

Pengaruh Kristalinitas terhadap Stabilitas Termal Komposit Termoplastis Berpengisi Silika Xerogel

Nur Aini Fauziyah^{1,*}, Dyah Suci Perwitasari¹, Primasari Cahya Wardhani¹, Teuku Andi Fadly²

¹Prodi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur (UPN), Surabaya, Indonesia

²Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Samudra, Universitas Samudra, Aceh, Indonesia

Info Artikel

Histori Artikel:

Diajukan: 2 Juni 2022
Direvisi: 29 Juni 2022
Diterima: 29 Juni 2022

Kata kunci:

deformasi
kristalografi
TGA
silika xerogel

Keywords:

Deformation
Crystallography
TGA
Silica xerogel

Penulis Korespondensi:

Nur Aini Fauziyah
Email: nur.aini.fisika@upnjatim.ac.id

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh kristalinitas terhadap stabilitas termal komposit termoplastis dengan pengisi silika xerogel. Polimer yang digunakan adalah polietilena glikol (PEG 4000) yang merupakan polimer termoplastis. Silika xerogel diekstraksi melalui proses *alkali fusion*. Silika xerogel yang didapatkan menunjukkan fasa amorf melalui *X-Ray Diffraction* (XRD). Silika xerogel ditambahkan ke dalam PEG 4000 dengan komposisi yang bervariasi, yaitu, 0, 5, 10, dan 20%. Penambahan silika xerogel menurunkan tingkat kristalinitas komposit karena PEG murni merupakan material semikristalin. Melalui analisis termal menggunakan *Thermogravimetric Analysis* (TGA), pengaruh kristalinitas komposit tampak jelas pada daerah sebelum polimer mengalami transisi leleh. Namun, pada daerah dekomposisi ($T > 400^\circ\text{C}$), pengaruh kristalinitas pada komposit tidak ada lagi. Hasil ini sangat menarik dikarenakan massa dekomposisi akhir menunjukkan nilai yang sama dengan komposisi silika xerogel yang ditambahkan, misalnya pada penambahan 20%, massa yang tersisa setelah dekomposisi adalah 20,77982 %. Oleh karenanya, analisis kristalinitas sangat mendukung hasil analisis termal dengan TGA pada komposit.

This study aims to determine the effect of crystallinity on the thermal stability of thermoplastic composites with silica xerogel as filler. Polyethylene glycol (PEG 4000) was a thermoplastic polymer. Silica xerogel was extracted by the alkaline fusion process. The silica xerogel showed an amorphous phase through X-Ray Diffraction (XRD). Silica xerogel was added to PEG 4000 with various compositions, i.e., 0, 5, 10, and 20%. The addition of silica xerogel reduced the crystallinity of the composite because pure PEG was a semicrystalline material. Through the thermal analysis using Thermogravimetric Analysis (TGA), the effect of the crystallinity of composite was clearly visible in the area before the polymer undergoes a melting transition. However, in the decomposition region ($T > 400^\circ\text{C}$), the effect of crystallinity on the composite no longer existed. This result was very interesting because the final decomposition mass shows the same value as the silica xerogel composition added, for example at the addition of 20%, the mass remaining after decomposition was 20.77982%. Therefore, crystallinity analysis strongly supports the results of thermal analysis with TGA on composites.

