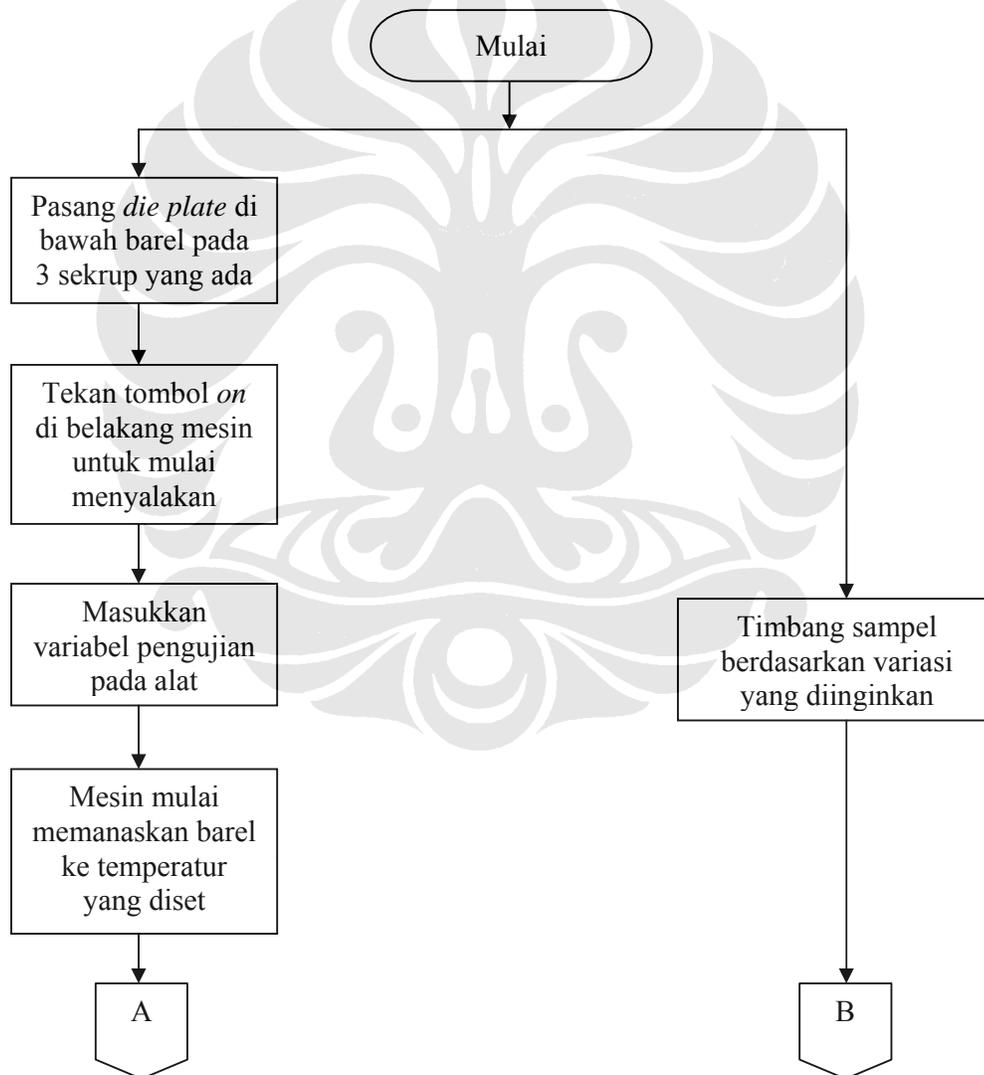


BAB III

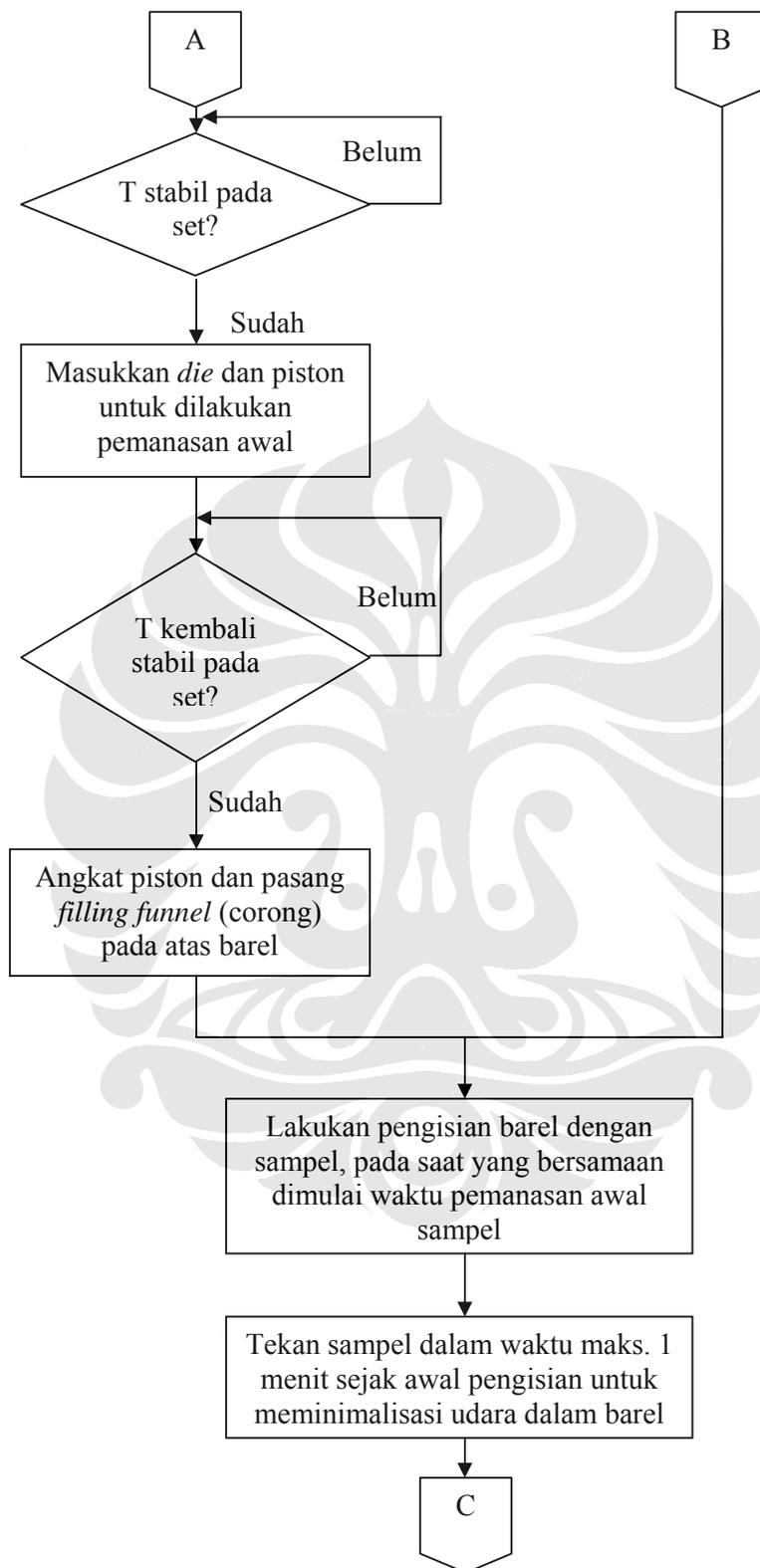
METODOLOGI PENELITIAN

3.1. DIAGRAM ALIR PROSEDUR

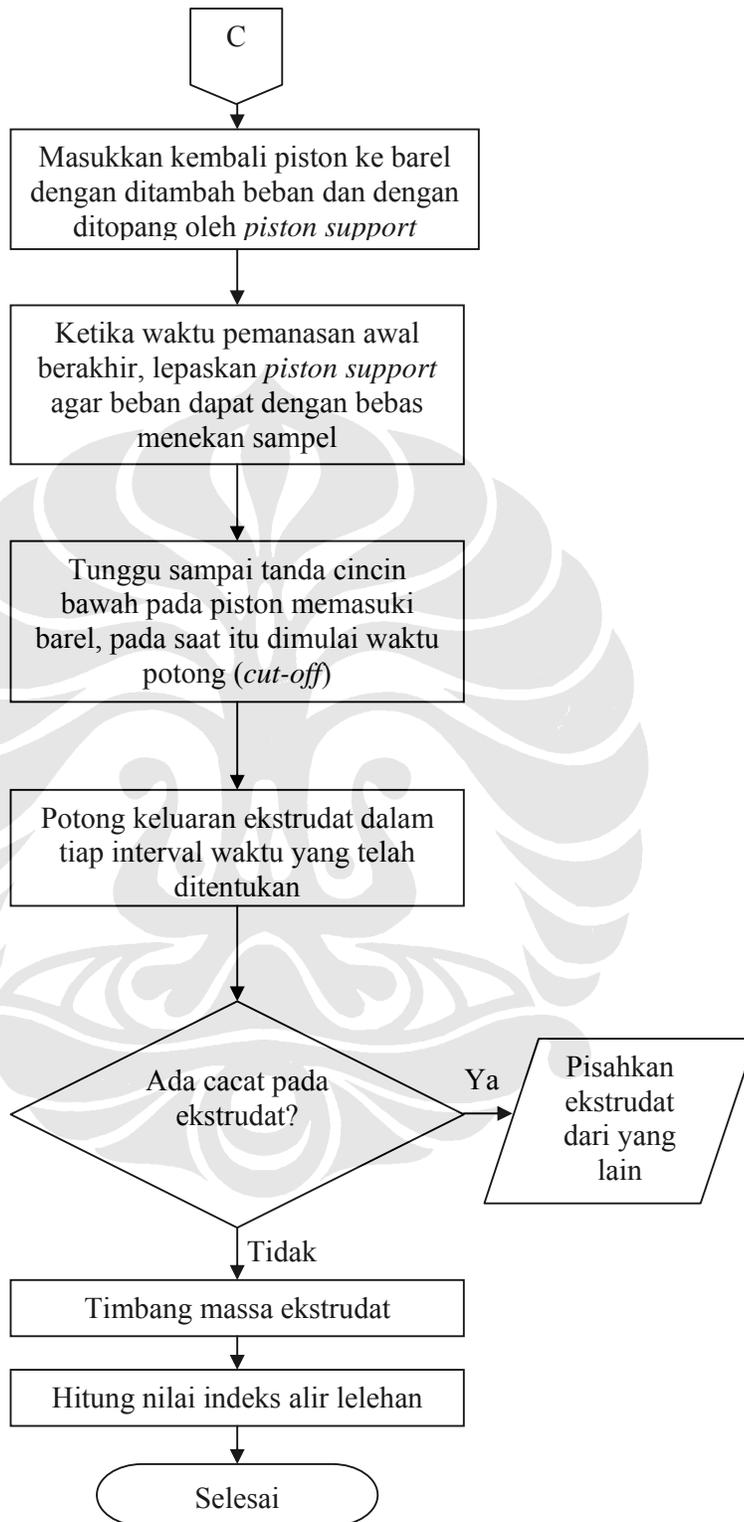
Proses pengujian indeks alir lelehan atau *melt flow index* (MFI) dengan memakai alat uji *Melt Flow Indexer 9 Davenport* mulai dari persiapan awal alat sampai penimbangan ekstrudat dirangkum pada diagram alir pada Gambar 3.1 berikut ini.



