

BAB III

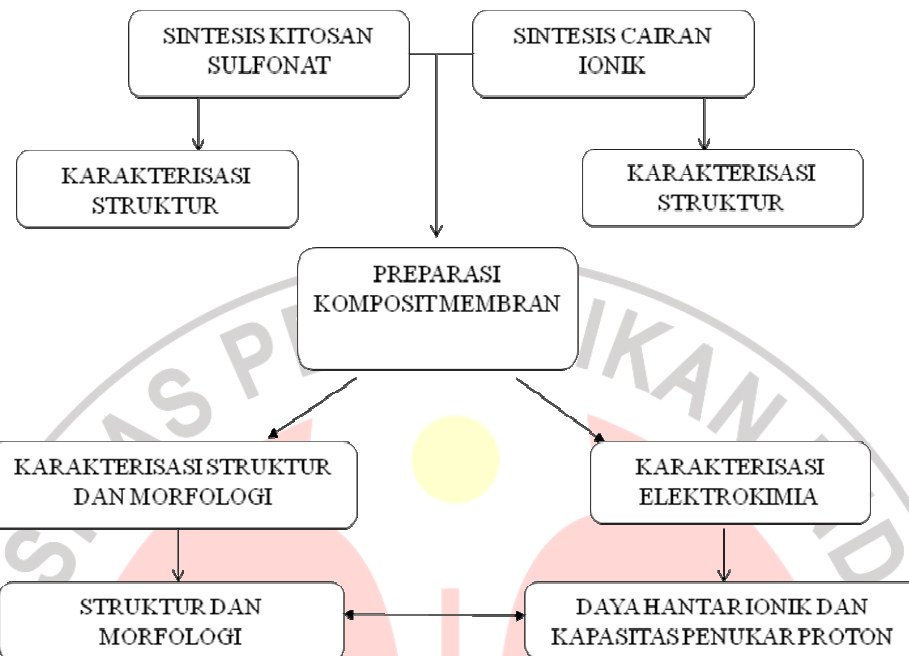
METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak Februari sampai dengan Juli 2010. Sintesis cairan ionik, sulfonasi kitosan, impregnasi cairan ionik, analisis konduktivitas ionik, dan kapasitas penukar ion dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis spektroskopi infra merah (FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Analisis *scanning electron microscopy* (SEM) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan Bandung.

3.2 Sistematika Penelitian

Sistematika penelitian dibagi dalam tiga tahap, yaitu pertama sulfonasi membran kitosan dan sintesis cairan ionik *fatty imidazolinium* iodida beserta karakterisasi strukturnya, kedua pengkompositan membran kitosan sulfonat dan *fatty imidazolinium* iodida, ketiga karakterisasi struktur, morfologi dan elektrokimia membran komposit. Secara keseluruhan penelitian dapat digambarkan seperti pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Skema Desain Penelitian

Total jumlah membran yang disintesis sebanyak empat jenis, yaitu membran kitosan sulfonat, dan kitosan sulfonat terimpregnasi cairan ionik *fatty imidazolium* iodida dengan memvariasikan tiga substitusi gugus alkil pada kation dengan gugus *cis*-oleil [$\text{cis-}\omega\text{-9-CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_2\text{-}$], *stearil* [$\text{trans-}\omega\text{-9-CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{-CH}_2\text{-}$], dan *palmitil* [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{-CH}_2\text{-}$]. Terhadap setiap membran komposit hasil sintesis akan dilakukan karakterisasi struktur menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *scanning electron microscopy* (SEM). Dan karakterisasi elektrokimia berdasarkan konduktivitas ionik membran menggunakan *Electron Impedance Spectroscopy* (EIS), serta kapasitas penukar ion.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk tahapan preparasi dan sintesis antara lain: *microwave* 850W, alat-alat gelas, satu set alat refluks, pemanas mantel, termometer raksa, *Magnetic Stirrer*, pemanas listrik, corong Buchner, pompa vakum, satu set alat *rotary evaporator*, neraca analitik, *aluminium foil*, kertas saring *Whatman 41 mantle heater*, Spektrofotometer Inframerah FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400), *Scanning Electron Microscope* (SEM, JSM-6360LA (JEOL)).

3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk keseluruhan penelitian ini adalah: asam *cis*-oleat p.a produk Merck, asam stearat p.a produk Merck, asam palmitat 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, kalsium oksida p.a produk Merck, etanol teknis produk Bratachem, kitosan teknis produk Bratachem, asam asetat teknis produk Bratachem, asam format p.a produk Merck, asam klorosulfonat p.a produk Merck, dimetilformamida p.a produk Merck, asam klorida p.a produk Merck.

3.4 Pembuatan Membran Kitosan

Satu gram kitosan dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 1% (v/v) dalam labu erlenmeyer bertutup. Campuran diaduk dengan pengaduk magnetik hingga seluruh kitosan larut. Kemudian dilakukan penyaringan agar kitosan yang tidak larut atau

pengotor dapat dipisahkan dari larutan. Kemudian larutan kitosan sebanyak 25 mL dituangkan kedalam cawan petri berukuran sama. Pelarut asam asetat 1% dibiarkan hingga menguap seluruhnya dalam suhu kamar selama 4-5 hari. Setelah semua pelarut menguap, larutan NaOH 4M ditambahkan sebagai koagulan. Membran kitosan kemudian dicuci dengan aqua dm hingga pH netral lalu dikeringkan di udara terbuka.

