

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

Bab ini menjelaskan tentang rancangan penelitian, peralatan, bahan yang digunakan dalam penelitian, diagram alir penelitian, serta prosedur yang harus dilakukan untuk mencapai tujuan dari penelitian ini.

3.1. RANCANGAN PENELITIAN

Dalam penelitian ini akan dilaksanakan beberapa tahapan penelitian, yaitu :

1. Pembuatan serat *nata de coco*

Serat *nata de coco* dibuat dengan berbagai macam variasi seperti: pH atau komposisi asam asetat, komposisi gula (*sucrose*) dan komposisi urea (*nitrogen*), kemudian serat yang telah divariasikan variabel dan parameternya dibandingkan satu dengan lain berdasarkan ketebalan serat, jumlah massa serat yang terbentuk, kekuatan mekanik, densitas dan persentase *swelling*, sehingga didapatkan serat *nata de coco* yang terbaik.

2. Uji fisik dan morfologi

Pada pengujian sifat fisik dan morfologi ini akan dilakukan pada lembaran serat *nata de coco* murni (sebelum dilakukan modifikasi penambahan nanofiller dan resin), untuk melihat variasi komposisi asam asetat (pH), gula dan urea yang paling optimum dengan menggunakan alat uji seperti mikrometer skrup dan *digital analytical balance* (ketebalan, densitas serat dan persentase *swelling*) dan juga mengetahui morfologi permukaan serat dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

3. Pengisian partikel nanofiller

Serat *nata de coco* dengan kualitas terbaik yang telah diperoleh dan diuji sifat fisik dan morfologinya, selanjutnya diisi dengan partikel nanofiller (SiO_2 , Al_2O_3 , dan clay) dengan menggunakan teknik pencelupan (*immersion*). Lalu dilihat interaksi antara nanofiller dan serat dengan menggunakan SEM-EDX, apakah nanofiller tersebut telah terdistribusi merata dipermukaan serat atau tidak. Selain itu pada tahap ini juga dilakukan uji XRD untuk melihat sifat kristalinitas dari serat murni dan serat yang telah terisi nanofiller.

4. Uji sifat mekanik

Uji sifat mekanik ini dilakukan untuk melihat kekuatan tarik serat *nata de coco* yang sudah terisi oleh nanofiller, dengan menggunakan alat uji *ultimate tensile strength* (UTS).

5. Penggabungan komposit serat *nata de coco* – nanofiller dengan resin

Serat *nata de coco* yang telah diisi oleh nanofiller SiO₂, Al₂O₃, dan clay, selanjutnya dikomposit dengan menggunakan beberapa jenis resin, antara lain: resin epoksi, resin poliester dan resin vinil ester, dengan menggunakan teknik *hand lay up*.

6. Uji fisik dan mekanik material komposit

Setelah dilakukan proses komposit, maka tahap selajutnya adalah dilakukan uji sifat fisik dan mekanik dari masing-masing perlakuan komposit yang telah, sehingga didapat material komposit baru yang memiliki kekuatan tinggi yang dapat diaplikasikan sebagai bahan dasar pembuatan produk-produk tertentu, misalnya *reinforcement body* mobil, panel tahan peluru dan lain-lain.

3.2. PERALATAN DAN BAHAN

3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan untuk penelitian ini terdiri dari bahan untuk pembuatan *nata de coco* dan bahan untuk pembuatan komposit.

A. Bahan untuk pembuatan *nata de coco*

Bahan yang digunakan antara lain:

1. Air kelapa (*Fresh coconut water*).
2. Bibit *nata de coco* (*Stater Acetobacter xylinum*).
3. Gula pasir (*Carbon source*).
4. Urea (*Nitrogen source*).
5. Asam Asetat Glasial $\pm 96\%$ v/v.

