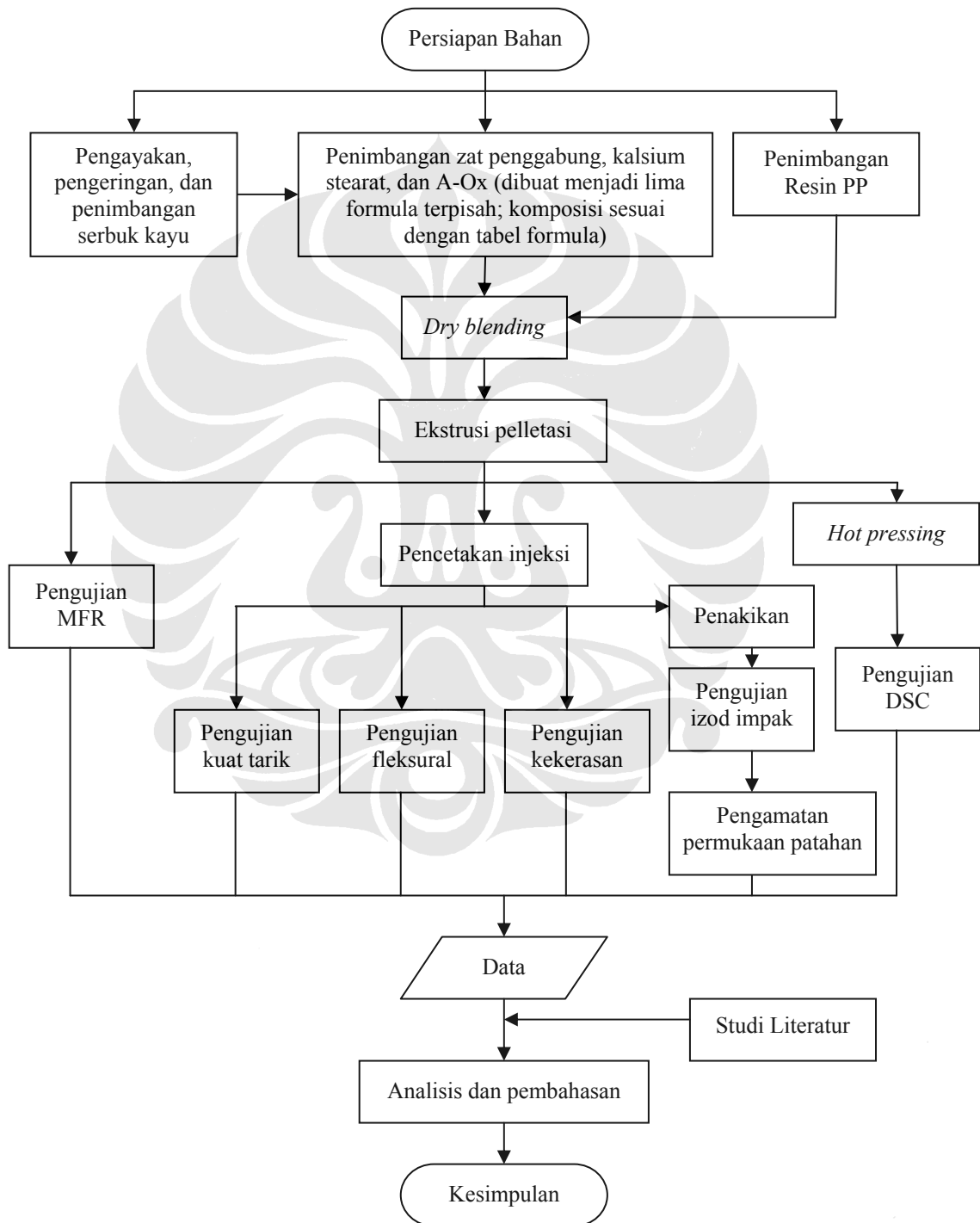


BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN



III.2 PENGKODEAN SAMPEL

Berikut ini tabel yang menunjukkan komposisi dan pengkodean dari seluruh sampel yang dibuat sesuai dengan parameter yang diteliti.

Tabel 3.1 Komposisi bahan pada setiap kode sampel serta ukuran serbuk kayu.

