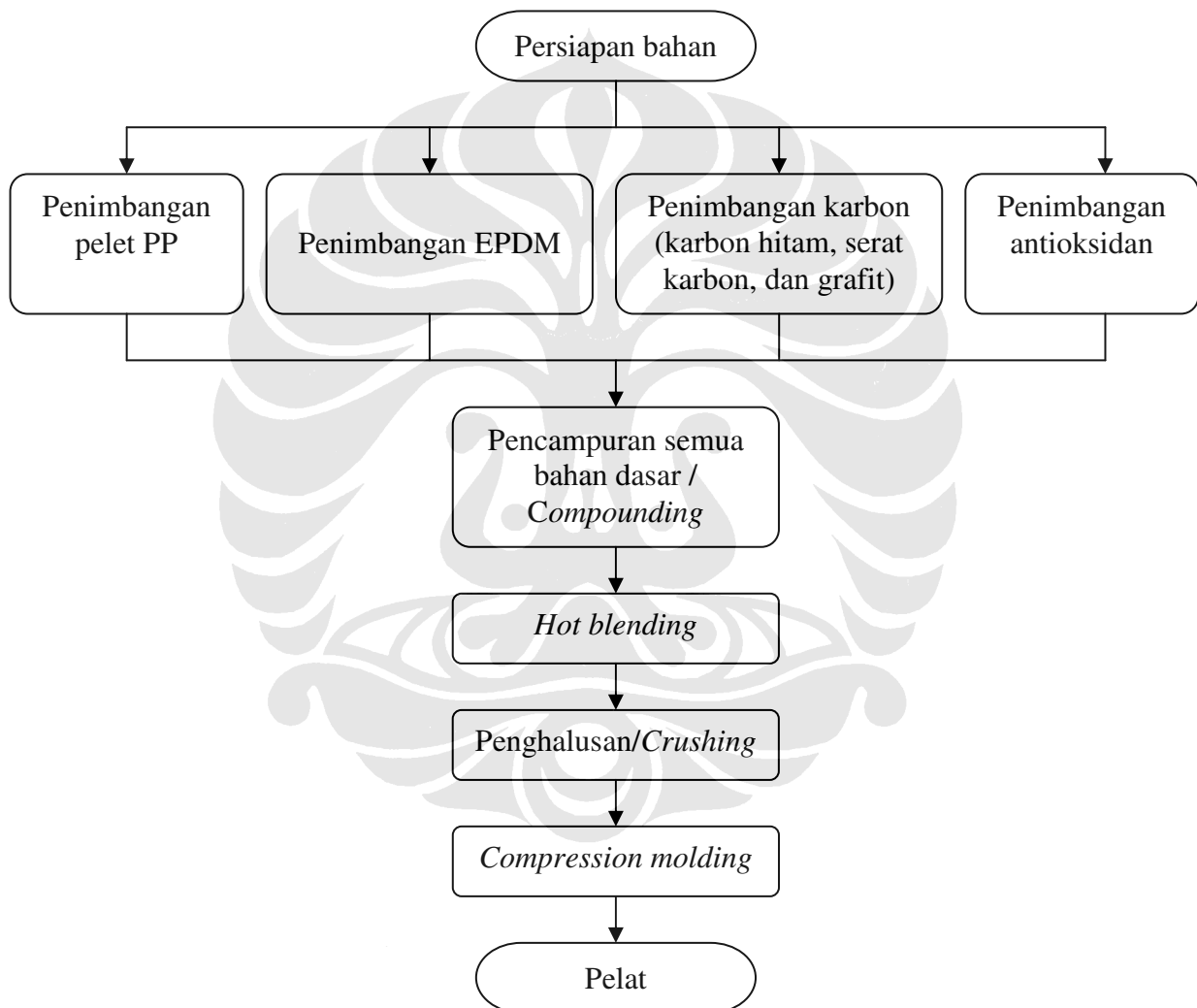


BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

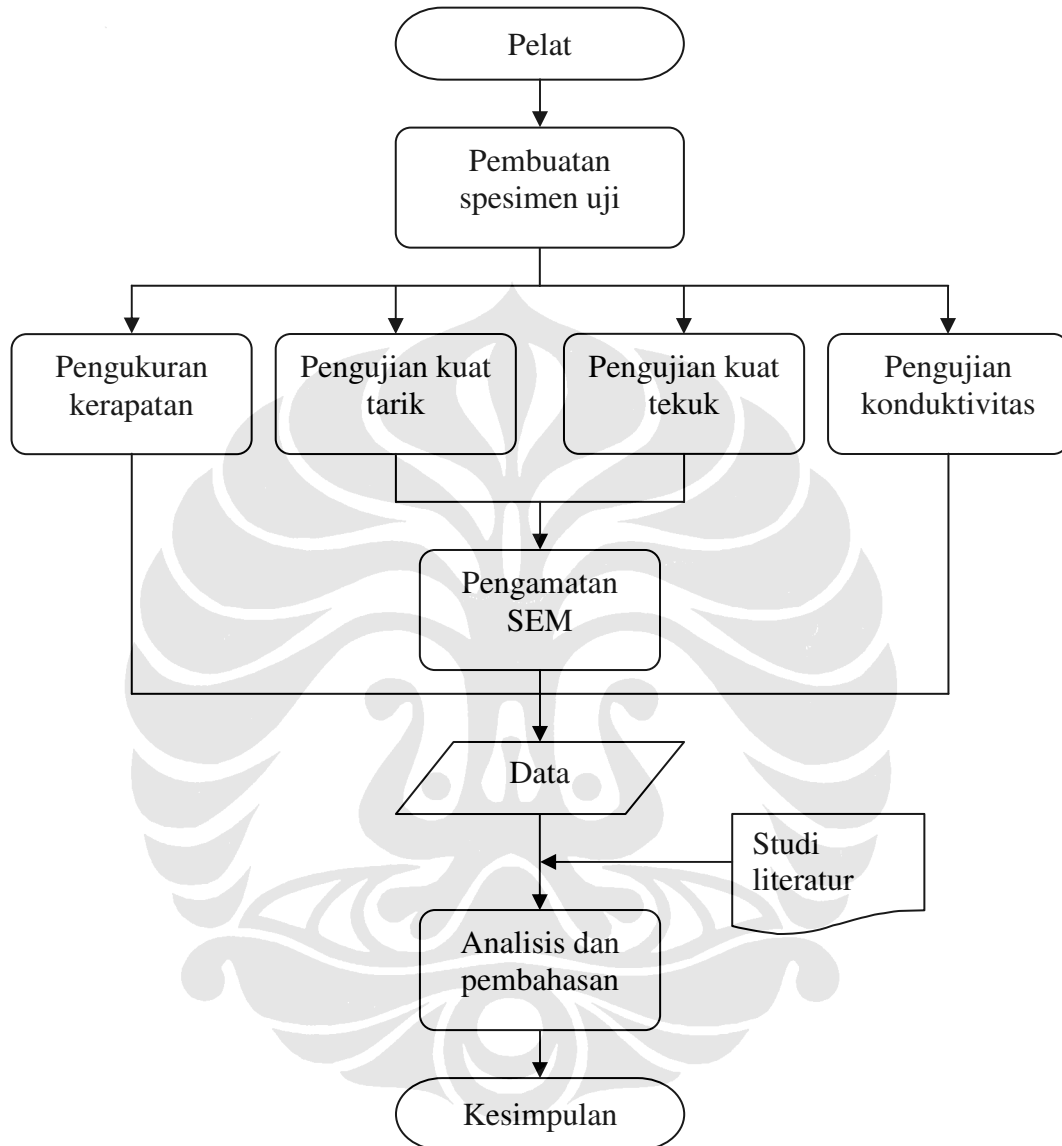
3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN

Gambar 3.1 berikut menunjukkan diagram alir preparasi dan fabrikasi sampel secara umum pada penelitian ini. Sementara itu diagram alir pengujian karakterisasi sampel diperlihatkan oleh Gambar 3.2.



Gambar 3.1 Diagram alir preparasi dan fabrikasi sampel.

Diagram alir pengujian karakterisasi sampel secara umum pada penelitian ini:



Gambar 3.2 Diagram alir pengujian karakterisasi sampel.

3.2 KOMPOSISI BAHAN

Tabel 3.1 di bawah ini menunjukkan komposisi dan pengkodean seluruh sampel yang diteliti:

Tabel 3.1 Komposisi dan pengkodean formulasi sampel.