B. Bahan untuk pembuatan komposit serat

Bahan yang digunakan antara lain :

1. Lembaran kering serat *nata de coco*.
2. Partikel nanofiller :

- Silikat (SiO_2) diperoleh dari Brataco Bogor.
 - α -Alumina (Al_2O_3) diperoleh dari Aldrich, Germany.
3. Clay (Ca *Montmorillonite*).
 4. Material Resin :
 - Epoksi dan vinil ester diperoleh dari PT. Justus Kimia Raya, Jakarta.
 - Poliester diperoleh dari PT. Alam Kimia, Jakarta.

3.2.2 Peralatan Penelitian

Peralatan yang diperlukan dalam penelitian ini terbagi menjadi tiga, yaitu peralatan untuk membuat *nata de coco*, peralatan untuk mendapatkan lembaran serat *nata de coco* dan peralatan untuk pembuatan komposit.

A. Peralatan pembuatan *nata de coco*

Peralatan pembuatan *nata de coco* terdiri dari :

1. Baki plastik ukuran 20 cm x 15 cm
2. Panci pemasak
3. Kompor Gas
4. Kertas Koran
5. Kain Lap
6. Saringan
7. Karet
8. Pengaduk
9. *Beaker glass* 1000 ml
10. *Beaker glass* 100 ml
11. Termometer
12. pH meter

B. Peralatan untuk mendapatkan lembaran serat *nata de coco*

Peralatan untuk mendapatkan lembaran serat *nata de coco* terdiri dari :

1. Alat Tekan

Alat tekan yang digunakan ada 2 jenis, yang pertama adalah alat tekan dingin (*cool press*) dengan tekanan maksimum 20 ton dan alat tekan

panas (*hot press*) dengan tekanan maksimum 10 ton dan dilengkapi dengan termokopel sebagai sumber panas yang berfungsi untuk menghilangkan kandungan air dari *nata de coco*, sehingga didapat lembaran serat *Nata de coco* kering dengan kandungan air (*moisture content*) sekitar 8 –10%.

2. *Wire mesh*

Wire mesh berfungsi untuk membantu proses penghilangan kandungan air *nata de coco* pada saat ditekan (*cool press*).

3. Lembaran Teflon

Lembaran teflon berfungsi untuk melindungi serat pada saat ditekan panas agar tidak menempel pada *plate press*. Ukuran teflon disesuaikan dengan ukuran lembaran serat *nata de coco* yang akan ditekan, pada penelitian ini akan digunakan ukuran lembaran teflon sekitar 25x25 cm.

C. Peralatan pembuatan komposit serat *nata de coco*

Peralatan pembuatan komposit serat *nata de coco* terdiri dari :

1. Wadah ukuran 2000 ml

Wadah ini digunakan untuk melakukan proses komposit antara serat *nata de coco* dengan nanofiller.

2. Pengaduk

Pengaduk digunakan untuk mencampurkan resin dan *hardener*-nya di dalam wadah agar merata.

3. *Kuas*

Kuas digunakan untuk melapisi serat dengan resin agar seluruh permukaan serat terlapisi oleh resin dengan baik dan merata.

4. Keramik dan *Mirror Glaze*

Keramik dan *mirror glaze* digunakan sebagai alas pada saat proses pembuatan komposit agar material komposit yang telah dibuat mudah diambil dan tidak lengket.

3.3. DIAGRAM ALIR PENELITIAN

Tahapan penelitian yang dilakukan dapat dilihat pada Gambar 3.1. berikut :



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

3.4. PROSEDUR PENELITIAN

3.4.1 Pembuatan *Nata de coco*

Tahapan pembuatan *nata de coco* adalah sebagai berikut :

