

SINTESA MATERIAL PERUBAHAN FASA BERAZASKAN PARAFFIN/GRAFIT DENGAN MATRIX HDPE/PLA

Rima Dhinta Dewi Astuti¹

¹*Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Lhokseumawe*
Jln. B.Aceh Medan Km.280 Buketrata 24301 INDONESIA

¹ rimadhintad@gmail.com

ABSTRAK

Material perubahan fase distabilkan bentuk (PCM) berdasarkan parafin dan high-density polyethylene (HDPE) yang digunakan sebagai media penyimpanan energi panas. Media penyimpanan ini dapat mempertahankan bentuknya bahkan ketika parafin dalam keadaan cair, memiliki konduktivitas termal yang stabil dengan grafit yang diperluas (EG),. Dalam studi ini, bahan perubahan fase stabil bentuk baru (SSPCM) pertama kali disiapkan melalui pencampuran meleleh dengan menggunakan bio-based poly (asam laktat) (PLA) sebagai matriks pendukung dan high-density polyethylene (HDPE) sebagai fase perubahan bekerja zat untuk aplikasi penyimpanan energi termal (TES). Hasil Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) dan difraksi sinar-X (XRD) menunjukkan bahwa tidak ada reaksi kimia yang terjadi antara PLA dan HDPE selama pemrosesan lebur, tetapi daerah kristalin HDPE berkurang dengan ditambahkan komponen PLA. Pemindaian mikroskop elektron (SEM), kalorimetri pemindaian diferensial (DSC), dan tes stabilitas bentuk menunjukkan bahwa campuran PLA50 / 50HDPE dengan morfologi fase co-continuous memiliki stabilitas bentuk yang baik dan kapasitas penyimpanan energi termal. Struktur co-continuous komponen PLA yang tidak meleleh dalam campuran PLA50 / 50HDPE dapat memberikan dukungan kuat untuk komponen HDPE dan mempertahankan bentuknya selama proses perubahan fase. Panas laten untuk campuran PLA50 / 50HDPE selama proses peleburan dan pembekuan adalah 100,1 J / g dan 97,6 J / g, masing-masing, dan efisiensi entalpi relatif mencapai setinggi 104,2%. Setelah 10 siklus termal, parameter termal campuran PLA50 / 50HDPE tetap hampir konstan. Ini menunjukkan bahwa campuran PLA50 / 50HDPE sebagai SSPCM memiliki usability dan keandalan termal yang sangat baik. Percobaan penyimpanan dan konversi energi panas sederhana menunjukkan bahwa PLA50 / 50HDPE SSPCM memiliki potensi besar dalam penyimpanan energi surya atau bidang pemulihan panas limbah industri.

Kata kunci : PCM, PLA, HDPE, Paraffin, dan Grafit.

ABSTRACT

Form-stabilized phase change materials (PCM) based on paraffin and high-density polyethylene (HDPE) are used as heat energy storage media. This storage medium can retain its shape even when the paraffin is in a liquid state, has a stable thermal conductivity with expanded graphite (EG) ,. In this study, a novel stable phase change material (SSPCM) was first prepared by melt mixing using bio-based poly (lactic acid) (PLA) as the support matrix and high-density polyethylene (HDPE) as the phase change working agent for the application. thermal energy storage (TES). The results of Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) and X-ray diffraction (XRD) showed that no chemical reaction occurred between PLA and

HDPE during the melt processing, but the crystalline area of HDPE was reduced with the addition of PLA components. Scanning electron microscopy (SEM), differential scanning calorimetry (DSC), and shape stability tests show that the PLA50 / 50HDPE mixture with co-continuous phase morphology has good shape stability and thermal energy storage capacity. The co-continuous structure of the non-melting PLA component in the PLA50/50HDPE mixture can provide strong support for the HDPE component and maintain its shape during the phase change process. The latent heat for the PLA50 / 50HDPE mixture during the melting and freezing processes was 100.1 J / g and 97.6 J / g, respectively, and the relative enthalpy efficiency was as high as 104.2%. After 10 thermal cycles, the thermal parameters of the PLA50/50HDPE mixture remained almost constant. This shows that the PLA50 / 50HDPE mixture as SSPCM has excellent thermal reusability and reliability. Simple thermal energy storage and conversion experiments show that PLA50/50HDPE SSPCM has great potential in solar energy storage or industrial waste heat recovery fields.

Keywords: PCM, PLA, Paraffin, and Graffit.