Copyright © 2022 Author(s). All rights reserved

I. PENDAHULUAN

Susunan atom yang teratur dan berjangkauan panjang, atau disebut dengan daerah kristalin, sangat menentukan sifat fisis sebuah material (Hilmi et al., 2019b; Humbert et al., 2011). Polimer semikristalin akan memiliki daerah kristalin dan amorf. Semakin besar persentase daerah kristalin, semakin banyak daerah dengan susunan atom yang teratur sehingga berakibat sifat fisis polimer semakin unggul. Berdasarkan penelitian sebelumnya, PEG 4000 merupakan material polimer yang berbentuk padat, mudah difabrikasi atau kompositkan dengan material lain (Hilmi et al., 2019a). Secara fisis, sifat mekanik PEG 4000 murni adalah 100–200 MPa (kekuatan tarik) dan 10–100 MPa (kekuatan geser) (Fauziyah et al., 2019). Namun berdasarkan nilai tersebut, kekuatan mekanik polimer relatif rendah sehingga diperlukan penguat. Selain itu, persentase daerah kristalin juga sangat mempengaruhi stabilitas termal material. Pada penelitian sebelumnya, etilen akan memiliki titik cair yang berbeda jika diproses sehingga memiliki tingkat kristalinitas yang berbeda (Chen et al., 2015). Efek termal akan sulit ditransfer dari keadaan stabil (kristal tetap berdekatan, teratur, dan memiliki *crosslink* yang kuat) menuju ke keadaan leleh acak (T_m). Transfer termal ini akan semakin diperlambat dengan adanya batas interkristalin selama kristalisasi.

Penambahan pengisi (*filler*) dapat menjadi salah satu langkah yang dilakukan guna memodifikasi tingkat kristalinitas polimer. Pada tahun 2018, Tiyastiti dan Krisdiyanto telah memodifikasi kristalinitas film PVA dengan menambahkan nanoselulosa (Triyastiti and Krisdiyanto, 2018). Penambahan nanoselulosa sebesar 30% mampu menurunkan tingkat kristalinitas film PVA dari 23,63% menjadi 5,86%. Penurunan ini dikarenakan nanoselulosa memiliki struktur amorf. Efek yang ditimbulkan dari penurunan tingkat kristalinitas film selaras dengan penurunan sifat mekanik film PVA. Hasil ini jelas menunjukkan adanya kaitan ketahanan material akibat tingkat kristalinitasnya, terutama dengan penambahan silika sebagai penguat. Berdasarkan beberapa hasil di atas, silika xerogel merupakan salah satu kandidat pengisi yang baik dengan ukurannya yang nanometrik.

Silika xerogel merupakan material dengan struktur amorf. Telah banyak peneliti yang berhasil mensintesis silika xerogel baik dari bahan komersial maupun bahan alam. Tabel 1 menunjukkan beberapa penelitian terdahulu yang telah berhasil mensintesis silika xerogel.

Tabel 1 Beberapa penelitian terdahulu dalam mensintesis silika xerogel

Prekursor	Pelarut	Referensi
TEOS	Etanol	(Echeverría et al., 2010)
TEOS	Isopropanol tetrahydrofuran	(Guzel Kaya and Deveci, 2020)
MTES	Etanol	
Abu sekam	NaOH	(Sudiana et al., 2016)
Abu batang jagung	NaOH	(Guzel Kaya et al., 2018)
Kaolin	Na ₂ CO ₃	(Hu et al., 2016)

Pada penelitian ini akan disampaikan tentang preparasi silika xerogel dengan prekursor pasir pantai. Proses preparasinya pun sangat mudah dengan menggunakan pelarut NaOH.

Melihat kekurangan yang ada pada PEG 4000 terkait kestabilan termal yang rendah, penambahan silika xerogel pun dapat digunakan untuk memodifikasi sifat fisik komposit berbasis PEG 4000. Procopowicz telah berhasil mensintesis pengaruh penambahan silika xerogel pada PEG sebagai material pengantar obat (Prokopowicz and Łukasiak, 2010). Penambahan silika xerogel akan meningkatkan kemampuan bahan pembawa biokompatibel dan bioresorbable karena mikrostrukturnya yang berpori. Pada tahun 2021, Liu juga telah berhasil mengkompositkan silika berpori dengan PEG melalui metode enkapsulasi untuk meningkatkan kemampuan penyimpanan panas pada material *form-stable composite phase change materials* (fs-CPCMs) (Liu et al., 2021). Namun, belum ditemukan kajian secara komprehensif terkait pengaruh penambahan silika xerogel terhadap kestabilan termal komposit polimer PEG 4000.

