

PENGARUH NANO-PRECIPIATED CALCIUM CARBONATE TERHADAP KUALITAS KOMPOSIT POLIVINIL KLORIDA

(EFFECT OF NANO-PRECIPIATED CALCIUM CARBONATE ON QUALITY OF POLYVINYL CHLORIDE COMPOSITES)

Dwi Wahini Nurhajati^{Sri}¹, Brotoningsih, P.L.²

Balai Besar Kulit, Karet dan Plastik
Jalan Sokonandi 9 Yogyakarta
dwiwahini@yahoo.com

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian pengaruh *nano-precipitated calcium carbonate* (NPCC) terhadap kualitas komposit polivinil klorida (PVC). Komposit PVC dipreparasi dengan menggunakan mesin *Rheomix* 3000 merek *Haake* pada suhu 165 °C, kecepatan putaran 50 rpm selama 10 menit. Komposisi PVC dan bahan aditif dibuat tetap, dan kandungan *nanofiller* NPCC divariasi 5; 10; 15 dan 20 phr (*per hundred resin*). Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh penambahan NPCC terhadap sifat termal, elektrik, maupun fisis dari komposit PVC untuk komponen elektronika. Pengujian komposit PVC hasil penelitian meliputi sifat termal, elektrik, fisis dan morfologi. Hasil SEM menunjukkan terjadi pencampuran yang homogen antara NPCC dengan PVC. Hasil uji komposit PVC memperlihatkan bahwa bahwa penambahan jumlah NPCC sampai dengan 15 phr menaikkan kekerasan, kerapatan, kuat tarik, ketahanan terhadap panas, dan *onset temperatur*, namun menurunkan sifat perpanjangan putus. Hasil uji sifat elektrik dan ketahanan terhadap percikan api semua komposit yang dibuat telah memenuhi persyaratan SNI 04-6504-2001 maupun SNI. 04-3892.1-2006, namun ketahanan terhadap panas belum dapat memenuhi persyaratan SNI yang diacu.

Katakunci: komposit PVC, *nanofiller* NPCC, sifat termal, sifat elektrik, sifat mekanik

ABSTRACT

A research on the effect of *nano-precipitated calcium carbonate* (NPCC) on quality of PVC composite has been done. PVC composites were prepared by using a *Rheomix* 3000 merk *Haake* at a temperature of 165°C, torque 50 rpm for 10 minutes. Composition of PVC and additives are made permanent, NPCC *nanofiller* content varied 5, 10, 15 and 20 phr (*per hundred resin*). The objective of this reaseach is to study the effect of adding *nano-precipitated calcium carbonate* (NPCC) on thermal, electrical, and physical properties of PVC composite for electronical components,. PVC composite test results include thermal, electrical, mechanical and morphology. SEM results show that homogeneous mixing occurs between the NPCC with PVC. PVC composite test results showed that the addition of up to 15 phr NPCC increase hardness, density, tensile strength, heat resistance, and temperature onzet, but breaking down the nature of the extension. Test results and the electrical properties of resistance to fire all the composites are made in compliance with the requirements of SNI 04-6504-2001 and SNI. 04-3892.1-2006, but resistance to heat has not been able to meet the requirements referred to SNI.

Keywords: PVC composite, *nanofiller* NPCC, thermal properties, electrical properties, physical properties

BAB I. PENDAHULUAN

Precipitated Calcium Carbonate (PCC) adalah produk turunan dari kapur yang berasal dari tambang batu gamping dan telah mengalami proses rekarbonisasi dengan rumus kimia CaCO_3 . Ketersediannya PCC di Indonesia cukup banyak yaitu sekitar 1,3 juta ton/tahun. Saat ini, pengisi berukuran nano telah menjadi pendekatan yang menarik untuk meningkatkan sifat polimer. Salah satu filler berukuran nano yang banyak digunakan diindustri plastik adalah PCC.