Gambar 3.1. Diagram alir prosedur pengujian MFI



Gambar 3.1. Diagram alir prosedur pengujian MFI (*lanjutan*)



Gambar 3.1. Diagram alir prosedur pengujian MFI (*lanjutan*)

3.2. RINCIAN PROSEDUR

Rincian pada prosedur ini meliputi rincian spesifikasi bagian-bagian peralatan pada mesin, persiapan sampel yaitu penimbangan sampel, persiapan alat yaitu pemasukan variabel pengujian dan pemanasan awal mesin, proses pengujian, dan penimbangan hasil ekstrudat dan penimbangannya.

3.2.1. Spesifikasi Bagian-Bagian Peralatan

Berikut adalah spesifikasi peralatan pada mesin uji indeks alir lelehan *MELT FLOW INDEXER 9 DAVENPORT* (untuk Prosedur Pengujian A), di mana foto peralatan tersebut diberikan pada Gambar 3.2 dan spesifikasi mesin uji diberikan pada Lampiran 1.

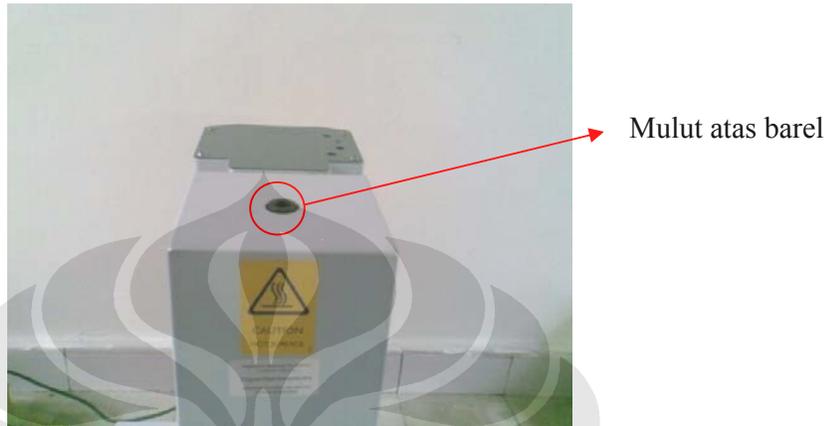


Gambar 3.2. Mesin uji *Melt Flow Indexer 9 Davenport*

3.2.1.1. Barel (Silinder)

Barel pada alat uji adalah silinder baja, berdiameter 50.8 mm dan panjang 162 mm, dengan lubang lurus berdiameter 9.55 mm. Barel telah dinitrifikasi untuk meningkatkan kekerasan permukaan dan mengurangi keausan. Barel dengan sifat tahan korosi juga ada, dilapisi tungsten karbida, untuk mencegah aus berlebihan oleh *filler* gelas dan/atau polimer korosif seperti PVC. PVC melepas gas klorin

yang bergabung dengan hidrogen di udara untuk membentuk HCl, asam kuat. Piston berlapis tungsten karbida disiapkan dengan barel tahan korosi. Foto barel pada alat uji *Melt Flow Indexer 9 Davenport* ditunjukkan pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3. Tampak luar barel pengujian

3.2.1.2. Pemanas

Barel dipanaskan dengan tiga *cartridge* pemanas yang ditempatkan di sekeliling lubang tengah. Ini bertujuan untuk memberikan distribusi panas dan stabilitas temperatur yang baik.

3.2.1.3. Pengontrol Temperatur

Temperatur barel dikontrol oleh alat termometer *platinum resistance* (PT100) yang dihubungkan dengan pengontrol temperatur berbasis prosesor mikro. Fasilitas ini memungkinkan pengguna untuk memilih temperatur dalam rentang standar 40 – 400°C yang akan ditahan secara akurat pada rentang $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$.

3.2.1.4. Die

Terbuat dari tungsten karbida, dimensinya sesuai standar yaitu; panjang 8 mm, diameter luar 9.47 mm, diameter dalam 2.095 mm. Gambar 3.4 menunjukkan foto *die* pada alat uji *Melt Flow Indexer 9 Davenport*.