Pada penelitian ini, komposit berbasis polimer termoplastis PEG 4000 akan dikompositkan dengan silika xerogel melalui proses pencampuran cair. Silika xerogel diperoleh melalui proses alkali fusion dengan pelarut NaOH dari prekursor pasir pantai. Selanjutnya, komposit yang terbentuk akan dikarakterisasi persentase kristalinitasnya dengan menggunakan XRD dan ketahanan termalnya dengan

menggunakan TGA. Sehingga kaitan antara tingkat kristalinitas terhadap ketahanan termal komposit akan dapat diketahui.

II. METODE

Pada penelitian ini, prekursor yang akan digunakan sebagai sumber silika xerogel adalah dari Pasir pantai Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Metode pada penelitian ini terbagi menjadi dua tahapan.

2.1 Sintesis Silika Xerogel

Metode ini telah dilakukan pada penelitian sebelumnya (Hilmi et al., 2019a). Secara lebih ringkas, metode sintesis silika xerogel diawali dengan pencucian pasir pantai. Kemudian pasir dihomogenkan ukurannya melalui proses *wet milling* menggunakan medium alkohol selama 1 jam dengan kecepatan 150 putaran per menit (ppm) sehingga didapatkan prekursor yang siap untuk diproses lebih lanjut secara kimiawi.

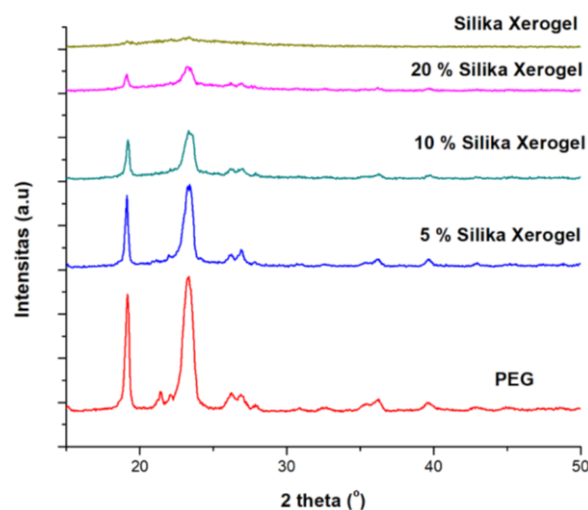
Proses perendaman dengan menggunakan HCl 2M dilakukan untuk mengikat kandungan magnetik (Fe) yang ada pada pasir. Selanjutnya, bubuk silika yang dihasilkan dicuci dengan akuades hingga netral. Bubuk silika diproses alkali fusion dengan ditambahkan NaOH 7M pada temperatur 300 °C selama 2 jam hingga kering. Kemudian akuades sebanyak 200 ml ditambahkan secara perlahan dan diaduk kembali. Larutan yang dihasilkan kemudian disaring dan didapatkan larutan natrium silikat (Na_2SiO_3).

Larutan natrium silikat kemudian digunakan pada proses kopresipitasi dengan memberikan template PEG 400 sebelumnya sehingga mencegah aglomerasi. Sampel diaduk menggunakan pengaduk magnetik, kemudian dititrasi menggunakan larutan HCl 2M hingga pH larutan netral dan terbentuk silika *hydrogel*. Proses *ageing* dilakukan selama 24 jam, dan dilakukan pencucian menggunakan akuades untuk menghilangkan kandungan garam (NaCl) yang terbentuk pada proses sebelumnya. Setelah itu, sampel dikeringkan sehingga didapatkan serbuk silika xerogel. Analisis awal dilakukan dengan XRD untuk mengetahui fasa silika yang terbentuk.

