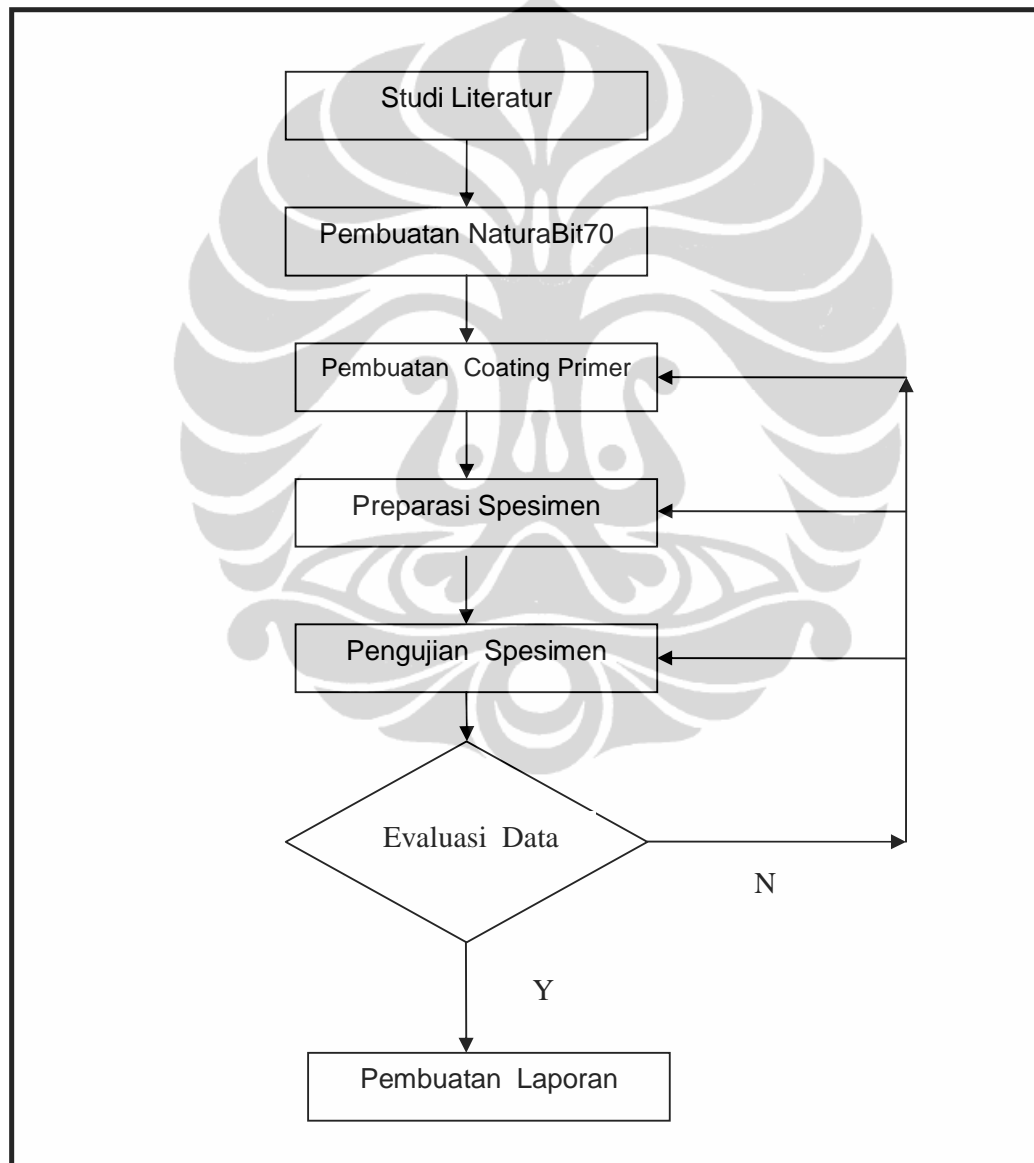


BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

Metodologi penelitian ini dibuat sedemikian rupa sehingga hasil daripada penelitian ini dapat dibandingkan kinerjanya dengan primer sejenis atau data rujukan laboratorium. Secara sederhana metodologi penelitian disajikan pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir metodologi penelitian

3.1 Pembuatan Coating Primer NaturaBit70

Pembuatan NaturaBit70 dilakukan pada skala laboratorium dan dibuat berdasarkan sistem proses yang handal dan sedemikian rupa sehingga NaturaBit70 mempunyai titik lembek 70 °C. NaturaBit70 ini akan diuji sifat-sifatnya pada laboratorium terakreditasi. Jika hasil uji NaturaBit70 mempunyai kadar *maltene* lebih besar dari 40% berat maka NaturaBit70 ini akan dipakai sebagai bahan baku coating primer.