Zat	unit	Kode				
		F1	F2	F3	F4	F5
A-Ox	ppm	1500	1500	1500	1500	1500
Kalsium stearat	ppm	650	650	650	650	650
Zat penggabung	%wt	0	0	5	10	15
Serbuk Kayu	%wt	0	10	10	10	10
	mesh	-	18	18	18	18
Resin PP	%wt	99.785	89.785	84.785	79.785	74.785

III.3 PERALATAN YANG DIGUNAKAN

1. Loyang Pengayak 18 mesh & 12 mesh
2. Wadah penampung
3. Mesin Vibrasi Fritch
4. Mesin Vibrasi RO-TAP
5. Oven Heraeus
6. Wadah penampung
7. Timbangan Analitik Sartorius
8. Timbangan Kubota
9. *Twin Screw Extruder*
10. Mesin Pencetakan Injeksi Plastik
11. *Extrusion Plastometer*
12. Perkin Elmer "DSC7" with Thermal Analysis TAC7/DX
13. *Zwick/Roell Multi-Testing Machine (tensile, compression, flexural, fatigue)*
14. *Ceast Motorized Notching Machine*
15. *Zwick/Roell Izod Impact Testing Machine*
16. *Matsuzawa digital Rockwell type hardness tester*
17. *Scanning Electron Microscope (SEM)*

III.4 SPESIFIKASI BAHAN

III.4.1 Resin PP Trilene HF8.0CM

Resin PP Trilene HF8.0CM merupakan hasil reaksi dari reaktor Unipol PT. Tripolyta Indonesia, merupakan homopolimer, biasanya digunakan untuk membuat produk film berlapis logam, dan memiliki laju alir leleh 8.0 g/10menit [34]. Resin ini belum dicampur oleh zat aditif dan masih berwujud serbuk, sehingga sifat mekaniknya maupun sifat termalnya berbeda dengan pellet Trilene HF8.0CM yang telah ditambahkan zat aditif.

. Resin yang digunakan pada penelitian ini adalah resin yang setelah selesai dibuat di reaktor, paling cepat tiga jam kemudian dikirim sebagian sampelnya untuk diteliti di laboratorium.

III.4.2 Serbuk Kayu Karet

Kayu yang digunakan pada penelitian ini adalah kayu dari pohon karet yang sudah sangat tua, berumur lebih dari 30 tahun. Serbuk kayu didapat dari sisa gergajian kayu karet tersebut yang dihancurkan (*crushing*) dan dihaluskan.

III.4.3 Zat penggabung Licocene PPMA 6452 TP

Licocene PPMA 6452 TP adalah produk dari Clariant Chemical, Ltd, merupakan jenis polimer cangkok wax PP-g-MA, memiliki kekentalan leleh rendah, dan dibuat dengan teknologi polimerisasi *metallocene* [33]. Aplikasi produk ini adalah sebagai adhesif yang leleh dengan panas (*hot melt adhesive*), juga banyak digunakan sebagai zat penggabung PPMC.

Tabel 3.2 Sifat-sifat Licocene PPMA 6452 TP [35].

Parameter	Nilai
<i>Molecular Formula</i>	<i>Propylene-Maleic Anhydride Graft Copolymer</i>
<i>Appearance</i>	<i>yellowish granules</i>
<i>Acid Value</i>	~ 41 mg KOH/g
<i>Density (23°C)</i>	~ 0,91 g/cm ³
<i>Viscosity at 170 °C</i>	~ 1100 mPa s
<i>Softening Point</i>	~ 140°C

III.4.4 Antioksidan CN-CAT B-215

CN-CAT B-215 adalah antioksidan yang diproduksi oleh produsen katalis polimer China Catalyst Ltd. CN-CAT B-215 ini merupakan campuran dari CN-CAT A-1010 dan CN-CAT A-168, yang mana CN-CAT A-1010 merupakan pendonor hidrogen dan CN-CAT A-168 merupakan pendekomposisi hidroperoksida [36].

Tabel 3.3 Sifat-sifat CN-CAT A-1010 [37].

Parameter	Nilai
<i>Chemical Formula</i>	Pentaerythritol Tetrakis [3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)-propionate)
<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)
<i>TGA (105 °C, 2 hours)</i>	0.5 % (max)
<i>Assay</i>	94.0 % (min)
<i>Transmittance:</i>	
425nm	96 % (min)
500nm	98 % (min)

Tabel 3.4 Sifat-sifat CN-CAT A-168 [38].

