

LAPORAN TUGAS AKHIR PENELITIAN
ANALISIS PERBANDINGAN PROSES DEVULKANISASI GROUND
TIRE RUBBER (GTR) PADA TWIN SCREW EXTRUDER (TSE)
DAN INTERNAL MIXER (IM)
DI SENTRA TEKNOLOGI POLIMER – BPPT
(1 Februari – 12 April)



OLEH :

MONA PRIMASARI	1512011
DIANI BAHRI PUTERI	1512013

PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA POLIMER
POLITEKNIK STMI JAKARTA
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI
2016

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penyusun panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat rahmat dan karunia-Nya penyusun dapat menyelesaikan laporan penelitian ini dengan baik. Laporan yang berjudul “Analisis perbandingan proses devulkanisasi *Ground Tire Rubber* pada *Twin Screw Extruder* dan *Internal Mixer*” dibuat untuk memenuhi persyaratan kelulusan program Diploma IV Politeknik STMI, Kementerian Perindustrian RI, Jakarta.

Penelitian di Jurusan Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta ini dimaksudkan untuk melatih mahasiswa dalam menerapkan teori dan pengetahuan yang telah diperoleh selama masa kuliah. Dengan tugas penelitian ini, diharapkan mahasiswa memiliki ketrampilan dalam melakukan analisis, sintesis, analogi, generalisasi, mengembangkan hipotesis, mengembangkan konsep, melakukan percobaan dan mengambil keputusan.

Dalam penyusunan Laporan Penelitian ini, penyusun mendapat bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu pada kesempatan ini penyusun ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Mustofa, ST, MT selaku Direktur Politeknik STMI Kementerian Perindustrian RI.
2. Bapak Ir.Roosmariharso, MBA, selaku Ketua Prodi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Kementerian Perindustrian RI sekaligus menjadi dosen pembimbing penyusun yang telah memberikan banyak motivasi dan bimbingan.
3. Ibu Fitria Ika Aryanti, ST, M Eng selaku Sekretaris Prodi Teknik Kimia Polimer yang telah memberikan bantuan selama pelaksanaan tugas akhir ini.
4. Bapak Onny Ujjianto, M.Eng, selaku pembimbing utama di Sentra Teknologi Polimer yang telah banyak membimbing dan menuntun penyusun serta memberikan banyak ilmu yang bermanfaat selama pelaksanaan dan penyusunan laporan penelitian ini.

5. Bapak Dasep Rusmana, ST dan Bapak Roni Sujarwadi selaku pembimbing lapangan di Sentra Teknologi Polimer yang dengan sabar membimbing dan memberikan arahan yang bermanfaat kepada penyusun selama pelaksanaan dan penyusunan laporan penelitian ini, terima kasih juga atas masukan dan telah bersedia meluangkan waktu untuk membantu penyusun dalam penyusunan laporan ini.
6. Seluruh Analis Laboratorium Polimer (Bapak Hakim, Bapak Yogi, Bapak Fajar, Bapak Ade, Bapak Ari, Bapak Taufik dan Ibu Elly) yang telah banyak memberikan bantuan selama pelaksanaan penelitian ini.
7. Seluruh dosen Prodi Teknik Kimia Polimer yang telah memberikan banyak ilmu kepada penyusun.
8. Orang tua kami yang telah memberikan cinta dan kasih sayang yang baik secara moril maupun materil dan selalu berdoa untuk kesuksesan penyusun.
9. Rekan-rekan seperjuangan mahasiswa Teknik Kimia Polimer angkatan 2012, dan juga kakak-kakak senior yang telah banyak memberikan saran kepada penyusun.
10. Rekan-rekan seperjuangan pada pelaksanaan penelitian di STP BPPT, (Rafli, Yosea, Maxwell, Firman, Imam dan Debby) yang telah banyak berbagi ilmu, informasi, serta canda tawa selama pelaksanaan penelitian ini. Terima kasih juga telah meramaikan hari-hari kami selama penelitian dan segala keseruan saat kita berkumpul bersama merupakan kenangan yang terindah yang akan selalu kami kenang. Semoga kita semua dapat sukses dalam perkuliahan dan pekerjaan nanti.
11. Serta seluruh pihak yang tak dapat penyusun sebutkan satu persatu yang telah membantu pada proses pelaksanaan maupun penyusunan laporan penelitian ini.

Penyusun menyadari bahwa Laporan Penelitian ini masih jauh dari kesempurnaan. Mohon maaf apabila terdapat kekurangan atau kesalahan. Penyusun mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak yang berkaitan dengan Penelitian ini. Akhir kata, semoga Laporan Penelitian ini dapat bermanfaat bagi semua pihak dan dapat berguna sebagai bahan penambah ilmu pengetahuan.

Jakarta, November 2016

Penyusun

ABSTRAK

Limbah ban bekas kini telah menjadi permasalahan di seluruh dunia. Cara terbaik untuk menanggulangnya adalah dengan metode devulkanisasi. Dari beberapa alat pendevulkanisasi, *twin screw extruder* (TSE) dipilih karena kontinuitas serta kemudahannya dan *internal mixer* (IM) digunakan sebagai alat pembanding. Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan proses devulkanisasi berdasarkan kondisi operasi yang dirancang menggunakan 2 level faktorial. Metode penelitian yang digunakan yaitu, devulkanisasi *ground tire rubber* (GTR) di masing-masing alat setelah itu dilakukan karakterisasi *gel content* dan FTIR. Hasil *gel content* terendah digunakan untuk pembuatan komposit yang kemudian di uji kekuatan tariknya. Hasil penelitian menunjukkan bahwa Penurunan *gel content* GTR pada *internal mixer* (IM) lebih tinggi dibandingkan dengan *twin screw extruder* (TSE). Devulkanisasi GTR terjadi karena adanya efek temperatur (pada TSE dan IM) dan *shear* (IM). Hasil *tensile strength* mendukung hasil pengukuran *gel content*, dimana nilai *gel content* yang lebih rendah menghasilkan nilai *tensile* yang lebih tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa devulkanisasi berhasil untuk memutuskan ikatan silang sehingga dapat berikatan dengan polimer lain.

Kata kunci : *Ground tire rubber*, devulkanisasi, *twin screw extruder*, *internal mixer*, komposit karet.

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	
LEMBAR PERNYATAAN	
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iv
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL.....	viii
DAFTAR LAMPIRAN.....	ix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Batasan Masalah.....	3
1.4. Tujuan Penelitian	3
1.5. Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1. Metode Pemanfaatan Kembali Ban Bekas	4
2.2. Vulkanisasi.....	4
2.3. Devulkanisasi	5
2.4. Alat Proses Devulkanisasi.....	6
2.5. Bahan Pembuatan Komposit	8
2.6. Karakterisasi Komposit.....	11
2.6.1. <i>Gel Content</i>	11
2.6.2 FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>).....	12
2.6.3. Sifat Mekanik (<i>Tensile Strength</i>)	12
BAB III METODE PENELITIAN	13
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian	13
3.2. Alat dan Bahan Penelitian.....	13
3.2.1. Alat.....	13
3.2.2. Bahan	13

3.3. Variabel	14
3.3.1. Variabel Tetap	14
3.3.2. Variabel Berubah	14
3.4. Rancangan Percobaan	15
3.5. Skema Penelitian	16
3.6. Prosedur Penelitian.....	17
3.7. Metode Analisa	19
3.7.1. Analisa <i>Gel Content</i>	19
3.7.2. Analisa FTIR (<i>Fourier Transform InfraRed</i>).....	19
3.7.3. Analisa <i>Tensile Strength</i>	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	20
4.1. Perbandingan Hasil Devulkanisasi.....	20
4.2. Analisis Spektra FTIR.....	24
4.3. Hasil Uji Kekuatan Tarik Komposit	25
BAB V PENUTUP	27
5.1. Kesimpulan	27
5.2. Saran.....	27
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Skema proses vulkanisasi.....	5
Gambar 2.2. Skema proses devulkanisasi <i>Ground Tire Rubber</i>	6
Gambar 2.3. Rumus Kimia NR (<i>Natural Rubber</i>).....	8
Gambar 2.4. Rumus Kimia SBR (<i>Styrene Butadiene Rubber</i>).....	8
Gambar 2.5. Rumus Kimia BR (<i>Butadiene Rubber</i>).....	9
Gambar 3.1. Skema Penelitian.....	16
Gambar 4.1. <i>Main Effect Plot of DGTR</i>	21
Gambar 4.2. <i>Interaction Plot of DGTR</i>	22
Gambar 4.3. Hasil spektra FTIR <i>Ground Tire Rubber</i>	24
Gambar 4.4. Grafik Uji <i>Tensile Strength</i> Komposit.....	25

