintesa kompatibel (PVC-g-anhidrida maleat) dengan metode grafting dari anhidrida maleat (AM) pada rantai PVC yang menunjukkan peningkatan adhesi antarmuka antara fiber dan matriks polimer. Selain itu, grafting PVC dengan bahan yang ramah lingkungan (*renewable*) seperti asam akrilat juga mampu merubah sifat hidrofilik PVC dengan cara modifikasi melalui proses *grafting*.

Farahana, *et al*, 2015 melakukan penelitian tentang pengaruh PVC-g-MA dan variasi jumlah filler pada sifat mekanis, morfologis, dan penyerapan terhadap air pada campuran bubuk kulit telur polietilen/etilena vinil asetat/kulit. Penambahan PVC-MA ke campuran telah meningkatkan kekuatan tarik, ketahanan penyerapan air, dan adhesi antarmuka antara komponen campuran. Hasilnya menunjukkan bahwa polivinilklorida-maleat anhidrida memiliki efek yang signifikan pada perubahan sifat mekanik, morfologi, dan air dari daur ulang polietilen densitas tinggi/etilen vinil asetat/campuran bubuk kulit telur.

Fan Yu, 2015 telah melakukan penelitian tentang PVC/Butilakrilat-g-Metilmetakrilat-strine (ACR-g-St). Hasilnya menunjukkan bahwa partikel ACR-g-St mempercepat peleburan resin PVC, tetapi torsi kesetimbangan sedikit meningkat. Kekuatan tarik dan impak tertinggi pada variasi 8 php. Kandungan ACR-g-St. ACR-g-St tidak hanya dapat digunakan sebagai bantuan benturan yang efisien tetapi juga berperan sebagai pelumas, yang sangat membantu untuk proses penggunaan PVC.

Mohanty, T, 2021 melaporkan penelitian tentang pengaruh penggantian silika dan CB (N-134) dengan nano clay sepiolit. Penggabungan nano clay sepiolit dengan penggantian dengan silika meningkatkan kekuatan tarik, tegangan pada 100 %, 200% dan 300% regangan, serta kekerasan senyawa. Abrasi resistensi nano komposit CB-silika-sepiolit berbasis NR/BR meningkat setelah penggantian sebagian silika dengan nano clay sepiolit.

Sejauh ini, belum ada penelitian yang melaporkan PVC dengan bahan pengisi sepiolite yang dikompatibilisasi dengan AM dan BA, sehingga studi lebih lanjut diperlukan untuk memahami mekanisme pembentukan material komposit sebagai bahan anti panas/nyala api.

1.2 Permasalahan Penelitian

1. Bagaimana optimasi dan karakterisasi paduan PVC dengan adanya penambahan bahan pengisi MgO dan sepiolite?
2. Bagaimana optimasi dan karakterisasi paduan PVC/PVC termodifikasi anhidrat maleat (AM)/butyl akrilat (BA)?
3. Bagaimana optimasi dan karakterisasi paduan PVC/PVC termodifikasi AM/BA dengan adanya penambahan bahan pengisi sepiolite dan organo sepiolite?
4. Apakah sepiolite mampu bertindak sebagai ketahanan termal pada paduan PVC serta paduan PVC/PVC termodifikasi AM/BA?

1.3 Hipotesis Penelitian

Bahan tanah liat alam sepiolite dapat digunakan sebagai bahan pengisi pada PVC termodifikasi AM dan BA sehingga mampu meningkatkan karakteristiknya sebagai bahan teknik/kabel listrik tahan panas.

1.4 Tujuan Penelitian

1. Untuk optimasi dan karakterisasi paduan PVC dengan bahan pengisi Sepiolite dan MgO.
2. Untuk mendapatkan optimasi paduan PVC/PVC termodifikasi anhidrat maleat dan butil akrilat.
3. Untuk mendapatkan karakteristik paduan PVC/PVC termodifikasi sepiolite dan organo-sepiolite.
4. Untuk mengetahui aplikasi sepiolite sebagai bahan pengisi untuk material tahan panas.

1.5 Manfaat Penelitian

Resin PVC komersial yang sering digunakan sebagai bahan teknik dan pada industri elektronika berupa kabel listrik biasanya tidak tahan panas sehingga menghasilkan gas berbahaya dari hasil dekomposisinya dan menyebabkan

kontaminasi udara. Untuk mengatasi permasalahan tersebut, paduan PVC dengan bahan pengisi sepiolite dan termodifikasi dengan anhidrida maleat dan butylakrilat tidak hanya mampu meningkatkan kekuatan mekanis dan daya tahan panas resin PVC tersebut, tetapi sekaligus mendapatkan bahan teknik yang ramah lingkungan.

1.6 Ruang Lingkup Penelitian

Tahap 1

1. Prosedur optimum modifikasi resin PVC dengan bahan pengisi MgO dan Sepiolite dengan penambahan asam stearate, zinc stearate, DOP, serta loading bahan pengisi (0.5; 10; 20 phr) dengan menggunakan metode pencampuran dalam reaktor dengan penambahan pelarut
2. Karakterisasi modifikasi resin PVC-MgO/Sep yang mencakup analisis sifat mekanik terdiri dari: Uji Kuat Tarik, Kemuluran, dan Modulus elastisitas. Dilakukan analisis morfologi dari patahan menggunakan SEM dan uji sifat kestabilan termal dengan analisa DSC dan TGA.

Tahap 2

1. Prosedur pembuatan PVC-g-AM/BA dengan penambahan anhidridat maleat dan butyl akrilat (10 % wt Monomer) dengan menggunakan alat refluks.
2. Karakterisasi resin PVC termodifikasi AM/BA (PVC-g-AM/BA) melalui analisa perubahan gugus fungsi (FTIR) untuk mengetahui perubahan gugus fungsi setelah dimodifikasi dengan AM dan BA dengan analisis sifat mekanik terdiri dari: Uji Kuat Tarik, Kemuluran, dan Modulus elastisitas. Dilakukan analisis morfologi dari patahan menggunakan SEM dan uji sifat kestabilan termal dengan analisa DSC dan TGA.
3. Prosedur paduan PVC/PVC modifikasi optimum AM/BA yang ditambahkan dengan bahan pengisi sepiolite/organo sepiolit dengan penambahan asam stearate, zinc stearate, dan DOP.
4. Karakterisasi paduan PVC/PVC modifikasi optimum AM/BA yang ditambahkan dengan bahan pengisi sepiolite/organo sepiolit dengan analisis sifat mekanik terdiri dari: Uji Kuat Tarik, Kemuluran, dan Modulus elastisitas. Dilakukan analisis morfologi dari patahan menggunakan SEM dan uji sifat kestabilan termal dengan analisa DSC dan TGA.

1.7 Urgensi Penelitian

PVC banyak digunakan sebagai bahan teknik pembuatan perangkat elektronika, seperti kabel listrik, kabel telekomunikasi dan lain-lain. Akan tetapi, bila terpapar suhu tinggi dan pembakaran, bahan PVC tersebut mudah terdekomposisi yang menghasilkan gas berbahaya dan merambatkan nyala yang memicu kebakaran lanjutan. Penggunaan stabilizer panas dan pencegah nyala komersial yang mempunyai berat molekul rendah sering mudah terlepas dari matriks PVC dan menimbulkan kontaminasi. Dengan menggunakan pengisi sepiolite/organo-sepiolite penelitian ini akan menghasilkan bahan PVC termodifikasi, khususnya sebagai bahan teknik dan untuk manufaktur kabel isolasi, yang tahan terhadap paparan panas dan nyala api, serta tidak berdampak kontaminasi.

1.8 Keterbaruan

1. Prosedur optimum modifikasi resin PVC dengan komonomer pereaksi anhidrida maleat (AM) dan butilakrilat (BA) dengan inisiator benzoilperoksida (BPO) dalam reactor refluks pelarut THF/xilena.
2. Karakteristik resin PVC termodifikasi AM/BA (PVC-g-AM/BA) yang mencakup: sifat mekanis, perubahan gugus fungsi (FTIR), sifat termal (TGA/DSC), dan morfologi (SEM), untuk menjelaskan mekanisme modifikasinya.
3. Karakteristik kompatibilisasi campuran PVC-g-AM/BA dalam PVC dengan pengisi sepiolite dan organo-sepiolite menggunakan reaktor refluks pelarut THF/xilena, yang diamati dari uji: sifat mekanis, gugus fungsi FTIR, uji morfologi SEM, sifat termal (TGA/DSC).
4. Karakteristik ketahanan panas campuran PVC dengan konsentrat PVC-g-AM/BA, dan pengisi sepiolite dan organo-sepiolite melalui karakterisasi sifat termal TGA/DSC, yang dibandingkan dengan pengisi bentonit alam dan MgO.

1.9 Penelitian terdahulu:

1. Peningkat adhesi adalah suatu bahan yang berfungsi meningkatkan adhesi, umumnya antara permukaan cairan pelapis pada permukaan substrat padat. Bahan peningkat adhesi turunan akrilat dan maleat-terikat karet alam (KA-g-AM dan KA-g-AA), telah dilaporkan oleh Mahendra et al. (2019) [15].

2. Penelitian mengenai sepiolite yang dikompositkan dengan PVC telah dilakukan sebelumnya, namun sejauh ini belum ada aplikasi terhadap anti panas maupun nyala api [9].
3. Penelitian sebelumnya telah menunjukkan bahwa bahan filler sepiolite mampu meningkatkan daya tahan panas/nyala api ketika dikompositkan dengan PVC yang diuji dengan metode *cone calorimetry*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Polivinil Klorida

PVC merupakan salah satu polimer polar karena memiliki gugus dipol C-Cl yang dapat bereaksi dengan banyak senyawa polimer polar lainnya (Kim *et al.*, 1999). Berdasarkan strukturnya dikenal dengan tiga macam taksisitas polivinil klorida (PVC), yaitu : isotaktik, sindiotaktik, dan ataktik.

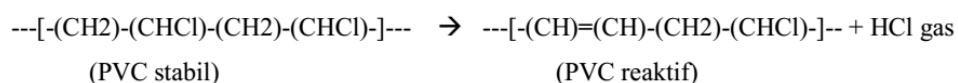
PVC merupakan polimer termoplastik komersial umum dengan keluaran tertinggi kedua di antara semua bahan polimer sintetik dan banyak digunakan dalam konstruksi, transportasi, isolasi kabel, pipa, dan banyak industri lainnya karena memiliki sifat yang kekakuan yang tinggi dan ketahanan kimia, serta biayanya yang rendah (Turhan *et al.*, 2011).

Resin PVC tidak dapat diolah dalam keadaan murni karena resin ini mempunyai kestabilan termal yang rendah, tetapi memiliki titik leleh yang tinggi. Namun dengan menambahkan berbagai aditif, seperti stabilizer termal, pencegah nyala api, plastisiser dan berbagai bahan pengisi, resin PVC dapat digunakan untuk berbagai produk akhir sebagai bahan komoditas, (kemasan, peralatan rumah tangga dan kantor, mainan dan peralatan olahraga), maupun bahan teknik, (konstruksi, automotif dan transportasi, listrik dan elektronika), serta bahan khusus, (peralatan medis, kemasan dan peralatan makanan). Berbagai aplikasi dari bahan PVC dapat dilihat di Gambar 2.1.

Construction	Window frames, doors, roller shutters, potable pressure pipe, sewage and drainage pipe, guttering, cladding, roofing membrane, cable duct and conduit, flooring, wall covering, reservoir lining, fencing, corrugated and insulation sheet, slats and blinds
Electrical	Keyboards, computers, power tools, electrical cable, telecommunication cable, duct, fuse boxes, wall plugs
Automotive	Interior trim, dashboard skin, coated fabric for seat coating and door panels, wire harness systems, window seals and gaskets, windscreen sandwich film, sealant for underbody and joints, sound insulation, decorative and protective profiles, tarpaulins
Medical	Pharmaceutical blister packs, blood and plasma bags, tubing for dialysis, endotracheal, and feeding, infusion kits, surgical and examination gloves, inhalation masks, pouches for waste products (colostomy bags, etc.)
Packaging	Food packaging: PVC-U: thermoformed blister packs/display trays/egg boxes, tamper-evident packaging, bottles for mineral water/fruit squash/cooking oils PVC-P: cling and stretch film for wrapping food products (including meat), cap seals/closures and food can linings/hose and tubing for drinks transportation Non-food packaging: Trays, containers, and bottles for cosmetics, medicines, and detergents, bottle cap sealing closures, adhesive tapes, shrink film
Leisure and Sports	Toys, footballs, buoyancy aids, life vests, leisure boats, garden hose, temporary structures, coated garden tool handles, gloves (garden), luggage; credit and debit cards, smart cards, identity cards
Clothing	Raincoats, shoe soles, boots, imitation leather, fashion items
Office	Office supplies, e.g., folders, ring binders, covers
Miscellaneous	Conveyor belting, polyurethane sealants (PVC component gives non-sag consistency), waterproof membranes (for road foundations and tunnels), wire fencing, furniture coating, inks, lacquers and adhesives, valves and fittings (chemical industry), gauntlet gloves, upholstery

Gambar 2.1 Berbagai bidang penggunaan resin PVC sebagai bahan komoditas, bahan teknik, maupun bahan khusus.

Dalam hal lain, sehubungan adanya atom klor (Cl) yang berdekatan dengan atom hidrogen (H) dalam struktur rantai kimianya, PVC mudah melepaskan gas HCl dan membentuk ikatan rangkap yang tidak stabil (reaktif).



Rantai molekul PVC yang reaktif ini mudah menginisiasi dekomposisi sehingga menghasilkan rantai molekul PVC dengan ikatan rangkap terkonjugasi, yang menyebabkan “reaksi resleuting”. Beberapa kasus sehubungan dengan penggunaan PVC pada peralatan dan perabotan rumah tangga dan kantor, terjadi kebakaran yang menimbulkan korban sehubungan dengan pelepasan gas dan bahan impuritas dalam PVC yang dianalisis oleh Kerekes, et al. (2019) [17] dan Chong, et al. (2019) [18]. Oleh karena itu, Borukaev, et al. (2020) [19] telah menggunakan ammonium octamolybdate untuk meningkatkan ketahanan nyala api resin PVC. Sedangkan,

Çetin et al. [20] menggunakan berbagai kombinasi bahan pencegah nyala. Karakteristik penyebaran nyala dari bahan pencegah nyala pada kabel telah diteliti oleh Ke et al. (2020) [21]. Penelitian oleh Zhang, et al. (2020) [22] melaporkan bahwa jalur pembentukan dibenzo-p-dioxin-terpolichlorinasi dan dibenzofuran dari simulasi kabel dengan bahan pelapis PVC. Bhattacharyya dan Nandi (2017) telah melakukan modifikasi PVC dengan polibutilakrilat (PBA), disimpulkan bahwa penambahan PBA mengakibatkan peningkatan sifat mekanik dan modulus kuat tarik dibandingkan dengan PVC *crosslink* tanpa modifikasi. [23]

2.2 Aplikasi PVC

Polivinil Klorida (PVC) diproduksi pada skala industri yang mewakili polimer diseluruh dunia karena sifat dan keserbagunaanya yang luar biasa. Polimer ini biasanya di plastisasi dengan jumlah yang berbeda *plasticizer* yang memungkinkan berbagai macam senyawa dibuat dari keras dan kaku hingga lunak dan karet elastis.

PVC dianggap sebagai polimer medis yang penting karena memiliki kemudahan modifikasinya. Selain itu, PVC memiliki sebagian bahan yang digunakan untuk medis (misalnya kantong darah, perangkat perawatan kesehatan) hal ini dikarenakan PVC yang bersifat biokompatibel, serbaguna, tahan korosi, tahan lama, dan berbiaya rendah. PVC banyak juga digunakan dalam beberapa tambahan area aplikasi, seperti kemasan makanan, mainan anak-anak, film, lantai, botol, dan walpaper (Abdel-Monem *et al.*, 2021).

PVC merupakan salah satu polimer yang banyak penggunaan dari berbagai aplikasi dimungkinkan oleh penggunaan aditif yang memberikan kekuatan tarik yang baik, fleksibilitas, stabilitas termal. Pada saat yang sama, itu bergantung pada aditif untuk meningkatkan sifat dari PVC tersebut. Sebagian besar aplikasi PVC dibuat langsung dari campuran kering. Namun, beberapa produk paling baik diproduksi dari pelet, misalnya kawat, kabel, dan lainnya senyawa fleksibel. Sementara zat aditif sangat penting untuk kinerja, harus dicampur dengan resin PVC yang benar, agar memiliki sifat yang diinginkan dan meningkatkan sifat kuat tarik dan aplikasi spesifik (Carroll *et al.*, 2017).

Aplikasi PVC sering diterapkan sebagai bahan dasar dalam pembuatan kabel listrik, telah dilakukan penelitian untuk mengetahui komposisi PVC hemat biaya

dalam produksi kabel isolasi listrik mengacu pada ASTM (D) 6096. [24]. Namun, dalam aplikasi kabel isolasi listrik, PVC memiliki sifat tahan api yang buruk. Ketahanan PVC terhadap api memburuk ketika PVC diplastisasi agar bersifat lebih fleksibel, sehingga dalam penggunaannya PVC sering dimodifikasi dengan penambahan *plasticizer* atau zat aditif lainnya untuk meningkatkan sifat termal pada PVC. [25]

Dalam PVC degradasi termal terjadi dalam 2 proses utama, pada proses pertama terjadi dehidrokloronasi polimer PVC yang disertai dengan pembentukan ikatan rangkap terkonjugasi. Selanjutnya, terjadi proses degradasi terus menerus pada polimer PVC yang menghasilkan pembentukan hidrokarbon rendah dengan struktur linier atau siklik. Pada dasarnya degradasi polimer, terjadi pada beberapa titik lemah rantai PVC yaitu C-H, C-C, dan C-Cl. [26]

2.3 Anhidrida Maleat (MA)

Asam maleat adalah senyawa vinil tidak jenuh merupakan bahan mentah dalam sintesa resin polyester, pelapis permukaan karet, deterjen, bahan aditif dan minyak pelumas, plastisizer dan kopolimer. Asam maleat mempunyai sifat kimia khas yaitu adanya ikatan etilenik dengan gugus karbonil didalamnya, ikatan ini berperan dalam reaksi adisi.

Pada suhu kamar, maleat anhidrida adalah padatan kristal putih dengan bau yang tajam, tetapi berupa cairan atau gas selama produksi. Dua gugus karbonil asam dan ikatan rangkap muncul dalam formulanya, yang membuatnya berguna untuk industri yang luas aplikasi. Proses manufaktur untuk maleat anhidrida termasuk yang menggunakan teknologi fixed-, fluidized-, dan transport-bed untuk oksidasi selektif butana.

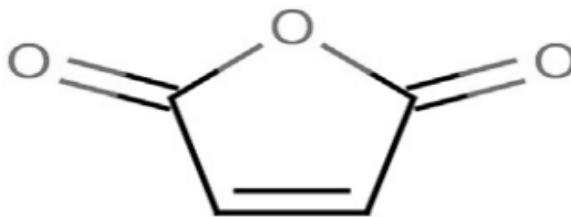
Maleat anhidrida adalah zat antara kimia yang dapat digunakan dalam beberapa aplikasi di hampir setiap bidang kimia industri. Maleat anhidrida memiliki beberapa kegunaan, hampir semuanya terkait dengan sintesis bahan kimia lain seperti asam fumarat dan tartarat, bahan kimia pertanian tertentu (yaitu, maleat hidrazida, malathion), pelumas, bahan aktif permukaan, resin dalam berbagai produk, zat antara pewarna, obat-obatan, dan banyak lagi. Ini kimia juga digunakan dalam reaksi

kopolimerisasi sebagai: komonomer untuk resin poliester tak jenuh, pengawet untuk minyak dan lemak, dan resin permanen-tekan (tekstil).

Kopolimer asam maleat umumnya memiliki struktur bolak-balik yang dominan tergantung pada ko-monomer yang digunakan dalam kompleks transfer muatan dalam propagasi rantai. Jenis maleat baru dari kopolimer anhidrida dapat diperoleh dengan memodifikasi gugus anhidrida dengan gugus amino dan hidroksil dengan reaksi pembukaan cincin, menghasilkan pembentukan ester atau amida dengan struktur asam karboksilat. Hidrofilisitas dapat ditingkatkan secara efektif dengan menghidrolisis anhidrida yang sangat polar menjadi gugus karboksil atau asam maleat.

MA digunakan sebagai kopolimer yang dicangkok dengan polietilen (PE-g-MA) dan dapat digunakan sebagai kompatibilizer yang dapat meningkatkan daya kuat tarik dari komposit [27]. Begitu juga dengan polimer pengisi PP-g-MA ditemukan dapat memberikan peningkatan dalam sifat mekanik, termal, dan morfologi dari komposit. [28]

Miao *et al*, telah melakukan penelitian bahwa gugus anhidrida bereaksi dengan hidroksil fenolik dapat meningkatkan kekuatan lentur dan stabilitas termal secara signifikan dari resin fenolik yang dimodifikasi dengan P(BA-co-MA). [29]



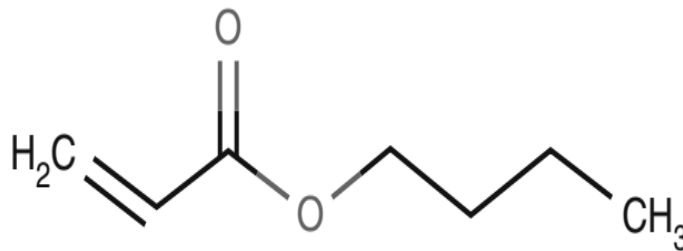
Gambar 2.2 Struktur Anhidrida Maleat

2.4 Butil Akrilat

Butil akrilat merupakan senyawa organik dengan rumus $C_4H_9O_2CCH = CH_2$. Cairan tak berwarna, dan merupakan gabungan dari senyawa butil ester dari asam akrilat dan n-butanol. Butil akrilat adalah zat antara kimia yang diproduksi dan diproses hampir seluruhnya dalam sistem tertutup untuk menghasilkan homopolimer dan kopolimer dengan sedikit sisa monomer (<0,1 % berat).

Butil akrilat mudah berpolimerisasi di bawah pengaruh panas dan cahaya dan biasanya mengandung inhibitor untuk mencegah polimerisasi spontan selama penyimpanan, yang harus di bawah udara karena oksigen diperlukan agar stabilizer berfungsi secara efektif. Karena titik nyalanya 37 °C, suhu penyimpanan butil akrilat tidak boleh melebihi 35 °C.

Butil Akrilat merupakan salah satu bahan dasar yang digunakan dalam pembuatan polimer, dan butil akrilat telah banyak digunakan secara luas pada industri sebagai precursor untuk varnish, adhesif dan *finishing* kertas dan tekstil. Dalam industri plastik, butil akrilat merupakan bahan dasar bagi beberapa industri memodifikasi PVC dan molding atau extrusion additives. Semakin banyak penambahan polibutilakrilat dapat meningkatkan kualitas sifat mekanik dan termal dari PVC. [30]



Gambar 2.3 Struktur Butil Akrilat

2.5 Sepiolite

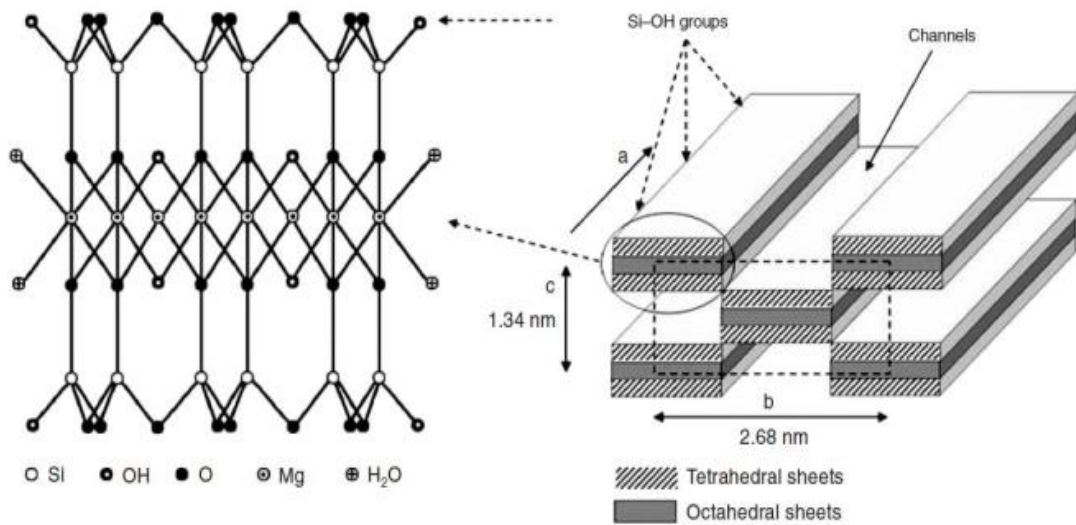
Sepiolite adalah tanah liat berlapis yang tampak seperti tulang sotong, (“sepia” berarti sotong dalam bahasa Yunani), dan juga dapat ditemukan sebagai sedimen dan tanah di lubang alami. Menjadi anggota kelompok montmorillonit/smektit, sepiolit juga memiliki struktur padat dari 2 (dua) lapis silikat anionik yang diapit oleh 1 (satu) lapis kation logam (umumnya disebut sebagai phyllosilicate 2:1), dan rumus kimia umumnya: $[\text{Si}_{12}\text{O}_{30}\text{Mg}_8(\text{OH})_4](\text{H}_2\text{O})_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. Berbeda dari montmorillonit, struktur padat berpori dan berserat sepiolit (panjang 0,2-2 m, lebar 10-30 nm, ketebalan 5-10 nm) meningkatkan rasio aspeknya dan karenanya meningkatkan luas permukaannya secara signifikan (~300 m²/g), yang menjadikan sepiolit efektif sebagai pengisi dan penguat bahan polimer. [31]

Sepiolit adalah magnesium silikat hidrat yang dibentuk oleh pengendapan di dekat permukaan air payau atau air asin, di bawah kondisi iklim semi-kering. Empat

pengaruh utama pada distribusi sepiolit adalah bahan sumber, iklim, parameter fisik dan hubungan fase terkait. Dua jalur utama yang mengatur terjadinya sepiolit dan palygorskite adalah presipitasi langsung dari larutan, dan transformasi fase prekursor melalui disolusi-presipitasi. Sepiolit paling sering ditemukan sebagai hasil dari proses sebelumnya, sedangkan palygorskite sering dicirikan sebagai produk yang terakhir. Dengan demikian, sepiolit biasanya terdapat di lacustrine, seringkali asin, strata, sedangkan palygorskite umumnya ditemukan dalam hubungannya tanah atau alluvium.