Parameter	Nilai
<i>Chemical Formula</i>	tris(2, 4-di-tert-butylphenyl) phosphite
<i>Appearance</i>	<i>white powder</i>
<i>Color of solution</i>	<i>Clear</i>
<i>Melting Point</i>	183-187 °C
<i>Ash Content</i>	0.1 % (max)
<i>TGA (105°C, 2 hours)</i>	0.5 % (max)
<i>Assay</i>	99.0 % (min)
<i>Acid Value</i>	0.30 mgKOH/g (max)
2,4-DTBP	0.20 (max)
<i>Hydrolyze Time</i>	14 hours (min)
<i>Transmittance:</i>	
425nm	98 % (min)
500nm	98 % (min)

Tabel 3.5 Sifat-sifat CN-CAT B-215
(campuran CN-CAT A-1010 dan CN-CAT A-168) [39].

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)

III.4.5 Kalsium Stearat

Fungsi kalsium stearat di sini sebagai zat aditif penangkap asam. Pada penelitian ini, kalsium stearat yang dipakai adalah produk buatan Palmstar, Ltd, Singapura. Kalsium stearat ini berbentuk serbuk sangat halus, sehingga mudah terdispersi pada PP. Berikut ini tabel yang menunjukkan sifat-sifatnya.

Tabel 3.6 Sifat-sifat Palmstar *Calcium Stearate* [40].

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_{melt}	140 – 170°C
$T_{\text{autoignition}}$	398.89°C
<i>SG</i>	1.03
<i>Bulk Density</i>	0.2 g/cm ³ (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 solubilised by acid
<i>Through 200 mesh sieve</i>	99.0% (min)
<i>Toxicity</i>	LD50 (oral, rat) >10 mg/kg

III.5 PROSEDUR PENELITIAN

III.5.1 Prosedur Persiapan Sampel

III.5.1.1 Pengayakan dan Pengeringan Serbuk Kayu

Pengayakan serbuk kayu dilakukan menggunakan loyang pengayak dengan *screen* berukuran 12 mesh dan 18 mesh (mesh, #, yaitu banyaknya lubang setiap inch persegi) untuk mendapatkan ukuran serbuk kayu 18 mesh. Loyang pengayak digetarkan dengan mesin vibrasi Fritsch yang beramplitudo vibrasi rendah (selama ± 10 menit) dan dilanjutkan mesin vibrasi RO-TAP yang amplitudo vibrasinya lebih tinggi (selama ± 10 menit).

Setelah didapatkan serbuk kayu dengan ukuran 18 mesh, serbuk kayu dikeringkan di dalam oven Heraeus untuk menghilangkan kadar airnya dengan temperatur 110°C selama 24 jam. Serbuk kayu yang telah kering sesegera mungkin dimasukkan ke dalam kantong plastik guna mencegah masuknya kembali uap air ke dalam serat-serat serbuk kayu yang higroskopik.



Gambar 3.1 Serbuk kayu karet hasil pengayakan 18#.

III.5.1.2 Penimbangan

Penimbangan dilakukan untuk mendapatkan takaran yang sesuai komposisi pada tabel formulasi (Tabel 3.1). Penimbangan A-Ox CN-CAT B-215, kalsium stearat, serbuk kayu karet, dan zat penggabung Licocene PPMA 6452 TP

dilakukan dengan timbangan analitik digital Sartorius. Sedangkan penimbangan resin PP dilakukan dengan timbangan non-analitik digital Kubota.

III.5.1.3 Dry Blending

Zat-zat aditif, zat penggabung, serbuk kayu dicampurkan dengan resin PP pada proses *dry blending* (pencampuran kering secara mekanik, tanpa ada pelelehan). Proses ini dilakukan sebagai pencampuran awal sebelum dilakukan *hot blending* (pencampuran panas) atau ekstrusi guna menjadikan distribusi partikel campuran lebih homogen.

Blender yang digunakan untuk *dry blending* pada penelitian ini adalah *Teledyne Mixer Blender*. Pencampuran dilakukan selama ± 10 menit untuk setiap formula. Setelah pencampuran selesai, campuran dimasukkan sesegera mungkin ke dalam kantong plastik untuk mencegah penyerapan uap air dari udara oleh campuran PP - serbuk kayu.

III.5.1.4 Ekstrusi dan Pelletasi

Sebelum diproses lebih lanjut, campuran PP - serbuk kayu hasil *dry blending* harus dibuat menjadi pellet dengan cara diekstrusi. Hal ini bertujuan untuk memudahkan penanganan material, juga untuk meng-homogen-kan distribusi partikel.