Dalam bab sebelumnya dijelaskan bahwa penyaringan awal dari percobaan yang akan dilakukan adalah kualitas dari NaturaBit70 yang diharapkan mempunyai kandungan *maltene* lebih besar dari 40% berat. Guna menjamin kualitas itu maka ditetapkan bahwa deposit yang akan di proses untuk dijadikan NaturaBit70 adalah deposit dari Lawele Buton.

Percobaan pendahuluan dilakukan pada tahap awal guna mencari rentang konsentrasi xylene sehingga mempunyai sifat-sifat seperti pada Tabel 3.2. Setelah itu dilakukan percobaan-percobaan awal untuk mencari rentang kadar asam lemak minyak kedelai yang sedemikian rupa memungkinkan permukaan coating mengering dalam waktu yang relatif cepat.

Tabel 3.1 Komposisi *premix* dan asam lemak minyak kedelai [3]

Bahan	Persentase Berat
Larutan induk NaturaBit70 (<i>premix</i>)	95% - 99%
Asam lemak minyak kedelai	1% - 5%

Keterangan: *Premix* merupakan campuran NaturaBit70 sejumlah 80% berat dengan xylene 20% berat

Dikarenakan persentase adalah persentase berat maka pembuatan komposisi dapat dilakukan dengan cara menimbang sehingga mudah untuk dilakukan. Untuk basis pembuatan larutan NaturaBit70 (*premix*) 1000 gram maka dilakukan urutan sebagai berikut: pada gelas kimia (I) berpengaduk dimasukkan 800 gram NaturaBit70 dan dipanaskan hingga 80 °C dan secara perlahan

ditambahkan xylene sebanyak 200 gram dan dilakukan proses pengadukan sampai larutan homogen dan berat larutan 1000 gram.

Untuk menghasilkan variasi kadar *asam lemak minyak kedelai* dilakukan hal berikut; pada suatu gelas kimia yang berisi larutan NaturaBit70 (990; 980; 970; 960; 950 gram) dimasukkan sejumlah tertentu (10; 20; 30; 40; 50 gram) asam lemak minyak kedelai untuk mencapai komposisi asam lemak minyak kedelai dengan persen berat yang dikehendaki (1%; 2%; 3%; 4%; 5% berat).

Terakhir ditambahkan sedikit drying agent berupa ditambahkan dryer 0.1% berat terhadap asam lemak minyak kedelai. Jenis dryer yang dipakai adalah campuran antara Pb (lead octoate) 30% berat, Co (cobalt octoate) 8% berat, Ca (calcium octoate) 5% berat.

Coating primer yang dihasilkan ditargetkan akan memiliki karakteristik seperti yang disajikan pada Tabel 3.2.

Tabel. 3.2 Sifat Fisika Primer Hasil Racikan [3]

Sifat-sifat	Kuantitatif
Solid content	30% berat
Specific gravity	1,01
Viskositas (Brookfield pada 25°C)	285 cP

3.2 Preparasi Spesimen

Jenis material yang digunakan untuk spesimen adalah baja karbon biasa dengan dimensi mengikuti standard praktis di Lab tempat dilakukan pengujian. Preparasi permukaan mengacu SSPC-SP10 dimana baja dikenakan blast cleaning sampai permukaan baja menjadi putih yakni 95% dari luas permukaan baja terbebas dari kotoran secara kasat mata. Preparasi ini direkomendasikan untuk aplikasi coating jenis *asphaltic, vinyl, chlorinated rubber, epoxy, coal tar epoxy, urethane*. [1]

Setelah selesai preparasi permukaan dilakukan coating dengan cara spray pada temperatur kamar yang diharapkan mempunyai temperatur 3°C diatas dew

point dengan maksimum kelembaban relative 80% dan kemudian dikeringkan selama 2-12 menit. Ketebalan lapisan primer diukur menggunakan Demitron D-300 Plus (mengacu pada ASTM B-499) dengan target DFT 50 micron. Pengukuran dilakukan pada titik pusat untuk setiap spesimen. Karena pengerjaan ini cukup kritikal terhadap hasil penelitian ini maka pengerjaan preparasi dan aplikasi coating dilakukan laboratorium terakreditasi guna mencegah kesalahan pada proses ini.

