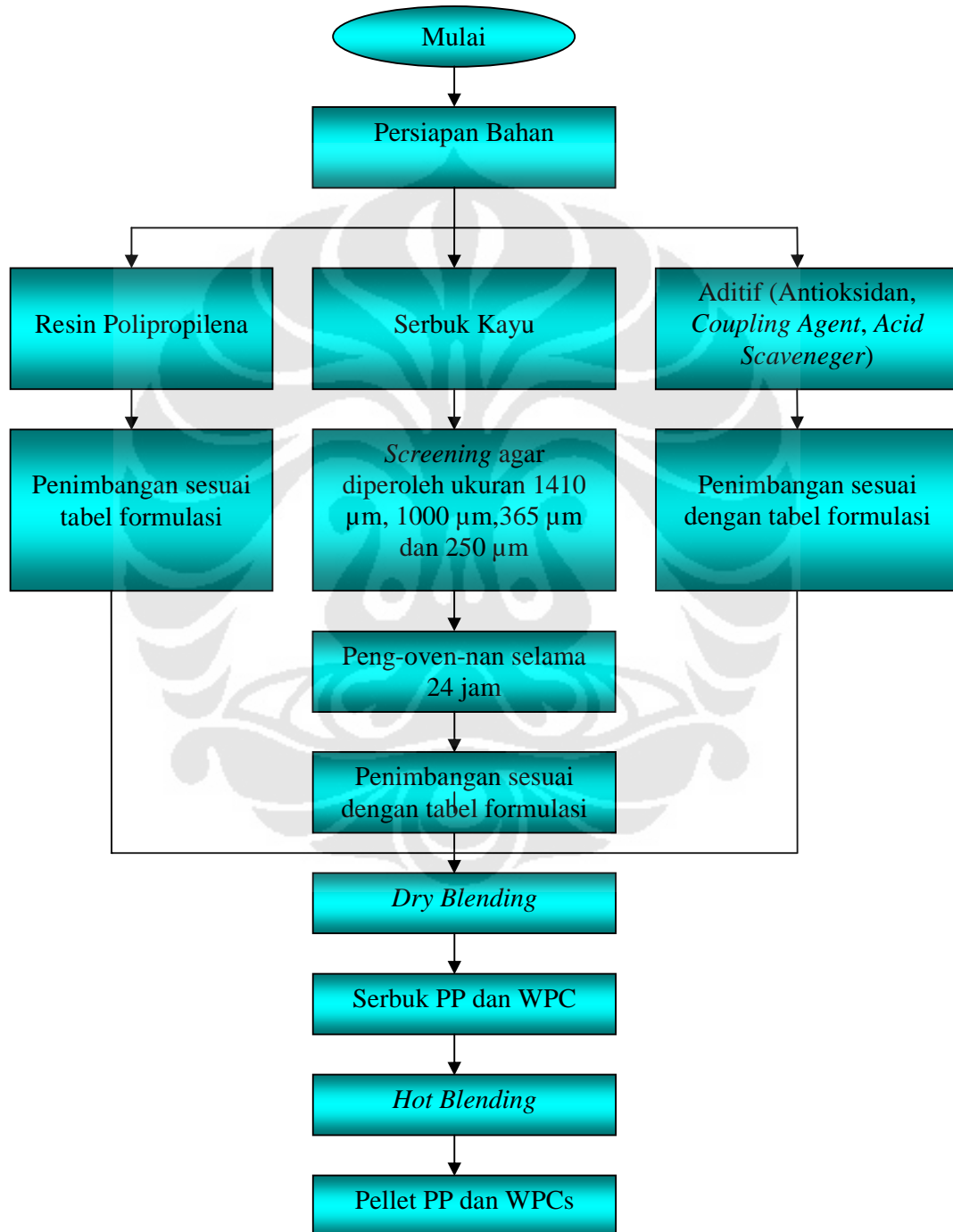


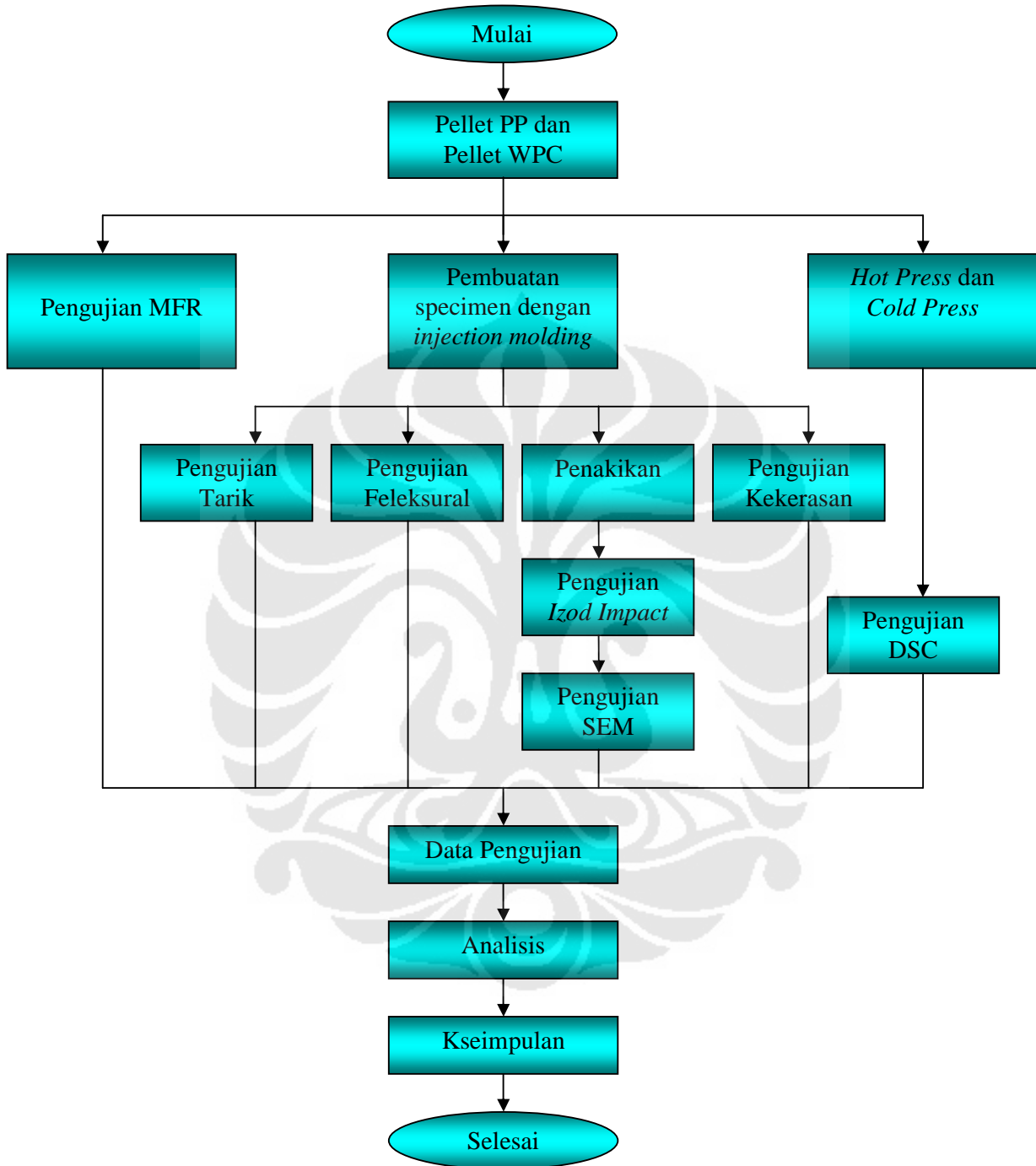
# BAB III

## METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 DIAGRAM ALIR FORMULASI



### 3.2 DIAGRAM ALIR PENGUJIAN



### 3.3 FORMULASI

Berikut merupakan tabel formulasi untuk tiap-tiap sampel.

**Tabel 3.1.** Tabel Formulasi

Bahan	Unit	Sampel F1	Sampel F2	Sampel F3	Sampel F4	Sampel F5
CN-CAT	ppm	1500	1500	1500	1500	1500
CaSt	ppm	650	650	650	650	650
<i>Coupling Agent</i>	%wt	-	5	5	5	5
Kayu	%wt	-	10	10	10	10
Kayu	mesh	-	12	18	40	60
Resin Polipropilena	%wt	99.785	84.785	84.785	84.785	84.785
<b>Total Berat</b>	<b>Kg</b>	<b>5</b>	<b>3.5</b>	<b>5</b>	<b>3.5</b>	<b>3.5</b>

### 3.4 SPESIFIKASI BAHAN

#### 3.4.1 Resin Polipropilena

Resin Polipropilena yang dipakai dalam penelitian ini merupakan hasil reaksi proses Unipol dengan ditambahkan beberapa jenis aditif sehingga diperoleh grade *Cast Film* (CS). Resin polipropilena berwujud serbuk dan memiliki batas toleransi nilai melt flow  $\pm 20$  % dari melt flow yang seharusnya. Dimana selanjutnya resin polipropilena ini di *dry blending* bersama serbuk kayu, *coupling agent*, antioksidan dan *acid scavenger* untuk membentuk pellet komposit polipropilena serbuk kayu. Berikut merupakan spesifikasi pellet PP HF 8.0 CM.