2.6 Sepiolite sebagai nanofiler polimer

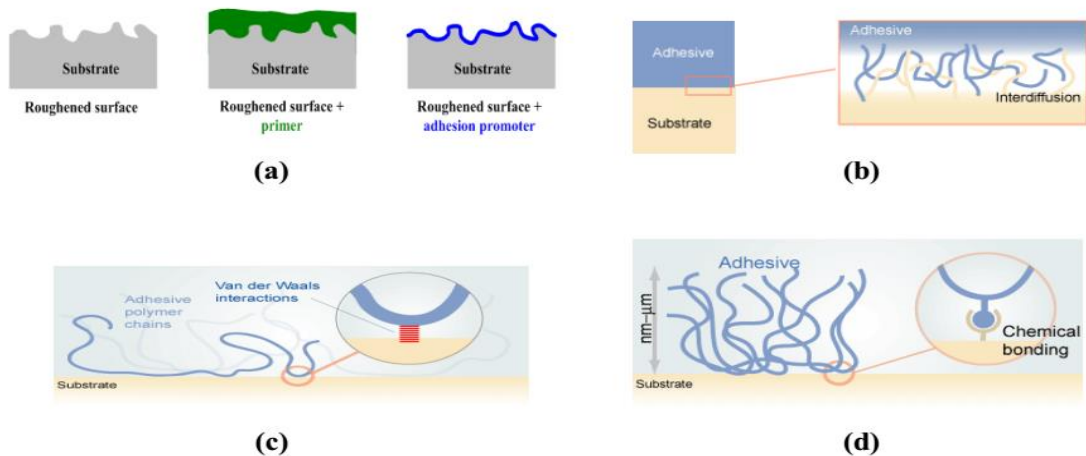
Sepiolite merupakan serat mineral dengan luas permukaan dan reaktifitas modifikasi yang tinggi, (sesuai dengan kandungan gugus silanol: Si-OH), sehingga banyak digunakan sebagai nano filer komposit polimer [32]. Struktur kristalnya merupakan lapisan SiO₄ yang terdiri dari lapisan magnesium hidroksida dan membentuk unit sel dengan formula kimia [Si₁₂O₃₀Mg₈(OH)₄](H₂O)₄.8H₂O. Sebelumnya telah dilaporkan bahwa morfologi sepiolite berbentuk kristal jarum (panjang 1-10 μm, diameter 100-300 nm) [33]. Oleh sebab itu, sepiolite mempunyai luas permukaan yang tinggi dan dapat berperan sebagai penguat dalam kompon karet. Struktur kimia sepiolite mengandung magnesium silikat hidrat, pada proses pembakaran, sepiolite dapat menginisiasi pembentukan jelaga (*tar*) pada permukaan komposit polimer yang dapat menghambat difusi oksigen [34,35]. Pengaruh kandungan sepiolite pada sifat mekanis berbagai elastomer juga telah dilaporkan [33,36]. He *et al*, telah melaporkan kombinasi organo-sepiolite (Osep) dengan zinc borat (Bzn) dapat meningkatkan ketahanan api pada polipropilen. Terjadi penurunan tingkat penyebaran api dan kehilangan massa saat terbakar pada komposit PP yang telah dimodifikasi dengan Osep-Bzn. [36]. Sepiolite juga telah digunakan sebagai pengisi dalam modifikasi nano filler organoclay yang terbukti dapat mempengaruhi struktur dan sifat mekanik dari organoclay sehingga dapat digunakan sebagai bahan tahan api. [37]



Gambar 2.4 Struktur sepiolite yang merupakan lapisan SiO₄ yang diselingi lapisan magnesium hidroksida hidrat, dengan formula: $[\text{Si}_{12}\text{O}_{30}\text{Mg}_8(\text{OH})_4](\text{H}_2\text{O})_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ [33].

2.7 Peningkat Adhesi pada Permukaan Substrates

Peningkatan adhesi dari bahan pelapis pada permukaan substrat padat meliputi berbagai mekanisme fisika-kimia antara lain: adhesi mekanis, adhesi difusi, adhesi dispersif dan adhesi kimia, seperti pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Mekanisme fisika-kimia adhesi pada permukaan substrat: (a) adhesi mekanis, (b) adhesi difusi, (c) adhesi dispersif, dan (d) adhesi kimia, Mahendra (2019). [15]

Adhesi mekanis terjadi bila permukaan substrat kasar dan berpori dan bahan pelapis dapat memasuki lubang pori dan berperan sebagai jangkar. Adhesi difusi

terjadi melalui proses difusi bahan pelapis ke dalam fase permukaan substrat sehingga meningkatkan gaya adhesi antara keduanya. Pada adhesi dispersif, selain molekul bahan pelapis terdifusi ke dalam fase permukaan substrat juga menjalin interaksi dengan molekul permukaan seperti ikatan-H, ikatan dipole, atau Van der Waals. Pada adhesi kimia antara molekul pelapis dengan molekul permukaan menjalin ikatan kimia dengan masing-masing gugus reaktifnya [38]. Dari teori adhesi tersebut terjadinya mekanisme adhesi dapat diamati dengan pengukuran sifat pembasahan dari pengukuran sudut kontak cairan air pada permukaan [39]. Selanjutnya energi permukaan juga berhubungan langsung dengan besarnya sudut kontak pada permukaan dan dapat dipengaruhi oleh peningkatan adhesi PP-g-MA pada permukaan paduan poliuretan/polipropilena [40]. Asam oleat juga telah dilaporkan mampu meningkatkan kompatibilitas kompon polipropilena-karet alam siklis (PP/KAS). Peningkat adhesi turunan maleat-terikat polimer (Pol-g-AM) dilaporkan oleh Wirjosentono et al. (2019) [41] serta oleh Mahendra et al. (2019) [15] pada bahan KAS pengikat cat.

2.8 Karakterisasi Campuran Polimer

2.8.1 Uji Kuat Tarik

Uji tarik digunakan untuk menentukan bagaimana bahan berperilaku di bawah beban tegangan. Di sebuah uji tarik sederhana, sampel biasanya ditarik ke titik putusnya untuk menentukan kekuatan tarik akhir material. Jumlah gaya (F) yang diterapkan pada sampel dan perpanjangan (ΔL) sampel diukur selama pengujian. Uji tarik merupakan dimensi dasar dari ilmu material. Tegangan adalah jumlah gaya per unit pada daerah bagian. Sedangkan, regangan adalah perbandingan antara perubahan panjang dengan panjang semula, kadang-kadang dinyatakan sebagai persen. Uji tarik menggunakan plot tegangan vs regangan untuk menampilkan hasil. (Yalcin, 2021)

Perpanjangan tarik (ϵ) merupakan perubahan panjang sampel dibagi dengan panjang awal, sedangkan perbandingan tegangan terhadap perpanjangan disebut modulus tarik (E), yang merupakan ukuran ketahanan terhadap tarik. Karena perpanjangan tidak berdimensi, modulus mempunyai satuan yang sama dengan tegangan (Stevens, 2001).

Sifat mekanis biasanya dipelajari dengan mengamati sifat kekuatan tarik (δ_t) terhadap suatu material yang diberikan tekanan menggunakan alat pengukur yang

disebut *tensiometer* atau *dynamometer*. Kekuatan tarik dapat diartikan sebagai besarnya beban maksimum (F_{maks}) yang dibutuhkan untuk memutuskan spesimen bahan, dibagi dengan luas penampang bahan. Karena selama di bawah pengaruh tegangan, spesimen mengalami perubahan bentuk (deformasi) maka definisi kekuatan tarik dinyatakan dengan luas penampang semula (A_0) berdasarkan ASTM D638.

2.8.2 Analisa Morfologi Dengan SEM

Mikroskop Elektron mampu melakukan perbesaran yang jauh lebih tinggi dan memiliki daya pisah yang lebih besar daripada mikroskop cahaya, memungkinkannya untuk melihat objek yang jauh lebih kecil pada tingkat sub seluler, molekul, dan atom. Panjang gelombang yang terkecil dari sumber yang menerangi adalah resolusi terbaik dari mikroskop.

Pemindaian mikroskop elektron atau *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menggunakan berkas elektron energi tinggi yang terfokus untuk menghasilkan berbagai sinyal di permukaan spesimen padat. Sinyal yang berasal dari interaksi sampel elektron mengungkapkan informasi tentang sampel termasuk morfologi eksternal (tekstur), komposisi kimia, dan struktur kristal dan orientasi bahan penyusun sampel. Di sebagian besar aplikasi, data dikumpulkan atas area yang dipilih dari permukaan sampel, dan gambar 2 dimensi dihasilkan yang menampilkan variasi spesial dari sampel tersebut. Area mulai dari lebar sekitar 1 cm hingga 5 mikron dapat dicitrakan dalam mode pemindaian menggunakan teknik SEM konvensional (perbesaran mulai dari 20 x (kali) hingga kira-kira 30.000 x (kali), resolusi spasial 50 hingga 100 nm). SEM juga mampu melakukan analisis lokasi titik terpilih pada sampel; pendekatan ini sangat berguna dalam menentukan komposisi kimia secara kualitatif atau semi kuantitatif (menggunakan EDS), struktur kristal, dan orientasi kristal (menggunakan EBSD).

Analisis morfologi terhadap penampang atas film bioplastik dilakukan dengan menggunakan SEM EDX EVO MA 10 carl Zeis bruker. Sampel *edible film* ditempelkan pada set holder dengan perekat ganda, kemudian dilapisi dengan logam emas dan palladium dalam keadaan vakum. Setelah itu, sampel dimasukkan pada tempatnya di dalam SEM yang disinari dengan pancaran elektron bertenaga 20 kV pada ruangan khusus sehingga sampel mengeluarkan elektron sekunder dan elektron

yang terpental dapat dideteksi oleh detektor Scientor yang diperkuat dengan suatu rangkaian listrik yang menyebabkan timbulnya gambar *Cathode Ray Tube* (CRT) selama 4 menit. Kemudian dilakukan pemotretan dalam spesimen *chamber* kemudian gambar topografi diamati dan dilakukan perbesaran sesuai dengan yang diinginkan.

2.8.3 Analisa Termal dengan *Termogravimetric Analysis* (TGA)

Teknologi analisis *termogravimetri* banyak digunakan karena proses operasinya yang sederhana dan jumlah data yang besar. Beberapa nilai karakteristik pembakaran seperti temperatur awal, temperatur akhir, temperatur puncak reaksi, laju pembakaran maksimum, laju pembakaran rata-rata, dan waktu pembakaran dapat diperoleh melalui analisis termogravimetri. Selain itu, dapat diperoleh kurva penurunan pada suhu yang berbeda, energi aktivasi, faktor pra eksponensial, dan parameter kinetik pembakaran lainnya dapat ditentukan. Analisis kinetik dapat mempelajari secara mendalam mekanisme pembakaran zat dan memprediksi laju pembakaran dan proses reaksi. Oleh karena itu, menjanjikan untuk mempelajari pembakaran campuran melalui analisis kinetik.

Analisis termogravimetri (TGA), adalah teknik untuk mengukur perubahan dalam massa sampel yang terjadi saat sampel suhu bervariasi sesuai dengan suhu yang dikendalikan program peratur, $T(t)$. Program tersebut dapat berupa isothermal, $T(t) = \text{konstant}$, atau non isothermal. Alat pengukurnya disebut termo keseimbangan, yang merupakan kombinasi dari analisis sensitif keseimbangan dengan tungku yang diprogram secara elektronik. Kisaran suhu khas instrumen adalah dari sekitar 1000-1600 °C. Meskipun tingkat pemanasan dapat diatur dalam kisaran dari pecahan hingga ratusan °C/menit, rentang yang paling umum digunakan adalah 1–20°C/menit. Pengoperasian TGA dapat mencakup program suhu tunggal, untuk misalnya, pemanasan dari 25 hingga 600 °C pada 10 °C/menit, atau kombinasi beberapa program, misalnya, pemanasan dari 25 hingga 100°C pada 100°C/menit. Analisa dilakukan dengan menggunakan atmosfer gas yang dikendalikan yang dapat berupa statis atau dinamis. Suasana dinamis dicapai dengan menjalankan gas di sekitar sampel pada laju aliran tertentu (50–100 ml/menit). Gas dapat berupa inert (nitrogen, atau lebih jarang, argon atau helium) atau reaktif (oksigen, hidrogen, karbon

dioksida, dll). Untuk yang paling umum atmosfer statis terkontrol yang digunakan adalah gas pada reduksi tekanan yang bisa serendah 10^{-3} sampai 10^{-4} Pa. (Vyazovkin, 2012).

TGA dipakai untuk menetapkan stabilitas panas polimer-polimer. Metode TGA paling banyak dipakai yang didasarkan pada pengukuran berat kontinu terhadap suatu neraca sensitif (disebut neraca panas) ketika suhu sampel dinaikkan dalam udara atau dalam suatu atmosfer yang inert. Data dicatat sebagai termogram berat versus temperatur. Hilangnya berat jenis timbul dari evaporasi lembab yang tersisa atau pelarut, tetapi pada suhu-suhu yang lebih tinggi terjadi akibat terurainya bahan polimer. Selain memberikan informasi mengetahui stabilitas panas, TGA bisa dipakai untuk mengkarakterisasi polimer melalui hilangnya suatu entitas yang diketahui seperti HCl dari povinil klorida. Dengan demikian kehilangan berat bisa di korelasikan dengan persen vinil klorida dalam suatu kopolimer. TGA juga bermanfaat untuk penetapan volatilitas bahan pemlastik dan bahan-bahan tambah lainnya (Stevens, 2001).

2.8.4 Analisis Gugus Fungsi dengan *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy* (FTIR)

Setiap materi yang berbeda merupakan kombinasi atom yang unik, tidak ada dua senyawa yang menghasilkan spektrum inframerah yang sama persis. Oleh karena itu, spektroskopi inframerah dapat menghasilkan identifikasi positif (analisis kualitatif) dari setiap jenis bahan yang berbeda. Selain itu, ukuran puncak di spektrum adalah indikasi langsung dari jumlah materi yang ada. Dengan algoritma perangkat lunak modern, inframerah adalah alat yang sangat baik untuk analisis kuantitatif.

Spektroskopi inframerah adalah salah satu teknik analisis terpenting yang ada, mampu menganalisis hampir semua sampel di hampir semua negara bagian. Spektroskopi inframerah transformasi *Fourier* (FT-IR) adalah metode instrumental berdasarkan pengukuran getaran molekul yang dieksitasi oleh radiasi infra merah pada rentang bilangan gelombang tertentu. Spektroskopi inframerah memiliki keunggulan dibandingkan beberapa konvensional teknik. Teknik ini tidak merusak, cepat dan mudah digunakan, presisi, sederhana secara mekanis, dan dapat digunakan

untuk analisis kuantitatif dan kualitatif rutin. Teknik spektroskopi murah dan tidak memerlukan pra-perawatan sampel yang memakan waktu atau penggunaan ekstrak kimia (berbahaya bagi lingkungan). Di daerah inframerah dekat dan inframerah tengah, elemen biasanya menyerap pada lebih dari satu panjang gelombang, dan absorbansi pada panjang gelombang yang disajikan dapat dipengaruhi oleh lebih dari satu analit dalam matriks kimia rumit. Oleh karena itu, teknik analisis spektroskopi ini banyak digunakan dalam kaitannya dengan analisis data multivariat untuk analisis kualitatif dan kuantitatif dari matriks kompleks. Penilaian kualitatif spektrum dapat dicapai dengan analisis komponen utama (PCA), sedangkan regresi kuadrat terkecil parsial (PLS) memungkinkan peningkatan model kalibrasi antara data spektral dan analitis (Santos, et al., 2012).

Sampel secara bergantian difokuskan pada detektor dengan menggunakan perajang optik, seperti cermin sektor. Satu berkas akan melanjutkan, berjalan melalui sampel, sedangkan berkas lainnya akan melewati spesies referensi untuk perbandingan analitik dari informasi muka gelombang foton yang ditransmisikan. Setelah radiasi datang melalui sampel, gelombang radiasi yang dipancarkan disebarkan oleh monokromator (kisi dan celah) ke dalam frekuensi komponennya. Kombinasi prisma atau kisi dengan mekanisme celah variabel, cermin, dan filter membentuk sistem dispersi. Celah yang lebih sempit memberikan resolusi yang lebih baik dengan membedakan frekuensi radiasi dengan jarak yang lebih dekat dan celah yang lebih lebar memungkinkan lebih banyak cahaya untuk mencapai detektor dan memberikan sensitivitas sistem yang lebih baik. Sinar gelombang yang dipancarkan (*output spektral analog*) mengenai detektor dan menghasilkan sinyal listrik sebagai respons. Detektor adalah perangkat yang mengubah output spektral *analog* menjadi sinyal listrik. Sinyal listrik ini diproses lebih lanjut oleh komputer menggunakan algoritma matematika untuk sampai pada spektrum akhir. Detektor yang digunakan dalam spektrometer IR dapat diklasifikasikan sebagai detektor foton/kuantum atau detektor termal (Birkner dan Wang, 2020).

2.8.5 Analisa Termal dengan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC)

Differential Scanning Calorimetry (DSC) merupakan teknik yang digunakan untuk menganalisa dan mengukur perbedaan kalor yang masuk ke dalam sampel dan

referensi sebagai pembandingnya. Teknik DSC merupakan ukuran panas dan suhu peralihan dan paling berguna dari segi termodinamika kimia karena semua perubahan kimia atau fisik melibatkan entalpi dan entropi yang merupakan suatu fungsi keadaan. Teknik DSC dengan aliran panas dari sampel tertentu adalah ukuran sebagai fungsi suhu atau massa (Widiarto, 2005). Analisa DSC digunakan untuk mempelajari transisi fase, seperti *melting*, suhu *transision glass* (Tg), atau dekomposisi eksotermik, serta untuk menganalisa kestabilan terhadap oksidasi dan kapasitas panas suatu bahan. *Temperatur transision glass* (Tg) merupakan salah satu sifat fisik penting dari polimer yang menyebabkan polimer tersebut memiliki daya tahan terhadap panas atau suhu yang berbeda-beda. Dimana pada saat temperatur luar mendekati *temperatur transision glass*-nya maka suatu polimer mengalami perubahan dari keadaan yang keras kaku menjadi lunak seperti karet. Di dalam alat DSC terdapat dua heater, dimana di atasnya diletakkan wadah sampel yang diisi dengan sampel dalam wadah kosong. Wadah tersebut biasanya terbuat dari alumunium. Komputer akan memerintahkan *Heater* untuk meningkatkan suhu dengan kecepatan tertentu, biasanya 100 °C per menit. Komputer juga memastikan bahwa peningkatan suhu pada kedua heater berjalan bersamaan (Widiarto, 2005).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Pembuatan material komposit dilakukan di Laboratorium Pascasarjana S2/S3 Ilmu Kimia FMIPA USU. Uji kuat tarik dilakukan di Laboratorium Pasca Sarjana Teknik Mesin USU, analisa FTIR dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Lampung, analisa TGA dan DSC dilakukan di Laboratorium Politeknik Lhokseumawe serta analisa SEM dilakukan di Laboratorium Puslabfor Bareskrim Mabes Polri.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : Neraca Analitis dengan merek Mettler Toledo, desikator, Plat Kaca, Oven listrik merek Binder, elat-alat gelas merek Duran, seperangkat alat uji tarik *type* SC-2DE CAP 2000 kgf, seperangkat alat SEM JEOL *type* JSM-6360LA, dan seperangkat alat *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) Shimadzu, DSC, TGA dan SEM.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: serbuk PVC, serbuk sepiolite, akuades, anhidrida maleat, asam stearat, pelarut xylene, tetrahydrofuran (THF), benzoil peroksida, zink stearate, DOP dan methanol.

3.3 Metode Penelitian

Tahap 1

1. Prosedur optimum modifikasi resin PVC dengan bahan pengisi MgO dan Sepiolite dengan penambahan asam stearate, zinc stearate, DOP, serta loading bahan pengisi (0,5; 10; 20 phr) dengan menggunakan metode pencampuran dalam reaktor dengan penambahan pelarut.
2. Karakterisasi modifikasi resin PVC-MgO/Sep yang mencakup analisis sifat mekanik terdiri dari: Uji Kuat Tarik, Kemuluran, dan Modulus elastisitas,

Dilakukan analisis morfologi dari patahan menggunakan SEM dan uji sifat kestabilan termal dengan analisa DSC dan TGA.

Tahap 2

1. Prosedur pembuatan PVC-g-AM/BA dengan penambahan anhidridat maleat dan butyl akrilat (10 % wt Monomer) dengan menggunakan alat refluks.
2. Karakterisasi resin PVC termodifikasi AM/BA (PVC-g-AM/BA) melalui analisa perubahan gugus fungsi (FTIR) untuk mengetahui perubahan gugus fungsi setelah dimodifikasi dengan AM dan BA dengan analisis sifat mekanik terdiri dari: Uji Kuat Tarik, Kemuluran, dan Modulus elastisitas. Dilakukan analisis morfologi dari patahan menggunakan SEM dan uji sifat kestabilan termal dengan analisa DSC dan TGA.
3. Prosedur paduan PVC/PVC modifikasi optimum AM/BA yang ditambahkan dengan bahan pengisi sepiolite/organo sepiolit dengan penambahan asam stearate, zinc stearate, dan DOP.
4. Karakterisasi paduan PVC/PVC modifikasi optimum AM/BA yang ditambahkan dengan bahan pengisi sepiolite/organo sepiolit dengan analisis sifat mekanik terdiri dari: Uji Kuat Tarik, Kemuluran, dan Modulus elastisitas. Dilakukan analisis morfologi dari patahan menggunakan SEM dan uji sifat kestabilan termal dengan analisa DSC dan TGA.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Optimasi Preparasi dan Karakterisasi Paduan Polivinilklorida (PVC) dengan Pengisi MgO dan Sepiolite

Serbuk PVC dan berbagai aditif dicampurkan dalam mixer berkecepatan tinggi dan diproses dengan kecepatan 3000 rpm pada 70 °C, yang berada di bawah suhu transisi kaca PVC. Formulasi PVC berbeda yang diperoleh digunakan untuk membuat film dengan proses *melt-mixing* pada 140 °C selama 8 menit. PVC dicampur dalam penggilingan *two-mill*. Setelah penambahan matriks dan PVC-MgO, serbuk sepiolite akan ditambahkan (0- 20 wt %) setelah polimer mencapai keadaan plastisasi yang stabil dan membutuhkan waktu sekitar 3 (tiga) menit. Setelah pencampuran selama 3–4 menit, campuran yang dihasilkan dicetak dengan kompresi. Semua sampel dibentuk dalam *preheated press* pada 170 °C di bawah tekanan 250

kN selama 5 menit dan kemudian didinginkan hingga suhu kamar. Pada campuran PVC-MgO-Sep dilakukan analisis sifat mekanik, sifat morfologi dan sifat kestabilan termal.

3.4.2 Modifikasi polivinilklorida (PVC) dengan Komonomer Anhidrida Maleat/Butilakrilat (AM/BA) dengan Inisiator Benzoilperoksida (BPO)

Grafting PVC dilakukan di dalam reaktor refluk. Dalam proses grafting, 10 g PVC kering dilarutkan dalam 150 ml xilena pada suhu 140 °C dalam atmosfer nitrogen. Setelah PVC larut sempurna, anhidrida maleat/butil akrilat sebanyak 2 g (10 % wt PVC) dan inisiator radikal bebas benzoil peroksida (BPO) sebanyak 0,02 g ditambahkan. Reaksi dibiarkan berlangsung selama waktu yang diinginkan 2 jam dengan pengadukan terus menerus hingga proses *grafting* selesai. Kemudian kopolimer graft diendapkan dengan menambahkan akuades pada suhu kamar. Setelah dicuci bersih dengan akuades, kopolimer *graft* dipindahkan ke oven dan dipanaskan pada suhu 50 °C selama 24 jam untuk menghilangkan sisa pelarut dan anhidrida maleat. Selanjutnya, PVC-g-AM/BA akan dianalisis komponen sifat kimia (FTIR), sifat fisika, morfologi (SEM), dan sifat termal (DSC/TGA).

