

BAB III

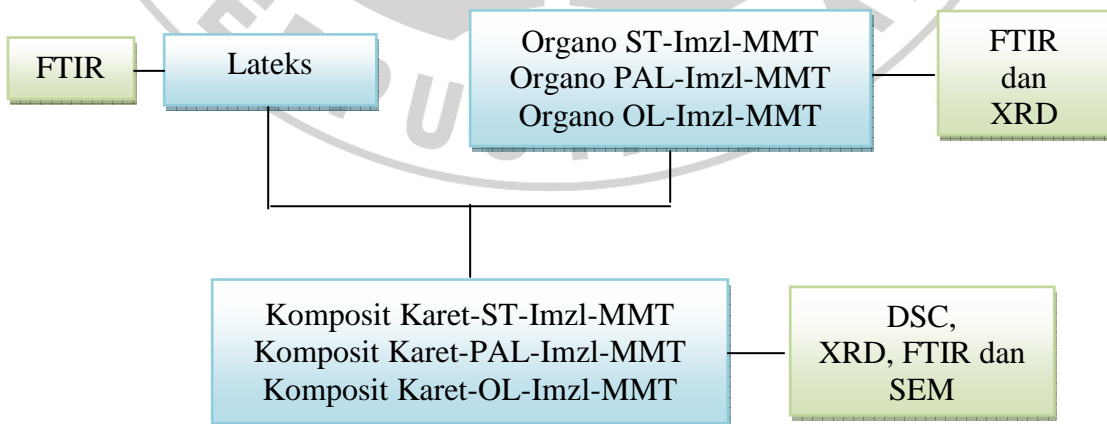
METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak bulan Maret sampai dengan bulan Desember 2010. Proses yang berkenaan dengan sintesis dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Makanan dan Material Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Kegiatan yang berkaitan dengan karakterisasi dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI untuk karakterisasi *Fourir Transform Infrared* (FTIR) dan Laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTBIN BATAN) untuk karakterisasi *X-Ray Difrraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC).

3.2 Sistematika Penelitian

Penelitian ini dilakukan berdasarkan desain yang dapat digambarkan pada skema Gambar 3.1



Gambar 3.1 Skema Disain Penelitian

Tahap penelitian yang dilakukan meliputi sintesis komposit karet-organobentonit dari lateks pekat dan ketiga organobentonit yaitu organo ST-Imzl-MMT, organo PAL-Imzl-MMT, dan organo OL-Imzl-MMT yang telah dihasilkan pada penelitian sebelumnya (Balebat, 2010). Ketiga organobentonit tersebut dimodifikasi oleh garam *Fatty imidazolinium* yang disintesis dari dietilen triamin dan asam lemak. Garam *fatty imidazolinium* tersebut disintesis dengan memvariasikan tiga substitusi gugus alkil pada kation dengan gugus oleil cis [cis- ω -9-CH₃(CH₂)₁₆CH₂-], stearil [trans- ω -9-CH₃(CH₂)₁₆CH₂-], dan palmitil [CH₃(CH₂)₁₄CH₂-] dengan anion iodida.

Gugus fungsi organobentonit dan komposit karet-organobentonit dianalisis menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Jarak antar lapis organobentonit dan komposit karet-organobentonit dianalisis menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD). Struktur permukaan komposit karet-organobentonit dianalisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Sifat termal komposit karet-organobentonit dianalisis dengan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC).

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk sintesis komposit karet-organobentonit pada penelitian ini antara lain: alat-alat gelas, *Magnetic Stirrer*, pemanas listrik, neraca analitik, pipet tetes, *aluminium foil*, *open roll mil*, oven listrik, dan plastik *prep*. Sedangkan untuk karakterisasi gugus fungsi digunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) (SHIMADZU, FTIR-8400), jarak antar lapis organobentonit dan komposit yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

(PHILIPS tipe 1710), struktur permukaan komposit dikarakterisasi menggunakan *Scanning Elektron Microscopy* (SEM) (JEOL, JSM 6510 LA), dan sifat termal komposit dikarakterisasi menggunakan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) (PARKIN ELMER tipe JADE).

3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk keseluruhan penelitian ini adalah: lateks 60% dari BPTK Bogor, organo ST-Imzl-MMT (Balebat, 2010), organo PAL-Imzl-MMT (Balebat, 2010), organo OL-Imzl-MMT (Balebat, 2010), asam asetat p.a, asam stearat p.a, zink oksida p.a, belerang, antioksidan TMQ (Trimetil Quinolin), pencepat CBS (Benzotiazol sulfenamida) , pencepat TMTD (Tetra Metil Thiuram Disulfida).

