

## BAB III

### METODE PENELITIAN

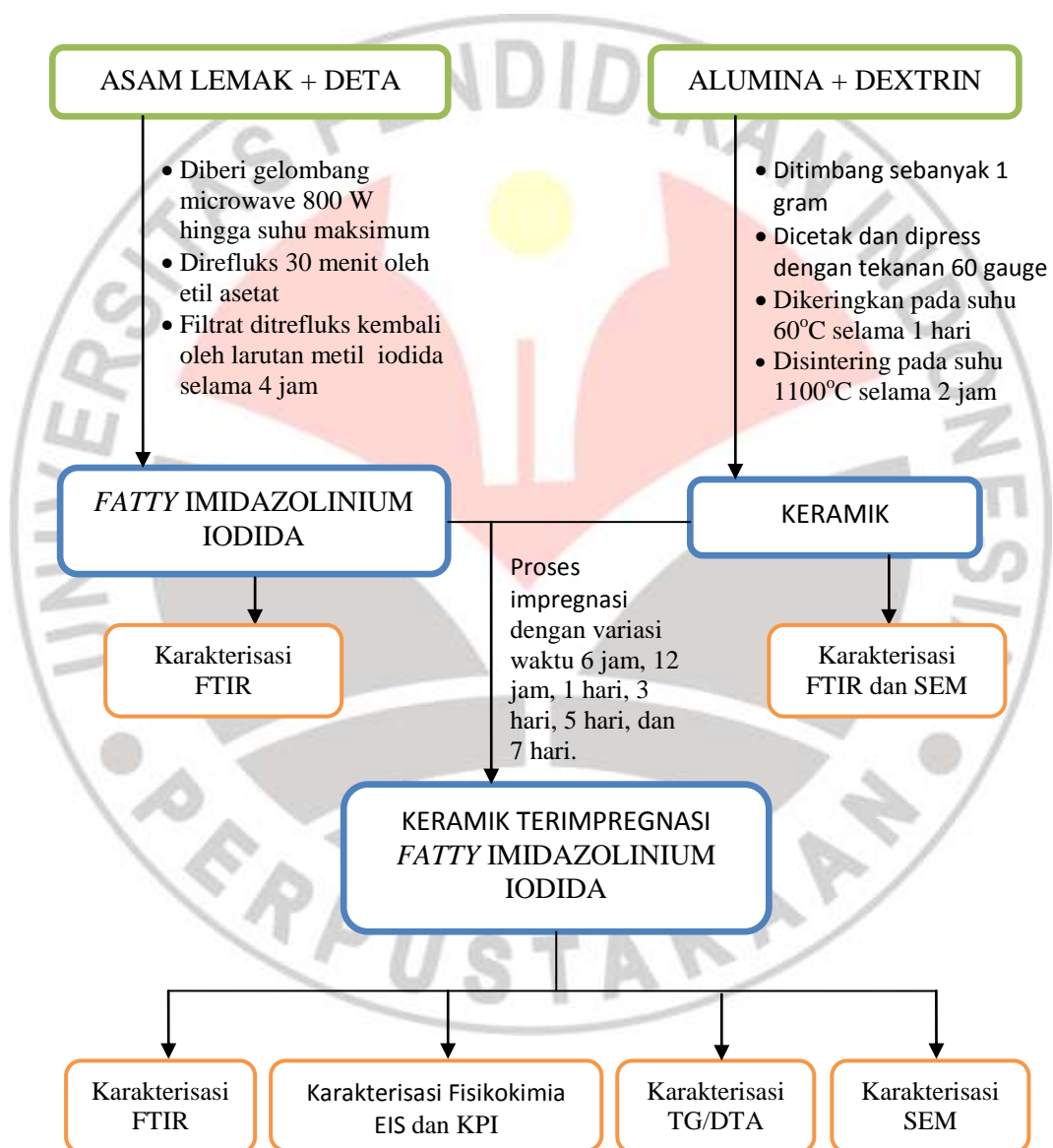
#### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak Februari sampai Oktober 2012. Tahapan sintesis dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Makanan dan Material Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia (UPI). Tahapan karakterisasi material dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA dan di *Department of Chemical Engineering Hiroshima University* Jepang.