3.4.3 Preparasi dan karakterisasi resin/paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi MgO, sepiolite/organo-sepiolite (Sep/Osep)

Pembuatan komposit PVC termodifikasi dengan pengisi sepiolite dilakukan dengan reaktor refluks dengan menggunakan pelarut xilena pada suhu 110 °C selama 2 (dua) jam. Untuk penyempurnaan busa komposit yang dihasilkan, ditambahkan asam stearate, zinc stearat dan DOP dengan berbagai variasi komposisi kedalam komposit PVC yang dihasilkan, kemudian dicetak dengan alat *melt-mixing* dan alat *hot-press*. Dikarakterisasi hasil komposit PVC-g-AM/BA-Sep/Osep dengan analisis sifat mekanik, sifat morfologi dan sifat kestabilan termal.

3.5 Karakterisasi dari Hasil Penelitian

3.5.1 Pengujian Gugus Fungsi

Analisa gugus fungsi dilakukan untuk sampel serbuk sepiolite dan busa material PVC tergrafting maleat anhidrida dan asam akrilat dengan menggunakan alat FTIR Shimadzu IR Prestige-21.

3.5.2 Pengujian sifat mekanis

Pengujian sifat mekanis sampel resin/paduan PVC dilakukan menggunakan uji Tarik menurut ASTM D412-92, dengan alat uji Tarik Universal Testing Machine (Instron 3366) pada laju *crosshead* 500 mm/menit dan beban 10 kN.

3.5.3 Sifat morfologi (SEM)

Teknik SEM merupakan analisis permukaan. Data yang diperoleh merupakan data dari permukaan atau lapisan yang tebalnya sekitar 20 μm dari permukaan. Gambar permukaan yang diperoleh merupakan topografi permukaan, kekasaran dan poros pada permukaan. Alat yang digunakan adalah *Scanning Electron Microscopy* (VPFESEM), model Zeiss Supra 35-VP, Carl Zeiss NTS GmbH, Oberkochen dan Germany.

3.5.4 Pengujian sifat termal

Sifat termal sampel resin/paduan PVC dianalisis menggunakan teknik termogravimetri dengan alat Shimadzu DTG-60 thermogravimeter, (jangka pemanasan 30° – 600°C, laju pemanasan: 10 °C/menit).

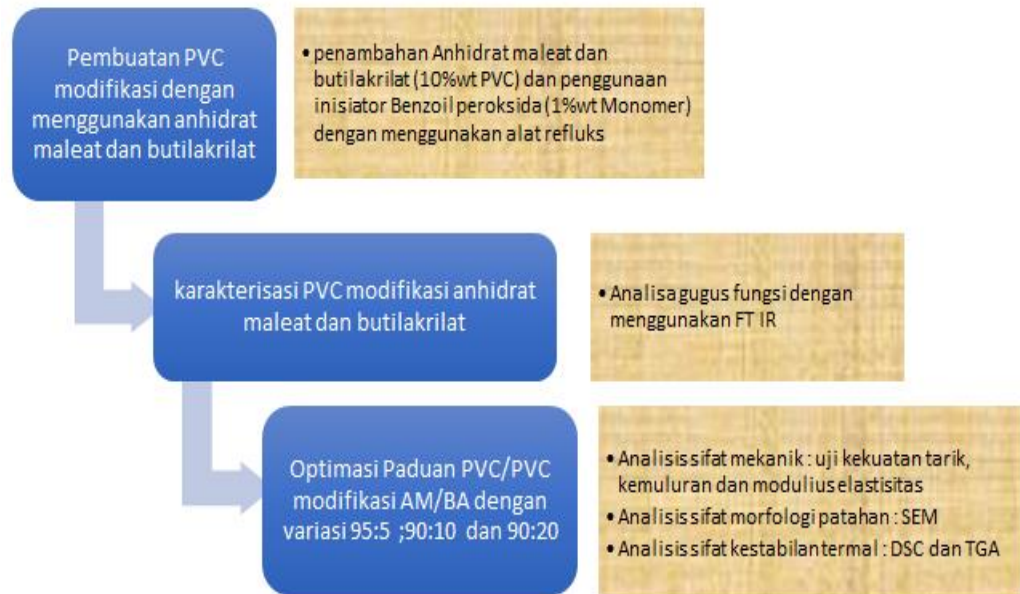
3.6 Diagram Alir Penelitian

3.6.1 Optimasi Preparasi dan Karakterisasi Paduan Polivinilklorida (PVC) dengan Pengisi MgO dan Sepiolite



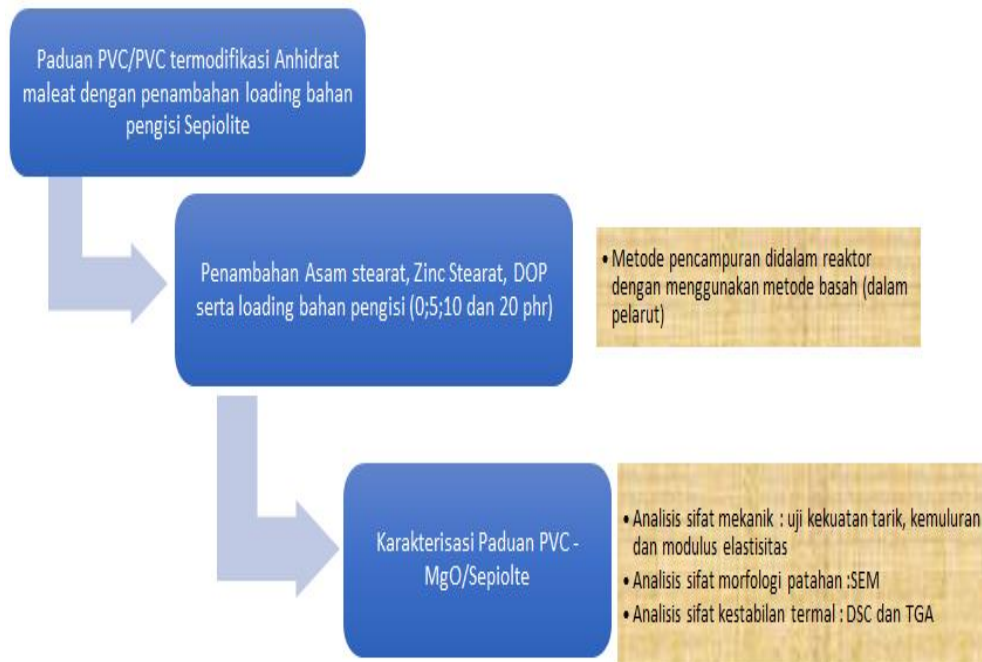
Gambar 3.1 Diagram Alir Optimasi Preparasi dan Karakterisasi Paduan Polivinilklorida (PVC) dengan Pengisi MgO dan Sepiolite

3.6.2 Modifikasi polivinilklorida (PVC) dengan Komonomer Anhidrida Maleat/ Butilakrilat (AM/BA) dengan Inisiator Benzoilperoksida (BPO)



Gambar 3.2 Diagram Alir Modifikasi polivinilklorida (PVC) dengan Komonomer Anhidrida Maleat/Butilakrilat (AM/BA) dengan Inisiator Benzoilperoksida (BPO)

3.6.3 Preparasi dan karakterisasi resin/paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi MgO, sepiolite/organo-sepiolite (Sep/Osep)



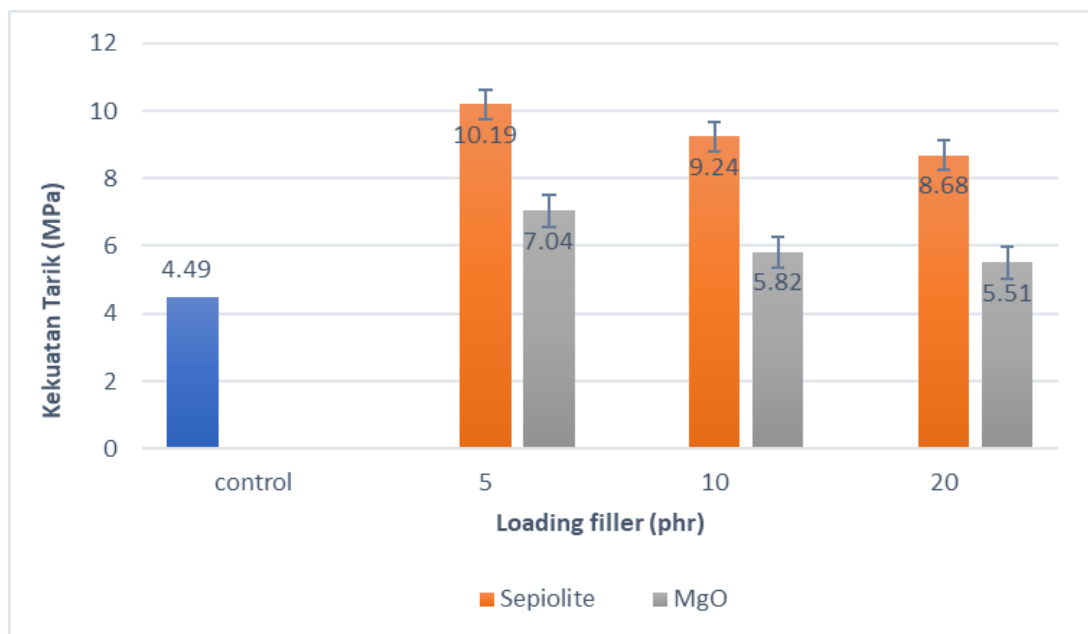
Gambar 3.3 Diagram Alir Preparasi dan karakterisasi resin/paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi MgO, sepiolite/organo-sepiolite (Sep/Osep)

BAB IV HASIL PENELITIAN

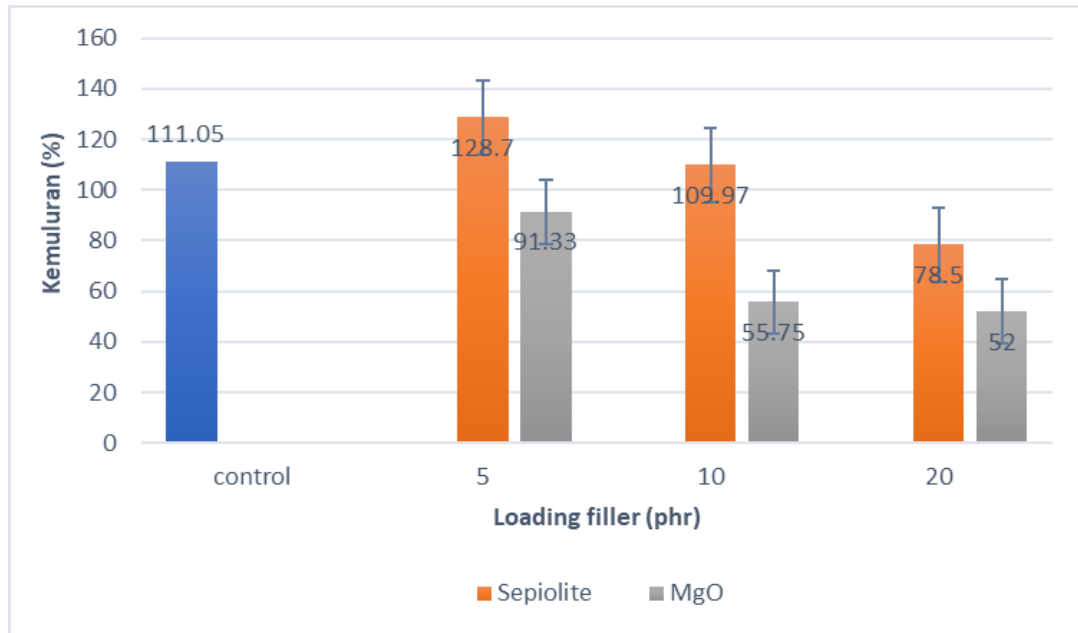
4.1 Optimasi preparasi dan karakterisasi paduan polivinilklorida (PVC) dengan pengisi MgO dan Sepiolite

4.1.1 Karakterisasi Sifat Mekanis

Menggunakan prosedur 3.4.2, berbagai formulasi resin PVC dipreparasi dengan pengisi MgO dan Sepiolite (Sep), masing-masing dengan ukuran partikel 200 mesh. Diketahui bahwa rumus kimia sepiolite adalah $[Si_{12}O_3OMg_8(OH)_4](H_2O)_{4.8}H_2O$, yang merupakan senyawa magnesium silikat hidrat, sehingga efisiensinya sebagai pengisi resin PVC lebih baik dibandingkan dengan pengisi MgO. Optimasi proses preparasi dilakukan dengan variasi komposisi kandungan bahan pengisi dengan bahan aditif lainnya yang tetap, (Zn stearat 4 php, Asam stearate 0,5 php, dioktilftalat (DOP) 30 php, (prp: *per hundred polimer*). Aditif Zn-stearat dan asam stearate berperan sebagai termal-stabiliser, sedangkan dioktilftalat (DOP) berfungsi sebagai plastisiser.

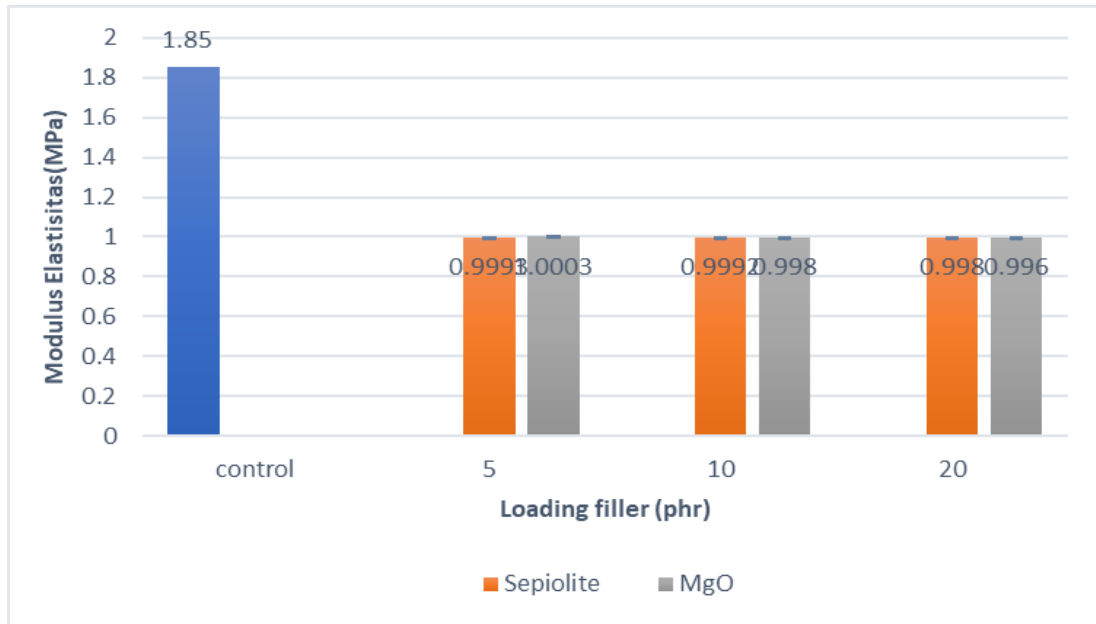


Gambar 4.1 Kekuatan Tarik paduan PVC dengan bahan pengisi sepiolite dan MgO



Gambar 4.2 Kemuluran paduan PVC dengan bahan pengisi sepiolite dan MgO

Gambar 4.1 dan 4.2 bila dibandingkan dengan untuk resin PVC (kontrol), diperoleh bahwa pada kenaikan kandungan pengisi MgO berdampak menaikkan kekuatan Tarik (4,49-7,04 MPa) dan kemuluran saat patah (80,66-91,33%), pada kondisi optimum kandungan pengisi 5 phr. Sesuai dengan penelitian, diketahui bahwa partikel MgO yang lebih halus dapat meningkatkan plastisitas dan sifat mekanik dari matriks. Hal yang sama juga telah dilaporkan oleh peneliti sebelumnya, bahwa partikel MgO dapat memberikan efek pada sifat mekanik.[43] Namun bila kandungan MgO dinaikkan (10 sampai 20 phr), kekuatan tariknya kembali menurun (7,04 MPa yang merupakan kekuatan Tarik pada loading 5,20 MPa menjadi 5,82 – 5,51 MPa), walau tetap lebih tinggi dari kontrol. Kondisi yang identik juga terjadi dengan penambahan pengisi sepiolite (sampel PVC/Sep5), namun dalam hal ini kekuatan tariknya jauh lebih tinggi mencapai 10,19 MPa dan kemulurannya saat putus mencapai 128,70 % pada kandungan sepiolite 5 phr.



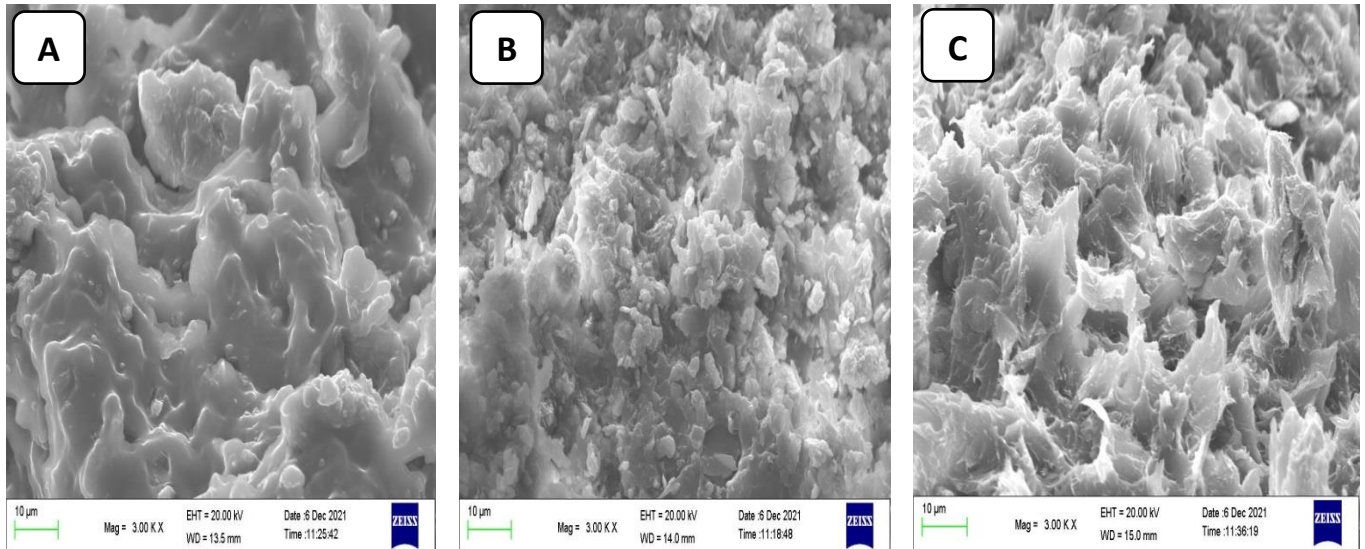
Gambar 4.3 Modulus Elastisitas paduan PVC dengan bahan pengisi sepiolite dan MgO

Hal di atas disebabkan oleh peran MgO dan sepiolite sebagai penguat matriks PVC pada konsentrasi rendah 5 phr, yang mampu mengisi rongga-rongga diantara fase matriks PVC. Tetapi adhesi matriks PVC, (yang bersifat semi polar karena adanya atom Cl), lebih baik pada permukaan sepiolite (dengan struktur magnesium silikat hidrat) dibandingkan pada MgO (dengan kepolaran yang lebih besar). Hal ini menyebabkan kekuatan tarik sampel PVC dengan penguat sepiolite lebih besar dibandingkan dengan PVC-MgO (10,9 MPa dibandingkan 7,04 MPa). Jika kandungan pengisi diperbesar (10-20 phr), maka semua rongga akan terisi penuh dan mencapai kejenuhan sehingga bahan pengisi sepiolite/MgO menjadi teraglomerasi dan menggumpal membentuk partikel yang lebih besar. Berdasarkan penelitian sebelumnya, jumlah bahan pengisi berlebihan dapat mengurangi efisiensi dari sepiolite karena mengalami aglomerasi [44] sehingga berakibat pada menurunnya daya adhesi matriks PVC pada permukaan pengisi yang menurunkan sifat mekanisnya.

4.1.2 Karakterisasi Sifat Morfologis

Hasil mikrograf SEM penampang patahan paduan PVC menunjukkan bagaimana interaksi antara bahan pengisi terhadap PVC. Patahan dari analisa sifat

mekanis yang optimum pada paduan PVC dengan pengisi MgO dan sepiolite (masing-masing 5 php) dilihat pada perbesaran 3000 x, ditunjukkan pada gambar 4.4.



Gambar 4.4 Karakterisasi morfologi patahan paduan a) PVC dengan modifikasi b) MgO dan c) Sep

Bila dibandingkan dengan patahan paduan PVC kontrol (4.4a), permukaan patahan resin PVC dengan pengisi MgO (4.4b) memperlihatkan permukaan yang lebih kasar dan adanya partikel pengisi MgO yang tersebar merata. Hal ini menunjukkan permukaan patahan yang lebih tajam akibat kekuatan tariknya yang lebih besar (PVC:4,49 dan PVC-MgO:7,04 Mpa)

Demikian halnya dengan penampang patahan sampel PVC dengan pengisi sepiolite (4.4c) memperlihatkan permukaan yang lebih kasar dan lebih tajam akibat kekuatan tariknya yang lebih besar lagi (10,19 MPa), serta distribusi partikel pengisi sepiolite yang merata. Hal ini juga menunjukkan adanya adhesi matriks PVC yang melapisi permukaan pengisi sepiolite dan MgO.

