

BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian dimulai bulan Juni 2017 sampai Maret 2018. Proses sintesis dilakukan di Laboratorium Kimia Material dan Hayati FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. 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 Jurusan Kimia ITB. Karakterisasi menggunakan *Thermo Gravimetric Analysis / Differential Scanning Calorimetry* (TGA/DSC) dilakukan di Laboratorium Departemen Teknik Metalurgi Fakultas Teknik UI. Karakterisasi menggunakan *Mass Spectroscopy* (MS) dilakukan di Laboratorium Sentral UNPAD. Karakterisasi menggunakan *Nuclear Magnetic Ressonance* (¹H-NMR) dilakukan di Laboratorium Kimia Organik ITB. Uji anion dan uji kelarutan dalam air dilakukan di Laboratorium Kimia Material dan Hayati FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia.

3.2. Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

3.2.1. Alat

- a. Spatula
- b. Batang pengaduk
- c. Gelas kimia 500 & 100 mL
- d. Gelas ukur 100 mL
- e. Termometer
- f. Set alat refluks
- g. Corong Buchner
- h. *Hot plate*
- i. *Magnetic stirrer*
- j. Pompa vakum
- k. Neraca analitik

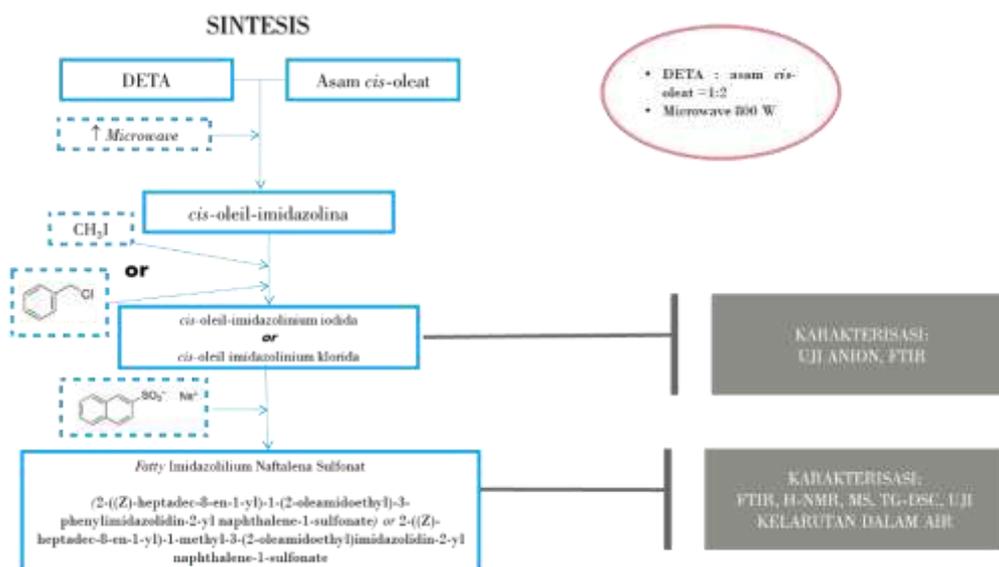
3.2.2. Bahan

- a. Asam *cis*-oleat p.a 95% (Aldrich)
- b. Metil iodida p.a (Aldrich)
- c. Dietilenatriamina p.a (Aldrich)
- d. Benzil klorida p.a (Merck)
- e. Etil asetat teknis (Bratachem)
- f. Metanol teknis (Bratachem)
- g. Kloroform teknis (Bratachem)
- h. Timbal nitrat p.a (CV. Agung Menara)
- i. Perak nitrat p.a (CV. Agung Menara)
- j. Natrium 2-naftalena sulfonat p.a 95% (Aldrich)
- k. Aquades teknis

- l. Set alat *Rotatory Evaporator*
- m. Tabung reaksi
- n. Kertas saring *Whatman 41*
- o. Pipet
- p. Japan (FTIR)
- q. Japan (MS)
- r. Japan (TG-DSC)
- s. Japan ($^1\text{H-NMR}$)

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Diagram Alir Penelitian



3.3.2. Tahapan Penelitian

Sintesis cairan ionik *cis*-oleil imidazolium naftalena sulfonat dilakukan dalam beberapa tahapan. Tahap pertama yaitu sintesis *cis*-imidazolina, tahap kedua yaitu metilasi dan benzilasi-kuartenerisasi, dilanjutkan dengan tahap terakhir yaitu pergantian anion. Sintesis *cis*-oleil-imidazolina dilakukan dengan metode yang *green* yaitu pemanasan dengan irradiasi *microwave* (Bajpai dan Tyagi, 2008), untuk tahap reaksi metilasi dan benzilasi-kuarternisasi digunakan metode refluks

(Mudazkir, 2004). Sedangkan pada tahap reaksi pergantian anion, dilakukan dengan memanfaatkan prinsip metatesis anion dan asam basa lewis.

