

## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap modifikasi, pembuatan perekat, karakterisasi dan uji mekanik. Setiap tahapan dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI dan di Laboratorium, untuk proses karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Pengukuran karakterisasi TGA dilakukan di laboratorium kimia terpadu FMIPA-ITB (PPN ITB), sedangkan karakterisasi GPC dilaksanakan di laboratorium terpadu UNDIR dan untuk pengujian mekanik (uji *bending*) dilaksanakan di Laboratorium Metalurgi FPTK UPI. Penelitian ini berlangsung dari bulan Januari 2024 sampai Juli 2024.

### 3.2 Alat

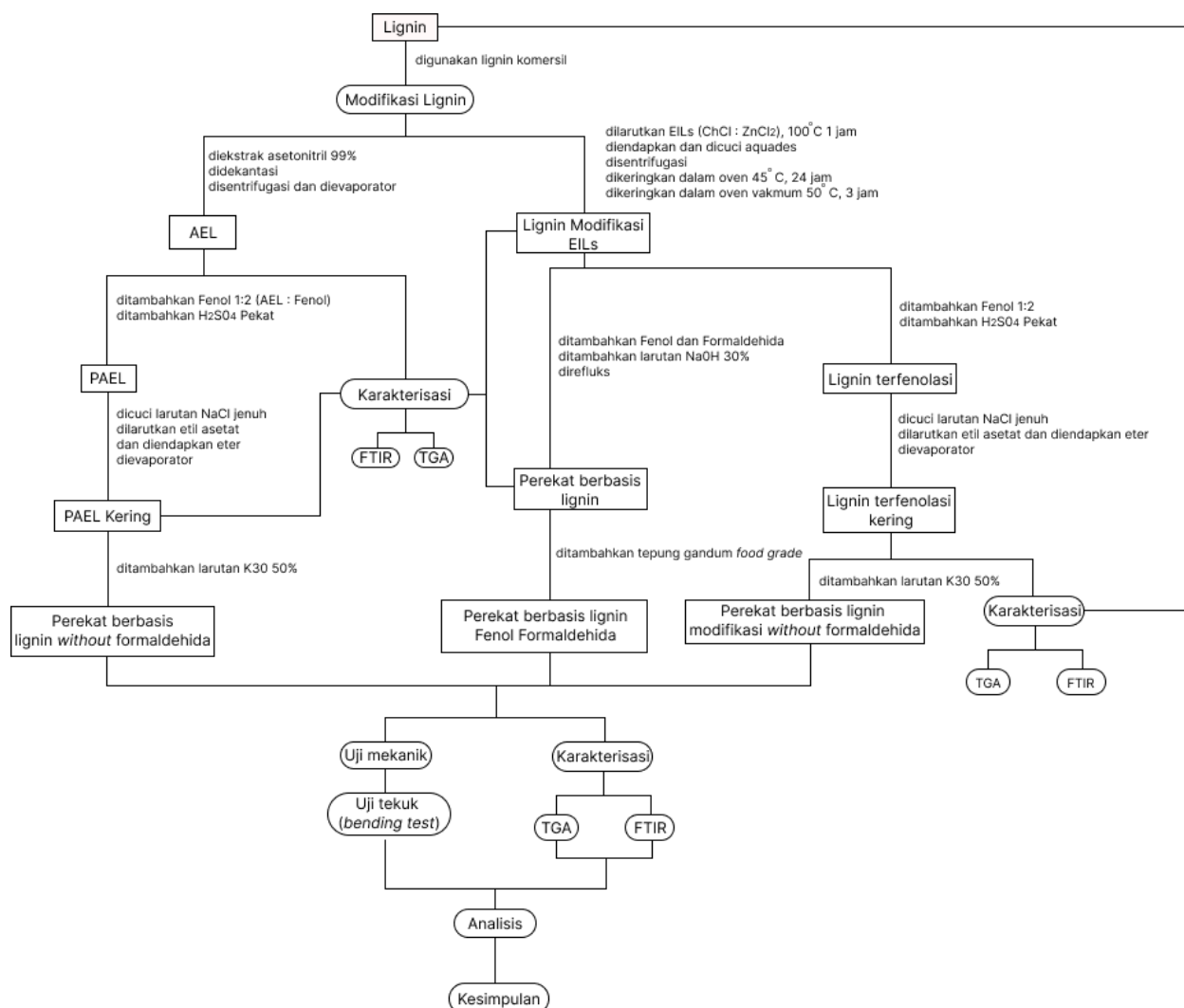
Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi: 1) Sintesis dan modifikasi: tabung *Schlenk*, *magnetic stirrer*, tabung sentrifugasi, alat *centrifuge*, labu dasar bulat, penangas pasir, evaporator, termometer, gelas *beaker*, EILsikator, oven, spatula, botol vial, oven vakum, cawan porselen, statif dan klem, hotplate dan neraca analitik; 2) Pembuatan perekat: evaporator, pipet volumetri, pipet tetes, labu dasar bulat, labu leher tiga, *magnetic stirrer*, termometer, statif dan klem serta kondensor; 3) Karakterisasi: *Fourier Transmission Infra-Red* (FT-IR), TGA dan GPC; 4) Uji mekanik : Set alat uji tekuk (*bending test*).