Gambar 3.4. Die



Ceramic insert

Gambar 3.5. Die plate dan ceramic insert

3.2.1.5. Die Plate

Die plate berfungsi menopang *die* dan ditempatkan pada bagian bawah barel dengan tiga kunci sekrup. *Die plate* adalah baja bundar dengan tiga lubang kunci dan lubang yang lebih besar di tengah untuk menempatkan bagian keramikanya (*ceramic insert*). Foto bagian ini diilustrasikan pada Gambar 3.5.

3.2.1.6. Piston

Piston standar terbuat dari baja solid dan memiliki berat $93 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$. Kepala piston berdiameter 9.47 mm dan panjang 6.35 mm. Batang piston

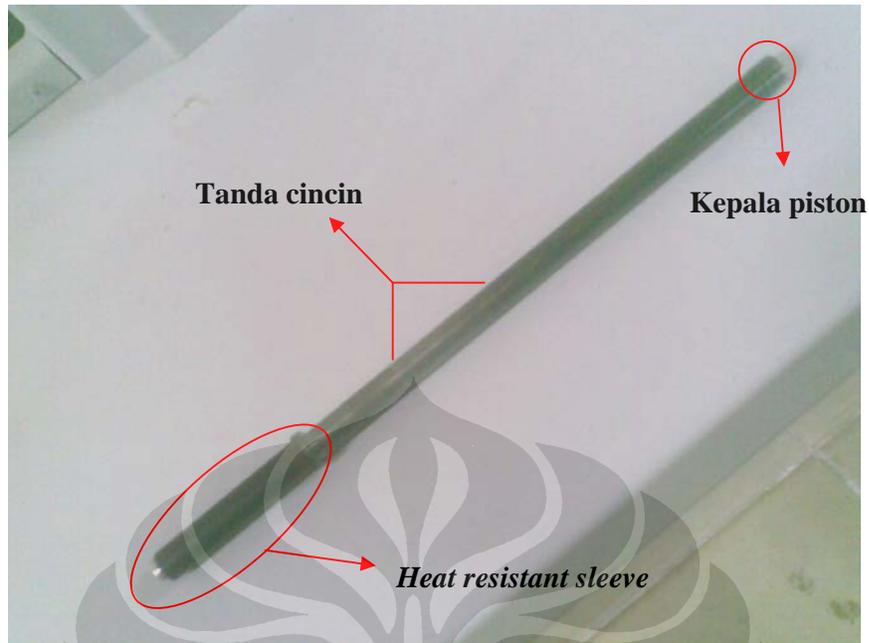
berdiameter 8.89 mm dan berakhir pada bagian pegangan tangan yang dibungkus oleh selimut tahan panas (*heat resistant sleeve*).

Batang piston dilengkapi dengan dua tanda cincin (atas dan bawah), yang ketika tanda cincin atas sejajar dengan mulut atas barel, kepala piston berada tepat 20 mm di atas *die*. Jarak antar kedua tanda cincin itu sendiri adalah 30 mm. Foto bagian ini dapat dilihat pada Gambar 3.6.

Maksud dari pembuatan dua tanda cincin tersebut di atas adalah untuk memastikan bahwa semua sampel diuji pada rentang tegangan geser dinding yang sama, sehingga memperoleh peningkatan signifikan pada *repeatability* (mampu uji ulang) hasil pengujian. Tegangan geser pada dinding meningkat seiring berkurangnya jarak antara kepala piston dengan *die*. Hal ini dapat dibuktikan dengan rumus pada Persamaan 2.2, yaitu tegangan geser dinding pada kapiler yang disebabkan oleh penekanan piston berikut:

$$\tau_w = \frac{\Delta P_{cap}}{L/R} \quad \text{tegangan geser} \quad (2.2)$$

Dari rumus tersebut dapat dilihat bahwa jika panjang pipa kapiler (jarak kepala piston dengan *die*) yang dilambangkan sebagai L pada rumus semakin kecil, maka τ_w (tegangan geser dinding) akan bertambah.



Gambar 3.6. Piston

3.2.1.7. Panel Kontrol

Digunakan untuk menampilkan informasi pengujian dan untuk memasukkan parameter pengujian. Temperatur set dan temperatur aktual ditampilkan selama pengujian. Kelompok nomor-nomor hijau yang bawah menunjukkan temperatur set, dan kelompok nomor-nomor merah di atas menunjukkan temperatur aktual barel. Kelompok-kelompok nomor tersebut juga digunakan untuk memberikan instruksi dan informasi pada operator. Informasi jenis ini hanya timbul sebentar, setelah itu layar kembali menunjukkan temperatur set dan aktual. Alarm berfungsi untuk memperingatkan/memberi tahu operator tentang peringatan berakhirnya waktu pemanasan awal dan waktu *cut-off*. Foto tampilan panel kontrol alat uji ditunjukkan pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7. Panel kontrol dengan sepasang tombol 2 posisi

Panel kontrol memiliki sepasang tombol 2 posisi yang digunakan untuk menjalankan prosedur dan memasukkan parameter pengujian. Deskripsi tombol-tombol tersebut diberikan pada Tabel 3.1 berikut:

Tabel 3.1. Deskripsi tombol 2 posisi pada *Melt Flow Indexer 9*

Simbol	Nama	Deskripsi
↶	<i>Reload</i>	Keluar / lanjut
↵	<i>Enter</i>	Mulai pengujian / memasukkan parameter
⬆	<i>Scroll Up</i>	Ke atas
⬇	<i>Scroll Down</i>	Ke bawah

3.2.1.8. Perlengkapan Lain

Perlengkapan lain yang pertama adalah penopang piston (*piston support*), seperti diberikan pada Gambar 3.8. Alat ini digunakan untuk menahan piston yang

ditambah beban agar tidak menekan sampel selama waktu pemanasan awal. Pada mesin disediakan dua *piston support*, yaitu yang memiliki panjang 81 mm untuk polimer dengan MFI tinggi (di atas 5 g/10 menit) dan 71 mm untuk polimer dengan MFI rendah (di bawah 5 g/10 menit).