#### 3.2 Sistematika Penelitian

Sistematika penelitian dibagi dalam tiga tahap. Tahap pertama adalah sintesis garam *fatty* imidazolinium sebanyak tiga jenis, yaitu dengan memvariasikan tiga substitusi gugus alkil pada kation dengan gugus oleil *cis* [*cis*- $\omega$ -9-CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>16</sub>CH<sub>2</sub>-], stearil [CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>16</sub>-CH<sub>2</sub>-], dan palmitil [CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>14</sub>-CH<sub>2</sub>-] dengan anion iodida (I<sup>-</sup>). Tahap kedua adalah sintesis matriks keramik dari bahan alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan dextrin. Tahap ketiga adalah proses impregnasi *fatty* imidazolinium iodida terhadap matriks keramik sehingga menghasilkan membran keramik. Seluruh produk sebelum dan setelah impregnasi dilakukan karakterisasi struktur dengan menggunakan *Fourier Transform Infra Red (FTIR) Spectroscopy*. Membran keramik yang telah diimpregnasi dilakukan karakterisasi fisikokimia dengan *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*, Kapasitas Penukar

Ion/Proton (KPI), karakterisasi kestabilan termal menggunakan *Thermal Gravimetric / Differential Thermal Analysis* (TG/DTA), dan karakterisasi morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Gambar 3.1. memperlihatkan diagram alur yang dilakukan.



**Gambar 3.1** Diagram Alur Penelitian

### 3.3 Alat dan Bahan

#### 3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk tahapan preparasi dan sintesis kristal cair ionik *fatty* imidazolinium antara lain: *microwave* 800W, alat-alat gelas, satu set alat refluks, termometer raksa, *magnetic stirrer*, pemanas listrik, corong Buchner, pompa vakum, satu set alat *rotary evaporator*, neraca analitik, *aluminium foil*, kertas saring. Sedangkan untuk karakterisasi struktur, studi elektrokimia, analisis termal dan morfologi digunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR, SHIMADZU FTIR-8400) *Spectrophotometer*, *Electrochemical Impedance Spectroscopy*, Kapasitas Penukar Ion (KPI), *Thermal Gravimetric/Differential Thermal Analyzer* (TG/DTA, Shimadzu DTG-60A), dan *Scanning Electron Microscope* (SEM, S-5000 Hitachi).

#### 3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk keseluruhan penelitian ini adalah: asam oleat-cis ekstrak *pure* produk Merck, asam stearat p.a produk Merck, asam palmitat p.a produk Merck, metil iodida p.a produk Aldrich, dietilenatriamina p.a produk Aldrich, metilen klorida teknis produk Bratachem, etil asetat teknis produk Bratachem, metanol teknis produk Bratachem, n-heksana teknis produk Bratachem, alumina p.a produk Merck, dextrin teknis produk Bratachem, aquabides, NaOH teknis produk Bratachem, dan HCl pekat.

