

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Proses preparasi EILs pada penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, sedangkan proses karakterisasi dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI dan Badan Riset dan Inovasi Nasional, Cisu-Bandung. Penelitian ini berlangsung pada bulan Februari hingga Juli 2023.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian meliputi: 1) Preparasi dan *degumming*: tabung Schlenk, hot plate, magnetic stirrer, gelas kimia, termometer, penangas pasir, oven, spatula, neraca analitik, pinset, dan cawan penguapan; 2) Karakterisasi: FTIR Prestige 21 Shimadzu FTIR Spectrometer, mikroskop optik binocular Olympus SZX16, alat uji tarik (Instron *Universal Testing Machine* UCT-5T), SEM JSM-IT300, dan XRD D8 Advance Eco Bruker, Bragg-Bentano Diffraction.

3.2.2. Bahan

Bahan komponen EILs yaitu kolonium klorida sebagai akseptor ikatan hidrogen. Asam oksalat anhidrat dan $ZnCl_2$ sebagai donor ikatan hidrogen. Bahan lainnya yaitu aquabides, metanol, dan serat rami yang telah didekortikasi.

3.3. Tahap Penelitian

3.3.1. Preparasi dan Karakterisasi EILs

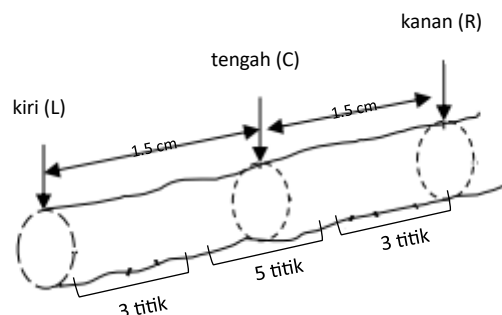
EIL CO dipreparasi dengan mencampurkan kolonium klorida dengan asam oksalat anhidrat dalam tabung Schlenk dengan perbandingan 1:1 dan diaduk secara terus-menerus sambil dipanaskan menggunakan penangas pasir pada suhu 95 °C sampai terbentuk larutan yang transparan dan homogen (Yu *et al.*, 2020). EIL CZ dipreparasi

dengan mencampurkan kolonium klorida dengan ZnCl_2 dalam tabung Schlenk dengan perbandingan 1:2 dan diaduk secara terus-menerus sambil dipanaskan menggunakan penangas pasir pada suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ sampai terbentuk larutan yang transparan dan homogen (Hong, S., *et al.*, 2016). CO dan CZ yang telah selesai dipreparasi selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR. Spektrum kedua EILs yang dianalisis direkam pada bilangan gelombang $3600\text{-}400\text{ cm}^{-1}$.

3.3.2. *Degumming* dan Karakterisasi Serat Rami

1.5 gram serat rami yang telah didekortikasi (panjang = 6 cm) ditambahkan ke dalam 15 g EILs hasil preparasi dan 15 g aquabides. Campuran dipanaskan pada suhu $80\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam dengan kecepatan 200 rpm. Setelah itu, serat dicuci dengan metanol sampai beberapa kali dan EILs bekas *degumming* dipisahkan. Serat yang telah bersih dari EILs (tanda sudah bersih: serat tidak lengket) dikeringkan dalam oven pada suhu $90\text{-}110\text{ }^\circ\text{C}$ secara bertahap sampai kering (7–10 menit per tahap). Setelah kering serat dirapikan dan disimpan dalam plastik tertutup serta diberi identitas. Serat hasil *degumming* menggunakan CO dan CZ selanjutnya disebut RFCO dan RFCZ, secara berturut-turut.

Diameter serat sebelum dan sesudah *didegumming* diukur menggunakan SEM. Data diameter diambil dari 11 titik dari setiap serat dan dilakukan $5\times$ pengulangan dari tiap jenis serat kemudian dirata-ratakan. **Gambar 3.1** menunjukkan posisi 11 titik dari setiap serat yang diambil data diameternya.