- Persiapan media air kelapa
Air kelapa disaring agar benar-benar bersih dari kotoran, ke dalam tiap 1 liter air kelapa tersebut, tambahkan gula pasir dengan variasi 15; 20; dan 25 gram, asam asetat glasial sebanyak 2,5; 3; dan 3,5 ml dan urea sebanyak 4; 5; dan 6 gram. Campurkan bahan-bahan tersebut ke dalam panci pemasak, lalu direbus hingga mendidih (biarkan mendidih selama 5 menit). Tuangkan bahan campuran yang sudah direbus tersebut ke dalam baki plastik steril yang berukuran 20 x 15 cm dengan ketebalan 1,5 – 2,0 cm, lalu tutup rapat dengan menggunakan kertas koran dan diamkan sehari sampai benar-benar dingin.
- Pemasukan bibit dan penyimpanan
Masukkan bibit *nata de coco* 100 ml atau 10% untuk setiap 1 liter media ke dalam baki plastik yang berisi media air kelapa. Simpan selama 9 hari di tempat yang sejuk dan aman (tidak terganggu dan tidak goyang).
- Pemanenan
Media air kelapa yang sudah membentuk serat hidrogel *nata de coco* (*pellicle*) dicuci dan dibersihkan dengan menggunakan air yang mengalir sampai asamnya hilang dan berwarna putih jernih. Proses pembersihan dilakukan agar nata yang sudah terbentuk tidak menjadi bau dan busuk karena tumbuhnya jamur. Keberhasilan pembuatan serat *nata de coco* ditandai dengan:
 1. Lempeng tebal berwarna putih.
 2. Tidak terdapat cairan/loyang pertumbuhan kering.
 3. Lempeng nata tidak berjamur, bolong dan terdapat noda hitam.