**Tabel 3.2.** Spesifikasi Pellet Polipropilena HF 8.0 CM<sup>[25]</sup>

<b>Parameter</b>	<b>Unit</b>	<b>Nilai</b>
MFR	gr/10min	6.8-8.2
XS	% wt	3.1
TI	Ppm	0.48-0.78
Al	Ppm	48-189
Cl	Ppm	30
PEPQ	Ppm	439
P-168	Ppm	580
CaSt	Ppm	2250
SiO <sub>2</sub>	Ppm	1150
<i>Haze</i>	%	0.7
<i>Thickness</i>	Micron	45
<i>Melting Point</i>	°C	134,73-161.06
<i>Crystallization</i>	°C	97.02-107.81
Et	%	X
<i>Gel Count</i>	# S/L	2/1
Elongasi	%	11.4
Fleksural Modulus	Mpa	1280
Kekerasan	R-scale	85
<i>Gardner Impact</i>	Kg.cm	2.7
<i>Tensile Yield Strength at 50 mm/min</i>	MPa	35

### 3.4.2 Serbuk Kayu Karet

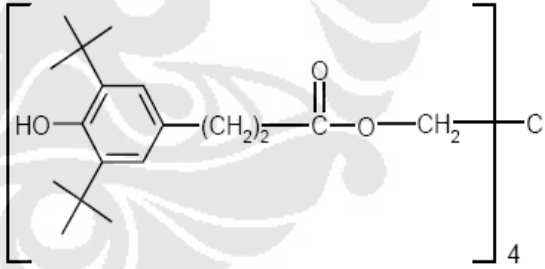
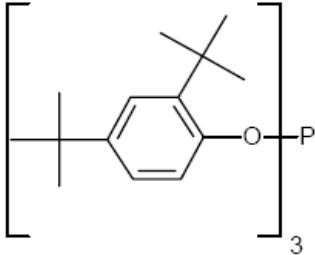
Serbuk kayu yang dipakai dalam penelitian ini berasal dari hasil peremajaan/penebangan pohon karet yang berumur lebih dari 30 tahun. Kayu pohon karet tersebut dihancurkan sehingga berbentuk serbuk. Kemudian serbuk kayu di *screening* atau diayak agar diperoleh ukuran serbuk sebesar 1410 µm,

1000  $\mu\text{m}$ , 365  $\mu\text{m}$  dan 250  $\mu\text{m}$ . Serbuk kayu dalam komposit ini berfungsi sebagai bahan pengisi sehingga diharapkan dapat meningkatkan *properties* komposit.

