

## BAB III

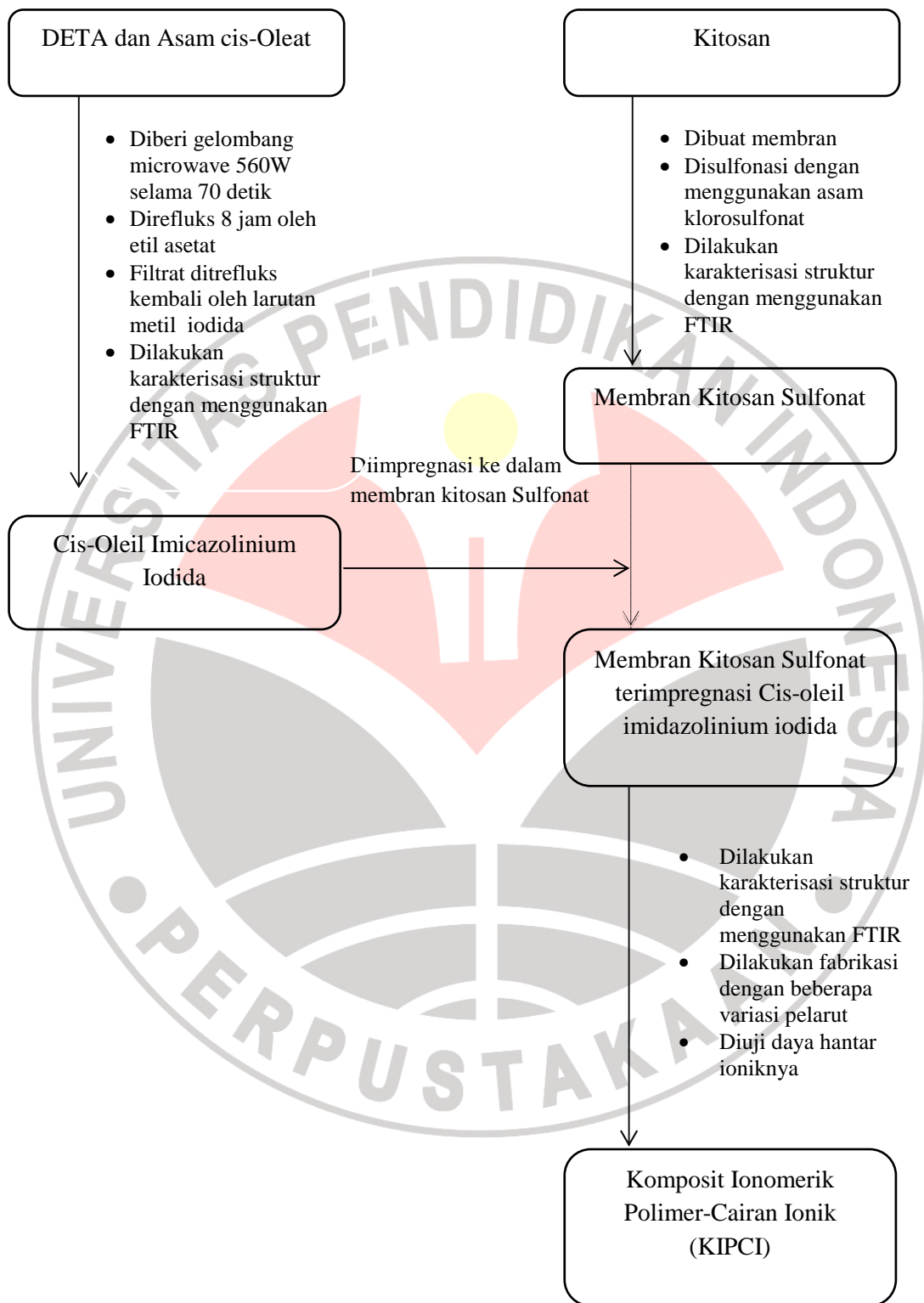
### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak Februari sampai dengan Juli 2011. Sintesis cairan ionik, sulfonasi kitosan, impregnasi cairan ionik, preparasi KIPCI, serta analisis aktuasi KIPCI dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis spektroskopi infra merah (FTIR) dan uji aktuasi komposit dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

#### 3.2 Sistematika Penelitian

Sistematika penelitian dibagi dalam tiga tahap. Tahap pertama adalah tahap preparasi yang terdiri dari sintesis membran kitosan sulfonat dan sintesis cairan ionik *cis*-oleil imidazolinium iodida (*cis*-OI-imZI). Masing-masing dari produk sintesis tersebut dikarakterisasi strukturnya dengan menggunakan FTIR. Tahap kedua adalah tahap impregnasi cairan ionik *cis*-OI-imZI ke dalam membran kitosan sulfonat. Produk hasil impregnasi dikarakterisasi strukturnya dengan menggunakan FTIR dan diuji konduktivitas ioniknya dengan menggunakan rangkaian alat konduktometer. Tahap ketiga adalah fabrikasi Komposit Ionomerik Polimer-Cairan Ionik (KIPCI) yang kemudian diuji aktuasinya dengan menggunakan SHIMADZU NES.