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Efek <i>Accelerator</i> pada <i>natural rubber</i>	10
Tabel 3.1. Rancangan Percobaan pada TSE.....	15
Tabel 3.2. Rancangan Percobaan pada IM.....	15
Tabel 3.3. Variasi kondisi operasi devulkanisasi pada TSE	15
Tabel 3.4. Variasi kondisi operasi devulkanisasi pada IM.....	16
Tabel 3.5. Komposisi <i>specimen</i> komposit	17
Tabel 3.6. Komposisi berat untuk <i>specimen</i> komposit	18
Tabel 3.7. Setting kondisi operasi pada TSE untuk pembuatan komposit.....	18
Tabel 4.1. Hasil Perhitungan <i>Gel Content</i> GTR terdevulkanisasi (DGTR) dengan kondisi operasi pada TSE.....	20
Tabel 4.2. Hasil Perhitungan <i>Gel Content</i> GTR terdevulkanisasi (DGTR) dengan kondisi operasi pada IM.....	20
Tabel 4.3. Analisis variabel dan interaksi antar variabel pada TSE untuk <i>Gel Content</i> DGTR	23
Tabel 4.4. Analisis variabel dan interaksi antar variabel pada IM untuk <i>Gel Content</i> DGTR	24

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A GAMBAR ALAT

LAMPIRAN B DATA DAN HASIL PERHITUNGAN

LAMPIRAN C GAMBAR HASIL PERCOBAAN

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah ban bekas saat ini telah menjadi permasalahan di seluruh dunia dengan produksi ban di dunia mencapai 1,4 miliar unit diperkirakan terdapat 17 juta ton ban bekas setiap tahun (1). Ban bekas terdiri dari beberapa komponen karet umumnya mengandung karet sintetik dan karet alam (SBR dan NR) (4,6,7,20). Limbah ban bekas bisa dimanfaatkan kembali dengan cara *energy recovery* maupun *material recovery* (1,2). *Energy recovery* merupakan cara yang mudah karena tidak memerlukan treatment khusus dan menghemat minyak bumi (24), misalnya sebagai bahan bakar pada kiln di pabrik semen, walaupun penggunaan ban bekas dapat menggantikan batu bara akan tetapi gas buang dari hasil pembakaran ban bekas berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan masyarakat.

Material recovery dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu, *shredding*, *grinding* untuk menjadikan ban menjadi bentuk serbuk (*Ground Tire Rubber*), devulkanisasi (7,12-14,17,22,23) agar dapat dicampur dengan polimer lainnya untuk meningkatkan nilai tambah (9) dan menghasilkan produk yang bermanfaat. Beberapa penelitian melaporkan ban bekas harus di devulkanisasi atau dilakukan *surface treatment* untuk memutuskan struktur tiga dimensi yang memiliki ikatan silang (*crosslink*) yang dapat membuat sifat mekanik produk yang baru menjadi rendah dan memperbaiki kompatibilitas dengan polimer lain.

Metode - metode devulkanisasi bisa dilakukan dengan beberapa cara yaitu, *thermomechanical* menggunakan *twin screw extruder* (12,14-16,19,26) dan *internal mixer*, *mechanochemical* menggunakan *two roll mill* (18,25,28) dan *pan-mill* (20), *thermochemical* menggunakan *autoclave* (17,18), *biological* menggunakan *microbial bioreaktor* (6), dan beberapa menggunakan *microwave* dan *supercritical CO₂* (7,13,17,22). Dari beberapa metode yang telah disebutkan *Twin screw extruder* lebih atraktif karena kemudahan dan kontinuitas prosesnya.

Akan tetapi faktor waktu tidak dapat di kontrol di TSE karena berkaitan dengan putaran *screw*, disisi lain waktu proses adalah yang *independent* di *internal mixer* jadi waktu dan interaksinya dengan variabel lain dapat di *setting*.

Dari berbagai macam karakterisasi yang telah dilakukan seperti *swelling measurement*, *crosslink density*, *sol and gel content* untuk pengukuran derajat devulkanisasi, SEM (*Scanning electron microscopy*) untuk analisis morfologi (4,15), FTIR (*Fourier Transform Infrared*) untuk mengetahui struktur kimia di dalam material tersebut (4,11), TGA (*Thermal gravimetric analysis*) untuk menentukan titik dekomposisi dari material (4,14), DSC (*Differential scanning calorimetry*) untuk menentukan titik leleh material tersebut (4), DMA (*Dynamic mechanical analysis*) untuk menentukan sifat mekanik dinamis dari material pada temperatur tertentu (4). Karakterisasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah *gel content* karena metode pengukuran dan perhitungan yang mudah dan FTIR untuk menentukan gugus didalam material sehingga dapat melihat efek secara kimiawi terjadinya proses devulkanisasi.

GTR (*Ground Tire Rubber*) yang telah didevulkanisasi nantinya akan dijadikan sebagai *filler* untuk meningkatkan sifat mekanik sedangkan matriks yang digunakan adalah karet alam dan serat alam sebagai penguat dalam pembuatan komposit.

Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan proses devulkanisasi dengan menggunakan alat *twin screw extruder* (TSE) dan *internal mixer* (IM). Hasil *gel content* dan spektra FTIR digunakan untuk membandingkan efektifitas devulkanisasi pada kedua alat tersebut. Selanjutnya, produk karet yang telah di devulkanisasi digunakan sebagai bahan tambahan pada pembuatan komposit.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut dapat disimpulkan pokok-pokok permasalahan sebagai berikut:

1. bagaimana perbandingan penurunan *gel content* pada proses devulkanisasi GTR pada *Twin Screw Extruder* (TSE) dan *Internal Mixer* (IM) ?
2. apakah variabel dan interaksi yang paling berpengaruh dalam proses devulkanisasi GTR?
3. bagaimana pengaruh *gel content* terhadap kekuatan tarik komposit karet?

1.3 Batasan Masalah

Dalam penelitian ini permasalahan dibatasi pada:

1. Proses devulkanisasi GTR dilakukan tanpa penambahan *reagent*
2. Proses devulkanisasi menggunakan alat *Twin Screw Extruder* (TSE) dan *Internal Mixer* (IM) dengan batasan kondisi proses yang ada di kedua alat tersebut
3. Karakterisasi yang dilakukan pada hasil devulkanisasi adalah *gel content* dan spektra FTIR
4. Karakterisasi komposit dilakukan dengan uji kekuatan tarik

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah untuk :

1. membandingkan hasil *gel content* dari proses devulkanisasi GTR pada alat *Twin Screw Extruder* (TSE) dan *Internal Mixer* (IM)
2. menganalisis variabel dan interaksi yang paling signifikan dalam proses devulkanisasi GTR.
3. menganalisis pengaruh *gel content* GTR pada kekuatan tarik komposit

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini bermanfaat untuk mengatasi permasalahan lingkungan akibat limbah ban bekas.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Metode Pemanfaatan Kembali Karet Ban

Metode yang dapat digunakan untuk memanfaatkan kembali karet ban dibagi menjadi tiga, yaitu :

1) *Material Recovery*

Material recovery adalah pemanfaatan ban bekas dengan cara *surface treatment* maupun devulkanisasi agar ban memiliki nilai tambah namun memiliki proses yang cukup rumit.

2) *Energy recovery*

Energy recovery adalah pemanfaatan ban bekas dengan menjadikannya pengganti bahan bakar yang biasanya menggunakan batu bara serta tidak memerlukan proses khusus dan murah.

3) *Pirolisis*

Pirolisis adalah dekomposisi komponen karet dengan bantuan panas. Hasil dari pirolisis adalah senyawa kimia yang digunakan pada awal pembuatan kompon ban, seperti *carbon black*, *zinc*, sulfur, baja, minyak dan gas. Akan tetapi cara ini memiliki kekurangan yaitu biaya pengoperasian yang tinggi pada pabrik pirolisis.

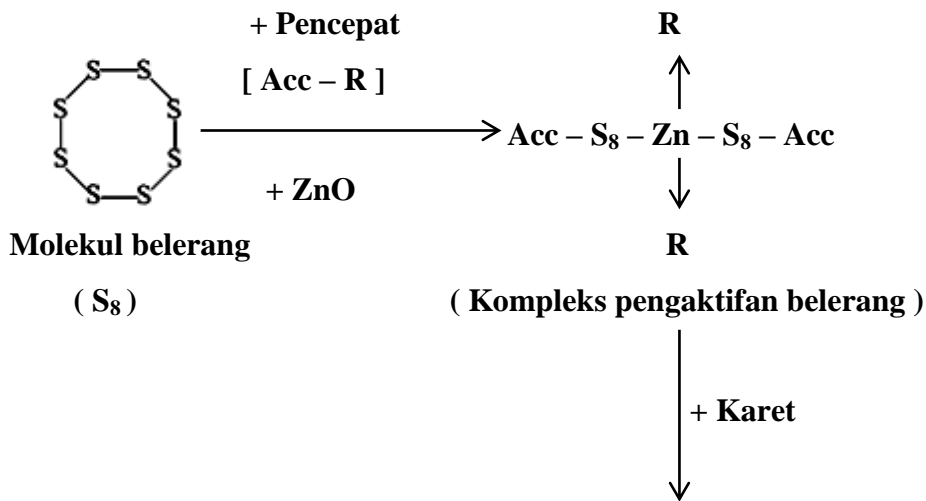
2.2 Vulkanisasi

Vulkanisasi adalah merubah sifat non-elastis karet menjadi elastis melalui pembentukan ikatan silang antar molekul dengan proses pemanasan karet menggunakan sulfur dengan zat-zat lain yang bertujuan memperbaiki sifat karet, seperti sifat kekuatan, kekenyalan dan pengurangan sifat lekat dan bau.