Rancangan *run* percobaan dibuat seperti Tabel 3.3 sehingga jumlah spesimen yang harus disiapkan adalah 45 spesimen. Untuk *run* pertama dan kedua dilakukan secara bersamaan. Kode NB menunjukkan arti NaturaBit dan dua digit terakhir menunjukkan kandungan asam lemak minyak kedelai dalam *premix*. NB-10 berarti mempunyai kandungan asam lemak minyak kedelai sejumlah 1% berat.

Tabel 3.3 Rancangan run percobaan

No.	Test	Satuan	NB-10	NB-20	NB-30	NB-40	NB-50
1	Visual	Kualitatif	#1	#1	#1	#1	#1
2	Waktu kering	Menit	#1	#1	#1	#1	#1
3	Uji kekerasan	(6B-9H)	#1	#1	#1	#1	#1
4	Uji ketahanan abrasi	mikron/liter	#1	#1	#1	#1	#1
5	Uji kelekatan	%	#1	#1	#1	#1	#1
6	Uji fleksibilitas	Kualitatif	#1	#1	#1	#1	#1
7	Uji kekuatan tarik	MPa	#1	#1	#1	#1	#1
8	Uji sembur garam	Kualitatif	#1	#1	#1	#1	#1
9	Ketahanan panas	Kualitatif	#1	#1	#1	#1	#1
10	Permeabilitas	gr/m ² /hari	#1	#1	#1	#1	#1

Keterangan: #1 adalah jumlah spesimen yang disiapkan.

3.3 Pengujian Spesimen

Hasil pengujian sangat bergantung dengan karakteristik material. Seperti halnya aspal kekuatannya sangat bergantung pada kadar maltene dalam struktur

koloid dan jumlah maltene yang bisa masuk ke dalam struktur didikte oleh kadar maltene.

Uji film *coating* meliputi aspek fisik film, mekanikal testing, ketahanan kimiawi, ketahanan terhadap cuaca dan spesifik test lainnya. Jenis metode dan alat pada setiap sub test jumlahnya sangat banyak. Namun demikian penulis hanya melakukan testing berdasarkan ketersediaan alat yang ada di laboratorium Sigma dan B4T.

3.3.1 Visual dan Waktu kering

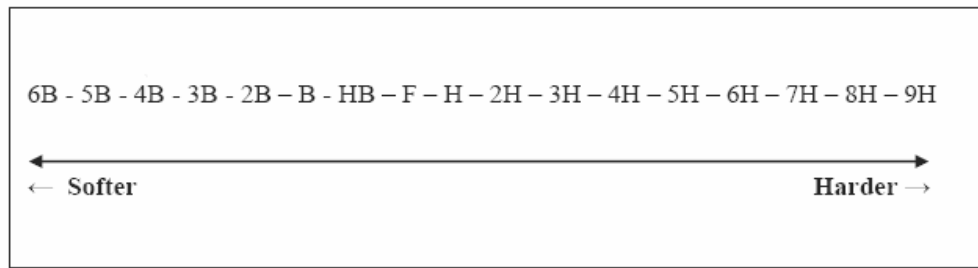
Visual merupakan observasi tradisional dengan menggunakan mata telanjang untuk memberikan deskripsi takhir dari film coating.

Waktu kering mempunyai banyak macam dan yang dipilih adalah metode kering sentuh yang mengacu ASTM Method D 1640. Film dikatakan kering sentuh jika disentuh dengan lemah oleh jari maka tidak terjadi transfer film ke jari. Konfirmasi dilakukan dengan menyentuhkan kembali jari ke kaca bening. Jika tidak ada transfer film ke jari maka permukaan coating dianggap sudah kering Waktu kering sentuh 60 menit dianggap sudah memadai. [15] [16]

3.3.2 Uji Kekerasan

Jenis testing ini sudah banyak macamnya, namun di tempat pengujian laboratorium Sigma masih menggunakan pensil test. Pensil ditarik pada sudut 45° pada load konstan. Jika terdapat sayatan pada lapisan coating maka dikatakan pensil lebih keras dari pada film. Kekerasan merupakan grade pensil lunak berikutnya. Saat sekarang uji seperti ini sudah bisa mencapai 17 tingkatan yang berbeda dari mulai 9H sampai 6B. [15]

Sikkens, salah satu produsen *coating* dunia ternama, mengembangkan alat yang lebih unik yang berupa alat yang dapat berputar 45° yang mempunyai pusat rotasi. Satu rotasi untuk pensil dan rotasi lainnya untuk spesimen. Hasil yang didapat adalah testing yang sangat konsisten karena load pada film sudah tertentu berdasarkan rancangan alat. [15]



Gambar 3.2 Ilustrasi Nilai Uji Kekerasan [9]

Untuk *finish* coating kekerasan yang harus dicapai adalah dalam rentang HB-H adalah sudah memadai. Untuk *coating* primer dianggap sudah memadai jika nilai kekerasannya dalam rentang 2B-HB. [17] Ini didasari pada prinsip bahwa pada coating primer masih akan ditambah lapisan intermediate dan topcoat sehingga sifat yang harus dipenuhi adalah fleksibilitas yang juga terkait dengan kekerasan.