Berikutnya adalah tongkat pembersih (*cleaning tool*), seperti ditunjukkan pada Gambar 3.9. Bagian ini digunakan untuk membersihkan bagian dalam barel dengan terlebih dahulu dibungkus oleh kain pembersih.

Berikutnya adalah tongkat pengisian (*charging tool*), seperti yang ditunjukkan oleh foto pada Gambar 3.10. Bagian ini berfungsi untuk menekan sampel pada saat pengisian untuk meminimalisasi adanya udara terperangkap.

Selanjutnya adalah pendorong *die* (*die ejector*), seperti diilustrasikan oleh foto pada Gambar 3.11. Bagian digunakan untuk mendorong *die* keluar barel untuk dibersihkan, didorong dari bawah dan keluar di mulut atas barel.

Selanjutnya adalah penyodok *die* (*die broach*), sebagaimana ditunjukkan oleh foto Gambar 3.12. Berfungsi juga sebagai alat pembersih, tetapi khusus untuk bagian diameter dalam *die* yang tidak terjangkau oleh *cleaning tool* atau pun tangan manusia.

Ada juga *filling funnel* (corong pengisian), yang diilustrasikan oleh foto pada Gambar 3.13, yang berfungsi untuk mengarahkan pemasukan sampel ke dalam barel agar tidak berantakan.

Terakhir adalah pisau *cut-off*, yang ditunjukkan oleh foto pada Gambar 3.14. Pisau ini berfungsi untuk memotong ekstrudat pada saat pengujian.



Gambar 3.8. *Piston support*



Gambar 3.9. *Cleaning tool*



Gambar 3.10. *Charging tool*



Gambar 3.11. *Die ejector*



Gambar 3.12. *Die broach*



Gambar 3.13. *Filling funnel*



Gambar 3.14. *Pisau cut-off*

3.2.2. Persiapan Sampel

Persiapan sampel untuk pengujian indeks alir lelehan sangat sederhana, yaitu dengan menimbang massa sampel (berbentuk pelet/butir) untuk dimasukkan

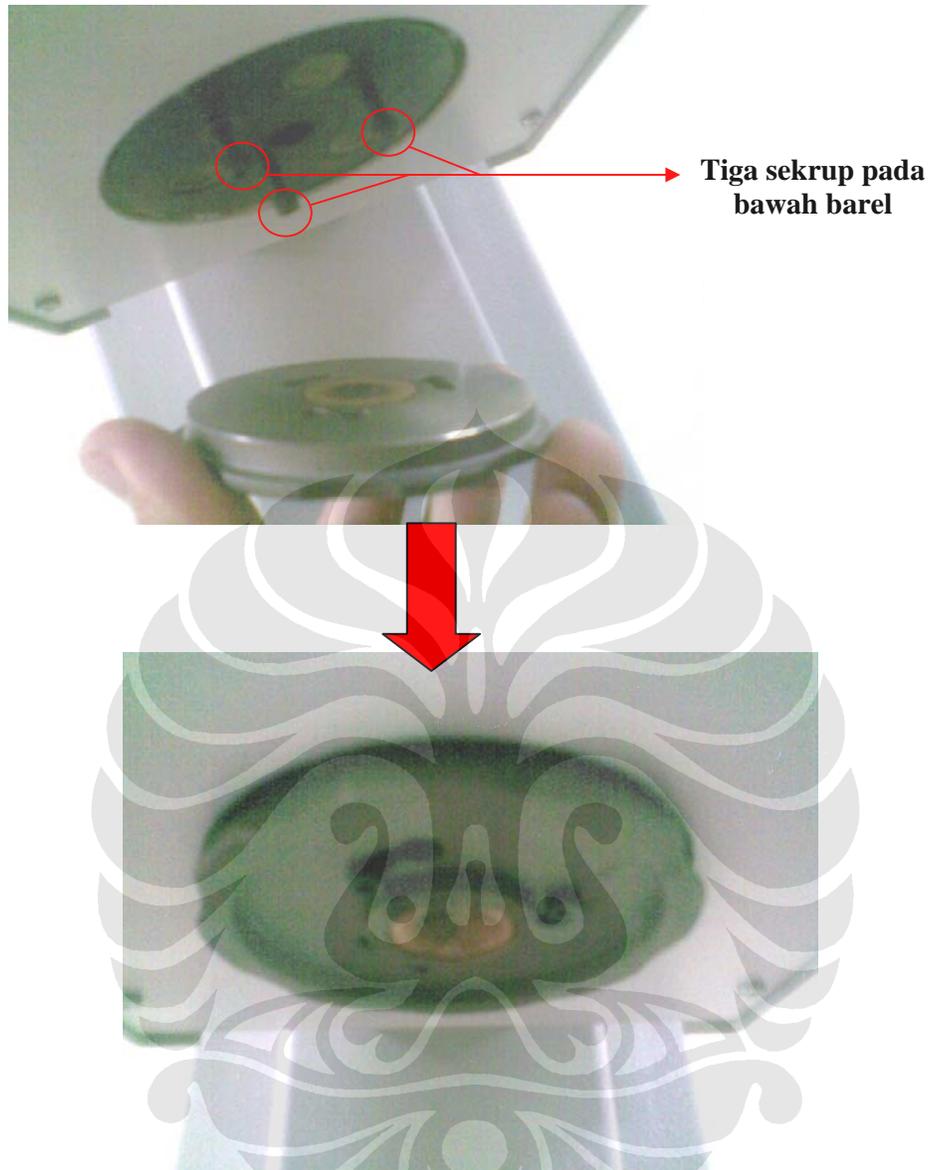
ke dalam barel. Massa sampel yang diperlukan tidak distandarkan secara rinci pada Standar ASTM D1238, maka dalam penelitian ini dibuat sebagai variabel beberapa contoh massa sampel, yaitu 2.75, 2.85, 3, dan 4 g.