Bahan	Satuan	Kode Formulasi Sampel				
		F1	F2	F3	F4	F5
Polipropilena	wt%	100	50	50	14	14
	g	500	250	250	70	70
Karbon	wt%	0	44	44	80	80
	g	0	220	220	400	400
EPDM	wt%	0	5	5	5	5
	g	0	25	25	25	25
Antioksidan	wt%	0	1	1	1	1
	g	0	5	5	5	5
Total	g	500	500	500	500	500

Sedangkan perbandingan fraksi massa ketiga jenis karbon disajikan dalam Tabel 3.2 berikut:

Table 3.2 Perbandingan fraksi massa ketiga jenis karbon.

Jenis Karbon	Satuan	F1	F2	F3	F4	F5
Karbon Hitam	wt%	0	50	34	37,5	50
	g	0	110	75	150	200
Serat Karbon	wt%	0	50	45,45	31,25	25
	g	0	110	100	125	100
Grafit Sintetik	wt%	0	0	20,45	25	25
	g	0	0	45	125	100
Total	g	0	220	220	400	400

3.3 PERALATAN DAN BAHAN

3.3.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini disajikan dalam Tabel 3.3 sebagai berikut:




Tabel 3.3 Peralatan dan spesifikasinya.

Nama Alat	Spesifikasi	Gambar
Timbangan Digital	<i>Mettler PM600</i> di Laboratorium P&L Pertamina Pulo Gadung	
<i>Hot Blender</i>	<i>Rheomix Haake + Rheocord 90</i> kapasitas 250 g di Laboratorium P&L Pertamina Pulo Gadung	
<i>Crusher</i>	<i>Kpi type KF-808-B</i> di Sentra Teknologi Polimer (STP) PUSPIPTEK Serpong	
Timbangan Digital	<i>Sartorius</i> di Sentra Teknologi Polimer (STP) PUSPIPTEK Serpong	

Tabel 3.3 Peralatan dan spesifikasinya (*lanjutan*).

Nama Alat	Spesifikasi	Foto
<i>Hydraulic Hot Press</i>	<i>COLLIN P300P</i> di Sentra Teknologi Polimer (STP) PUSPIPTEK Serpong	
<i>Mini Test Press.10 dan Specimens Puncher</i>	<i>TOYOSEIKI</i> di Sentra Teknologi Polimer (STP) PUSPIPTEK Serpong	
Mesin Pemotong	<i>GÖLZ BS 350</i> di Sentra Teknologi Polimer (STP) PUSPIPTEK Serpong	
Mesin Abrasif	<i>Rema 2000 type DS04/175</i> di Sentra Teknologi Polimer (STP) PUSPIPTEK Serpong	
Lemari Conditioning	- di Sentra Teknologi Polimer (STP) PUSPIPTEK Serpong	

Tabel 3.3 Peralatan dan spesifikasinya (lanjutan).

Nama Alat	Spesifikasi	Gambar
<i>Universal Testing Machine</i>	<i>SHIMADZU type AGS-10kNG</i> di Sentra Teknologi Polimer (STP) PUSPIPTEK Serpong	
<i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	<i>LEO 420i</i> di Departemen Metalurgi dan Material FTUI	
<i>Conductivity measurement apparatus</i>	<i>LCR-meter type 3522-50</i> di Laboratorium Listrik Magnet BATAN PUSPIPTEK Serpong	

3.3.2 Bahan-Bahan

3.3.2.1 Polipropilena (PP)

Polimer termoplastik yang digunakan sebagai matriks adalah kopolimer blok polipropilena COSMOPLENE[®] yang diproduksi oleh *The Polyolefine Company (TPC) Singapore*. Tabel 3.4 berikut ini adalah spesifikasi dari polipropilena yang digunakan dalam penelitian.

Tabel 3.4 Spesifikasi kopolimer blok polipropilena COSMOPLENE® [44].