Vulkanisasi menggunakan sulfur merupakan sistem vulkanisasi yang paling umum digunakan.

Vulkanisasi dengan menggunakan sulfur umumnya digunakan untuk jenis karet alam karena mempunyai ikatan rangkap yang cukup didalam makro molekulnya.

Mekanisme reaksi vulkanisasi :



Gambar 2.1. Skema Proses Vulkanisasi

2.3 Devulkanisasi

Devulkanisasi adalah cara yang dianjurkan untuk memproses GTR menjadi barang yang memiliki nilai tambah. Proses devulkanisasi bertujuan untuk memutuskan ikatan tiga dimensi pada GTR. GTR ini tidak bisa langsung dicampur dengan polimer lain karena bisa menurunkan sifat mekanik polimer tersebut. Beberapa metode devulkanisasi, yaitu :

1. Devulkanisasi secara termal

Karet dipanaskan pada temperatur tinggi dalam waktu lama untuk memutuskan ikatan sulfur dan ikatan rantai polimer.

2. Devulkanisasi secara mekanik

Pemutusan ikatan sulfur dalam matriks polimer dengan cara mastikasi (penggilingan) dengan menggunakan mesin *two-roll mill*.

3. Devulkanisasi dengan bakteri

Bubuk halus karet dimasukkan dalam suspensi air yang ditanami bakteri pemakan sulfur seperti *thiobacillus*, *rodococcus* dan *sulfolobus*. Proses ini memungkinkan tetapi sangat kompleks.

4. Devulkanisasi dengan ultrasonik

Bubuk halus karet disinari gelombang ultrasonik 50 kHz sesudah di *treatment* selama 20 menit. Proses ini akan memutus ikatan antara C-S, S-S tapi tidak dengan C-C.

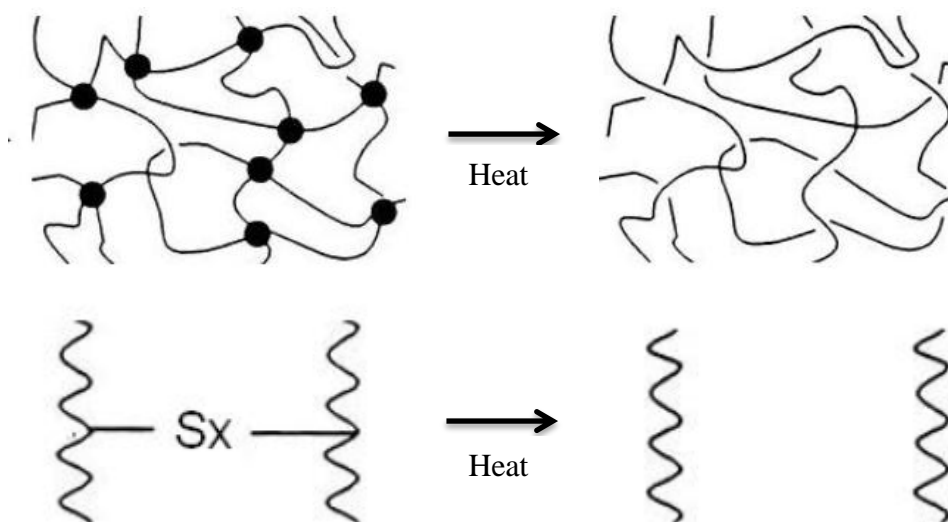
5. Devulkanisasi dengan kimia

Bubuk halus ban bekas dan agen devulkanisasi dimasukkan kedalam *mixer* kemudian dipanaskan di *ekstruder*, disaring dan dikeringkan.

6. Devulkanisasi dengan *microwave*

Bubuk halus ban bekas dimasukkan ke sistem *microwave*, kemudian didinginkan.

Mekanisme proses devulkanisasi :



Gambar 2.2. Skema Proses Devulkanisasi

2.4 Alat Proses Devulkanisasi, yaitu :

1. *Twin Screw Extruder (TSE)*

TSE merupakan alat yang paling banyak digunakan dalam proses devulkanisasi. TSE ini hanya memerlukan waktu yang singkat dalam prosesnya dan berlangsung kontinu. Yang bisa diatur dalam TSE adalah temperatur dan kecepatan *screw*. Pada TSE terdapat beberapa zona untuk pengaturan temperatur.

Klasifikasi TSE berdasarkan arah rotasi, yaitu :

a. *Co-rotating Twin screw extruder*

Merupakan TSE yang memiliki perputaran *screw* yang searah. pada bagian *intermeshing* terbuka jadi memungkinkan material untuk masuk dan mengurangi kenaikan tekanan.

b. *Counter rotating Twin screw extruder*

Merupakan TSE dengan arah perputaran yang berlawanan. Di bagian *intermeshing* tertutup jadi material tidak bisa masuk sehingga mudah untuk mendorong material keluar, adanya kenaikan tekanan tetapi mengurangi pencampuran longitudinal.

2. *Internal Mixer*

Internal mixer merupakan alat yang memiliki dua rotor berotasi di dalam *chamber*. Pada *internal mixer* yang dapat diatur adalah kecepatan *screw*, temperatur dan waktu.

3. *Two roll mill*

Memiliki dua buah gilingan yang berputar berlawanan arah. Umpan dimasukkan diantara kedua *gilingan*. Temperatur dan kecepatan putaran dapat diatur di *two roll mill*. Biasanya dilakukan untuk pencampuran dua/lebih material.

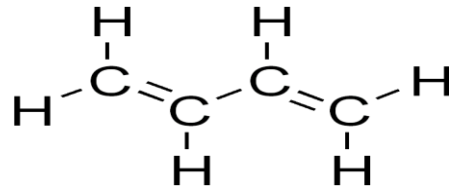
4. *Pan-mill*

Alat yang dapat digunakan dengan tidak memerlukan temperatur yang tinggi dan tidak memerlukan beberapa bahan kimia yang sangat penting dalam proses devulkanisasi (31). Dalam penggunaannya bisa menghemat biaya pemakaian.

5. *Microbial bioreaktor*

Alat atau sistem yang mendukung pertumbuhan mikroorganisme dengan memberikan lingkungan yang sesuai untuk menghasilkan produk mikrobial yang dapat dimanfaatkan. Prosesnya dapat terjadi secara aerob maupun anaerob. Biasanya untuk proses desulfurisasi.

Butadiene Rubber (BR)



Gambar 2.5 Rumus Kimia BR

2. Serabut kelapa

Penggunaan serabut kelapa dalam pembuatan komposit adalah sebagai *fiber (reinforced)*. Sebelum digunakan biasanya serabut kelapa di treatment terlebih dahulu menggunakan larutan NaOH untuk melarutkan senyawa *lignin* sehingga hanya tersisa senyawa selulosa.

3. Karet alam (SIR-20)

Standar Indonesia Rubber (SIR) merupakan acuan standar mutu karet bongkah Indonesia. Karet alam (SIR-20) berasal dari lateks yang sudah digumpalkan (koagulum) yang diperoleh dari perkebunan rakyat. Perbedaan SIR-5, SIR-10, dan SIR-20 adalah pada standar spesifikasi mutu kadar kotoran, kadar abu dan kadar zat menguap yang sesuai dengan Standar Indonesia Rubber.

4. Bahan pemvulkanisasi

Bahan – bahan kimia karet yang digunakan untuk membuat kompon karet, yaitu :

a. Antioksidan

Saat karet tervulkanisasi terpapar ke atmosfer dapat terjadi penuaan. Dimana degradasi dapat terjadi karena oksidasi, panas dan ozon. Antioksidan membantu mencegah efek tersebut.

Ada beberapa tipe antioksidan, untuk mencegah oksidasi dan untuk mencegah keretakan. Dalam penelitian ini menggunakan BHT sebagai antioksidan untuk mencegah terjadinya oksidasi pada saat reaksi vulkanisasi (3).

b. Aktivator

Aktivator berfungsi untuk mempercepat pembentukan ikatan silang dengan membentuk senyawa kompleks antara bahan pemercepat dan bahan penggiat agar lebih reaktif dibandingkan dengan hanya menggunakan bahan pemercepat saja (1). Ada dua jenis aktivator, yaitu logam oksida dan asam organik.

Logam oksida yang paling umum digunakan adalah *zinc oxide* sedangkan asam organik yang umum digunakan adalah asam stearat. Dalam penelitian ini digunakan *zinc oxide*.

c. Accelerator

Fungsi utama *accelerator* adalah untuk memecahkan cincin sulfur (S_8) menjadi bagian yang lebih kecil sehingga dapat mengurangi waktu vulkanisasi. Selain itu, beberapa keuntungan dari penggunaan *accelerator* adalah :

- Biaya pengoperasian alat lebih ekonomis karena temperatur yang dibutuhkan tidak terlalu tinggi dan waktu proses lebih cepat.
- Produk vulkanisasi yang dihasilkan lebih seragam bentuknya.
- Sifat fisik lebih baik.
- Memungkinkan vulkanisasi pada temperatur yang lebih rendah maupun lebih tinggi.

