

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

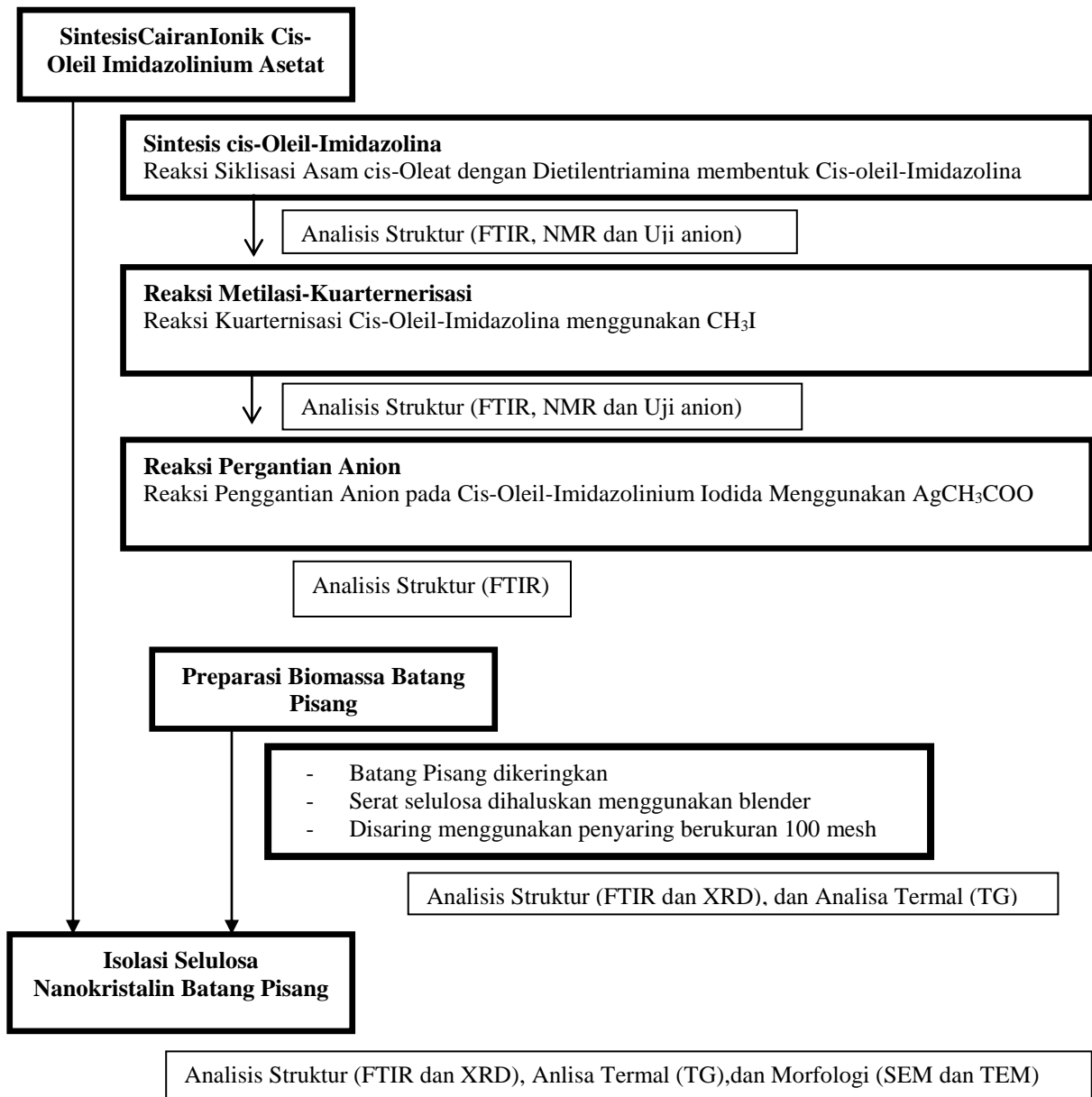
#### **A. Lokasi Penelitian**

Pelaksanaan penelitian ini dimulai pada bulan Januari tahun 2014 hingga bulan Januari tahun 2015. Semua tahapan penelitian dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Untuk tahapan analisa dan karakterisasi dari hasil penelitian dilakukan di beberapa laboratorium. Karakterisasi menggunakan metode spektroskopi infra merah atau *Fuorier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI dan Laboratorium Kimia ITB. Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan Bandung (PPPGL). Karakterisasi menggunakan *Thermo Gravimetric Analysis / Differential Thermal Analysis* (TGA/DTA) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Karakterisasi menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) dilakukan di Laboratorium Kimia UGM. Karakterisasi menggunakan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) dilakukan di Laboratorium Kimia Organik ITB.

