

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1. Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak minggu ke-4 bulan Januari sampai minggu ke-4 bulan September 2012. Sintesis cairan ionik dan fabrikasi material gel pemancar cahaya dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia (UPI). Untuk Karakterisasi struktur seperti FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen FPMIPA UPI,  $^1\text{H-NMR}$  dan MS dilakukan di Laboratorium *Basic Science A* ITB dan XRF di Balai Besar Barang dan Bahan Teknik (B4T).

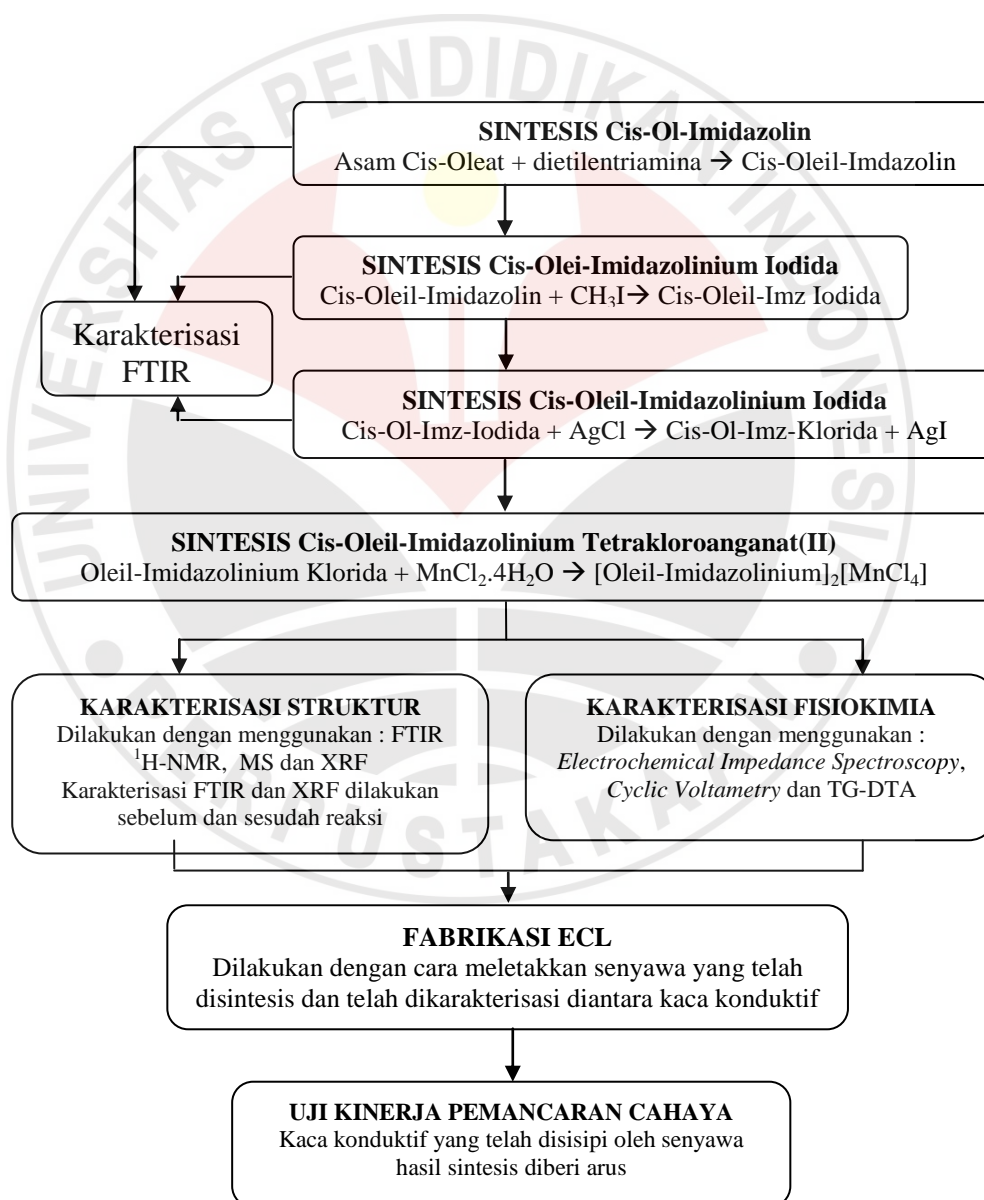
Karakterisasi Fisikokimia seperti pengujian daya hantar ionik dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Pengujian lebar jendela elektrokimia dengan *Cyclic Voltametry* dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia ITB. *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS) dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. *Thermal Gravimetry-Differential Thermal Analysis* (TG-DTA) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