2.2 Preparasi Komposit

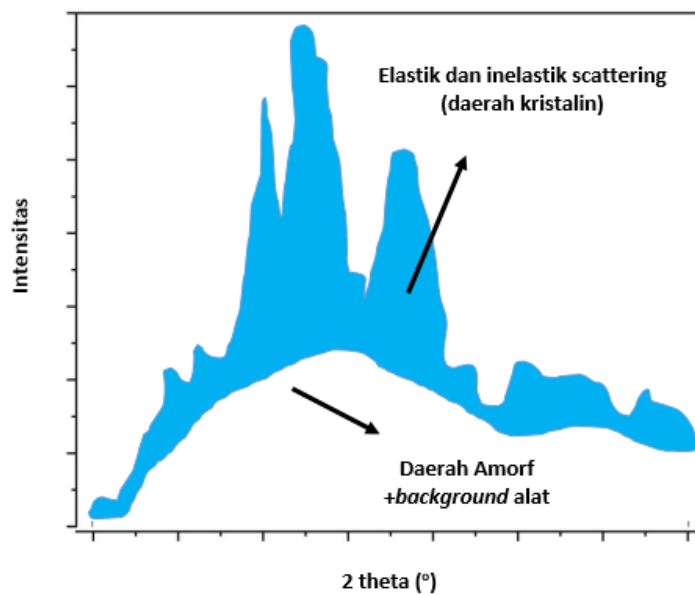
Sintesis komposit berbasis silika xerogel dilakukan dengan mencampurkan PEG dalam keadaan leleh dengan dispersant agent berupa *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS) (dengan perbandingan 1:50), dan silika dengan perbandingan berturut-turut (0, 5, 10, 20) wt.% silika xerogel. Kemudian sampel yang sudah homogen dicetak dengan dimensi 5 mm × 5 mm × 5 mm. Untuk mengetahui ikatan antara PEG dan silika xerogel dilakukan uji FTIR. Selain itu pengujian TGA digunakan untuk mengetahui kestabilan termal dari komposit.

III. HASIL DAN DISKUSI



Gambar 1 Pola difraksi sampel silika xerogel, PEG, dan komposit (5%, 10%, dan 20% silika xerogel)

Silika xerogel yang dihasilkan dari ekstraksi pasir pantai dan kompositnya memiliki karakteristik difraksi seperti yang ditampilkan pada Gambar 1. Silika xerogel menunjukkan struktur amorf yang mana ditunjukkan dengan kenaikan *background* difraksi pada 2 theta antara 20-29°. Hasil ini telah dikonfirmasi berdasarkan hasil penelitian sebelumnya tentang silika xerogel (Echeverría et al., 2010; Guzel Kaya et al., 2018). Sedangkan PEG memiliki struktur semikristalin dengan beberapa puncak tertinggi yang muncul pada 2 theta berturut-turut 19,09; 21,39; 23,19; 26,18; dan 26,98°. Puncak-puncak kristalin dari PEG ini menunjukkan adanya elastik dan nonelastik *scattering* (Girard et al., 2018). Ketika sinar-X mengenai atom, maka akan mengalami vibrasi sehingga akan terjadi elastik dan nonelastik *scattering*. Fenomena ini juga turut ditunjukkan oleh penelitian terdahulu (Ooi et al., 2007). Ooi dkk. menunjukkan bahwa pola sinar-X dari tulang sapi mentah menunjukkan adanya apatit nanokristalin yang ditunjukkan dengan lebar puncak terjadi yang terkait dengan peningkatan kristalinitas dan ukuran kristal (Ooi et al., 2007). Fenomena ini disebabkan karena adanya hamburan elastik dan inelastik yang mengaturnya. Oleh karenanya, karakterisasi difraksi ini menjadi langkah awal untuk mengetahui persentase kristalinitas sampel. Sedangkan “punuk” yang terbentuk di bawah pola difraksi menunjukkan daerah amorf dan *background* alat (Gambar 2).



Gambar 2 Visualisasi daerah kristalin dan amorf dari pengujian XRD

Persentase daerah kristalin dianalisis dengan mengurangi luasan pola difraksi difraksi dengan pola yang kontinyu (daerah amorf) (seperti Gambar 2) sehingga akan didapatkan daerah atau luasan yang mewakili kristalinitas dari puncak-puncak PEG. Proses pengurangan puncak difraksi dengan *background* dilakukan dengan menggunakan *software Match!*. Semua sampel PEG dan komposit dianalisis persentase kristalinitasnya dan didapatkan nilai seperti yang ditampilkan pada Tabel 2. Seiring dengan penambahan silika xerogel, semakin menurunkan tingkat kristalinitas PEG karena semakin banyak volume PEG yang tergantikan oleh silika xerogel yang berstruktur amorf.

