

BAB III

METODE PENELITIAN

1.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian dilakukan pada bulan Februari 2019 sampai Juni 2019. Proses sintesis dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material dan Hayati FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Tahap analisis dan karakterisasi hasil penelitian dilakukan di beberapa laboratorium. Karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Institut Teknologi Bandung. Karakterisasi menggunakan *Thermogravimetry-Differential Thermal Analyzer* (TG/DTA), dan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi, Institut Teknologi Bandung. Karakterisasi menggunakan *Nuclear Magnetic Resonance* (¹H-NMR) dilakukan di Institut Teknologi Bandung. Uji sifat mekanik dilakukan di Laboratorium Pengujian Tekstil, Sekolah Tinggi Teknologi Tekstil.

1.2. Alat dan Bahan

Berjalannya penelitian ini didukung dengan digunakan alat-alat dan bahan-bahan berikut:

1.2.1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *ball mill/shaker mill* (HEM-E3D), labu dasar bulat, statif, klem, spatula, batang pengaduk, gelas kimia, corong pisah, corong kaca, *hot plate* (DLAB MS-H280-Pro, IKA C-MAG HS7), *rotatory evaporator* (BUCHI), pompa vacum, termometer, dan *test seive* 140 mesh (KPK Product). Alat-alat instrumen yang digunakan untuk karakterisasi unsur adalah FTIR (Shimadzu Prestige 21), dan ¹H-NMR. Untuk analisis sifat fisikokimia digunakan alat-alat instrumen TG/DTA (HITACHI-720), XRD (Bruker D8 Advance), SEM (Hitachi-SU3500), dan untuk uji mekanik digunakan *Strength Tester* (Tensolab-5000).

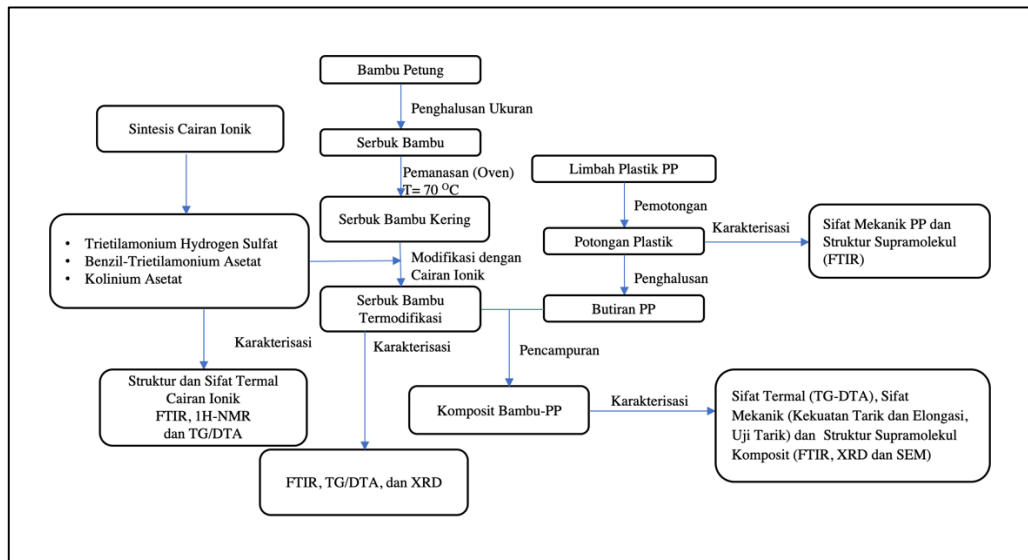
1.2.2. Bahan

Bahan- bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah bambu Petung (*Dendrocalamus Asper*) yang diambil dari daerah Subang, Jawa Barat berumur 7 tahun, limbah polipropilena dari gelas kemasan air mineral, trietilamin produk (Merck), benzil klorida produk (Merck), kolin klorida, asam sulfat 95-97% (Merck), natrium asetat, aseton p.a. (Merck), dan etanol p.a. (Merck).