4.1.3 Karakterisasi Sifat Termal

Gambar 4.2 adalah hasil uji sifat termal (TGA) dari sampel PVC dengan pengisi MgO dan sepiolite (masing-masing dengan kandungan 5 prp). Bila dibandingkan dengan data PVC control (Gambar 4.1.a), terlihat sampel PVC dengan pengisi MgO dan sepiolite mempunyai suhu dekomposisi (kehilangan berat tahap awal) yang lebih tinggi (masing-masing: 276,99°C dan 275,34 °C dibanding dengan

271,92°C). Dalam hal lain kedua sampel PVC dengan pengisi MgO dan sepiolite menghasilkan kehilangan berat hasil dekomposisi yang lebih kecil dibanding dengan PVC control (kehilangan berat 73,67% dan 80,66 % dibanding dengan 85,26 %). Hal ini memperlihatkan bahwa MgO dan sepiolite mampu berperan sebagai penahan dekomposisi termal sampel PVC. Hal yang sama juga telah dilaporkan, bahwa komposit dengan pengisi sepiolite memiliki sifat dekomposisi termal yang lebih baik dari komposit tanpa pengisi sepiolite. [45]

Kedua pengisi MgO dan sepiolite mampu menyerap uap air hasil dekomposisi sampel PVC dan membentuk jelaga (tar) yang dapat menutupi permukaan sampel PVC yang sedang terdekomposisi dan menghambat kontak dengan oksigen dari udara lebih lanjut. Hal ini terlihat dengan kenaikan jumlah residu (jelaga) pada degradasi termal sampel PVC/MgO5 dan PVC/Sep5, (residu 26,33 % dan 19,34 % dibanding dengan 14,74 %). Fenomena yang sama juga telah dilaporkan bahwa, PVC dengan pengisi sepiolite dapat mengalami dekomposisi dan menurunkan stabilitas termal. [46]

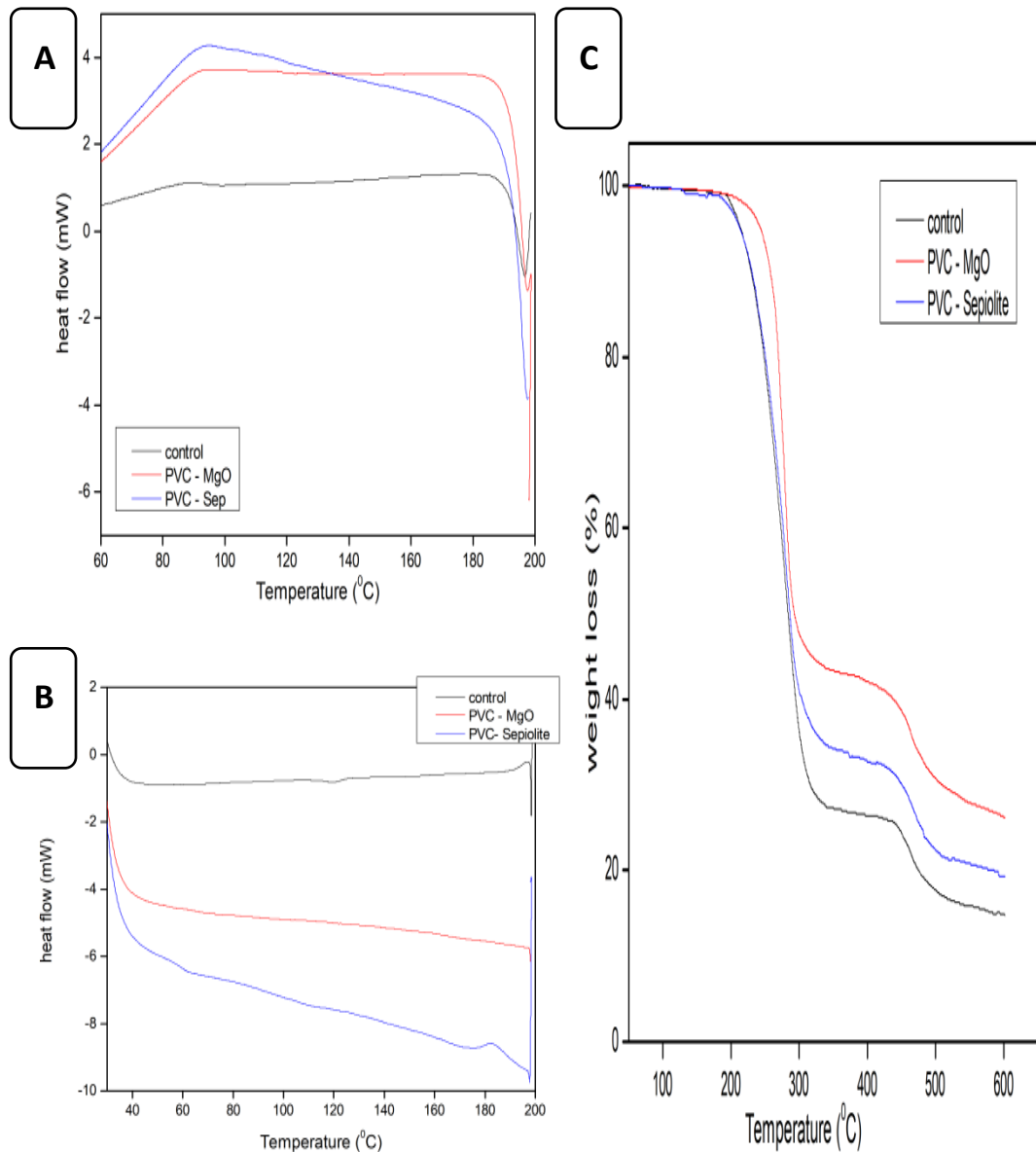
Tabel 4.1 Hasil analisa termal dari sampel PVC dengan pengisi MgO dan Sepiolite

Sampel	DSC			TGA					
	Tg (°C)	Tm (°C)	Entalphy (J/g)	Tm (°C)	Dekomposisi 1		Dekomposisi 2		Char residue (%)
					T (°C)	Weightloss (%)	T (°C)	Weightloss (%)	
Kontrol	87,48	196,48	-1,01	195,75	341,52	71,2	492,99	7,4	16,8
PVC – load MgO	118,42	198,07	-2,10	225,48	347,78	54,1	503,33	7,3	28,3
PVC – load Sep	94,83	197,75	-4,98	182,95	331,13	63,5	497,14	8,6	21,5

4.2 Modifikasi polivinilklorida (PVC) dengan komonomer anhidrida maleat/butilakrilat (AM/BA) dengan inisiator benzoilperoksida (BPO)

Proses modifikasi resin PVC dengan komonomer anhidrida maleat (AM) dan butilakrilat (BA) dilakukan menurut prosedur 3.4.3., untuk mendapatkan efisiensi reaksi modifikasi (pencangkakan) komonomer AM/BA. Tidak dipungkiri bahwa reaksi modifikasi ini merupakan reaksi kompetisi berbagai kemungkinan reaksi,

seperti reaksi pencangkakan, reaksi ikat-silang maupun homopolimerisasi komonomer. Formulasi reaksi modifikasi, seperti Tabel 4.1 dan 4.2, kemudian dikarakterisasi dengan spektroskopi FTIR, uji sifat mekanis, uji morfologi (mikroskopi SEM), dan sifat termal (TGA) untuk menjelaskan efisiensi reaksi modifikasi tersebut.



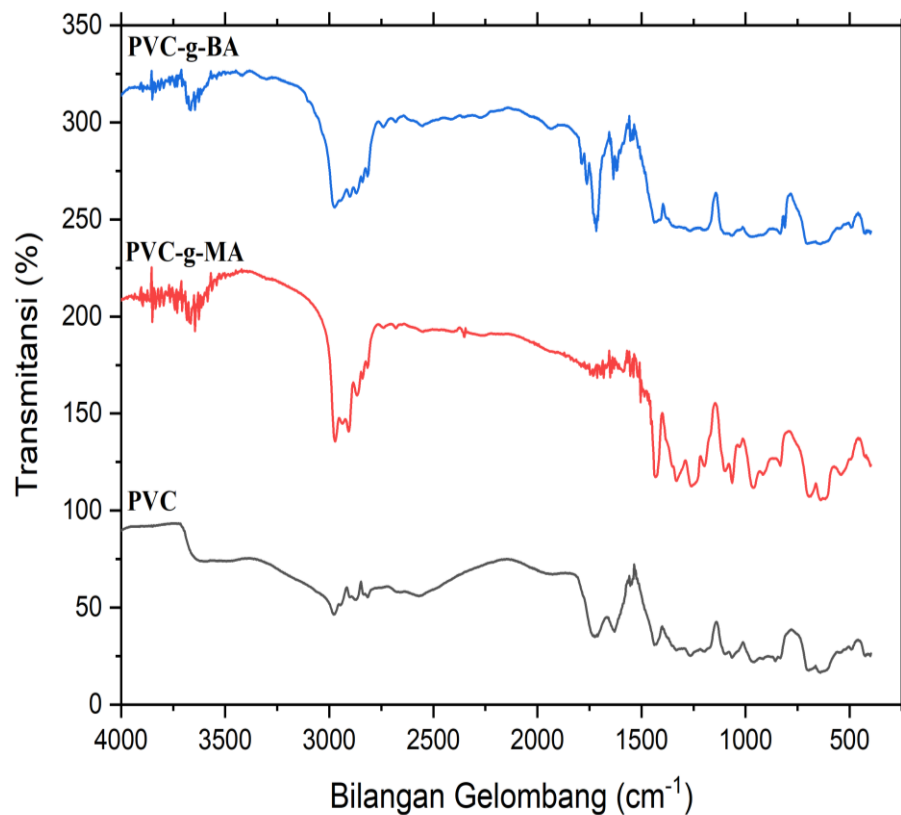
Gambar 4.5 Micrograph patahan paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sep/Osep

Tabel 4.2 Komposisi modifikasi PVC dengan komonomer anhidrida maleat (AM) dan butilakrilat (BA) dalam reaktor refluks pelarut xilena sesuai prosedur 3.4.3.

No.	Kode Sampel	Komonomer (php)	BPO (php)
1	PVC	---	---
2	PVC-g-AM5	AM: 5	BPO: 0,4
3	PVC-g-AM10	AM: 10	BPO: 0,4
4	PVC-g-AM20	AM: 20	BPO: 0,4
5	PVC-g-BA5	BA: 5	BPO: 0,4
6	PVC-g-BA10	BA: 10	BPO: 0,4
7	PVC-g-BA20	BA: 20	BPO: 0,4

4.2.1 Analisis Spektroskopi FTIR

Analisis sampel PVC termodifikasi AM/BA dilakukan menggunakan alat spektrofotometer FTIR Shimadzu IR Prestige-21 transmisi, untuk ke-dua sampel dan dibandingkan dengan spectrum PVC.



Gambar 4.6 Hasil analisa FT-IR pada sampel PVC, PVC-g-MA dan PVC-g-BA

Dari spektrum pada Gambar 4.6 tersebut diperoleh, khususnya serapan gugus C-Cl dari resin PVC pada bilangan gelombang 606,2 – 624,9 cm^{-1} . Sedangkan serapan yang lainnya (bilangan gelombang 692,3 – 3422,2 cm^{-1}) merupakan serapan tarik dan tekuk dari gugus fungsi C-H.

Spektrum PVC-g-AM menunjukkan serapan C-Cl pada 624,94 cm^{-1} , sedangkan serapan lainnya dari 690,52 – 2970,38 cm^{-1} semua adalah serapan tarik dan tekuk dari gugus C-H, seperti halnya pada spektrum PVC. Dengan demikian terlihat bahwa PVC sebelum termodifikasi dengan komonomer AM/BA, dapat digunakan sebagai kontrol.

Setelah termodifikasi dengan anhidrida maleat, PVC-g-AM juga menunjukkan serapan gugus C-Cl pada 636,51 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwa selama proses modifikasi dengan komonomer AM dengan inisiator BPO, hanya beberapa unit vinilklorida yang mengalami dehidroklorinasi melepaskan molekul HCl membentuk rantai poliена dengan ikatan rangkap terkonjugasi.[47] Terjadinya pengikatan komonomer AM dalam matriks PVC ditandai dengan munculnya puncak serapan (serapan tekuk dan tarik) dari gugus karbonil dari anhidrida maleat [-(CO)-O-(OC)-] pada bilangan gelombang 1637,78 dan 1724,38 cm^{-1} . Hal yang identik dengan spektrum PVC-g-AM juga ditunjukkan oleh spektrum PVC-g-BA. Puncak serapan C-Cl juga masih terlihat pada bilangan gelombang 640,37 cm^{-1} . Selanjutnya puncak serapan tekuk dan tarik dari gugus karbonil dari butyl akrilat [-(CO)-O-(C-₄H₉)] juga terlihat pada bilangan gelombang 1627,0 dan 1720,50 cm^{-1} . Puncak serapan gugus karbonil ini menunjukkan terjadinya pengikatan dari komonomer BA dalam matriks PVC selama reaksi modifikasi, dengan kemungkinan terikat dalam reaksi pencangkakan rantai tunggal, maupun rantai panjang dan terinterpenetrasi. Hal yang sama juga telah dilaporkan bahwa, interaksi antara hidrogen dari PVC dengan gugus karbonil dari BA meningkatkan homogenitas dari campuran. [48]

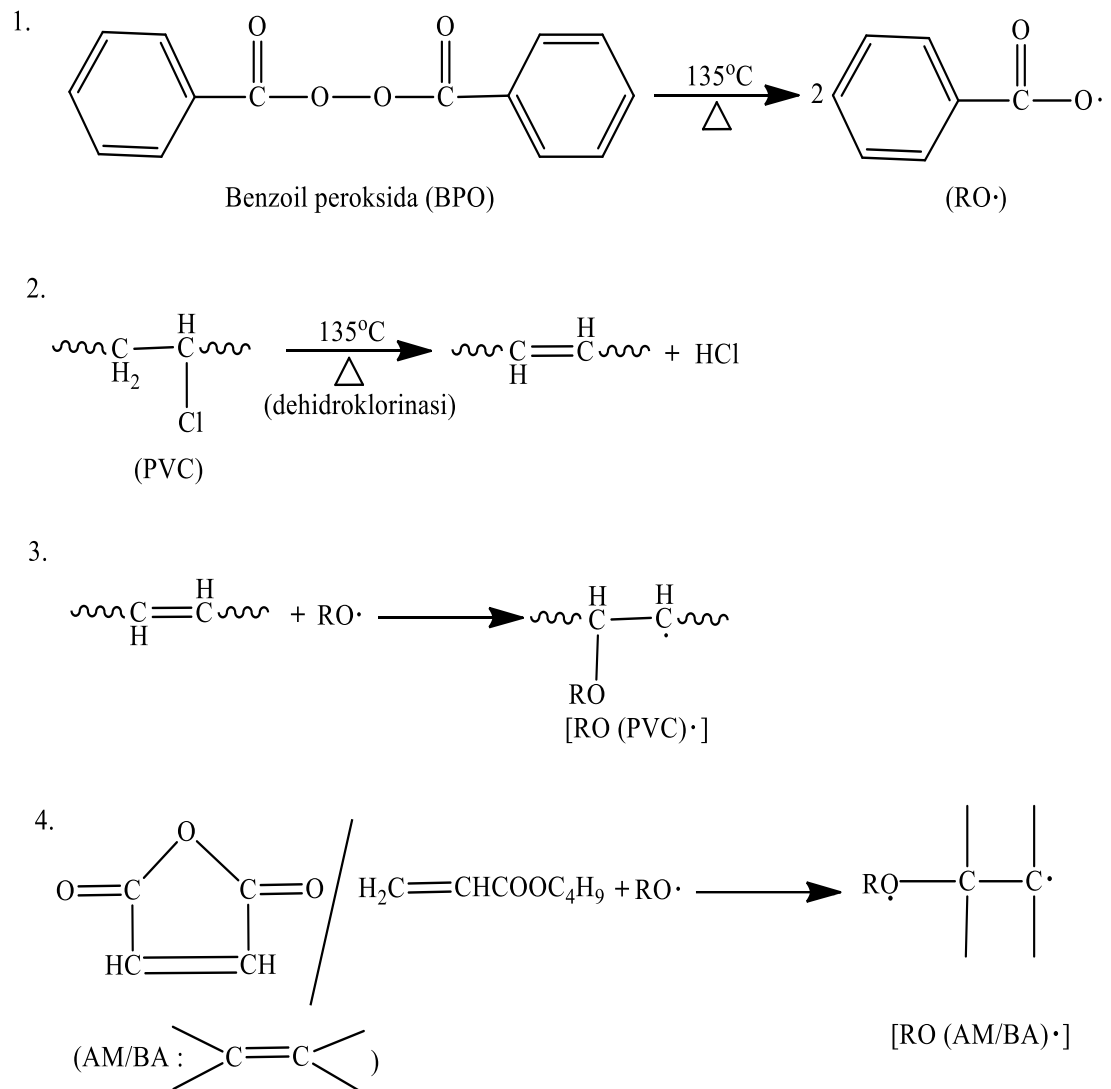
4.2.2 Prediksi mekanisme reaksi PVC dengan komonomer AM/BA

Berdasarkan data spektroskopi FTIR, sifat mekanis, sifat morfologi, dan sifat termal pada proses modifikasi resin PVC dengan komonomer anhidrida maleat dan butilakrilat (AM/BA) dapat diprediksi mekanisme reaksi modifikasi tersebut

melibatkan tahapan proses inisiasi, propagasi dan terminasi, seperti diagram pada Gambar 4.4.a-4.4.c.

Proses inisiasi

Proses inisiasi (Gambar 4.7), dimulai dengan dekomposisi inisiator benzoilperoksida (BPO) oleh pengaruh panas pada suhu refluks (135°C) membentuk radikal bebas benzoil (RO·), reaksi (1).

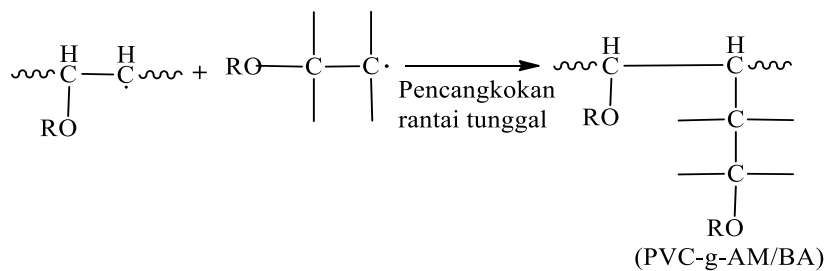


Gambar 4.7 Diagram mekanisme reaksi inisiasi modifikasi PVC dengan komonomer AM/BA dan inisiator BPO, dalam reactor refluks pelarut xilena (TD: 135°C)

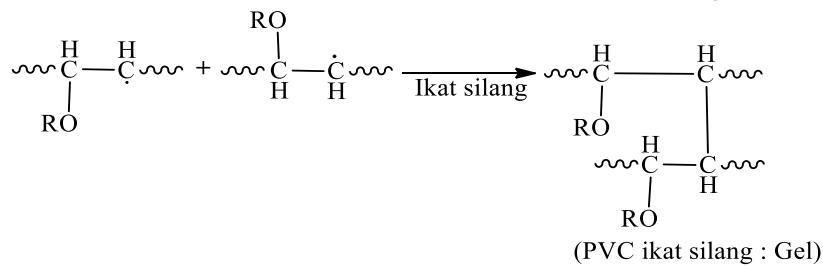
Dalam hal lain resin PVC juga dapat mengalami proses dehidroklorinasi oleh pengaruh panas (pada suhu 135 °C) dengan melepaskan molekul HCl dan membentuk ikatan rangkap yang selanjutnya menghasilkan rantai poliena (ikatan rangkap terkonjugasi), reaksi (2). Selanjutnya radikal bebas RO. Akan dapat menginisiasi ikatan rangkap pada resin PVC membentuk makroradikal [RO-(PVC).], reaksi (3), maupun komonomer AM/BA membentuk radikal komonomer [RO-9AM/BA).], reaksi (4).

Proses propagasi

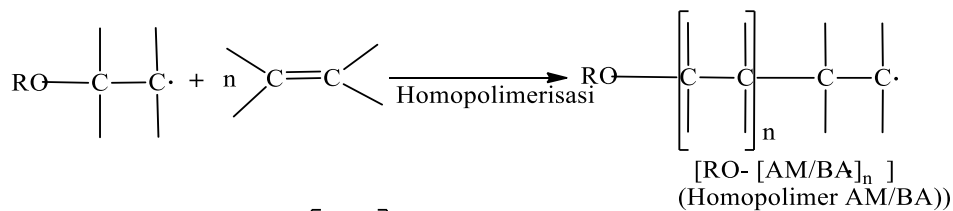
5.



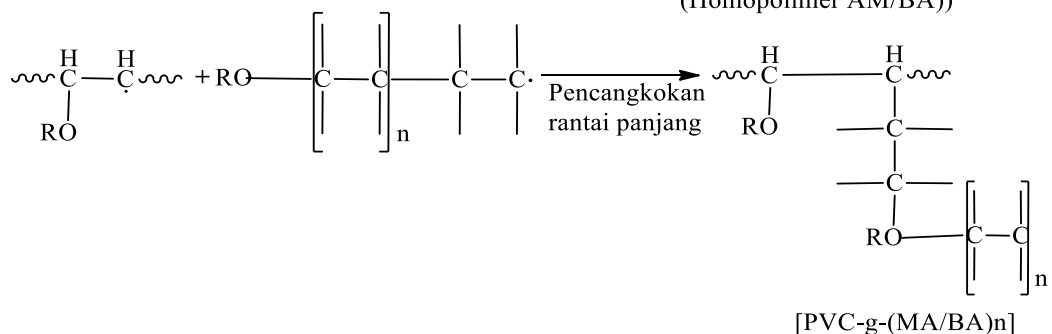
6.



7.



8.

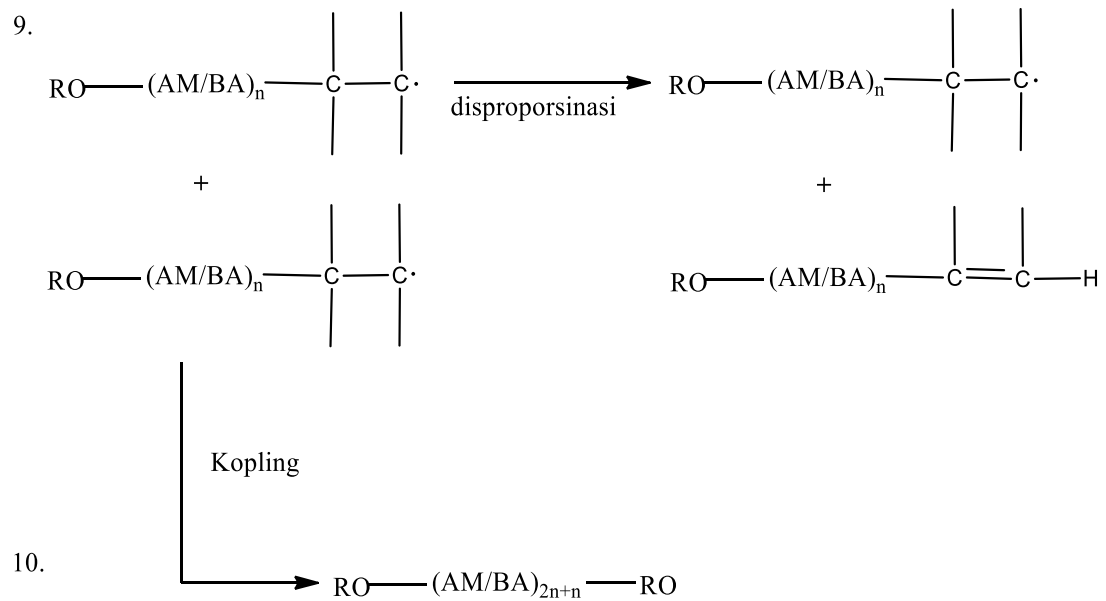


Gambar 4.7 a Diagram mekanisme reaksi propagasi modifikasi PVC dengan komonomer AM/BA dan inisiator BPO, dalam reactor refluks pelarut xilena (Td: 135 °C)

Terbentuknya berbagai radikal monomer dan makroradikal selama proses inisiasi, secara acak tentu saja memicu terjadinya berbagai kemungkinan reaksi yang saling berkompetisi pada proses propagasi, Gambar 4.4.b. Salah satu reaksi yang diharapkan adalah pencangkokan rantai tunggal antara komonomer radikal [RO-(AM/BA).] dengan makroradikal PVC; [RO-(PVC).], reaksi (5). Namun, makroradikal PVC tersebut juga mempunyai kemungkinan untuk membentuk ikatan-silang atau penggabungan sesamanya yang menghasilkan PVC terikat-silang, reaksi (6), dengan berat molekul yang lebih besar, dan membentuk fase gel.

Dapat dipahami bahwa, adanya inisiator BPO dalam reaksi modifikasi tersebut juga dapat menyebabkan reaksi homopolimerisasi komonomer AM/BA membentuk rantai homopolimer AM/BA, [---(AM/BA)_n---], reaksi (7). Selanjutnya homopolimer AM tersebut dapat terikat secara fisika membentuk jaringan interpenetrasi, maupun mengalami reaksi pencangkokan rantai panjang dalam matriks PVC, [PVC-g-(AM/BA)_n], reaksi (8).

Proses terminasi



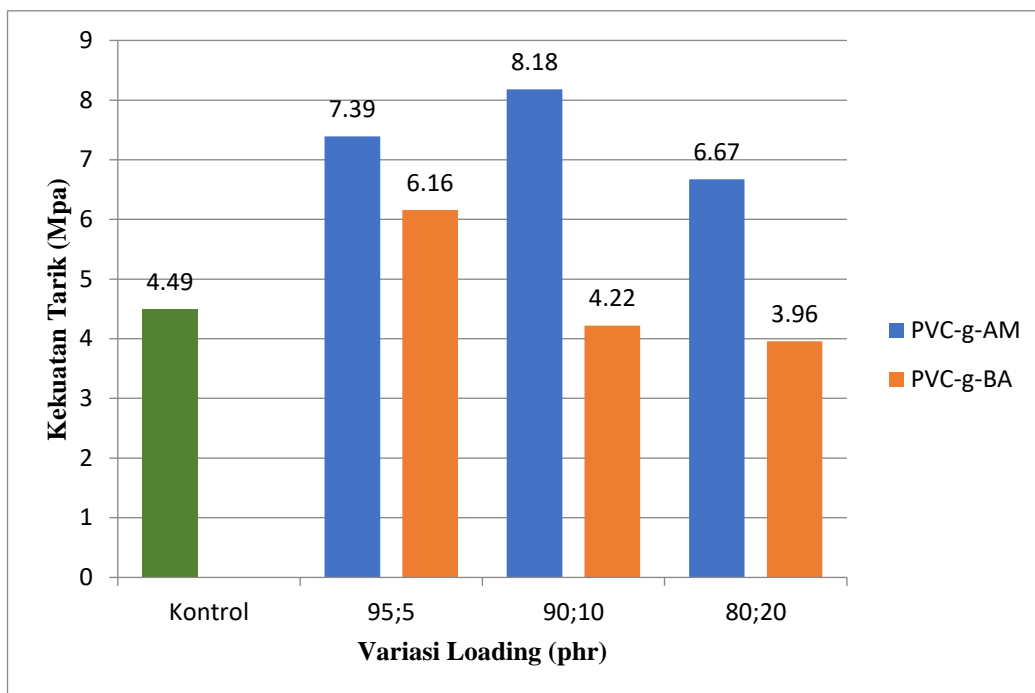
Gambar 4.7 b Diagram mekanisme reaksi terminasi modifikasi PVC dengan komonomer AM/BA dan inisiator BPO, dalam reactor refluks pelarut xilena (Td:135 °C)

Proses terminasi dari reaksi modifikasi resin PVC dengan komonomer AM/BA dapat berhenti dengan reaksi disproporsionasi perpindahan atom H antara dua rantai makroradikal polimer reaktif membentuk dua rantai polimer stabil yang jenuh dan dengan ikatan rangkap, reaksi (9). Kemungkinan reaksi terminasi yang kedua adalah melalui penggabungan dua rantai polimer reaktif membentuk rantai polimer stabil dengan panjang rantai atau berat molekul ganda, reaksi (10).