I. PENDAHULUAN

Teknologi yang biasa digunakan untuk menyimpan energi mekanik, listrik, kimia, dan panas telah banyak dibuat untuk aplikasi skala besar. Di antaranya, material penyimpanan energi panas yang menggunakan material perubahan fase (PCM) yang memiliki prospek aplikasi yang luas karena entalpi perubahan fase yang besar dan kemampuan untuk menyimpan entalpi pemanasan pada suhu konstan (Atinafu, Dimberu G. 2020)

PCM dapat di uji kembali dan diaplikasikan di berbagai bidang, seperti balutan untuk mengobati luka bakar, barang elektronik, sistem pemanas air tenaga surya di zona iklim yang berbeda, membangun teknik penyimpanan energi, tekstil pengatur suhu, pengaturan panas pada baterai, dan reaksi inhibisi yang terjadi pada proses eksotermik di dalam reaktor batch, Misalnya, pada integrasi papan gipsium yang diresapi PCM dengan ventilasi dapat menghemat energi hingga 73%. Di antara PCM yang dikembangkan, PCM organik (misalnya, lilin parafin, glikol, dan alkohol berlemak) lebih banyak digunakan daripada senyawa anorganik (misalnya, paduan logam, campuran eutektik, dan hidrat garam) karena supercooling dari senyawa organik ini yang lebih rendah, tidak adanya pemisahan fasa, rentang suhu transisi fase yang luas

untuk praktik yang sesuai, bebas dari korosi, reversibilitas yang menguntungkan, sifat stabilitas kimia, dan ketersediaan komersial. Dengan demikian, PCM organik telah diteliti secara ekstensif untuk meningkatkan efisiensi pemanfaatan energi. Namun, penggunaan langsung PCM organik untuk aplikasi praktis dibatasi oleh beberapa kekurangan seperti kecepatan perpindahan panasnya yang rendah, kebocoran di atas titik lelehnya, dan kesulitan mengontrol bahan dalam proses transisi fase.

Untuk mengatasi masalah ini, dan berdasarkan penelitian penelitian sebelumnya dilakukan strategi untuk mengembangkan PCM stabil bentuk atau bentuk stabil (juga disebut sebagai komposit perubahan fase). Sebagian besar karakteristik termal PCM (misalnya, entalpi panas, keandalan, kapasitas konversi energi, dan konduktivitas termal) tergantung pada jenis, dimensi, dan isi aditif dan / atau PCM murni. Meskipun bahan pendukung nanoporous tertentu (misalnya, kayu karbonisasi berpori / asam laurat) membantu PCM dalam nukleasi secara heterogen, sebagian besar komposit. perubahan fasa mengeluarkan suhu kristalisasi tetap. Ketika PCM menjalani transisi cair-ke-padat, hal ini umumnya menyebabkan pemadatan yang tertunda pada pendinginan dan suhu pembekuan

yang lebih rendah dan memulai kristalisasi sebelum transisi mencapai suhu leleh (Atinafu, Dimberu G. 2020)

Pada penelitian ini di rencanakan pembuatan PCM dengan menggunakan parafin, grafit, High Density Polyethylene (HDPE) dan Poly Lactic Acid (PLA). Dimana parafin digunakan sebagai PCM karena parafin telah digunakan sebagai bahan penyimpanan energi panas laten karena keuntungannya berupa perubahan fase yang cukup tinggi, segregasi kecil komponen, perubahan kecil dalam struktur selama transisi fase berulang, pendinginan super yang dapat diabaikan, tekanan uap rendah, perilaku nukleasi diri, dan biaya rendah (K. Kaygusuz & A. Sari, 2013). Meskipun parafin menunjukkan sifat yang diinginkan sebagai PCM, tetapi parafin memiliki konduktivitas termal yang rendah, untuk itu dilakukan penambahan grafit tereksposiasi (EG) yang berfungsi meningkatkan konduktivitas termalnya dan juga untuk mengatasi laju perpindahan panas yang rendah (Zhang, Ping 2010).