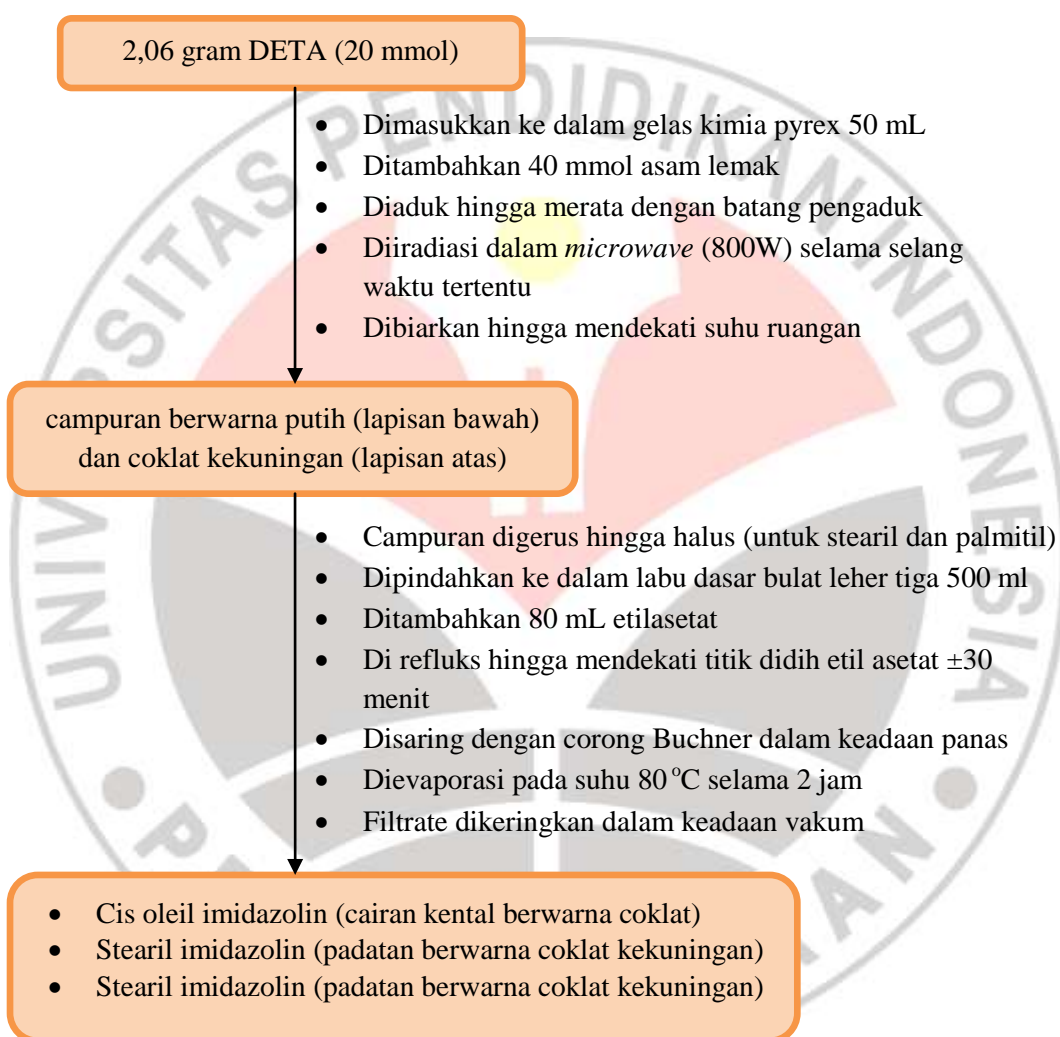
### 3.4 Sintesis *Fatty Imidazolinium Iodida*

Sintesis kristal cair ionik *fatty imidazolinium* dibagi ke dalam dua tahap diantaranya sintesis *fatty imidazolin* dan metilasi-kuartenerisasi. Dalam sintesis *fatty imidazolin* seringkali digunakan metode refluks, namun pada penelitian ini digunakan metode *microwave* yang berhasil diujicobakan oleh Divya Bajpai dan Tyagi (2008) dan hasilnya sangat baik. Sedangkan dalam sintesis *fatty imidazolinium* (metilasi-kuatenerisasi) digunakan metode refluks sesuai dengan yang digunakan dalam penelitian Divya Bajpai dan Tyagi, 2008.

#### 3.4.1 Sintesis *Fatty Imidazolin*

Ke dalam gelas kimia pyrex ukuran 50 mL, dimasukkan 2,06 gram (20 mmol) dietilenatriamina dan 40 mmol asam lemak (asam palmitat, asam stearat, atau asam oleat-cis) secara hati-hati lalu diaduk hingga merata. Campuran pereaksi diiradiasi menggunakan *microwave* dengan daya 800W selama waktu tertentu dan suhu akhir dicatat. Pertama kali, dilakukan penentuan waktu optimal reaksi dengan cara mengukur suhu dari campuran setiap 30 detik. Setelah menunjukkan dua suhu maksimum, maka kemudian reaksi dihentikan. Setelah waktu optimal reaksi diketahui, untuk reaksi selanjutnya *microwave* di set pada waktu tersebut. Campuran reaksi dibiarkan 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 (40°C) etilasetat, kurang lebih dibutuhkan waktu 30 menit. Campuran disaring dalam keadaan panas menggunakan corong Buchner yang

dihubungkan dengan pompa vakum. Kemudian filtrat dipisahkan dengan evaporator dengan cara memisahkan pelarut etil asetat. Gambar 3.2 memperlihatkan diagram alur sintesis senyawa *fatty* imidazolin yang telah dilakukan.