Tabel 2 Persentase kristalinitas sampel PEG dan komposit (5%, 10%, dan 20% silika xerogel)

Sampel	Kristalinitas (%)
PEG	51,25
5% Silika Xerogel	36,10
10% Silika Xerogel	30,32
20% Silika Xerogel	20,12

Dalam mengetahui gugus fungsi yang terbentuk dari ikatan sekunder PEG dan silika xerogel dilakukan pengujian XRF. Gambar 3 menunjukkan spektra gugus fungsi PEG-silika xerogel. Silika xerogel memiliki ciri khas berupa lembah pada bilangan gelombang 1130-1000 cm^{-1} (Si-O-Si *asym. Stretching*) dan 3700-3200 cm^{-1} (Si-OH *asym. Stretching*). Spektra FTIR dari silika xerogel, PEG, dan komposit ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 3 Spektra FTIR dari silika xerogel, PEG, dan komposit (5%, 10%, dan 20% silika xerogel)
Bilangan Gelombang (cm⁻¹)

Jenis Ikatan	Referensi (Fadly et al., 2017; Kaneko et al., 2005)	Silika Xerogel	PEG
Si-OH <i>asym. stretching</i>	3700-3200	3435	
O-H <i>stretching</i>	3750-2500		2908
C=C <i>stretching</i>	1650-1900		1632
C-OC <i>stretching</i>	1500-800		1352
Si-O-Si <i>asym. stretching</i>	1130-1000	1099	
Si-O-Si <i>bending</i>	500-200	471	

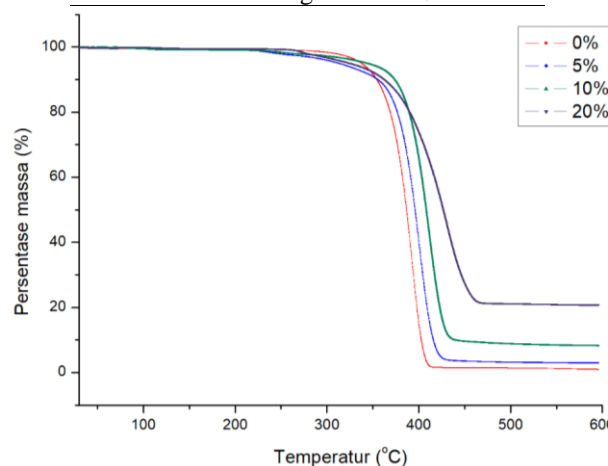
Kestabilan termal polimer PEG dan komposit yang terbentuk dianalisis dengan menggunakan TGA (Gambar 3). Berdasarkan referensi yang ada, PEG 4000 memiliki temperatur leleh pada 40-70°C (Zampori et al., 2012) sedangkan silika xerogel memiliki temperatur leleh yang sangat tinggi (980 °C) (Venkateswara Rao et al., 1999). Dengan penambahan silika xerogel diharapkan akan meningkatkan kestabilan termal (temperatur leleh) komposit.

Studi komprehensif antara hasil kristalinitas dan kestabilan termal saling mendukung. Terlihat jelas bahwa peran kristalinitas dari PEG sangat terlihat pada temperatur rendah (dibawah temperatur leleh dari PEG 4000). Secara atomik, pada temperatur rendah (di bawah T_m dari PEG), ikatan kovalen mendominasi pada rantai utama PEG. Namun, ikatan lemah van der waals terbentuk antara silika xerogel dan PEG. Sehingga apabila rantai utama PEG putus dan rusak akibat temperatur, peran partikel-partikel silika hanyalah menahan proses dekomposisi PEG sehingga akan semakin lambat. Namun penguatan ini hanya bisa bertahan hingga temperatur 200 °C. Pada temperatur ini, penurunan massa dari PEG mulai terjadi secara signifikan (ditunjukkan oleh Gambar 3). Penurunan massa yang signifikan ini berlangsung hingga PEG habis yaitu pada temperatur di atas 400 °C. Selanjutnya yang tersisa hanyalah massa dari silika xerogel yang ditambahkan, yaitu berturut-turut 0, 5, 10, dan 20 %.