Pengambilan 4 contoh massa sampel tersebut berdasarkan pada rentang yang ditentukan oleh ASTM D1238 dan oleh *Melt Flow Indexer 9 Davenport User Manual*. Pada ASTM D1238, rentang massa sampel untuk polimer dengan MFI 0.15-1.0 g/10 menit (karena sampel yang digunakan adalah LLDPE 3120 dengan MFI 1 g/10 menit) adalah 2.5-3.0 gram. Sedangkan pada *User Manual* ditetapkan rentang untuk polimer dengan MFI 0.51-1.0 g/10 menit adalah 4-5 gram. Dari data itu, maka dalam penelitian ini diambil massa sampel 3 gram (nilai maksimal pada rentang ASTM D1238) dan 4 gram (nilai minimal pada rentang *User Manual*). Dalam penelitian ini diambil juga massa minimal untuk dapat masuk ke barel (batasan minimal adalah jika piston dimasukkan ke barel dan ditopang oleh *piston support*, tanda cincin bawah tepat akan masuk ke barel), yaitu 2.75 gram. Untuk variasi data, massa sampel di antara 2.75 gram dan 3 gram, yaitu 2.85 gram juga diambil.

3.2.3. Persiapan Awal Mesin

3.2.3.1. Pemasangan Die Plate

Sebelum mesin dinyalakan, *die plate* dipasang bagian bawah mesin (tentunya setelah lebih dahulu memastikan bahwa barel dalam kondisi bersih). *Die plate* dipasang pada tiga sekrup pada bagian bawah barel, seperti terlihat pada Gambar 3.15.



Gambar 3.15. Pemasangan *die plate*

3.2.3.2. Pemasukan Parameter Pengujian

Setelah mesin dinyalakan, pada layar instrumen akan ditampilkan layar sebagai berikut

F	L	O	.
r	A	t	E

Mode supervisor dikunci oleh *passwords*. Untuk memasuki mode supervisor, pemakai harus menghidupkan MFI 9 dan menekan tombol ⏪ dilanjutkan dengan tombol ⏩ ketika muncul layar seperti pada gambar di atas. Langkah ini akan memunculkan layar sebagai berikut.

P	A	S	S
-	-	-	-

Masing-masing nomor *password* dapat disorot dengan menekan tombol ⏪. Ketika *password* timbul, nomornya dapat diganti dengan tombol ⏴ dan ⏵. Ketika pemasukan *password* selesai, tekan tombol ⏩. *Passwords* yang valid antara lain,

365 → Mode Set-Up Pengujian

327 → Mode Kalibrasi

997 → Mode Komisi

574 → *Clear Working Memory*

221 → *Clear Temperature Calibration Memory*

999 → *Bunyi Toggle Warning ON/OFF*

Layar-layar berikut digunakan untuk membuat atau mengubah parameter *set-up* pengujian. Ketika akan memasukkan nilai, angka awal selalu timbul. Tombol ⏴ dan ⏵ digunakan untuk menambah atau mengurangi nilai. Nilai dapat dimasukkan dengan menekan tombol ⏩ sekaligus masuk ke layar *set-up* berikutnya. Tombol ⏪ digunakan untuk keluar dari mode *set-up* pengujian kapan

saja. Setelah mengeset semua opsi, data-data tersebut akan tersimpan pada *non-volatile memory*.

Ketika *password mode set-up* pengujian dimasukkan, layar berikut akan timbul dan layar-layar berikutnya akan timbul secara berurutan (a – d):

a. Set Temperatur Barrel

		°	C
1	9	0.	0

b. Set Waktu Pre-Heat

	P	r	e
	3	6	0

c. Set Waktu Cut-Off

	c	u	t
		6	0

d. Set Nomor Pengujian

t	e	S	t
	t		2

Setelah proses pemasukan parameter pengujian ini, *heater* akan mulai memanaskan barel ke temperatur yang ditentukan. Bila temperatur telah stabil (dengan toleransi $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$), *die* dan piston dimasukkan untuk terlebih dahulu dilakukan pemanasan awal. Setelah *die* dan piston dimasukkan, tentu temperatur akan turun kembali, tetapi akan kembali lagi menuju ke temperatur yang

ditentukan. Setelah temperatur kembali stabil, piston diangkat dan pengujian dapat dimulai.