**Gambar 3.2** Sintesis Senyawa *Fatty* Imidazolin

### 3.4.2 Sintesis *Fatty Imidazolinium Iodida*

1 mol *fatty imidazolin* ditambahkan metilen klorida hingga larut dan kemudian dimasukkan ke dalam labu dasar bulat leher tiga. Ke dalam labu dasar bulat ditambahkan 2 mol metil iodida, selanjutnya campuran di refluks pada suhu konstan 40°C sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* kurang lebih selama 4 jam. Kemudian hasilnya didinginkan hingga mencapai suhu ruangan, dan selanjutnya dikeringkan dengan menggunakan evaporator pada suhu 80°C kurang lebih selama 1 jam. Gambar 3.3 memperlihatkan diagram alur sintesis senyawa *fatty imidazolinium iodida* yang telah dilakukan.

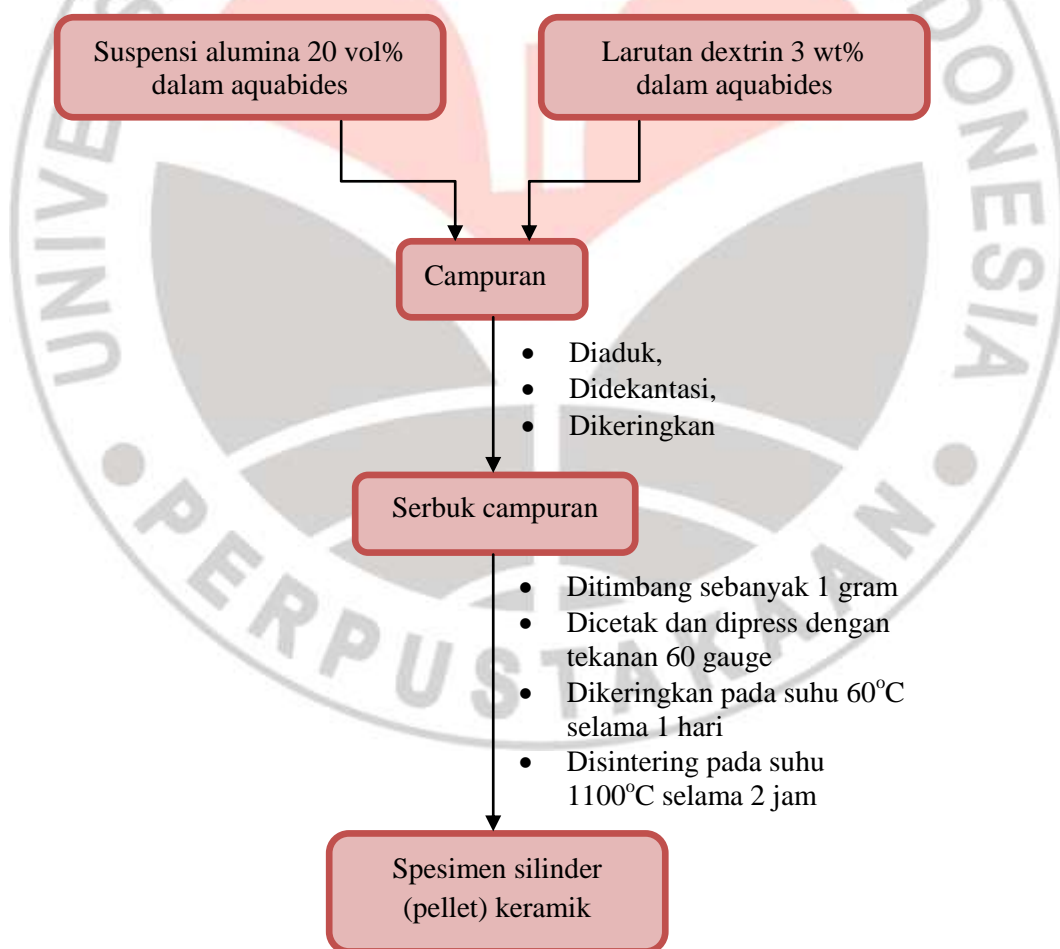


**Gambar 3.3** Sintesis Senyawa *Fatty Imidazolinium Iodida*



### 3.5 Preparasi Membran Keramik

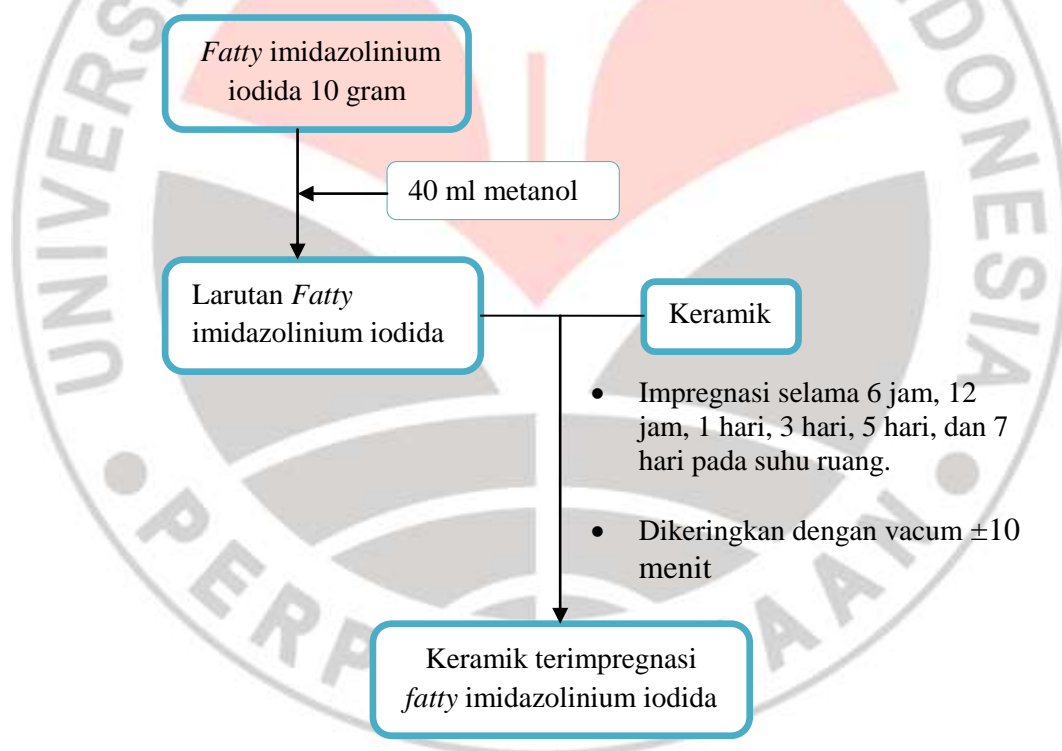
Suspensi alumina dengan konsentrasi 20 vol% dicampurkan dengan larutan dextrin 3 wt% kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer*. Campuran didekantasi dan dipisahkan dari pelarut (aquabides), kemudian dikeringkan. Serbuk campuran ditimbang sebanyak 1 gram kemudian dipress dan dicetak menjadi spesimen silinder (pellet) dengan tekanan 60 