Dengan demikian dapat diprediksi bahwa selama proses modifikasi resin PVC dengan komonomer AM/BA terjadi kompetisi pada proses propagasi antara: reaksi pencangkakan rantai tunggal, reaksi (5), pembentukan ikatan silang polimer PVC, reaksi (6), reaksi homopolimerisasi dari komonomer AM/BA, reaksi (7), yang dapat berlanjut pada reaksi pencangkakan rantai panjang, reaksi (8). Dalam hal lain, homopolimer $[AM/BA]_n$ tersebut dapat terinterpenetrasi dan terikat secara kimia-fisika dalam matriks PVC. Kondisi reaksi modifikasi tersebut tidak menjadi masalah pada fungsi modifikasi dengan komonomer AM/BA sebagai peningkat adhesi antara pengisi MgO, sepiolite atau organo-sepiolite dalam matriks PVC.

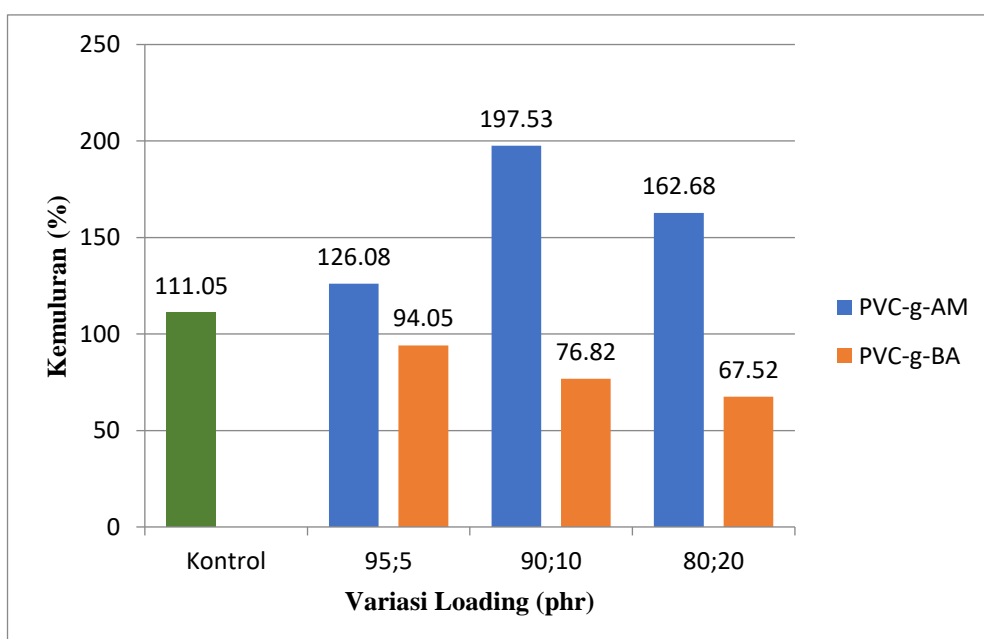
4.2.3 Karakterisasi Sifat Mekanis

Sifat mekanis resin PVC termodifikasi komonomer AM/BA dikarakterisasi dengan uji Tarik menggunakan prosedur 3.5.2 yang sama dan menurut ASTM D412-92 dengan hasil seperti pada gambar 4.2. Terlihat bahwa bila dibanding dengan PVC kontrol, kenaikan kandungan komonomer AM (sampai 10 php), meningkatkan kekuatan Tarik sampel PVC (3,47–7,80 MPa), sedangkan kemulurannya juga meningkat (80,66-132,14 %).



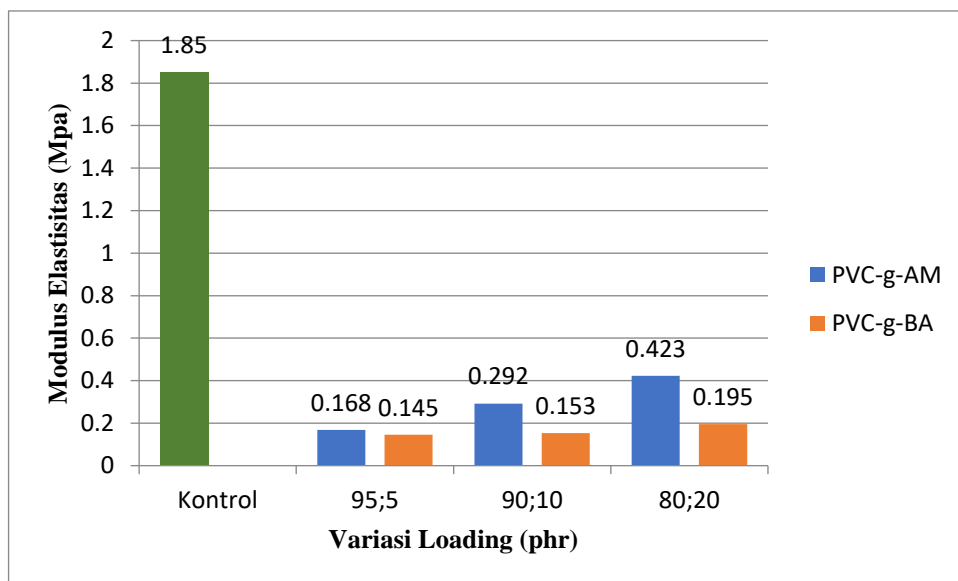
Gambar 4. 8 Kekuatan tarik paduan PVC-g-AM dan PVC-g-BA

Adanya komonomer AM dan inisiator BPO dalam resin PVC mampu menciptakan sistem swapenguatan dengan membentuk polimer gel hasil ikat-silang dan pencangkakan.



Gambar 4.9 Kemuluran paduan PVC-g-AM dan PVC-g-BA

Namun kenaikan kandungan komonomer AM sampai 20 phr menyebabkan penurunan kekuatan tarik sampel (7,80-4,91 MPa), tetapi dengan kenaikan kemuluran (80.66-208,00 %). Hal ini menunjukkan terjadinya homopolimer komonomer AM yang berfungsi sebagai plastisiser matriks PVC, sehingga menurunkan kekuatan Tarik (7,80-4,91 MPa) dan meningkatkan kemuluran (132,14-208,00 %) serta menurunkan modulus elastisitas (0,054-0,002 MPa). Pada penelitian sebelumnya telah dilaporkan bahwa, PVC termodifikasi AM dapat berperan sebagai platisiser [49].



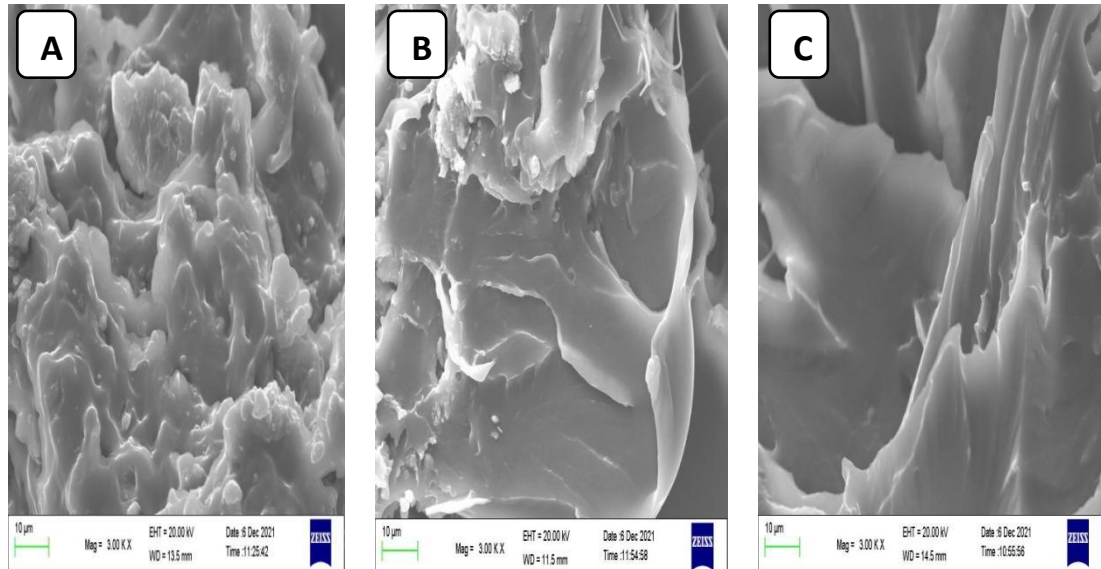
Gambar 4.10 Modulus Elastisitas paduan PVC-g-AM dan PVC-g-BA

Kecenderungan yang sama juga terlihat pada sampel PVC termodifikasi komonomer BA, yang memperlihatkan kenaikan kekuatan tarik pada kandungan BA yang rendah rendah (5 phr). Sedangkan pada penambahan komonomer BA yang lebih tinggi (10-20 prp), kekuatan tariknya menurun lagi (6,46-3,82 MPa). Hal ini juga disebabkan oleh adanya swapenguatan oleh komonomer BA yang terangkai dan terikat silang membentuk gel yang berperan sebagai penguat. Dalam hal ini homopolimer $[-(BA)_n-]$ yang bersifat keras tidak berperan sebagai plastisiser dalam matriks PVC, sehingga tidak meningkatkan kemulurannya. Hal yang sama juga telah dilaporkan, PVC dengan penambahan gugus akrilat dalam jumlah besar tidak dapat meningkatkan kemuluran komposit. [49] Untuk itu kondisi optimum reaksi modifikasi resin PVC dengan komonomer AM/BA dengan inisiator BPO

dalam reaktor refluks pelarut xilena (Td: 135°C) adalah bilamana kandungan komonomer AM 10 prp dan BA 5 prp, (sampel PVC-g-AM10 dan PVC-g-BA5).

4.2.4 Karakterisasi Sifat Morfologis

Gambar 4.11 adalah hasil uji morfologi (mikrograf SEM) penampang patahan sampel PVC termodifikasi komonomer AM dan BA.



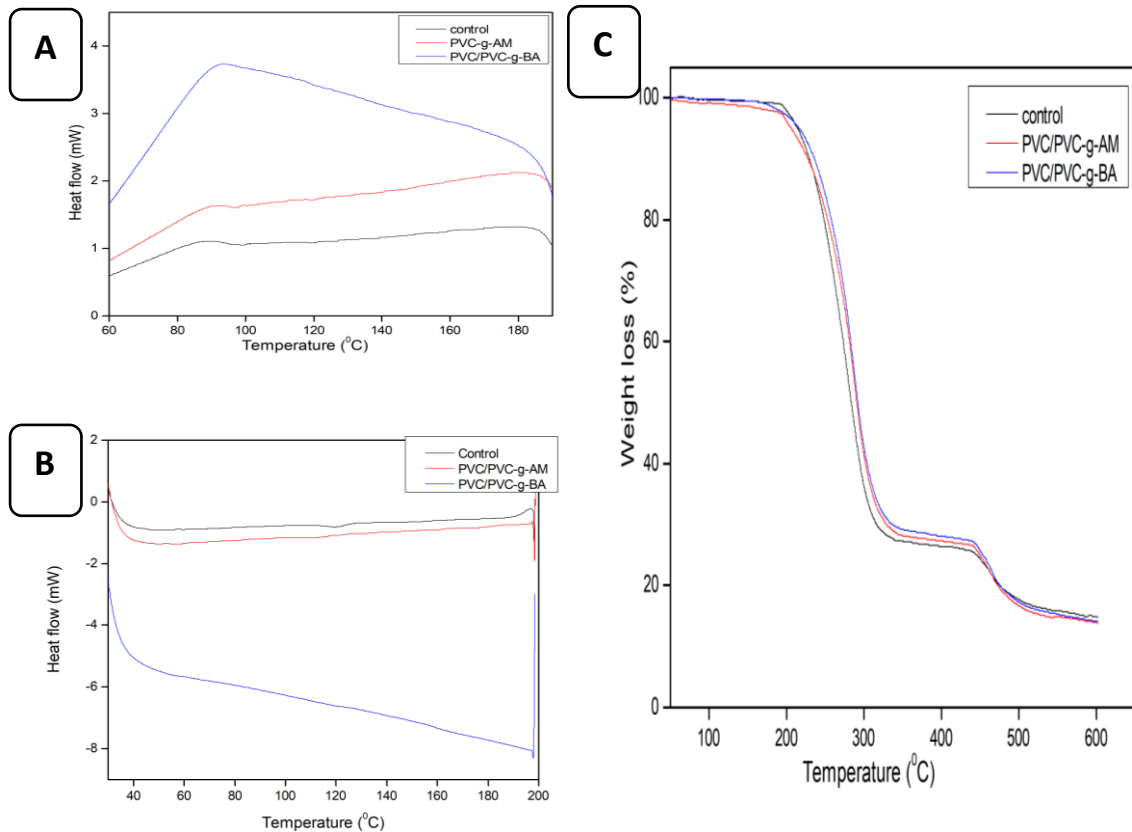
Gambar 4.11 Karakterisasi morfologi patahan paduan a) PVC b) PVC-g-MA dan c) PVC-g-BA

Terlihat kedua penampang patahan resin PVC termodifikasi AM/BA menunjukkan permukaan dengan lekuk patahan yang lebih tumpul dan lembut dibandingkan PVC kontrol dengan patahan yang lebih kasar. Hal ini menunjukkan terbentuknya gel PVC-tercangkok-AM/BA yang berperan sebagai penguat dan peningkat kekuatan tarik, serta homopolimer poli-(AM/BA)_n yang berfungsi sebagai plastisiser yang meningkatkan kemuluran resin PVC[50].

4.2.5 Karakterisasi Sifat Termal

Tabel 4.2 dan Gambar 4.5 merupakan hasil sifat termal resin PVC termodifikasi AM/BA dari uji termogravimetri (TGA). Terlihat bahwa setelah modifikasi dengan komonomer AM/BA, resin PVC menunjukkan suhu dekomposisi awal yang lebih tinggi dari PVC kontrol (271,92°-280,15°C), tetapi tidak

mempengaruhi jumlah kehilangan berat total maupun pembentukan residu secara signifikan. Hal ini sehubungan dengan data morfologi dan sifat mekanis yang menjelaskan pembentukan gel PVC-g-AM/BA dan homopolimer poli-(AM/BA)n yang mempunyai berat molekul lebih besar dengan suhu dekomposisi awal yang lebih tinggi.



Gambar 4.12 Karakterisasi termal a,b) DSC dan c) TGA dari paduan PVC modifikasi AM dan BA

Tabel 4.3 Hasil uji DSC dan TGA dari sampel PVC-g-AM dan PVC-g-BA

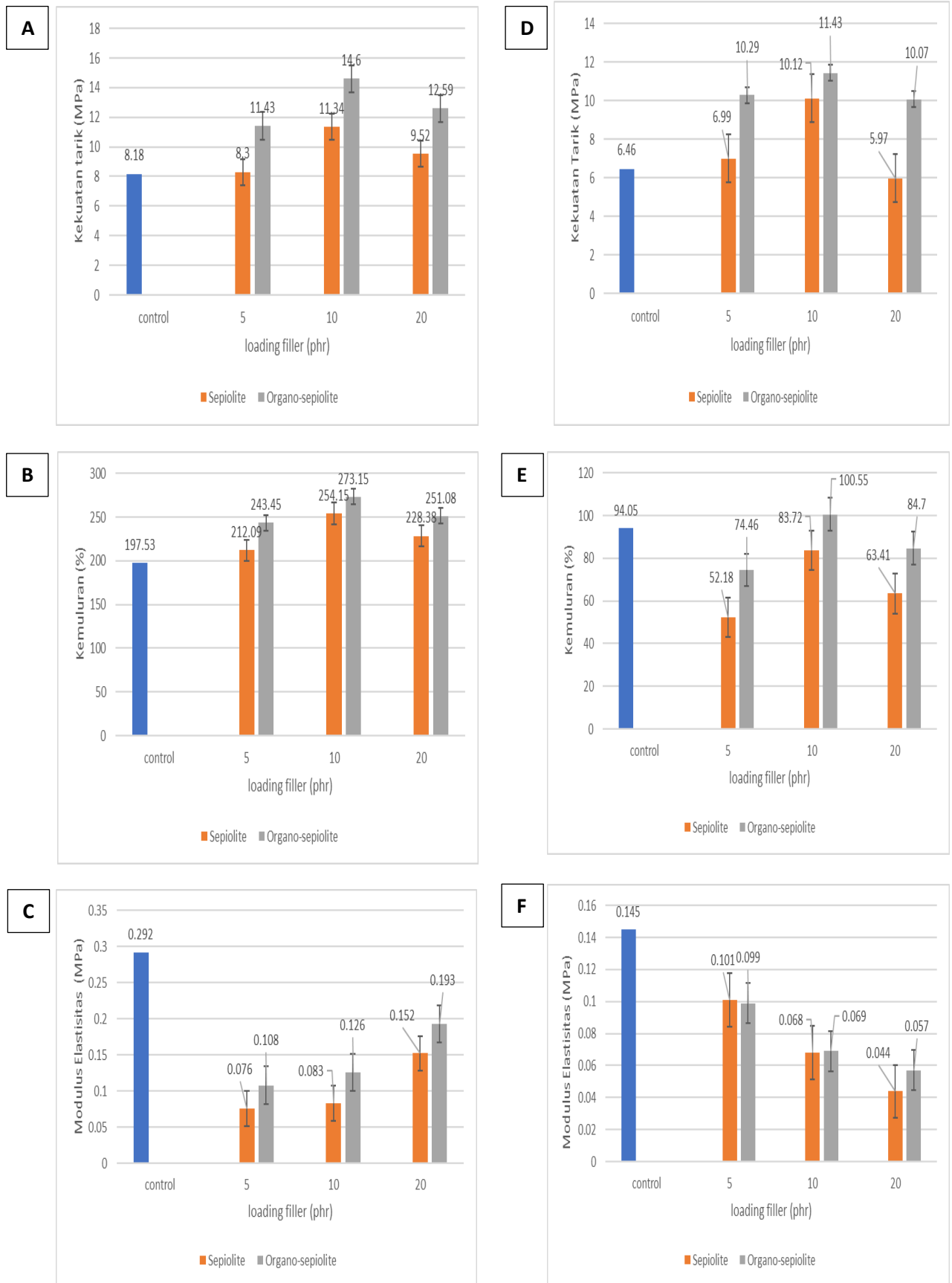
Sampel	DSC			TGA					
	Tg (^o C)	Tm (^o C)	Entalphy (J/g)	Tm (^o C)	Dekomposisi 1		Dekomposisi 2		Char residue (%)
					T (^o C)	Weightloss (%)	T (^o C)	Weightloss (%)	
Control	87,48	196,48	-1,01	195,75	341,52	71,2	492,99	7,4	16,8
PVC/PVC-g-MA	77,30	198,32	-3,50	191,13	349,85	69,4	516,79	10,8	13,2
PVC/PVC-g-BA	93,86	197,86	-8,80	176,41	404,87	70,7	488,91	8,7	17,2

4.3 Karakterisasi resin/paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sepiolite dan Organo-sepiolite

Pengisi sepiolite (Sep) dan organo-sepiolite (Osep) disiapkan dengan ukuran partikel 200 mesh. Pengisi Osep disiapkan dengan merendam pengisi sepiolite dalam larutan etanol absolut dari surfaktan *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) selama 24 jam, disaring dan dikeringkan dalam udara terbuka dan dalam vakum pada suhu 40°C sampai berat tetap. Preparasi paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sep/Osep juga dilakukan sesuai prosedur 3.4.2, menggunakan formulasi yang optimum, yaitu kandungan komonomer AM 10 prp dan BA 5 php dan kandungan pengisi Sep/Osep 5 php. Sampel dikarakterisasi mencakup, sifat mekanis, morfologi (mikroskopi SEM), dan sifat termalnya menggunakan analisis termogravimetri (TGA) dan differential scanning calorimetry (DSC), terutama untuk menyelidiki peranan komonomer AM/BA dan pengisi Sep/Osep terhadap stabilitas termal sampel paduan PVC, sebagai bahan kabel tahan panas.

4.3.1 Karakterisasi Sifat Mekanis

Data hasil pengujian sifat mekanis terlihat pada Gambar 4.8, yang menunjukkan bahwa setelah modifikasi dengan komonomer AM, kekuatan Tarik sampel PVC meningkat dan kemulurannya juga meningkat (80,66-200,32 %). Hal ini sehubungan dengan terjadinya swapenguatan oleh terbentuknya gel PVC-tercangkok AM (PVC-g-AM) dan homopolimer polianhidrida maleat, (AM)_n, yang berfungsi sebagai plastisiser. Setelah penambahan sep dan osep juga terjadi kenaikan kekuatan tarik (3,47-6,27 MPa) dari sampel PVC, tetapi kemulurannya sedikit menurun (80,66-50,98 %).



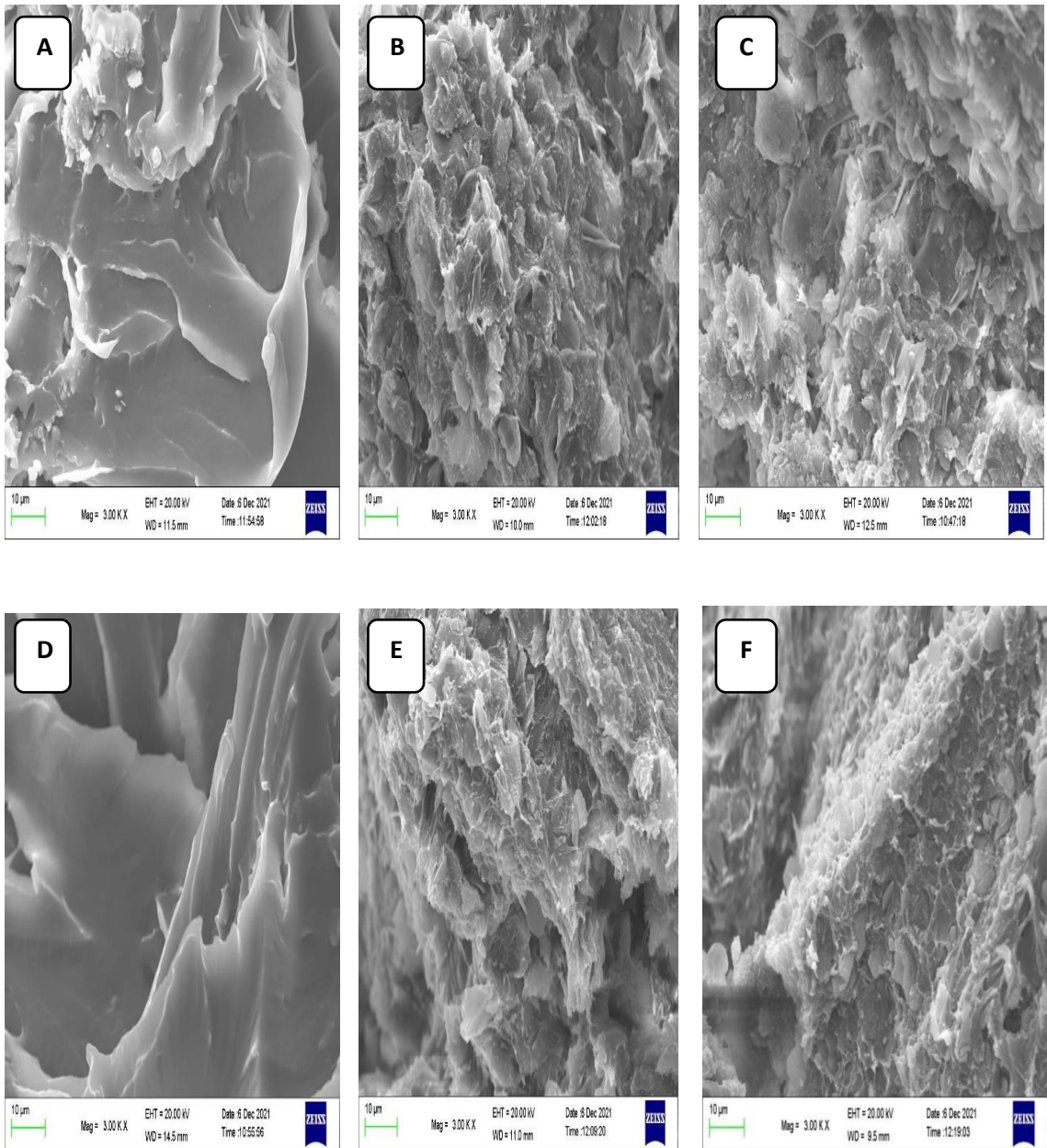
Gambar 4.13 Hasil karakterisasi sifat mekanis paduan a-c) PVC-g-MA dan d-f) PVC-g-BA modifikasi dengan Sep dan Osep

Hal ini menunjukkan bahwa penambahan pengisi sep dan osep berfungsi sebagai penguat dan meningkatkan kekerasan paduan PVC yang terbukti dari kenaikan modulus elastisitasnya, yang tentunya akan meningkatkan ketahanan aus dari paduan PVC tersebut. Kecenderungan yang sama juga terlihat bilamana sampel PVC dimodifikasi dengan komonomer BA sehubungan dengan swapenguatan oleh gel dari PVC-g-BA, dan terbentuknya homopolimer polibutilakrilat juga berperan sebagai plastisiser yang menaikkan kemuluran sampel PVC. Setelah penambahan pengisi sep dan osep, paduan PVC termodifikasi komonomer BA juga mengalami kenaikan kekuatan tarik (3,47-10,9 MPa) dan juga sedikit kenaikan kemuluran saat putus (80,66-10055%). Hal ini juga disebabkan oleh peran pengisi sep dan osep sebagai penguat yang meningkatkan kekuatan tarik, dan kekerasan paduan PVC termodifikasi BA. Sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa PVC dengan penambahan sepiolite 5% dari berat total menghasilkan nilai kuat tarik yang lebih besar. [51]

4.3.2 Karakterisasi Sifat Morfologi

Selanjutnya kajian sifat morfologi dari hasil mikroskopi SEM penampang patahan paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sep/Osep merujuk pada Gambar 4.14. Bila dibandingkan dengan patahan dari PVC kontrol (Gambar 4.11), setelah termodifikasi AM/BA permukaan patahan sampel PVC terkait semakin halus dan terlihat kenyal, (masing-masing Gambar 4.14a dan 4.14b). Hal ini sehubungan dengan pembentukan gel PVC-g-AM/BA yang berperan sebagai swapenguat dan poli-(AM)_n dan poli-(BA)_n yang berperan sebagai plastisiser. Setelah penambahan pengisi sep dan osep, permukaan patahan paduan PVC terkait menjadi lebih kasar dengan lekuk-lekuk tajam serta memperlihatkan adanya partikel pengisi (Sep/Osep) yang terdistribusi merata, pada penelitian sebelumnya juga terlihat bahwa sepiolite sebagai pengisi pada PVC menunjukkan gambar partikel yang terdistribusi merata dengan analisa SEM. [51] (Gambar 4.11b untuk paduan PVC termodifikasi AM dan Gambar 4.11e untuk paduan PVC termodifikasi BA). Hal ini sehubungan dengan peranan gel PVC-g-AM/BA maupun homopolimer poli-(AM/BA)_n sebagai penyerasi dan peningkat adhesi matriks PVC dengan permukaan partikel pengisi (Sep/Osep). Dalam hal penambahan dengan pengisi osep, terlihat permukaan patahan

paduan PVC termodifikasi AM/BA yang menunjukkan lekuk-lekuk semakin tajam dan merata (Gambar 4.11c dan 4.11f).

