

## BAB III

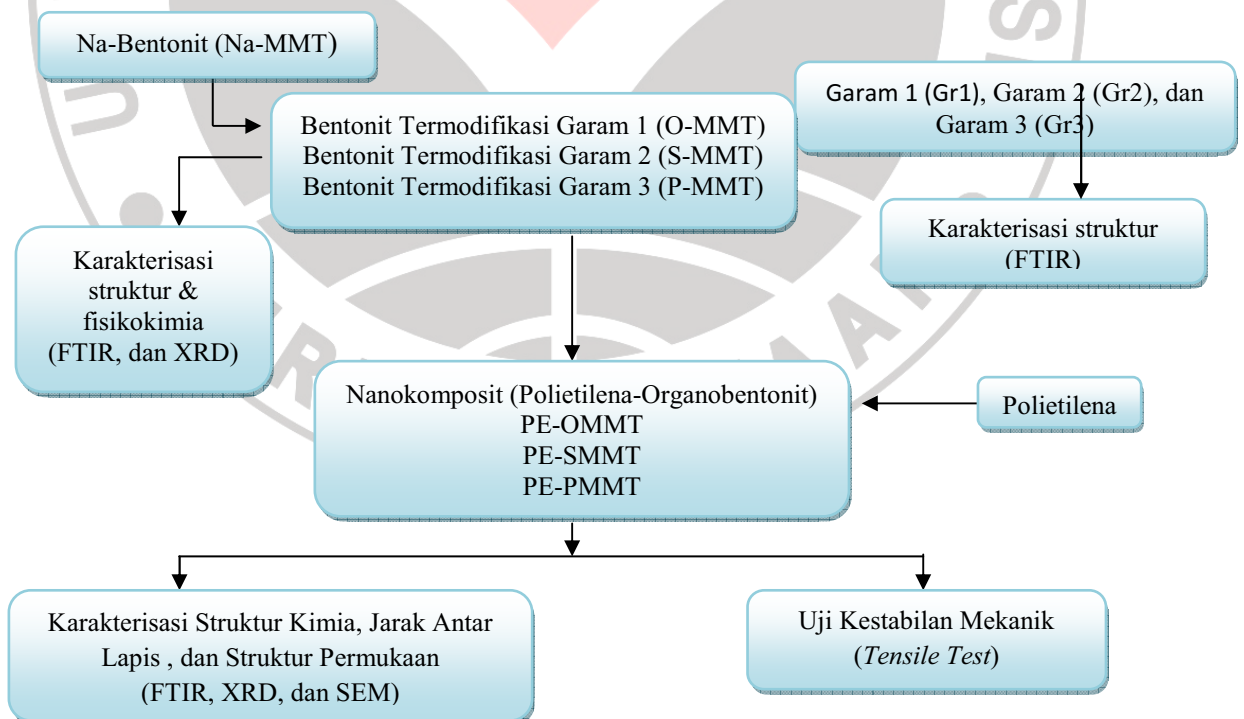
### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak bulan Februari sampai dengan bulan Juli 2010 di Laboratorium Riset Kimia Makanan dan Material, serta Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Untuk pengujian struktur mikro dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung, dan pengujian mekanis di laboratorium Uji Polimer LIPI Bandung.

#### 3.2 Sistematika Penelitian

Penelitian akan dilakukan berdasarkan pada skema berikut:



**Gambar 3.1** Skema Desain Penelitian

### 3.3 Alat dan Bahan

#### 3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan antara lain:

Satu set alat *rotary evaporator* merk *Shimadzu*, Jepang, neraca analitik, *microwave* LG 850W, alat-alat gelas, *Magnetic Stirrer*, *Aluminum foil*, Satu set alat refluks, Kertas saring *Whatman 41*, Corong *Buchner*, *Vaccum*, *Hot plate*, Spektrofotometer Inframerah FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400), *Scanning Electron Microscope* (SEM, JSM-6360LA (JEOL)), X-Ray Diffraction (XRD, PANalytical B.V) dan *Universal Testing Machine* (Orientec Co.Ltd, Model UCT-5T).