#### **B. Metode Penelitian**

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini secara garis besar terdiri dari empat tahapan yaitu sintesis cairan ionik *cis*-oleil imidazolinium asetat, karakterisasi struktur cairan ionik *cis*-oleil imidazolinium asetat, preparasi biomassa batang pisang, proses isolasi nanokristalin selulosa dari biomassa batang pisang menggunakan cairan ionik *cis*-oleil imidazolinium asetat hasil sintesis.

Secara keseluruhan penelitian dapat digambarkan seperti bagan alir pada **Gambar 3.1**.



**Gambar 3.1.** Bagan Alir Penelitian

## 1. Alat dan Bahan

### 1.1 Alat

Alat – alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain: *microwave* LG30L 850W, Korea, alat-alat gelas, satu set alat refluks, Corong Buchner, termometer raksa,

Devi Bentia Effendi, 2015

**ISOLASI SELULOSA NANOKRISTALIN DARI BIOMASSA BATANG PISANG MENGGUNAKAN CAIRAN IONIK CIS-OLEIL IMIDAZOLINIUM ASETAT**

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

*Magnetic Stirrer*, pemanas listrik, oven, pompa vakum, satu set alat *rotary evaporator*, neraca analitik, *plastic wrap*, *aluminium foil*, Penyaring 100 mesh, kertas saring *Whattman 41*. Alat-alat untuk karakterisasi hasil yang didapat digunakan instrument SHIMADZU FTIR-8400, Japan (FTIR), PANalytical, X'Pert PRO PW3040, Netherlands (XRD), JEOL JSM-6360LA, Japan (SEM), 200 Seiko SSC tipe 5200H, Japan (TG/DTA), JEOL JEM 1400, Japan (TEM), JEOL JNM ECA-500 MHz, Japan (NMR).

## 1.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain: asam oleat-*cis* p.a 95% (Aldrich), metil iodida p.a (Aldrich), dietilenatriamina p.a (Aldrich), etil asetat teknis (Bratachem), metanol teknis (Bratachem), diklorometan teknis (Bratachem), perak nitrat p.a. (CV. Agung Menara) dan perak asetat p.a. (CV. Agung Menara), membran selulosa-nitrat 0.45 $\mu$ m (Schleicher & Schuell), dan batang pisang.

## 2. Prosedur Penelitian

### 2.1 Sintesis Cairan Ionik Cis-Oleil Imidazolinium Asetat

Sintesis cairan ionik *cis-oleil imidazolinium* asetat dilakukan dengan mensintesis *cis*-imidazolin, tahap metilasi-kuartenerisasi, dilanjutkan dengan tahap pergantian anion. Sintesis *cis-oleil*-imidazolina dilakukan dengan metode pemanasan dengan irradiasi *microwave* (Bajpai dan Tyagi, 2008), untuk tahap reaksi metilasi-kuarternisasi digunakan metode refluks (Mudazkir, 2004). Untuk tahap reaksi pergantian anion dilakukan dengan memanfaatkan prinsip metatesis anion dan asam basa lewis (Chen et al, 2007).

### 2.2 Tahap Sintesis Cis-Oleil Imidazolina

Ke dalam gelas kimia pyrex ukuran 100 mL, dimasukkan 20 mmol (2,06 gram) dietilenatriamina, 40 mmol (11,29 gram) asam lemak (asam oleat-*cis*) dan diaduk hingga merata. Kemudian campuran pereaksi diiradiasi menggunakan *microwave* dengan daya 800W selama 30 detik. Kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruangan (25°C) dalam *fume hood*. Kemudian campuran dipindahkan ke dalam labu

dasar bulat leher tiga dan di tambahkan etilasetat sebanyak 80 mL dan campuran kemudian dipanaskan sampai mendekati titik didih etilasetat (40°C), kurang lebih selama 30 menit. Campuran yang didapat kemudian disaring dalam keadaan panas menggunakan corong buchner yang dihubungkan dengan pompa vakum dan dilanjutkan dengan sedikit pemekatan menggunakan *rotary* evaporator. Hasil yang didapat di lakukan uji anion dan dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR, dan NMR.