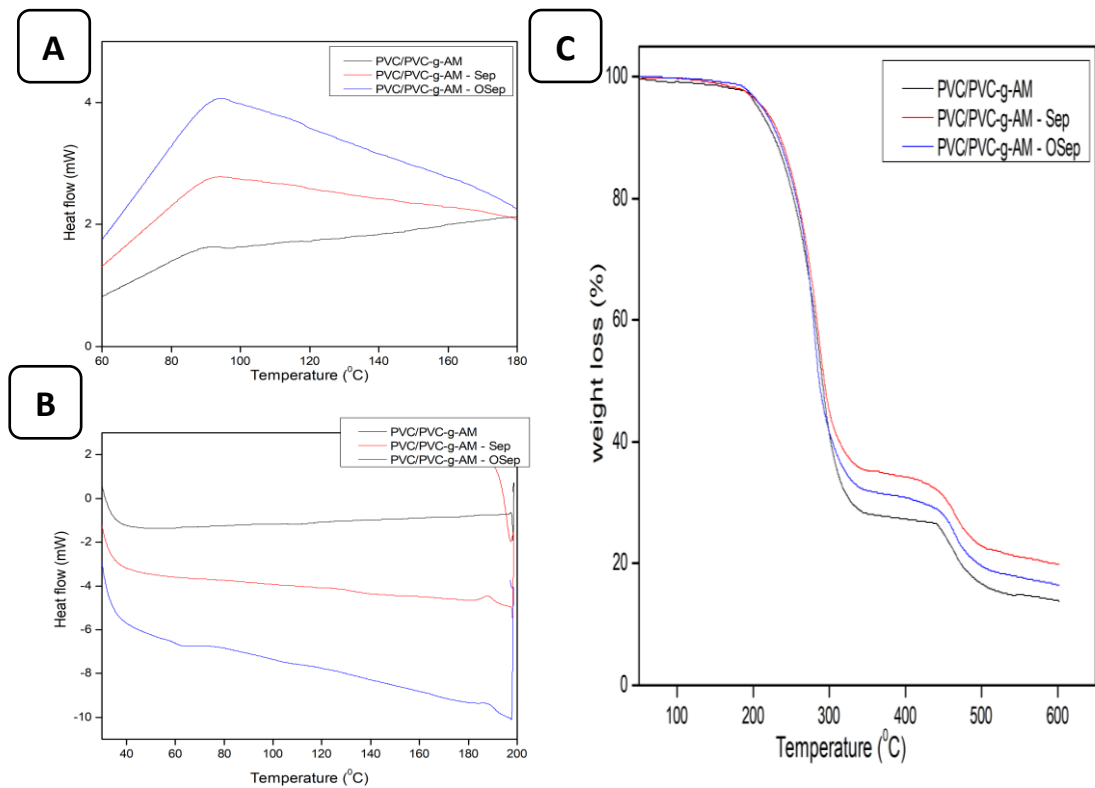


Gambar 4.14 Hasil karakterisasi morfologi paduan a-c) PVC-g-MA dan d-f) PVC-g-BA modifikasi dengan b,e) Sep dan c,f) Osep

Hal ini disebabkan oleh peranan osep (sepiolite-terlapis-CTAB) yang lebih efektif berperan sebagai penyerasi atau peningkat adhesi antar matriks PVC dengan permukaan pengisi osep. Hal yang sama terjadi pada penelitian terdahulu, bahwa osep memiliki struktur jaringan elastis sehingga dapat berperan sebagai peningkat adhesi, [52] Adanya lapisan CTAB (yang mempunyai gugus ujung bromide polar dan gugus cetiltrimetil nonpolar pada ujung lainnya) pada permukaan pengisi osep meningkatkan interaksinya dan keefektifannya sebagai peningkat adhesi antara matriks PVC yang lebih nonpolar dengan permukaan pengisi sepiolite yang polar.

4.3.3 Karakterisasi Sifat Termal

Karakterisasi sifat termal paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sep/Osep diselidiki menggunakan teknik termogravimetri (TGA) dan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). Teknik TGA berperan untuk mendapatkan informasi perubahan berat sampel PVC selama pemanasan (30° – 600°C), sehubungan dengan kemungkinan proses penguapan, pembentukan/pelepasan gas, sampai pada dekomposisi total sampel yang menghasilkan gas CO_2 dan H_2O .



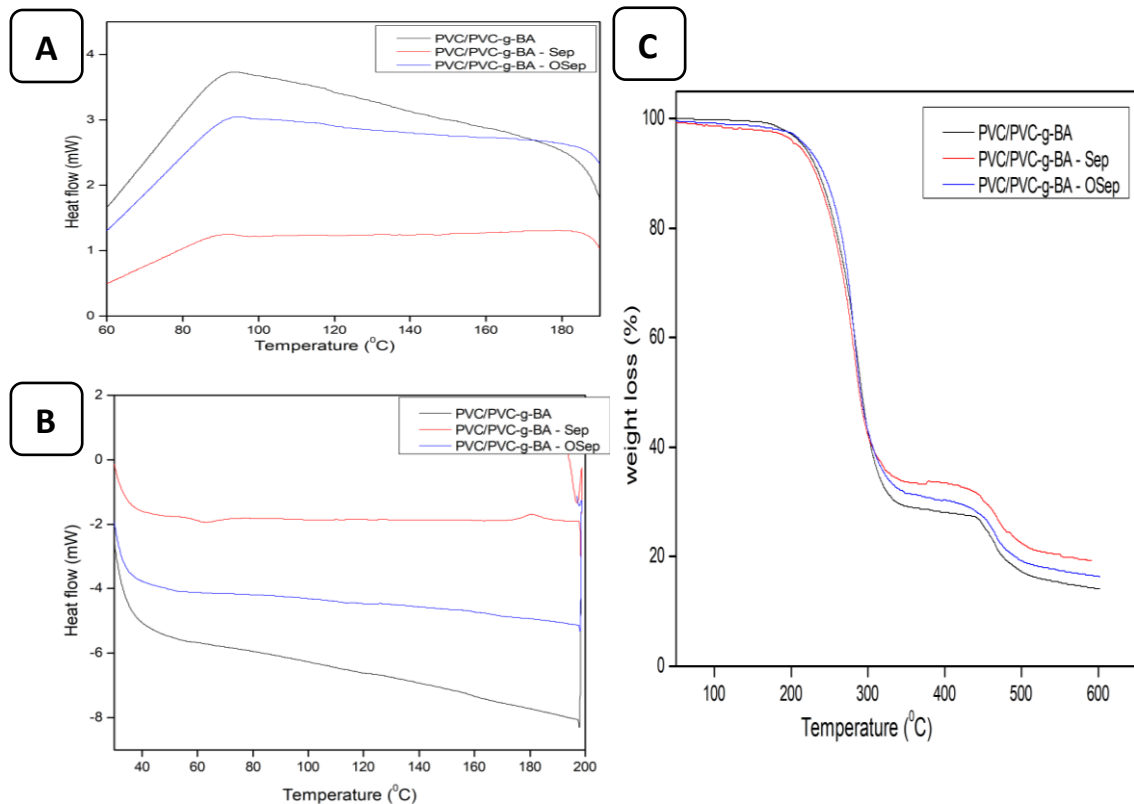
Gambar 4. 15 Karakterisasi termal a,b) DSC dan c) TGA dari paduan PVC-g-AM modifikasi Sep dan Osep

Pada analisis DSC, akan diperoleh informasi perubahan entalpi (endotermis atau eksotermis) yang terjadi selama pemanasan sampel pada jarak suhu operasional antara lain, proses penguapan, transisi kaca, kristalisasi/pelelehan, dekomposisi, dan sebagainya. Khususnya dengan teknik DSC akan dapat diperoleh nilai kalori dari setiap bahan yang dapat terbakar/terdekomposisi.

Tabel 4.4 Hasil uji DSC dan TGA dari sampel PVC-g-AM-Sep dan PVC-g-AM-Osep

Sampel	DSC				TGA				Char residue (%)
	T _g (°C)	T _m (°C)	Entalphy (J/g)	T _m (°C)	Dekomposisi 1		Dekomposisi 2		
					T (°C)	Weightloss (%)	T (°C)	Weightloss (%)	
PVC/PVC-g-MA	77,30	198,32	-3,50	191,13	349,85	69,4	516,79	10,8	13,2
PVC/PVC-g-MA –Sep	94,26	198,06	-2,73	186,03	344,6	62,4	503,3	9,6	20,6
PVC/PVC-g-MA – OSep	94,47	197,64	-9,96	182,88	347,75	66,5	512,62	9,2	17,4

Dari Tabel 4.4 terlihat bahwa paduan PVC termodifikasi AM/BA sebelum ditambahkan pengisi memperlihatkan suhu dekomposisi awal yang meningkat dibandingkan dengan PVC kontrol (271,92°C-280,10°C/282,15°C), walau tidak memperlihatkan perubahan kehilangan berat maupun jumlah residu. Hal ini menunjukkan bahwa kenaikan suhu dekomposisi awal PVC termodifikasi AM/BA adalah sehubungan dengan pembentukan fase gel PVC-g-AM/BA maupun homopolimer poli-(AM/BA)_n yang mempunyai berat molekul lebih besar. Setelah penambahan pengisi sep dan osep paduan PVC terkait tetap memperlihatkan kenaikan suhu dekomposisi awal (271,92 °C - 280,59 °C / 280,64 °C), serta penurunan pelepasan berat total (85,26 - 80,19 % dan 85,26 - 80,29 %) serta kenaikan jumlah residu (14,74 -19,81 % dan 14,74 - 19,71 %).



Gambar 4.16 Karakterisasi termal a,b) DSC dan c) TGA dari paduan PVC-g-BA modifikasi Sep dan Osep

Kenyataan ini menunjukkan bahwa penambahan sep dan osep mampu meningkatkan ketahanan termal paduan PVC terkait. Peningkatan ketahanan termal tersebut berhubungan dengan kemampuan pengisi sep dan osep untuk membentuk residu jelaga (tar) yang dapat melapisi permukaan sampel PVC terdekomposisi sehingga menghambat difusi oksigen dari udara dan mencegah dekomposisi selanjutnya.

Tabel 4.5 Hasil uji DSC dan TGA dari sampel PVC-g-BA-Sep dan PVC-g-BA-Osep

Sampel	DSC				TGA				Char residue (%)
	T _g (°C)	T _m (°C)	Entalphy (J/g)	T _m (°C)	Dekomposisi 1		Dekomposisi 2		
					T (°C)	Weightloss (%)	T (°C)	Weightloss (%)	
PVC/PVC-g-BA	93,86	197,86	-8,80	176,41	404,87	70,7	488,91	8,7	17,2
PVC/PVC-g-BA – load Sep	91,88	198,39	-4,56	186,93	433,85	64,8	520,94	11,2	21,1
PVC/PVC-g-BA – load Osep	94,56	198,09	+8,89	203,68	355,07	65,5	520,93	9,1	18,3

Tabel 4.5 adalah data hasil analisis DSC dari paduan PVC termodifikasi AM/BA dan dengan pengisi Sep/Osep, (jangka pemanasan 30–300°C, laju pemanasan dengan suhu 10°C/menit). Dibandingkan dengan PVC control, paduan PVC termodifikasi AM/BA dengan pengisi Sep/Osep menunjukkan kenaikan suhu transisi kaca (Tg: 87,48 sampai 94,47 °C/94,56 °C), serta peningkatan kebutuhan panas (endotermis: -1,01 sampai -9,96/-8,89 J/g), walau tidak menunjukkan perubahan suhu pelelehan/kristalisasi (Tm: 196,48 sampai 198,06 °C/198,39 °C). Mendukung data hasil analisis TGA, terlihat bahwa penambahan pengisi sep dan osep dalam paduan PVC termodifikasi AM/BA bukan saja meningkatkan ketahanan termal/dekomposisi termal, tetapi juga meningkatkan suhu transisi kaca. Hal ini juga didukung oleh penelitian sebelumnya bahwa penambahan organo-sepiolite dapat meningkatkan sifat mekanik, morfologi dan *rheology* dari suatu komposit. [53]

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Hasil paduan PVC dengan pengisi MgO dan sepiolite yang optimum (jernih) diperoleh bilamana kandungan pengisi MgO/sepiolite adalah 5 php, (sampel PVC/MgO5 dan PVC/Sep5). MgO dan sepiolite berperan sebagai penguat matriks PVC pada konsentrasi rendah 5 prp. Adhesi matriks PVC lebih baik pada permukaan pengisi sepiolite dibandingkan pada permukaan pengisi MgO, terlihat adanya matriks PVC yang melapisi permukaan pengisi MgO dan sepiolite. MgO dan sepiolite mampu berperan sebagai penahan dekomposisi termal sampel PVC.
2. Modifikasi dengan komonomer anhidrida maleat dan butilakrilat (AM/BA) dapat membentuk gel PVC-tercangkok-AM/BA yang berperan sebagai penguat dan homopolimer poli-(AM/BA)_n yang berfungsi sebagai plastisiser dalam resin PVC. Kondisi optimum reaksi modifikasi resin PVC dengan komonomer AM/BA dengan inisiator BPO dalam reaktor refluks pelarut xilena adalah bilamana kandungan komonomer AM 10 php dan BA 5 php.
3. Analisis spektroskopi FTIR menunjukkan serapan gugus karbonil sehubungan pengikatan komonomer AM/BA dalam matriks PVC, yang terikat secara kimia-fisika melalui reaksi pencangkakan rantai tunggal, pencangkakan rantai panjang dan terinterpenetrasi. Dapat diprediksi bahwa selama proses modifikasi resin PVC dengan komonomer AM/BA terjadi kompetisi antara: reaksi pencangkakan rantai tunggal, pembentukan ikatan silang polimer PVC, reaksi homopolimerisasi komonomer AM/BA, yang dapat berlanjut pada reaksi pencangkakan rantai panjang.
4. Penambahan pengisi sepiolite dan organo-sepiolite berfungsi sebagai penguat paduan PVC pada kandungan rendah. Patahan paduan PVC memperlihatkan adanya partikel pengisi (Sep/Osep) yang terdistribusi merata, permukaan yang lebih kasar dan serpih patahan yang tajam, sehubungan dengan peranan gel PVC-g-AM/BA maupun homopolimer poli-(AM/BA)_n sebagai penyerasi dan peningkat adhesi matriks PVC dengan permukaan pengisi (Sep/Osep). Penambahan sepiolite

dan organo-sepiolite (sepiolite-terlapis-CTAB) mampu meningkatkan ketahanan termal paduan PVC terkait dan juga meningkatkan suhu transisi kaca (T_g) dan panas pelelehan atau kristalisasi dari paduan PVC terkait.

5.2 Saran

1. Formulasi optimum paduan PVC termodifikasi anhidrid maleat dan butilakrilat dalam skala laboratorium ini dapat dikembangkan dalam skala pilot dan skala produksi menggunakan mesin pengolah bahan termoplastik, untuk menghasilkan bahan setengah jadi manufaktur komponen tahan panas yang bebas pelepasan dan kontaminasi bahan aditif.
2. Dengan penyelidikan sifat ketahanan nyala dan sinergi dengan aditif penghambat nyala komersial, formulasi optimum ini dapat dikembangkan untuk bahan teknik yang aman kebakaran.
3. Formulasi ini juga dapat dikembangkan untuk bahan pelapis pada permukaan hidrophil seperti: logam, kayu dan beton, serta bahan teknik dengan adhesi stabil pada permukaan berair.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Long, Y. L. Jiang, W. Wu, X. Wang, Q. Grafted copolymerization of N-phenylmaleimide and styrene in porous polyvinyl chloride particles suspended in aqueous solution. *Designed Monomers and Polymers* **2019**, 22 (1), 66-78.
- [2] Qu, H. Wu, W. Xie, J. Xu, J. A novel intumescent flame retardant and smoke suppression system for flexible PVC. *Polym. Adv. Technol.* **2011**, 22 (7), 1174-1181.
- [3] Li, W. Belmont, B. Shih, A. Design and manufacture of polyvinyl chloride (PVC) tissue mimicking material for needle insertion. *Procedia Manufacturing* **2015**, 1, 866-878.
- [4] Darvishi, R. Esfahany, M. N. Bagheri, R. S-PVC grain morphology: a review. *Industrial & Engineering Chemistry Research* **2015**, 54 (44), 10953-10963.
- [5] Hirschler, M. M. Poly (vinyl chloride) and its fire properties. *Fire Mater.* **2017**, 41 (8), 993-1006.
- [6] Xu, J. Liu, C. Qu, H. Ma, H. Jiao, Y. Xie, J. Investigation on the thermal degradation of flexible poly (vinyl chloride) filled with ferrites as flame retardant and smoke suppressant using TGA–FTIR and TGA–MS. *Polym. Degrad. Stab.* **2013**, 98 (8), 1506-1514.
- [7] ZHANG, T.-h. ZHANG, Q.-h. LI, J.-z. Research Progress and Application Prospect of Wood-plastic Composites. *Packaging Engineering* **2008**, (2), 70.
- [8] Pi, H. Guo, S.-Y. A STUDY ON MECHANOCHEMICAL MODIFICATION OF PVC/FLAME RETARDANT AND SMOKE-SUPPRESSANT ADDITIVES SYSTEM. *Gaofenzi Cailiao Kexue yu Gongcheng(Polymer Materials Science & Engineering)* **2004**, 20 (4), 156-159.
- [9] ruo, Y. Doğan, M. Alkan, M. Characterization and some properties of poly (vinyl chloride)/sepiolite nanocomposites. *Adv. Polym. Tech.* **2013**, 32 (S1), E65-E82.
- [10] Acosta, J. Ojeda, M. Morales, E. Linares, A. Morphological, structural, and interfacial changes produced in composites on the basis of polypropylene and surface-treated sepiolite with organic acids I. Surface treatment and characterization of the sepiolites. *J. Appl. Polym. Sci.* **1986**, 31 (7), 2351-2359.

- [11] Tartaglione, G. Tabuani, D. Camino, G. Thermal and morphological characterisation of organically modified sepiolite. *Microporous Mesoporous Mater.* **2008**, *107* (1-2), 161-168.
- [12] Li, W. Li, S. Cheng, Z. Hu, X. Yang, W. Yao, Y. The effect of flame retardant-modified sepiolite nanofibers on thermal degradation and fire retardancy of low-density polyethylene. *J. Therm. Anal. Calorim.* **2019**, *138* (2), 1011-1019.
- [13] Hammiche, D.; Boukerrou, A.; Guermazi, N.; Arrakhiz, F. E. Effects of types of PVC-g-MA on wettability and dynamical behavior of polyvinyl Chloride/Alfa composites. *Materials Today: Proceedings* **2020**.
- [14] Salazar Avalos, A.; Hakkarainen, M.; Odelius, K. Superiorly plasticized PVC/PBSA blends through crotonic and acrylic acid functionalization of PVC. *Polymers* **2017**, *9* (3), 84.
- [15] Mahendra, I. Wirjosentono, B. Ismail, H. Mendez, J. Causin, V. The influence of maleic anhydride-grafted polymers as compatibilizer on the properties of polypropylene and cyclic natural rubber blends. *Journal of Polymer Research* **2019**, *26* (9), 215.
- [16] Yang, Q. Xia, Y. Zhang, D. Wang, X. Oliver, S. Chen, X. Shi, S. Lei, L. One-pot polyvinyl chloride preparation utilizing polyacrylate latex with tertiary amine groups for improved thermal stability, toughness, and reduced reactor scaling. *Polym. Test.* **2020**, 106691.
- [17] Kerekes, Z. Restás, Á. Lublóy, É. The effects causing the burning of plastic coatings of fire-resistant cables and its consequences. *J. Therm. Anal. Calorim.* **2020**, *139* (2), 775-787.
- [18] Chong, N. S. Abdulramoni, S. Patterson, D. Brown, H. Releases of Fire-Derived Contaminants from Polymer Pipes Made of Polyvinyl Chloride. *Toxics* **2019**, *7* (4), 57.
- [19] Borukaev, T. Kharaev, A. Shaov, A. K. Borodulin, A. Kalinnikov, A. In *Improving the fire resistance of PVC plastic the introduction ammonium octamolybdate*, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, IOP Publishing: **2020**; p 022039.
- [20] Çetin, A. Erzençin, S. G. Alp, F. B. Various Combinations of Flame Retardants for Poly (vinyl chloride). *Open Chemistry* **2019**, *17* (1), 980-987.

- [21] Ke, G. Zimeng, L. Jinzhang, J. Zeyi, L. Yisimayili, A.; Zhipeng, Q. Yaju, W. Shengnan, L. Study on flame spread characteristics of flame-retardant cables in mine. *Adv. Polym. Tech.* **2020**, 2020.
- [22] Zhang, M. Fujimori, T. Shiota, K. Li, X. Takaoka, M. Formation pathways of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans from burning simulated PVC-coated cable wires. *Chemosphere* **2020**, 128542.
- [23] Chakrabarti, R. Chakraborty, D. Modification of The Mechanical and Thermal Properties of PVC by Semi IPN Formation with Poly(butyl acrylate). *J. Appl. Polym. Sci* **2008**, 110, 170–176.
- [24] Altarazi, S. Hemeimat, R. Wakileh, M. Qsous, R. Khreisat, A. Optimizing Materials Cost and Mechanical Properties of PVC Electrical Cable's Insulation by Using Mixture Experimental Design Approach. *World Academy of Sci, Eng and Tech* **2013**, 7.
- [25] Hirschler, M. Fire Properties of Polyvinyl Chloride. *Consultant of The Vinyl Institute.* **2017**.
- [26] Wang, Z. Wei, R. Wang, X. He, J. Wang, J. Pyrolysis and Combustion of Polyvinyl Chloride (PVC) Sheath for New and Aged Cables via Thermogravimetric Analysis-Fourier Transform Infrared (TG-FTIR) and Calorimeter. *Materials* **2018**, 11, 1997.
- [27] Roumeli, E. Terzopoulou, Z. Pavlidou, E. Chrissafis, K. Papadopoulou, E. Effect of maleic anhydride on the mechanical and thermal properties of hemp/high-density polyethylene green composites. *J. Therm Anal Calorim*, **2015**, 88, 551–561.
- [28] Kulkarni, M. B. Mahanwar, P. A. Studies on the effect of maleic anhydride-grafted polypropylene with different MFI on mechanical, thermal, and morphological properties of fly ash-filled PP composites. *J. of Thermoplastic Composite Materials.* **2014**, 27(12), 1679–1700.
- [29] Miao, W. Cheng, W. Wang, Z. Wang, R. Peng, J. Zhu, Q. Influence of n-Butyl Acrylate And Maleic Anhydride Copolymer On The Structure And Properties Of Phenolic Resin, *Materials Today Communications* **2020**, 23, 100879.

