

BAB IV

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan eksperimen, yaitu pembuatan karet mastikasi dan kompon karet, menggunakan peralatan roll mill; pembuatan sampel campuran plastik polypropylene dan karet mastikasi maupun kompon karet, menggunakan peralatan internal mixer dengan metode melt mixing dan vulkanisasi dinamik; pembuatan spesimen untuk pengujian stress-strain berdasarkan ASTM D638, menggunakan hot press; pengujian stress-strain menggunakan universal tensile machine; dan pengamatan morfologi skala mikron dari sampel menggunakan peralatan SEM (scanning electron microscopy).

4.1. Bahan dan Peralatan

Polypropylene yang digunakan sebagai komponen thermoplastic adalah Polytam PF1000 (film grade) dengan MFI 10 g/10 menit pada 230 °C dan densitas 0,91 g/cm³, diproduksi oleh PT. Pertamina (persero), Plaju. Karet alam yang digunakan sebagai komponen elastomer adalah jenis SIR-20 dengan Mooney Viscosity 70 pada 100 °C, diproduksi oleh PT. Perkebunan Nusantara XIII, Kalimantan. Sulfur digunakan sebagai curative agent, produksi oleh PT. Ganda Mekar, Indonesia. Mercaptodibenzothiazolesulfide (MBTS) digunakan sebagai akselerator, produksi oleh Nanjing Chemical Plant, China. Zinc oxide digunakan sebagai aktivator, produksi oleh Global Chemical, Thailand. Asam stearat digunakan sebagai ko-aktivator, produksi oleh PT. Sumi Asih Oleochemical Industry, Indonesia. Trimethylquinone (TMQ) tipe Flectol TMQ digunakan sebagai anti degradant, produksi oleh Flexys, Germany. Minarex digunakan sebagai plastisizer, diproduksi oleh PT. Pertamina (persero).

Peralatan yang digunakan untuk penyiapan blend meliputi: peralatan untuk pembuatan kompon karet, yaitu Two Roll Mixing Mill for rubber tipe Sook-160A Shanghai Rubber Machinery Work; dan peralatan untuk proses vulkanisasi dinamik. Peralatan untuk proses vulkanisasi dinamik adalah internal mixer jenis Haake Rheocord 90, bambury rotor, volume chamber 300 cc dengan persentase pengisian 65-90%. Skema peralatan internal mixer ditunjukkan pada Lampiran 1. Peralatan yang digunakan untuk menguji spesimen blend meliputi: JEOL Scanning Electron Microscope (SEM) model

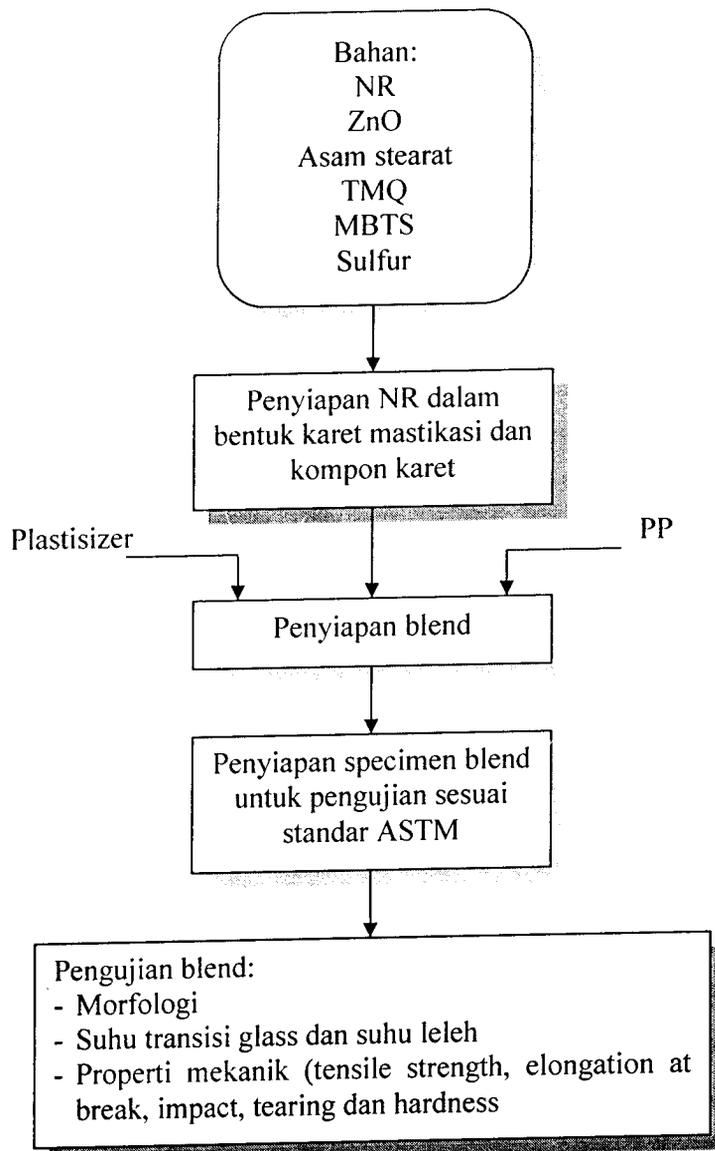
JSM-T330A, untuk pengamatan morfologi; dan Instron Universal Tensile Machine model 1011 dengan loading maksimum 500 kg, untuk pengujian stress-strain Elastisitas.