gauge. Spesimen dikeringkan pada temperatur 60°C selama 1 hari kemudian disintering pada temperatur 1100°C selama 2 jam. Gambar 3.4. memperlihatkan diagram alur preparasi membran keramik yang telah dilakukan.



**Gambar 3.4** Preparasi Membran Keramik

### 3.6 Impregnasi Membran Keramik dengan *Fatty* Imidazolinium Iodida

Modifikasi membran keramik dilakukan dengan cara perendaman membran dengan cairan ionik *fatty* imidazolinium iodida dalam metanol. Cairan ionik *fatty* imidazolinium iodida ditimbang sebanyak 10 gram dilarutkan dengan 40 ml methanol. Perendaman dilakukan dengan variasi waktu selama 6 jam, 12 jam, 1 hari, 3 hari, 5 hari, dan 7 hari pada suhu ruang, kemudian membran dikeringkan dengan vacum selama  $\pm 10$  menit. Gambar 3.5 memperlihatkan proses impregnasi membran keramik yang telah dilakukan.



**Gambar 3.5** Proses Impregnasi Membran Keramik



### 3.7 Tahapan Karakterisasi

#### 3.7.1 Karakterisasi Struktur dengan FTIR

Pada penentuan struktur atau gugus fungsi dari *fatty* imidazolinium dan matriks keramik dilakukan analisis menggunakan metode spektroskopi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI Bandung. Analisis tersebut bertujuan untuk menentukan gugus fungsi suatu senyawa.