- [30] Chakrabarti, R. Chakraborty, D. Modification of The Mechanical and Thermal Properties of PVC by Semi IPN Formation with Poly(butyl acrylate). *J. Appl. Polym. Sci* **2008**, 110, 170–176.
- [31] Zaini, N. A. M. Ismail, H. Rusli, A. Effect of glut palmitate (GP) salt on the properties of sepiolite filled ethylene propylene diene monomer (EPDM) composites. *AIP Conf. Proc.* **2019**, 2068 (1), 020085.
- [32] Zhang, X. Zhang, R. Zhao, C. Ultra-small sepiolite fiber toughened alumina aerogel with enhanced thermal stability and machinability. *J. Porous Mater.* **2020**, 27 (5), 1535-1546.
- [33] Tahira, F. Ali, M. Shafiq, M. Yasin, T. Synthesis and Characterization of Nanocomposites Based on Styrene Butadiene Rubber/Sepiolite. *Asian J. Chem.* **2016**, 28 (8), 1763.
- [34] He, W. Liu, N. Chen, X. Guo, J. Wei, T. The influence of hygrothermal ageing on the mechanical properties and thermal degradation kinetics of long glass fibre reinforced polyamide 6 composites filled with sepiolite. *RSC Advances* **2016**, 6 (43), 36689-36697.
- [35] Batistella, M. A. Sonnier, R. Otazaghine, B. Petter, C. O. Lopez-Cuesta, J. M. Interactions between kaolinite and phosphinate-based flame retardant in Polyamide 6. *Applied Clay Science* **2018**, 157, 248-256.
- [36] Zaini, N. A. M. Ismail, H. Rusli, A. Effect of glut palmitate (GP) salt on the properties of sepiolite filled ethylene propylene diene monomer (EPDM) composites. *AIP Conf. Proc.* **2019**, 2068 (1), 020085.
- [37] Cardenas, M.A. Basurto, F.C. Lopez, D.G, Merino, J.C, Pastor, J.M. Mechanical and fire retardant properties of EVA/clay/ ATH nanocomposites: effect of functionalization of organoclay nanofillers. *Polym. Bull* **2013**, 70:2169–2179.
- [38] Taeger, A. Hoffmann, T. Butwilowski, W. Heller, M. Engelhardt, T. Lehmann, D. Evidence of chemical compatibilization reaction between poly(ether ether ketone) and irradiation-modified poly(tetrafluoroethylene). *High Perform. Polym.* **2013**, 26 (2), 188-196.
- [39] Fuentes, C. A. Zhang, Y. Guo, H. Woigk, W. Masania, K. Dransfeld, C. De Coninck, J. Dupont-Gillain, C. Seveno, D. Van Vuure, A. W. Predicting the

- adhesion strength of thermoplastic/glass interfaces from wetting measurements. *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Aspects* **2018**, 558, 280-290.
- [40] Jia, S. Zhu, Y. Wang, Z. Chen, L. Fu, L. Influences of PP-g-MA on the surface free energy, morphologies and mechanical properties of thermoplastic polyurethane / polypropylene blends. *Journal of Polymer Research* **2015**, 22 (8), 159.
- [41] Wirjosentono, B. Tamrin. Siregar, A. H. Sukatik. Nasution, D. A. Compatibility and Thermal Properties of Maleic Anhydride-grafted-Polystyrene Containing Microcrystal cellulose (Avicel) as Raw Material for Soil Binder. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* **2019**, 578, 012070.
- [42] Kulkarni, M. B. Mahanwar, P. A. Studies on the effect of maleic anhydride-grafted polypropylene with different MFI on mechanical, thermal, and morphological properties of fly ash-filled PP composites. *J. of Thermoplastic Composite Materials*. **2014**, 27(12), 1679–1700.
- [43] Chen, Y. Feng, Z. Zhang, W. Effect of MgO Content on Mechanical Properties of Directionally Solidified Pure Magnesium. *Material Research*. **2021**, 24(2).
- [44] Zotti, A. Borriello, A. Martone, A. Antonucci, V. Giordano, M. Zarrelli, M. Effect of Sepiollite Filler on Mechanical Behaviour of a Bisphenol A-based Epoxy System.
- [45] Zaini, N.A.M. Ismail, H. Rusli, A. Thermal, Flammability, and Morphological Properties of Sepiolite-Filled Ethylene Propylene Diene Monomer Composites. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*. **2018**. Vol(22) No.5.
- [46] Alfannakh, H. Nonisothermal Kinetic Analysis and AC Conductivity for Polyvinyl Chloride (PVC)/Zinc Oxide (ZnO) Nanocomposite. *Advances in Polymer Technology*. **2020**.
- [47] Demir, A.P.T. Ulutan, S. Assessment of Degradation of Plasticized poly(vinyl chloride) Films Through Polyene Formation Under Isothermal Conditions. *J. Apply. Polym. Sci*. **2017**.
- [48] Botros, S.H. Rozeik, N.N. Chodak, I. Moustafa, F. Morphology and Mechanical Properties of PVC/Poly (MMA)-*b*-Poly (N-Butyl Acrylate)-*b*-Poly(MMA) Triblock Copolymer Blends. *Chem. Listy*. **2013**. 107, s40-s100.

- [49] Majid, R.A. Taib, R.M. Ismail, H. Effect of Poly(Vinyl Chloride)-Grafted-Maleic Anhydride On The Poly Vinyl Chloride Natural Rubber/Kenaf Core Powder Composite. *Adv. Materials Research*. **2016**. Vol(1133), 151-155.
- [50] Penas, M.I. Calafel, M.I. Aguirresarobe, R.H. Tierno, M. Conde, J.I. Pascual, B. Santamaria, A. How is Rheology Involved in 3D Printing of Phase-Separated PVC-Acrylate Copolymers Obtained by Free Radical Polymerization. *Polymers*. **2020**. Vol(12), 2070.
- [51] Oteyaka, H.C. Oteyaka, M.O. Chemical and Mechanical Properties Analysis of Extruded Polyvinil Chloride (PVC)/Sepiolite Composite. *Sakarya University Journal of Science*. **2019**. 23(4), 633-640.
- [52] Li, X. Xia, C. Li, J. Zhou, X. Design and Build An Elastic Crosslinked Network To Strengthen And Toughen Soybean-Meal Based Bioadhesive Using Organo Sepiolite And Greener Crosslinker Triglycidylamine. *Polymer Testing*. **2020**. 89, 106648.
- [53] Wang, K. Li, T. Xie, S. Wu, X. Huang, W. Tian, Q. Yan, W. Influence Of Organo Sepiolite On The Morphological And Rheological Properties Of PP/ABS Blends. *Polymers*. **2019**. 11, 1493.

LAMPIRAN

LAMPIRAN I

Foto Alat dan Bahan Proses pembuatan PVC-g-MA dan PVC-g-BA dengan pengisi sepiolite dan organo sepiolite



Serbuk PVC



Serbuk PVC-g-MA



Serbuk PVC-g-BA



PVC tanpa filler



Alat Hotpress



PVC-g-MA



PVC-g-BA



Alat Uji Kuat Tarik

LAMPIRAN II

Surat Penerimaan (*Letter of Acceptance*) publikasi pada prosiding seminar internasional bereputasi



THE 2nd INTERNATIONAL CONFERENCE ON CHEMICAL SCIENCE
AND TECHNOLOGY INNOVATION 2021
DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCE
UNIVERSITAS SUMATERA UTARA
JALAN BIOTEKNOLOGI NO. 1 MEDAN 202155
SUMATERA UTARA-INDONESIA

Reference Number : 131 /ICOCSTI/VII/2021 01 December 2021
Object : Letter of Acceptance
Attachment : none (-)

Dear Ungkap Siahaan,
Universitas Sumatera Utara

Thank you for submitting your manuscript at "ICOCSTI 2021". We are pleased to inform that peer review process and editorial review process have been completed for your manuscript.

Manuscript no. : 15988
Title : **Mechanical, Morphological and Thermal Characteristics of Dioctylphthalate-plastisised Polyvinylchloride Resin Containing Sepiolite Clays**
Author(s) : **Ungkap Siahaan, Basuki Wirjosentono, Darwin Yunus Nasution, Cut Fatimah Zuhra and Diana Adnanda Nasution**

We are already with the final decision. We are happy to inform you that your manuscript is officially Accepted for publication in **AIP Conference Proceeding**.

Once your manuscript is moved to publishing, our production editor will keep you informed of your article's progress. You will also receive a galley proof of your manuscript for final review. We are excited to move forward with your submission.

Please feel free to contact us (icocsti@usu.ac.id) if you have any questions about your manuscript. We try to respond to you quickly.

Thank you for your interest in our conference.

Best regards,

Chairman of International Conference on
Chemical Science and Technology Innovation
(ICOCSTI-2021)



LAMPIRAN III

Sertifikat Proceeding



Certificate

No : 107/ICOCSTI/XI/2021

Awarded to:

Ungkap Siahaan

as

Presenter

with paper's title

Mechanical, Morphological and Thermal Characteristics of Dioctylphthalate-plastisised Polyvinylchloride Resin Containing Sepiolites Nanoclay

in Recognition of His/Her Valuable Partisipation in
The 2nd International Conference on Chemical Science and Technology Innovation (ICOCSTI) 2021
Medan, November 24th, 2021

Organized by Chemistry Study Program
Faculty of Mathematics and Natural Science, Universitas Sumatera Utara

Dean



Dr. Nursahara Pasaribu, M.Sc.

Chairman



Dr. Muhammad Taufik, S.Si, M.Si.



LAMPIRAN IV

Publikasi pada prosiding seminar internasional bereputasi 2nd ICOCSTI 2021

Mechanical, Morphological and Thermal Characteristics of Dioctylphthalate-plastisised Polyvinylchloride Resin Containing Sepiolite Clays

Ungkap Siahaan¹, Basuki Wirjosentono^{1*}, Darwin Yunus Nasution¹, Cut Fatimah Zuhra¹, Diana Adnanda Nasution², Tanty Naomi Siahaan¹

¹Department of Chemistry, Universitas Sumatera Utara, Medan 20155, Indonesia

²School of Materials and Mineral Resources Engineering, Universiti Sains Malaysia, Penang Malaysia

*Corresponding author email: basuki@usu.ac.id

Abstract

Polyvinylchloride (PVC) resins have been used widely as electrical insulating cables, which required standard engineering specifications and have been exposed against heat and harsh environment even under fire. Sepiolites (Sep) clays, which contain hydrous magnesium silicates, have been utilized as fillers for rubber blends to improve mechanical, morphological and thermal properties of the blends. In this works dioctylphthalate (DOP)-plastisised PVC resins have been blended with various loading of sepiolite clays in reflux reactor of tetrahydrofuran (THF) solution under stirring at optimum condition. Mechanical, morphological and thermal properties of the resulted dried resins were characterized. It was found that optimum result of the PVC resin with improved tensile strength and considerable elongation at break was obtained when loadings of Sepiolites: 10 php (per hundred resin) in constant 30 php loading of DOP. Morphological measurement of fracture surface of optimum PVC resin exhibited finely distributed of sepiolite filler, whereas that of its corresponding higher loading of sepiolite showed the presence and voids due to pullout of agglomerated bigger size sepiolite filler. Thermogravimetric analysis (TGA) of the PVC resins containing increased loadings of sepiolite fillers indicated decreased total weight loss and increased char residue at their decomposition temperature when compared to those of PVC resins without filler and, which revealed their better thermal stability.

Keywords: polyvinylchloride resins, sepiolite clay, dioctylphthalate, modifications, thermal stability

Background

Polyvinylchloride (PVC) resin, as the second largest produced thermoplastics after polyethylene (PE) followed by polypropylene (PP) and polystyrene (PS), has been used widely not only as commodity and engineering materials but also as speciality and medical materials, [1], [2]. In addition PVC is more advantageous economically as engineering materials when compared to the other thermoplastics since the PVC can be plastisised to produce wider range of hard to flexible and soft plastic goods and engineering parts, [3]. However, PVC resin is originally more susceptible to thermal degradation and combustion due to the presence of chlorine, which accelerate the release of hydrochloric acid when used in high temperature environment, [4], [5]. The presence of semi-solid plastisiers (upto 30 % weight) in

flexible PVC products, such as electrical cables, also increase their thermal degradability and flammability, [6]. Therefore during manufacturing, PVC resins have been incorporated and modified with various thermal stabilizer, fire retardant additives and fillers to improve their stability against heat and fire during utilization at high temperature environments, [7], [8].

Recently, various inorganic and organic clays have been used as additives in rubber and plastic processing to improve mechanical as well as thermal characteristics of the polymer products, [9]. Sepiolite is an inorganic clay containing needle-like crystals of magnesium silicate hydrates has been utilized in rubber processing and tyre manufacturing to improve mechanical, thermal and wettability properties of the rubber products, [10], [11]. When incorporated in thermoplastic resins, such as PVC, however, compatibility of the sepiolites were lower due to their high differences of hydrophilicity with the thermoplastic matrices, [12]. Various attempts have been carried out to improve compatibility of sepiolite fillers in thermoplastics resins, such as by using organic surfactant-coated sepiolites, [13]. Other attempts were by physical and chemical modifications of the thermoplastic resins with monomeric modifiers such as maleic and acrylic derivatives prior to incorporation with the sepiolite fillers, [14]. Various adhesion promoters based on polymer-grafted maleic and acrylic as well as cellulosic crystals have also been utilized to promote adhesion of thermoplastic resins of hydrophilic filler surfaces, which hence improve mechanical and morphological characteristics of the thermoplastics resins, [15], [16].

Experimentals

Preparations of PVC resins

Fresh PVC resin, dioctylphthalate (DOP) and sepiolites (Sep) were mixed in tetrahydrofuran (THF) solvent under intensive stirring based on compositions as shown in Table 1. The mixtures were then casted on a glass plates, dried in open air and under vacuum at constant temperature 40°C to constant weight. The dried PVC resins were then cut to tensile test specimens according to DIN 50125 standard, [16].

Table 1. Preparations of DOP-plastisised PVC resins containing various loadings of Sepiolites (php: per hundred polimer)

Samples	Compositions	DOP loadings (php)	Sepiolites loadings (php)
PVC Resin 1	PVC/DOP/Sep	30	5
PVC Resin 2	PVC/DOP/Sep	30	7
PVC Resin 3	PVC/DOP/Sep	30	10
PVC Resin 4	PVC/DOP/Sep	30	15

Characterisatios of PVC resins

Dumbbell-shaped specimens were cut from the casted sheets and tested for their tensile strengths and elongation at breaks, according to ASTM D412-92, using a universal testing machine (Instron 3366) at a crosshead speed of 500 mm/min with 10 kN load. Morphology of surface fractures of the PVC resins were tested using scanning electron microscopy (VPFESEM), model Zeiss Supra 35-VP, Carl Zeiss NTS GmbH, Oberkochen, Germany after coating with a thin layer of gold-palladium.

Thermal properties of the PVC resins were characterized using a Shimadzu DTG-60 thermogravimeter, (heating range 30° – 600°C, heating rate: 10°C/minute), [15].

Results and discussions

Mechanical properties

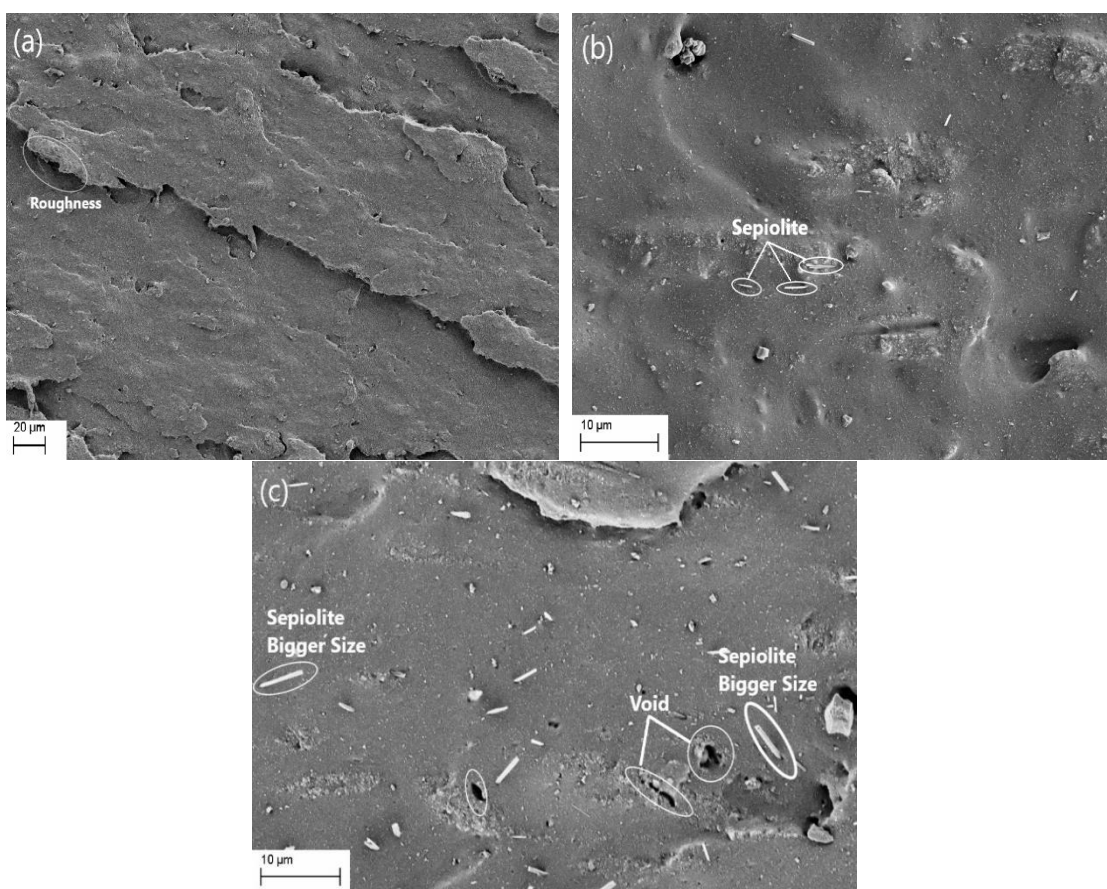
Results of mechanical tests (tensile strength and elongation at break) of dioctylphthalate (DOP)-plasticised polyvinylchloride (PVC) resins were shown in Table 2, in which content of DOP were maintained constant (30 php: per hundred PVC resin), and loadings of the sepiolite clay (Sep) fillers were varied. It was indicated that at low loading (5-10 php) the sepiolite clays functioned as reinforcement, which increased tensile strengths (16.3-38.6 MPa), whereas their elongation at breaks were decreased (180.5-150.6 %). However, further increased of sepiolite loading (10-15 php) their tensile strength were decreased again (38.6-31.8 MPa), whereas their elongation at breaks were also decreased (150.6-120.8 %). These were due to that the sepiolite fillers were reaching their saturation loading, which no longer filled spaces between molecular bundle of PVC bulk and formed agglomeration, increased their particle size and decreased adhesion with the PVC matrices, [8], [15]. Therefore, optimum condition of PVC resin with improved tensile strength and considerable elongation at break was obtained when sepiolite loading was 10 php in the presence of 30 php DOP plasticiser. These phenomena will be investigated further by morphological measurement of fracture surfaces of the related PVC resins.

Table 2. Mechanical properties of DOP (30 php)-plasticised PVC resins containing various loadings (php: per hundred polymer) of Sepiolites (Sep), according to DIN 50125 standard

Sample	Compositions	DOP loadings (php)	Sepiolites loadings (php)	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
PVC Resin 1	PVC/DOP/Sep	30	5	23.4	176.3
PVC Resin 2	PVC/DOP/Sep	30	7	31.2	160.3
PVC Resin 3	PVC/DOP/Sep	30	10	38.6	150.6
PVC Resin 4	PVC/DOP/Sep	30	15	31.8	120.8
PVC Flexible	PVC/DOP	30	0	16.3	180.5
PVC Fresh	PVC	0	0	52.5	53.2

Morphological testing

Figures 1 were SEM micrographs of fracture surfaces of DOP-plasticised PVC resins containing various loadings of sepiolites (Sep). As shown in Figure 1(a) that of PVC resins without sepiolite, the fracture surface exhibited surface roughness due to tensile fracture of the PVC matrices. At optimum condition that of PVC resin containing sepiolite 10 php, Figure 1(b), the fracture surface exhibited smooth surface with well distributed sepiolite fillers which functioned as reinforcement and improved tensile strength. When the sepiolite filler were further increased to 15 php, Figure 1(c), the fracture surface exhibited bigger size of agglomerated sepiolite fillers as well as voids due to pull out of the agglomerated fillers during tensile tests, which in-turn decreased their tensile strength, [10], [16].



Figures 1. SEM micrographs of fracture surfaces of DOP-plasticised PVC resins containing various loadings of Sepiolites (Sep), (a) without sepiolite, (b) containing sepiolite 10 php, (c) containing sepiolite 15 php.

Thermogravimetric analysis

Results of thermogravimetric analysis of the PVC resins were shown in Table 3 and Figure 2. It was indicated that increased of sepiolite loadings did not affect both temperatures of 5 % loss and 50% loss of the PVC resins (252.1°-260.6°C and 317.7°-323.8°C, respectively). However it was clearly indicated that increased of sepiolite loadings (upto 15 php) have decreased maximum weight loss (68.7-62.6 %), and increased char residue at 500°C (24.6-30.8 %). These revealed that the presence of sepiolite fillers functioned as thermal stabilizer, by formation of char during thermal decomposition of the PVC resins, which covered surfaces of the PVC resins, inhibited access of air oxygen and further thermal decomposition of the PVC resins, [5], [16].

Table 3. Thermogravimetric (TGA) characteristics of sepiolite-filled DOP-plastised PVC resins, heating range from 30° - 500°C, heating rate 10°C/minute

No	Sepiolite Content (php)	Temp. at 5% wt, Loss (°C)	Temp. at 50% wt, Loss (°C)	Max wt. Loss (%)	Char residue at 500°C (%)
1	0	252.1	317.7	68.7	24.6
2	5	254.4	320.6	67.4	27.8
3	10	260.6	323.7	63.1	29.7
4	15	260.6	323.8	62.6	30.8

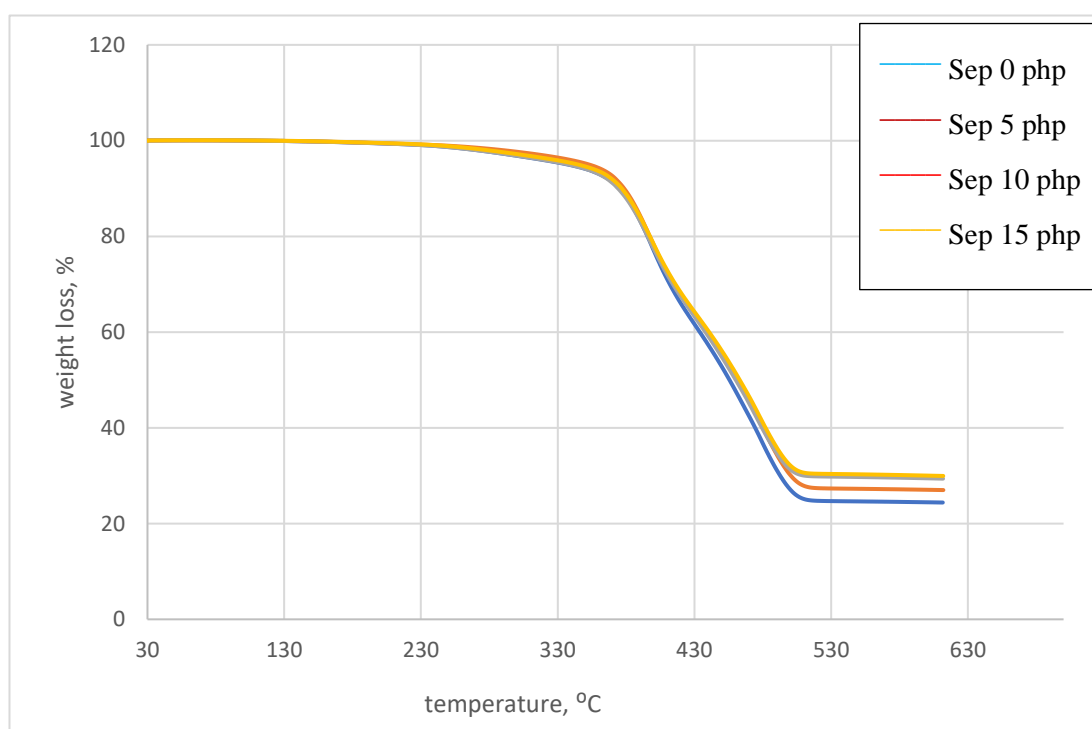


Figure 2. Thermogravimetric (TGA) thermograms of sepiolite-filled DOP-plastised PVC resins, heating range from 30° - 500°C, heating rate 10°C/minute

Conclusion

Low loading of sepiolite clays functioned as reinforcement, which increased tensile strengths and decreased elongation at breaks. However, further increased of sepiolite loading their tensile strength and elongation at breaks were decreased again, due to that the sepiolite fillers were reaching their saturation and formed agglomeration, increased their particle size and decreased adhesion with the PVC matrices.

Fracture surface sepiolite-filled PVC resin at optimum condition exhibited smooth surface with well distributed sepiolite fillers which functioned as reinforcement and improved tensile strength. When the sepiolite filler were further increased, the fracture surface exhibited bigger size of agglomerated sepiolite fillers as well as voids due to pull out of the agglomerated fillers during tensile tests,

The presence of sepiolite fillers functioned as thermal stabilizer, by formation of char during thermal decomposition of the PVC resins, which covered surfaces of the PVC

resins, inhibited access of air oxygen and further thermal decomposition of the PVC resins.