Tabel 2.1 Efek accelerator pada natural rubber

Kecepatan reaksi	Golongan	Jumlah yang disarankan (phr)	Jumlah sulfur yang disarankan (phr)
Medium/Lambat	<i>Guanidine</i> (DPG, DOTG)	1 – 2	3 – 5
Semi-cepat	<i>Thiazole</i> (MBT, MBTS)	0.7 – 1	2.5 – 3.5
Cepat, tertunda	<i>Sulfenamide</i> (CBS, MBS)	0.5 – 1.5	1 – 2.5
Sangat cepat	<i>Thiuram</i> (TMTD, TETD, TMTM)	0.5 – 2	0.5 – 2
Paling cepat	<i>Dithiocarbamate</i> (ZDMC, ZDEC)	0.3 – 0.5	0.5 – 1.5

Sumber : *Rubber engineering* (30)

Ada beberapa jenis *accelerator* yang dapat digunakan dalam industri karet diantaranya, *Guanidine* (DPG, DOTG) yang biasa digunakan sebagai *accelerator* sekunder, *Thiazole* (MBT, MBTS) yang biasa digunakan untuk ban sepeda dan sol sepatu, *Sulfenamide* (CBS, MBS) yang sering digunakan untuk NR, SBR dan NBR, *Thiuram* (TMTD, TETD, TMTM) merupakan *accelerator* termahal yang biasa digunakan untuk kompon pipa uap dan botol air panas dan *Dithiocarbamate* (ZDMC, ZDEC) yang dapat digunakan saat penggunaan sulfur yang sedikit juga temperatur rendah.

Pada *accelerator N-cyclohexyl-2-benzothiazyl sulphenamide* (CBS) yang digunakan pada penelitian ini terjadi penundaan karena pada temperatur normal CBS menjadi tidak aktif sedangkan pada temperatur vulkanisasi CBS sangat aktif.

d. Sulfur sebagai pemvulkanisasi

Sulfur adalah agen pemvulkanisasi paling populer di industri karet. Jumlah sulfur yang digunakan dalam pembentukan vulkanisat biasanya 0,5-5,0 phr. Hampir semua material karet yang terbuat dari NR dan SBR divulkanisasi dengan sulfur. Pada umumnya saat jumlah sulfur meningkat, *tensile strength*, *elongation at break* menurun.

Selama proses vulkanisasi, rantai-rantai molekul karet yang semula bergerak bebas membentuk ikatan silang dengan adanya bahan pemvulkanisasi yang dapat bereaksi dengan gugus aktif molekul karet membentuk jaringan tiga dimensi.

2.6 Karakterisasi Komposit

2.6.1 *Gel content*

Gel content dilakukan untuk mengetahui tingkat keberhasilan dari devulkanisasi. Dapat dikatakan berhasil apabila nilainya mengalami penurunan setelah dilakukan *treatment*.

Tujuan dilakukannya *gel content* untuk mengetahui ikatan silang yang masih terkandung setelah di *treatment* karena senyawa lain larut di dalam pelarut.

2.6.2 FTIR

FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan metode yang menggunakan spektroskopi inframerah. Pada spektroskopi inframerah, radiasi inframerah dilewatkan pada sampel.

Sebagian radiasi inframerah diserap oleh sampel dan sebagian lagi dilewatkan/ditransmisikan. Spektra FTIR dilakukan untuk mengetahui struktur dan gugus yang terdapat pada material sebelum dan sesudah di devulkanisasi.

2.6.3 Sifat Mekanik (*Tensile Test*)

Pengujian tarik (*tensile test*) adalah pengujian mekanik secara statis dengan cara sampel ditarik dengan pembebanan pada kedua ujungnya dimana gaya tarik yang diberikan sebesar P (*Newton*). Tujuannya untuk mengetahui sifat-sifat mekanik tarik (kekuatan tarik) dari komposit yang diuji. Kekuatan tarik menunjukkan kemampuan untuk menerima beban atau tegangan tanpa menyebabkan komposit menjadi rusak atau putus.

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Sentra Teknologi Polimer (STP) yang berlokasi di kawasan PUSPIPTEK, Tangerang Selatan. Penelitian dilakukan dari tanggal 1 Februari – 12 April 2016.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini (dapat dilihat pada lampiran A), yaitu:

1. TSE
2. IM
3. Soxhlet ekstraktor
4. FTIR
5. *Universal testing machine* Shimadzu AGS 10 kNG
6. *Huicai roll mill*
7. *Collins Hot Press*
8. Cetakan ASTM D412 tipe C

3.2.2 Bahan

a. Bahan untuk devulkanisasi dan karakterisasi

Bahan yang digunakan pada penelitian ini, yaitu:

1. Serbuk ban (*Ground Tire Rubber*)
2. *Toluene*
3. *Aquadest*

b. Bahan Pembuatan Komposit

Dalam pembuatan komposit dibutuhkan beberapa bahan :

1. Karet alam SIR 20 sebagai matriks
2. Serabut kelapa sebagai serat alam
3. NaOH digunakan untuk *pre-treatment* serabut kelapa yang berfungsi untuk menghilangkan lignin
4. *Maleated natural rubber* (MNR) sebagai kompatibilizer
5. *Butylated Hidroxy Toluene* (BHT) sebagai antioksidan
6. *Zinc Oxide* (ZnO) sebagai aktivator
7. *N-cyclohexyl-2-benzothiazyl sulphenamide* (CBS) sebagai *accelerator*
8. Sulfur sebagai agen pemvulkanisasi

3.3 Variabel

3.3.1 Variabel Tetap

Variabel tetap merupakan variabel yang tidak berubah selama penelitian berlangsung. Variabel tetap yang digunakan selama penelitian ini yaitu :

- massa *feed* TSE : 150 gram
- massa *feed* IM : 69 gram

3.3.2 Variabel Berubah

Variabel berubah adalah variabel yang divariasikan selama penelitian berlangsung. Bertujuan untuk mencari titik optimasi atau titik yang terbaik pada setiap penelitian.

Variabel berubah di TSE, yaitu :

- Temperatur : 100 °C, 200 °C, 300 °C
- *Screw Speed* : 100 rpm, 250 rpm, 400 rpm

Variabel berubah di IM, yaitu :

- Temperatur : 100 °C, 200 °C, 300 °C
- *Screw Speed* : 100 rpm, 150 rpm, 200 rpm
- Waktu : 10 menit, 20 menit, 30 menit

3.4 Rancangan Percobaan

Pada penelitian ini menggunakan analisis pengaruh temperatur, *screw speed* dan waktu proses. Rancangan percobaan yang digunakan dalam penelitian ini adalah dua *level* faktorial.

Pada TSE menggunakan 2 faktor yaitu temperatur dan *screw speed* yang masing-masing terdiri dari 2 *level* + *center point*.

Tabel 3.1 Rancangan Percobaan Pada TSE

Level	Kode	Temperatur (°C)	Screw Speed (rpm)
<i>Low</i>	-1	100	100
<i>Center</i>	0	200	250
<i>High</i>	1	300	400

Pada IM menggunakan 2 faktor yaitu temperatur, *screw speed* dan waktu yang masing-masing terdiri dari 2 *level* + *center point*.

Tabel 3.2 Rancangan Percobaan Pada IM

Level	Kode	Temperatur (°C)	Screw Speed (rpm)	Waktu (menit)
<i>Low</i>	-1	100	100	10
<i>Center</i>	0	200	150	20
<i>High</i>	1	300	200	30