### 3.4.3 Antioksidan

Antioksidan adalah suatu zat aditif yang berfungsi untuk mencegah terjadinya reaksi oksidasi oleh udara atau oksigen yang dapat menyebabkan polimer terdegradasi. Dalam penelitian ini digunakan antioksidan yang diproduksi oleh China Catalyst Ltd. China dengan merek dagang CN-CAT<sup>®</sup> B-215. Anti oksidan CN-CAT<sup>®</sup> B-215 bekerja dengan menerapkan dua mekanisme yaitu sebagai pendonor hidrogen (Antioksidan Fenolik) dan pendekomposisi hidroperoksida (Antioksidan Organofosfor). CN-CAT<sup>®</sup> B-215 merupakan campuran dari CN-CAT<sup>®</sup> A-1010 dan CN-CAT<sup>®</sup> A-168 dimana CAT<sup>®</sup> A-1010 berfungsi sebagai pendonor hidrogen dan CN-CAT<sup>®</sup> A-168 berfungsi sebagai pendekomposisi hidroperoksida. Berikut merupakan struktur kimia CN-CAT<sup>®</sup> A-1010 dan CN-CAT<sup>®</sup> A-168

**Tabel 3.3.** Struktur Kimia CN-CAT<sup>®</sup> A-1010 dan CN-CAT<sup>®</sup> A-168<sup>[26]</sup>

Nama Senyawa	Struktur Kimia
CN-CAT A-1010  Pentaerythritol Tetrakis [3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionate)	
CN-CAT A-168  tris(2, 4-di-tert-butylphenyl) phosphite	

**Tabel 3.4.** Sifat-sifat CN-CAT<sup>®</sup> A-168<sup>[27]</sup>

<b>Parameter</b>	<b>Nilai</b>
<i>Appearance</i>	<i>White powder</i>
<i>Color of solution</i>	<i>Clear</i>
<i>Melting Point</i>	110-125 °C
<i>Ash Content</i>	0.1 % (max)
TGA (105 °C, 2 hours)	0.5 % (max)
<i>Assay</i>	94.0 % (min)
<i>Transmittance:</i>	
425nm	96 % (min)
500nm	98 % (min)

**Tabel 3.5.** Sifat-sifat CN-CAT<sup>®</sup> A-1010<sup>[27]</sup>

<b>Parameter</b>	<b>Nilai</b>
<i>Appearance</i>	<i>White powder</i>
<i>Color of solution</i>	<i>Clear</i>
<i>Melting Point</i>	110-125 °C
<i>Ash Content</i>	0.1 % (max)
TGA (105 °C, 2 hours)	0.5 % (max)
<i>Assay</i>	94.0 % (min)
<i>Transmittance:</i>	
425nm	96 % (min)
500nm	98 % (min)

**Tabel 3.6.** Sifat-sifat CN-CAT<sup>®</sup> B-215  
(Campuran CN-CAT<sup>®</sup> A-1010 dan CN-CAT<sup>®</sup> A-168)<sup>[27]</sup>

Parameter	Nilai
Penampilan	<i>White to off white granules</i>
Warna Larutan	Jernih
Komposisi Utama	A 168 : 61.5 – 71.5 % A 1010 : selebihnya
TGA (100°C, 2 jam)	0.5 % (max)
Transmitan	
425nm	96 % (min)
500nm	98 % (min)

#### 3.4.4 *Acid Scavenger* (Kalsium Stearat)

Kalsium stearat digunakan sebagai *acid scavenger* yang fungsinya untuk menetralkan asam yang terbentuk dari hidrolisis uap air oleh katalis, sehingga tidak mengkorosi alat-alat proses. Kalsium stearat yang digunakan untuk penelitian ini adalah buatan *Palmstar, Ltd. Singapura*. Terbentuknya asam dan unsur halogen (klorida) pada saat proses disebabkan oleh peristiwa hidrolisis oleh sisa katalis karena adanya kelembaban udara. Pada polipropilena, terdapat ion  $Ti^{4+}$  dan  $Cl^-$  pada sisa katalis  $TiCl_4$ . Ion  $Ti^{4+}$  dan  $Cl^-$  pada sisa katalis  $TiCl_4$  akan menghidrolisis uap air, sehingga terbentuk ion  $H^+$  yang korosif. Oleh karena itu, *calcium stearate* sebagai *acid scavenger* mengorbankan diri untuk menetralkan ion  $H^+$ . Berikut merupakan sifat-sifat dari kalsium stearat yang digunakan pada penelitian ini.

**Tabel 3.7.** Sifat-sifat Palmstar CaSt<sup>[28]</sup>

Parameter	Nilai
<i>Appearance</i>	<i>white fine powder</i>
<i>Molecular Formula</i>	$\text{Ca}(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COO})_2$ <i>Calcium Stearate</i>
<i>Molecular Weight</i>	606.61 g/mol
$T_{\text{melt}}$	140 – 170°C
$T_{\text{autoignition}}$	398.89°C
<i>Specific Gravity</i>	1.03
<i>Bulk Density</i>	0.2 g/cm <sup>3</sup> (max)
<i>Odor</i>	Faint fatty odor
<i>Ca content</i>	6.6 +- 0.2%
<i>Salt content</i>	1.0% (max)
<i>Volatile Matter</i>	2.0% (max)
<i>Pb content</i>	0.0005% (max)
<i>Cd content</i>	0.0005% (max)
<i>Xn content</i>	0.005% (max)
<i>Free Fatty Acid</i>	1.0% (max)
<i>Soluble in water</i>	0.2% (max) but can <i>solubilised by acid</i>
<i>Through 200 mesh sieve</i>	99.0% (min)
<i>Toxicity</i>	LD50 (oral, rat) >10 mg/kg

### 3.4.5 Coupling Agent

Resin Polipropilena bersifat nonpolar sedangkan serbuk kayu bersifat polar, oleh sebab itu perlu digunakan zat penggabung (*Coupling agent*) yang berfungsi sebagai jembatan penyambung perbedaan polaritas tersebut. Zat penggabung yang digunakan dalam penelitian ini merupakan produk PT Clariant dengan merek dagang Licocene PPMA 6452 TP. *Licocene*® PPMA 6452 TP merupakan polimer yang dibuat dari teknologi polimerisasi *metallocene* berupa



Polipropilena yang dicangkok (*grafting*) dengan Maleat Anhidrat (PP-g-MA). Sebenarnya aplikasi umum dari *Licocene*® PPMA 6452 TP adalah sebagai perekat leleh yang panas (*hot melt adhesive*), namun zat penggabung tipe ini juga dapat digunakan sebagai zat penggabung untuk komposit plastik - serbuk kayu. Berikut merupakan sifat-sifat *Licocene* PPMA 6452 TP.