Perkembangan penggunaan *nanofiller* CaCO_3 telah banyak dilakukan oleh para peneliti di luar negeri, hal ini dikarenakan stabilitasnya, warna putih, dan murah. Berbagai pengisi berukuran nano, seperti montmorilonit [Wan et al 2003], silika [Charbet at al 2004]] dan kalsium karbonat [Chen et al, 2004]] dilaporkan dapat meningkatkan kekuatan, modulus dan ketangguhan. Penggunaan CaCO_3 yang telah dilapis permukaannya dengan dengan *coupling agent* dapat memperbaiki kuat tarik dan kuat dampak telah dilaporkan oleh Phueakbuakhao, *et.al.* (2008). Menurut Lyu,

et.al. (1997) suhu kristalisasi dan kristalinitas dari komposit LDPE naik dengan bertambahnya volume kalsium karbonat.

Polivinil klorida (PVC) merupakan komoditas polimer yang murah dan banyak digunakan di berbagai bidang seperti bahan bangunan, perpipaan, insulasi kabel listrik, komponen elektrik dan barang lainnya. Sebagai bahan bangunan, PVC relatif murah, tahan lama, dan mudah dirangkai. PVC murni bersifat getas namun bisa dibuat lebih elastis dan fleksibel dengan menambahkan bahan pemlastis (*plasticizer*), umumnya *phthalat*. Dalam pemrosesan PVC, aditif biasanya digunakan untuk meningkatkan sifat dan untuk stabilitas resin, seperti bahan pemlastis (*plasticizer*), bahan penstabil panas (*heat stabilizer*), bahan pengisi (*filler*), dan lain sebagainya menghasilkan apa yang disebut komposit PVC (Anonim, 2011).

Dalam beberapa tahun terakhir, nanokomposit berdasarkan pada PVC telah menarik banyak perhatian para peneliti. Saeedi *et.al.* (2011) telah mempelajari tentang pengaruh *nanoclay* dan *Low Density Polyethylene* terhadap degradasi panas dari PVC yang dipraparasi dengan menggunakan *internal mixer*. Bonadies *et al* (2011) telah meneliti pengaruh *treatment* permukaan nano partikel CaCO_3 terhadap sifat nanokomposit PVC/ CaCO_3 . Fernando and Thomas (2007) telah mempelajari pengaruh *precipitated calcium carbonate* terhadap sifat mekanikal PVC.

Diharapkan dengan penggunaan NPCC sebagai *filler* pada kompon plastik untuk komponen elektronika dapat menaikkan sifat-sifat kekuatan plastik disamping itu juga ada peningkatan sifat tahan listrik.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh penambahan NPCC terhadap sifat termal, elektrik, maupun fisis dari komposit PVC untuk komponen elektronika.

BAB II. METODE PENELITIAN

Penelitian pengaruh *nano-precipitated calcium carbonate* (NPCC) terhadap kualitas komposit polivinil klorida (PVC)

dilakukan pada bulan Februari sampai November 2011.