Tabel 4 menunjukkan persentase massa yang tersisa setelah terjadi dekomposisi dari PEG 4000. Persentase massa yang tersisa menunjukkan nilai yang hampir sama dengan besar komposisi silika xerogel yang ditambahkan. Namun, terdapat sedikit perbedaan persentase massa dari hasil TGA dan persentase awal karena kemungkinan kurang homogenya proses pencampuran sebelum sampel dicetak mengingat hanya sebagian kecil sampel yang diambil untuk diuji TGA (26,44 mg). Berdasarkan hasil tersebut, kehomogenan proses pencampuran sangat menentukan stabilitas termal terhadap temperatur.

Tabel 4 Persentase massa yang tersisa setelah terjadi dekomposisi (T>400°C)

Sampel	Massa yang tersisa (%)
PEG	0,92386
5% Silika Xerogel	2,91538
10% Silika Xerogel	8,232722
20% Silika Xerogel	20,77982



Gambar 3 Analisis TGA dari sampel PEG dan komposit

IV. KESIMPULAN

Kristalinitas komposit termoplastis PEG diperkuat dengan silika xerogel telah berhasil dipreparasi dalam kondisi PEG leleh. Kristalinitas dianalisis dengan menggunakan *software Match!* dan kristalinitas PEG menurun dari 51,25 % untuk PEG murni, dan menjadi 20,12 % untuk komposit 20% silika xerogel. Peran kristalinitas PEG sangat tampak pada temperatur rendah, dibawah T_m PEG, sedangkan peran pengisi silika xerogel tampak pada temperatur tinggi karena silika xerogel memiliki T_m 980°C. Selain itu, persentase massa yang tersisa menunjukkan nilai yang hampir sama dengan besar komposisi silika xerogel yang ditambahkan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada LPPM UPN “Veteran” Jawa Timur karena telah memberikan bantuan pendanaan melalui skema Riset Dasar Internal. Selain itu, sarana prasarana yang ada di Laboratorium Teknik Kimia UPN “Veteran” Jawa Timur yang telah mendukung proses penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Chen, X., Mamun, A., Alamo, R.G., 2015. Effect of Level of Crystallinity on Melt Memory Above the Equilibrium Melting Temperature in a Random Ethylene 1-Butene Copolymer. *Macromolecular Chemistry and Physics* 216, 1220–1226. <https://doi.org/10.1002/macp.201500068>
- Echeverría, J.C., Estella, J., Barbería, V., Musgo, J., Garrido, J.J., 2010. Synthesis and characterization of ultramicroporous silica xerogels. *Journal of Non-Crystalline Solids* 356, 378–382. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2009.11.044>
- Fadly, T.A., Fauziyah, N.A., Rosyidy, A., Mashuri, Pratapa, S., 2017. Degradation activation energy determination of PEG 4000-quartz composites using dynamic mechanical analyzer (DMA) measurements. *AIP Conference Proceedings* 1788, 030033. <https://doi.org/10.1063/1.4968286>
- Fauziyah, N.A., Hilmi, A.R., Fadly, T.A., Asrori, M.Z., Mashuri, M., Pratapa, S., 2019. Dynamic tensile and shear storage moduli of PEG/silica-polymorph composites. *Journal of Applied Polymer Science* 136, 47372. <https://doi.org/10.1002/app.47372>
- Girard, A., Stekiel, M., Spahr, D., Morgenroth, W., Wehinger, B., Milman, V., Nguyen-Thanh, T., Mirone, A., Minelli, A., Paolasini, L., Bosak, A., Winkler, B., 2018. Structural, elastic and vibrational properties of celestite, SrSO_4 , from synchrotron x-ray diffraction, thermal diffuse scattering and Raman scattering. *J. Phys.: Condens. Matter* 31, 055703. <https://doi.org/10.1088/1361-648X/aaf0ef>
- Guzel Kaya, G., Deveci, H., 2020. Synergistic effects of silica aerogels/xerogels on properties of polymer composites: A review. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 89, 13–27. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2020.05.019>
- Guzel Kaya, G., Yilmaz, E., Deveci, H., 2018. Sustainable nanocomposites of epoxy and silica xerogel synthesized from corn stalk ash: Enhanced thermal and acoustic insulation performance. *Composites Part B: Engineering* 150, 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.05.039>
- Hilmi, A.R., Fauziyah, N.A., Apriliyana, G.A., Pratapa, S., 2019a. Dynamic mechanical analysis data of PEG/amorphous-silica composites. *Data in Brief* 23, 103731. <https://doi.org/10.1016/j.dib.2019.103731>
- Hilmi, A.R., Fauziyah, N.A., Pratapa, S., 2019b. A temperature-dependent storage modulus model for filler-dispersed PEG/silica composites. *Composites Part B: Engineering* 173, 106868. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.05.079>
- Hu, W., Li, M., Chen, W., Zhang, N., Li, B., Wang, M., Zhao, Z., 2016. Preparation of hydrophobic silica aerogel with kaolin dried at ambient pressure. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 501, 83–91. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2016.04.059>
- Humbert, S., Lame, O., Séguéla, R., Vigier, G., 2011. A re-examination of the elastic modulus dependence on crystallinity in semi-crystalline polymers. *Polymer* 52, 4899–4909. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2011.07.060>