**Tabel 3.8.** Sifat-sifat *Licocene* PPMA 6452 TP <sup>[29]</sup>

Parameter	Nilai
<i>Drop point</i>	<i>approx. 145 °C</i>
<i>Viscosity at 170 °C</i>	<i>approx. 60 mPa·s</i>
<i>Density at 20 °C</i>	<i>approx. 0.90 g/cm<sup>3</sup></i>
<i>Acid value</i>	0 mg KOH/g
<i>Form supplied</i>	<i>white fine grain</i>

### 3.5 PEMBUATAN SPESIMEN

#### 3.5.1 Screening

Screening (pengayakan) bertujuan untuk memperoleh serbuk kayu berukuran 12, 18, 40 dan 60 mesh

##### 3.5.1.1 Alat dan Bahan :

###### Alat:

- a) Loyang Pengayak 12, 18, 40 dan 60 mesh
- b) Wadah penampung
- c) Mesin Vibrasi Fritch
- d) Mesin Vibrasi RO-TAP

**Bahan :** Serbuk kayu karet

##### 3.5.1.2 Kondisi Proses

Temperatur proses : Suhu kamar

Amplitudo : kecil-medium

Lama Vibrasi : 15-25 menit

No. Mesh akhir : 12,18, 40, 60 mesh

### 3.5.1.3 Prosedur Pengayakan

- a) Susun loyang pengayak dengan urutan sebagai berikut : 12 mesh – 18 mesh – 40 mesh – 60 mesh;
- b) Letakkan wadah penampung dibagian paling bawah (di bawah loyang ukuran 60 mesh);
- c) Masukkan serbuk kayu ke loyang pengayak ukuran 12 mesh (paling atas) kemudian tutup;
- d) Letakkan susunan loyang pengayak tersebut diatas mesin vibrasi dan pasang pengikatnya,;
- e) Nyalakan mesin vibrasi dengan amplitudo dan lama vibrasi sesuai dengan ketentuan alat;
- f) Setelah alat pengayak berhenti bervibrasi, ambil serbuk kayu;
- g) Pisahkan serbuk kayu sesuai dengan ukuran meshnya;
- h) Ulangi langkah a – g sampai diperoleh jumlah serbuk kayu yang diinginkan.

### 3.5.2 Peng-oven-an

Pengovenan bertujuan untuk mengurangi kadar air (*moisture*) serbuk kayu

#### 3.5.2.1 Alat dan Bahan

##### Alat :

- a) Oven Heraeus
- b) Wadah penampung

**Bahan :** Serbuk kayu yang telah diayak

#### 3.5.2.2 Kondisi Proses

Lama pengovenan : 24 jam  
Temperatur : 110°C  
Kelembaban ruang : 50+5% *humidity*

#### 3.5.2.3 Prosedur Peng-oven-an

- a) Masukkan serbuk kayu yang telah dipisahkan sesuai dengan ukuran meshnya dalam wadah penampung ke dalam oven;
- b) Atur temperatur oven pada 110°C dan pastikan oven tertutup;

- c) Setelah 24 jam keluarkan serbuk kayu dari oven;
- d) Masukkan serbuk kayu yang telah di-oven ke dalam plastik;
- e) Tutup rapat plastik agar tidak terjadi kontak dengan udara luar;

*Catatan : Penempatan serbuk kayu ke plastik harus dilakukan secepat mungkin untuk menghindari kontak dengan udara, dikarenakan sifat serbuk kayu yang sangat higroskopis (menyerap air).*

### **3.5.3 Penimbangan**

Penimbangan bertujuan untuk mendapatkan takaran yang sesuai dengan komposisi pada tabel formulasi

#### **3.5.3.1 Alat dan Bahan :**

##### **Alat :**

- a) Timbangan analitik digital Sartorius
- b) Timbangan non-analitik digital Kubota

##### **Bahan :**

- a) Antioksidan CN-CAT<sup>®</sup> B-215
- b) *Acid sccevenger* CaSt
- c) Serbuk kayu karet
- d) Zat penggabung (*coupling agent*) *Licocene*<sup>®</sup> PPMA 6452 TP
- e) Resin polipropilena HF8.0CM,

#### **3.5.3.2 Kondisi Proses**

Temperatur : Temperatur kamar

Kelembaban : 50+5% *humidity*

#### **3.5.3.3 Prosedur Penimbangan**

- a) Letakkan wadah diatas alat penimbang;
- b) Tekan *tare* untuk meng-nol-kan nilai berat diatas timbangan;
- c) Masukkan bahan yang akan ditimbang ke dalam wadah yang telah diletakkan diatas timbangan. Jumlahnya sesuai dengan tabel formulasi;
- d) Lakukan hal yang sama untuk setiap bahan.

*Catatan : Penimbangan antioksidan CN-CAT<sup>®</sup> B-215, acid scevenger CaSt, serbuk kayu karet, dan zat penggabung (coupling agent) Licocene<sup>®</sup> PPMA 6452 TP dilakukan dengan timbangan analitik digital Sartorius. Sedangkan penimbangan resin PP dilakukan dengan timbangan non-analitik digital Kubota.*

*Serbuk kayu yang telah ditimbang harus sesegera mungkin dimasukkan ke dalam plastik dan ditutup rapat untuk mencegah kontak yang terlalu lama dengan udara.*

### **3.5.4 Compounding (Dry Blending)**

Compounding (dry blending) bertujuan untuk menghomogenisasi distribusi partikel aditif dan *filler* ke dalam matriks polipropilena

#### **3.5.4.1 Alat dan Bahan**

**Alat :** *Teledyne Mixer Blender*

**Bahan :**

- a) Antioksidan CN-CAT<sup>®</sup> B-215
- b) *Acid scevenger* CaSt
- c) Serbuk kayu karet
- d) Zat penggabung (*coupling agent*) Licocene<sup>®</sup> PPMA 6452 TP
- e) Resin polipropilena HF8.0CM,

#### **3.5.4.2 Kondisi Proses**

Temperatur Proses : temperatur kamar

Kelembaban : 50+5% *humidity*

Lama *dry blending* :  $\pm$  10 menit untuk setiap formula

#### **3.5.4.3 Prosedur *dry blending***

- a) Tarik katup pengait diantara mesin dry blending dengan wadah pengaduk agar wadah pengaduk tersebut terlepas;
- b) Campurkan semua bahan yang telah ditimbang sesuai dengan formulasi kemudian masukkan dalam wadah pengaduk;

- c) Pasang kembali wadah pengaduk pada mesin dry blending dan tekan katup pengaitnya. Pasang penutup wadah pengaduk;
- d) Tekan mode *on* pada mesin dry blending untuk memulai proses pengadukan;
- e) Tunggu selama  $\pm 10$  menit hingga mesin blender berhenti berputar;
- f) Lepaskan wadah pengaduk dari mesin *dry blending*;
- g) Buka penutup wadah dan tuang serbuk komposit yang telah diaduk ke dalam kantong plastik;
- h) Lakukan langkah yang sama untuk setiap formulasi.