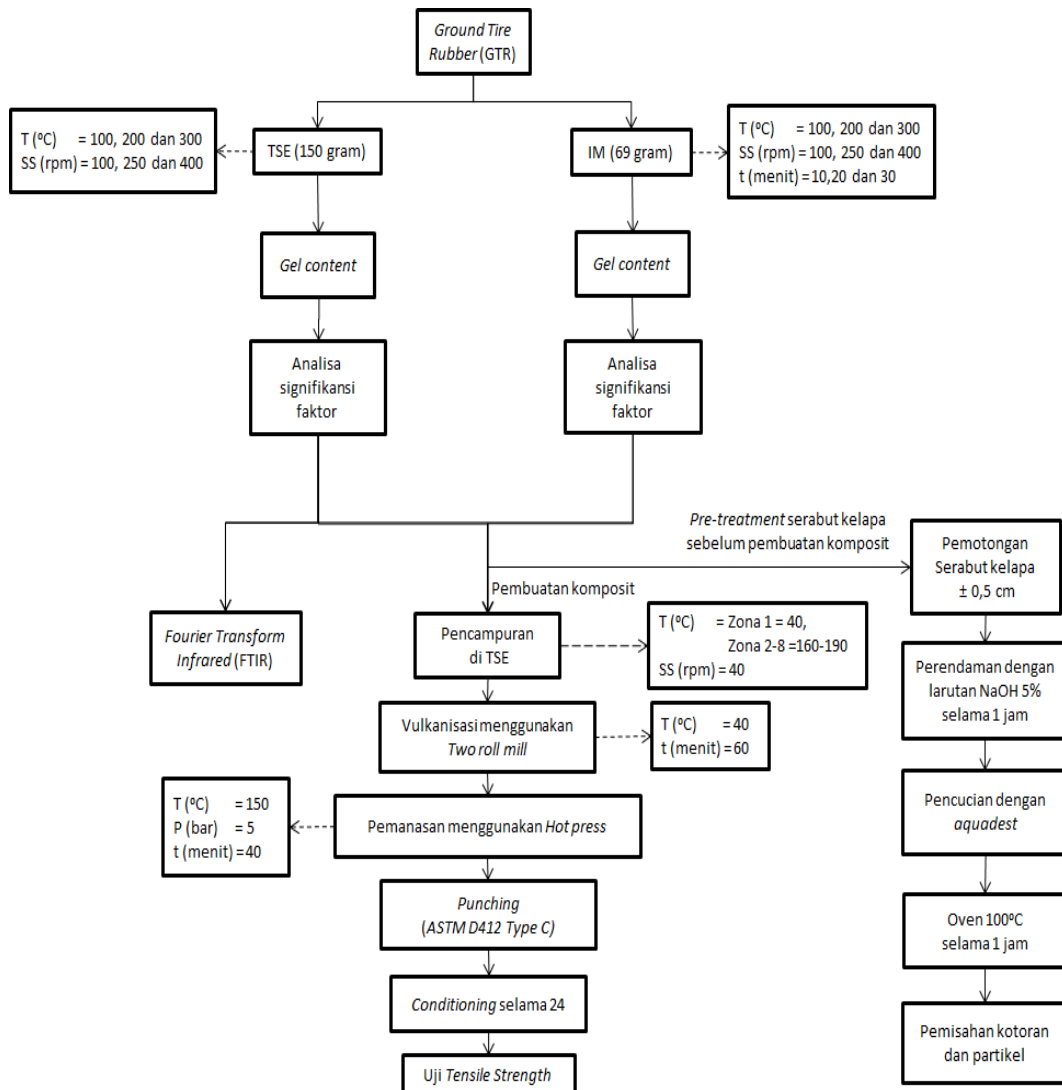
Tabel 3.3 Variasi Kondisi Operasi Devulkanisasi Pada TSE

Percobaan	T (°C)	SS (rpm)
1	100	100
2	100	400
3	300	100
4	300	400
5	200	250
6	200	250

Tabel 3.4 Variasi Kondisi Operasi Devulkanisasi Pada IM

Percobaan	T (°C)	SS (rpm)	t (min)
1	100	100	10
2	100	100	30
3	100	200	10
4	100	200	30
5	300	100	10
6	300	100	30
7	300	200	10
8	300	200	30
9	200	150	20
10	200	150	20

3.5 Skema Penelitian



Gambar 3.1 Skema Penelitian

3.6 Prosedur Penelitian

1. Tahap Persiapan

a) Persiapan Bahan Baku

Ground Tire Rubber (GTR) diperoleh dari PT Sinar Jaya Rubber, Bandung. GTR ditimbang sebanyak 150 gram untuk diproses pada alat TSE dan 69 gram untuk diproses pada alat IM. Pada prosesnya GTR tidak ditambahkan bahan kimia lain. Hal ini bertujuan untuk membuktikan proses devulkanisasi dapat berhasil walaupun tanpa bantuan bahan kimia dan untuk menghemat biaya proses. Setelah diproses di kedua alat tersebut GTR kemudian di karakterisasi dengan *soxhlet* ekstraksi untuk pengukuran *gel content*.

b) Persiapan Serabut Kelapa

Serabut kelapa terlebih dahulu dipotong hingga $\pm 0,5$ cm kemudian di *treatment* dengan larutan NaOH 5% selama 1 jam kemudian serabut kelapa di cuci bersih dengan menggunakan *aquadest* kemudian dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 100 C selama 1 jam lalu serabut kelapa dipisahkan dari pengotornya dengan cara diayak.

c) Persiapan karet alam

Karet alam dipotong berbentuk dadu berukuran $\pm 0,5$ cm kemudian di timbang 100 gram dan tempatkan di dalam wadah.

2. Tahap pembuatan komposit

Proses pembuatan komposit terdapat lima komposisi yang akan diproses, yaitu :

Tabel 3.5 Komposisi Spesimen Komposit

Komposit 1	NR + BHT
Komposit 2	NR + CF + MNR + BHT
Komposit 3	NR + CF + MNR + BHT + GTR
Komposit 4	NR + CF + MNR + BHT + DGTR TSE
Komposit 5	NR + CF + MNR + BHT + DGTR IM

Tabel 3.6 Komposisi Berat untuk Spesimen Komposit

MATERIAL	Phr
NR	100
CF	30
MNR	6,5
BHT	2
GTR	10
DGTR TSE	10
DGTR IM	10

Prosedur pembuatan komposit

1. Material yang telah diketahui komposisinya dimasukkan ke dalam TSE dengan *setting*:

Tabel 3.7 Setting Kondisi Operasi pada TSE untuk pembuatan komposit

	Zona 1	Zona 2	Zona 3	Zona 4	Zona 5	Zona 6	Zona 7	Zona 8	<i>Screw Speed</i>
<i>Setting</i>	40	160	165	170	175	180	185	190	40

2. Hasil ekstrusi kemudian melalui proses vulkanisasi di *two roll mill* dengan suhu 40 °C.
Urutan pencampuran bahan kompon:
 - a) Sampel digiling selama 10 menit
 - b) Tambahkan ZnO dan digiling kembali selama 10 menit
 - c) Tambahkan CBS dan digiling kembali selama 10 menit
 - d) Tambahkan sulfur dan digiling kembali selama 30 menit
3. Kompon kemudian diproses di *hot press*:
 - a) Kompon dipanaskan pada suhu 150 °C selama 5 menit tanpa adanya tekanan
 - b) Kemudian ditambahkan tekanan 5 bar pada 150 °C selama 10 menit dan terjadi pada 3 *stage*
 - c) Kemudian diakhiri dengan pendinginan pada 25 °C selama 25 menit
4. Kompon dicetak menggunakan *ASTM D 412 type C*
5. Kemudian di *conditioning* selama 24 jam

3.7 Metode Analisa

3.7.1 Analisa *Gel Content*

Kawat kasa ditimbang beratnya. Masukkan GTR kedalamnya kemudian ditimbang beratnya. Sampel yang telah ditimbang dimasukkan ke dalam *soxhlet* untuk diekstraksi dengan pelarut toluena selama 24 jam. Hasil ekstraksi dalam kawat kasa didinginkan kemudian dikeringkan dalam oven, setelah itu sampel ditimbang. Banyaknya bagian yang berikatan silang ditentukan dengan formula sebagai berikut :

$$\% G = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100 \%$$

Dimana :

% G : Banyaknya bagian yang tidak larut (gel)

W₂ : Berat kawat kasa kosong (g)

W₁ : Berat kawat kasa + sampel awal (g)

W₃ : Berat kawat kasa + sampel akhir (g)

3.7.2 Analisa FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Tabung reaksi yang telah berisi karet alam, GTR *no treatment*, DGTR TSE dan DGTR IM diuji menggunakan metode pirolisis dengan meletakkan tabung diatas *burner* diinjeksikan gas nitrogen hingga terbentuk minyak kemudian minyak tersebut dioleskan pada NaCl pelet.

3.7.3 Analisa *Tensile strength*

Kompon yang telah dicetak menjadi spesimen menggunakan *ASTM D 412 type C* lalu dikondisioning selama 24 jam kemudian dilakukan uji *tensile* dengan menjepit specimen dengan *grip length* 65 mm kemudian ditarik dengan kecepatan 500 mm/min.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Perbandingan Hasil Devulkanisasi

Tabel 4.1 dan 4.2 menunjukkan hasil perhitungan *gel content* GTR terdevulkanisasi (DGTR) pada TSE dan IM. Untuk menunjang pembahasan terhadap hasil tersebut maka disertakan Gambar 4.1 dan 4.2 serta Tabel 4.3 dan 4.4 hasil analisis variabel dan interaksi antar variabel untuk *gel content* pada kedua alat. Hasil devulkanisasi GTR terbaik diproduksi oleh IM karena dapat menurunkan *gel content* hingga 59% sedangkan dengan TSE hanya 48%. Pada percobaan 1 di TSE dan IM, dengan *setting* T dan SS yang sama terlihat bahwa hasil *gel contentnya* berbeda dan di IM tidak mengalami penurunan. Hal ini mengindikasikan bahwa *shear* yang terjadi di IM belum cukup besar untuk dapat memutuskan rantai GTR.