#### 3.2. Sistematika Penelitian

Sistematika penelitian dibagi dalam enam tahap, yaitu sintesis Cis-Oleil Imidazolin dan karakterisasiya, sintesis Cis-Oleil Imidazolinium Iodida dan karakterisasinya, sintesis AgCl, sintesis Cis-Oleil Imidazolinium Klorida dan

karakterisasinya, sintesis Cis-Oleil-Imidazolinium Tetrakloromanganat(II) dan karakterisasinya, serta tahap pembuatan *prototype*.

Secara keseluruhan penelitian dapat digambarkan seperti bagan alir pada gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Bagan Alir Penelitian

### 3.2.1. Sintesis Cis-Oleil Imidazolinium Tetrakloromanganat(II)

#### 3.2.1.1. Alat dan Bahan

##### Alat

Peralatan yang digunakan untuk tahapan preparasi dan sintesis Cis-Oleil-Imidazolinium Tetrakloromanganat(II) antara lain: microwave LG 800W, alat-alat gelas, satu set alat refluks, termometer raksa 250°C, termometer alkohol 110°C, Magnetic Stirrer, pemanas listrik, corong Buchner, pompa vakum, satu set alat rotary evaporator, neraca analitik, aluminium foil, plastik wrap, dan kertas saring Whatman 41. Alat untuk karakterisasi struktur digunakan FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400), <sup>1</sup>H-NMR (NMR 500 MHz), MS (LCT Premier XE), XRF (Horiba, XGT-1000wr), dan untuk karakterisasi fisikokimia digunakan Cyclic Voltametry (EPSILON), EIS, dan TG-DTA (DTG-60H).

##### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk sintesis Cis-Oleil-imidazolinium Tetrakloromanganat(II) antara lain: asam cis-oleat p.a produk Merck, metil iodida p.a produk Aldrich, dietilenatriamina p.a produk Aldrich, metilen klorida teknis produk Bratachem, etil asetat teknis produk Bratachem, metanol teknis produk Bratachem, n-heksana teknis produk Bratachem, kloroform teknis produk Bratachem, dietil eter teknis produk bratachem, AgNO<sub>3</sub> p.a, NaCl p.a, MnCl<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O p.a produk aldrich, Silica-Alumina untuk KLT.

### 3.2.1.2. Prosedur Sintesis

Sintesis Cis-Oleil-imidazolinium Tetrakloromanganat(II) dibagi ke dalam lima tahap yaitu, sintesis Cis-Oleil Imidazolin, sintesis Cis-Oleil-Imidazolinium Iodida, Sintesis AgCl, Sintesis Cis-Oleil Imidazolinium Klorida, dan sintesis Cis-Oleil-Imidazolinium Tetrakloromanganat(II). Pada penelitian ini digunakan metode microwave yang berhasil diujicobakan oleh Divya Bajpai dan Tyagi (2008) dan hasilnya sangat baik. Sedangkan dalam sintesis Cis-Oleil-imidazolinium iodida (metilasi-kuatenerisasi) digunakan metode refluks sesuai dengan yang digunakan dalam penelitian Divya Bajpai dan Tyagi, 2008.

#### Tahap I : Sintesis Cis Oleil Imidazolin

Ke dalam gelas kimia pyrex ukuran 50 mL, dimasukkan 2,06 gram (20 mmol) dietilenatriamina, 11,3 gram (40 mmol) asam cis-oleat lalu diaduk hingga merata. Campuran pereaksi diiradiasi menggunakan microwave dengan daya 800W selama 30 detik lalu ditentukan suhu reaksinya. Dalam reaksi ini, suhu reaksi merupakan variabel terikat dari variabel waktu dan daya yang digunakan.