### 3.5.5 Pelletizing (Hot Blending)

*Pelletizing (hot blending)* bertujuan untuk membentuk pellet polipropilena dan pellet komposit.

#### 3.5.5.1 Alat dan Bahan

**Alat** : *Twin screw extruder*

**Bahan** : Serbuk WPCs

#### 3.5.5.2 Kondisi Operasi

Kelembaban :  $50 \pm 5\%$  *humidity*

Media Pendingin : udara

**Tabel 3.9.** Kondisi proses *pelletizing*

Zone	Temperatur
Zone 1	120°C
Zone 2	140°C
Zone 3	140°C
Zone 4	140°C
Zone 5	150°C
Zone 6	150°C
Zone 7	160°C
Zone 8	190°C
Zone 9	190°C
Die	190°C

### 3.5.5.3 Prosedur *pelletizing*

- a) Hidupkan *twin screw extruder* dan atur *seting*-an temperatur setiap zona *barrel* agar serbuk komposit tidak terbakar;
- b) Jalankan *screw extruder* untuk membuang sisa material sebelumnya. Dan lakukan pembilasan dengan menggunakan resin polipropilena HF8.0CM;
- c) Masukkan serbuk komposit kedalam *hopper*. Serbuk komposit akan *ter-extrude* dan keluar melalui dies berupa *strand*. Kemudian *strand* komposit akan jatuh ke *belt strand conveyor* dan secara otomatis dibawa mendekati alat pemotong sambil dilakukan pendinginan udara menggunakan *air blower*;
- d) Tarik *strand* komposit jika telah berada di ujung *belt strand conveyor* dan masukkan ke dalam alat pemotong;
- e) Lakukan langkah dan pengaturan yang sama untuk setiap formulasi.

### 3.5.6 *Injection Molding*

*Injection molding* bertujuan untuk membuat spesimen untuk uji tarik, uji impak, uji kekerasan, uji fleksural

#### 3.5.6.1 Alat Dan Bahan

**Alat** : *Injection Molding* Arburg

**Bahan** : Pellet polipropilena dan pellet WPC

#### 3.5.5.2 Kondisi Proses

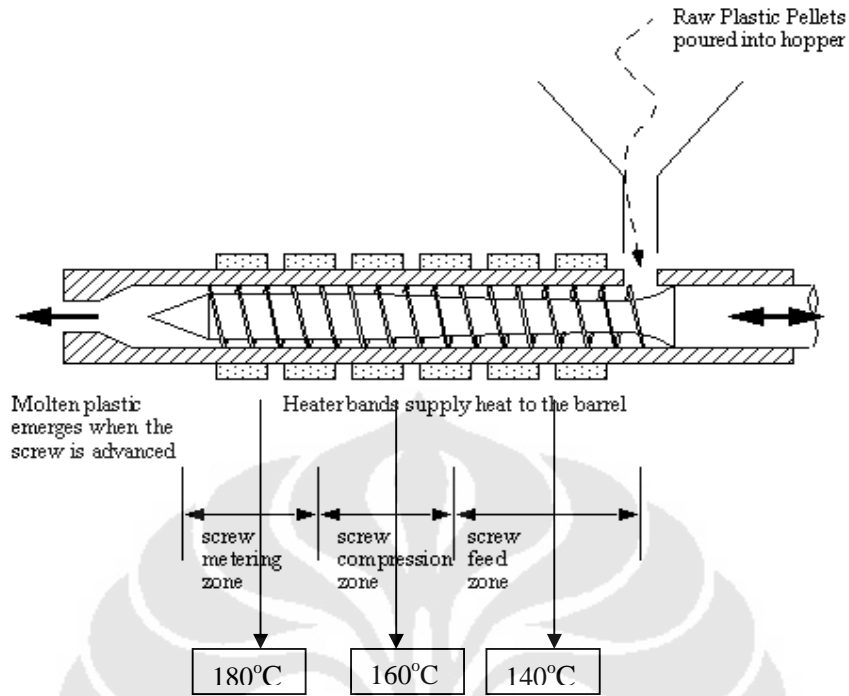
Kelembaban : 50±5% *humidity*

Temperatur Pengujian : Temperatur kamar

Kondisi proses *injection molding*

**Tabel III.10.** Kondisi proses *injection molding*

Zone	Temperatur
<i>Feed Zone</i>	140°C
<i>Compression Zone</i>	160°C
<i>Melting Zone</i>	180°C



**Gambar 3.1.** Ilustrasi kondisi proses *Injection molding*

### 3.5.5.3 Prosedur *injection molding*

- a) Pastikan *hopper* dalam keadaan kosong. Bila ternyata masih terdapat sisa pellet, maka pellet tersebut harus dibuang terlebih dahulu dengan cara mendorong *hopper* ke arah samping sampai pellet mengalir turun melalui selang yang tersedia. Kemudian kembalikan *hopper* ke posisi semula;
- b) Masukkan sampel ke dalam *hopper*;
- c) Hidupkan mesin pendingin dan mesin injeksi;
- d) Buang sisa polimer leleh yang berada di dalam *extruder* dan bilas menggunakan pellet sampel;
- e) Setting temperatur dan tekanan sebagai variabel *trial and error* untuk memperoleh spesimen yang baik;
- f) Kondisikan specimen pada temperatur  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  & kelembaban relatif  $50 \pm 2\%$  minimal selama 40 jam;
- g) Lakukan langkah yang sama untuk setiap formulasi

### 3.5.7 Hot Press dan Cold Press

*Hot press* dan *cold press* bertujuan untuk membuat spesimen yang digunakan untuk menentukan temperatur *melting* dan temperatur kristalisasi.

#### 3.5.7.1 Alat dan Bahan

**Alat** : Hydraulic press machine

**Bahan** : Pellet polipropilena dan pellet WPC

#### 3.5.7.2 Kondisi Proses

Kelembaban :  $50 \pm 5\%$  *humidity*

Temperatur Pengujian : Temperatur kamar

#### 3.5.7.3 Prosedur hot press dan cold press

a) Susun *mold* sebagai berikut :

*Mold carrier, baking plate, alumunium foil, mold (4 hole)*

b) Tempatkan 4 gram sampel pada tiap *hole* di *mold*;

c) Tutup sampel dengan *alumunium foil* dan *baking plate*;

d) *Press* sampel pada suhu  $230^{\circ}\text{C}$  selama 120 detik;

e) Lanjutkan dengan *press* dingin selama 120 detik;

f) Lakukan langkah yang sama untuk setiap formulasi.