Proses ekstrusi dan pelletasi terdiri dari tahap-tahap sebagai berikut.

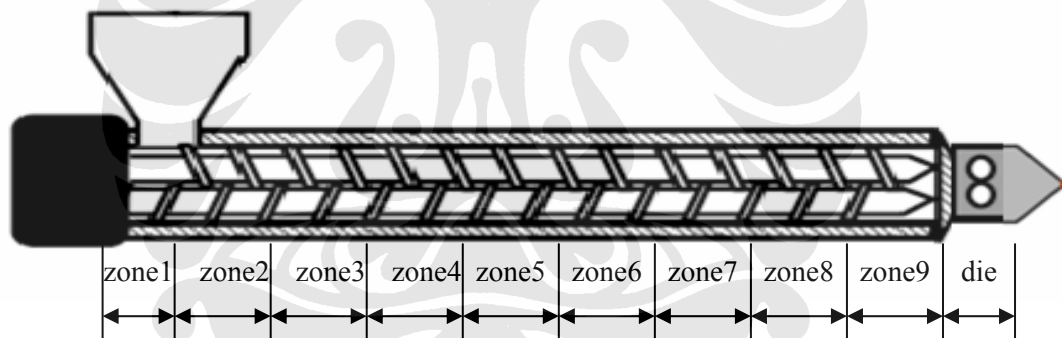
- Pelelehan resin PP sekaligus homogenisasi campuran yang terjadi pada *chamber* mesin *extruder*. Proses ini melibatkan panas, sehingga disebut juga proses pencampuran panas (*hot blending*).
- Ekstrusi, yaitu pengeluaran *extrudate* (lelehan hasil *hot blending*) dari dalam mesin *extruder* melalui die (mulut mesin *extruder*).
- Pelletasi, yaitu pemotongan *extrudate* sehingga ukurannya menjadi pellet (ukuran panjang ± 3 mm, diameter ± 2 mm).

Seluruh tahap-tahap pada proses ini menggunakan peralatan yang ada pada PT. Interaneka Lestari Kimia, Balaraja, Banten. Sangat disayangkan, penulis tidak dapat mengetahui spesifikasi peralatan karena merupakan rahasia perusahaan.

Namun, ada beberapa informasi yang dapat diberitahukan kepada penulis, antara lain: mesin *extruder* yang digunakan pada *chamber*nya terdapat ulir kembar/ganda (*twin/double screw*), dan bagian *chamber* mesin dibagi menjadi sembilan zona yang masing-masing zona diatur temperaturnya sesuai dengan Tabel 3.7.

Tabel 3.7 Temperatur pada tiap zona pada mesin *extruder*.

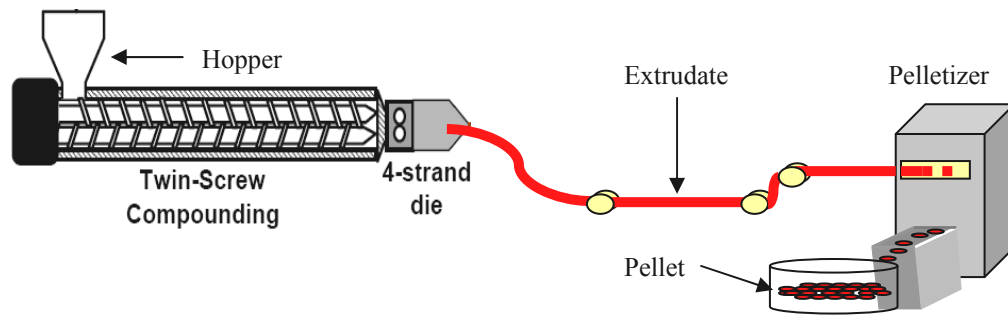
Zone	Temperatur
Zone 1	120°C
Zone 2	140°C
Zone 3	140°C
Zone 4	140°C
Zone 5	150°C
Zone 6	150°C
Zone 7	160°C
Zone 8	190°C
Zone 9	190°C
Die	190°C



Gambar 3.2 Skematik pembagian zona pada *chamber* mesin *extruder*.