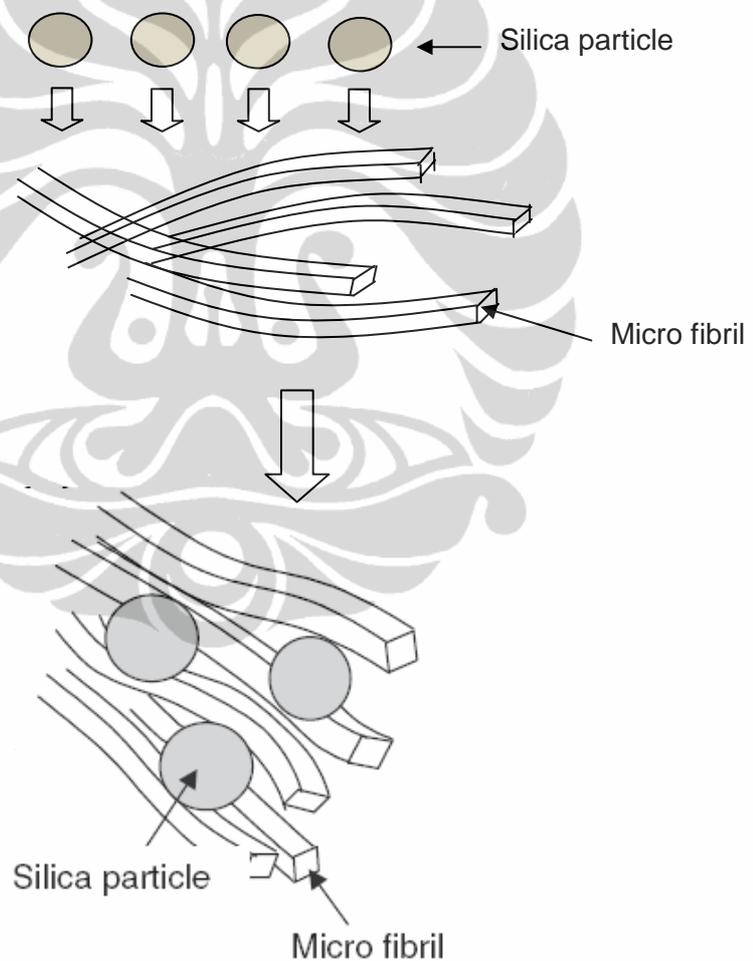


Gambar 3.2. Diagram Alir Pembuatan *Nata de coco*

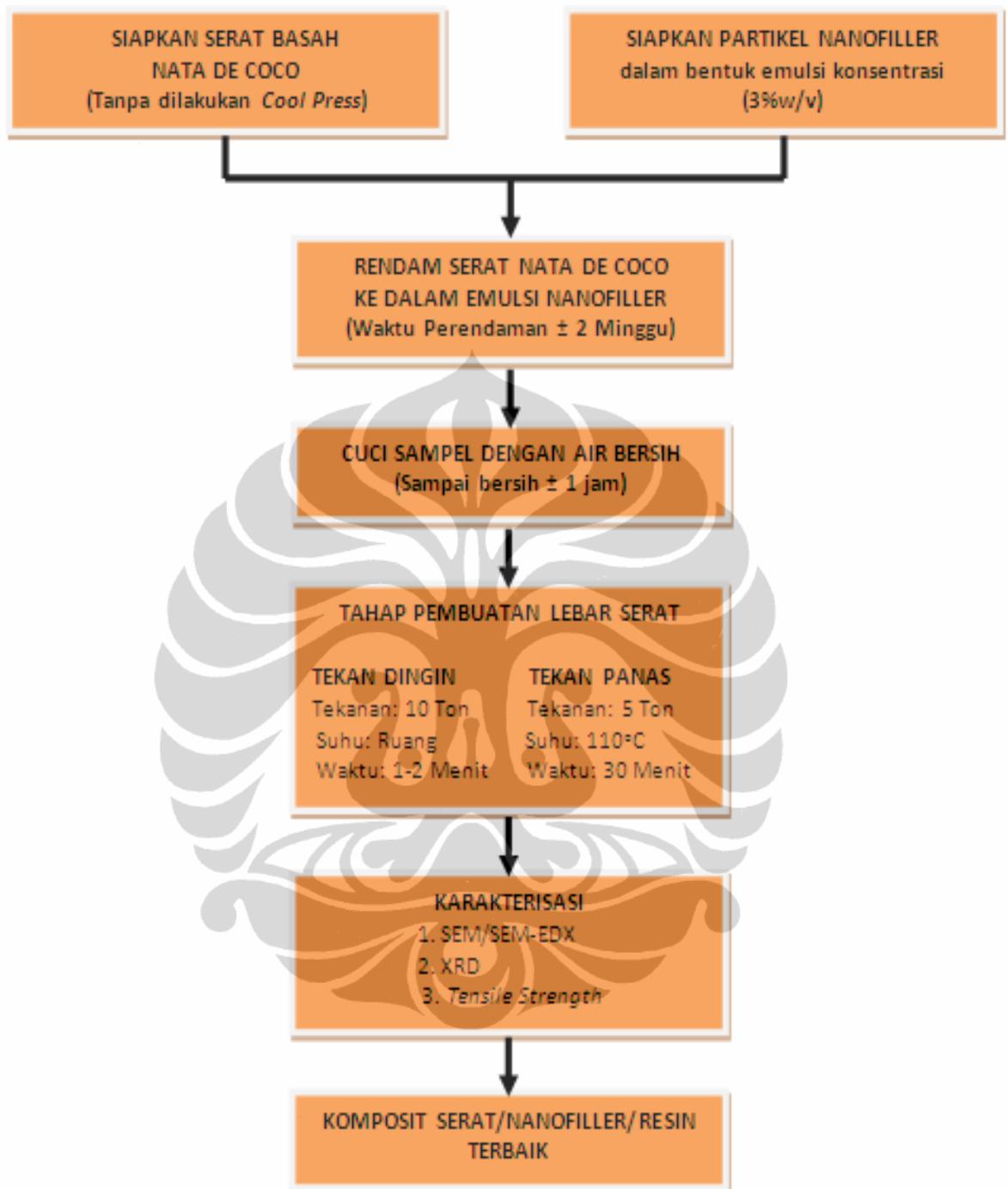
3.4.2 Pengisian Nanofiller ke dalam Serat *Nata de coco*.

Tahap pembuatan komposit serat/nanofiller adalah sebagai berikut :

- Menyiapkan *nata de coco* yang sudah dibuat.
- Dimensi lembaran *nata de coco* $\pm 20 \times 15$ cm.
- Menyiapkan larutan sebanyak 700 ml dengan variasi kandungan nanofiller SiO_2 , Al_2O_3 dan clay dengan komposisi masing-masing 3%w/v.
- Celupkan *nata de coco* ke dalam larutan koloid nanofiller selama 2 minggu sampai partikel nanofiller tersebut menembus ke dalam serat *nata de coco* dan terikat pada serat mikrofibrilnya.



