

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan kertas magnetik dengan metode yang lebih sederhana yaitu dengan metode impregnasi. Tahap-tahap yang dilakukan adalah sintesis cairan ionik, pembuatan kertas, dan impregnasi cairan ionik magnetik pada kertas serat batang pisang. Penelitian ini secara keseluruhan dilakukan di Laboratorium Riset Material, sedangkan untuk karakterisasi dalam penelitian dilakukan di beberapa laboratorium. Karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red (FTIR) Spectroscopy* dan *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)* dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen dan Riset FPMIPA UPI. Karakterisasi *Magnetic Susceptibility* dilakukan di Laboratorium Paleomagnetik Jurusan Geofisika ITB. Karakterisasi *Scanning Electron Microscope* dengan *Energy Dispersive X-Ray (SEM/EDX)* dilakukan di Laboratorium Fisika TEKIRA Bandung. Penelitian ini dilakukan dari bulan Januari sampai bulan Mei 2013.

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

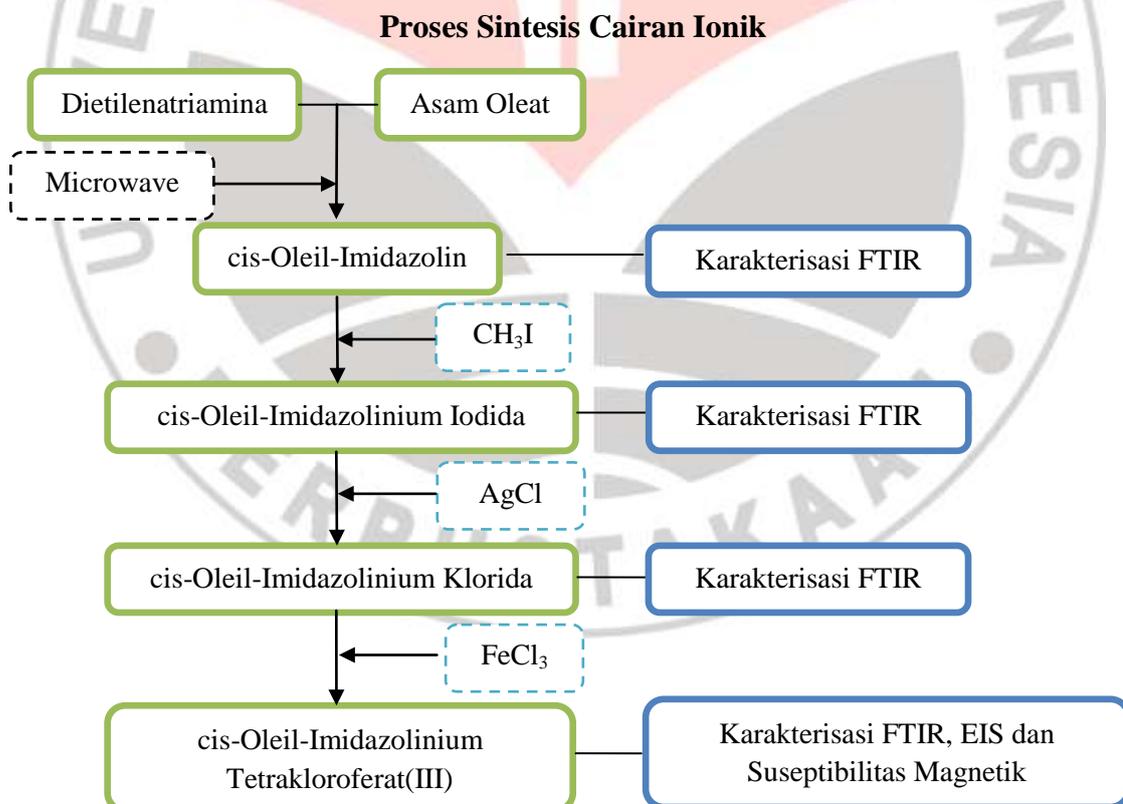
Peralatan yang digunakan untuk tahapan preparasi dan sintesis cairan fatty imidazolinium tetrakloroferrat(III) antara lain: *microwave* LG 850W, alat-alat gelas, satu set alat refluks, pemanas mantel, termometer raksa, *magnetic stirrer*, pemanas listrik, corong Buchner, pompa vakum, satu set alat *rotary evaporator*, neraca analitik, *aluminium foil*, *wrapping plastic*. Alat-alat untuk karakterisasi yang digunakan ialah Melting Point Apparatus (SHIMADZU), FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400), *Susceptibility Meter* (BARTINGTON MS2), EIS (SHIMADZU NES 5F POWER UNIT; BASIC METER PUDAK SCIENTIFIC), dan XRD (SHIMADZU) dan SEM (JED-2200 Series).