References

- [1] Long, Y. L.; Jiang, W.; Wu, X.; Wang, Q. Grafted copolymerization of N-phenylmaleimide and styrene in porous polyvinyl chloride particles suspended in aqueous solution. *Designed Monomers and Polymers* **2019**, *22* (1), 66-78.
- [2] Qu, H.; Wu, W.; Xie, J.; Xu, J. A novel intumescent flame retardant and smoke suppression system for flexible PVC. *Polym. Adv. Technol.* **2011**, *22* (7), 1174-1181.
- [3] Li, W.; Belmont, B.; Shih, A. Design and manufacture of polyvinyl chloride (PVC) tissue mimicking material for needle insertion. *Procedia Manufacturing* **2015**, *1*, 866-878.
- [4] Darvishi, R.; Esfahany, M. N.; Bagheri, R. S-PVC grain morphology: a review. *Industrial & Engineering Chemistry Research* **2015**, *54* (44), 10953-10963.
- [5] Hirschler, M. M. Poly (vinyl chloride) and its fire properties. *Fire Mater.* **2017**, *41* (8), 993-1006.
- [6] Xu, J.; Liu, C.; Qu, H.; Ma, H.; Jiao, Y.; Xie, J. Investigation on the thermal degradation of flexible poly (vinyl chloride) filled with ferrites as flame retardant and smoke suppressant using TGA-FTIR and TGA-MS. *Polym. Degrad. Stab.* **2013**, *98* (8), 1506-1514.
- [7] ZHANG, T.-h.; ZHANG, Q.-h.; LI, J.-z. Research Progress and Application Prospect of Wood-plastic Composites. *Packaging Engineering* **2008**, (2), 70.
- [8] Pi, H.; Guo, S.-Y. A STUDY ON MECHANOCHEMICAL MODIFICATION OF PVC/FLAME RETARDANT AND SMOKE-SUPPRESSANT ADDITIVES SYSTEM. *Gaofenzi Cailiao Kexue yu Gongcheng(Polymer Materials Science & Engineering)* **2004**, *20* (4), 156-159.
- [9] Turhan, Y.; Doğan, M.; Alkan, M. Characterization and some properties of poly (vinyl chloride)/sepiolite nanocomposites. *Adv. Polym. Tech.* **2013**, *32* (S1), E65-E82.
- [10] Acosta, J.; Ojeda, M.; Morales, E.; Linares, A. Morphological, structural, and interfacial changes produced in composites on the basis of polypropylene and surface-treated sepiolite with organic acids I. Surface treatment and characterization of the sepiolites. *J. Appl. Polym. Sci.* **1986**, *31* (7), 2351-2359.
- [11] Tartaglione, G.; Tabuani, D.; Camino, G. Thermal and morphological characterisation of organically modified sepiolite. *Microporous Mesoporous Mater.* **2008**, *107* (1-2), 161-168.
- [12] Li, W.; Li, S.; Cheng, Z.; Hu, X.; Yang, W.; Yao, Y. The effect of flame retardant-modified sepiolite nanofibers on thermal degradation and fire retardancy of low-density polyethylene. *J. Therm. Anal. Calorim.* **2019**, *138* (2), 1011-1019.
- [13] Hammiche, D.; Boukerrou, A.; Guermazi, N.; Arrakhiz, F. E. Effects of types of PVC-g-MA on wettability and dynamical behavior of polyvinyl Chloride/Alfa composites. *Materials Today: Proceedings* **2020**.
- [14] Salazar Avalos, A.; Hakkarainen, M.; Odellius, K. Superiorly plasticized PVC/PBSA blends through crotonic and acrylic acid functionalization of PVC. *Polymers* **2017**, *9* (3), 84.

- [15] Mahendra, I.; Wirjosentono, B.; Ismail, H.; Mendez, J.; Causin, V. The influence of maleic anhydride-grafted polymers as compatibilizer on the properties of polypropylene and cyclic natural rubber blends. *Journal of Polymer Research* **2019**, 26 (9), 215.
- [16] Wirjosentono, B.; Tamrin; Siregar, A. H.; Sukatik; Nasution, D. A. Compatibility and Thermal Properties of Maleic Anhydride-grafted-Polystyrene Containing Microcrystal cellulose (Avicel) as Raw Material for Soil Binder. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* **2019**, 578, 012070.

LAMPIRAN V

RESEARCH ARTICLE | MAY 24 2023

Mechanical, morphological and thermal characteristics of dioctylphthalate-plastisised polyvinylchloride resin containing sepiolite clays

■

Ungkap Siahaan; Basuki Wirjosentono · ; Darwin Yunus Nasution; ... et. al

AIP Conference Proceedings 2626,
040015 (2023)
<https://doi.org/10.1063/5.0136124>



CrossMark

- View
- Online
- Export
- Citation

Check for updates

Articles You May Be Interested In

Iron–sepiolite magnetorheological fluids with improved performances

Journal of Rheology (January 2019)

The effect of sepiolite loading on curing and tensile properties of sepiolite filled natural rubber/styrene-butadiene rubber (SMR L/SBR) blends

AIP Conference Proceedings (September 2020)

Copolyamide/sepiolite nanocomposites with enhanced stiffness and toughness

Downloaded from http://pubs.aip.org/aip/acp/article-pdf/doi/10.1063/1.5136124/17811206/040015_1_5.0136124.pdf

Time to get excited.
Lock-in Amplifiers – from DC to 8.5 GHz

[Find out more](#)

Zurich Instruments

Mechanical, Morphological and Thermal Characteristics of Dioctylphthalate-plastisised Polyvinylchloride Resin Containing Sepiolite Clays

Ungkap Siahaan¹, Basuki Wirjosentono^{1, a)}, Darwin Yunus Nasution¹, Cut Fatimah Zuhra¹, Diana Adnanda Nasution² and Tanty Naomi Siahaan¹

¹Department of Chemistry, Universitas Sumatera Utara, Medan 20155, Indonesia

²School of Materials and Mineral Resources Engineering, Universiti Sains Malaysia, Penang Malaysia

^{a)}Corresponding author email: basuki@usu.ac.id

Abstract. Polyvinylchloride (PVC) resins have been used widely as electrical insulating cables, which required standard engineering specifications and have been exposed against heat and harsh environment even under fire. Sepiolites (Sep) clays, which contain hydrous magnesium silicates, have been utilized as fillers for rubber blends to improve mechanical, morphological and thermal properties of the blends. In this works dioctylphthalate (DOP)-plastisised PVC resins have been blended with various loading of sepiolite clays in reflux reactor of tetrahydrofuran (THF) solution under stirring at optimum condition. Mechanical, morphological and thermal properties of the resulted dried resins were characterized. It was found that optimum result of the PVC resin with improved tensile strength and considerable elongation at break was obtained when loadings of Sepiolites: 10 phr (per hundred resin) in constant 30 phr loading of DOP. Morphological measurement of fracture surface of optimum PVC resin exhibited finely distributed of sepiolite filler, whereas that of its corresponding higher loading of sepiolite showed the presence and voids due to pullout of agglomerated bigger size sepiolite filler. Thermogravimetric analysis (TGA) of the PVC resins containing increased loadings of sepiolite fillers indicated decreased total weight loss and increased char residue at their decomposition temperature when compared to those of PVC resins without filler and, which revealed their better thermal stability.

INTRODUCTION

Polyvinylchloride (PVC) resin, as the second largest produced thermoplastics after polyethylene (PE) followed by polypropylene (PP) and polystyrene (PS), has been used widely not only as commodity and engineering materials but also as speciality and medical materials, [1], [2]. In addition PVC is more advantageous economically as engineering materials when compared to the other thermoplastics since the PVC can be plastisised to produce wider range of hard to flexible and soft plastic goods and engineering parts, [3]. However, PVC resin is originally more susceptible to thermal degradation and combustion due to the presence of chlorine, which accelerate the release of hydrochloric acid when used in high temperature environment, [4], [5]. The presence of semi-solid plastisisers (upto 30 % weight) in flexible PVC products, such as electrical cables, also increase their thermal degradability and flammability, [6]. Therefore during manufacturing, PVC resins have been incorporated and modified with various thermal stabilizer, fire retardant additives and fillers to improve their stability against heat and fire during utilization at high temperature environments, [7], [8].

Recently, various inorganic and organic clays have been used as additives in rubber and plastic processing to improve mechanical as well as thermal characteristics of the polymer products, [9]. Sepiolite is an inorganic clay containing needle-like crystals of magnesium silicate hydrates has been utilized in rubber processing and tyre manufacturing to improve mechanical, thermal and wettability properties of the rubber products, [10], [11]. When incorporated in thermoplastic resins, such as PVC, however, compatibility of the sepiolites were lower due to their high differences of hydrophilicity with the thermoplastic matrices, [12]. Various attempts have been carried out to

The 2nd International Conference on Chemical Science and Technology Innovation (ICOCSTI 2021)

AIP Conf. Proc. 2626, 040015-1–040015-5;
<https://doi.org/10.1063/5.0136124>Published by AIP Publishing. 978-0-7354-4505-5/\$30.00

improve compatibility of sepiolite fillers in thermoplastics resins, such as by using organic surfactant-coated sepiolites, [13]. Other attempts were by physical and chemical modifications of the thermoplastic resins with monomeric modifiers such as maleic and acrylic derivatives prior to incorporation with the sepiolite fillers, [14]. Various adhesion promoters based on polymer-grafted maleic and acrylic as well as cellulosic crystals have also been utilized to promote adhesion of thermoplastic resins of hydrophilic filler surfaces, which hence improve mechanical and morphological characteristics of the thermoplastics resins, [15], [16].

EXPERIMENTALS

Preparations of PVC Resins

Fresh PVC resin, dioctylphthalate (DOP) and sepiolites (Sep) were mixed in tetrahydrofuran (THF) solvent under intensive stirring based on compositions as shown in Table 1. The mixtures were then casted on a glass plates, dried in open air and under vacuum at constant temperature 40°C to constant weight. The dried PVC resins were then cut to tensile test specimens according to DIN 50125 standard, [16].

TABLE 1. Preparations of DOP-plastisised PVC resins containing various loadings of Sepiolites (phr: per hundred resin)

Samples	Compositions	DOP loadings (phr)	Sepiolites loadings (phr)
PVC Resin 1	PVC/DOP/Sep	30	5
PVC Resin 2	PVC/DOP/Sep	30	7
PVC Resin 3	PVC/DOP/Sep	30	10
PVC Resin 4	PVC/DOP/Sep	30	15

Characterisation of PVC Resins

Dumbbell-shaped specimens were cut from the casted sheets and tested for their tensile strengths and elongation at breaks, according to ASTM D412-92, using a universal testing machine (Instron 3366) at a crosshead speed of 500 mm/min with 10 kN load. Morphology of surface fractures of the PVC resins were tested using scanning electron microscopy (VPFESEM), model Zeiss Supra 35-VP, Carl Zeiss NTS GmbH, Oberkochen, Germany after coating with a thin layer of gold-palladium. Thermal properties of the PVC resins were characterized using a Shimadzu DTG-60 thermogravimeter, (heating range 30° – 600°C, heating rate: 10°C/minute), [15].

RESULTS AND DISCUSSIONS

Mechanical Properties

Results of mechanical tests (tensile strength and elongation at break) of dioctylphthalate (DOP)-plastisised polyvinylchloride (PVC) resins were shown in Table 2, in which content of DOP were maintained constant (30 phr: per hundred PVC resin), and loadings of the sepiolite clay (Sep) fillers were varied. It was indicated that at low loading (5-10 phr) the sepiolite clays functioned as reinforcement, which increased tensile strengths (16.3-38.6 MPa), whereas their elongation at breaks were decreased (180.5-150.6 %). However, further increased of sepiolite loading (10-15 phr) their tensile strength were decreased again (38.6-31.8 MPa), whereas their elongation at breaks were also decreased (150.6-120.8 %). These were due to that the sepiolite fillers were reaching their saturation loading, which no longer filled spaces between molecular bundle of PVC bulk and formed agglomeration, increased their particle size and decreased adhesion with the PVC matrices, [8], [15]. Therefore, optimum condition of PVC resin with improved tensile strength and considerable elongation at break was obtained when sepiolite

loading was 10 phr in the presence of 30 phr DOP plastisiser. These phenomena will be investigated further by morphological measurement of fracture surfaces of the related PVC resins.

TABLE 2. Mechanical properties of DOP (30 phr)-plastisised PVC resins containing various loadings (phr: per hundred resin) of Sepiolites (Sep), according to DIN 50125 standard

Sample	Compositions	DOP loadings (phr)	Sepiolites loadings (phr)	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
PVC Resin 1	PVC/DOP/Sep	30	5	23.4	176.3
PVC Resin 2	PVC/DOP/Sep	30	7	31.2	160.3
PVC Resin 3	PVC/DOP/Sep	30	10	38.6	150.6
PVC Resin 4	PVC/DOP/Sep	30	15	31.8	120.8
PVC Flexible	PVC/DOP	30	0	16.3	180.5
PVC Fresh	PVC	0	0	52.5	53.2

Morphological Testing

Figures 1 were SEM micrographs of fracture surfaces of DOP-plastisised PVC resins containing various loadings of sepiolites (Sep). As shown in Figure 1(a) that of PVC resins without sepiolite, the fracture surface exhibited surface roughness due to tensile fracture of the PVC matrices. At optimum condition that of PVC resin containing sepiolite 10 phr, Figure 1(b), the fracture surface exhibited smooth surface with well distributed sepiolite fillers which functioned as reinforcement and improved tensile strength. When the sepiolite filler were further increased to 15 phr, Figure 1(c), the fracture surface exhibited bigger size of agglomerated sepiolite fillers as well as voids due to pull out of the agglomerated fillers during tensile tests, which in-turn decreased their tensile strength, [10], [16].

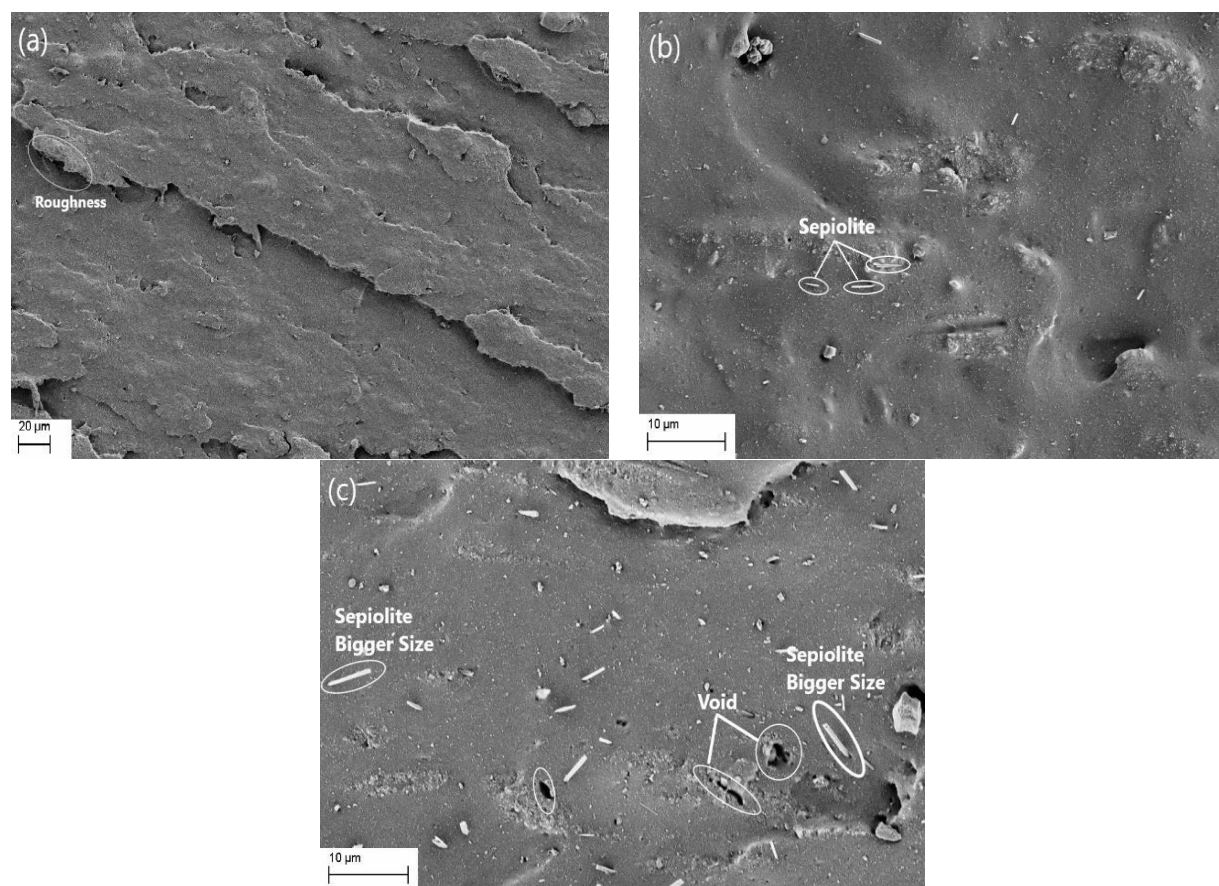


FIGURE 1. SEM micrographs of fracture surfaces of DOP-plastisised PVC resins containing various loadings of Sepiolites(Sep), (a) without sepiolite, (b) containing sepiolite 10 phr, (c) containing sepiolite 15 phr.

Thermogravimetric Analysis

Results of thermogravimetric analysis of the PVC resins were shown in Table 3 and Figure 2. It was indicated that increased of sepiolite loadings did not affect both temperatures of 5 % loss and 50% loss of the PVC resins (252.1° - 260.6°C and 317.7°-323.8°C, respectively). However it was clearly indicated that increased of sepiolite loadings (upto 15 phr) have decreased maximum weight loss (68.7-62.6 %), and increased char residue at 500°C (24.6-30.8 %). These revealed that the presence of sepiolite fillers functioned as thermal stabilizer, by formation of char during thermal decomposition of the PVC resins, which covered surfaces of the PVC resins, inhibited access of air oxygen and further thermal decomposition of the PVC resins, [5], [16].

TABLE 3. Thermogravimetric (TGA) characteristics of sepiolite-filled DOP-plastised PVC resins, heating range from 30° - 500°C, heating rate 10°C/minute

No	Sepiolite Content (phr)	Temp. at 5% wt, Loss (°C)	Temp. at 50% wt, Loss (°C)	Max wt. Loss (%)	Char residue at 500°C (%)
1	0	252.1	317.7	68.7	24.6
2	5	254.4	320.6	67.4	27.8
3	10	260.6	323.7	63.1	29.7
4	15	260.6	323.8	62.6	30.8

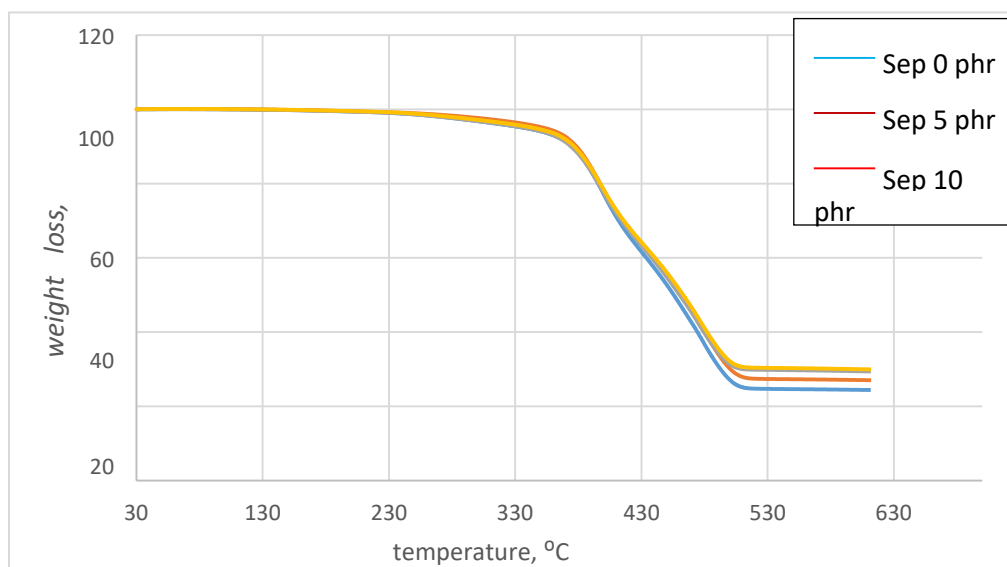


FIGURE 2. Thermogravimetric (TGA) thermograms of sepiolite-filled DOP-plastised PVC resins, heating range from 30° - 500°C, heating rate 10°C/minute

CONCLUSION

Low loading of sepiolite clays functioned as reinforcement, which increased tensile strengths and decreased elongation at breaks. However, further increased of sepiolite loading their tensile strength and elongation at breaks were decreased again, due to that the sepiolite fillers were reaching their saturation and formed agglomeration, increased their particle size and decreased adhesion with the PVC matrices. Fracture surface sepiolite-filled PVC resin at optimum condition exhibited smooth surface with well distributed sepiolite fillers which functioned as reinforcement and improved tensile strength. When the sepiolite filler were further increased, the fracture surface exhibited bigger size of agglomerated sepiolite fillers as well as voids due to pull out of the agglomerated fillers during tensile tests. The presence of sepiolite fillers functioned as thermal stabilizer, by formation of char during

thermal decomposition of the PVC resins, which covered surfaces of the PVC resins, inhibited access of air oxygen and further thermal decomposition of the PVC resins.

REFERENCES

1. Long, Y. L.; Jiang, W.; Wu, X.; Wang, Q. *Designed Monomers and Polymers*, 22 (1), 66-78 (2019).
2. Qu, H.; Wu, W.; Xie, J.; Xu, J. *Polym. Adv. Technol.*, 22 (7), 1174-1181 (2011).
3. Li, W.; Belmont, B.; Shih, A. *Procedia Manufacturing*, 1, 866-878 (2015).
4. Darvishi, R.; Esfahany, M. N.; Bagheri, R. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 54 (44), 10953-10963 (2015).
5. Hirschler, M. *Fire Mater.* 41 (8), 993-1006 (2017).
6. Xu, J.; Liu, C.; Qu, H.; Ma, H.; Jiao, Y.; Xie, J. *Polym. Degrad. Stab.* 98 (8), 1506-1514 (2013).
7. ZHANG, T.-h.; ZHANG, Q.-h.; LI, J.-z. *Packaging Engineering*, (2), 70 (2008).
8. Pi, H.; Guo, S.-Y. *Gaofenzi Cailiao Kexue yu Gongcheng (Polymer Materials Science & Engineering)*, 20 (4), 156-159 (2004).
9. Turhan, Y.; Doğan, M.; Alkan, M. *Adv. Polym. Tech.* 32 (S1), E65-E82 (2013).
10. Acosta, J.; Ojeda, M.; Morales, E.; Linares, A. *J. Appl. Polym. Sci.* 31 (7), 2351-2359 (1986).
11. Tartaglione, G.; Tabuani, D.; Camino, G. *Microporous Mesoporous Mater.* 107 (1-2), 161-168 (2008).
12. Li, W.; Li, S.; Cheng, Z.; Hu, X.; Yang, W.; Yao, Y. *J. Therm. Anal. Calorim.* 138 (2), 1011-1019 (2019).
13. Hammiche, D.; Boukerrou, A.; Guermazi, N.; Arrakhiz, F. E. *Materials Today: Proceedings* (2020).
14. Salazar Avalos, A.; Hakkarainen, M.; Odelius, K. *Polymers*, 9 (3), 84 (2017).
15. Mahendra, I.; Wirjosentono, B.; Ismail, H.; Mendez, J.; Causin, V. *Journal of Polymer Research*, 26 (9), 215 (2019).
16. Wirjosentono, B.; Tamrin; Siregar, A. H.; Sukatik; Nasution, D. A. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 578, 012070 (2019).



Mechanical, Morphological and Thermal Properties of Dioctylphthalate-Plasticized Polyvinyl Chloride Reinforced Sepiolite/MgO

UNGKAP SIAHAAN¹, BASUKI WIRJOSENTONO^{2*}, DARWIN YUNUS NASUTION², CUT FATIMAH ZUHRA²

¹Postgraduate School, Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Science, Universitas Sumatera Utara, Jl. Bioteknologi No.1 Medan 20155, Indonesia

²Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Universitas Sumatera Utara, Jl. Bioteknologi No.1 Medan 20155, Indonesia

Abstract: *The search for nanofillers in polymer industries to improve composite material properties for several purposes has increased significant interest. In this study, dioctyl phthalate-plasticized polyvinyl chloride (PVC) reinforced either with sepiolite or MgO was produced in which the characteristic of composite sepiolite/MgO-filled was compared. Sepiolite and MgO were added into PVC matrices with 5, 10, and 20 phr concentrations. The product was characterized using analytical techniques such as SEM, TGA, DSC, and the mechanical properties regarding ASTM D 638 Type IV. The tensile strength of the composite increased with the presence of sepiolite and MgO. The highest result showed at the concentration of 5 phr. However, the elongation at the break of the composite decreased with the addition of MgO. The morphology analysis showed that PVC-filled sepiolite had a rough surface with a sharp fracture, but no sharp fracture was found in the PVC-filled MgO. At a concentration of 5 phr, both sepiolite and MgO increased the thermal properties of PVC with a residue of PVC control, PVC-Sepiolite, and PVC-MgO at 14.74%, 19.34%, and 26.33% respectively.*

Keywords: *nanofiller, clays, thermoplastics, polymer industries, thermal stabilizer*