1. Bahan penelitian

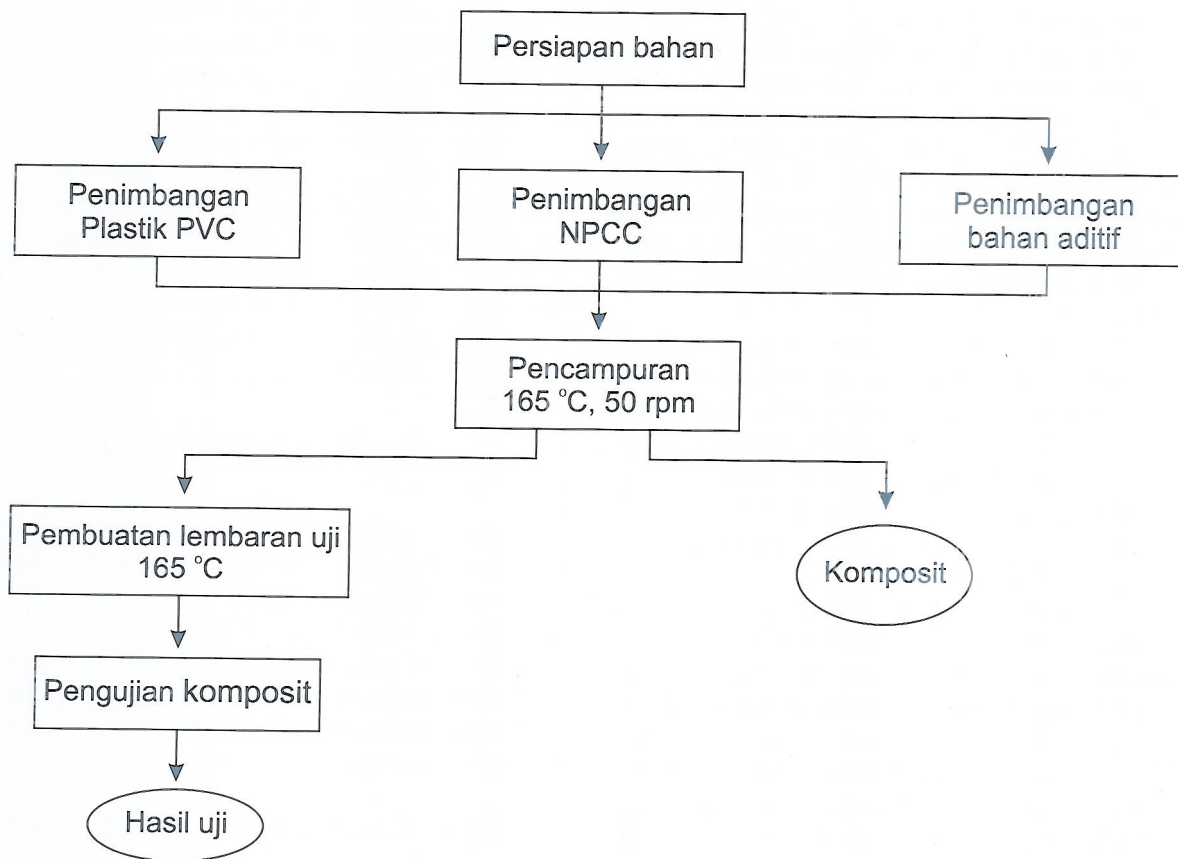
Resin PVC yang digunakan pada penelitian ini adalah *PVC.injection grade* dengan suhu leleh 160-170 °C. *Nano precipitated calcium carbonate* (NPCC) yang digunakan merek *SHENGKE* dengan spesifikasi NPCCA-602 bentuk partikel kubus, ukuran partikel rata-rata 40 nm, dan permukaannya sudah *dicoating* dengan *coupling agent*. Bahan aditif lain yang digunakan adalah aditif komersial yang banyak dijumpai dipasaran seperti maleat anhidrida (MA) sebagai *compatibilizer*, Dicumyl peroksida (DCP) sebagai inisiator, antioksidan Master X-AO, antimon trioksida sebagai *flame retardant*, kalsium stearat merek FACI sebagai penstabil panas, dan asam stearat sebagai pelumas internal.

2. Alat penelitian

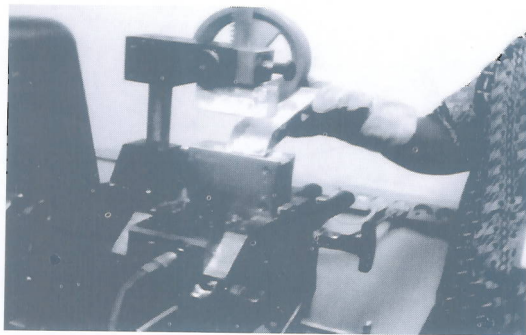
Alat proses terdiri dari: *Rheomic 3000* merek *Haake*, dan alat tekan hidrolik merek Gonno. Alat uji yang digunakan meliputi alat uji resistansi isolasi dan kuat listrik, Ball Presser, Heat Glow Wire Tester, *thermal gravimetric and differential thermal analysis analysis* (TGDTA) merek Diamond Perkin Erlin, serta *Scanning Electron Microscope* (SEM) merk JEOL.