Temperatur pada zona 1 adalah 120°C. Ini dimaksudkan agar campuran mengalami plastisitas terlebih dahulu sebelum meleleh. Sedangkan temperatur pada zona 8, zona 9, dan die adalah 190°C, berbeda dengan temperatur proses PP pada umumnya, yaitu 230°C. Hal ini dimaksudkan agar serbuk kayu tidak terdegradasi menjadi arang pada temperatur diatas 200°C.

Untuk realibilitas pengujian, maka setiap formula diproses dengan kondisi yang sama, termasuk formula 1 yang tidak ditambahkan serbuk kayu maupun zat penggabung.



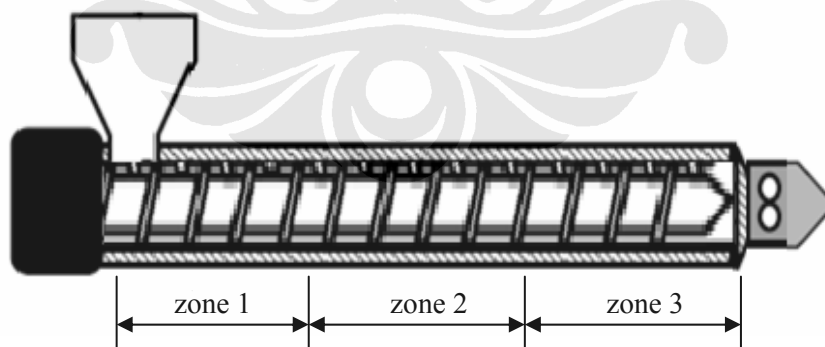
Gambar 3.3 Skematik proses ekstrusi pelletasi.

III.5.1.5 Pencetakan Injeksi (*Injection Molding*)

Proses pencetakan injeksi dilakukan untuk membuat sampel untuk pengujian tarik, fleksural, kekerasan dan impak izod.

Pada proses ini, pellet hasil proses ekstrusi pelletasi dimasukkan sebagai umpan (*feed*) pada *hopper* mesin injeksi plastik. Pellet akan mengalami pelelehan kembali dalam *chamber* mesin injeksi plastik, kemudian lelehan diinjeksikan ke dalam cetakan untuk dibuat menjadi sampel.

Pembagian temperatur pada *chamber* mesin injeksi plastik ini dibagi menjadi tiga zona, yaitu zona 1: 160°C; zona 2: 170°C; dan zona 3: 180°C. Temperatur pada cetakan adalah 40°C.



Gambar 3.4 Skematik pembagian zona pada *chamber* pada mesin pencetakan injeksi.

Chamber pada mesin injeksi plastik hampir sama dengan *chamber* pada mesin *extruder*. Perbedaannya ialah *screw* pada mesin injeksi bergerak maju - mundur dengan tenaga motor hidrolis. Namun sayang sekali, penulis juga tidak

mengetahui spesifikasi dari mesin injeksi ini karena rahasia perusahaan PT. Interaneka Lestari Kimia.

Sampel yang telah dicetak dengan proses injeksi, harus didiamkan terlebih dahulu pada temperatur ruang selama minimal 24 jam sebelum dilakukan pengujian. Hal ini dimaksudkan agar molekul polipropilena mengalami relaksasi tegangan karena adanya kristalisasi skunder setelah pencetakan, sesuai dengan standard pengujian ASTM D 256, ASTM D 638, dan ASTM D 790.

III.5.1.6 Hot Pressing

Sampel untuk pengujian DSC dibuat dengan metode *hot pressing* yang dibuat dengan ketebalan kurang dari 0.5 mm.

Hot pressing dilakukan dengan memasukkan pellet komposit hasil ekstrusi pelletasi dimasukkan dalam cetakan *stainless steel* tipis, kemudian dibungkus dengan *aluminium foil*, dan dimasukkan ke dalam bagian pemanas mesin *hydraulic hot press*. Pemanasan dilakukan pada temperatur 230°C dan tekanan 2500 psi selama 2 menit. Setelah itu, sampel beserta cetakannya dipeindahkan ke dalam bagian pendingin pada mesin tersebut. Pendinginan dilakukan sampai dengan temperatur ruang dengan tekanan 2500 psi selama 2 menit.