Kode	AH561		
Nama Produk	Kopolimer Blok Polipropilena COSMOPLENE®		
Aplikasi	Komoditas, Baterai, Wadah, Kursi, Tempat Duduk		
Karakteristik	Sifat Alir Sedang-Tinggi, Tahan Impak, Kaku		
	Sifat-Sifat	Satuan	Metode Uji
Laju Aliran Leleh (MFR)	3	g/10 min	ASTM D1238
Kerapatan Massa	0.9	g/cm ³	ASTM D1505
Kekuatan Impak Izod	23°C: 24,5; -20 °C: 4,7	KJ/m ²	ASTM D256
Modulus Tekuk	1080	MPa	ASTM D790
Kekuatan Tarik <i>Yield</i>	24.5	MPa	ASTM D638
Kekuatan Tarik <i>Ultimate</i>	30.4	MPa	ASTM D638
Elongasi	680	%	ASTM D638
Kekerasan Rockwell	85	R Scale	ASTM D785
HDT	112	°C	ASTM D648
Penyusutan MD-TD	15/15	1/1000	-

3.3.2.2 Karbon

Bahan pengisi karbon digunakan untuk meningkatkan sifat konduktivitas listrik dari komposit. Karbon hitam, serat karbon, dan grafit sintetis adalah jenis-jenis karbon yang digunakan dalam penelitian ini. Sifat-sifat dari ketiga jenis karbon tersebut dapat dilihat pada Tabel 3.5 berikut.

Tabel 3.5 Spesifikasi karbon [1].

Jenis Karbon	Nama	Ukuran Partikel	Penyuplai
Karbon Hitam	<i>Vulcan XC72</i>	<i>60 x 325 mesh</i>	<i>Cabot Corp.</i>
Serat Karbon	<i>Fortafil 243</i>	<i>7 microns</i>	<i>Fortafil Fibers</i>
Grafit Sintetik	<i>4012</i>	<i>30 nm</i>	<i>Asbury Carbon</i>

Karbon hitam *Cabot Vulcan XC72* yang dipakai sebagai bahan pengisi adalah produk dari *Cabot Corporation*. Karakteristik utama karbon hitam *Cabot Vulcan XC72* yang berhubungan dengan kemampuan proses dan konduktivitas meliputi luas permukaan spesifik, kimia permukaan, dan sifat pembasahan (*wetting*). Karena material ini memiliki luas permukaan yang besar, maka dispersi partikel kedalam matriks pun meningkat, sehingga karbon hitam banyak digunakan sebagai bahan campuran komposit konduktif [45]. Sifat fisik dan kimia dari *Cabot Vulcan XC72* ditunjukkan pada Tabel 3.6 berikut ini.

Tabel 3.6 Sifat-sifat karbon hitam *Cabot Vulcan XC-72* [1].

Sifat-Sifat	Keterangan
Bentuk	Bubuk hitam
Bau	Tidak
Kerapatan Massa	1,7-1,9 g/cm ³ @ 20 °C
Kerapatan Massa Ruah	20-550 kg/m ³
Ukuran Partikel	60 x 325 mesh

Serat karbon yang digunakan dalam penelitian ini disuplai dari *Fortail Carbons*. Penggunaan serat karbon dalam material komposit konduktif berfungsi sebagai jalur aliran elektron. Sifat-sifat umum dari serat karbon *Fortail 243* dapat dilihat pada Tabel 3.7 di bawah ini.

Tabel 3.7 Sifat-sifat serat karbon *Fortail 243* [1].

Spesifikasi	Keterangan
Kekuatan Tarik	> 3450 Mpa
Modulus Tarik	> 207 Gpa
Elongasi	1,70 %
Kerapatan Massa	1,8 g/cm ³
<i>Cross-sectional Area</i>	3,3 x 10 ⁻⁵ mm ²
Diameter Filamen	6 mikron
Hambatan Listrik	1,67 mOhm-cm
Panjang Serat	3 mm

3.3.2.3 Etilena-Propilena-Diena Terpolimer (EPDM)

Pada penelitian ini EPDM digunakan sebagai bahan aditif dalam komposit konduktif polipropilena-karbon dengan tujuan untuk meningkatkan ketangguhan komposit. EPDM juga dapat bersifat konduktif apabila ditambahkan karbon hitam ke dalam campuran [31]. Spesifikasi EPDM ditunjukkan dalam Tabel 3.8 berikut ini.

Tabel 3.8 Spesifikasi karet EPDM [30].