3.2.4. Proses Pengujian

Setelah memasukkan parameter pengujian dan memulai pengujian akan muncul layar sebagai berikut:

t	e	S	t
	t		1

Layar ini timbul untuk menunjukkan set-up pengujian (yang telah diprogram sebelumnya, kalau ada) yang mana yang sedang dipakai.

Gambar ini akan hilang setelah 2 detik dan layar akan menunjukkan temperatur barel aktual dan yang ditentukan. Pengontrol temperatur kemudian mulai memanaskan barrel ke temperatur yang di-set pada *set-up* pengujian yang sedang dipakai.

L	O	A	d
1	9	0.	0

Ketika temperatur barel aktual telah mencapai temperatur set dan stabil, layar ini akan timbul dan bel berbunyi (temperatur barel stabil ketika temperatur aktualnya berkisar $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ dari temperatur set selama minimal 10 detik). Setelah 10 detik layar ini akan otomatis hilang.

Layar ini untuk menginstruksikan operator bahwa barel sekarang dapat diisi dengan sampel untuk diuji.

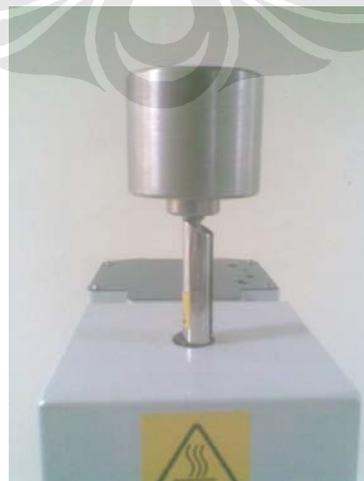
Segera setelah proses pengisian dimulai tombol  harus ditekan. Tombol itu akan memulai penghitung waktu pemanasan awal dan memunculkan layar berikutnya. Waktu yang dipakai menekan sampel termasuk dalam waktu pemanasan awal.

P	r	e	S
1	9	0.	0

Ketika layar ini muncul pertama kali, sampel harus ditekan sehingga tidak ada gelembung udara (gelembung udara menimbulkan bunyi letusan). Layar ini akan hilang secara otomatis setelah 5 detik. Sampel harus ditekan maksimal satu menit. Setelah satu menit, akan terdengar bunyi “beep” dan layar selanjutnya akan muncul.

	P	r	e
1	9	0.	0

Setelah mengkompres sampel, piston dan beban harus dipasang support sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 3.16. Layar ini akan otomatis hilang setelah 5 detik.



Gambar 3.16. Posisi beban, piston, dan *piston support*

Sekarang sistem akan melanjutkan pemanasan awal sampel selama waktu yang telah di-set pada *set-up* pengujian. Normalnya ada total 6 menit sejak sampel pertama kali dimasukkan ke barrel.

	P	r	e
	E	n	d

Pada akhir periode pemanasan awal, layar ini akan muncul dan akan terdengar bunyi peringatan. *Piston support* harus dicopot supaya piston dapat menekan sampel secara bebas. Layar ini akan hilang otomatis setelah 5 detik.

Operator sekarang tinggal menunggu tanda cincin bawah piston memasuki barrel. Segera setelah itu, tekan tombol  dan potong ekstrudat buangan pada saat yang bersamaan. Proses ini akan memulai penghitungan waktu *cut-off* (pemotongan ekstrudat), memunculkan layar selanjutnya, dan membunyikan peringatan *cut-off*.

	c	U	t
1	9	0.	0

Layar ini akan hilang setelah 3 detik. Selama 2 detik terakhir sebelum waktu *cut-off* habis, 2 bunyi singkat akan terdengar diikuti oleh bunyi yang lebih panjang. Rangkaian bunyi ini untuk meningkatkan akurasi metode *cut-off* manual dengan mengurangi kesalahan pemakai. Ketika waktu *cut-off* habis dan bunyi *cut-off* terdengar, layar akan menunjukkan pesan “cut” (pada layar), memberi tahu pemakai untuk memotong sampel. Waktu *cut-off* kemudian ter-set ulang dan rangkaian *cut-off* diulang lagi secara otomatis sampai dihentikan oleh pemakai.

Ketika *cut-off* terakhir selesai, operator harus menekan tombol . Tombol itu akan menghentikan penghitung waktu *cut-off* dan memunculkan layar berikutnya.

t	e	S	t
	E	n	d

Layar ini akan muncul selama 5 detik, kemudian otomatis hilang.

Standar mensyaratkan minimal ada 3 ekstrudat yang bagus. Ekstrudat yang mengandung gelembung udara harus dibuang dan ekstrudat yang bagus ditimbang dan dicatat.

Semua ekstrudat harus dipotong sebelum tanda cincin atas piston memasuki barel atau dalam 25 menit pertama sampel memasuki barrel. Jika lewat 25 menit, akan muncul layar berikut.

t	e	S	t
V	o	i	d

Layar ini hilang dalam 5 detik. Ketika pengujian selesai, MFI 9 akan kembali ke layar yang menginstruksikan untuk mengisi sampel sebelum memulai prosedur pengujian lagi.