#### 3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk keseluruhan penelitian ini meliputi Bentonit hibah dari PT. Madu Lingga Perkasa Gresik Jawa Timur, asam oleat-*cis* 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, asetonitril teknis produk Bratachem, metilen klorida teknis produk Bratachem, etil asetat teknis produk Bratachem, kalsium oksida p.a produk Merck, metanol teknis produk Bratachem, dan n-heksana teknis produk Bratachem. Natrium karbonat produk Bratachem, Asam klorida produk Bratachem, Amonium klorida produk Bratachem, Etanol teknis produk Bratachem, dan Polietilen produk Indorama.

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi Bentonit

Preparasi bentonit dilakukan berdasarkan metode yang dilakukan Shitinarsuan (1990) prosesnya terbagi kedalam 2 tahap, tahap pertama yaitu pencucian bentonit dan tahap kedua pembentukan Na-Bentonit. Tahap pertama yaitu pencucian terhadap bentonit. 100 gram bentonit dipanaskan pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam, kemudian dimasukkan kedalam gelas kimia 1L. Ditambahkan aquades sampai volume 800mL dan diaduk menggunakan *magnetic stirer* selama 2 jam. Endapan yang diperoleh ditambahkan kembali aquades sampai volume 800mL, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirer* selama 2 jam. Setelah 2 jam, filtrat dan endapan dipisahkan kembali. Endapan yang diperoleh kemudian ditambahkan kembali aquades sampai volume 800mL kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirer* selama 3 hari. Setelah itu, endapan dipisahkan dengan filtrat dan dikeringkan.

Setelah bentonit dicuci, tahap kedua yaitu pembentukan Na-Bentonit. 50 gram bentonit hasil pencucian ditambahkan 50 mL 0,2-0,6% w/v larutan natrium karbonat. Campuran diaduk selama 1 jam sambil dipanaskan pada suhu  $90^{\circ}\text{C}$ . Setelah itu, campuran ditambahkan 0,6-2,7 g HCl 30% dan 1,7-7,7 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  20%. Campuran didiamkan selama 24 jam, kemudian dikeringkan pada suhu  $90^{\circ}\text{C}$ . Setelah kering Na-Bentonit digiling dan disaring dengan penyaring 200 mesh.

#### 3.4.2 Sintesis Garam *Fatty* Imidazolinium Iodida

Sintesis cairan ionik *fatty* imidazolinium dibagi ke dalam dua tahap diantaranya sintesis *fatty* imidazolin dan metilasi-kuartenerisasi. Dalam sintesis

*fatty* imidazolin seringkali digunakan metode refluks, namun pada penelitian ini digunakan metode *microwave* yang berhasil diujicobakan 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 Divya Bajpai dan Tyagi, 2008.

#### 3.4.2.1 Sintesis *Fatty Imidazolin*

Ke dalam gelas kimia pyrex ukuran 500 mL, dimasukkan 2,06 gram (20 mmol) dietilenatriamina, 40 mmol asam lemak (asam palmitat, asam stearat, atau asam oleat-cis) dan 20 gram kalsium oksida (CaO) secara hati-hati dan diaduk hingga merata. Campuran pereaksi diiradiasi menggunakan *microwave* dengan daya 800W 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°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 coklat kekuningan.

#### 3.4.2.2 Sintesis *Fatty* Imidazolinium Iodida

1 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°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°C kurang lebih selama 2 jam.