Sifat-Sifat	Keterangan
Viskositas Mooney, ML 1+4 @ 125 °C	5 – 200+
Kandungan Etilena	45 – 80 wt%
Kandungan Diena	0 – 15 wt%
Berat Spesifik	0,855 – 0,88 gm/ml (tergantung komposisi polimer)
Kekerasan, <i>Shore A Durometer</i>	30 – 95 A
Kekuatan Tarik	7 – 21 MPa
Elongasi	100 – 600 %
Kompresi Set B	20 – 60 %
Temperatur Pakai, °C	-50 sampai +160 °C
Ketahanan Sobek	Cukup – Bagus
Ketahanan Abrasi	Bagus – Istimewa
Daya Kenyal	Cukup – Bagus

3.3.2.4 Antioksidan

Dalam penelitian ini menggunakan aditif antioksidan produk dari China Catalyst Ltd dengan nama merek dagang CN-CAT B215 yang merupakan hasil penggabungan antioksidan utama A1010 dengan antioksidan pembantu A168 dan *chelant* stabil. Tabel 3.9 dibawah ini menunjukkan sifat-sifat antioksidan CN-CAT B215.

Tabel 3.9 Sifat-sifat CN-CAT B215 [46].

Sifat-Sifat	Keterangan
Bentuk	Bubuk putih
Warna Larutan	Bening
Komposisi	A 168: 61,5-71,5% A 1010: sisanya
TGA (100 °C, 2 jam)	0,5% (max)
<i>Transmittance:</i>	
425 nm	96% (min)
500 nm	98% (min)

3.4 PROSEDUR PENELITIAN

3.4.1 Preparasi dan Fabrikasi Sampel

3.4.1.1 Penimbangan

Pertama bahan-bahan ditimbang untuk mendapatkan takaran sesuai formulasi pada Tabel 3.1 dan Tabel 3.2. Penimbangan pelet polipropilena, EPDM, tiga jenis karbon (karbon hitam, serat karbon, grafit sintetik), dan antioksidan dilakukan dengan timbangan digital *Mettler PM600*. Hasil takaran ditempatkan pada wadah kantong plastik.

3.4.1.2 Pencampuran (*Compounding*)

Proses pencampuran bahan-bahan dilakukan dengan metode *hot blending* (pencampuran secara mekanik melalui proses pemanasan) menggunakan *Rheomix Haake Rheocord 90* berkapasitas 250 g. Proses ini dilakukan sebagai pencampuran awal sebelum dilakukan proses berikutnya, yaitu *crushing* dan *hot pressing*. Formula yang dicampur dalam adalah F2, F3, F4, dan F5. Sedangkan formula F1 (PP 100%wt) tidak dicampur tetapi langsung dicetak menjadi pelat. *Rheocord 90* berkapasitas maksimal 250 g, maka bahan-bahan formulasi yang sudah dicampur dengan total berat masing-masing 500 g dibagi menjadi dua bagian untuk dua kali proses pada setiap formula. Pencampuran dilakukan pada temperatur 180 °C selama ± 6 menit. Setelah proses pencampuran selesai, hasil

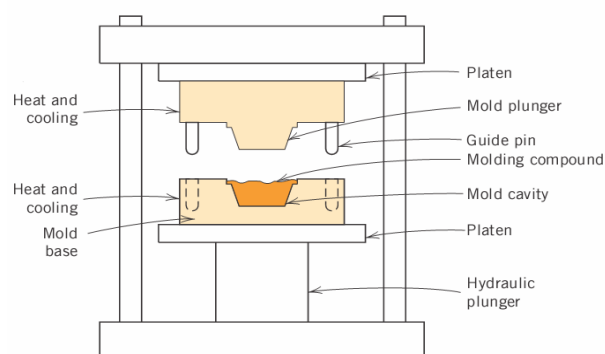
percampuran yang berbentuk bongkahan didiamkan hingga dingin kemudian dimasukkan ke dalam wadah plastik.

3.4.1.3 Penghalusan (*Crushing*)

Hasil pencampuran yang berbentuk bongkahan harus dihaluskan terlebih dahulu sebelum dilakukan proses pencetakan (*compression molding*). Alat yang digunakan dalam proses penghalusan bahan komposit adalah mesin *Crusher Kpi type KF-808-B*. Pada proses *crushing*, selain bertujuan untuk menghaluskan bongkahan juga bertujuan untuk menjadikan campuran komposit lebih homogen. Dengan demikian, bahan komposit lebih mudah dicetak dan partikel-partikel karbon lebih terdispersi merata ke seluruh matriks polimer. Bentuk bahan hasil *crushing* berbentuk granula dengan berbagai variasi ukuran.