3.5 Pembuatan Membran Kitosan Sulfonat

Membran kitosan dimodifikasi dengan asam klorosulfonat dalam dimetil formamida (DMF) dengan bantuan gelombang mikro pada daya 560 Watt selama 70 detik. Sebelumnya dibuat terlebih dahulu asam klorosulfonat / dimetil formamida (DMF) yaitu dengan cara mereaksikan 5 mL asam klorosulfonat dalam 30 mL DMF pada suhu 0-4 °C, setelah itu campuran didiamkan hingga mencapai suhu ruang. Setelah dilakukan pemodifikasian dengan bantuan gelombang mikro, membran langsung dimasukkan ke dalam metanol kemudian dikeringkan diudara terbuka.

3.6 Sintesis Fatty imidazolinium Iodida

3.6.1 Sintesis Fatty Imidazoline

2,06 gram (20 mmol) dietilenatriamina, 40 mmol asam lemak (asam palmitat, asam stearat, atau asam cis-oleat) dan 20 gram kalsium oksida (CaO) dimasukkan ke dalam gelas kimia dan diaduk hingga merata. Campuran diiradiasi menggunakan *microwave* dengan daya 850W selama waktu tertentu dan suhu akhir dicatat. Pertama kali, dilakukan penentuan waktu optimal reaksi dengan cara mengukur suhu dari campuran setiap 1 menit. Setelah menunjukkan dua suhu maksimum, maka kemudian

reaksi dihentikan. Setelah waktu optimal reaksi diketahui, untuk reaksi selanjutnya *microwave* di set pada waktu tersebut.

Campuran reaksi dibiarkan hingga mencapai suhu ruangan. Kemudian campuran dipindahkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga. Etilasetat ditambahkan sebanyak 100 mL dan campuran kemudian dipanaskan sampai mendekati titik didih etilasetat, direfluks selama 2 jam. Campuran disaring dalam keadaan panas menggunakan corong buchner yang dihubungkan dengan pompa vakum. Kemudian filtrat dipisahkan dengan evaporator dengan cara memisahkan pelarut etil asetat. Produk merupakan semi-padatan berwarna kuning muda atau coklat kekuningan.

3.6.2 Sintesis *Fatty Imidazolinium Iodida*

1 mol *fatty imidazoline* ditambahkan metilen klorida hingga larut dan kemudian dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga. Ke dalam labu dasar bulat ditambahkan 1,5 mol metil iodida, selanjutnya campuran di refluks pada suhu konstan 38-40°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 40°C hingga kental.

3.7 Impregnasi *FtImzI* Pada Membran Kitosan Sulfonat

Impregnasi membran kitosan sulfonat dilakukan dengan cara perendaman membran dengan cairan ionik *fatty imidazolinium iodida* / metanol, dengan perbandingan antara cairan ionik *fatty imidazolinium iodida* dengan metanol 1 : 1 (v/v). Perendaman dilakukan selama 5 jam pada suhu ruang, kemudian membran divakum pada suhu 110°C selama 3 jam.

3.8 Tahap Karakterisasi

3.8.1 Analisis Struktur FTIR

Pada penentuan struktur atau gugus fungsi dari kitosan, kitosan sulfonat, *fatty imidazolinium iodida*, dan membran komposit 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.

Walaupun sebuah molekul yang paling sederhana sekalipun dapat memberikan spektrum yang sangat rumit, namun dari hal itu 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 (Silverstein, 1984).

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 struktur senyawa yang dihasilkan.

3.8.2 Penentuan Kapasitas Penukar Ion (KPI)

Membran dipotong dengan ukuran $1,5 \text{ cm}^2$ direndam dalam 50 mL HCl 0,01M selama 24 jam yang sudah dibakukan konsentrasinya dengan NaOH 0,01M standar yang sebelumnya telah distandarisasi dengan menggunakan asam oksalat. Setelah itu, larutan HCl hasil rendaman membran dipipet sebanyak 10 mL, kemudian dititrasi NaOH standar menggunakan indikator fenolphalein. Nilai KPI dapat diperoleh dengan menghitung hasil volume NaOH yang diperlukan untuk titrasi.

$$KPI = \frac{(v_{blanko} - v_{sampel}) \times [basa] \times f}{m}$$

m = massa membran (gram)

v = volume (mL)

[basa] = konsentrasi NaOH yang digunakan (M)

f = 5 (jika diambil aliquot 10 mL dari 50 mL)

3.8.3 Analisis Impedansi Spektroskopi

Untuk menentukan konduktivitas suatu material dapat digunakan analisis dengan alat impedansi spektroskopi. Untuk mengukur konduktivitas suatu membran, membran dipotong dengan ukuran $1,5 \text{ cm}^2$ kemudian direndam dalam H_2SO_4 0,01M selama 24 jam, kemudian membran dicuci dengan aqua dm hingga pH netral. Konduktansi membran diukur dengan alat impedansi untuk mengukur konduktivitasnya. Nilai hantaran jenis dapat diperoleh dengan perhitungan sebagai berikut :

$$\sigma = \frac{I}{V} \times \frac{l}{A}$$

Dengan : σ = konduktivitas (S/cm) I = kuat arus (A)

l = lebar membran (cm) V = tegangan (volt)

A = luas elektroda (cm^2)

3.8.4 Analisis SEM

Analisis *Scanning Elektron Microscopy* (SEM) dilakukan untuk mengetahui gambaran permukaan membran, sehingga dapat diketahui pengaruh dari hasil sulfonasi dan impregnasi *fatty imidazolinium* pada morfologi membran hasil preparasi.