1.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Diagram Alir Penelitian

Alur kerja pada penelitian ini disajikan dalam Bagan 3.1.



Bagan 3.1 Alur Penelitian

3.3.2. Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini meliputi sintesis tiga cairan ionik, yaitu trietilamonium hidrogen sulfat, benzil trietilamonium asetat, dan kolinium asetat. Ketiga cairan ionik dikarakterisasi menggunakan FTIR dan 1H-NMR untuk mengetahui strukturnya, dan dikarakterisasi menggunakan TG-DTA untuk mengetahui sifat termalnya.

Modifikasi bambu diawali dengan preparasi bambu Petung yang kemudian diberi perlakuan menggunakan cairan ionik yang telah disintesis, dan kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR, TG-DTA dan XRD. Pembuatan komposit dilakukan dengan mencampurkan bambu (tanpa modifikasi dan modifikasi) dengan limbah polipropilena menggunakan metode *molding*.

3.3.2.1. Sintesis Cairan Ionik

Ada tiga cairan ionik yang disintesis pada penelitian ini, yaitu trietilamonium hidrogen sulfat, benzil-trietilamonium asetat, dan kolinium asetat.

1.3.2.1.1. Trietilamonium Hidrogen Sulfat

Cairan ionik trietilamonium hidrogen sulfat dapat dengan mudah disintesis melalui reaksi netralisasi asam basa dari reagen trietilamin (10,1 g, 1 mol), asam sulfat 18 M (9,8 g, 1 mol). Trietilamin dicampurkan dengan asam sulfat tetes demi tetes sambil diaduk selama 1 jam pada suhu 60-70 °C. Larutan tersebut kemudian dipekatkan untuk menghilangkan pelarutnya menggunakan evaporator pada suhu 90 °C hingga diperoleh padatan berwarna putih. Cairan ionik hasil sintesis dikarakterisasi.

1.3.2.1.2. Benzil Trietilamonium Asetat

Benzil-trietilamonium asetat disintesis dari reaksi penggantian anion klorida dalam benzil-trietilamonium klorida dengan anion asetat dari natrium asetat.

a. Sintesis Benzil-trietilamonium Klorida

Benzil-trietilamonium klorida disintesis melalui reaksi kuarternisasi senyawa benzil klorida (1 mol) dan trietilamin (1 mol). Trietilamin ditambahkan ke dalam benzil klorida dengan cara ditetaskan, sambil diaduk (130 rpm) dan dipanaskan pada suhu 50-60 °C selama 2 jam. Kemudian campuran tersebut

didiamkan selama 24 jam pada temperatur ruang. campuran kemudian dievaporasi menggunakan rotatory evaporator selama 10 jam. Benzil klorida berwujud padatan berwarna putih.

b. Sintesis Benzil-Trietilamonium Asetat

Sintesis benzil-trietilamonium asetat dilakukan dengan mencampurkan 1 mol benzil-trietilamonium klorida dengan 1 mol natrium asetat dan dilarutkan ke dalam aseton. Campuran diaduk (100 rpm) dan dipanaskan ($T = 50-60\text{ }^{\circ}\text{C}$). Setelah 1 jam campuran disaring hingga memperoleh residu padatan dan filtrat. Filtrat kemudian dipekatkan menggunakan rotatory evaporator hingga diperoleh padatan bebas pelarut.

3.3.2.1.3. Kolinium Asetat

Cairan ionik kolinium asetat disintesis melalui reaksi pertukaran anion klorida dari reagen kaolin klorida ($\text{C}_5\text{H}_{14}\text{ClNO}$) (10 g, 1 mol) dengan anion asetat dari natrium asetat (10 g, 1 mol) dengan menggunakan aseton sebagai pelarutnya. Campuran dipanaskan pada suhu $50-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ sambil diaduk pada kecepatan 100 rpm selama 1 jam. Setelah itu, campuran disaring hingga diperoleh padatan residu dan filtrat. Filtrat yang diperoleh kemudian dievaporasi hingga diperoleh padatan bebas pelarut.

