

BAB III

METODE PENELITIAN

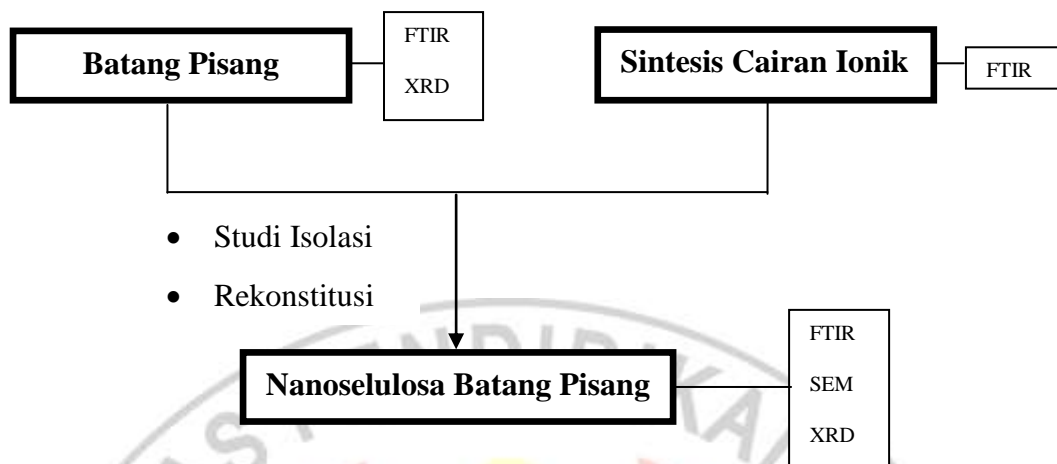
3.1 Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak Januari sampai Mei 2013. Sintesis cairan ionik dan studi isolasi nanoselulosa dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis menggunakan metode spektroskopi infra merah (*Fourier Transform Infrared*, FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Analisis menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM) dan *X-ray diffraction* (XRD) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan Bandung (PPP GL).

3.2 Sistematika Penelitian

Secara garis besar sistematika penelitian dibagi menjadi empat tahap yaitu preparasi (sintesis) cairan ionik cis-oleil-imidazolinium asetat, karakterisasi cairan ionik, studi pelarutan dan rekonstitusi selulosa batang pisang dalam cairan ionik cis-oleil-imidazolinium asetat dan tahap karakterisasi selulosa batang pisang sebelum dan setelah dilarutkan dalam cairan ionik cis oleil-imidazolinium asetat.

Secara keseluruhan penelitian dapat digambarkan seperti bagan alir berikut:



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

3.2.1. Alat dan Bahan

Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain: *microwave* Electrolux 850W, alat-alat gelas, satu set alat refluks, corong Buchner, termometer raksa, *Magnetic Stirrer*, pemanas listrik, pompa vakum, satu set alat *rotary evaporator*, neraca analitik, *aluminium foil*, Penyaring 100 mesh, kertas saring *Whatman 41*. Alat-alat untuk karakterisasi hasil yang didapat digunakan instrument FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400), XRD (PANalytical, X'Pert PRO PW3040) dan SEM (JEOL JSM-6360LA).

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk sintesis cairan ionik *cis-oleil-imidazolinium* asetat dan proses isolasi nanoselulosa antara lain asam oleat-*cis ekstrak pure* (Merck), metil iodida p.a (Aldrich), dietilenatriamina p.a (Aldrich), metilen klorida teknis (Bratachem), etil asetat teknis (Bratachem), metanol teknis

Raden Muhammad Nashrullah Abdul Rozzaq, 2013

Isolasi Nanoselulosa dari Biomassa Batang Pisang Menggunakan Cairan Ionik *cis-Oleil-Imidazolinium* Asetat

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

(Bratachem), dan perak asetat p.a. (CV. Agung Menara), membrane selulosa-nitrat 0.45 μ m (Schleicher & Schuell).