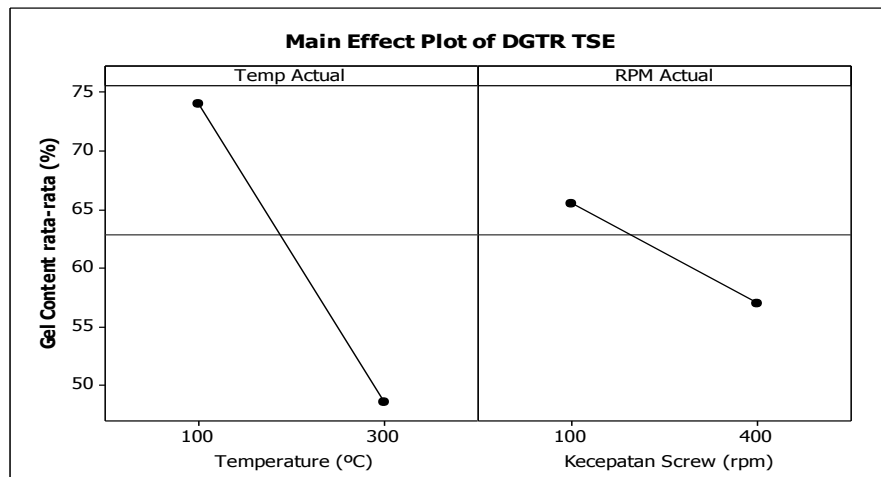
Tabel 4.1 Hasil Perhitungan *Gel Content* GTR terdevulkanisasi (DGTR) dengan kondisi operasi pada TSE

Percobaan	T (°C)	SS (rpm)	GC (%)
1	100	100	85
2	100	400	78
3	300	100	70
4	300	400	53
5	200	250	44
6	200	250	65

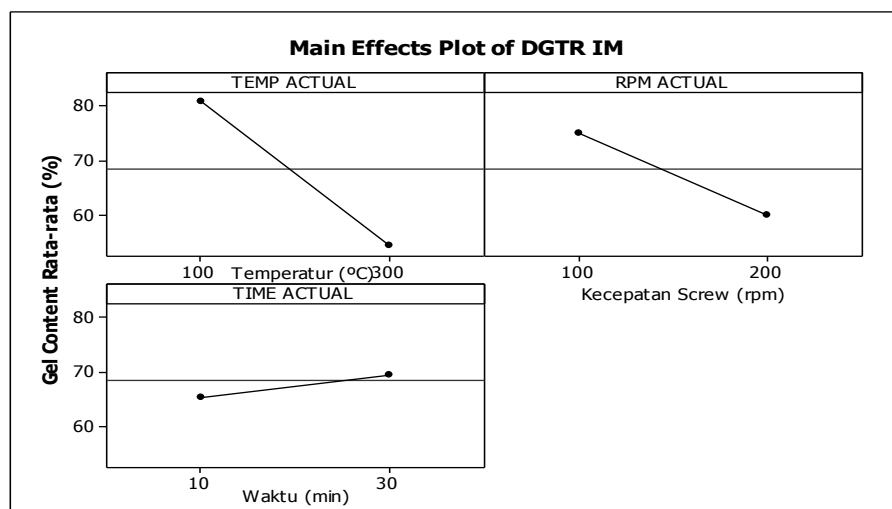
Tabel 4.2 Hasil Perhitungan *Gel Content* GTR terdevulkanisasi (DGTR) dengan kondisi operasi pada IM

Percobaan	T (°C)	SS (rpm)	t (min)	GC (%)
1	100	100	10	85
2	100	100	30	84
3	100	200	10	80
4	100	200	30	74
5	300	100	10	46
6	300	100	30	85
7	300	200	10	51
8	300	200	30	35
9	200	150	20	72
10	200	150	20	72

Berkurangnya *gel content* (GC) setelah di proses pada kedua alat tersebut dapat disebabkan karena adanya *shear* yang mampu memutuskan rantai GTR baik rantai utama maupun ikatan silang. Meskipun pada percobaan 4 di TSE menghasilkan *shear* yang tinggi sehingga *gel content* mencapai titik terendah yang dapat di peroleh di TSE, akan tetapi menurut Onny et al semakin cepat *screw speed* maka semakin singkat pula waktu prosesnya sehingga pemutusan rantai GTR hasil proses di TSE belum terjadi sebanyak hasil percobaan 8 di IM yang dapat dikontrol waktu prosesnya.



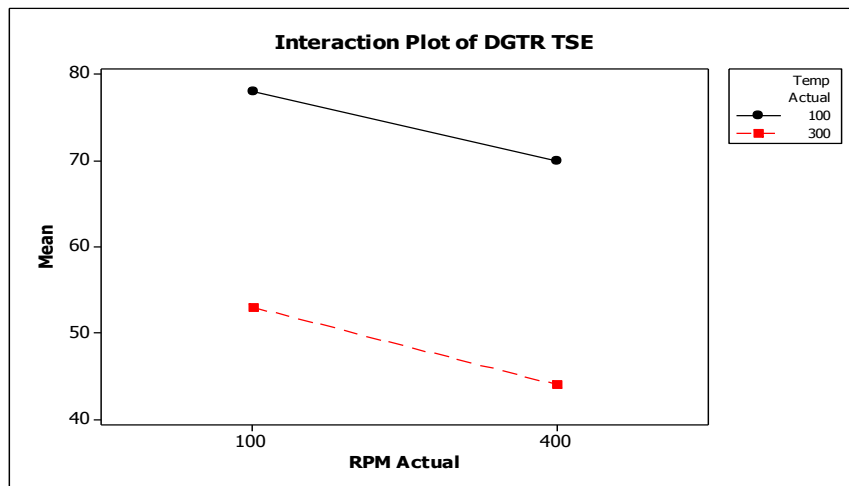
(a)



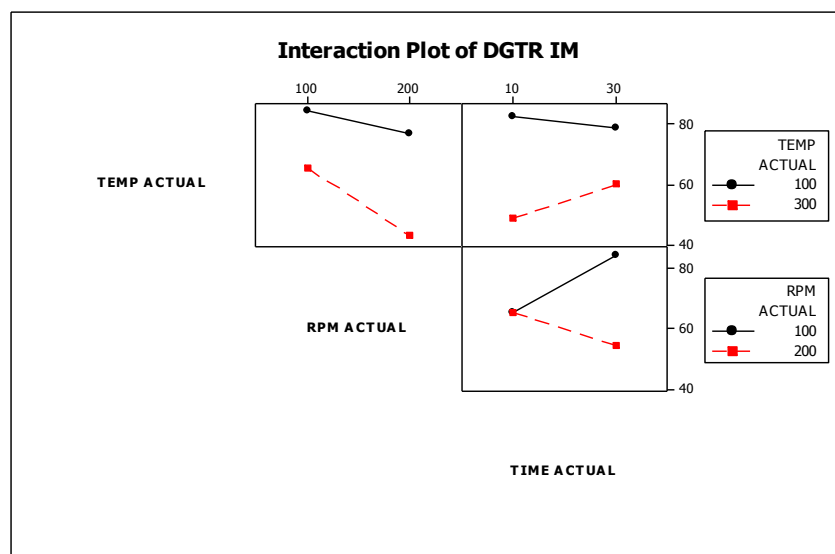
(b)

Gambar 4.1 Main Effect Plot of DGTR (a) Twin Screw Extruder (b) Internal Mixer

Dilihat dari *main effect plot* pada Gambar 4.1. Berdasarkan data yang diolah oleh *Minitab 16*, temperatur merupakan variabel paling signifikan pada kedua alat pendevulkanisasi yang juga dibuktikan oleh *p-value* T pada Tabel 4.3 dan 4.4. *Main effect* dari waktu pada internal mixer semakin lama justru dapat meningkatkan *gel content*. Hal ini dibuktikan pada Tabel 4.2 hasil percobaan 5 dan 6 pada *internal mixer* yang dilakukan pada *setting* T dan SS yang sama. Dengan waktu yang lebih lama, hasil *gel contentnya* mengalami peningkatan. Karena *shear* yang terjadi pada *setting* tersebut tidak terlalu besar sehingga memungkinkan GTR meleleh dan mengalami pirolisis.



(a)



(b)

Gambar 4.2 Interaction Plot of DGTR (a) Twin Screw Extruder (b) Internal Mixer

Ditinjau dari Gambar 4.2 interaksi antara T*SS pada kedua alat, menunjukkan bahwa semakin tinggi *shear* yang terjadi maka semakin besar penurunan *gel content*. Sedangkan pada Interaksi antara T*t pada titik tertentu semakin meningkatkan *gel content*, hal ini dikarenakan *shear* yang terbentuk pada kondisi operasi tersebut belum cukup besar untuk memutuskan rantai utama ataupun ikatan silang sehingga kemungkinan yang terjadi adalah pirolisis atau bahkan degradasi. Selain itu tren yang ditunjukkan melalui interaksi SS*t pada Gambar 4.2 (b) dapat diinterpretasikan bahwa jika material diproses dengan SS rendah dan waktu yang lama, *gel content* justru semakin meningkat. Peristiwa tersebut menimbulkan kemungkinan bahwa *shear* belum mampu untuk memutuskan ikatan –S– dengan sempurna sehingga memungkinkan terjadinya ikatan silang kedua (*secondary crosslinking*).

Interaksi yang terjadi antara SS*t dan T*SS*t pada Tabel 4.4 menjadi signifikan disebabkan karena semakin lama *screw* berputar maka semakin besar kemungkinan untuk terjadinya kenaikan temperatur.

Dengan menggunakan tingkat keyakinan 95%, maka apabila didapatkan p value < 0,05 variabel tersebut dianggap signifikan. Pada Tabel 4.3 dan 4.4 analisis variabel dan interaksi dari data *gel content* yang diolah oleh Minitab 16, variabel yang tidak signifikan ditunjukkan dalam kotak kuning dan hijau. Dimana pada kotak hijau, interaksi yang terjadi dapat diabaikan sedangkan pada kotak kuning meskipun tidak signifikan, variabelnya tidak dapat diabaikan karena merupakan variabel utama.