### 3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk sintesis cairan ionik *fatty imidazolinium tetrakloroferrat(III)* antara lain asam *cis-oleat ekstrak pure* (Merck), metil iodida p.a (Aldrich), dietilenatriamina p.a (Aldrich), metilen klorida teknis (Bratachem), etil asetat teknis (Bratachem), methanol teknis (Bratachem), AgCl p.a (Merck), besi(III) klorida p.a. (Merck), limbah batang pisang, NaOH p.a. (Merck), Aquades dan Aquabides.

### 3.2 Metode Penelitian

Sistematika penelitian dibagi dalam tiga proses, yaitu proses sintesis cairan ionik magnetik *cis-oleil-imidazolinium tetrakloroferat(III)*, pembuatan kertas dengan bahan dasar batang pisang, dan pembuatan kertas magnetik dengan metode impregnasi.



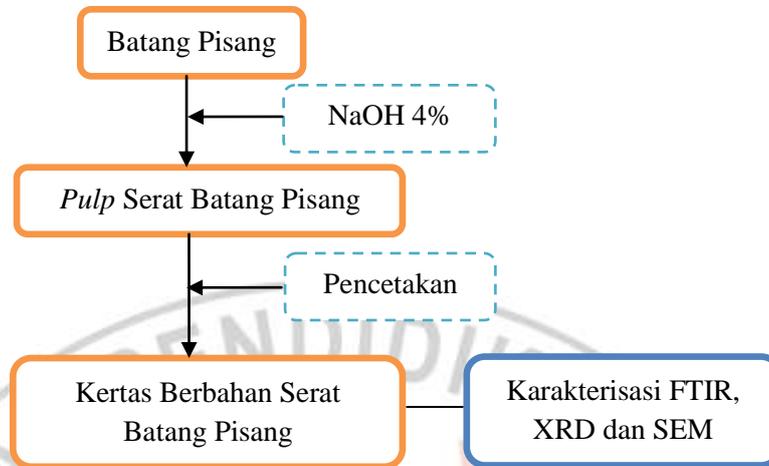
**Gambar 3.1.** Sintesis Cairan Ionik

Jozi Afrian, 2013

Fabrikasi Kertas Magnetik Melalui Impregnasi Cairan Ionik Cis-Oleil-Imidazolinium Tetrakloroferat (III) Pada Biomassa Selulosa Batang Pisang

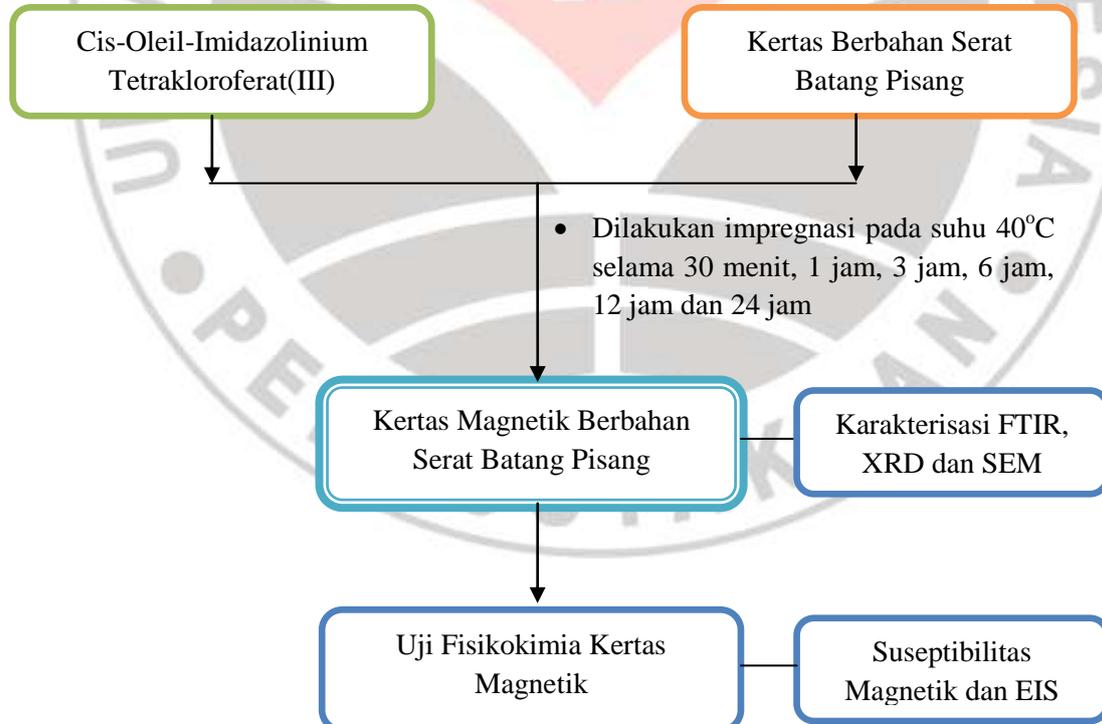
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

