

## BAB III

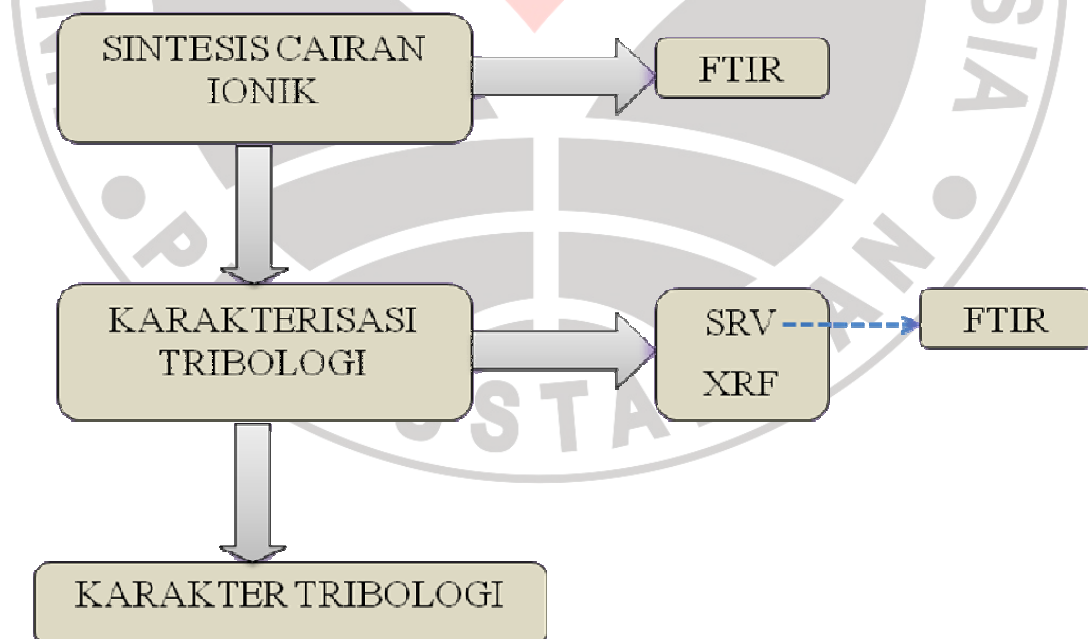
### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak Februari sampai Juli 2010 di Laboratorium Riset Kimia Makanan dan Material, dan Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia.

#### 3.2 Sistematika Penelitian

Penelitian akan dilakukan berdasarkan desain yang dapat digambarkan pada skema berikut:



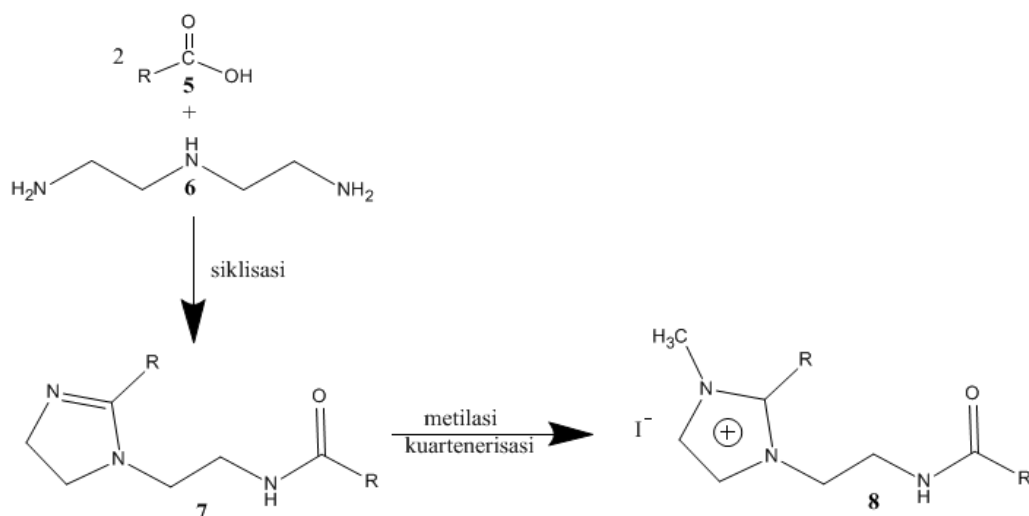
**Bagan 3.1** Disain Penelitian

Sintesis cairan ionik *fatty* imidazolinium dilakukan berdasarkan prosedur yang dikembangkan Bajpai *et al.* (2008) dan Hardian (2009). Total jumlah cairan ionik *fatty* imidazolinium yang disintesis sebanyak tiga, yaitu dengan memvariasikan tiga substitusi gugus alkil pada kation dengan gugus *cis*-oleil [*cis*- $\omega$ -9- $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CH}_2$ -], stearil [ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{-CH}_2$ -], dan palmitil [ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{-CH}_2$ -] dan iodida (I) sebagai anionnya. Terhadap setiap garam hasil sintesis akan dilakukan karakterisasi struktur menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), dan tribologi menggunakan *Schwingung-Reibung-Verschleiss* (SRV), dan *X-ray Fluorescence* (XRF).

### 3.2.1 Sintesis Cairan ionik *Fatty* Imidazolinium

Cairan ionik *fatty* imidazolinium dengan berbagai gugus alkil disintesis berdasarkan dua tahap reaksi (Gambar 3.1):

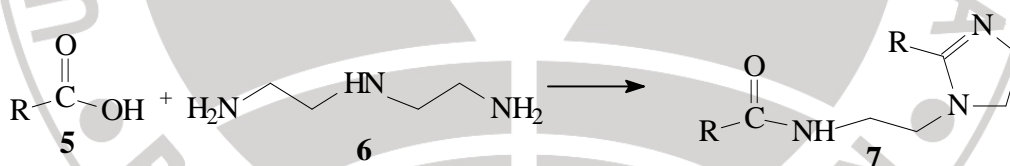
- a) pembentukan *fatty* imidazolin (7) dari asam lemak (5) dan dietilinetriamina (DETA, 6) melalui reaksi siklisasi
- b) metilasi-kuartenerisasi terhadap *fatty* imidazolin (7) menggunakan metil iodida (Hardian, 2009).



**Gambar 3.1** Sintesis Garam *Fatty* Imidazolinium Iodida

**Tahap Pertama:** Pembentukan *Fatty* imidazolin

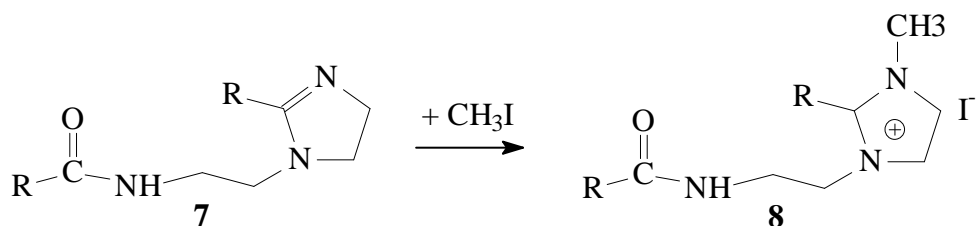
Untuk keperluan ini akan digunakan berbagai asam lemak (5) dengan R berbeda (palmitil, stearil, dan cis-oleil) dan dietilinetriamina (DETA, 6) melalui reaksi siklisasi (Bajpai *et al.*, 2008) dengan metode gelombang mikro (*microwave irradiation*) (Gambar 3.2).



**Gambar 3.2** Persamaan Reaksi Pembentukan *Fatty* imidazolin

**Tahap Kedua:** Metilasi-Kuartenerisasi Terhadap *Fatty* imidazolin

Pada tahap ini akan dilakukan metilasi dan pembentukan garam kuartener *fatty* imidazolinium (Gambar 3.3) dari reaksi antara *fatty* imidazolin (7) dengan metil iodida ( $\text{CH}_3\text{I}$ ) seperti yang dikembangkan oleh Rumpun Cairan Ionik, KBK Kimia Material UPI (Mudzakir, 2004).



**Gambar 3.3** Persamaan Reaksi Metilasi-Kuarternisasi Terhadap *Fatty* imidazolin

### 3.2.2 Karakterisasi Struktur

Karakterisasi struktur cairan ionik hasil sintesis akan dilakukan dengan metode spektroskopi infra merah (FTIR). Metode spektroskopi inframerah didasarkan pada penyerapan panjang gelombang inframerah. Inframerah pada spektroskopi adalah suatu radiasi elektromagnetik yang panjang gelombangnya lebih panjang dari cahaya tampak. Rentang bilangan gelombang IR antara 4000 – 400 cm<sup>-1</sup>. Umumnya spektroskopi IR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada suatu senyawa, terutama senyawa organik. Setiap serapan pada panjang gelombang tertentu menggambarkan adanya suatu gugus fungsi spesifik (Riyadi, 2009).

### 3.2.3 Metode Uji Karakter Tribologi

Uji karakter tribologi dari ketiga senyawa *fatty* imidazolinium dilakukan dengan berbagai metode dan instrumen. Tabel 3.1 berikut memperlihatkan metode dan instrumen yang digunakan untuk mengukur karakter tribologi yang relevan dan data keluaran yang diharapkan.

**Tabel 3.1** Metode Uji Karakter Tribologi

<b>Karakter Tribologi</b>	<b>Metode (Instrumen)</b>	<b>Data Keluaran</b>
Friksi, <i>Wear</i> , Dan Ketahanan Friksi	<i>Schwingung-Reibung-Verschleiss</i> (SRV)	Koefisien Friksi, <i>Wear</i> , dan Ketahanan Friksi
Unsur	<i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	Spektra Elektron

### 3.3 Alat dan Bahan

#### 3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk tahapan preparasi dan sintesis ketiga cairan ionik *fatty* imidazolinium antara lain: *microwave* LG 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*. Alat-alat untuk karakterisasi struktur digunakan FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400), dan tribologi digunakan SRV (SRV-III), dan XRF.

#### 3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk sintesis ketiga cairan ionik *fatty* imidazolinium antara lain: asam cis-oleat *ekstrak pure* 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, dan kalsium oksida p.a produk Merck.

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Sintesis Cairan Ionik *Fatty Imidazolinium Iodida*

Sintesis ketiga cairan ionik *fatty imidazolinium* dibagi ke dalam dua tahap diantaranya sintesis *fatty imidazolin* dan metilasi-kuatenerisasi. Dalam sintesis *fatty imidazolin* seringkali digunakan metode refluks, namun pada penelitian ini digunakan metode *microwave* yang berhasil diuji coba oleh Divya Bajpai dan Tyagi (2008) dan hasilnya sangat baik. Sedangkan dalam sintesis *fatty imidazolinium* (metilasi-kuatenerisasi) digunakan metode refluks sesuai dengan yang digunakan dalam penelitian Bajpai *et al.* (2008) dan Hardian (2009).

##### 3.4.1.1 Sintesis *Fatty Imidazolin*

Ke dalam gelas kimia *pyrex* ukuran 500 mL, dimasukkan 2,06 gram (20 mmol) dietilenatriamina (DETA), 40 mmol asam lemak (asam palmitat, asam stearat, atau asam *cis-oleat*) dan 20 gram kalsium oksida (CaO) secara hati hati dan diaduk hingga merata. Campuran pereaksi 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 80 mL dan campuran kemudian dipanaskan sampai

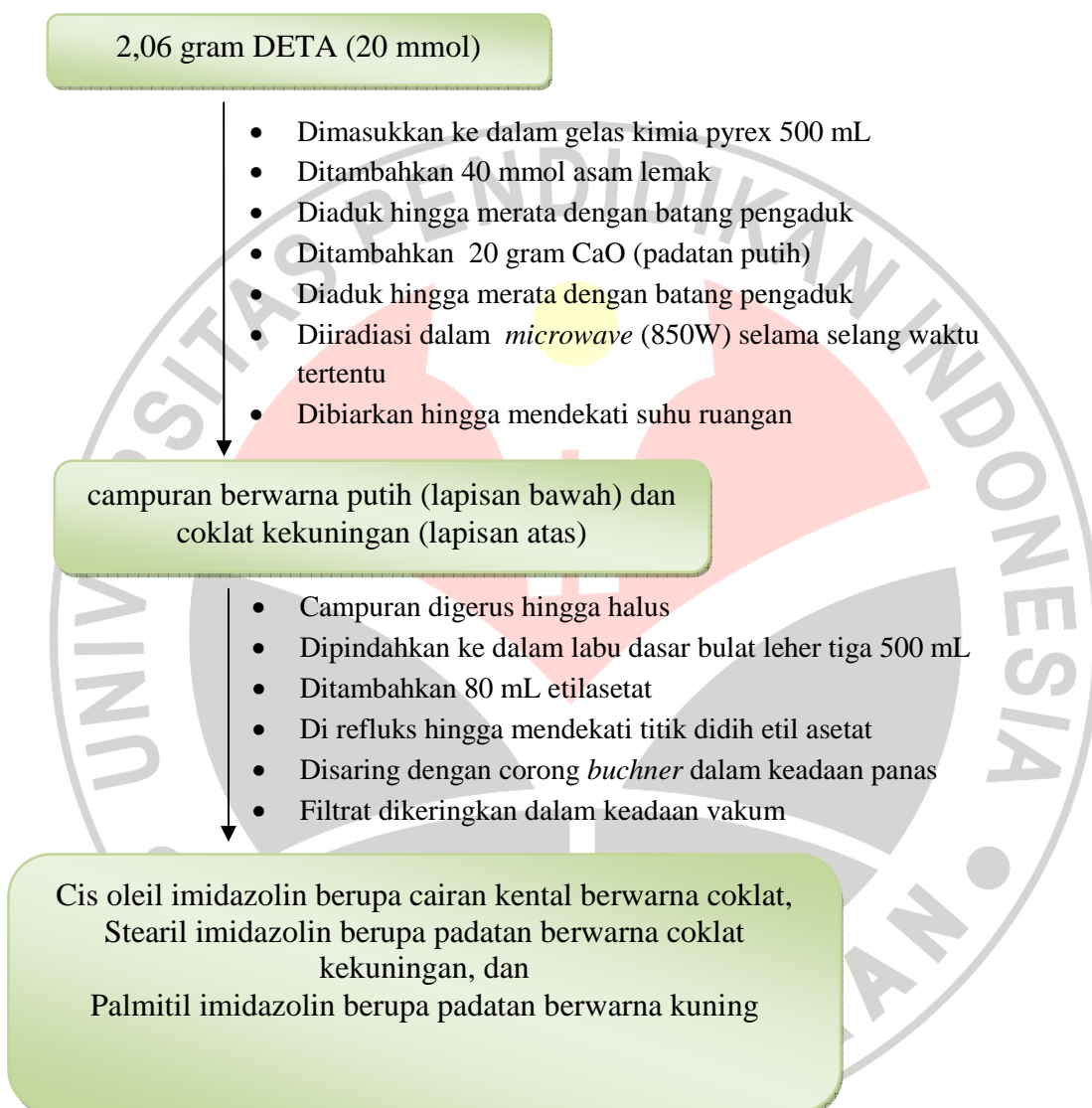
mendekati titik didih ( $40^{\circ}\text{C}$ ) etilasetat, kurang lebih dibutuhkan waktu 30 menit. Campuran disaring dalam keadaan panas menggunakan corong *Buchner* yang dihubungkan dengan pompa vakum. Kemudian filtrat dipekatkan dengan evaporator dengan cara memisahkan pelarut etil asetat. Produk merupakan semi-padatan berwarna kuning kecoklatan dengan bau yang khas.

#### 3.4.1.2 Sintesis *Fatty Imidazolinium Iodida*

Satu mol *fatty* imidazolin 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  $40^{\circ}\text{C}$  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  $80^{\circ}\text{C}$  kurang lebih selama 2 jam.

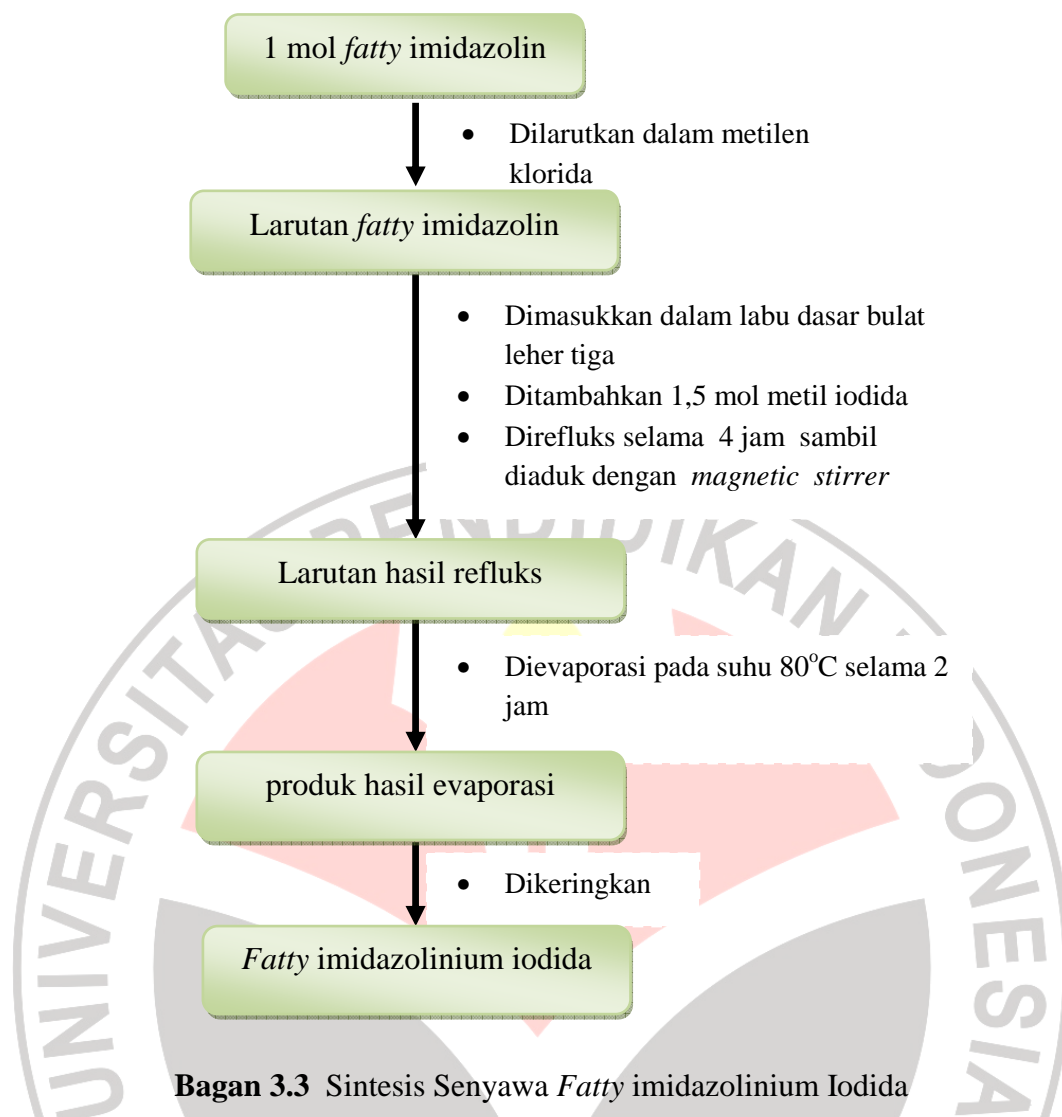
### 3.4.2 Diagram Alir Sintesis

Tahapan kerja dari metode penelitian ini ditunjukkan dengan Bagan 3.2 dan 3.3 di bawah ini:



**Bagan 3.2** Sintesis Senyawa *Fatty* Imidazolin





### 3.4.3 Tahapan Karakterisasi

#### 3.4.3.1 Analisis FTIR

Pada penentuan struktur atau gugus fungsi dari *fatty* imidazolinium 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.

#### 3.4.3.2 Uji Karakter Tribologi

Tahapan studi karakter friksi, *wear*, dan ketahanan friksi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui nilai koefisien friksi, *wear*, dan ketahanan friksi dari ketiga senyawa *fatty* imidazolinium yang disintesis. Pengujian karakter tribologi ini dilakukan di Laboratorium *Head Product Development*–PBD Pelumas Jakarta. Spesifikasi instrumen yaitu SRV tipe III, metode uji yang digunakan adalah metode standar D 5707-05. Rangkaian alat dikondisikan pada temperatur 80 °C, beban 200 N, frekuensi 50 Hz, amplitudo 1,00 mm, dan durasi pengujian selama 2 jam. Tahapan Uji Karakter Kandungan Unsur Senyawa Fluoresensi sinar-X (XRF) digunakan untuk mengetahui perubahan-perubahan yang terjadi akibat dari hasil uji SRV. Apabila dalam *fatty* imidazolinium terdapat elemen yang lain terutama logam maka dimungkinkan dari hasil uji SRV ada logam terbebaskan masuk ke dalam *fatty* imidazolinium.