Tabel 4.3 Analisis variabel dan interaksi antar variabel pada TSE untuk *Gel Content* DGTR

<i>Term</i>	<i>Coef</i>	<i>P-value</i>
<i>Constant</i>	62.83	0.001
T	- 12.75	0.024
SS	- 4.25	0.168
T	-	-
T*SS	- 0.25	0.912
T*t	-	-
SS*t	-	-
T*SS*t	-	-
R ²	95.75%	

Tabel 4.4 Analisis variabel dan interaksi antar variabel pada IM untuk Gel Content DGTR

<i>Term</i>	<i>Coef</i>	<i>P-value</i>
<i>Constant</i>	68.40	0.000
T	- 13.25	0.011
SS	- 7.50	0.034
T	2.00	0.295
T*SS	- 3.75	0.119
T*t	3.75	0.119
SS*t	- 7.50	0.034
T*SS*t	- 6.25	0.048
R ²	98.89%	

Jika mengabaikan interaksi yang tidak signifikan maka didapatkan persamaan untuk *gel content* (*coded unit*) sbb:

Pada TSE

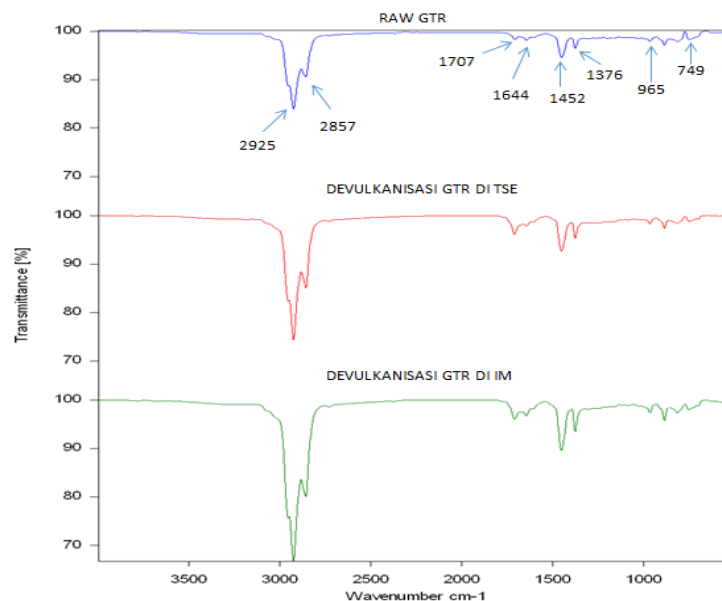
$$\% \text{ Gel Content} = 62.83 - 12.75 (T) - 4,25 (SS)$$

Pada IM

$$\% \text{ Gel Content} = 68.40 - 13.25 (T) - 7.5 (SS) + 2 (t) - 7.5 (SS * t) - 6.25 (T * SS * t)$$

4.2 Analisis Spektra FTIR

Struktur kimia GTR dapat diketahui dengan menggunakan analisis spectra FTIR yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 dan 4.4 dibawah ini.



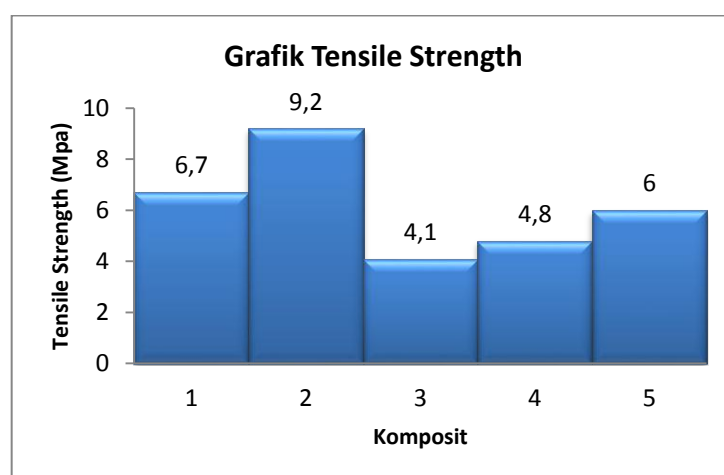
Gambar 4.3 Hasil Spektra FTIR *Ground Tire Rubber*

Untuk membuktikan terjadinya devulkanisasi, seharusnya dapat dilihat dari penurunan gugus S – S . Akan tetapi karena keterbatasan alat FTIR, ikatan S – S pada $< 500 \text{ cm}^{-1}$ tidak dapat terdeteksi. Peak dari GTR, DGTR TSE dan DGTR IM tidak mengalami perubahan yang signifikan. Hanya saja % transmittansi yang terlihat semakin menurun, mengindikasikan bahwa adanya penambahan gugus pada *peak-peak* tertentu. Pada *peak* 2925 cm^{-1} dan 2857 cm^{-1} yang terlihat semakin memuncak menunjukkan adanya penambahan gugus $-\text{CH}_3$ dan $-\text{CH}_2-$. *Peak* 1707 cm^{-1} semakin tajam setelah didevulkanisasi menunjukkan adanya penambahan gugus karbonil C=O. *Peak* 1644 cm^{-1} terlihat agak menguat pada *internal mixer* mengindikasikan bahwa terjadi penambahan gugus C=C. Pada *peak* 1452 cm^{-1} dan 1376 cm^{-1} yang terlihat semakin menguat pada DGTR TSE dan IM menunjukkan adanya gugus CH_2 dan CH_3 yang bertambah.

Shear yang dihasilkan oleh TSE dan IM menyebabkan rantai GTR terputus-putus menjadi *fragmen* yang lebih kecil. Meskipun tidak dapat dipastikan struktur rantai baru yang terbentuk, dengan adanya penambahan gugus C=C, C=O dan CH_2 mengindikasikan bahwa devulkanisasi telah terjadi.

4.3 Hasil Uji Kekuatan Tarik (*Tensile Strength*)

Untuk mengetahui pengaruh GTR sebagai *filler* komposit dapat dilakukan dengan uji kekuatan tarik yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 sebagai berikut :



Gambar 4.4 Grafik Uji *Tensile Strength* Komposit

Berdasarkan tren yang ditunjukkan pada grafik *tensile strength*, setelah GTR ditambahkan sebagai *filler*, *Tensile Strength* komposit mengalami penurunan yang sangat tajam. Hal ini disebabkan karena partikel GTR belum di devulkanisasi sehingga GTR tidak kompatibel dengan polimer lain. Setelah GTR didevulkanisasi baik di TSE maupun di IM, hasil *tensile strength*nya mengalami kenaikan kembali yang membuktikan bahwa DGTR tidak terdegradasi. Akan tetapi hasil *tensile strength* komposit 4 dan 5 yang masih lebih rendah dibandingkan komposit 2, menimbulkan terjadinya kemungkinan bahwa devulkanisasi belum terjadi sempurna sehingga ada ikatan silang yang terputus, ada juga yang tidak.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Penurunan *gel content* GTR pada *internal mixer* (IM) lebih tinggi dibandingkan dengan *twin screw extruder* (TSE)
2. Devulkanisasi GTR terjadi karena adanya efek temperatur (pada TSE dan IM) dan *shear* (IM).
3. Hasil *tensile strength* mendukung hasil pengukuran *gel content*, dimana nilai *gel content* yang lebih rendah menghasilkan nilai *tensile* yang lebih tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa devulkanisasi berhasil untuk memutuskan ikatan silang sehingga dapat berikatan dengan polimer lain.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, terdapat beberapa saran penelitian lanjutan yang dapat dilakukan yaitu :

1. Devulkanisasi dengan menggunakan *reagent* agar pemutusan rantai dapat terkontrol.
2. Membuktikan kemungkinan ikatan silang tahap dua (*Secondary crosslinking*) yang terjadi

DAFTAR PUSTAKA

1. Anzano. M, Collina. M, Lasagni. M, Mangili. I, dan Pitea. D. 2014. *Characterization and supercritical CO₂ devulcanization of cryo-ground tire rubber: Influence of devulcanization process on reclaimed material*. Journal Polymer Degradation and Stability 102: 15-24.
2. Anzano. M, Collina. M, Lasagni. M, Mangili. I, Oliveri. M dan Pitea. D. 2014. *Full factorial experimental design to study the devulcanization of ground tire rubber in supercritical carbon dioxide*. Journal Of Supercritical Fluids 92: 249–256.
3. Ayer. R, Colton. J, Rosenmayer. T, Schreiber. W. 2013. *Effects of Micronized Rubber Powders on Structure and Properties of Polypropylene Composites*. Journal Waste Biomass Valor 4: 65–71.
4. Bakshi. B.R, DeQuervain. B, Fiksel. J, Guerra. E. 2011. *Comparative life cycle assessment of beneficial applications for scrap tires*. Journal Clean Techn Environ Policy 13:19–35.
5. Balasubramanian. M. 2009. *Cure modeling and mechanical properties of counter rotating twin screw extruder devulcanized ground tire rubber natural rubber blends*. Journal Polym Res 16: 133–141.
6. Bergeret. A, Bretelle. A.-S, Clerc. L, , Ienny. P, Leroy. E, Lopez-Cuesta. J.-M dan Sonnier. R. 2008. *Compatibilizing thermoplastic/ground tyre rubber powder blends: Efficiency and limits*. Journal Polymer Testing 27: 901–907.
7. Chen. P, Chyan. J.M, Lin. C.J, dan Senoro. D.B. 2013. *A novel biofilm carrier for pollutant removal in a constructed wetland based on waste rubber tire chips*. Journal International Biodeterioration & Biodegradation 85: 638-645.
8. Christiansson. M, Holst. O dan Stenberg. B. 1998. *Biotechnological possibilities for waste tyre-rubber treatment*. Journal Biodegradation 9: 301–310.
9. Dalmazzo. D, Fiore. S. Lanotte. M, Ruffino. B, Santagata. E, dan Zanetti. M.C. 2015. *Characterization of crumb rubber from end-of-life tyres for paving Applications*. Journal Waste Management 45: 161–170.