### **2.3 Tahap Reaksi Metilasi-Kuarternisasi**

Sebanyak 1 mol (13,65 gram) hasil sintesis pada tahap pertama dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang telah dilapisi dengan *aluminium foil*. Kemudian ditambahkan 2 mol (6,17 gram) metil iodida kedalam labu dasar bulat dan direfluks pada suhu konstan 40°C sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* kurang lebih selama 4 jam. Kemudian hasil yang didapatkan didinginkan hingga mencapai suhu ruangan dan dilakukan pemekatan menggunakan *rotary* evaporator pada suhu 80°C. Hasil yang didapat di lakukan uji anion dan dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR, dan NMR.

### **2.4 Tahap Reaksi Pertukaran Anion**

Sebanyak 0,01 mol (7,4390 gram) hasil sintesis pada tahap kedua dimasukkan ke dalam gelas kimia yang telah dibungkus oleh *aluminium foil* kemudian dilarutkan dalam 100 mL metanol dan ditambahkan 0,01 mol (1,67 gram) AgCH<sub>3</sub>COO. Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 4 jam. Hasil yang diperoleh didekantasi, disaring menggunakan membran selulosa-nitrat (PTFE). Hasil penyaringan kemudian diuapkan pada lemari asam hingga jenuh. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR.

### **2.5 Preparasi Biomassa Batang Pisang**

Limbah batang pisang yang diambil dari salah satu perkebunan di daerah Kelurahan Babakansari, Kecamatan Kiaracondong, Bandung, Jawa Barat, Indonesia. Batang pisang yang didapat dicuci terlebih dahulu dengan air yang

kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 40°C. Setelah kering, serat selulosa dihaluskan menggunakan blender dan disaring menggunakan penyaring berukuran 100 mesh. Hasil yang diperoleh kemudian dikarakterisasi menggunakan analisa struktur dengan FTIR dan XRD, analisa termal dengan TGA/DTA, analisa morfologi dengan SEM.

## **2.6 Isolasi Nanokristalin Selulosa Batang Pisang**

Pada bagian ini digunakan besar gelombang iradiasi sebagai variabel bebas. Besar gelombang iradiasi yang di gunakan ialah 100, 175, dan 250W. Perbandingan massa antara batang pisang dan cairan ionik sebagai variabel tetap. Perbandingan massa antara batang pisang dan cairan ionik yang di gunakan adalah 8:2. Pelarutan dilakukan dengan pemanasan campuran batang pisang dan cairan ionik menggunakan microwave 100W selama 30 menit (setiap sepuluh menit distirring dengan kecepatan 115 rpm pada suhu 60°C). Kemudian, ditambahkan 5 mL metanol dan distirring 1000 rpm selama 5 menit dan dilakukan pengendapan selama 10 menit. Selanjutnya, dilakukan penyaringan dengan kertas saring sehingga didapatkan bagian residu dan filtratnya. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan analisa struktur dengan FTIR dan XRD, analisa termal dengan TGA/DTA, analisa morfologi dengan SEM dan TEM.

## **2.7 Tahapan Karakterisasi**

Hasil isolasi nanokristalin selulosa dari biomassa batang pisang menggunakan cairan ionik *cis*-oleil imidazolinium asetat dikaji pada batasan gugus fungsi, morfologi, kristalinitas dan indeks kristalinitasnya. Analisis gugus fungsi cairan ionik menggunakan alat FTIR dan NMR (*cis*-oleil imidazolina dan *cis*-oleil imidazolinium iodida), dan selulosa menggunakan alat FTIR. Analisis morfologi selulosa menggunakan alat SEM dan TEM. Analisis stabilitas termal selulosa menggunakan alat TGA/DTA. Analisis kristalinitas dan indeks kristalinitas menggunakan alat XRD.

Indeks kristalinitas dan ukuran kristalin dari nanokristalin selulosa dapat diketahui dari hasil pengukuran menggunakan XRD. Penentuan indeks kristalinitas dengan menggunakan persamaan Segal:

$$CrI (\%) = \frac{I_c}{(I_c + I_a)} \times 100\%$$

Keterangan: CrI = Indeks kristalinitas dalam persen  
 $I_c$  dan  $I_a$  = Intensitas pada daerah puncak kristalin dan amorf (Yue, 2007).

Untuk menentukan ukuran kristalin dengan menggunakan persamaan Scherrer:

$$t = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan: t = Ukuran kristalin (nm)  
 K = Faktor koreksi (0,9)  
 $\lambda$  = Panjang gelombang yang digunakan (nm)  
 $\beta$  = Sudut koreksi pada setengah luas daerah puncak maksimum  
 $\theta$  = Sudut difraksi (Yue, 2007).