3.2.2. Prosedur Penelitian

3.2.2.1 Sintesis Cairan Ionik cis-Oleil-Imidazolinium Asetat

Sintesis cis-Oleil-Imidazolinium Asetat

Sintesis cairan ionik cis-oleil-imidazolinium asetat dibagi ke dalam tiga tahap diantaranya sintesis cis-oleil-Imidazolina, metilasi-kuartenerisasi dan reaksi metatesis. Dalam sintesis cis-oleil-Imidazolina digunakan metode *microwave* dan cis-oleil-imidazolinium iodida (metilasi-kuatenerisasi) digunakan metode refluks (Bajpai dan Tyagi, 2008).

Sintesis cis-Oleil-Imidazolina

Ke dalam gelas kimia pyrex ukuran 500 mL, dimasukkan 20 mmol dietilenatriamina, 40 mmol asam lemak (asam oleat-cis) dan diaduk hingga merata. Kemudian campuran pereaksi diiradiasi menggunakan *microwave* dengan daya 800W selama 30 detik.

Campuran reaksi yang didapat, selanjutnya didinginkan 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 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

pemekatan menggunakan evaporator untuk memisahkan pelarut etil asetat. Hasil dikarakterisasi menggunakan instrument FTIR.

Sintesis cis-Oleil-Imidazolinium Iodida

Sebanyak 1 mol cis-oleil-Imidazolina ditambahkan metilen klorida hingga larut dan kemudian dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang telah dilapisi dengan *alumunium foil*. Kemudian ditambahkan 2 mol 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 evaporator pada suhu 80°C, selanjutnya dilakukan pengeringan didalam lemari asam dan karakterisasi menggunakan instrument FTIR.

Sintesis Cairan Ionik cis-Oleil-Imidazolinium Asetat

Sebanyak 0,01 mol cis-oleil imidazolinium iodida dimasukkan ke dalam gelas kimia yang telah dibungkus oleh *alumunium foil* kemudian dilarutkan dalam 100 mL metanol dan ditambahkan 0,01 mol AgCH_3COO . Larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 4 jam. Hasil yang diperoleh didekantasi, disaring menggunakan membran selulosa-nitrat dan diuapkan pada lemari asam hingga jenuh. Hasil yang diiperoleh dikarakterisasi menggunakan instrument FTIR.

3.2.2.2 Preparasi Biomassa Batang Pisang

Limbah batang pisang diambil dari perkebunan pisang, di Kelurahan Pajajaran Kecamatan Cicendo, Bandung Selatan, Jawa Barat, Indonesia. Batang pisang yang didapat dicuci terlebih dahulu yang kemudian dikeringkan dibawah terik matahari. Setelah kering, serat selulosa dihaluskan menggunakan blender dan disaring menggunakan penyaring berukuran 100 mesh. Serat dikarakterisasi menggunakan metode spektroskopi FTIR dan XRD.

3.2.2.3 Isolasi Nanoselulosa Batang Pisang

Pada bagian ini digunakan perbandingan massa batang pisang dan cairan ionik sebagai variabel bebas. Perbandingan massa yang digunakan adalah 1:8, 1:4, 1:2, 2:2 dan 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 kemudian dikarakterisasi menggunakan instrument FTIR, SEM dan XRD.

3.2.3 Karakterisasi Serat Biomassa Batang Pisang Sebelum dan Setelah Proses Isolasi

Kajian isolasi nanoselulosa dari biomassa batang pisang dibatasi pada struktur, morfologi, ukuran kristalin dan indeks kristalinitas. Struktur permukaan nanoselulosa dianalisa menggunakan alat SEM, kristalinitas nanoselulosa menggunakan alat XRD dan gugus fungsi menggunakan alat FTIR

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

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

dengan CrI adalah indeks kristalinitas dalam persen, I_c dan I_a adalah intensitas pada daerah puncak kristalin dan amorf (Yue, 2007). Untuk menentukan ukuran kristalin dengan menggunakan persamaan Scherrer:

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

dengan t adalah ukuran kristalin (nm), K adalah faktor koreksi (0,9), λ adalah panjang gelombang yang digunakan (nm), β merupakan sudut koreksi pada setengah luas daerah puncak maksimum (radian) dan θ adalah sudut difraksi (Yue, 2007).