Peralatan harus dibersihkan secara keseluruhan sebelum pengujian berikutnya dimulai. Kegagalan dalam pembersihan akan menyebabkan inkonsistensi dan tingkat kesalahan hasil yang tinggi.

3.3. MATERIAL SAMPEL

Material yang digunakan pada pengujian ini adalah polietilena densitas rendah linier (LLDPE) buatan HANWHA CHEMICAL CORPORATION dengan nama dagang LLDPE 3120 dengan spesifikasi seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.2 dan rincian spesifikasi diberikan pada Lampiran 2.

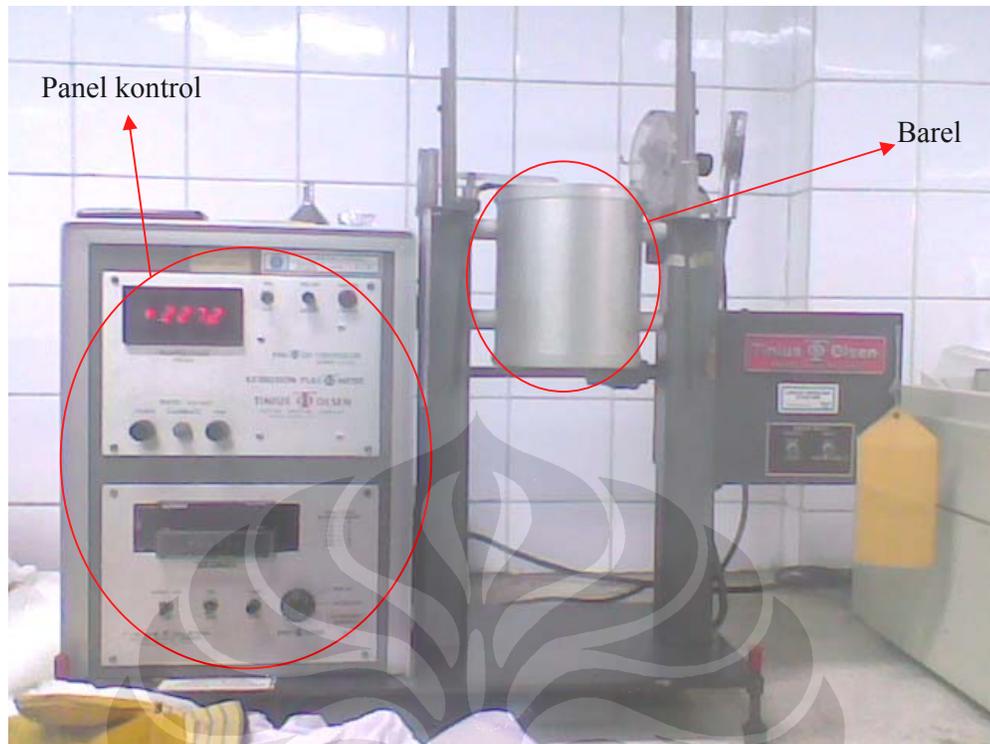
Tabel 3.2. Sifat-sifat fisik LLDPE 3120 [8]

Sifat Fisik	Satuan	Metode Tes	Nilai
Indeks Leleh	g/10 menit	ASTM D1238	1.0
Densitas	g/cc	ASTM D1505	0.920
<i>Vicat Softening Point</i>	°C	ASTM D1525	103
Titik Leleh	°C	Metode HCC	122
Kekuatan Tarik Saat Putus	kg/cm ²	ASTM D638	220
Elongasi Saat Putus	%	ASTM D638	900
Temperatur Kegetasan	°C	ASTM D746	< -76

3.4. PENGUJIAN DI LABORATORIUM LAIN

Untuk mendapatkan kondisi alat uji yang baik dan handal, perlu dilakukan pengujian banding dengan laboratorium lain yang sudah terakreditasi. Dalam penelitian ini, pengujian banding dilakukan di laboratorium pengujian polimer di Penelitian & Laboratorium Pertamina (P&L Pertamina) yang berlokasi di Pulogadung, Jakarta Timur.

Pengujian indeks alir lelehan atau *melt flow index* (MFI) di P&L Pertamina menggunakan *extrusion plastometer* dengan merk Tinius Olsen. Secara keseluruhan, prosedur pengujian tidak jauh berbeda dengan alat uji *Melt Flow Indexer 9 Davenport*, hanya saja alat uji Tinius Olsen tidak memiliki alarm waktu otomatis sehingga penghitungan waktu pemanasan awal (*pre-heat*) dan waktu *cut-off* dilakukan secara manual dengan bantuan *stopwatch*. Gambar 3.17 berikut memberikan foto alat uji *extrusion plastometer* Tinius Olsen.



Gambar 3.17. Alat uji *extrusion plastometer* Tinius Olsen.

Kondisi pengujian untuk uji banding diambil parameter massa sampel 3 gram dan waktu *pre-heat* 6 menit, dengan parameter lainnya sesuai dengan ASTM D1238, yaitu temperatur 190°C, beban 2.16 kg, dan waktu *cut-off* 60 s. Hasil pengujian diberikan pada Bab IV.