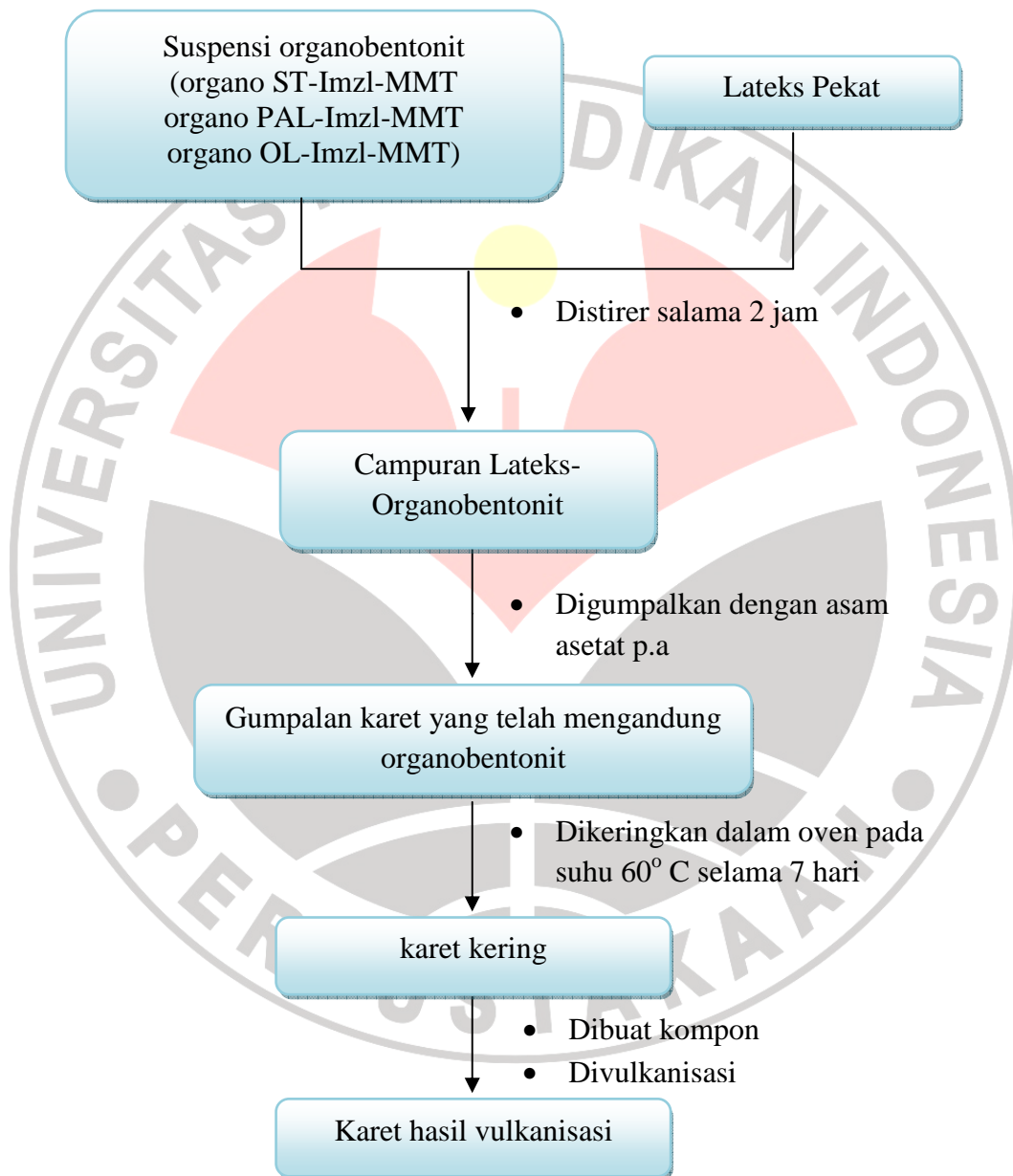
3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Sintesis Komposit Karet-Organobentonit

Suspensi organobentonit (organo ST-Imzl-MMT, organo PAL-Imzl-MMT, dan organo OL-Imzl-MMT) dalam air dimasukkan ke dalam lateks, kemudian distirer selama dua jam. Perbandingan antara organobentonit dan lateks adalah 1 : 10. Lateks yang telah bercampur dengan organobentonit ditambah dengan asam asetat sampai menggumpal dan terbentuk komposit karet-organobentonit yang masih berupa karet mentah. Komposit karet-organobentonit tersebut dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama satu minggu. Komposit karet-organobentonit kering dicampur dengan bahan pemvulkanisasi dan bahan kimia yang lain kemudian divulkanisasi dalam oven pada suhu 143°C.