PCM biasanya perlu dikemas dalam wadah yang dapat meningkatkan biaya tambahan, namun dalam beberapa tahun terakhir, bahan perubahan fase mikroenkapsulasi dan material pengubah fase yang distabilkan telah diteliti untuk memecahkan masalah kebocoran cairan dalam proses perubahan fasa padat-cair. Namun, dalam aplikasi praktis konduktivitas termal dari PCM yang distabilkan bentuknya cenderung lebih rendah dari yang diinginkan karena semua komponennya adalah bahan organik yang dapat menurun. Maksud dari PCM stabil bentuk yaitu bahan pengubah fasa yang distabilkan bentuknya yang dibuat dari suatu senyawa dengan mencampurkan bahan pengubah fasa leleh dengan polimer tinggi leleh yang digunakan sebagai bahan pendukung, dalam penelitian ini digunakan polimer High Density Polyethylene HDPE sebagai material pendukungnya, HDPE dianggap sebagai material pendukung untuk mencegah rembesan parafin yang leleh dari komposit pada temperatur antara

temperatur leleh parafin dan HDPE. Paraffin sebagai material pengubah fasa padat-cair didispersikan ke dalam jaringan polimer HDPE. PCM yang distabilkan bentuknya dapat mempertahankan bentuknya di dalam selubung HDPE bahkan ketika parafin berubah dari padat menjadi cair (Cheng, Wen-long 2010).

HDPE adalah polimer sintesis berbiaya rendah, titik leburnya sekitar 125 ° C, dan panas laten dapat mencapai hingga 210-220 J / g, umumnya digunakan di bidang penyimpanan sebagai zat pengubah fase kerja. Namun, titik pelunakan HDPE hanya 100 ° C, yang menghasilkan stabilitas bentuk yang buruk selama transisi fase, untuk itu perlu penambahan suatu bahan yang dapat meningkatkan stabilitas bentuknya (Lu, Xiang dkk 2019).

Poly Lactic Acid (PLA) merupakan polimer yang dapat terbiodegradasi, telah menarik perhatian yang cukup besar dari perspektif ekologis selama dekade-dekade terakhir karena polusi lingkungan yang disebabkan oleh limbah plastik.

I. METODOLOGI PENELITIAN

Riset ini di lakukan untuk mengetahui perbaikan penguatan matriks HDPE sebagai material perubah fasa dengan penambahan PLA. Maka sistematisa metode riset yang dilakukan yaitu sebagai berikut:

A. Alat dan Bahan yang digunakan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah parafin, Grafit, HDPE (high-density polyethylene), PLA (poly lactic acid).

Alat alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Oven, Bak air Pendingin, Ekstruder Skrup kembar berputar balik brabender, Mesin cetak spesimen sesuai standar ASTM, Timbangan Analitik, Wadah, alat uji Scanning Electron Micoscope (SEM), alat

uji thermogravimetric analysis (TGA), alat uji Fourier Transform Infra Red (FTIR) dan alat uji X-Ray Diffraction (XRD).

B. Metode yang digunakan

B.1 Persiapan Grafit (EG)

1. Siapkan grafit
2. Keringkan dalam oven vakum pada suhu 60⁰C selama 24 jam
3. Grafit siap digunakan

B.2 Pencampuran Bahan

1. HDPE dan PLA dikeringkan dalam oven pada suhu 80⁰C selama 4 jam
2. Masukkan HDPE dan PLA kedalam Ekstruder kembar berputar balik pada suhu 180⁰C, dengan kecepatan 60 rpm
3. Tambahkan parafin, suhu di atur menjadi 160⁰C
4. Ditambahkan Grafit, di aduk selama 20-30 menit
5. Semua bahan yang di ekstruksi di dinginkan dalam bak air dan di potong
6. Bahan yang sudah di potong di keringkan pada suhu 80⁰C selama 4 jam
7. Dicitak injeksi dengan ASTM pada suhu 185⁰C-200⁰C dengan tekanan injeksi 55

Mpa.

C. Karakterisasi

Spektrum serapan inframerah Fourier transform infrared (FT-IR) direkam dengan menggunakan Spectrum 2000 dari PerkinElmer dengan resolusi 4 cm⁻¹ dan 16 pemindaian. Campuran PLA murni, HDPE murni, dan PLA / HDPE dengan resolusi 4 cm⁻¹ dan 16 pemindaian. Campuran PLA murni, HDPE murni, dan PLA / HDPE dengan resolusi 4 cm⁻¹ dan 16 pemindaian. Campuran PLA murni, HDPE murni, dan PLA / HDPE dikompres panas menjadi film untuk uji FT-IR dengan menggunakan model pantulan total yang dilemahkan. Semua sampel FT-IR dikeringkan dengan oven di bawah vakum untuk menghilangkan efek residu pelarut dan uap air sebelum pengujian. Instrumen D8 ADVANCE (Bruker, Jerman) digunakan untuk analisis difraksi sinar-X

(XRD). Pemindaian dilakukan antara sudut Bragg 5 ° dan 40 ° pada kecepatan pemindaian 2 ° / menit.