Campuran reaksi dibiarkan hingga mencapai suhu ruangan. Kemudian campuran dipindahkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga. Etilasetat ditambahkan sebanyak 80 mL dan campuran kemudian dipanaskan sampai mendekati titik didih etilasetat ( $60^{\circ}\text{C}$ ), kurang lebih dibutuhkan waktu 30 menit. Campuran disaring dalam keadaan panas menggunakan corong buchner yang dihubungkan dengan pompa vakum. Kemudian filtrat dipekatkan dengan evaporator dengan cara memisahkan pelarut etil asetat. Produk merupakan semi-padatan berwarna coklat kekuningan.

## Tahap II : Sintesis Cis-Oleil-Imidazolinium Iodida

Sebanyak 0,1 mol (61,501 gram) Cis-Oleil Imidazolin ditambahkan 120 mL metilen klorida/diklorometan ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ) hingga larut dan kemudian dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga. Ke dalam labu dasar bulat ditambahkan 0,15 mol (9,42 mL) metil iodida, selanjutnya campuran di refluks pada suhu konstan  $40^\circ\text{C}$  sambil diaduk dengan magnetic stirrer kurang lebih selama 4 jam. Kemudian hasilnya didinginkan hingga mencapai suhu ruangan dan selanjutnya dikeringkan dengan menggunakan evaporator pada suhu  $50^\circ\text{C}$  kurang lebih selama 2 jam. Produk yang dihasilkan kemudian dilarutkan dalam metanol untuk proses pemurnian dengan metode rekristalisasi. Larutan disimpan dalam ruang asam untuk menguapkan metanol  $\pm$  3-4 hari. Produk berwarna kuning kecoklatan.

## Tahap III : Sintesis AgCl

Sebanyak 2 gram  $\text{AgNO}_3$  dimasukkan ke dalam gelas kimia 400 mL, dilarutkan dalam 300 mL aquades, diaduk dengan menggunakan magnetic stirrer dan dipanaskan dengan pemanas listrik pada suhu  $50^\circ\text{C}$  selama 10-15 menit. Disaring dalam keadaan panas menggunakan kertas saring dan corong biasa. Filtrat disimpan dalam labu erlenmeyer dan ditunggu sampai dingin tanpa menggunakan pendingin atau es. Prosedur ini dilakukan terus-menerus hingga massa  $\text{AgNO}_3$  yang dilarutkan mencapai 10 gram.

Sebanyak 5 gram  $\text{NaCl}$  dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, ditambahkan 80 mL aquades, diaduk dengan menggunakan magnetic stirrer hingga homogen. Larutan  $\text{AgNO}_3$  yang telah dingin ditetesi dengan larutan  $\text{NaCl}$  hingga

jenuh. Hasil penetesan tersebut dibiarkan selama 1 hari agar mengendap. Setelah itu, disaring menggunakan corong buchner yang di vakum dengan keadaan tertutup rapat agar sinar matahari tidak dapat mengenai senyawa AgCl. Didinginkan selama 2 hari tanpa menggunakan panas matahari maupun oven. Produk merupakan padatan berwarna putih.

#### **Tahap IV : Sintesis Cis-Oleil-Imidazolinium Klorida**

Sintesis ini merupakan sintesis Anion Exchange yaitu antara anion Iodida dengan Klorida. Sebanyak 7,5695 gram (10 mmol) Cis-Oleil Imidazolinium Iodida dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL lalu dilarutkan dengan 80 mL metanol. Ke dalam larutan tersebut ditambahkan AgCl sebanyak 1,72 gram (12 mmol). Campuran tersebut kemudian diaduk dengan menggunakan magnetic stirer selama 2-4 jam hingga timbul endapan kuning cerah. Filtrat dipisahkan dengan endapan dengan cara didekantasi. Pelarut pada filtrat kemudian diuapkan dengan cara disimpan di dalam lemari asam. Setelah semua pelarut menguap, lalu hasil rekristalisasi di vakum selama  $\pm$  2 jam untuk memastikan tidak ada lagi pelarut dalam hasil rekristalisasi itu. Produk berupa padatan berwarna kuning cerah.

#### **Tahap V : Sintesis Cis-Oleil-Imidazolinium Tetrakloromanganat(II)**

Sebanyak 3,3280 gram Cis-Oleil-Imidazolinium Klorida (5 mmol) dimasukkan ke dalam gelas kimia 25 mL. Kedalamnya ditambahkan 0,5 gram  $MnCl_2 \cdot 4H_2O$  (2,55 mmol). Campuran diaduk selama 5 jam menggunakan batang pengaduk dalam keadaan tidak memakai pelarut. Produk berwarna coklat kemerahan.