#### 3.4.3 Modifikasi Bentonit

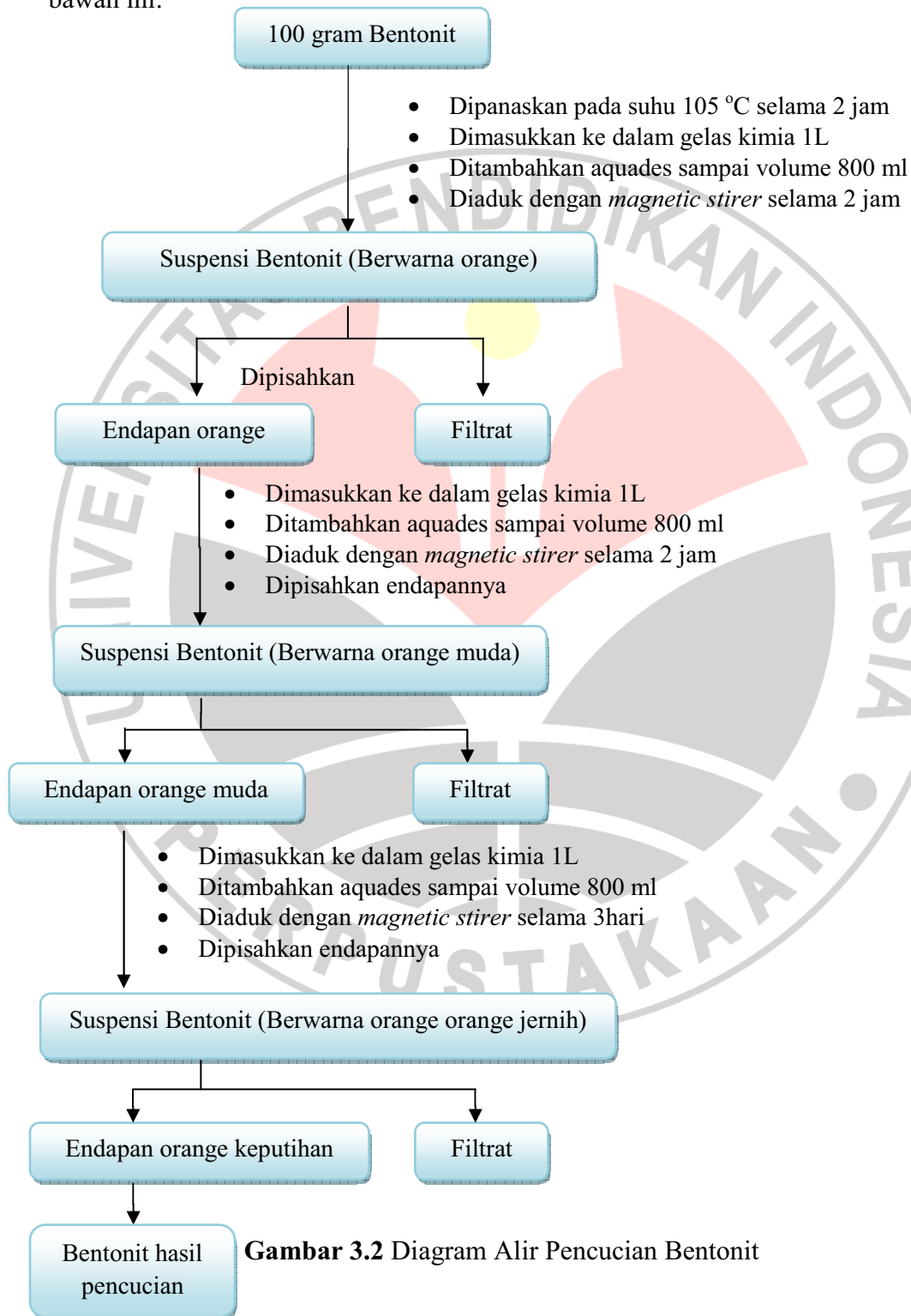
0,25 gram *fatty* imidazolinium iodida dilarutkan dalam etanol dan 1 gram Na-bentonit dilarutkan dalam air, kedua larutan dicampurkan. Campuran kemudian direfluks selama 8 jam pada suhu 70-80 °C. setelah 8 jam larutan hasil refluks disaring dengan menggunakan corong buchner sambil ditambahkan etanol hangat. Uji kandungan (I) dalam filtrat dengan penambahan AgNO<sub>3</sub>. Penyaringan dihentikan ketika endapan bebas dari (I) atau filtrat hasil penyaringan sudah tidak terbentuk endapan putih ketika ditambahkan AgNO<sub>3</sub>. Endapan dikeringkan pada suhu 100-120°C. Diperoleh bentonit termodifikasi (organobentonit).