**Gambar 3.1** Skema Desain Penelitian

### **3.3 Sintesis Membran Kitosan Sulfonat Terimpregnasi Cis-Oleil Imidazolinium Iodida (cis-OI-imzI)**

#### **3.3.1 Alat dan Bahan**

##### ***Alat***

Peralatan yang digunakan untuk tahapan preparasi dan sintesis cairan ionik antara lain 1 set alat *rotary evaporator* (BUCHI); 1 set alat refluks; neraca analitik; alat-alat gelas; *melting block*; spatula; *magnetic stirrer*; *mantle heater*; *freezer*, corong *Buchner*, *aluminum foil*, *microwave* LG MS-2327ARB 850W dan *waterbath shaker* EYELA. Sedangkan untuk karakterisasinya menggunakan spektrofotometer Inframerah FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400).

##### ***Bahan***

Bahan-bahan yang digunakan untuk keseluruhan penelitian ini adalah: 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, etanol teknis produk Bratachem, kitosan teknis produk Bratachem, asam asetat teknis produk Bratachem, asam klorosulfonat p.a produk Merck, dimetilformamida p.a produk Merck.

#### **3.3.2 Pembuatan Membran Kitosan**

Pembuatan membran kitosan mengacu pada metode yang digunakan pada penelitian sebelumnya (Sumirat, 2011). Satu gram kitosan dilarutkan dalam 100 ml asam asetat 1 % (v/v) dalam labu erlenmeyer. Setelah itu, 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 aquades hingga pH netral lalu dikeringkan di udara terbuka.

### **3.3.3 Pembuatan Membran Kitosan Sulfonat**

Metode sulfonasi yang digunakan mengacu pada penelitian sebelumnya (Sumirat, 2010). Dibuat terlebih dahulu asam klorosulfonat dalam 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. Membran kitosan kemudian dimodifikasi dengan asam klorosulfonat dalam dimetil formamida (DMF) melalui bantuan gelombang mikro pada daya 560 Watt selama 70 detik. Setelah dilakukan pemodifikasian dengan bantuan gelombang mikro, membran langsung dimasukkan ke dalam metanol kemudian dikeringkan di udara terbuka.

### **3.3.4 Sintesis cis-OI-imzI**

Metode yang digunakan mengacu pada penelitian sebelumnya (Sumirat, 2010). Sintesis kristal cair ionik cis-OI-imzI dibagi ke dalam dua tahap diantaranya sintesis cis-oleil imidazoline dan metilasi-kuartenerisasi menghasilkan cis-OI-imzI. Dalam sintesis cis-oleil imidazoline 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 *cis*-Oleil-imzI (metilasi-kuatenerisasi) digunakan metode refluks sesuai dengan yang digunakan dalam penelitian Divya Bajpai dan Tyagi, 2008.

### ***Sintesis Cis-Oleil Imidazoline***

Ke dalam gelas kimia pyrex ukuran 500 mL, dimasukkan 2,06 gram (20 mmol) dietilenatriamina, 40 mmol asam lemak (asam oleat-*cis*) 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.

### ***Sintesis cis-Ol-imzI***

Sebanyak 1 mol cis-oleil imidazoline ditambahkan metilen klorida hingga larut dan kemudian dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga. Ke dalam labu dasar bulat ditambahkan 2 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.

### **3.3.5 Impregnasi cis-Ol-imzI Pada Membran Kitosan Sulfonat**

Impregnasi membran kitosan sulfonat dilakukan dengan cara perendaman membran dengan cairan ionik cis-Ol-imzI / metanol, dengan perbandingan antara cairan ionik cis-Ol-imzI dengan metanol yaitu 1 : 1 (m/m). Perendaman dilakukan selama 5 jam pada suhu ruang, kemudian membran divakum pada suhu 110 °C selama 3 jam.

### **3.3.6 Analisis Struktur FTIR**

Pada penentuan struktur atau gugus fungsi dari kitosan, kitosan sulfonat, cis-Ol-imzI, dan membran kitosan yang terimpregnasi cis-Ol-imzI 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.

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). Dengan demikian, adanya kesesuaian ataupun perbedaan puncak yang teramati dapat menjelaskan struktur senyawa yang dihasilkan.

### **3.4 Fabrikasi dan Uji Aktuasi Komposit Ionomerik Polimer-Cairan Ionik (KIPCI)**

#### **3.4.1 Alat dan Bahan**

##### ***Alat***

Alat yang digunakan dalam preparasi dan uji aktuasi KIPCI adalah solatip, alat suntik, plastik warp, kabel, plat besi, dan instrumen suplayer listrik SHIMADZU NES untuk uji aktuasi KIPCI.

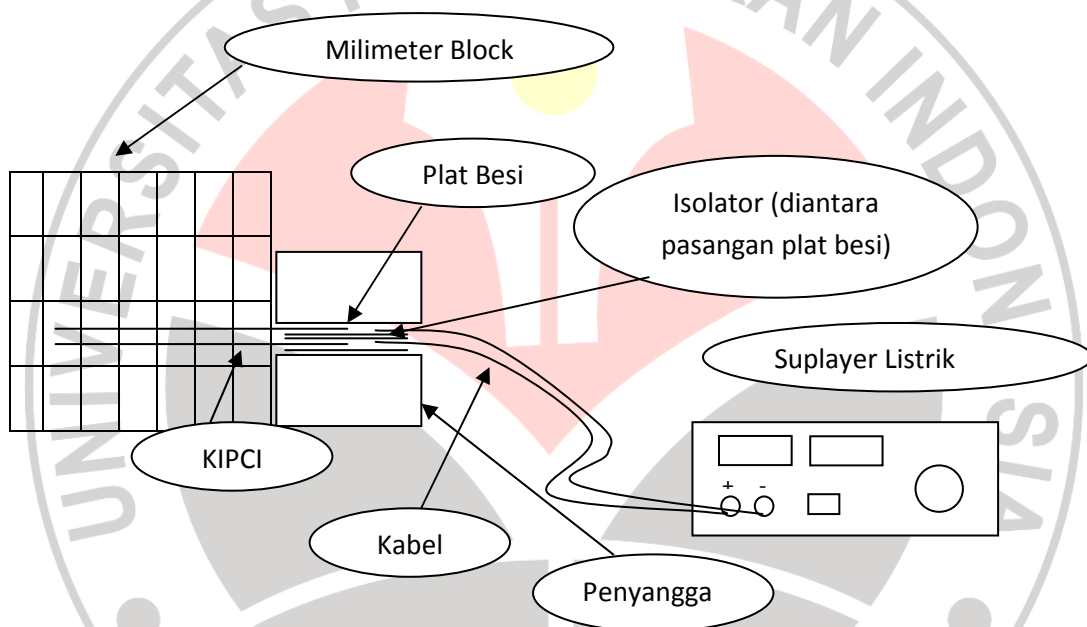
##### ***Bahan***

Bahan yang digunakan dalam proses preparasi dan uji aktuasi KIPCI adalah membran kitosan sulfonat yang telah diimpregnasi oleh cis-oleil imidazolinium iodida serta varian pelarut yang digunakan yaitu metanol, metanol-(cis-OI-ImZI) dengan perbandingan 9:1, 8:2, 7:3, 6:4 dan 5:5.

#### **3.4.2 Prosedur Penelitian**

Hal yang pertama dilakukan adalah membuat KIPCI dengan cara sepasang membran dipotong dengan ukuran 2x0,5cm. Pemotongan dengan luas permukaan kecil dengan perbandingan panjang dan lebar yang cukup signifikan, yaitu 4 : 1 diharapkan menghasilkan aktuasi yang optimal. Setelah itu, kedua membran

direkatkan dengan menggunakan plastik wrap. Digunakan plastik wrap disebabkan plastik wrap memiliki ketipisan yang pas sehingga tidak mengganggu proses aktuasi membran. Dengan demikian, KIPCI yang telah siap digunakan. Alternatif lain yang dapat digunakan adalah aluminium foil. Akan tetapi aluminium kuran elastis sehingga dapat mengganggu dalam proses aktuasi membran. Setelah itu, semua alat dirangkai seperti berikut gambar ini :



**Gambar 3.1.** Rangkaian Alat Pengujian Aktuasi KIPCI

Setelah semua alat dirangkai, dilakukan pengujian aktuasi. Langkah pertama, plat yang telah disisipi KIPCI didekatkan pada milimeter blok dan diberi suatu pemberat sehingga plat tidak mungkin bergerak. Hal ini disebabkan karena kita ingin melihat pergerakan (aktuasi) KIPCI sehingga plat yang menyangga KIPCI tidak boleh sama sekali bergerak.



Langkah selanjutnya yaitu dilakukan langkah pengujian dengan menyuntikan pelarut terlebih dahulu, kemudian divariasikan voltase dari mulai 1 V sampai 10 V selama masing-masing 60 detik dan dilihat aktuasi dari KIPC tersebut pada masing-masing voltase dan variasi pelarutnya. Varian pelarut yang digunakan antara lain: metanol, metanol-(cis-Ol-ImzI) dengan perbandingan 9:1, 8:2, 7:3, 6:4 dan 5:5, dan cis-Ol-ImzI).