## 3.6 PENGUJIAN

### 3.6.1 Melt Flow Rate (MFR)

Pengujian MFR bertujuan untuk menentukan MFR material polimer. MFR adalah berat polimer yang mengalir melalui dies dengan diameter dan panjang yang tertentu selama 10 menit pada temperatur dan beban konstan.

Standar Pengujian : ASTM D 1238

#### 3.6.1.1 Alat dan Bahan :

**Alat :**

1. Rangkaian alat *melt indexer*
2. Skop kecil
3. Kain cotton flannel 2 x 2 inch
4. *cutter*



## 5. *Hexadecane*

**Bahan :** Pellet polipropilena dan pellet WPCs

### 3.6.1.2 Kondisi Operasi

Dari pengujian *Melt Flow Index* di laboratorium PT Try Polyta diperoleh data operasi sebagai berikut :

Berat beban	: 2060 g
Berat piston	: 100 g
Temperatur pengukuran	: 230 °C
Waktu pra-pemanasan ( <i>pre-heat</i> )	: 300 detik
Piston <i>travelcup</i>	: 25,4 mm
Diameter <i>orifice</i>	: 0,0825 ± 0,0002 inchi
Panjang <i>orifice</i>	: 0,315 ± 0,0001 inchi
Temperatur setting	: 230°C
Temperatur aktual	: 230°C
Kelembaban	: 50±5% <i>humidity</i>
Temperatur Pengujian	: Temperatur kamar

### 3.6.1.3 Prosedur pengujian

- Cek kondisi peralatan bila sudah sesuai dengan standar, pengujian bisa dimulai;
- Masukan pellet WPC sekitar 20 gram kedalam *extrusion plastometer*;
- Tekan-tekan dan padatkan pellet WPC dengan cepat;
- Singkirkan kelebihan pellet WPC, lalu pasang piston dan beban;
- Aktifkan mode pengukuran dan tunggu hasilnya;
- Catat hasil untuk 2 kali pengambilan data tiap formula dan ulangi pengukuran jika perlu;
- Bersihkan alat uji sesuai prosedur kebersihan alat;
- Ulangi pengujian untuk formula yang berbeda.

Prosedur Kebersihan *Extrusion Plastometer*:

- Pindahkan piston dan *orifice* lalu bersihkan dengan *hexadecane*, kemudian celupkan piston dalam air;

- b) Bersihkan silinder dengan *riffle brush* dan kain yang sudah dibasahi dengan *hexadecane*;
- c) Bersihkan polimer yang kering dan menempel pada piston dan *orifice* dengan pisau;
- d) Pasang *orifice* dan piston, lalu biarkan piston dalam barrelnya sekitar 20 menit sebelum digunakan kembali, agar kondisi standar kembali terpenuhi;
- e) Ulangi prosedur kebersihan setiap selesai pengukuran *melt flow rate*

### 3.6.2 Differential Scanning Calorimeter (DSC)

Pengujian DSC bertujuan untuk menentukan temperatur *melting* dan temperatur kristalisasi.

Standar Pengujian : ASTM D 3895

#### 3.6.2.1 Alat dan Bahan

**Alat** : *Differential Scanning Calorimeter (DSC)*

**Bahan** : Pellet polipropilena dan pellet WPC

#### 3.6.2.2 Kondisi Operasi

Kelembaban :  $50 \pm 5\%$  *humidity*

Temperatur Pengujian : Temperatur kamar

#### 3.6.2.3 Prosedur Pengujian

- a) Pasang 5 mg sampel cup DSC yang telah di-*shaping* ke tempat dudukan sampel uji DSC;
- b) Aktifkan DSC, dimulai dengan *preliminary thermal history*;
- c) Mulai pengukuran (rate  $10^{\circ}\text{C}$ ) dan mem-plot hasilnya (baik kurva endotermik untuk  $T_m$  maupun kurva eksotermik untuk  $T_{\text{kristalisasi}}$ ), catat 1 pasang kurva tiap formula tetapi dapat pula diulang bila perlu;
- d) Ulangi pengujian untuk formula yang berbeda.

Hasilnya dapat langsung dilihat dalam bentuk grafik yang sudah dibuat secara komputerisasi juga.

### 3.6.3 Pengujian Tarik (*Tensile Strength*)

Pengujian tarik (*tensile strength*) bertujuan untuk menentukan kekuatan tarik pertambahan panjang saat deformasi, dan Modulus Young dari material polimer dan material WPC.

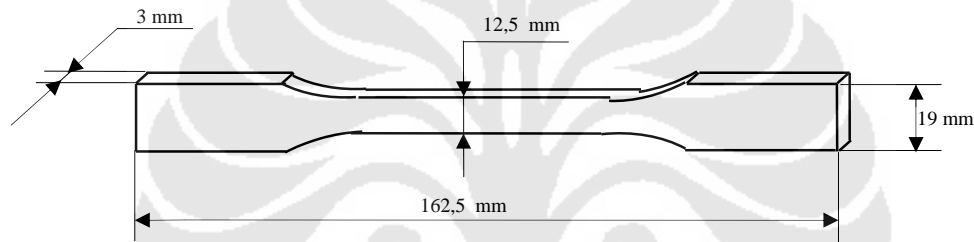
Standar Pengujian : ASTM D638

#### 3.6.3.1 Alat dan Bahan :

##### Alat :

- Alat multi tester (tensile, flexural, fatigue) digital
- Alat ukur ketebalan Micrometer

**Bahan :** Polipropilena dan WPC berbentuk *dogbone* (**Gambar 3.2**).



**Gambar 3.2.** Sampel uji tarik

#### 3.6.3.2 Kondisi Operasi

Kelembaban :  $50 \pm 5\%$  humidity

Temperatur Pengujian : Temperatur kamar

#### 3.6.3.3 Prosedur Pengujian

##### Persiapan alat :

- Pasang grip *Tension Load Cell* pada sisi bagian atas dan bawah (*Movable and Fix Cross Head*);
- Pasang *Support Span* pada sisi bagian bawah dan atur jaraknya 54 mm;
- Hidupkan Zwick/Roell Z005;
- Hidupkan PC pilih *file test Xpert II* kemudian masukkan *password*;
- Buka file open program tensile test II ASTM D638.Zp2;
- Pilih icon *Startpos* untuk menurunkan *Movable Cross Head* sehingga *Load Cell Hamper* atas mendekati *Fix Cross Head*.