III.5.2 Prosedur Pengujian

III.5.2.1 Pengujian Laju Alir Leleh (*Melt Flow Rate, MFR*)

Laju alir leleh diukur berdasarkan berat lelehan yang keluar dari *chamber* pada alat *melt indexer* setiap 10 menit. Sebelum dialirkan keluar, sampel berupa pelet diberi pra pemanasan (*pre-heating*) terlebih dahulu selama waktu tertentu untuk menyeragamkan panas yang diterima oleh sampel dan menjadikan sampel leleh sempurna. Setelah dilakukan *pre-heating*, maka lelehan dikeluarkan dari dalam *chamber* dengan memasang piston dan beban di atasnya. Alat *melt indexer* secara otomatis akan membaca nilai MFR dalam satuan gram/10 menit.

Pengujian ini mengacu pada standard ASTM D 1238 dengan kondisi operasi sebagai berikut.

Berat beban	: 2060 g
Berat piston	: 100 g
Temperature <i>measurement</i> :	
<i>Setting Temperature</i>	: 230°C
<i>Actual Temperature</i>	: 230 ± 0.2 °C
Waktu pra-pemanasan (pre-heat)	: 300 detik
<i>Piston travelcup</i>	: 25,4 mm
Diameter <i>orifice</i>	: 0,0825 ± 0,0002 in.
Panjang <i>orifice</i>	: 0,315 ± 0,0001 in.

III.5.2.2 Analisis Termal *Differential Scanning Calorimetry* (DSC)

Pengujian DSC dilakukan berdasarkan standard ASTM D 3418. Sampel yang digunakan adalah sampel hasil *hot pressing* yang diambil sedikit bagiannya, sekitar 5 mg. Sebelum melakukan pengujian ini, harus dihilangkan sejarah termal sampel. Penghilangan sejarah termal sampel dilakukan dengan tahap sebagai berikut.

- Sampel dipanaskan sampai 50°C,
- Kemudian itu sampel dipanaskan lagi dari 50°C sampai 200°C dengan laju pemanasan 10°C/menit dan ditahan pada temperatur 200°C selama 5 menit,
- Setelah itu, sampel didinginkan sampai 60°C dengan laju 10°C/menit dan ditahan pada temperatur 60°C selama 5 menit sebelum dilakukan pengujian.

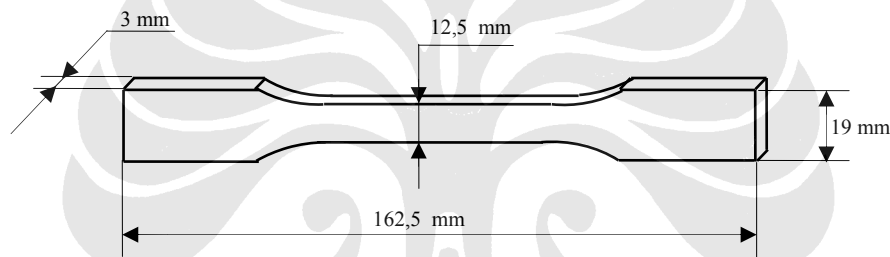
Setelah penghilangan sejarah termal, maka pengujian dapat dilakukan dengan pemanasan sampai 200°C dengan laju 10°C/menit dan ditahan selama 5 menit pada 200°C, dan kemudian dilakukan pendinginan sampai temperatur ruang dengan laju pendinginan 10°C/menit. Kurva hasil pengujian DSC didapat dari pendinginan dan langsung dapat dilihat melalui layar monitor.

III.5.2.3 Pengujian Tarik

Pengujian tarik mengacu pada standard ASTM D 638. Sampel yang digunakan adalah sampel hasil dari pencetakan injeksi yang berbentuk tulang anjing (*dog-bone*) type I. Sebelum dilakukan pengujian, sampel ini didiamkan sekurangnya 24 jam setelah dicetak.

Kondisi pengujian adalah sebagai berikut.

<i>Pre-load</i>	: 0.1 Mpa
<i>Speed Tensile Modulus</i>	: 50 mm/min
<i>Test Speed</i>	: 50 mm/min
<i>Force Shutdown Threshold</i>	: 80% F max
<i>Grip to grip separation at the start position</i>	: 100 mm



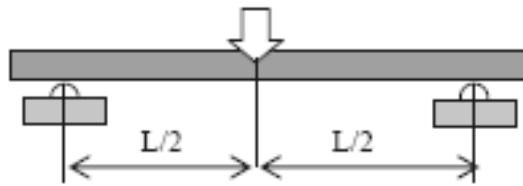
Gambar 3.5 Sampel pengujian tarik.