### 3.2.2. Karakterisasi Struktur Cis-Oleil-Imidazolinium

#### Tetrakloromanganat(II)

##### 3.2.2.1. Karakterisasi FTIR

Pada penentuan struktur atau gugus fungsi dari Cis-Oleil-imidazolinium Tetrakloromanganat(II) dilakukan analisis menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI Bandung. Analisis tersebut bertujuan untuk menentukan gugus fungsi suatu senyawa.

Dari hasil pengujian ini dapat diambil keuntungan dengan membandingkan spektrum senyawa yang tidak diketahui terhadap spektrum cuplikan yang asli. Suatu kesesuaian puncak demi puncak merupakan bukti yang kuat tentang identitasnya.

Hal itu pula yang diterapkan pada penelitian ini yaitu dengan membandingkan spektra sebelum dan sesudah sintesis, adanya kesesuaian ataupun perbedaan puncak yang teramati dapat menjelaskan dari kemungkinan struktur senyawa yang dihasilkan.

##### 3.2.2.2. Karakterisasi $^1\text{H-NMR}$

Karakterisasi ini merupakan karakterisasi penting dalam penentuan struktur senyawa organik khususnya yang mengandung atom Hidrogen. Dari hasil karakterisasi ini akan diperoleh hasil yang lebih akurat untuk penentuan struktur dibanding dengan FTIR. Namun kolaborasi keduanya merupakan karakterisasi yang sangat diperlukan untuk menentukan struktur suatu senyawa.

Dari hasil pengujian ini dapat dilihat puncak-puncak atom hidrogen yang menentukan letak dari atom hidrogen ini. Selain dianalisis secara manual, dapat pula dianalisis dengan cara dibandingkan dengan hasil pengujian senyawa yang memiliki kemiripan atau sama persis. Pengujian  $^1\text{H-NMR}$  dilakukan di Laboratorium *Basic Science A* Institut Teknologi Bandung.

#### **3.2.2.3. Karakterisasi XRF (*X-Ray Fluorescence*)**

Karakterisasi ini biasanya dilakukan pada suatu senyawa yang belum diketahui unsur-unsur penyusunnya. Biasanya digunakan pada pengujian mineral-mineral yang didapat dari bahan galian. Keuntungan dari pengujian ini adalah selain dapat mengetahui unsur-unsur penyusun senyawa tersebut, juga dapat mengetahui kadar dari unsur yang terkandung di dalam senyawa tersebut. Pengujian ini dilakukan di Balai Besar Barang dan Bahan Teknik.

#### **3.2.2.4. Karakterisasi MS (*Mass Spectroscopy*)**

Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui massa senyawa yang diuji. Karakterisasi ini didasarkan pada pemecahan fragmen yang dibuat bermuatan positif dari senyawa tersebut yang dapat dideteksi oleh detektor muatan. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium *Basic Science A* Institut Teknologi Bandung.



### 3.2.3. Karakterisasi Fisikokimia Cis-Oleil-Imidazolinium

#### Tetrakloromanganat(II)

##### 3.2.3.1. Karakterisasi CV (*Cyclic Voltametry*)

Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui lebar jendela elektrokimia dari suatu senyawa. Studi ini juga merupakan uji kelayakan untuk suatu senyawa yang akan digunakan sebagai elektrolit redoks. Pada prinsipnya, semakin mudah kation tereduksi dan anion teroksidasi maka jendela elektrokimianya akan semakin kecil. Hal ini membuat senyawa tersebut tidak baik digunakan sebagai elektrolit redoks. Begitu juga sebaliknya, semakin sulit kation tereduksi dan anion teroksidasi maka jendela elektrokimianya akan semakin besar. Sifat senyawa seperti inilah yang diperlukan sebagai senyawa elektrolit redoks. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Bandung.