### 3.3 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi kolin klorida (Sigma Aldrich), lignin alkali *kraft* (Sigma Aldrich), seng klorida (Sigma Aldrich), aquaEILs, fenol, asam sulfat, Polivinilpirolidon (K30), natrium klorida, etil asetat, eter, natrium hidroksida, larutan formaldehida (37%) dan seluruh bahan yang digunakan merupakan bahan dengan grade analitik.

### 3.4 Bagan Alir Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahap yaitu tahap sintesis cairan ionik eutektik, modifikasi lignin, pembuatan perekat, preparasi sampel untuk dikarakterisasi, preparasi sampel untuk uji mekanik dan perhitungan kekuatan tekuk sampel yang diuji.



#### 3.4.1 Sintesis Cairan Ionik Eutektik

Sintesis cairan ionik eutektik dilakukan dengan menggunakan metode pemanasan di mana masing-masing komponen (dua komponen) dicampurkan yaitu kolin klorida sebagai akseptor ikatan hidrogen (HBA) dan seng klorida sebagai donor ikatan hidrogen (HBD) yang

Adisti Eka Putri, 2024

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI PEREKAT BAMBULAMINAR MELALUI PROSES HIDROKSILASI DAN DEMETOKSILASI LIGNIN TERMEDIASI PELARUT EUTEKTIK BERBASIS SENGLKLORIDA**

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

ditambahkan ke dalam tabung *Schlenk* dengan rasio mol 1:2, kemudian campuran dilengkapi dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 200-500 rpm dan dipanaskan di atas *hotplate* dengan penangas pasir pada suhu 85-100°C sampai terbentuk cairan homogen bening. Cairan EILs yang sudah disintesis dipindahkan ke vial dan ditutup dengan rapat serta disimpan dalam EILsikator sebelum dan sesudah digunakan atau untuk penyimpanan.

### **3.4.2 Modifikasi sampel**

#### **3.4.2.1 Ekstraksi sampel**

Sebanyak 20 gram sampel lignin kraft diekstraksi menggunakan asetonitril sebanyak 140 mL, masing-masing komponen dimasukkan ke dalam tabung *schlenk* untuk dilakukan pencampuran dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 500 rpm dan dipanaskan di atas *hotplate* dengan penangas pasir pada suhu 50°C selama dua hari sampai terbentuk cairan pekat berwarna coklat gelap. Campuran di dekantasi selama 1 hari hingga terbentuk dua fasa (fasa padat dan fasa cair). Kemudian fasa cair hasil campuran dipisahkan menggunakan alat sentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm. Hasil ekstraknya dimasukkan ke dalam gelas ukur dan selanjutnya dimasukkan ke dalam labu dasar bulat untuk diuapkan menjadi serbuk padat menggunakan evaporator. Padatan serbuk hasil ekstraksi kemudian dimasukkan ke dalam vial dan ditimbang menggunakan neraca analitik. Selanjutnya lignin hasil ekstraksi asetonitril (AEL) dicampurkan dengan fenol dengan perbandingan mol 1:2 dan ditambahkan sebanyak 2 tetes asam sulfat pekat ke dalam labu dasar bulat kemudian campuran dilengkapi dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 200-500 rpm dan dipanaskan di atas *hotplate* dengan penangas minyak pada suhu 55-60°C hingga terbentuk pasta berwarna coklat gelap (PAEL).

#### **3.4.2.2 Modifikasi Sampel**

Sampel lignin kraft dicampurkan dengan EILs (dengan rasio massa 1:10) di tabung *Schlenk* pada penangas pasir dan dipanaskan pada suhu 100°C selama 1 jam. Campuran diendapkan selama 24 jam dengan menggunakan aquaEILs. Selanjutnya di pisahkan menggunakan sentrifugasi dan dicuci menggunakan aquaEILs. Sampel dikeringkan pada suhu 45°C menggunakan oven selama 24 jam dan dikeringkan menggunakan oven vakum

pada suhu 50°C selama 3 jam. Hasilnya sampel berupa padatan serbuk berwarna hitam. Residu padatan yang sudah kering disimpan dalam wadah kering tertutup.