### Proses Pembuatan Kertas



Gambar 3.2. Preparasi Pembuatan Kertas

### Proses Pembuatan Kertas Magnetik



Gambar 3.3. Pembuatan Kertas Magnetik

Jozi Afrian, 2013

Fabrikasi Kertas Magnetik Melalui Impregnasi Cairan Ionik Cis-Oleil-Imidazolinium Tetrakloroferat (III) Pada Biomassa Selulosa Batang Pisang

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

Sintesis cairan ionik magnetik diawali oleh sintesis cairan ionik *cis*-oleil-imidazolinium yang dilakukan berdasarkan prosedur penelitian Bajpai dan Tyagi (2008). Cairan ionik *fatty* imidazolinium disintesis menggunakan gugus *cis*-oleil [*cis*- $\omega$ -9-CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>16</sub>CH<sub>2</sub>-] sebagai gugus alkil pada kation dan I<sup>-</sup> sebagai anionnya. Selanjutnya cairan ionik *cis*-oleil-imidazolinium dilakukan penggantian anion I<sup>-</sup> dengan anion Cl<sup>-</sup> serta penambahan senyawa logam besi(III) klorida sebagai pengkompleks. Keberhasilan sintesis cairan ionik dikarakterisasi menggunakan FTIR dengan membandingkan perubahan intensitas gugus fungsional yang dihasilkan akibat pergantian anion. Pembuatan kertas dari batang pisang dibuat dengan cara menghaluskan batang pisang menjadi serat-serat kasar dan dilanjutkan dengan pemanasan dalam kondisi basa hingga didapatkan bubur (*pulp*) batang pisang. *Pulp* batang pisang kemudian dicetak dengan alat pompa hidrolis dengan pemberian sejumlah tekanan. Kertas yang dibuat dikarakterisasi menggunakan FTIR dan SEM. Kertas magnetik dibuat melalui impregnasi cairan ionik dengan konsentrasi tetap pada kertas dengan memvariasikan waktu impregnasi dan kondisi ketebalan kertas dalam kondisi pemanasan. Keberhasilan hasil impregnasi diketahui dengan melihat beberapa aspek, yaitu dari segi perubahan vibrasi gugus fungsional selulosa dengan FTIR, perubahan pola difraksi selulosa dengan XRD, dan melihat ketersebaran unsur Fe pada kertas dengan menggunakan SEM/EDX. Sedangkan karakter fisikokimia kertas hasil impregnasi diketahui dengan melihat konduktivitas menggunakan EIS dan respon magnetik menggunakan *Bartington* MS2.

### 3.3 Sintesis *cis*-Oleil-Imidazolinium Tetrakloroferrat(III)

Sintesis cairan ionik *cis*-oleil-imidazolinium tetrakloroferat(III) dilakukan dengan mensintesis *cis*-imidazolin dengan cara metilasi-kuartenerisasi kemudian dilanjutkan dengan proses pergantian anion. Sintesis *cis*-oleil-imidazolin dilakukan dengan menggunakan metode yang sesuai dengan penelitian Bajpai dan Tyagi (2008). Pergantian anion yang dilakukan memanfaatkan prinsip metatesis anion dan asam basa *Lewis* (Chen *et al*, 2007).

### 3.3.1 Sintesis *cis*-Oleil-Imidazolin

Ke dalam gelas kimia *pyrex* berukuran 50 mL dimasukkan 2,06 gram dietilenatriamina (DETA), 11,29 gram asam lemak *cis*-oleat dan diaduk hingga merata. Campuran pereaksi diradiasi menggunakan *microwave* pada daya 800 watt selama 30 detik, kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruangan. Setelah mencapai suhu ruangan (25 °C), campuran dipindahkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang kemudian ditambahkan 80 mL etil asetat dan dipanaskan hingga 40 °C (titik didih etilasetat), selama 30 menit. Campuran kemudian dipekatkan dengan evaporator untuk memisahkan pelarut etil asetat.