4.2. Penyiapan Blend

Diagram alir prosedur eksperimen pembuatan dan pengujian blend ditunjukkan pada Gambar 4.1. Karet alam untuk pembuatan TPE dipersiapkan dalam dua macam, yaitu karet alam yang dimastikasi dan kompon karet alam. Mula-mula seluruh karet alam yang akan digunakan dimastikasikan dalam Two Roll Mixing Mill selama 10 menit. Kemudian sebagiannya diambil untuk nantinya dicampur langsung dengan polypropylene, sedangkan sebagian lagi dipersiapkan untuk pembuatan kompon karet alam. Kompon yang dimaksudkan di sini adalah campuran yang terdiri dari karet alam, asam stearat, zinc oxide, MBTS dan sulfur, yang pada kondisi tertentu memungkinkan terjadinya reaksi ikat silang (vulkanisasi) antar molekul-molekul karet alam. Kompon tersebut juga dibuat dengan menggunakan Two Roll Mixing Mill. Pencampurannya dilakukan pada suhu kamar dengan urutan proses sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 4.1, dimana komposisi sulfur (X) divariasikan.

Tabel 4.1. Schedule pencampuran material untuk pembuatan kompon karet menggunakan two-roll mill

Aktivitas	Jumlah (phr)	Waktu pencampuran (menit)
Mastikasi karet	100	10
Penambahan ZnO	5	1
Penambahan asam stearat	2	1
Penambahan TMQ	1	1
Penambahan MBTS	0,6	2
Penambahan Sulfur	X	2
Finishing	-	3



Gambar 4.1. Diagram alir prosedur eksperimen untuk proses pembuatan dan pengujian blend NR/PP

Blend yang dipersiapkan terdiri dari dua jenis, yaitu blend sederhana antara polypropylene dengan karet alam mastikasi dan blend polypropylene dengan kompon karet (divulkanisasi dinamik). Untuk pembuatan TPE jenis pertama, karet alam yang sudah dimastikasi terlebih dahulu dipotong-potong dengan ukuran ± 1 cm. Selanjutnya karet, polypropylene dan plastisizer dicampur dalam peralatan internal mixer, dimana urutan pencampurannya ditunjukkan pada Tabel 4.2. Proses pencampuran dilakukan

pada suhu 180 °C dan kecepatan rotor 60 rpm. Untuk pembuatan TPE jenis kedua, dilakukan dengan prosedur yang sama, namun karet alam yang digunakan sudah dalam bentuk kompon, dimana proses vulkanisasi fasa karet terjadi bersamaan dengan proses pencampurannya (vulkanisasi dinamik) dalam internal mixer. Komposisi karet alam untuk kedua jenis TPE tersebut dibuat sama, yaitu divariasikan 10, 20, 50 dan 70% berat. Untuk sistem blend yang divulkanisasi dinamik, kompon karet yang digunakan mempunyai komposisi sulfur yang bervariasi 3, 5 dan 7 phr. Selanjutnya seluruh spesimen blend tersebut dipersiapkan untuk pengujian SEM dan uji stress-strain.

Tabel 4.2. Schedule pencampuran material dalam internal mixer

Aktivitas	Waktu pencampuran (menit)
Pelelehan PP	3
Pencampuran dengan plastisizer	1
Pencampuran dengan karet mastikasi/kompon karet	8

Sampel yang digunakan untuk pengujian sifat mekanik terlebih dahulu dibuat dalam bentuk slab menggunakan peralatan hydraulic pressure merk Toyoseiki, produksi Toyoseiki Seisakusho, Co, Ltd, Tokyo, Japan. Peralatan tersebut dilengkapi dengan pemanas elektrik dan pendingin air. Ukuran slab adalah 15 x 21 x 0,2 cm. Kondisi operasi pada saat pembuatan slab adalah tekanan 200 bar dan suhu 230 °C. Pembongkaran hasil cetakan slab dilakukan setelah suhu pendinginan mencapai 30 °C. Selanjutnya spesimen dibuat dengan cara memotong slab menggunakan peralatan specimen punching machine merk Toyoseiki, produksi Toyoseiki Seisakusho, Co, LTD, Tokyo, Japan. Seluruh sampel disimpan dalam suatu kantong kedap udara dan ditempatkan dalam ruang pengkondisian (suhu 25 °C) sampai waktu pengujian dilakukan.

4.3. Pengujian Blend

Uji SEM

Sampel terlebih dahulu direndam dalam nitrogen cair selama 5 menit untuk menghindari terjadinya perubahan bentuk fasa pada saat dilakukan pematangan. Selanjutnya sampel yang sudah dipatahkan, direndam dalam n-hexane selama 48 jam untuk melarutkan fasa karet. Sebelum pengujian SEM, sampel tersebut terlebih dahulu dilapisi dengan emas selama 4 menit dengan kuat arus ion 10 mA (ketebalan $\pm 300 \text{ \AA}$), menggunakan JEOL Fine Coat (Ion Sputter). Pelapisan tersebut dilakukan untuk menghindari timbulnya muatan elektrostatik dari sampel pada saat pengujian SEM. Pengamatan morfologi dilakukan dengan SEM dan hasil pengujiannya merupakan micrograph dengan tingkat pembesaran 350 sampai 5000 kali.

Uji Stress-Strain

Pengujian stress-strain (kuat tarik dan elongation at break) dari blend yang dibuat dengan menggunakan single-screw extruder berdasarkan ASTM D638 type I dengan ketebalan spesimen 6 mm, dimana spesimen dicetak menggunakan injection molding. Sedangkan pengujian untuk blend yang dibuat dengan menggunakan internal mixer berdasarkan ASTM D638 type IV dengan ketebalan spesimen 2 mm. Pengujian kuat tarik menggunakan peralatan universal tensile machine. Pengujian dilakukan pada laju konstan 500 mm/menit dengan load range 100 kg. Hasil pengukuran stress-strain digunakan untuk menentukan tensile strength dan elongation at break dari blend.