Hal yang diterapkan pada karakterisasi ini yaitu dengan membandingkan spektra sebelum dan sesudah sintesis, adanya kesesuaian ataupun perbedaan puncak yang teramati dapat menjelaskan struktur senyawa yang dihasilkan.

#### 3.7.2 Uji Karakter Fisikokimia

##### 3.7.2.1 Tahapan Uji Daya Hantar Ionik Dengan EIS

Untuk menentukan daya hantar ion dari membran keramik-*fatty* imidazolinium dilakukan analisis menggunakan alat *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS). Analisis ini bertujuan untuk menentukan seberapa besar arus yang dapat dihantarkan melalui pengukuran tahanan dari *fatty* imidazolinium. Pada tahapannya, membran diukur ketebalan dan luas permukaannya. Kemudian membran dijepit dengan elektroda yang telah dihubungkan dengan sumber daya dan multimeter. Sumber tegangan diatur sebesar 20V, lalu dicatat arus yang dihasilkan. Nilai konduktivitas dapat diperoleh dengan perhitungan sebagai berikut :

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

dengan :

$\sigma$  = konduktivitas (S/cm)

$l$  = tebal membran (cm)

$A$  = luas permukaan (cm<sup>2</sup>)

$I$  = kuat arus (ampere)

$V$  = tegangan (volt)

### 3.7.2.2 Tahap Uji Kapasitas Penukar Ion (KPI)

Pada pengujian kapasitas penukar ion, membran direndam dalam 50 ml HCl 0,01M selama 24 jam yang sudah dibakukan konsentrasinya dengan NaOH 0,01M standar yang sebelumnya telah distandarisasi dengan menggunakan asam oksalat. Setelah itu, larutan HCl hasil rendaman membran dipipet sebanyak 10 ml, kemudian dititrasikan dengan NaOH standar menggunakan indikator fenolphthalein. Nilai KPI dapat diperoleh dengan menghitung hasil volume NaOH yang diperlukan untuk titrasi.

$$\text{KPI} = \frac{(v_{\text{blanko}} - v_{\text{sampel}}) \times [\text{basa}] \times f}{m}$$

Keterangan:

$m$  = massa membran (gram)

$v$  = volume (mL)

Raisa Khairani, 2013

Preparasi Dan Karakterisasi Keramik Terimpregnasi Garam Fatty Imidazolinium Sebagai Material Bifungsional Membran-Elektrolit Pada Sel Bahan Bakar

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

[basa] = konsentrasi NaOH yang digunakan (M)

$f = 5$  (jika diambil aliquot 10 ml dari 50 ml)

### 3.7.3 Karakterisasi Kestabilan Termal

Tahapan studi karakter stabilitas termal dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui suhu dekomposisi dari membran keramik yang terimpregnasi *fatty* imidazolinium yang disintesis. Analisis terhadap karakter stabilitas termal menggunakan teknik termogravimetri. Termogravimetri adalah teknik untuk mengukur perubahan berat dari suatu senyawa sebagai fungsi dari suhu ataupun waktu. Pada prinsipnya, sampel dengan berat beberapa miligram dipanaskan pada laju konstan (berkisar 1-20°C/menit), kemudian pemanasan dihentikan setelah sampel terdekomposisi seluruhnya atau hingga berat tertentu (tidak menunjukkan lagi dekomposisi).

Pengujian karakter kestabilan termal ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Spesifikasi instrumen yaitu Simultaneous DTA-TG Apparatus Shimadzu tipe DTG-60A. Rangkaian alat dikondisikan pada temperatur kamar, peningkatan suhu dari 28°C – 550°C, dialiri gas nitrogen dengan laju 260mL/menit, dan laju pemanasan (*heating rate*) 10°C/menit.

### 3.7.4 Analisis SEM

Karakterisasi morfologi untuk membran keramik-*fatty* imidazolinium dilakukan dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) tipe

S-5000 Hitachi di *Department of Chemical Engineering Hiroshima University* Jepang. Analisis *Scanning Elektron Microscopy* (SEM) dilakukan untuk mengetahui gambaran permukaan membran serta mengetahui ukuran pori-pori membran, sehingga dapat diketahui pengaruh dari impregnasi *fatty* imidazolinium pada morfologi membran.