### 3.3.2 Sintesis *cis*-Oleil-Imidazolinium Iodida

Sebanyak 13,65 gram *cis*-oleil-imidazolin ditambahkan metilen klorida hingga larut dan dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga, kemudian ditambahkan 6,17 gram metil iodida. Selanjutnya campuran di refluks pada suhu konstan 40 °C sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 4 jam. Hasilnya didinginkan hingga mencapai suhu ruangan, dan selanjutnya dikeringkan menggunakan *rotatory evaporator* pada suhu 80 °C selama 2 jam.

### 3.3.3 Sintesis *cis*-Oleil-Imidazolinium Klorida

Sebanyak 7,55 gram *cis*-oleil-imidazolinium iodida dimasukkan ke dalam gelas kimia yang telah dibungkus oleh *aluminium foil* kemudian dilarutkan dalam 100 mL metanol dan ditambahkan 1,43 gram AgCl. Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 4 jam. Hasil yang diperoleh didekantasi dan diuapkan pada lemari asam hingga kering.

### 3.3.4 Sintesis *cis*-Oleil-Imidazolinium Tetrakloroferrat(III)

Sintesis ini dilakukan dengan metode fasa padat-padat tanpa menggunakan pelarut. Sebanyak 3,31 gram *cis*-oleil-imidazolinium dimasukkan ke dalam gelas kimia *pyrex* 25 mL dan ditambahkan 0,81 gram besi(III) klorida. Campuran diaduk secara mekanik selama 3 jam (Chen *et al*, 2007).

Jozi Afrian, 2013

Fabrikasi Kertas Magnetik Melalui Impregnasi Cairan Ionik *Cis*-Oleil-Imidazolinium Tetrakloroferat (III) Pada Biomassa Selulosa Batang Pisang

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

### 3.4 Pembuatan Kertas

Pembuatan kertas didasarkan pada pembuatan kertas sederhana, yaitu kertas dibuat dari bubur kertas hasil pemasakan serat. Batang pisang dipotong kecil-kecil lalu dijemur hingga kering. Setelah kering, 100 gram batang pisang dipanaskan sampai lunak menggunakan larutan NaOH dengan konsentrasi 4% dari massa batang pisang (Roliadi *et al*, 2010). Batang pisang yang sudah lunak dicuci menggunakan Aquadest hingga pH netral. Serat yang dihasilkan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 30 menit. Selanjutnya serat kering sebanyak 0,12 gram kemudian dicetak menggunakan pompa hidrolis dengan variasi tekanan pencetakan pada 10, 15, dan 20 Gauge agar tingkat keporosan kertas bervariasi.

### 3.5 Pembuatan Kertas Magnetik

Kertas magnetik dibuat dengan metode impregnasi dengan prinsip memasukkan zat yang tidak mudah menguap ke dalam rongga sel material (Anshari, 2009). Cairan ionik *cis*-oleil-imidazolium tetrakloroferat(III) sebanyak 0,22 gram dimasukkan ke dalam gelas kimia yang telah berisi kertas, kemudian dilakukan variasi waktu impregnasi selama 30 menit, 1 jam, 3 jam, 6 jam, 12 jam dan 24 jam pada suhu 40 °C, kemudian kertas hasil impregnasi dicuci dengan asetonitril dan dikeringkan.

### 3.6 Tahapan Karakterisasi

#### 3.6.1 Karakterisasi Struktur

##### 3.6.1.1 Analisis FTIR

Analisis FTIR dilakukan dengan menggunakan alat FTIR-8400 merk SHIMADZU. Karakterisasi bertujuan untuk membandingkan spektra sebelum dan sesudah sintesis, hal ini dapat mengetahui adanya kesesuaian ataupun perbedaan puncak dari gugus yang teramati sehingga dapat menjelaskan struktur senyawa yang dihasilkan. Gugus fungsional dari spektra FTIR yang didapat memberikan

Jozi Afrian, 2013

Fabrikasi Kertas Magnetik Melalui Impregnasi Cairan Ionik *Cis*-Oleil-Imidazolium Tetrakloroferat (III) Pada Biomassa Selulosa Batang Pisang

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

informasi kesesuaian struktur senyawa yang diperoleh dengan melihat kekhasan pola spektra FTIR dari dari gugus fungsional yang ada dalam senyawa.