3.5 Diagram Alir Penelitian

Tahapan kerja dari metode penelitian ini ditunjukkan dengan diagram alir pada Gambar 3.2 seperti yang dikembangkan literatur (Liu, 2006).



Gambar 3.2 Sintesis Komposit Karet-Organobentonit

3.6 Karakterisasi

Tahapan karakterisasi yang dilakukan meliputi tahapan karakterisasi terhadap organobentonit dan terhadap komposit karet-organobentonit. Karakterisasi pada organobentonit meliputi: karakterisasi gugus fungsi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan jarak antar lapis menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD), sedangkan karakterisasi pada komposit karet-organobentonit meliputi: karakterisasi gugus fungsi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), karakterisasi jarak antar lapis menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD), karakterisasi struktur permukaan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan karakterisasi sifat termal menggunakan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC).

3.6.1 Karakterisasi Gugus Fungsi

Pada penentuan gugus fungsi dari organobentonit dan komposit karet-organobentonit dilakukan karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI Bandung.

Walaupun sebuah molekul yang paling sederhana sekalipun dapat memberikan spektrum yang sangat rumit, namun dari hal itu dapat diambil keuntungan dengan membandingkan spektrum senyawa yang tidak diketahui terhadap spektrum cuplikan yang asli. Suatu kesesuaian puncak demi puncak merupakan bukti yang kuat tentang identitasnya (Silverstein, 1984).

Hal itu pula yang diterapkan pada penelitian ini yaitu dengan membandingkan spektra sebelum dan sesudah sintesis, adanya kesesuaian ataupun

perbedaan puncak yang teramati dapat menjelaskan struktur senyawa yang dihasilkan.

3.6.2 Karakterisasi Jarak Antar Lapis

X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk mengetahui perubahan-perubahan yang terjadi akibat bentonit yang dimodifikasi menjadi organobentonit. Apabila jarak antar lapis pada bentonit berbeda dengan jarak antar lapis organobentonit maka dimungkinkan *fatty imidazolium* terdapat di bagian antar lapis bentonit. Begitu juga dengan yang terjadi pada komposit karet-organobentonit yang terbentuk, jika jarak antar lapis organobentonit membesar, maka dapat dikatakan bahwa matriks karet telah terinterkalasi ke dalam jarak antar lapis organobentonit. Karakterisasi *X-Ray diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) BATAN.

3.6.3 Karakterisasi Sifat Termal

Komposit karet-organobentonit yang telah disintesis diuji sifat termalnya menggunakan *Differnsial Scanning Calorimetry* (DSC). Sampel yang diuji adalah karet murni dengan komposit karet-organobentonit. Hasil yang diperoleh dari uji sifat termal ini adalah data titik gelas atau temperatur transisi termal. Karakterisasi *Differential Scanning Calormetry* (DSC) dilakukan di Laboratorium Uji Material BATAN Serpong (LUMBS).

3.6.4 Karakterisasi Struktur Permukaan

Struktur permukaan komposit karet-organobentonit yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang hasilnya

berupa foto (gambar) yang menunjukkan homogenitas dari komposit yang terbentuk. Karet murni sebagai blanko pun dikarakterisasi struktur permukaannya dengan alat yang sama. Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di Laboratorium Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) BATAN.

3.6.5 Karakterisasi *Fire Retardant*

Karakterisasi *Fire Retardant* dilakukan dengan cara membakar karet murni kering dan komposit karet-organobentonit. Hasil yang diperoleh berupa data waktu pembakaran dari masing-masing komposit karet-organobentonit dan karet murni. Keberhasilan proses pembuatan komposit dilihat dari ada atau tidaknya perubahan waktu pembakaran antara karet murni dengan komposit karet-organobentonit yang terbentuk. Jika waktu pembakaran komposit karet-organobentonit lebih lama daripada karet murni, maka komposit tersebut memiliki kemampuan tahan bakar.