Stabilitas termal sampel dievaluasi pada sekitar 10mg sampel dengan menggunakan instrumen Netzsch TG209 antara 30 ° C dan 700 ° C dalam atmosfer nitrogen (250ml / menit) dengan 10 ° Cmin⁻¹ Netzsch TG209 antara 30 ° C dan 700 ° C dalam atmosfer nitrogen (250ml / menit) dengan 10 ° Cmin⁻¹ jalur pemanasan. Semua parameter termal ditentukan sebagai rata-rata dari tiga percobaan.

Sifat termal PLA / HDPE PCM, seperti suhu perubahan fasa dan panas laten, diselidiki dengan pemindaian kalorimetri diferensial (DSC) dengan menggunakan instrumen DSC Netzsch (model 204 C, Jerman) yang dilengkapi dengan aksesori pendingin nitrogen cair . Spesimen dianalisis pada suhu dari 30 ° C hingga 150 ° C pada kecepatan 10 ° C / menit, di bawah atmosfer nitrogen (30ml / menit). Sampel diukur dalam panci aluminium tertutup dengan massa sekitar 10mg. Panas laten dihitung sebagai total area di bawah puncak kurva leleh dan kurva kristalisasi oleh perangkat lunak analisis termal. Semua parameter termal ditentukan sebagai rata-rata tiga percobaan. Tes siklus termal dilakukan pada pemanasan dari 30 ° C hingga 150 ° C dan diturunkan ke 80 ° C (1 siklus) selama 10 siklus.

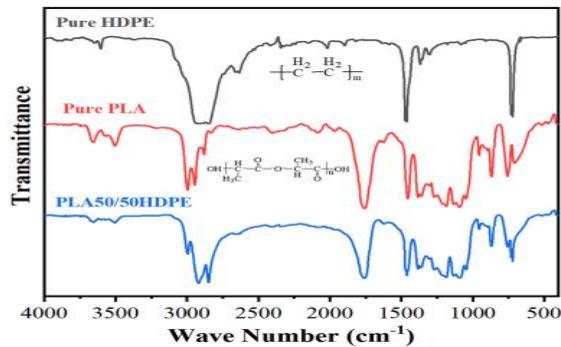
Stabilitas bentuk sampel dievaluasi pada sampel cetakan injeksi dengan dimensi 800 × 10 × 4mm³. Sampel dipaparkan ke oven 150 ° C selama 24 jam. Sebuah kamera digital digunakan untuk 4mm³. Sampel dipaparkan ke oven 150 ° C selama 24 jam. Sebuah kamera digital digunakan untuk 4mm³. Sampel dipaparkan ke oven 150 ° C selama 24 jam. Sebuah kamera digital digunakan untuk merekam perubahan bentuk sampel untuk menentukan stabilitas bentuknya.

Morfologi mikroskopis dari campuran PLA / HDPE dicitrakan melalui pemindaian mikroskop elektronik (SEM, Hitachi SE3400N). Spesimen cryo-fracture

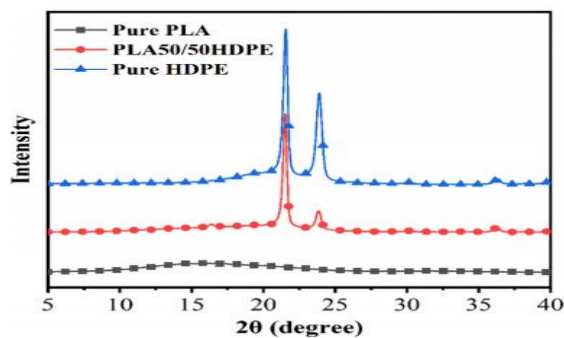
(tebal 4mm) diperoleh setelah direndam dalam nitrogen cair selama sekitar 15 menit. Permukaan sampel dilapisi dengan emas untuk mencegah terjadinya muatan elektrostatik selama pengamatan.

II. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Analisis FT-IR dan XRD



Gambar 1. Spektrum serapan FT-IR dari campuran PLA murni, HDPE murni, dan PLA50 / 50HDPE.



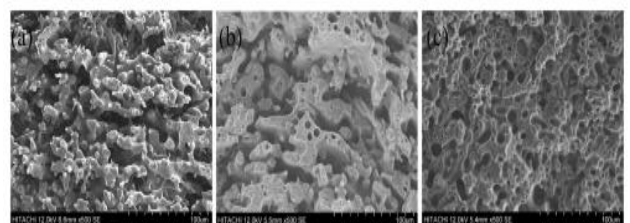
Gambar 2. Kurva XRD dari PLA murni, HDPE murni dan campuran PLA50 / 50HDPE.