#### 3.4.4 Interkalasi Polimer-Silikat

Interkalasi Polietilena dan bentonit termodifikasi dengan persentase 3%, dilakukan di dalam sebuah ekstruder (*laboplastomill*). Proses pencampuran dilakukan pada suhu diatas titik leleh polietilen.

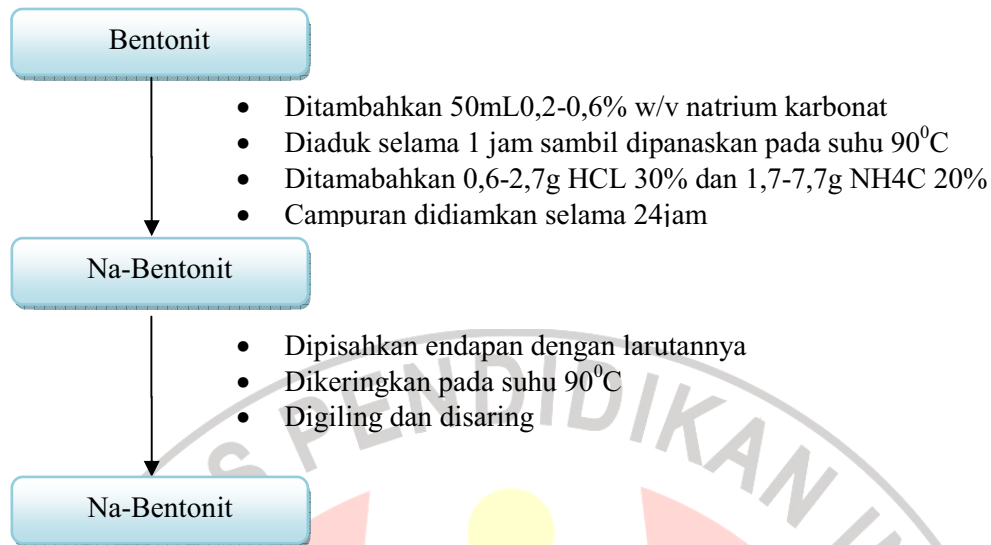
### 3.5. Diagram Alir Percobaan

Tahapan kerja dari metode penelitian ini ditunjukkan dengan diagram di bawah ini:

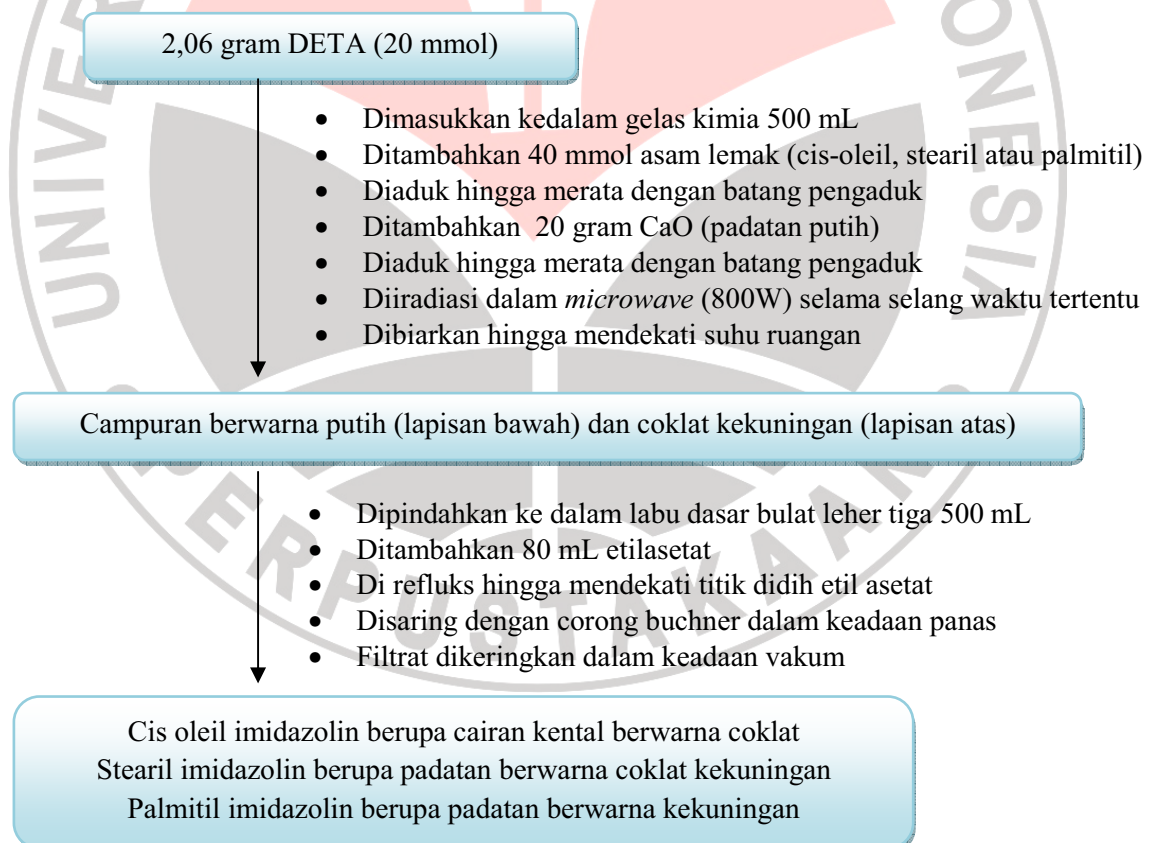


**Gambar 3.2** Diagram Alir Pencucian Bentonit

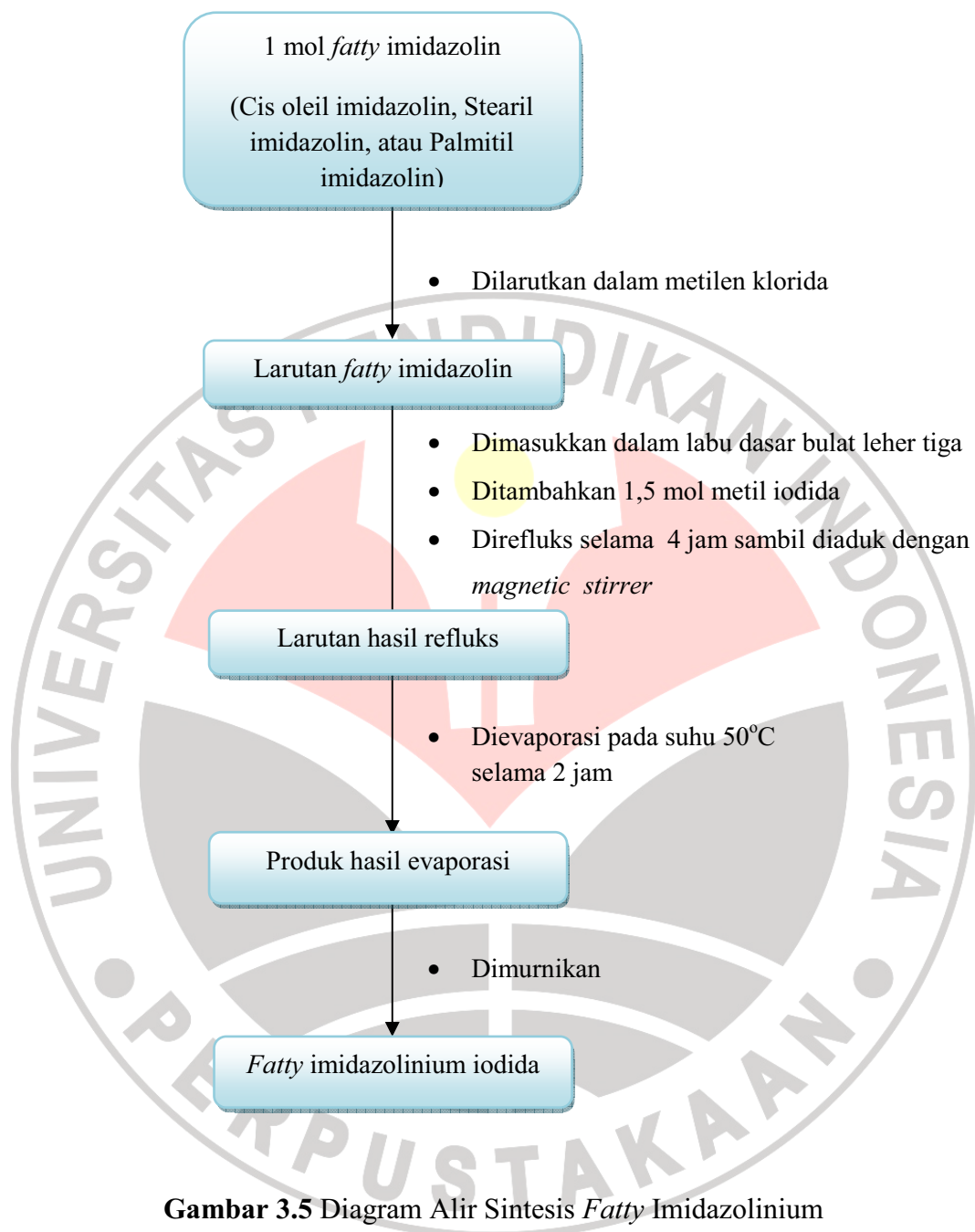




**Gambar 3.3** Diagram Alir Preparasi Na-Bentonit

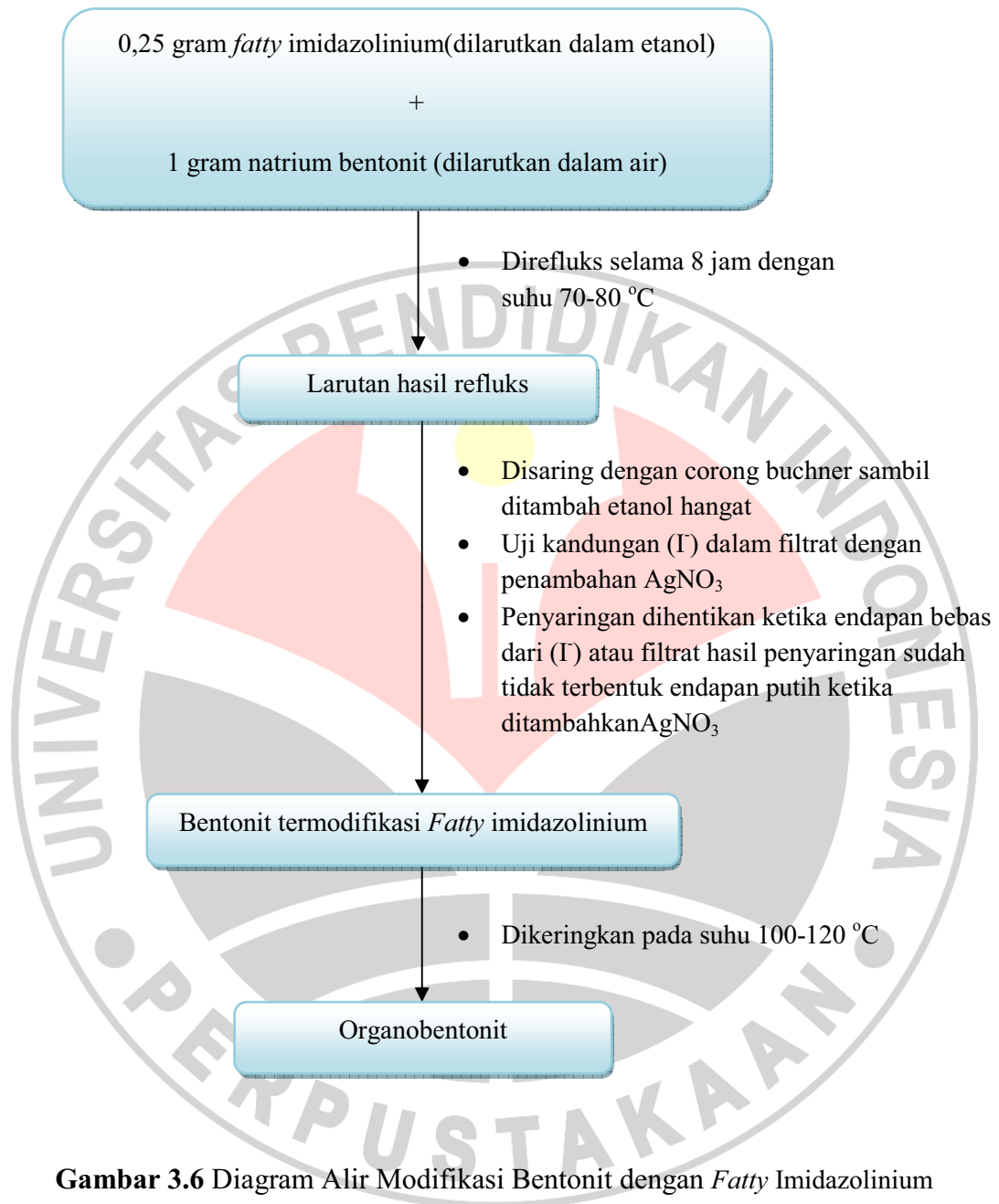


**Gambar 3.4** Diagram Alir Sintesis *Fatty* Imidazolin



**Gambar 3.5** Diagram Alir Sintesis *Fatty* Imidazolinium





**Gambar 3.6** Diagram Alir Modifikasi Bentonit dengan *Fatty* Imidazolium

## 3.6 Tahapan Karakterisasi

### 3.6.1 Metode Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Pada penentuan struktur atau gugus fungsi dari pemodifikasi organik *fatty* imidazolinium, bentonit termodifikasi (organobentonit), dan nanokomposit polietilena-montmorillonit 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.