3.4.1.4 Pencetakan Pelat (*Compression Molding*)

Sampel pelat bipolar untuk pengujian karakterisasi dicetak dengan metode *hot pressing*. Alat yang digunakan adalah *COLLIN P300P Hydraulic Hot Press*. *Compression molding* dilakukan dengan memasukkan granula komposit hasil *crushing* ke dalam cetakan logam (*mold*). Pemanasan dilakukan selama 14 menit pada temperatur 230 °C dan tekanan 1 bar untuk formulasi F1, F2, dan F3. Sedangkan untuk F4 dan F5 dipanaskan selama 14 menit pada temperatur 240 °C dan tekanan 200 bar. Lama pendinginan untuk semua formulasi adalah 12 menit pada temperatur 40 °C. Gambar 3.3 berikut ini adalah diagram skematik alat *compression molding*, sedangkan fase pencetakan ditunjukkan pada Tabel 3.10 dan Tabel 3.11.



Gambar 3.3 Diagram skematik alat *compression molding* [27].

Tabel 3.10 Fase pencetakan untuk sampel F1, F2, dan F3.

Fase	1	2	3	4	5
Temperatur (°C)	230	230	230	230	40
Tekanan (bar)	1	1	1	1	1
Waktu (menit)	4	5	5	0	12

Tabel 3.11 Fase pencetakan untuk sampel F4 dan F5.

Fase	1	2	3	4	5
Temperatur (°C)	240	240	240	240	40
Tekanan (bar)	200	200	200	200	200
Waktu (menit)	4	5	5	0	12

(Keterangan: 1 – 4 = pemanasan, 5 = pendinginan, 1 bar = 10^5 N/m²)

Masing-masing formula dicetak menjadi dua tipe pelat lingkaran. Pelat tipe I berdiameter 20 cm dengan ketebalan ± 2 mm. Sedangkan pelat tipe II berdiameter 14 cm dengan ketebalan ± 4 mm.

3.4.1.5 Pembuatan Spesimen Uji

Pelat bipolar hasil *hot pressing* diukur kerapatan massanya, kemudian pelat tersebut dibuat menjadi spesimen uji tarik, uji tekuk, dan uji konduktivitas. Spesimen uji tarik dicetak dari pelat tipe I menggunakan *puncher* berbentuk *dog-bone* tipe IV sesuai standar ASTM D638. Sedangkan pelat tipe II dipotong-potong menjadi spesimen uji tekuk sesuai standar ASTM D790.

Spesimen uji tarik dan uji tekuk yang telah dibuat harus disimpan pada lemari pengkondisian pada temperatur 23 ± 2 °C dan kelembaban relatif $50 \pm 5\%$ selama ≥ 40 jam sebelum dilakukan pengujian tarik dan tekuk. Hal ini dilakukan agar molekul polipropilena mengalami relaksasi tegangan karena adanya kristalisasi sekunder setelah pemanasan.

3.4.2 Pengujian Karakterisasi Material

3.4.2.1 Pengukuran Kerapatan Massa (Density)

Kerapatan massa komposit dan fraksi volume pengisi dapat dihitung menggunakan Persamaan 3.1. Akan tetapi, masih ada beberapa keraguan dalam kasus perhitungan kerapatan untuk bahan pengisi campuran (*filler blends*). Dalam kasus seperti itu, sangat banyak ketidakcocokan antara nilai spesifikasi dan nilai aktualnya. Oleh karena itu, dibutuhkan sebuah penentuan yang akurat. Berdasarkan pengetahuan terhadap kerapatan massa komposit dan kerapatan massa gabungan pengisi/aditif, memungkinkan kita untuk dapat menghitung kandungan pengisi dari formula pencampuran. Akan tetapi nilai validitasnya terbatas, disebabkan kerapatan massa matriks dapat berubah mendekati konsentrasi kritis volume pigmen (*critical pigment volume concentration*) pada perhitungan perubahan kecocokan. Selain itu, ketidakvalidan disebabkan adanya rongga-rongga mikro (*micro-voids*) lebih dari $0,2 \text{ g/cm}^3$ [29].

$$\rho_c = \frac{\rho_f \rho_m}{\rho_m M_f + \rho_f (1 - M_f)} \quad \dots \dots \dots (3.1)$$

$$V_f = \frac{M_f}{\rho_f} \rho_c$$

Dimana:

- ρ_c = kerapatan massa komposit (g/cm^3)
- ρ_f = kerapatan massa pengisi (g/cm^3)
- ρ_m = kerapatan massa matriks (g/cm^3)
- M_f = fraksi massa pengisi
- V_f = fraksi volume pengisi

Pengukuran kerapatan massa dapat pula dilakukan dengan prinsip perbandingan massa material di udara dengan massa material di dalam air. Massa material di dalam air akan berbeda dengan massanya di udara akibat adanya gaya ke atas (gaya Archimedes).