### 3.6.1.2 Analisis Difraksi Sinar-X

Analisis difraksi sinar-X (XRD) dilakukan dengan menggunakan alat *X-Ray Diffraction* (XRD) tipe SHIMADZU. Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui kesesuaian struktur senyawa penyusun dari kertas yang dibuat. Kekhasan pola yang dihasilkan dapat berguna untuk analisis kualitatif dari sampel. Oleh karena itu, karakterisasi XRD dilakukan terhadap sampel kertas sebelum dan sesudah impregnasi. Pengaruh hasil impregnasi cairan ionik terhadap kertas diketahui dengan melihat % indeks kristalinitas dan ukuran kristalit dari data XRD kertas sebelum dan sesudah impregnasi cairan ionik. Data ini akan menjelaskan seberapa besar cairan ionik sebagai impregnan mempengaruhi bagian kristalit dari kertas hasil impregnasi yang berkorelasi pada peningkatan atau penurunan derajat kristalinitas dan ukuran kristalit (Rianto *et al*, 2012). %-kristalinitas dan ukuran kristalit diperoleh dengan perhitungan sebagai berikut

Rumus % indeks kristalinitas :

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

Dengan :  $I_c$  adalah Intensitas kristalin dan  $I_a$  adalah Intensitas Amorf (Yue, 2007)

Rumus pengukuran ukuran kristalit (menggunakan persamaan *Scherrer*) :

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

Dengan :  $s$  = ukuran kristalit (nm)                       $\theta$  = sudut *Bragg*  
 $K$  = faktor bentuk kristal  
 $\lambda$  = panjang gelombang X-Ray yang digunakan alat (nm)  
 $\beta$  = sudut garis difraksi di setengah tinggi maksimum difraksi  
 (Cullity, 1959)

Jozi Afrian, 2013

Fabrikasi Kertas Magnetik Melalui Impregnasi Cairan Ionik Cis-Oleil-Imidazolium Tetrakloroferat (III) Pada Biomassa Selulosa Batang Pisang

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

### 3.6.1.3 Analisis SEM

Keberhasilan proses impregnasi dilakukan dengan melihat morfologi kertas magnetik terimpregnasi *cis*-oleil imidazolinium tetrakloroferat(III) menggunakan SEM-EDX JED tipe S-2200 JEOL. Teknik mikroskopi ini menghasilkan gambaran mikroskopis morfologi kertas hasil impregnasi. Indikasi keberhasilan impregnasi cairan ionik dapat didukung oleh metode *mapping* yang merupakan metode untuk analisis unsur dan komposisi dalam suatu material. Hasil *mapping* mampu memberikan gambaran ketersebaran unsur khususnya unsur magnetik dari Fe pada kertas terimpregnasi.

## 3.6.2 Karakterisasi Fisikokimia

### 3.6.2.1 Analisis Suseptibilitas Magnetik

Analisis suseptibilitas magnetik dilakukan untuk mengetahui respon sampel terhadap medan magnet, dimana sampel disimpan pada holder yang telah diberi medan magnet kemudian dilakukan pengukuran. Instrumen yang digunakan ialah Bartington MS2 (gambar 3.1) yang sistemnya dapat beroperasi dengan menghasilkan frekuensi dan intensitas medan magnetik yang dihasilkan kawat melingkar berarus AC di sekitar sensor. Kondisi ini menunjang untuk mengetahui seberapa besar pengaruh medan magnetik dari kertas hasil impregnasi dalam mempengaruhi intensitas medan magnetik dari alat, sehingga sampel dapat diketahui sifat magnetiknya.

### 3.6.2.2 Analisis Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)

Analisis ini menggunakan satu set alat EIS yang terdiri dari Power Unit Shimadzu NES 5F dan Basic Meter PS. Konduktivitas suatu material dapat digunakan analisis dengan alat impedansi spektroskopi. Konduktivitas kertas diukur dengan kondisi kertas yang berdiameter 1,4 cm, ketebalan dan tegangan yang disesuaikan. Pengukuran ini dilakukan dalam kondisi suhu yang divariasikan dari 25 °C hingga 80 °C. Tujuan variasi ini ialah untuk mengetahui sejauh mana kemampuan daya hantar listrik maksimal dapat dicapai.

Nilai hantaran jenis dapat diperoleh dengan perhitungan sebagai berikut :

$$\sigma = \frac{I \times L}{V \times A}$$

Dengan :  $\sigma$  = konduktivitas (S/cm)

I = kuat arus (A)

$l$  = tebal kertas (cm)

V = tegangan (volt)

A = luas kertas (cm<sup>2</sup>)

(Mc. Farlane *et al*, 2010)