### 3.6.2 Metode X-Ray Difraktometri (XRD)

Difraksi sinar-X (XRD) digunakan untuk mengetahui perubahan-perubahan yang terjadi akibat bentonit yang dimodifikasi menjadi organobentonit. Bentonit termodifikasi *fatty* imidazolinium diperoleh melalui proses pertukaran kation pada bentonit dengan kation cairan ionik imidazolinium. Keberhasilan proses pertukaran kation. Apabila jarak antar bidang pada bentonit berbeda

dengan jarak antar bidang organobentonit maka dimungkinkan *fatty* imidazolinium terdapat di bagian *interlayer* bentonit. Selain itu, analisis XRD juga digunakan untuk mengetahui perubahan yang terjadi pada bagian *interlayer* bentonit termodifikasi setelah dicampurkan dengan polimer melalui metoda *melt-blending* ( interkalasi lelehan) sehingga dihasilkan nanokomposit. Analisis XRD dilakukan di Laboratorium XRD Pusat Survei Geologi Bandung.

### **3.6.3 Metode Scanning Electron Microscopy (SEM)**

*Scanning Elektron Microscopy* (SEM) berfungsi untuk menganalisis permukaan nanokomposit polietilena-organobentonit yang dihasilkan. Hasil dari analisis SEM ini dapat menunjukkan struktur permukaan bentonit termodifikasi yang terinterkalasi oleh polietilen saat pencampuran. Analisis SEM dilakukan di laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung.

### **3.6.4 Analisis Kestabilan Mekanik**

Terhadap Nanokomposit polietilena-montmorillonit dilakukan pengujian sifat mekanik yaitu kekuatan tariknya (*Tensile strength*) menggunakan mesin uji universal. Pengujian dilakukan di laboratorium uji polimer pusat penelitian fisika LIPI Bandung. Dari hasil pengujian dapat diketahui peningkatan sifat mekanik polietilena setelah pembentukan nanokomposit dengan bentonit termodifikasi.