Gambar 3.3. Partikel Nanofiller Terikat pada Mikrofibril Serat *Nata de coco*



Gambar 3.4. Diagram Alir Penggabungan Serat dengan Nanofiller

3.4.3 Pembuatan Lembaran Serat *Nata de coco* Kering

Tahapan pembuatan lembaran serat *nata de coco* adalah sebagai berikut :

- Menyiapkan sampel *nata de coco*
Dimensi lembaran *nata de coco* disesuaikan dengan ukuran pelat press.

- Proses tekan *nata de coco*
Untuk mendapatkan lembaran serat *nata de coco*, dilakukan dua tahapan proses tekan yaitu tekan dingin kemudian tekan panas. Proses tekan serat ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Energi Berkelanjutan Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia.

A. Tekan dingin (*Cool Press*)

- Tekanan = 10 Ton
- Temperatur = Suhu Kamar

Pada proses tekan dingin dilakukan untuk menghilangkan sebagian besar air ($\pm 98\%$) yang terdapat di dalam hidrogel *nata de coco*, sehingga akan dihasilkan lembaran serat tipis basah dengan ketebalan 0,1 – 1 mm.

B. Tekan Panas (*Hot Press*)

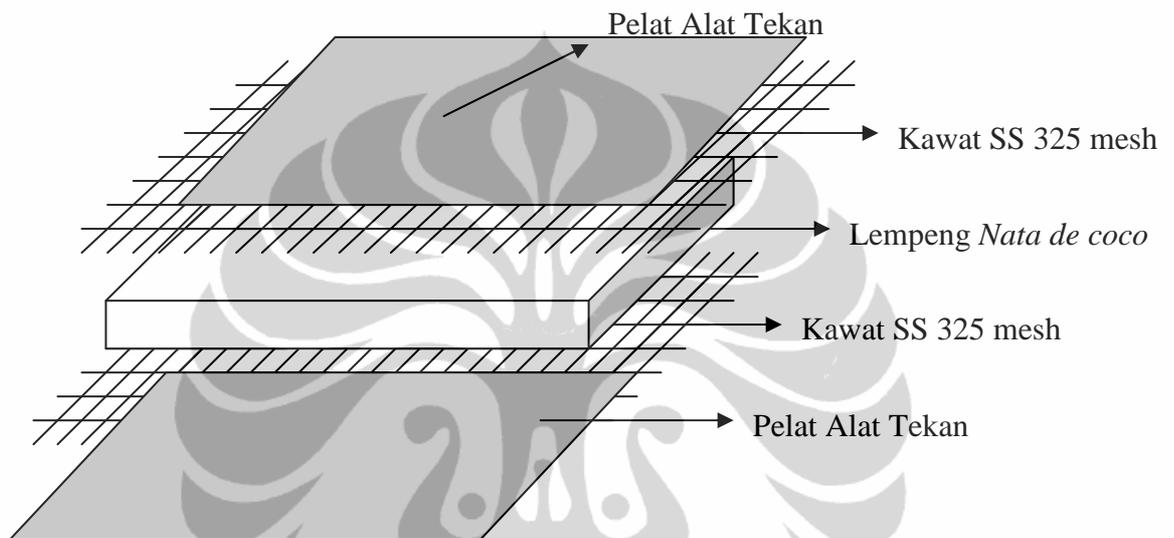
- Tekanan = 5 Ton
- Temperatur = 105°C - 110°C selama ± 30 menit.

Pada tahap proses tekan panas (*hot press*) ini diharapkan dapat diperoleh serat *nata de coco* yang kering dan tidak gosong, dimana pada tekan panas ini temperatur yang digunakan sekitar 105°C dengan waktu penekanan kurang lebih 30 - 45 menit untuk satu sampel serat, sehingga dihasilkan serat *nata de coco* yang kering dan transparan dengan ketebalan $\pm 0,1$ mm dan kandungan air sekitar 8 – 10%, selanjutnya serat tersebut dikarakterisasi baik sifat fisik maupun sifat mekanik untuk mengetahui variasi serat apa yang paling optimum.