Langkah-langkah pengukurannya adalah sebagai berikut:

1. Menimbang massa sampel di udara (M_u).
2. Menimbang massa sampel di dalam air (M_a) sampai berada dalam keadaan setimbang dan angka tidak berubah-ubah.

Dari hasil penimbangan tersebut, maka kerapatan massa sampel bisa diperoleh dari persamaan:

$$\rho_{\text{sampel}} = \frac{M_u}{M_a} \rho_{\text{air}} \dots\dots\dots (3.2)$$

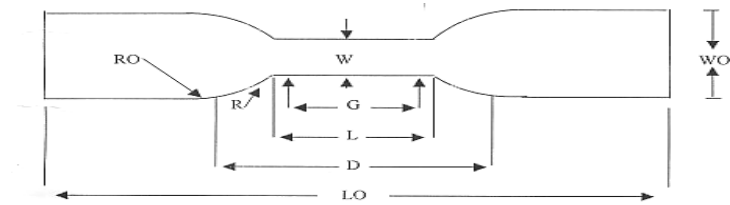
Pengukuran kerapatan massa sampel komposit PP/EPDM/C dengan metode ini dilakukan di Laboratorium Metalografi Departemen Metalurgi dan Material FTUI. Hasil pengujian dapat dilihat pada Lampiran 1.

3.4.2.2 Pengujian Tarik (*Tensile*)

Metode pengujian tarik mengacu pada standar ASTM D638: “*Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*” [47]. Sampel yang digunakan adalah spesimen *dog-bone* tipe IV. Kondisi dan hasil pengujian masing-masing sampel dapat dilihat pada Lampiran 2. Tabel 3.12 dan Gambar 3.4 di bawah ini menunjukkan dimensi dan bentuk skematis spesimen uji tarik.

Tabel 3.12 Dimensi spesimen uji tarik tipe IV.

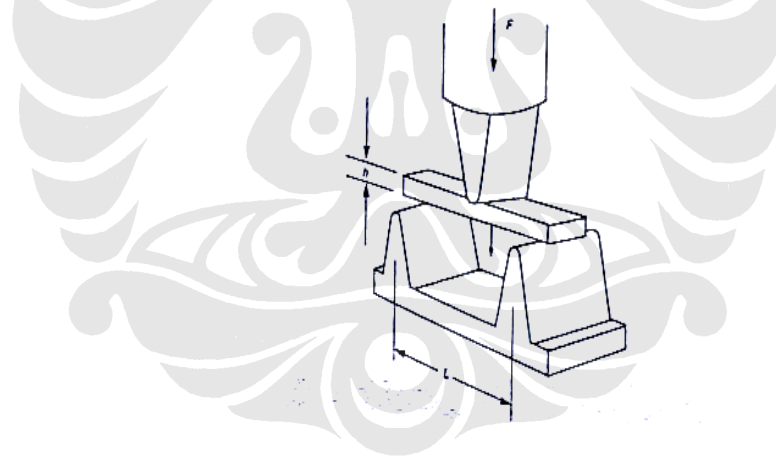
Dimensi	Tipe IV, mm (in)	Toleransi, mm (in)
W (<i>width of narrow section</i>)	6 / 0,25	± 0,5 (± 0,02)
L (<i>length of narrow section</i>)	33 / 1,30	± 0,5 (± 0,02)
WO (<i>width over all, min</i>)	19 / 0,75	+ 6,4 (+ 0,25)
LO (<i>length over all, min</i>)	115 / 4,50	<i>no max</i>
G (<i>gage length</i>)	25 / 1,00	± 0,13 (± 0,005)
D (<i>distance between grip</i>)	65 / 2,5	± 5 (± 0,2)
R (<i>radius of fillet</i>)	14 / 0,56	± 1 (± 0,04)
RO (<i>outer radius</i>)	25 / 1,00	± 1 (± 0,4)



Gambar 3.4 Skema bentuk spesimen uji tarik.