### **Pengukuran :**

- a) Ukur tebal dan lebar dari 5 specimen pada 3 titik yang berbeda. Input tebal dan lebar yang minimum pada komputer dengan ketelitian 0.01 mm;
- b) Tempatkan spesimen pada grip *Movable Cross Head* dan *Fix Cross Head*. Tekan tuas grip agar spesimen tercengkram dengan kuat;
- c) Klik Force 0 dan Start pada monitor komputer;
- d) Tunggu beberapa menit sampai terbaca elongasi, nilai kuat tarik pada titik luluh, dan modulus kekakuan;
- e) Catat pembacaan data kemudian *save* sesuai folder dan nama sampel;
- f) Catat suhu ruang pada saat pengukuran di *log book*.

### **3.6.4 Pengujian Fleksural**

Pengujian fleksural bertujuan untuk mengetahui kekuatan tekuk atau fleksural dan menentukan nilai 1%secant Modulus dari material polimer dan WPC.

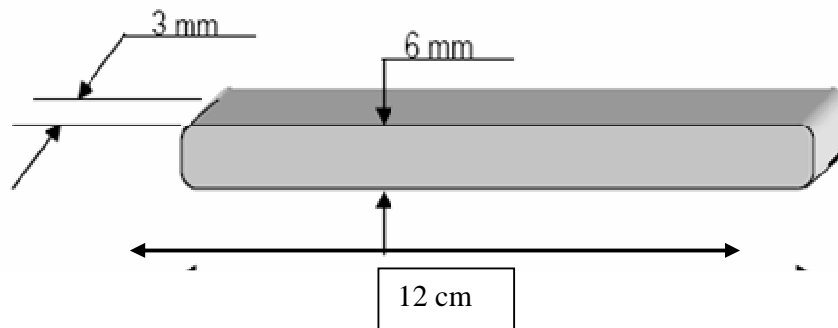
Standar Pengujian : ASTM D 790

#### **3.6.4.1 Alat dan Bahan :**

##### **Alat :**

- a) Zwick/Roell Z005 yang dilengkapi dengan Compression Load Cell & Support Span.
- b) Mikrometer dengan ketelitian  $\pm 0.01$  mm
- c) *Personal Computer* (PC)

**Bahan :** Slab Polipropilena dan slab WPC berbentuk balok tipis (**Gambar 3.3**).



**Gambar 3.3.** Sampel pengujian fleksural

### 3.6.4.2 Kondisi Operasi

<i>Speed Flexural Modulus</i>	: 1.3 mm/min
<i>Test Speed</i>	: 1.3 mm/min
<i>Force Shutdown Threshold</i>	: 80% F max
<i>Max. Deformation</i>	: 12 mm
Kelembaban	: 50±5% humidity
Temperatur Pengujian :	Temperatur kamar

### 3.6.4.3 Prosedur Pengujian

#### Persiapan alat :

- Pasang *Compression Load Cell* pada sisi bagian atas (*Movable Cross Head*);
- Pasang *Support Span* pada sisi bagian bawah dan atur jaraknya 60 mm;
- Hidupkan Zwick/Roell Z005;
- Hidupkan PC pilih *file test Xpert II* kemudian masukkan *password*;
- Buka *file open program flexure test II ASTM D790.Zp2*;
- Pilih icon *Startpos* untuk menurunkan *Movable Cross Head* sehingga *Load Cell Hamper* mendekati *Support Span* pada jarak *tool separation* 4mm;
- Pastikan posisi *Absolute Cross Head Travel* pada alat Zwick/Roell dan pada monitor di PC sama yaitu 298.000mm;

#### Pengukuran :

- Ukur tebal dan lebar dari 5 specimen pada 3 titik yang berbeda. Input tebal dan lebar yang minimum pada komputer dengan ketelitian 0.01 mm;
- Tempatkan specimen pada *support span* sedemikian rupa sehingga penekanan *Load Cell* tepat di tengah *specimen*.
- Klick *Force 0* dan *Start* pada monitor komputer;
- Tunggu beberapa menit sampai terbaca *Secant Modulus* dan *Flexure Modulus*;
- Catat pembacaan *Secant Modulus* kemudian *save* sesuai folder dan nama *sample*;
- Catat suhu ruang pada saat pengukuran di *log book*.

### 3.6.5 Pengujian *Izod Impact Strength*

Pengujian izod impact strength bertujuan untuk mengetahui kekuatan impak dari material polimer.

Standar Pengujian : ASTM D 256.

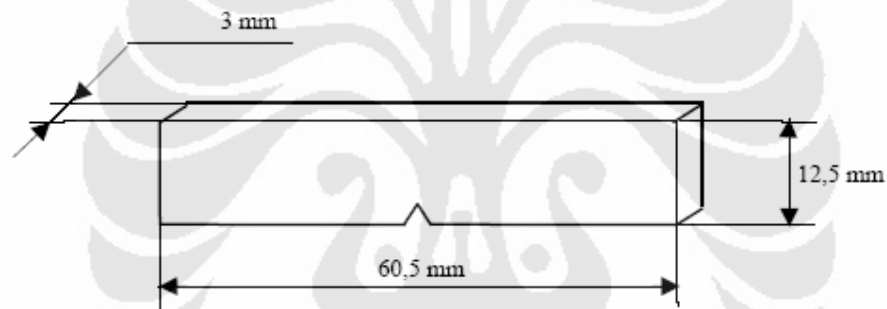
#### 3.6.5.1 Alat dan Bahan

**Alat :**

- a) *Izod Impact Tester*
- b) *Motorized Notching Machine Ceast*
- c) *Tile cutter*
- d) Mikrometer dengan range  $0.5 \pm 0.001$  inchi

**Bahan :** Spesimen dengan takik di tengah dengan kedalaman takik 2.5 mm

(Gambar 3.4)



**Gambar 3.4.** Sampel pengujian impak

#### 3.6.5.2 Kondisi Operasi

Temperatur Pengujian: Temperatur kamar

Kelembaban :  $50 \pm 5\%$  humidity

Temperatur Sampel : Temperatur Kamar

#### 3.6.5.3 Prosedur Pengujian

##### A. Kalibrasi

- a) Perhatikan apakah *hammer* bebas dan berada pada posisi vertikal. Pada kondisi ini perhatikan bahwa lampu *hammer vert pos* nyala;
- b) Tekan tombol *calibration*;
- a. Setelah perintah ini, kata *hammer length* dan angkanya muncul di layar;