3. Proses pembuatan komposit

Komposit PVC dibuat dari resin PVC 100 phr (phr = *per hundred resins*) dan ditambah bahan aditif seperti bahan pengisi, pemlastis, *compatibilizer*, inisiator, antioksidan, flame retardant, penstabil panas, dan pelumas. Jumlah bahan pengisi NPCC dibuat bervariasi (0; 5; 10; 15; 20 phr). Bahan aditif lain didalam komposit dibuat tetap. Proses pembuatan komposit dilakukan dengan menggunakan mesin *Rheomic 3000 Haake* pada suhu 165 °C selama 10 menit dengan kecepatan rotor 50 rpm. Diagram proses pembuatan komposit disajikan pada Gambar 1. Proses pembuatan komposit disajikan pada Gambar 2. Hasil komposit disajikan pada Gambar 3.



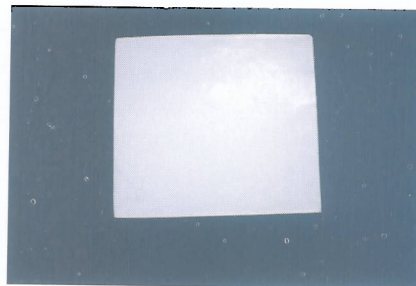
Gambar 1. Diagram alir proses pembuatan komposit PVC



Gambar 2. Proses pembuatan komposit PVC



Komposit PVC bentuk butiran



Komposit PVC bentuk lembaran

Gambar 3. Produk komposit PVC

4. Pengujian komposit

Pengujian sifat termal meliputi uji ketahanan terhadap panas, dan api dilakukan dengan mengacu SNI 04-6504-2011. Uji ketahanan terhadap panas dilakukan dengan alat *Ball Presser*, diameter jejak bola yang diukur tidak boleh lebih 2 mm. Uji ketahanan terhadap percikan api menggunakan *Heat Glow Wire Tester*.

Pengujian *onset temperature* menggunakan *thermal gravimetric and differential thermal analysis analysis* (TGDTA). Pada uji TGDTA sampel yang digunakan, dengan berat sekitar 10 miligram, dipanaskan pada laju konstan 5 °C/menit, untuk suhu dari suhu kamar sampai 400 °C.

Pengujian sifat elektrik meliputi resistansi isolasi dan kuat listrik dilakukan sesuai dengan SNI 04-6504-2001. Untuk bahan isolator komponen elektronika maka resistansi isolasi tidak boleh kurang dari 4 MΩ. Bahan isolator harus memiliki kuat listrik yang memadai, selama pengujian tidak boleh terjadi tembus listrik.

Pengujian sifat fisis meliputi kerapatan yang diuji dengan metode ASTM D792, kuat tarik dan kemuluran diuji sesuai ASTM D 638, 1991, dan sifat kekerasan diuji

mengacu ASTM D2240. Homogenitas dispersi *nanofiller* NPCC di dalam komposit diamati melalui *Scanning Electron Microscope* (SEM).