3.3.3 Ketahanan Abrasi

Ketahanan abrasi didefinisikan sebagai kemampuan material terhadap aksi mekanikal yang meliputi *rubbing*, *scrapping*, *erosion* yang secara progresif bertendensi melucuti material film coating. Material yang elastis cenderung lebih tahan terhadap abrasi akan tetapi bukan berarti material yang keras tidak tahan terhadap abrasi.

Pada penelitian ini digunakan *falling sand abrasion test*. Sejumlah pasir silica berukuran pass No.20 sieve, dijatuhkan pada permukaan film. Nilai abrasi diekspresikan dalam jumlah volume pasir silica yang dibutuhkan untuk mengurangi suatu ketebalan coating.

3.3.4 Uji Kelekatan

Uji kelekatan yang dipilih adalah *cross-cut tes*. Test ini mengacu standard ASTM D-3359 Tape Test yang merupakan uji kualitatif yang umum untuk pengujian adhesi. Ada dua versi dari test ini, yang pertama adalah dengan cara membuat sejumlah irisan pada permukaan coating (misalnya 9 x 9) setelah itu pada

permukaan coating diberi *pressure sensitive tape* dan kemudian tape ditarik pada sudut kurang lebih seratus 180 derajat. Yang kedua hampir mirip yakni menggunakan *multiple cutting tool* berpisau enam atau tujuh dengan jarak antara pisau 1 atau 2 mm, kemudian proses berikutnya sama. Penilaian diberikan dalam lima skala yakni (0) mewakili tidak ada adanya coating yang terkelupas, (1) jika sejumlah kurang dari lima persen terkelupas, (2) jika sejumlah kurang dari lima belas persen terkelupas, (3) jika sejumlah kurang dari tigapuluh lima persen terkelupas, (4) jika di atas dari tigapuluh lima persen terkelupas. Ilustrasi skala ditampilkan pada gambar 3.1 tetapi skala tiga dan empat tidak ditampilkan karena hasil pengujian diatas skala 3 dan skala 4 adalah ditolak dari segi mutu coating. [1]



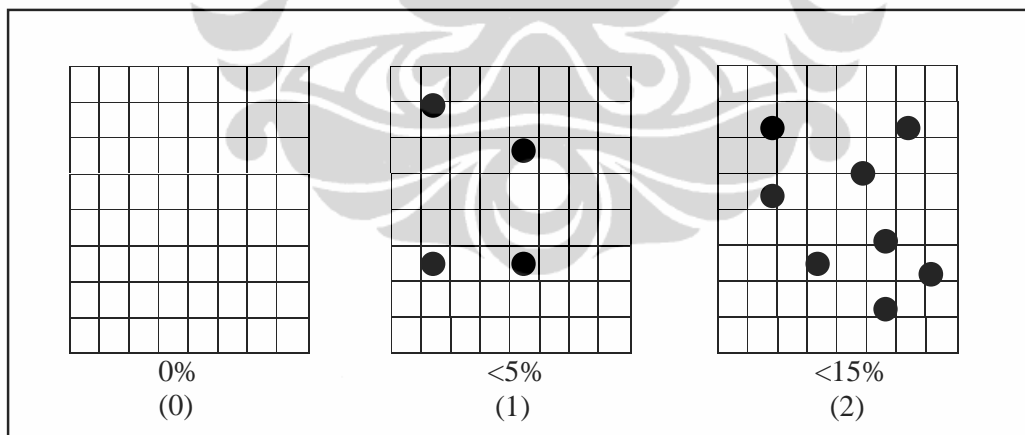
Gambar 3.3 Tampak visual alat uji ketahanan abrasi

Secara kualitatif kita dapat menyimpulkan bahwa hasil (0) merupakan indikasi coating yang baik sedangkan hasil (2) ataupun (1) adalah hasil yang perlu dipertanyakan.