HDPE, puncak adsorpsi khas -CH₂-grup terletak di 720, 1380, 1470, 2857 dan 2925 cm⁻¹. Untuk PLA murni, puncaknya pada 1386, 1380, 1470, 2857 dan 2925 cm⁻¹. 2950, dan 3000 cm⁻¹ dikaitkan dengan mode asimetris dan simetris CH; puncak pada 1700–1800 cm⁻¹ 2950, sesuai dengan kelompok karbonil; puncak pada 922 cm⁻¹ dan 1450 cm⁻¹ dikaitkan dengan -CH₃; dan puncaknya di 1082 cm⁻¹ disebabkan oleh peregangan asimetris COC dari kelompok ester. Spektrum FT-IR dari campuran PLA / HDPE adalah superposisi sederhana dari spektrum PLA dan HDPE. Dibandingkan dengan spektrum FT-IR dari PLA murni dan HDPE murni, tidak ada puncak

karakteristik baru dan pergeseran puncak signifikan yang diamati dalam spektrum FT-IR dari campuran PLA / HDPE. Hasil ini menunjukkan bahwa tidak ada reaksi kimia yang terjadi antara PLA dan HDPE selama pemrosesan lebur. Metode analitik yang serupa menggunakan spektrum FT-IR telah dilaporkan untuk berbagai jenis komposit Struktur kristal PLA murni, HDPE murni, dan PLA / HDPE (50 / Campuran 50, b / b) dikarakterisasi dengan XRD, dan kurva XRD ditunjukkan pada Fig. 2. Untuk PLA Campuran 50, b / b) dikarakterisasi dengan XRD, dan kurva XRD ditunjukkan pada Fig. 2. Untuk PLA Campuran 50, b / b) dikarakterisasi dengan XRD, dan kurva XRD ditunjukkan pada Fig. 2. Untuk PLA murni, hanya satu puncak difraksi lemah dan datar pada sekitar 16,5 ° diamati, yang menunjukkan kemampuan kristalisasi yang buruk dari PLA di bawah sejarah non-isotermal.

HDPE murni adalah monoklinik, dan tiga puncak utama yang terletak di sekitar 21,6 °, 24,1 ° dan 36,3° masing-masing dianggap berasal dari bidang (110), (200), dan (020). Untuk campuran PLA50 / 50HDPE, kurva XRD menunjukkan puncak difraksi yang sama dengan HDPE murni dan cocok dengan kombinasi kurva PLA dan HDPE. Namun, PLA50 / 50HDPE memiliki puncak difraksi intensitas rendah dibandingkan dengan HDPE murni pada 24,1 °, yang menunjukkan bahwa daerah kristal rantai HDPE dalam campuran PLA50 / 50HDPE telah menurun sampai batas tertentu karena pengenalan komponen PLA.

3.2 Analisis morfologi PLA / HDPE PCM



Gambar 3. Morfologi SEM campuran kloroform yang diekstraksi PLA / HDPE.

(a) PLA70 / 30HDPE, (b) PLA60 / 40HDPE, dan (c) PLA50 / 50HDPE.

Morfologi mikroskopis dari PLA / HDPE PCMs dengan berbagai rasio pencampuran ditunjukkan pada Fig. 3. Komponen HDPE (fase terdispersi) didispersikan dalam matriks PLA ketika isinya kurang dari 30wt%, dan struktur 'pulau-laut' khas terbentuk, seperti yang ditunjukkan dalam gambar 3(a) dan 3(b). Morfologi fase dan Ukuran domain rata-rata komponen HDPE meningkat dengan konten HDPE meningkat menjadi 30-50% berat, seperti yang ditunjukkan pada gambar. 3 Ketika HDPE semakin meningkat (lebih dari 50% berat), komponen HDPE diubah menjadi fase matriks, komponen PLA diubah menjadi fase terdispersi, dan campuran PLA / HDPE menunjukkan morfologi jenis 'pulau-laut' yang berbeda, Untuk memverifikasi apakah fase PLA adalah struktur jaringan tiga dimensi kontinu, kami menggunakan kloroform untuk mengetsa fase PLA pada permukaan fraktur cryo PLA70 / 30HDPE, PLA60 / 40HDPE, dan PLA50/50HDPE memadukan, dan gambar SEM ditampilkan dalam Fig. 4. Ini menunjukkan bahwa fase PLA 50HDPE memadukan, dan gambar SEM ditampilkan dalam Fig. 4. Ini menunjukkan bahwa fase PLA 50/50HDPE memadukan, dan gambar SEM ditampilkan dalam Fig. 3(c). Ini menunjukkan bahwa fase PLA memiliki struktur kontinu sempurna dalam campuran PLA70 / 30HDPE, PLA60 / 40HDPE, dan PLA50 / 50HDPE.