- Kaneko, T., Nemoto, D., Horiguchi, A., Miyakawa, N., 2005. FTIR analysis of a-SiC: H films grown by plasma enhanced CVD. *Journal of Crystal Growth* 275, e1097–e1101.
- Liu, Y., Zheng, J., Deng, Y., Wu, F., Wang, H., 2021. Effect of functional modification of porous medium on phase change behavior and heat storage characteristics of form-stable composite phase change materials: A critical review. *Journal of Energy Storage* 44, 103637. <https://doi.org/10.1016/j.est.2021.103637>
- Ooi, C.Y., Hamdi, M., Ramesh, S., 2007. Properties of hydroxyapatite produced by annealing of bovine bone. *Ceramics International* 33, 1171–1177. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2006.04.001>
- Prokopowicz, M., Łukasiak, J., 2010. Synthesis and in vitro characterization of freeze-dried doxorubicin-loaded silica/PEG composite. *Journal of Non-Crystalline Solids* 356, 1711–1720. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2010.06.024>
- Sudiana, I.N., Mitsudo, S., Nishiwaki, T., Susilowati, P.E., Lestari, L., Firihi, M.Z., Aripin, H., 2016. Synthesis and Characterization of Microwave Sintered Silica Xerogel Produced from Rice Husk Ash. *J. Phys.: Conf. Ser.* 739, 012059. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/739/1/012059>
- Triyastiti, L., Krisdiyanto, D., 2018. Isoalasi Nanokristal Selulosa Dari Pelepah Pohon Salak Sebagai Filler Pada Film Berbasis Polivinil Alkohol (PVA). *INDONESIAN JOURNAL OF MATERIALS CHEMISTRY* 1, 39–45.
- Venkateswara Rao, A., Wagh, P.B., Haranath, D., Risbud, P.P., Kumbhare, S.D., 1999. Influence of temperature on the physical properties of TEOS silica xerogels. *Ceramics International* 25, 505–509. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(97\)00085-0](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(97)00085-0)
- Zampori, L., Dotelli, G., Gallo Stampino, P., Cristiani, C., Zorzi, F., Finocchio, E., 2012. Thermal characterization of a montmorillonite, modified with polyethylene-glycols (PEG1500 and PEG4000), by in situ HT-XRD and FT IR: Formation of a high-temperature phase. *Applied Clay Science* 59–60, 140–147. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2012.02.015>