##### 3.2.3.2. Karakterisasi EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*)

Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui konduktivitas ionik dari suatu senyawa. Karakterisasi ini penting untuk senyawa yang akan digunakan sebagai elektrolit redoks. Pada prinsipnya, data/ kurva yang didapat dari pengujian ini adalah data/kurva pengaruh perubahan suhu terhadap konduktivitas ionik. Namun, konduktivitas ionik yang di dapat adalah hasil perhitungan dengan mengetahui variabel-variabel berikut. Tebal senyawa yang diuji (L), Luas Permukaan senyawa yang diuji (A), Tegangan (V) dan Arus (I) yang digunakan. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia UPI.

### 3.2.3.3. Karakterisasi TG-DTA (*Thermal Gravimetry-Differential Thermal Analysis*)

Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui suhu dekomposisi dari senyawa Cis-Oleil-Imidazolinium Tetrakloromanganat(II) yang disintesis. Analisis TG-DTA ini dilakukan di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

### 3.3. Proses gelas $\text{TiO}_2$

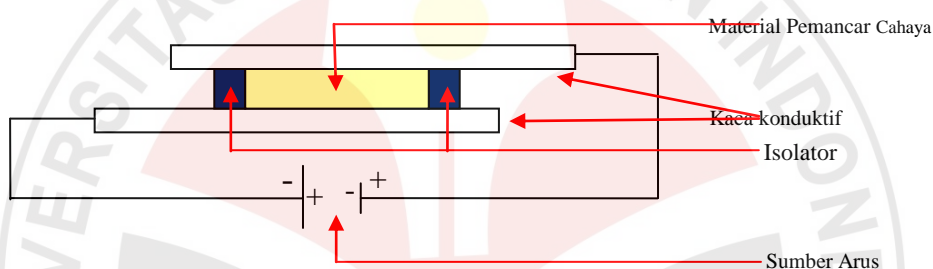
Pada tahap ini digunakan senyawa  $\text{TiO}_2$  sebagai agen gelas. Senyawa ini dipilih karena sifatnya yang dapat memadatkan kristal cair ionik yang berbentuk pasta. Selain itu senyawa ini juga dapat memberikan efek kestabilan pancaran cahaya pada gel pemancar cahaya (Itoh, 2010).

Tahap ini merupakan proses optimalisasi penambahan  $\text{TiO}_2$  yang dapat memberikan pancaran cahaya yang paling baik. Pada penelitian sebelumnya, penambahan senyawa ini didasarkan pada persentasenya (Itoh, 2010).

### 3.4. Fabrikasi ECL

Langkah berikutnya dalam penelitian ini adalah penyusunan bahan-bahan untuk membentuk *prototipe* ECL, adapun langkah-langkahnya sebagai berikut: 2 buah kaca konduktif yang sudah dipotong dengan ukuran 2,1 cm x 2,3 cm, kemudian kaca dibersihkan dengan alkohol. Selanjutnya satu buah kaca ditempelkan *spacer* yang telah dibolongi tengahnya

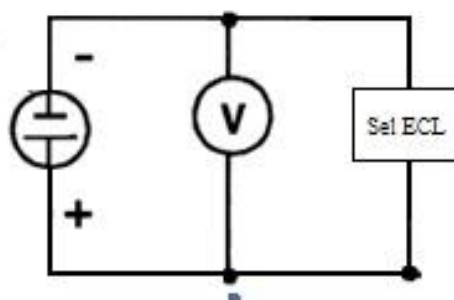
Selanjutnya Material ECL ditempatkan diatas area kosong (rongga) diantara spacer yang telah diletakkan pada salah satu kaca konduktif dan kaca konduktif yang satu lagi diletakkan diatas kaca yang telah dilapisi spacer dengan struktur *sandwich* (Itoh, (2010)), kemudian dijepit dengan klip kertas pada kedua sisinya. Selanjutnya *prototipe* ECL diuji pemancarannya. Skema fabrikasi dari sel ECL ditunjukkan gambar 3.2.



**Gambar 3.2** Skema ECL

### 3.5. Pengujian Sel ECL

Pada sel ECL yang telah dirangkai dilakukan pengujian pemberian tegangan dengan menggunakan *power supply* NES-5F shimadzu dengan pada tegangan 1-19 Volt. Kemudian diteliti warna yang terpancar dan waktu pemancaran warna. Skema rangkaian listriknya ditunjukkan pada gambar 3.3.



**Gambar 3.3** Skema Rangkaian Listrik Pengujian Sel ECL