Gambar 3.1. Skema 11 titik yang diukur diameternya untuk mengukur diameter serat rata-rata (dimodifikasi dari Homma, 2018).

Data diameter yang diperoleh selanjutnya digunakan untuk menghitung *softness* serat. *Softness* serat dihitung menggunakan **Persamaan 3.1** berikut dan unit *softness* serat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Nm.

$$\text{fiber softness} = \frac{D \times N}{m} \dots\dots\dots(3.1)$$

di mana,

fiber softness : no metrik serat (*Nm*)

D : diameter serat (*m*)

N : jumlah serat

m : massa serat (*g*)

Sifat mekanik serat diukur menggunakan Instron UTM UCT-5T berdasarkan standar ASTM C1557 “*Standard Test Method for Tensile Strength and Young’s Modulus of Fibers*” dengan *load range* 40% dan *test speed* 10 mm/menit. Data sifat mekanik yang diambil yaitu perpanjangan putus (breaking elongation), kekuatan putus (breaking strength), dan modulus elastisitas. Untuk masing-masing parameter persamaannya adalah sebagai berikut (Huang, H *et al.*, 2021).

$$D_{dt} = \frac{10000}{Nm} \dots\dots\dots(3.2)$$

di mana,

D_{dt} : densitas linier (*dtex*)

$$\text{kekuatan putus} = \frac{F}{D_{dt}} \dots\dots\dots(3.3)$$

di mana,

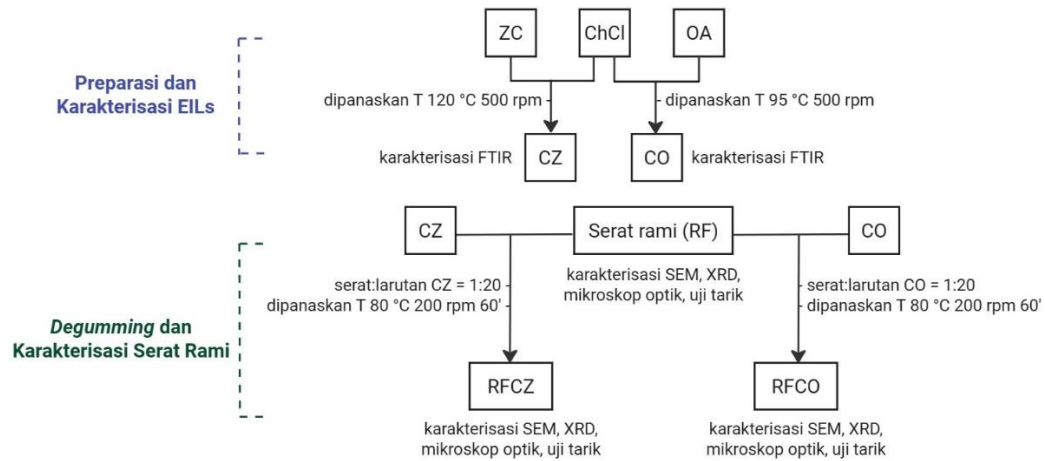
F : kekuatan putus (*cN*)

Morfologi permukaan serat rami setelah dilapisi emas (menggunakan *plasma sputtering device*) diamati menggunakan SEM dengan perbesaran 250×, 500×, 1000×, 2500×, 5000× pada voltase 20 kV. Karakterisasi menggunakan XRD ditujukan untuk mengetahui efek EILs terhadap kristalinitas serat rami. Difraktogram diukur menggunakan difraktometer dengan radiasi Cu Kα ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) pada 40 kV dan 25 mA. Data difraksi serat dikumpulkan dalam rentang 2θ 10–40°. Indeks

kristalinitas (CrI) diukur dengan metode Segal dengan **Persamaan 3.4** sebagai berikut.

$$\% CrI = \frac{I_{200} - I_{amorf}}{I_{200}} \times 100 \dots\dots\dots(3.4)$$

3.3.3. Bagan Alir Penelitian



Gambar 3.2. Bagan alir penelitian.