- c) Pilih *hammer length* dengan menggunakan tombol *increase/ decrease* dan konfirmasikan dengan menekan *enter*;
- d) Setelah menekan *enter* perintah *move to 6 deg* akan muncul di layar;
- e) Pindahkan *hammer* dengan lambat berlawanan arah jarum jam sampai muncul instruksi *release hammer*;
- f) Setelah *hammer* dipasang tekan start count, perhitungan dimulai secara otomatis saat osilasi dari *hammer* mencapai amplitudo kurang dari 5 derajat dari sumbu vertikal. Kondisi ini diperlihatkan dengan berkedipnya lampu *blue* dan *green*;
- g) Pengukuran berhenti secara otomatis saat angka yang terprogram pada osilasi tercapai;
- h) Jika perlu tekan *print calib* untuk mengirim hasil ke *printer*;
- i) Pada akhir cek kalibrasi tekan *calib* untuk kembali ke *ready*.

#### **B. Koreksi *windage* dan friksi**

- a) Tempatkan *hammer* pada posisi vertical dan perhatikan apakah lampu *hammer vert pos* menyalah;
- b) Pindahkan *hammer* ke posisi 150 derajat atau ke tombol dan *release*;
- c) Lepaskan *hammer* dengan menekan tombol di atas;
- d) Setelah berayun maka *energy loss* akan muncul di layar. Hentikan *hammer* dengan tangan & biarkan pada posisi vertikal. Tekan F1 untuk menyimpan nilai *energy loss* di memory. Maka layar akan menjadi ready nol.

#### **Prosedur Pengujian :**

- a) Specimen ditakik (*notch*) dengan mesin penakik, lalu tandai bagian sisi yang lebih panjang dengan menggunakan spidol dan kemudian kondisikan lagi selama 24 jam;
- b) Specimen diletakkan pada tempat sampel (*vise*) dengan tanda mengarah keatas, geser *blade* sedemikian rupa sehingga takikan berada pada garis horizontal;
- c) Kencangkan sample ketika *blade* masih pada takikan dengan cara memutar *clamp*, kemudian *blade* dikembalikan ke posisi semula;
- d) Tekan tombol *hammer* kemudian tunggu hingga *hammer* berayun dan mematahkan specimen;

- e) Raih kembali pendulum (*hammer*) dan letakkan pada posisi semula;
- f) Pada akhir pengujian, energi yang diserap sampel akan muncul di layar;
- g) Tombol F2 ditekan untuk melihat nilai dari *impact strength*;
- h) Tombol *print result* ditekan untuk mengirim data ke *printer*;
- i) *Vise* dibuka dengan memutar *clamp*. Potongan sampel yang tertinggal akan jatuh dari alat.

*Catatan : jika energi yang terukur di bawah 20% atau lebih dari 80% dari kapasitas hammer dengan yang lebih ringan atau yang lebih berat.*

### 3.6.6 Pengujian Kekerasan

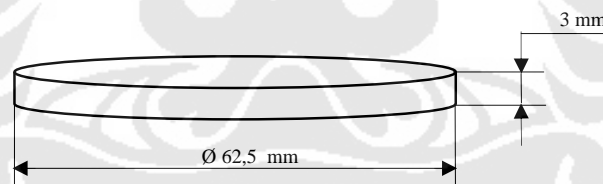
Pengujian kekerasan bertujuan untuk menentukan nilai kekerasan dari material polimer dan material WPC

Standar pengujian : ASTM D785

#### 3.6.6.1 Alat dan Bahan

**Alat** : *Hardness Rockwell Tester (R scale)*

**Bahan** : Sampel WPC dan Polipropilena berbentuk *plaque* bulat hasil *Injection Molding* (**Gambar 3.5**).



**Gambar 3.5.** Spesimen uji kekerasan *Rockwell*.

#### 3.6.6.2 Kondisi Operasi

Kelembaban :  $50 \pm 5\%$  *humidity*

Temperatur Pengujian : Temperatur kamar

#### 3.6.6.3 Prosedur Pengujian

- a) Aktifkan alat uji kekerasan Rockwell tipe R;
- b) Pasang sampel *plaque* bulat (tebal 3.5 mm) pada tempat dudukan sampel;
- c) Putar dan turunkan indenter hingga lampu indikasi **READY** menyala;



- d) Tunggu hasil pengukuran, catat hasilnya, lalu ulangi untuk mendapatkan 6 data untuk setiap formula;
- e) Ulangi pengujian untuk formula yang berbeda.

### 3.6.7 Pengujian SEM dan EDX

Pengujian SEM dan EDX bertujuan untuk menentukan melihat mode perpatahan dan menentukan unsur yang terkandung di WPCs.

#### 3.7.1 Alat dan Bahan

Alat : Scanning Electron Microscope (SEM)

Bahan : Sampel WPCs hasil uji impact

#### 3.7.2 Kondisi Operasi

Detektor : *Back Scatter Electron* dan *Secondary Electron*

Arus probe maximum : 100 pA

EHT : 12 kV

*Wide Distance* (WD) : 13-14 mm

*Material coating* : Paladium (Pd) dan Emas (Au)

#### 3.7.3 Prosedur Pengujian

- a) Spesimen yang akan diamati dengan SEM harus bersih dari kotoran
- b) Proses coating dengan menggunakan logam Paladium (Pd) dan Emas (Au)
- c) Venting Chamber sehingga keadaan menjadi vakum.
- d) Pilih detektor SE1 untuk mengamati topografi dan cari daerah *interface* yang cukup presentatif. Atur setting-an alat agar diperoleh gambar yang bagus dan jelas, lalu simpan gambarnya dengan perbesaran 500X, 1000X, dan 2000X.
- e) Untuk menganalisis kandungan unsur kimia, detektor pembacaan harus diganti terlebih dahulu menjadi BSE dan aktifkan *software* EDS dengan membuka *icon* LINK ISIS pada menu program manager, lalu buka *icon* grafik yang ada pada *software* tersebut. Pilih titik yang akan dianalisis kandungan unsur kimianya. Klik di grafik dan atur grafiknya untuk mengidentifikasi unsur berdasarkan peak-peak yang terbentuk. Lakukan langkah dan pengaturan yang sama untuk setiap pengujian.