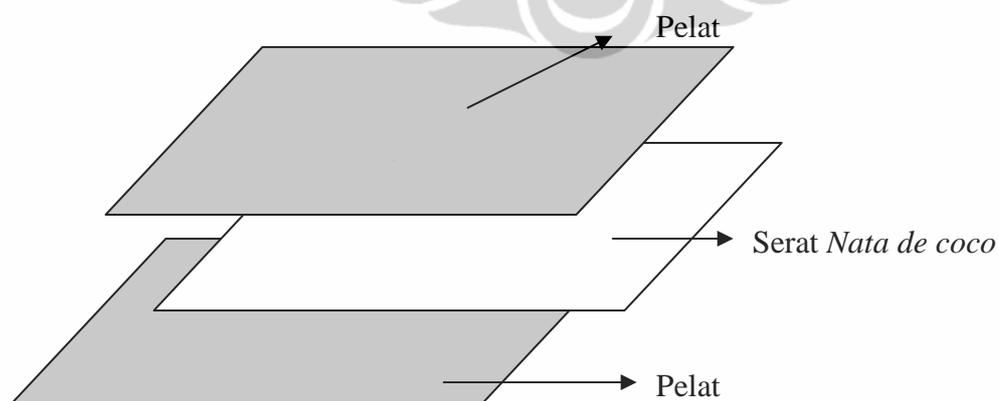
3.4.4 Pembuatan Komposit Serat *Nata de coco* – Resin

1. Serat yang sudah diuji secara fisik dan mekanik selanjutnya dibandingkan satu dengan yang lain.
2. Kemudian dilakukan pemilihan kandidat serat terbaik yang diambil untuk dilakukan proses komposit dengan resin.
3. Resin yang akan digunakan ada 3 jenis variasi, yaitu resin epoksi, poliester dan vinil ester.

4. Serat yang sudah dikompositkan dengan resin kemudian diuji sifat fisik dan mekanik, sehingga didapatkan material komposit dengan kuat tarik terbaik.
5. Komposit yang dihasilkan siap digunakan sebagai bahan dasar untuk pembuatan produk-produk lain, khususnya untuk pembuatan body mobil atau panel tahan peluru.



Gambar 3.5. Susunan Pelat untuk Tekan Dingin Pembuatan Lembaran Serat *Nata de coco*



Gambar 3.6. Susunan Pelat untuk Tekan Panas Pembuatan Lembaran Serat *Nata de coco*

3.4.5 Pengujian Komposit Serat *Nata de coco* - Resin

A. Skala Prioritas Seleksi Komposit:

- **Pada proses pembuatan *Nata de coco***

Setelah media *nata de coco* dengan berbagai variasi komposisi dibuat (asam asetat, gula dan urea) dan menghasilkan serat *nata de coco* (*pellicle*), selanjutnya ukur ketebalan dan densitas serat dengan menggunakan alat ukur seperti mikrometer skrup dan *digital analitical balance* untuk semua variasi. Ambil 3 sampel terbaik yang memiliki ketebalan dan densitas serat yang paling tinggi di antara 27 titik perlakuan sampel yang sudah dibuat. Untuk penelitian ini ketebalan serat merupakan prioritas utama bila dibandingkan dengan densitas serat, karena serat yang memiliki ketebalan yang tinggi memiliki jumlah serat yang lebih banyak dan kemampuan dalam mengikat air (*water holding capacity*) yang lebih tinggi, sehingga kekuatan mekanik (*tensile strength* dan *modulus elastic*) serat akan semakin tinggi [43].