3.4.2.3 Pengujian Tekuk (Flexural)

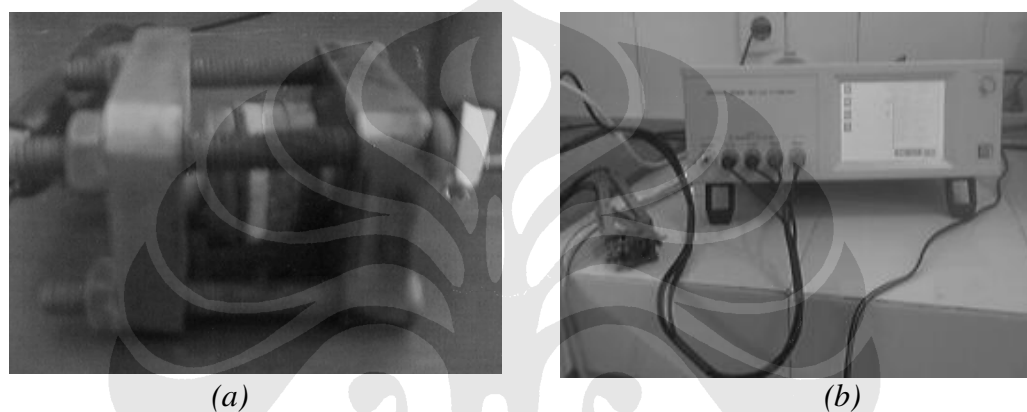
Pengujian tekuk mengacu pada standar ASTM D790: “*Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials*” [47]. Pengujian dilakukan dengan melakukan pembebanan pada 3-titik (Gambar 3.5). Kondisi dan hasil pengujian masing-masing sampel dapat dilihat pada Lampiran 3.



Gambar 3.5 (a) Skema pengujian tekuk 3-titik [48].

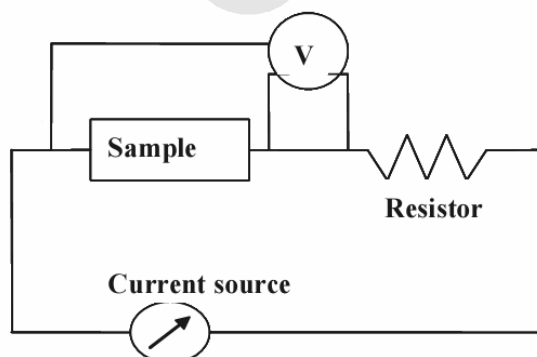
3.4.2.4 Pengujian Konduktivitas Listrik

Pengujian konduktivitas listrik komposit pelat bipolar menggunakan standar ASTM B193 untuk menghitung konduktivitas dalam bidang (*in-plane*) sampel. Alat yang digunakan adalah LCR-meter tipe 3522-50. Alat ini dapat digunakan untuk mengukur sifat listrik material yang meliputi induktansi, kapasitansi, dan konduktansi terhadap fungsi frekuensi. Frekuensi yang dapat dilakukan pada bahan antara 0,01 Hz sampai 100 kHz. Gambar 3.6 di bawah ini adalah foto alat LCR-meter.



Gambar 3.6 (a) Gambar tempat penyimpanan cuplikan sampel, (b) Hubungan ke alat LCR-meter.

Gambar 3.7 di bawah ini mengilustrasikan sirkuit listrik untuk menghitung konduktivitas dalam bidang (*in-plane*) sampel.



Gambar 3.7 Diagram sirkuit pengukuran konduktivitas listrik [1].

3.4.2.5 Pengamatan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengamatan morfologi pada permukaan sampel dilakukan dengan menggunakan SEM. Sampel terlebih dahulu dilapisi dengan emas (Au) agar bersifat konduktif sehingga dapat menghantarkan elektron. Detektor yang digunakan pada SEM adalah detektor *Secondary Electron*. Tujuan pengamatan adalah untuk mengetahui dispersi bahan pengisi pada matriks, daya pembasahan matriks terhadap serat karbon, dan morfologi perpatahan sampel. Bagian sampel yang diamati adalah pada permukaan perpatahan uji tarik dan uji tekuk.