3.3.2.2. Modifikasi Bambu Menggunakan Cairan Ionik

3.3.2.2.1. Preparasi Bambu

Sampel bambu petung dipotong kecil (1 cm x 1 cm) dan dikeringkan pada suhu 70 ° C dalam oven hingga diperoleh berat konstan. Potongan bambu dihaluskan menggunakan shaker mill selama 30 menit. Serbuk bambu kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 70 °C selama 24 jam.

3.3.2.2.2. Modifikasi Bambu

Masing-masing cairan ionik dilarutkan ke dalam etanol (0,2:1). Serbuk bambu kemudian dimasukkan ke dalam masing-masing larutan cairan ionik dalam etanol dengan diaduk (100 rpm) dan dipanaskan pada suhu 70 °C selama 3 jam. Campuran tersebut kemudian disaring, dan residu bambu dicuci menggunakan etanol sebanyak 3 kali. Bambu kemudian dikeringkan dalam oven (T=70 °C). Bambu hasil modifikasi kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR dan TG/DTA.

3.3.2.3. Pembuatan Komposit Bambu-Polipropilena

Komposit termoplastik pada penelitian ini dibuat dari bahan limbah plastik polipropilena dan serbuk bambu Petung. Pembuatannya menggunakan metode *molding*.

3.3.2.3.1. Preparasi Polipropilena

Polipropilena diperoleh dari limbah plastik (polipropilena) kemasan air mineral. Plastik dicuci dan dikeringkan, kemudian dipotong-potong hingga berukuran kecil (2 mm x 2 mm).

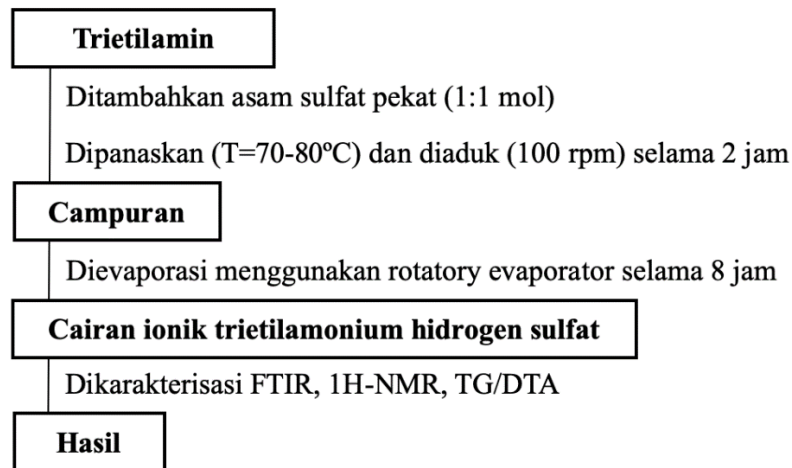
3.3.2.3.2. Pembuatan Komposit Bambu-Polipropilena

Pembuatan komposit dilakukan dengan metode *molding*, di mana polipropilena dipanaskan pada suhu 170 °C, setelah polipropilena meleleh seluruhnya dimasukkan bambu kemudian

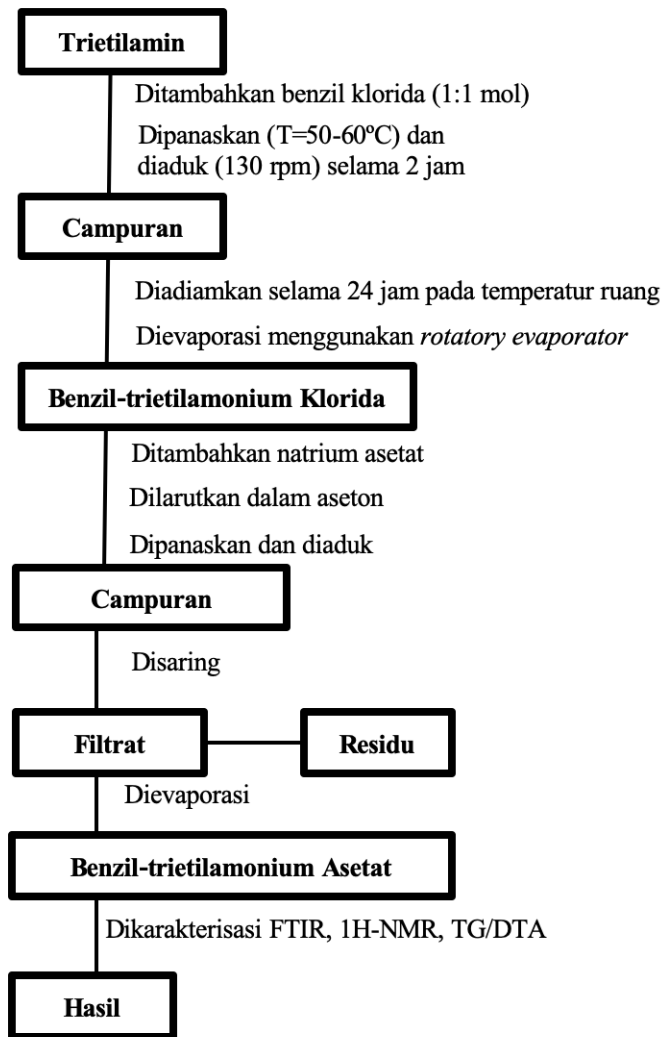
diaduk menggunakan mechanical stirrer dengan kecepatan 2500 rpm. Setelah homogen campuran dicetak menggunakan hot-press dengan tekanan 3000 Pascal. Komposit bambu-polipropilena dikarakterisasi menggunakan FTIR, TG/DTA, XRD, SEM, dan *Tensile Test*.

1.4. Bagan Alir Sintesis

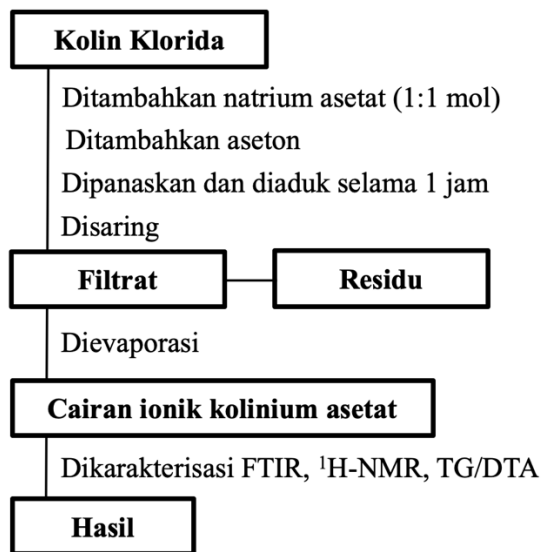
Tahapan kerja dari metode penelitian ini ditunjukkan dengan bagan 3.4 hingga 3.5.



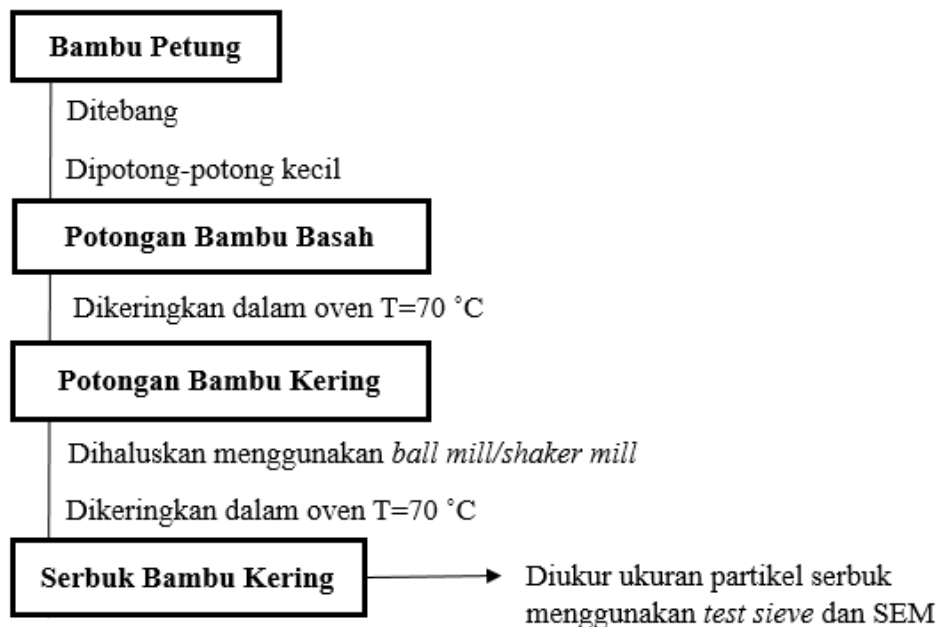
Bagan 3.2 Sintesis Cairan Ionik Trietilamonium Hidrogen Sulfat



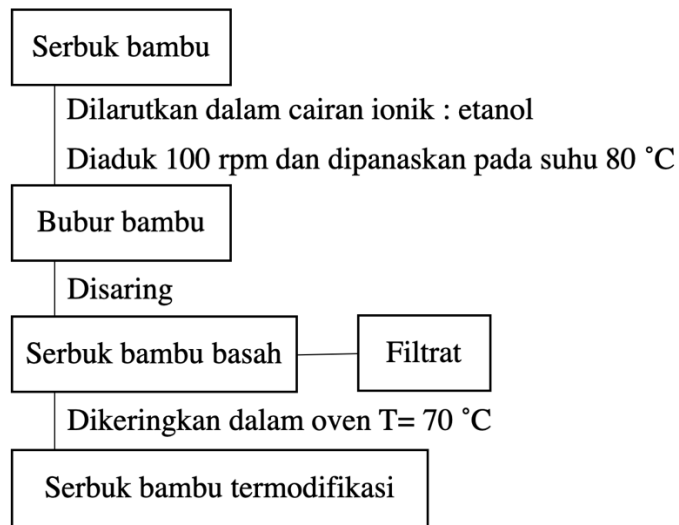
Bagan 3.3 Sintesis Cairan Ionik Benzil-Trietilamonium Asetat



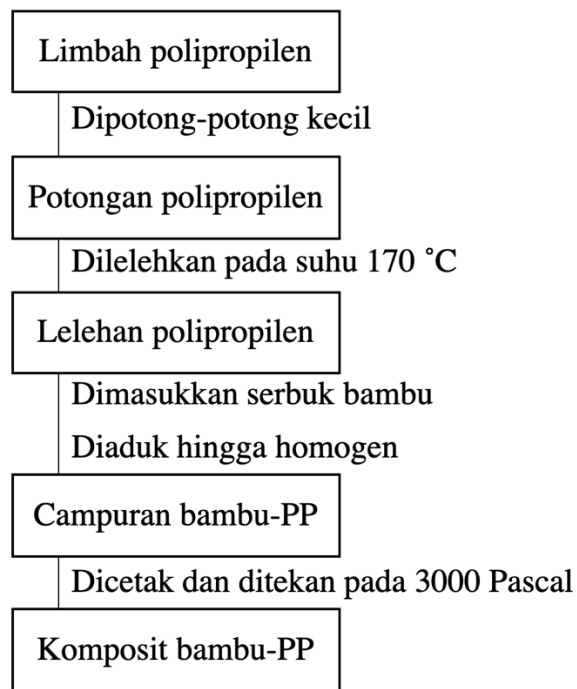
Bagan 3.4 Sintesis Cairan Ionik Kolinium Asetat



Bagan 3.5 Preparasi Bambu Petung



Bagan 3.6 Modifikasi Bambu Menggunakan Cairan Ionik



Bagan 3.7 Pembuatan Komposit Bambu-Polipropilen