10. Dinar.M. 2005. *Pengaruh perbedaan sistem vulkanisasi terhadap karakter vulkanisat dalam desain formulasi sol karet dari masterbat siklo*. Depok: Universitas Indonesia
11. Ding. L, Jiang. K, Li. X, Ren. D, Shi. J, Zhang. L, Zhang. X, dan Zou. H. 2014. *Continuous production of liquid reclaimed rubber from ground tire rubber and its application as reactive polymeric plasticizer*. Journal Polymer Degradation and Stability 99: 166-175.
12. Dintcheva. N.T, Mantia. F.P, Nocilla. M.A dan Scaffaro. R. 2005. *Formulation, characterization and optimization of the processing condition of blends of recycled polyethylene and ground tyre rubber: Mechanical and rheological analysis*. Journal Polymer Degradation and Stability 90: 281e287.
13. Dong. C, Li. X, Liu. Z, Xu. X, Liu. F, Wang. X dan Wei. W. 2015. *Devulcanization of waste tread rubber in supercritical carbon dioxide: Operating parameters and product characterization*. Journal Polymer Degradation and Stability 119: 198e207.
14. Fan. P dan Lu. C. 2011. *A Study on Functionalization of Waste Tire Rubber Powder Through Ozonization*. Journal Polym Environ 19: 943- 949.
15. Firoozifar. H, Jalali-Arani. A, Kebritchi. A, dan Shams. K. 2013. *Effect of pre devulcanization and temperature on physical and chemical properties of waste tire pyrolytic oil residue*. Jurnal, Fuel 112 319–325.
16. Formela. K, Formela. M, Haponiuk. J, Hejna. A, dan Wasowicz. D. 2015. *Curing characteristics, mechanical and thermal properties of reclaimed ground tire rubber cured with various vulcanizing systems*. Journal Polym J 24: 289–297.
17. Indian Rubber Institute. 1998. *Rubber Engineering*. New delhi: Tata McGraw-Hill publishing company limited.
18. Kakroodi. A.R dan Rodrigue. D. 2013. *Degradation behavior of maleated polyethylene/ground tire rubber thermoplastic elastomers with and without stabilizers*. Journal Polymer Degradation and Stability 98: 2184-2192.

19. Kotatha. D dan Rungrodmitchai. S. 2015. *Chemically modified ground tire rubber as fluoride ions adsorbents*. Journal Chemical Engineering 282: 161–169.
20. Liang. M, Lu. C, Zhang. X, dan Zhu. J. 2011. *Enhancement of processability and foamability of ground tire rubber powder and LDPE blends through solid state shear milling*. Journal Polym Res 18: 533–539.
21. Maria. A. 2000. *Pembentukan ikatan silang pada vulkanisasi radiasi lateks karet alam*. Depok: Universitas Indonesia.

**LAMPIRAN A
GAMBAR ALAT**



Gambar 1. *Twin Screw Extruder*



Gambar 2. *Internal Mixer* dan *Banbury Screw* yang digunakan



Gambar 3. Two Roll Mill



Gambar 4. Hot Press dan Mold yang digunakan



Gambar 5. Puncher dan Mold ASTM D412 type C



Gambar 6. Soxhlet Ekstraktor



Gambar 7. FTIR



Gambar 8. Alat Uji *Tensile Strength*

LAMPIRAN B
HASIL DAN DATA PERCOBAAN

Perhitungan *Gel content* GTR

GTR 1

$$\% G = \frac{2.8498-2.8409}{2.8498-2.7992} \times 100 \% = 17.5889 \%$$

$$100 - 17.5889 \% = 82.4111 \% \text{ gel}$$

$$\% G = \frac{2.7904-2.7818}{2.7904-2.7403} \times 100 \% = 17.1657 \%$$

$$100 - 17.1657 \% = 82.8343 \% \text{ gel}$$

$$\text{Rata - rata \% gel} = \frac{82.4111+82.8343}{2} = 82.6227 \% \text{ gel}$$

GTR 2

$$\% G = \frac{2.8141-2.8067}{2.8141-2.7640} \times 100 \% = 14.7704 \%$$

$$100 - 14.7704 \% = 85.2296 \% \text{ gel}$$

$$\% G = \frac{2.8531-2.8451}{2.8531-2.8030} \times 100 \% = 15.9681 \%$$

$$100 - 15.9681 \% = 84.0319$$

$$\text{Rata - rata \% gel} = \frac{85.2296+84.0319}{2} = 84.6307 \% \text{ gel}$$

Hasil perhitungan *Gel content* di *Internal Mixer*

Run	Kondisi Operasi	W1	W2	W3	%ekstrak	%Gel
1	100 °C, 200 rpm, 10 min	1,4098	1,4601	1,4497	20,6759	79,3241
		1,6744	1,7249	1,715	19,6039	80,3961
2	100 °C, 100rpm, 30 min	1,4161	1,4662	1,4581	16,1677	83,8323
		1,5727	1,6228	1,6147	16,1677	83,8323
3	200 °C, 150rpm, 20 min	1,6528	1,7028	1,6885	28,6	71,4
		2,0624	2,1127	2,0985	28,2306	71,7694
4	100 °C, 100rpm, 10 min	1,6027	1,6528	1,6441	17,3653	82,6347
		1,9876	2,038	2,0312	13,4921	86,5079
5	100 °C, 200 rpm, 30 min	1,8651	1,9155	1,9027	25,3968	74,6032
		1,9758	2,0258	2,0129	25,8	74,2
6	200 °C, 150rpm, 20 min	2,0687	2,1189	2,1036	30,4781	69,5219
		1,9971	2,0473	2,0319	30,6773	69,3227
7	200 °C, 150rpm, 20 min	1,9952	2,0452	2,0314	27,6	72,4
		2,1053	2,1554	2,1415	27,7445	72,2555
8	300 °C, 100rpm, 30 min	2,1102	2,1607	2,1529	15,4455	84,5545
		1,9588	2,0093	2,0015	15,4455	84,5545
9	300 °C, 200rpm, 30 min	1,7854	1,8356	1,8045	61,9522	38,0478
		1,9014	1,9519	1,917	69,1089	30,8911
10	300 °C, 100rpm, 10 min	1,7471	1,7975	1,7723	50	50
		1,9015	1,9519	1,9224	58,5317	41,4683
11	300 °C, 200rpm, 10 min	1,979	2,0294	2,0045	49,4048	50,5952
		2,0022	2,0527	2,0285	47,9208	52,0792

Perhitungan Komposisi Berat Komponen penyusun Komposit

NR	100
CF	30
GTR	10
MNR	6.5
BHT	2
Hasil	148.5 gr

$$\text{NR 70 gr} = \frac{100}{148.5} \times 70 = 47.14 \text{ gr}$$

$$\text{ZnO 5 phr} = \frac{47.14}{100} \times 5 = 2.36 \text{ gr}$$

$$\text{CBS 2 phr} = \frac{47.14}{100} \times 2 = 0.94 \text{ gr}$$

$$\text{S 5 phr} = \frac{47.14}{100} \times 5 = 2.36 \text{ gr}$$

Perhitungan

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$\text{Luas alas . tebal} = \frac{m}{\rho}$$

$$\pi r^2 \cdot \text{tebal} = \frac{m}{\rho}$$

$$\text{Tebal} = \frac{\text{massa}}{\rho \cdot \pi \cdot r^2} = \frac{\text{massa}}{\rho \cdot \pi \cdot 7^2}$$

$$4 \text{ mm} = \frac{\text{massa}}{\rho \cdot \pi \cdot 7^2}$$

$$\text{Massa} = 4 \text{ mm} \cdot \rho \cdot \pi \cdot 7^2 \text{ cm}$$

$$= 67.698 \text{ gr}$$

$$= 67.7 \text{ gr}$$

LAMPIRAN C
GAMBAR HASIL PENGAMATAN



Gambar 9. Hasil devulkanisasi TSE



Gambar 10. Hasil devulkanisasi IM



Gambar 11. Hasil karakterisasi Gel Content



Gambar 12. Hasil pirolisis FTIR



Gambar 13. Hasil Uji *Tensile Strength*