B. Pengujian Sifat Mekanik

Pada penelitian ini sifat mekanik bahan ditentukan melalui kekuatan tarik (*ultimate tensile strength*). Sampel lembaran serat *nata de coco* diuji sesuai dengan ASTM-D638. Uji tarik dilakukan pada lembaran serat *nata de coco* murni dan lembaran serat yang telah dikomposit dengan menggunakan nanofiller (SiO_2 , Al_2O_3 & clay) dan resin (epoksi, poliester dan vinil ester), yang disebut sebagai komposit serat *nata de coco*.



Gambar 3.7. Alat Uji Tarik AG-1S 50 KN AUTOGRAPH



Gambar 3.8. (a). Alat Uji Tarik, (b). Proses Uji Tarik Serat *Nata de coco*

C. Analisis Morfologi

Analisis morfologi terhadap lembaran serat *nata de coco* dilakukan dengan menggunakan SEM dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive*) melalui perbesaran 5000x. Uji SEM dilakukan di laboratorium PUSLIT Kimia LIPI Serpong, Banten. Pengujian dilakukan pada tiga titik dalam satu lembaran serat *nata de coco*.



Gambar 3.9. Alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

3.4.6 Skematika Prosedur Percobaan

Prosedur percobaan dalam pembuatan material komposit berbahan dasar serat *nata de coco* secara skematik dapat dilihat pada Tabel 3.1. Dari pengaluran 1 jenis starter (*Acetobacter xylinum*) dengan 3 parameter (komposisi asam asetat, gula dan urea) dan 3 variabel {(asam asetat: 2,5; 3; 3,5 ml), (gula : 15; 20; 25 gram) dan (urea: 4; 5; 6 gram)}, maka akan diperoleh skema prosedur percobaan sebagai berikut:

Tabel 3.1. Skematika Prosedur Percobaan Pembuatan *Nata de Coco*

PERCOBAAN	KOLOM 1			KOLOM 2			KOLOM 3		
	$a_1\alpha$	$a_1\beta$	$a_1\gamma$	$a_2\alpha$	$a_2\beta$	$a_2\gamma$	$a_3\alpha$	$a_3\beta$	$a_3\gamma$
A	$Aa_1\alpha$	$Aa_1\beta$	$Aa_1\gamma$	$Aa_2\alpha$	$Aa_2\beta$	$Aa_2\gamma$	$Aa_3\alpha$	$Aa_3\beta$	$Aa_3\gamma$
B	$Ba_1\alpha$	$Ba_1\beta$	$Ba_1\gamma$	$Ba_2\alpha$	$Ba_2\beta$	$Ba_2\gamma$	$Ba_3\alpha$	$Ba_3\beta$	$Ba_3\gamma$
C	$Ca_1\alpha$	$Ca_1\beta$	$Ca_1\gamma$	$Ca_2\alpha$	$Ca_2\beta$	$Ca_2\gamma$	$Ca_3\alpha$	$Ca_3\beta$	$Ca_3\gamma$

Keterangan :

- A : Volume asam asetat (2,5 ml)
- B : Volume asam asetat (3 ml)
- C : Volume asam asetat (3,5 ml)
- a_1 : Massa gula (15 gram)
- a_2 : Massa gula (20 gram)
- a_3 : Massa gula (25 gram)
- α : Massa urea (4 gram)
- β : Massa urea (5 gram)
- γ : Massa urea (6 gram)

Dari prosedur percobaan pada Tabel 3.1 di atas, misalkan variasi pembuatan serat *nata de coco* yang paling optimum bila diuji fisik dengan menggunakan mikrometer skrup, *digital analytical balance*, SEM dan *tensile strength* untuk menentukan ketebalan serat, densitas persentase *swelling* dan kekuatan serat adalah pada perlakuan **Ba₂β** (asam asetat 3 ml; gula 20 gram; dan urea 5 gram), maka selanjutnya *nata de coco* dengan formula tersebut dimodifikasi lagi dengan penambahan partikel nanofiller (SiO₂, Al₂O₃, dan clay) dengan konsentrasi sebesar 3% w/v, dan dikomposit dengan menggunakan resin dengan variasi resin adalah resin epoksi, resin poliester, dan resin vinil ester. Sehingga menghasilkan skema prosedur yang kedua sebagai berikut:

