

BAB III

METODE PENELITIAN

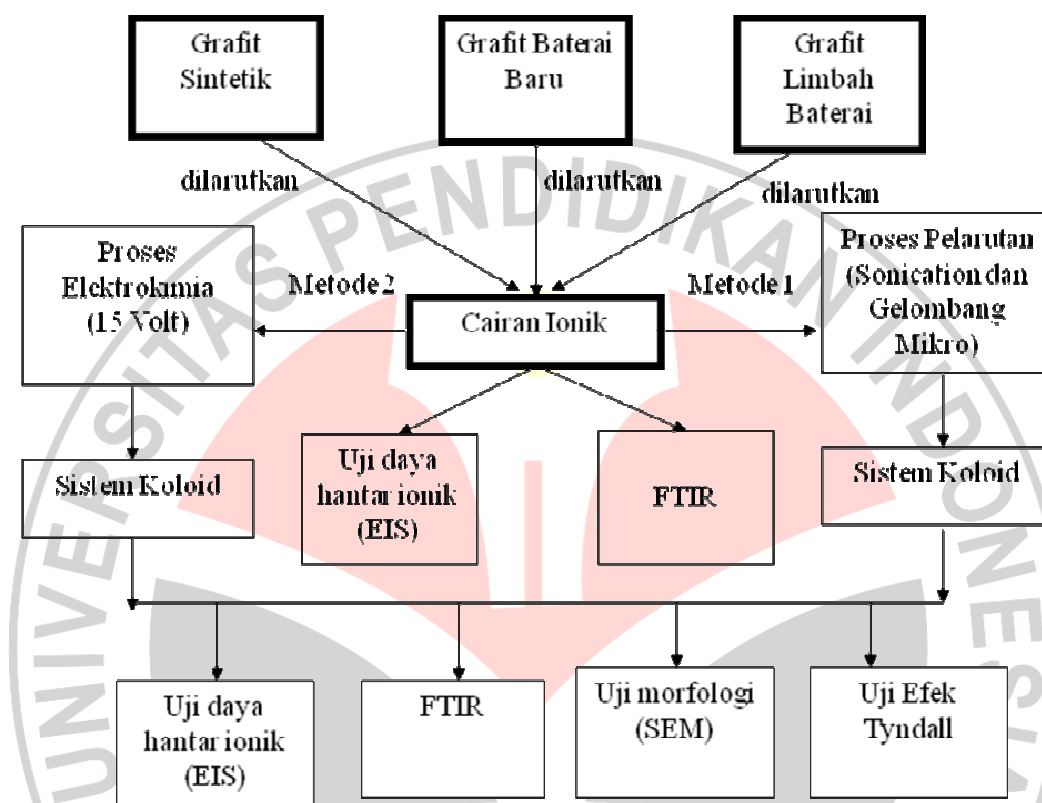
3.1 Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian ini dimulai sejak Maret sampai dengan September 2011. Sintesis cairan ionik 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 daya hantar ion dari cairan ionik (EIS) dilakukan di Laboratorium Kimia Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan Bandung.

3.2 Alur Penelitian

Sistematika penelitian dibagi dalam empat tahap, yaitu preparasi (sintesis) cairan ionik, karakterisasi struktur cairan ionik, proses pelarutan dan proses elektrokimia grafit, uji konduktivitas cairan ionik dan grafit hasil eksfoliasi, serta tahap karakterisasi grafit sebelum dan setelah dilarutkan dalam cairan ionik.

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



Gambar 3.1 Alur Penelitian

3.2.1 Sintesis Cairan Ionik Berbasis Garam Benzotriazolium

Pada tahap ini dilakukan sintesis dua jenis cairan ionik yaitu 1,3-oktilmetil-benzotriazolium bromida ([MOBzt] Br) dan 1,3-oktilmetil-benzotriazolium asetat ([MOBzt] CH₃COO). Cairan ionik ini disintesis berdasarkan adaptasi prosedur yang telah dikembangkan dalam literatur (Forsyth, *et al.*, 2003 dan Mudzakir, 2004).

3.2.1.1 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*; *freezer* dan corong *Buchner*.

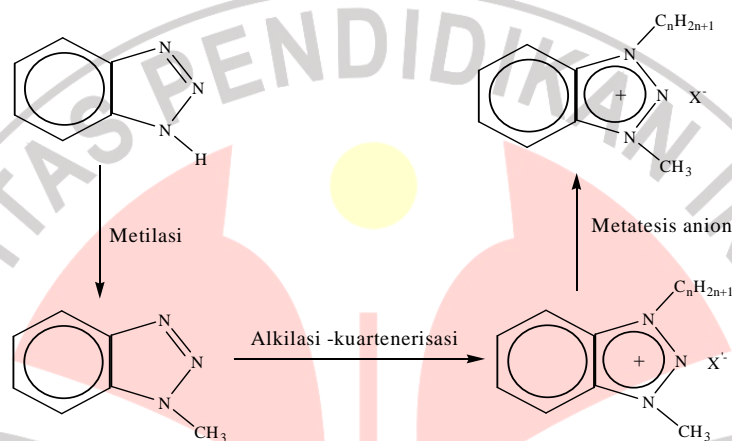
Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk keseluruhan penelitian ini adalah: 1H-benzotriazol p.a. produk *Merck* dan *Fluka*; dimetil sulfat p.a. produk *Bratachem*; oktil bromida p.a. produk *Fluka*; etil bromida p.a. produk *Fluka*; heksil bromida p.a. produk *Fluka*; HCl p.a. produk *Merck*; NaOH p.a. produk *Merck*; CuSO₄ p.a. produk *Merck*; etil asetat p.a. produk *Merck*; n-Heksan teknis produk *Bratachem*; asetonitril p.a. produk *Merck*; metanol p.a. produk *Merck*; etanol p.a. produk *Merck*; perak asetat p.a. produk *Merck*; kertas saring *Whattman 41*, selulosa dan aquades.

3.2.1.2 Prosedur Penelitian

Pada tahap sintesis cairan ionik dapat dibagi ke dalam dua tahap, yaitu pembentukan kation yang diinginkan dan pergantian anion untuk membentuk produk yang diinginkan (Gordon, 2003). Pada penelitian ini, tahap pembentukan kation melalui dua tahapan reaksi, yaitu metilasi 1H-benzotriazol dan alkilasi-kuartenerisasi 1-metil benzotriazol dengan

menggunakan oktil bromida untuk mendapatkan kation $[\text{MOBzt}]^+$. Tahap selanjutnya adalah reaksi pergantian anion melalui reaksi metatesis dengan menggunakan garam perak yaitu perak tiosianat dan perak asetat dalam pelarut metanol. Alur preparasi cairan ionik berbasis benzotriazolium dapat digambarkan sebagai berikut (Mudzakir, 2006):



Gambar 3.2 Skema Sintesis Garam 1,3-alkilmetil-1,2,3-Benzotriazolium

Sintesis Kristal 1-Metil Benzotriazol (MBzt)

Sebanyak 50 gram 1H-benzotriazol (0,42 mol) dilarutkan kedalam larutan natrium hidroksida dalam air (0,84 mol). Ke dalam larutan tersebut ditambahkan 40 mL dimetilsulfat (0,42 mol) dan diaduk selama 24 jam pada suhu kamar. Setelah melalui proses pengadukan, larutan ditambahkan dengan asam klorida dan selanjutnya diekstrak menggunakan etil asetat. Larutan tersebut membentuk dua lapisan yang kemudian dipisahkan. Fasa organik (lapisan atas) kemudian ditambahkan dengan magnesium sulfat anhidrat untuk menghilangkan air. Setelah melalui proses penyaringan, dilakukan proses evaporasi terhadap filtrat yang dihasilkan menggunakan *rotary evaporator*

vacuum pada suhu sekitar 60-70°C. Setelah itu, hasil evaporasi didinginkan dengan cara dimasukkan dalam *freezer* sehingga terbentuk kristal 1-metil-benzotriazol. Kristal ini disaring secara cepat dengan menggunakan corong buchner dalam keadaan dingin kemudian dimurnikan dengan cara rekristalisasi menggunakan n-heksan. Kristal yang terbentuk dilarutkan dalam n-heksan dengan bantuan pemanasan. Setelah didekantasi, larutan tersebut kemudian dimasukkan ke dalam *freezer* hingga terbentuk kristal murni 1-metil-benzotriazol. Kristal tersebut diuji titik lelehnya dengan menggunakan *melting block* dan dilakukan analisa menggunakan FTIR.

Tahap II : Oktilasi-Kuartenerisasi Terhadap 1-Metil-1,2,3-Benzotriazol

Pada tahap ini akan dilakukan alkilasi dan pembentukan garam kuartener benzotriazolium dari reaksi antara 1-metil-1,2,3-benzotriazol dengan menggunakan oktil bromida.

Sintesis Cairan Ionik 1,3-Metiloktil-1,2,3-Benzotriazolium Bromida ([MOBzt]Br)

Cairan ionik 1,3-metiloktil-1,2,3-benzotriazolium bromida disintesis melalui reaksi antara 1-metil benzotriazol dan oktilbromida. Sebanyak 10 gram kristal 1-metil benzotriazol (75 mmol) dilarutkan dalam asetonitril dan dimasukkan dalam labu dasar bulat pada set alat refluks. 15 mL oktilbromida (85 mmol) ditambahkan dan direfluks selama 24 jam pada suhu 75-85°C. Setelah direfluks, produk yang dihasilkan dievaporasi dengan *rotary*

evaporator vacuum pada suhu 80°C . Cairan ionik yang terbentuk disimpan dalam botol dan ditutup dengan menggunakan *aluminium foil*.

Tahap III: Reaksi Metatesis Anion

Pada tahap ini, dilakukan pergantian anion dengan mereaksikan garam 1,3-oktilmetil benzotriazolium bromida dengan garam perak dari anion yang digunakan.

Sintesis Cairan Ionik 1,3-Metiloktil-1,2,3-Benzotriazolium Asetat ([MOBzt]CH₃COO)

Cairan ionik 1,3-metiloktil-1,2,3-benzotriazolium asetat disintesis melalui reaksi metatesis antara [MOBzt]Br dengan CH₃COOAg berlebih dalam pelarut metanol. Sebanyak 1,413 gram [MOBzt]Br (4,33 mmol) ditambahkan dengan 0,840 gram CH₃COOAg (5,03 mmol) dalam pelarut metanol kemudian diaduk dengan menggunakan pengaduk magnet selama 6 jam pada suhu kamar. Produk kemudian disaring dan dievaporasi hingga diperkirakan pelarut tersebut menguap seluruhnya. Cairan ionik [MOBzt]CH₃COO kemudian disimpan dalam botol vial kecil.

3.2.2 Karakterisasi Struktur Cairan Ionik

Karakterisasi struktur senyawa hasil sintesis dilakukan dengan metode spektroskopi infra merah (FTIR). Analisis FTIR ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA

Universitas Pendidikan Indonesia dengan menggunakan alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400).

3.2.3 Preparasi Grafit

Grafit diambil dari tiga sumber yaitu, grafit sintetik, grafit baterai baru dan grafit limbah baterai. Awalnya grafit limbah baterai dikikir menggunakan cutter untuk mengambil grafit yang melekat pada elektroda. Kemudian grafit limbah baterai dioven pada suhu 40° C. Grafit yang telah kering disimpan di tempat tertutup. Grafit limbah baterai siap untuk diproses.

3.2.4 Pelarutan Grafit

Dalam tahap pelarutan grafit, cairan ionik yang telah disintesis disiapkan dengan menimbang dan menempatkannya dalam botol vial. Sampel serbuk grafit disiapkan dengan menimbang sampel tersebut sebanyak 0,01% ; 0,05% ; 0,1% ; 0,5% dan 1% dari massa cairan ionik yang digunakan. Campuran tersebut diberi energi *sonication* menggunakan alat Ultrasonic selama 2 jam. Campuran tersebut kemudian dimasukkan ke dalam *oven microwave* menggunakan *microwave* LG dengan daya rendah (*low*) yaitu sebesar 90 W. Selama pemanasan, botol vial dikeluarkan dan dikocok dan dimasukkan kembali dalam *microwave* hingga serbuk grafit tersebut melarut seluruhnya. Panambahan serbuk grafit ke dalam cairan ionik tersebut dilakukan terus menerus hingga cairan ionik sudah tidak mampu lagi melarutkan serbuk grafit.

3.2.5 Karakterisasi Grafit Sebelum dan Sesudah Proses Pelarutan

Kajian pengaruh proses pelarutan pada grafit dibatasi pada nilai konduktivitas, penentuan struktur atau gugus fungsi dan struktur permukaan grafit. Pengukuran nilai konduktivitas menggunakan *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS). Analisis gugus fungsi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Struktur permukaan grafit di analisa menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (JEOL JSM-6360LA). Analisa ini dilakukan untuk mengetahui sampel serbuk grafit awal dan serbuk grafit hasil proses pelarutan dan proses eksfoliasi menggunakan cairan ionik.

3.2.6 Konduktivitas Grafit

Pada tahap ini dilakukan pengujian konduktivitas pada grafit awal dan grafit setelah pelarutan dengan cairan ionik. Dalam pengujian ini, digunakan grafit sintetis, grafit baterai baru dan grafit limbah baterai. Uji konduktivitas dilakukan dalam botol vial 2,5 mL yang sudah diisi cairan ionik dan grafit. Campuran tersebut sudah dilakukan proses pemberian energi berupa *sonication* dan proses pelarutan menggunakan *oven microwave*. Penentuan konduktivitas grafit menggunakan rumus:

$$V = I \times R$$

$$R = \rho \frac{L}{A}$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

dimana V adalah Voltase yang diberikan, I adalah arus, R adalah hambatan, L adalah tinggi, A adalah luas permukaan dan σ adalah konduktivitas.

3.2.7 Sintesis Elektrokimia

Pada tahap ini dilakukan proses elektrokimia pada grafit untuk menghasilkan grafena menggunakan cairan ionik. Sintesis elektrokimia lembaran grafit merupakan pengolahan satu tahap dan dapat diklasifikasikan sebagai subkategori dari eksfoliasi grafit. Dalam metode ini, batang grafit digunakan sebagai elektroda. Dalam sel elektrokimia, grafit tersebut dicelupkan ke dalam wadah elektrolit yang terdiri dari cairan ionik dan air.

Tegangan statis diaplikasikan pada kedua elektroda. Dalam kondisi ini, anode terkorosi dan endapan hitam akan timbul perlahan dalam gelas kimia. Endapan tersebut dapat disaring secara langsung untuk membentuk lembaran grafena, atau dibilas dan dikeringkan untuk memperoleh bubuk grafena (Liu, *et.al*, 2008).