3.3.2.1. Tahap Sintesis *Cis-Oleil Imidazolina*

Sebanyak 40 mmol (4,14 gram) dietilenatriamina dan 80 mmol (22,59 gram) asam lemak (asam *cis-oleat*) dimasukkan kedalam gelas kimia pyrex ukuran 100 mL dan diaduk hingga merata. Setelah itu campuran pereaksi diiradiasi menggunakan *microwave* dengan daya 800W selama 30 detik. Kemudian didinginkan hingga mencapai suhu ruangan (25°C). Kemudian campuran dipindahkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga yang terhubung dengan set alat refluks. Setelah itu di tambahkan etilasetat sebanyak 160 mL dan campuran kemudian dipanaskan sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga mendekati titik didih etilasetat (70°C), kurang lebih selama 30 menit. Dalam keadaan panas, campuran yang diperoleh disaring menggunakan corong buchner yang dihubungkan dengan pompa vakum dan dilanjutkan dengan sedikit pemekatan menggunakan *rotary evaporator*.

3.3.2.2. Tahap Reaksi Metilasi dan Benzilasi-Kuarternierisasi

Pada tahap reaksi metilasi-kuarternierisasi, 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 dan direfluks pada suhu konstan 40°C sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama kurang lebih 4 jam. Kemudian hasil yang diperoleh didinginkan hingga mencapai suhu ruangan dan dilakukan pemekatan menggunakan *rotary evaporator* pada suhu 80°C. Hasil yang didapat di lakukan uji anion menggunakan timbal nitrat. Serta dikarakterisasi menggunakan FTIR.

Sedangkan pada tahap reaksi benzilasi-kuarternierisasi, sebanyak 1 mol (13,65 gram) hasil sintesis pada tahap pertama dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga. Kemudian ditambahkan 2 mol (253,16 gram) benzil klorida dan direfluks pada suhu konstan 40°C sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama kurang lebih 4 jam. Kemudian hasil yang diperoleh didinginkan hingga mencapai suhu ruangan dan dilakukan pemekatan menggunakan *rotary evaporator*

pada suhu 80⁰C. Hasil yang didapat di lakukan uji anion menggunakan perak nitrat. Serta dikarakterisasi menggunakan FTIR.

3.3.2.3. Tahap Reaksi Pertukaran Anion

Sebanyak 0,01 mol (7,4390 gram) hasil sintesis pada tahap reaksi metilasi-kuartenerisasi dimasukkan ke dalam gelas kimia yang telah dibungkus oleh alumunium foil kemudian dilarutkan dalam 100 mL metanol dan ditambahkan 0,01 mol (0,2306 gram) natrium 2-naftalena sulfonat. Larutan diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 4 jam. Hasil yang diperoleh didekantasi, disaring menggunakan kertas saring. Hasil penyaringan kemudian diuapkan pada lemari asap hingga jenuh. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR, TG-DSC, MS, dan ¹H-NMR. Dilakukan juga uji kelarutan dalam air.

Sebanyak 0,01 mol (7,144 gram) hasil sintesis pada tahap reaksi benzilasi-kuartenerisasi dimasukkan ke dalam gelas kimia kemudian dilarutkan dalam 100 mL metanol dan ditambahkan 0,01 mol (0,2306 gram) natrium 2-naftalena sulfonat. Larutan diaduk menggunakan magnetic stirrer selama 4 jam. Hasil yang diperoleh didekantasi, disaring menggunakan kertas saring. Hasil penyaringan kemudian diuapkan pada lemari asap hingga jenuh. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR, TG-DSC, MS, dan ¹H-NMR. Dilakukan juga uji kelarutan dalam air.