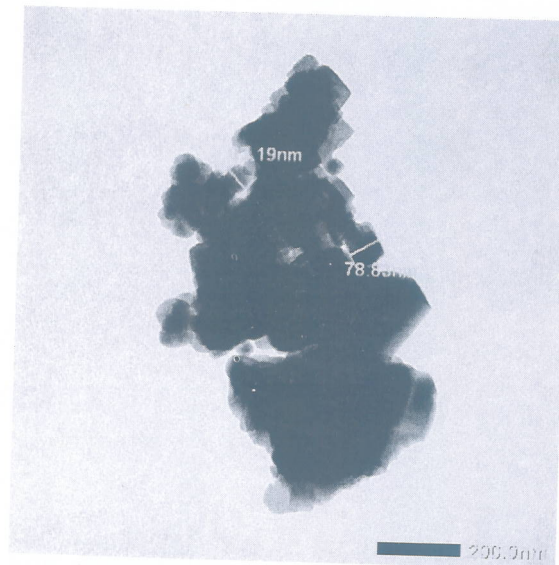
Pengamatan morfologi komposit melalui SEM dilakukan menggunakan metode *secondary electron image* dengan perbesaran 2000x. Untuk memastikan ukuran NPCC dilakukan karakterisasi *nanofiller* NPCC menggunakan alat *Transmission Electrone Microscope* (TEM) NPCC di Universitas Gadjah Mada..

BAB III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil penelitian meliputi hasil karakterisasi diameter *nanofiller* NPCCA-602 menggunakan TEM disajikan pada Gambar 4, serta hasil uji sifat termal, elektrik, dan sifat fisis komposit PVC yang disajikan pada Tabel 1. Selain itu pula disajikan hasil mikrogram SEM komposit PVC pada Gambar 5.

1. Hasil Karakterisasi NPCCA-602 dengan TEM

Gambar 4 memperlihatkan bahwa filler NPCCA-602 berbentuk kubus dengan diameter terkecil sekitar 63.19 nm.



Gambar 4. Diameter partikel *nanofiller* NPCCA-602

Tabel 1. Hasil pengujian sifat termal, elektrik, dan fisis komposit hasil penelitian

No	Jenis Uji	Kode Kompon PVC					SNI 04-6504-2001
		F1	F2	F3	F4	F5	
1	Ketahanan panas, mm	6,2	5,6	5,2	4,5	5,2	---
2	Onset Temperatur, 90%, °C	240	245	247	255	250	-
3	Ketahanan terhadap api	Tdk ada api, dan tisu tdk terbakar	Tdk ada api, dan tisu tdk terbakar	Tdk ada api, dan tisu tdk terbakar	Tdk ada api, dan tisu tdk terbakar	Tdk ada api, dan tisu tdk terbakar	Tdk ada api, dan tisu tdk terbakar
4	Resistansi	≥ 4	≥ 4	≥ 4	≥ 4	≥ 4	≥ 4
5	Kuat Listrik	Tidak tembus	Tidak tembus	Tidak tembus	Tidak tembus	Tidak tembus	Tidak tembus
6	Kerapatan, g/cm ³	1,36	1,39	1,42	1,42	1,42	Tidak dipersyaratkan
7	Kekerasan, Shore D	83,4	85,4	86	88,6	87	Tidak dipersyaratkan
8	Kuat Tarik, MPa	14,53	15,59	15,79	14,99	11,88	Tidak dipersyaratkan
9	Kemuluran, %	300	266,67	248	246,67	243,33	Tidak dipersyaratkan

Keterangan:

F1 : Komposit PVC tanpa NPCC

F2 : Komposit PVC dengan kandungan NPCC 5 phr

F3 : Komposit PVC dengan kandungan NPCC 10 phr

F4 : Komposit PVC dengan kandungan NPCC 15 phr

F5 : Komposit PVC dengan kandungan NPCC 20 phr

phr = *per hundred resins***2. Sifat termal komposit PVC**

Nilai ketahanan panas diukur berdasarkan diameter lekukan yang terjadi setelah pengujian dan maksimum nilainya adalah ≤ 2 mm. Pada Tabel 1 terlihat bahwa penambahan NPCC membuat komposit lebih tahan terhadap panas. Hal ini menunjukkan adanya lapisan NPCC pada permukaan komposit yang menghambat pergerakan molekul komposit PVC pada saat dikenai panas. Pada penambahan NPCC 5 phr ada peningkatan sebesar 9.7%. Komposit dengan nilai ketahanan panas tertinggi dicapai oleh komposit dengan kandungan NPCC 15 phr, yang naik sekitar 27.42%. Nilai ini belum memenuhi persyaratan sebagai bahan isolator menurut SNI 04-6504-2001: Lampu swa-balast untuk

pelayanan pencahayaan umum - persyaratan keselamatan maupun SNI. 04-3892.1-2006: Tusuk Kontak dan kotak kontak untuk Keperluan rumah Tangga dan sejenisnya. Bag.1: Persyaratan Umum. Jika dibandingkan dengan nilai ketahanan kotak kontak maupun cover LHE komersial yang baik dipasaran (dengan nilai 1) maka komposit hasil penelitian belum cocok digunakan sebagai kotak kontak, maupun cover LHE, namun lebih cocok untuk komponen elektronika yang tidak ada persyaratan ketahanan terhadap panas seperti baling-baling kipas angin. Untuk menaikkan sifat ketahanan panas mungkin dapat dicampur dengan plastik jenis polyethylene (PE).

Ketahanan terhadap api dari semua komposit hasil penelitian yang berisi nano filler (NPCC) memenuhi persyaratan sebagai bahan isolator sesuai dengan SNI 04-6504-2001 maupun SNI. 04-3892.1-2006.

Data pada Tabel 1 untuk uji TGDTA untuk suhu dari suhu kamar sampai 400°C juga memperlihatkan bahwa secara umum kenaikan jumlah kandungan NPCC sampai 15 phr sedikit menaikkan suhu awal dekomposisi (*onset temperature*). Hal ini menunjukkan adanya lapisan NPCC pada permukaan komposit yang menghambat pergerakan molekul komposit PVC untuk terdegradasi pada saat dikenai panas.

Komposit terbaik ditinjau dari sifat ketahanan panas adalah komposit yang berisi NPCC 15 phr.

3. Sifat elektrik komposit PVC

Tabel 1 memperlihatkan bahwa sifat elektrik komposit PVC hasil penelitian memenuhi persyaratan sebagai bahan isolator seperti di persyaratkan pada SNI 04-6504-2001 maupun SNI. 04-3892.1-2006, yaitu resistansi Isolasi $\geq 4 \text{ M}\Omega$, dan tidak ada kebocoran arus listrik. Sebagai pembandingan dilakukan uji terhadap kotak kontak komersial yang dijual ke pasaran dan ternyata hasil ujinya memenuhi syarat. Dengan demikian ditinjau dari sifat elektriknya maka komposit hasil penelitian dapat digunakan untuk komponen elektronika.

4. Sifat Mekanik komposit PVC

Dari Tabel 1 terlihat bahwa bertambahnya NPCC menaikkan kerapatan komposit PVC hal ini dikarenakan NPCC merupakan filler dengan nilai kerapatan $1,25 \text{ g/cm}^3$, tentunya semakin banyak ditambahkan akan menaikkan kerapatan komposit.

Penambahan NPCC menaikkan kekerasan komposit, ini dikarenakan NPCC merupakan filler rigid yang berbentuk kubus. maka semakin banyak NPCC yang mengisi rongga PVC otomatis kekerasan bertambah. Penambahan NPCC 5 phr dapat menaikkan kekerasan 2,4 %. Hal ini berarti ada interaksi *interfacial adhesion*

diantara NPCC dengan PVC. Hal ini juga senada dengan yang dilaporkan oleh Liang [2002] yang melaporkan bahwa penggunaan partikulat *inorganic rigid* dengan ukuran yang lebih kecil seperti CaCO_3 dalam polimer dapat memperbaiki *interfacial adhesion* diantara matrik dan filler, karena filler ini hanya sedikit memiliki cacat permukaan dan dapat didispersikan kedalam matrik.

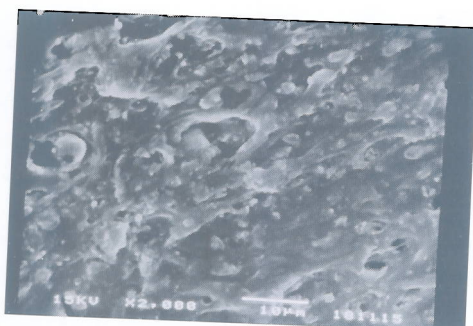
Tabel 1 juga memperlihatkan bahwa penambahan NPCC sampai 15 phr dapat menaikkan sifat kuat tarik komposit PVC jika dibanding dengan komposit PVC tanpa NPCC. Pada penambahan NPCC sampai 20 phr justru menurunkan nilai kuat tarik dibanding kompon PVC tanpa NPCC. Hal ini dikarenakan *interfacial adhesion* diantara PVC dan NPCC melemah sehingga bila ada tarikan tidak dapat menahannya yang menyebabkan putus. Kuat tarik tertinggi diperoleh untuk komposit yang berisi NPCC 10 phr.

Perpanjangan putus komposit PVC menurun dengan naiknya NPCC, ini dikarenakan masuknya filler kedalam rongga PVC menyebabkan mobilitas struktur PVC berkurang sehingga kemulurannyapun berkurang. Penambahan NPCC 5 phr menurunkan perpanjangan putus sebesar 11,1%.

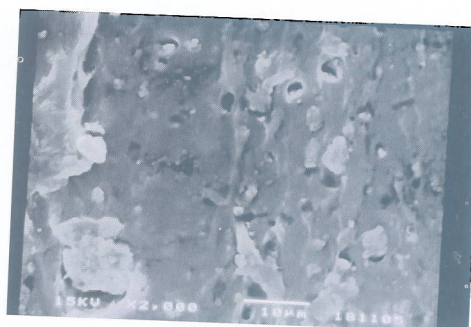
5. Hasil mikroskop Scanning Electron Microscope (SEM) Komposit

Hasil mikroskop Scanning Electron Microscope (SEM) dengan perbesaran 2000x disajikan pada Gambar 5 untuk komposit PVC yang berisi NPCC 15 phr dan komposit PVC tanpa nanofiller NPCC.

Hasil mikroskop SEM menunjukkan bahwa partikel *nanofiller* NPCC di dalam matrik PVC terdistribusi secara homogen meskipun perbesaran 2000x belum dapat terlihat posisi nanofiller dengan jelas. Distribusi nanofiller yang homogen karena adanya compatibilizer maleat anhidrida yang dapat mencegah terbentuknya ikatan hidrogen diantara serbuk nanofiller NPCC sehingga memudahkan kontak langsung antara NPCC dan PVC.



a. Mikrograf SEM komposit PVC dengan filler NPCC 15 phr



b. Mikrograf SEM komposit PVC tanpa filler NPCC

Gambar 5. Mikrograf SEM komposit PVC

BAB IV. KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Hasil penelitian menunjukkan bahwa nano *filler* NPCC memberi pengaruh yang positif terhadap kualitas komposit PVC. Hasil uji morfologi dengan SEM memperlihatkan bahwa distribusi nanofiller NPCC didalam matrik PVC cukup homogen. Hasil uji komposit PVC memperlihatkan bahwa penambahan jumlah NPCC sampai 15 phr menaikkan kekerasan, kuat tarik, kerapatan, ketahanan terhadap panas, dan suhu awal dekomposisi, namun menurunkan sifat perpanjangan putus. Hasil uji sifat elektrik dan ketahanan terhadap percikan api semua komposit yang dibuat telah memenuhi persyaratan SNI 04-6504-2001 maupun SNI. 04-3892.1-2006, namun ketahanan terhadap panas belum dapat memenuhi persyaratan SNI yang diacu. Formulasi komposit PVC dengan kandungan NPCC 15 phr mempunyai hasil uji resistansi isolasi 4 M, kuat listrik = tidak tembus, ketahanan terhadap panas = 4,5 mm, tidak ada api dan tisu tidak terbakar, onzet temperatur = 246,67 °C, kekerasan = 88,6 Shore C, kuat tarik = 14,99 MPa, kerapatan = 1,42 g/cm³, dan kemuluran = 246,67%.

Saran

Untuk menaikkan sifat ketahanan panas komposit PVC hasil penelitian, maka perlu dilakukan pencampuran dengan plastik jenis polietilena (PE) atau dengan menambah *chlorinated polyethylene*.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Kepala Balai Besar Kulit, Karet dan Plastik serta kepada teman-teman Kelompok Kerja 1866.01.004 tahun 2011 yang telah mendukung terselenggaranya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 2011, PVC, <http://id.wikipedia.org/wiki/PVC>, diunduh April 2011
- Bonadies, I., Avella, M., Avolio, R., Carfagna, C., Errico, M.E., and Gentile, G., 2011, J.Appl. Poly. Sci, online 10 Agustus doi: 10.1002/app.34770, Poly(vinyl chloride)/CaCO₃ nanocomposites: Influence of Surface treatment on the properties,
- Chen, N., C. Wan, Y. Zhang, and Y. Zhang. 2004. Effect of Nano-CaCO₃ on Mechanical Properties of PVC and PVC/Blendex Blend. *Polymer Testing*. 23: 169 – 174
- Chabert, E., M. Bornet, E. Bourgeat-Lami, J. Y. Cavaille, R. Dendievel, C. Gauthier, J. L. Putaux, and A. Zaoui. 2004. Filler-filler Interactions and Viscoelastic Behavior of Polymer Nanocomposites, *Materials Science and Engineering A*. 381: 320 – 330.
- Fernando, N.A., and Thomas, N.L., 2007, J.Vinyl & Additive Tech, 13 (2).
- Li, X. and Ha, C.-S., 2001. Nanostructure of EVA / Organoclay Nanocomposite: Effects of Kinds of Organoclays and Grafting of Maleic Anhydride onto EVA, *J.Appl.Polym.Sci.*, 87: 1901-1909.

- Liang, J. Z. 2002. Toughening and Reinforcing in Rigid Inorganic Particulate Filled Polypropylene: A Review. *Journal of Applied Polymer Science*. 83: 1547 – 1555.
- Lyu, S.G., Ryu, J.G., Sur, G.S., and Ahn, J.H., 1997, *A Study on Physical Properties of Precipitated CaCO₃/LDPE Composites*, Korea Polymer Journal, Vol.5, No.3, p.p 173-178
- Pueakbuakhao, N., Prissanaroon-Quajai, W., Kreua-Ongarjnukool, N., 2008, *Effect of Coupling Agents on Mechanical Properties and Morphology of CaCO₃-filled Recycled High Density Polyethylene*, J. Metal, Materials and Minerals, 18(2), 131-135
- Ren, J, Yanxia, H, Yan L, Xiaozhen, T., 2005. *Preparation, Characterization and Properties of Poly(vinyl chloride)/Compatibilizer/Organophilic-Montmorillonite Nanocomposites by Melt Intercalation*, *Polymer Testing*, 24: 316-323.
- Saeedi, M., Ghasemi, I., and Karrabi, M. 2011, *Thermal Degradation of Poly(vinyl chloride): Effect of Nanoclay and Low Density Polyethylene Content*, Iranian Polymer Journal, 20 (5): 423-432.
- SNI 04-6504-2001 : *Lampu swa-balast untuk pelayanan pencahayaan umum - persyaratan keselamatan*.
- SNI. 04-3892.1-2006: *Tusuk Kontak dan kotak kontak untuk Keperluan rumah Tangga dan sejenisnya*. Bag.1: Persyaratan Umum
- Wan, C., X., Qiao, Y. Zhang, and Y. Zhang. 2003. *Effect of Epoxy Resin on Morphology and Physical Properties of PVC/Organophilic Montmorillonite Nanocomposites*. *Journal of Applied Polymer Science*. 89: 2164 – 2191.