Manfaat test ini adalah murah dan mudah. Kekurangannya adalah jika menggunakan tape yang tidak standard baik jelek maupun terlalu bagus maka hasil uji bisa menyesatkan. Disamping itu kemahiran atau jam terbang operator dalam memakai metoda ini sangat menentukan hasil dari testing.[1]



Gambar 3.4 Pengerjaan uji *cross-cut* dengan *cutter*



Gambar 3.5 Ilustrasi skala pengujian *cross-cut* [1]

3.3.5 Uji Fleksibilitas

Menurut kamus webster, film flesibel merupakan film coating yang mampu dibengkokkan, tanpa ada kerusakan pada permukaan film. Biasanya dipilih

cylindrical mandrel test yang mengacu pada ASTM D1737. Material spesimen berupa *cold-rolled carbon steel* yang merujuk SAE 1010, *dead soft, finish A* dan ketebalan 1/32 inch. Panel di test selama 24 jam pada 25 °C plus minus satu derajat. dengan *humidity* relatif 50 plus minus 5%. *Bending* dilakukan pada 180 derajat dengan diameter *mandrel* ½ inch. Persen *elongation* yang didapat adalah 5.9%. [9]

Jika setelah pengujian primer coating tidak mengalami kerusakan maka dikatakan bahwa coating fleksibel pada elongation 5.9%. [15]

3.3.6 Uji Kekuatan Tarik

Uji kekuatan tarik yang dilakukan adalah *pull off* yang dilakukan untuk menguji tingkat kekuatan adhesi dari lapisan coating. Pengujian dilakukan dengan alat Elcometer yang dibuat berdasarkan US Patent 3527093 atau UK Patent II79149.

Persiapan dilakukan dengan menempelkan indikator, berupa logam coin berdiameter ½ inch, dengan lem *araldite* di atas permukaan sampel coating. Setelah dibiarkan kering selama minimal 8 jam, indikator (sesuai gambar 4.5) di tarik sampai indikator terlepas dan kemudian diamati angka hasilnya dalam MPa.

Dalam beberapa kasus indikator akan akan terlepas tanpa merusak permukaan coating dan tidak ada hasil pembacaan. Makna hasil pembacaan jenis ini adalah kekuatan adhesi dari film coating adalah sangat besar dan diluar dari rentang pengukuran alat.

3.3.7 Uji Sembur Garam

Test ini dimaksudkan untuk melihat ketahanan film coating terhadap semburan larutan garam dengan konsentrasi 5% berat natrium klorida. Uji sembur garam dilakukan dengan menyemprotkan larutan garam pada sampel uji selama 96 jam, sesuai dengan metode ASTM B 117. Dalam kasus ekstrem terkadang testing dilakukan selama 30 hari.

Penentuan rating dengan cara memberikan irisan silang pada permukaan coating tidak dilakukan dalam studi awal ini.

Di dalam chamber temperatur di atur pada rentang 92 – 95 °F, tekanan udara di atur pada rentang 10 – 25 psi dan kelembaban relatif 95 – 98%. [15]

3.3.8 Ketahanan Panas

Uji ini sebenar mengacu pada standar ASTM D1360 *Fire Retardancy of Paint* [15]. Untuk keperluan praktis, uji ketahanan panas dilakukan dengan memanaskan sampel didalam oven pada temperatur 180 °F selama 8 jam. Setelah itu spesimen diamati secara visual permukaan film coating.

Pemilihan temperatur 180 °F dimaksudkan untuk melihat ketahanan primer coating pada aplikasi pipa *flowline oil* yang mempunyai temperatur *suction ke oil separator* berkisar pada temperatur 140 °F. Temperatur hulu pipa *flowline* diperkirakan bisa mencapai 180 °F.

3.3.9 Uji Permeabilitas

Test ini menjadi bagian yang cukup penting karena air adalah musuh utama dari coating. Pengelupasan coating dimulai dari difusi air ke ke dalam coating dan kemudian air mulai mengisi *substrate* dan pada akhirnya coating terkelupas.



Gambar 3.6 Tampak visual *water vapor permeability cup*

Testing ini mengacu pada ASTM E96, pada *permeability cup* dipasang lapisan coating dan pada bagian bawah cup diberikan sejumlah air. Setelah cup berada dalam keadaan kedap kemudian *cup* diletakkan dalam ruang berpendingin yang bertujuan agar tercipta *driving force* sehingga air akan berpindah fasa dengan cara menguap dari fasa cair menjadi fasa uap. Laju penguapan air di ukur dengan cara menimbang. Karena luas membran dan waktu penguapan diketahui maka secara mudah *water vapour permeability* dapat ditentukan dalam $\text{gr/m}^2 \cdot \text{hari}$. [15]