### **3.4.3 Pembuatan perekat**

#### **3.4.3.1 Pembuatan perekat menggunakan formaldehid**

Sampel hasil modifikasi menggunakan cairan ionik eutektik dicampurkan dengan fenol pada labu leher tiga yang disimpan pada penangas minyak dan dilengkapi dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 200-500 rpm, termometer untuk menunjukkan suhu dipanaskan hingga 90°C selama 50 menit dan kondensor. Setelah sekitar 17 menit, suhu didinginkan hingga 50°C dan 13,4 g natrium hidroksida (30% b/b) ditambahkan ke dalam labu dan suhu dinaikkan hingga 90°C selama 40 menit. Setelah sekitar 15 menit, suhu didinginkan dan dijaga pada suhu 70°C selama 40 menit. Sebanyak 2,06 gram natrium hidroksida (30% b/b) dan 2,5 g aquaEILs ditambahkan ke dalam sistem dan suhu reaksi dinaikkan hingga 90°C. Selanjutnya perekat ditambahkan tepung gandum sebagai *filler* dan diaplikasikan ke bambu petung.

#### **3.4.3.2 Pembuatan Perekat Bebas Formaldehid**

Sampel hasil modifikasi menggunakan cairan ionik eutektik dicampurkan dengan fenol dengan dengan perbandingan mol 1:2 dan ditambahkan sebanyak 2 tetes asam sulfat pekat ke dalam labu dasar bulat kemudian campuran dilengkapi dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 200-500 rpm dan dipanaskan di atas *hotplate* dengan penangas minyak pada suhu 55-60°C hingga terbentuk pasta berwarna hitam (hasil reaksi fenolisasi). Kemudian dicuci menggunakan NaCl jernih sebanyak tiga kali dan diuapkan hingga kering, selanjutnya dilarutkan etil asetat dan diendapkan menggunakan eter. Langkah selanjutnya sampel diuapkan menggunakan evaporator hingga menjadi pasta yang kering dan ditetaskan larutan polivinilpirolidon (50%) hingga homogen menggunakan *magnetic stirrer* untuk diaplikasikan ke dalam bambu petung. Hal ini serupa dengan langkah ekstraksi lignin menggunakan asetonitril, bagian sampel diganti menggunakan AEL.

### 3.4.4 Karakterisasi FTIR

Karakterisasi FTIR dilakukan untuk fraksi lignin hasil ekstraksi asetonitril (AEL), lignin modifikasi EILs, lignin terfenolasi (PAEL), Lignin modifikasi, Lignin *based adhesive with* formaldehid, lignin *based adhesive without* formaldehid dan lignin modifikasi *without* formaldehid. Spektra inframerah untuk seluruh sampel ini diukur menggunakan spektrometer FTIR-8400S (Shimadzu Europe). Spektra inframerah direkam pada rentang 4000 – 400 cm<sup>-1</sup>.

### 3.4.5 Karakterisasi TGA

Karakterisasi TGA dilakukan untuk sampel lignin asal, lignin hasil ekstraksi asetonitril (AEL), lignin modifikasi EILs, lignin terfenolasi (PAEL) dan Lignin modifikasi. Spektra TGA diukur menggunakan spektrometer TG/DTA Hitachi STA7300. Sampel hasil sintesis ditimbang sebanyak ± 10 mg lalu dimasukkan dalam holder untuk dipanaskan dengan laju 10°C/menit pada suhu 0 - 800°C dengan aliran gas udara.

### 3.4.6 Uji Mekanik untuk Perekat Bambu Laminar

Perekat yang diperoleh digunakan untuk menyiapkan bambu laminasi. Bambu yang telah dibentuk disesuaikan dengan ukuran berdasarkan standar ASTM D790 yaitu (125 x 20 x 4) mm, kemudian dilapisi dengan masing-masing jenis perekat yang telah dibuat dan didiamkan selama 7 hari serta dipress menggunakan klip.

### 3.4.7 Perhitungan Kekuatan *Bending*

*Bending test* dapat menghasilkan data besarnya kekuatan *bending* pada suatu material yang diuji dengan menghitung tegangan lengkung suatu spesimen, adapun perhitungan yang digunakan sebagai berikut.

$$\sigma_f = \frac{3 PL}{2 b d^2}$$

$\sigma_f$  : Tegangan lengkung (MPa)

P : beban (N)

L : Jarak point (mm)

b : lebar benda uji (mm)

d : ketebalan benda uji (mm)