III.5.2.4 Pengujian Fleksural

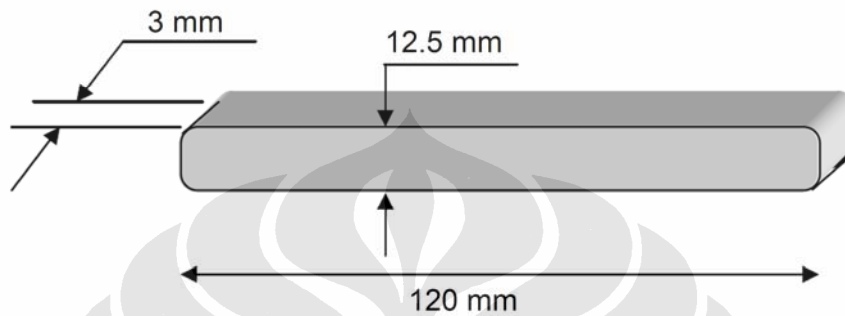
Pengujian fleksural mengacu pada standard ASTM D 790. Pengujian fleksural yang dilakukan adalah pengujian dengan melakukan pembebanan pada 3 titik. Sampel pada pengujian ini adalah sampel berbentuk balok hasil pencetakan injeksi. Sama seperti pada pengujian kuat tarik, sampel untuk pengujian fleksural ini telah didiamkan selama sekurangnya 24 jam setelah dicetak.

Kondisi pengujian ini adalah sebagai berikut.

<i>Grip to grip separation</i>	: 54 mm
<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



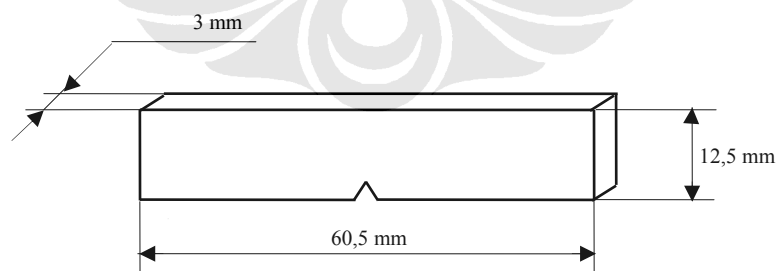
Gambar 3.6 Skematis pengujian fleksural [41].



Gambar 3.7 Sampel pengujian fleksural.

III.5.2.5 Pengujian Impak Izod

Pengujian Impak izod mengacu pada standard ASTM D 256. Sampel yang digunakan adalah sampel berbentuk balok hasil pencetakan injeksi. Sama pada pengujian yang lainnya, sampel untuk pengujian impak izod ini telah didiamkan sekurangnya 24 jam. Penakikan sampel dilakukan secara manual menggunakan alat *notching machine* bermotor dengan sudut 45° dan kedalaman takik 2.5 mm.



Gambar 3.8 Sampel pengujian impak izod.

Kondisi pengujian ini adalah sebagai berikut.

<i>Nominal work capacity</i>	: 5.5 J
<i>Impact velocity</i>	: 3.458 m/s
Posisi awal pendulum	: 150°

III.5.2.6 Kekerasan

Pengujian kekerasan dilakukan berdasarkan standard ASTM D 785. Sampel untuk pengujian ini adalah sampel dari pencetakan injeksi dengan tebal 3.5 mm dan telah didiamkan sekurangnya 24 jam. Pada pengujian kekerasan ini sampel dijejak dengan penjejakan Rockwell R dan diambil beberapa titik dari sampel, dengan syarat jarak antara satu titik dengan titik yang lainnya harus lebih dari tiga kali jari-jari jejak, setelah itu alat penguji kekerasan secara otomatis langsung membaca (*direct reading*) nilai kekerasan sampel.

III.5.2.7 Pengamatan SEM pada Permukaan Patahan

Pengamatan permukaan patahan sampel dilakukan dengan menggunakan SEM pada Departemen Metalurgi dan Material Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Patahan sampel yang diamati adalah sampel dari hasil uji impak bertakik yang diberi perlakuan pelapisan tipis dengan emas (Au) dan paladium (Pd) agar menjadi konduktif sehingga dapat menghantarkan elektron. Detektor yang digunakan pada SEM adalah detektor elektron skunder. Tujuan pengamatan patahan tersebut adalah untuk melihat ikatan antarmuka yang terjadi pada beberapa sampel WPPC.