III. KESIMPULAN

Studi ini berfokus pada persiapan dan karakterisasi PCM berbasis bio yang distabilkan bentuk baru untuk aplikasi penyimpanan energi termal. Campuran PLA / HDPE berbasis bio dengan struktur kontinu sebagai PCM yang distabilkan bentuk berhasil disiapkan menggunakan metode pencampuran melt. Morfologi, kompatibilitas kimia, kinerja penyimpanan energi termal, stabilitas bentuk, dan stabilitas termal diselidiki secara ekstensif.

Untuk campuran PLA / HDPE, tidak ada reaksi kimia yang terjadi antara PLA dan HDPE selama pemrosesan lebur, dan struktur kristal komponen HDPE dihancurkan oleh komponen PLA. Campuran PLA / HDPE sebagai PCM memilikistabilitas bentuk yang baik ketika konten HDPE adalah $\leq 50\%$ berat, karena komponen PLA yang tidak meleleh terus menerus dalam campuran PLA / HDPE dapat memberikan dukungan kuat untuk komponen HDPE dan mempertahankan bentuk sampel pada 150 ° C. PLA50 / 50HDPE menyatu dengan morfologi fase co-continuous karena PCM memiliki stabilitas bentuk yang baik dan panas laten adalah 100,1 J / g. Penyimpanan energi dan perilaku pelepasan PLA50 / 50HDPE PCM sedikit dipengaruhi oleh siklus termal. Campuran PLA50 / 50HDPE menunjukkan potensi besar sebagai penyimpanan energi termal untuk pemanfaatan panas industri, seperti pemanas air panas, pembakar pemanas awal, dll

DAFTAR PUSTAKA

- Cheng, W., Zhang, R., Xie, K., Liu, N., & Wang, J. (2010). Heat conduction enhanced shape-stabilized paraffin/HDPE composite PCMs by graphite addition: Preparation and thermal properties. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 94(10), 1636–1642.
- Fan, N., Chen, L., Xie, G., Yin, D., Au, C.-T., & Yin, S. (2019). Preparation and phase change performance of Na₂HPO₄·12H₂O@poly(lactic acid) capsules for thermal energy storage. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 27(3), 695–700.
- Fashandi, M., & Leung, S. N. (2017). Preparation and characterization of 100% bio-based polylactic acid/palmitic

- acid microcapsules for thermal energy storage. *Mater Renew Sustain Energy*, 6(3)
- Fattori, V., Melucci, M., Ferrante, L., Zambianchi, M., Manet, I., Oberhauser, W., Giambastiani, G., Frediani, M., Giachi, G., & Camaioni, N. (2011). Poly(lactic acid) as a transparent matrix for luminescent solar concentrators: a renewable material for a renewable energy technology. *Energy Environ. Sci.*, 4(8), 2849.
- Kaygusuz, K., & Sari, A. (2007). High Density Polyethylene/Paraffin Composites as Form-stable Phase Change Material for Thermal Energy Storage. *UESO*, 29(3), 261–270.
- Lu, X., Huang, J., Kang, B., Yuan, T., & Qu, J. (2019). Bio-based poly (lactic acid)/high-density polyethylene blends as shape-stabilized phase change material for thermal energy storage applications. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 192, 170–178.
- Sari, A., & Karaipekli, A. (2007). Thermal conductivity and latent heat thermal energy storage characteristics of paraffin/expanded graphite composite as phase change material. *Applied Thermal Engineering*, 27(8–9), 1271–1277.
- Shen, K., Chen, X., Shen, W., Huang, Z.-H., Liu, B., & Kang, F. (2021). Thermal and gas purification of natural graphite for nuclear applications. *Carbon*, 173, 769–781.
- Zhang, P., Hu, Y., Song, L., Ni, J., Xing, W., & Wang, J. (2010). Effect of expanded graphite on properties of high-density polyethylene/paraffin composite with intumescent flame retardant as a shape-stabilized phase change material. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 94(2), 360–365.