

**CAIRAN IONIK BERBASIS KATION BENZOTRIAZOLIUM
SEBAGAI PELARUT IONIK
PADA PROSES PELARUTAN DAN REKONSTITUSI SELULOSA**

SKRIPSI

**Diajukan untuk Memenuhi Sebagian dari Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia**



oleh

**YANUAR SETIADI
044768**

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN PENDIDIKAN KIMIA
FAKULTAS PENDIDIKAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS PENDIDIKAN INDONESIA
2008**

LEMBAR PENGESAHAN

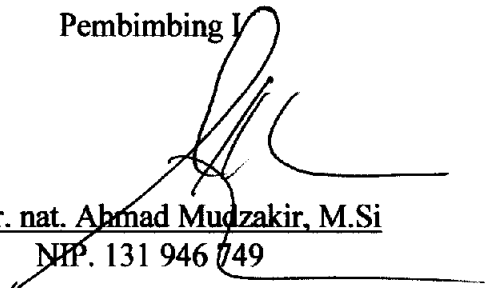
**CAIRAN IONIK BERBASIS KATION BENZOTRIAZOLIUM
SEBAGAI PELARUT IONIK
PADA PROSES PELARUTAN DAN REKONSTITUSI SELULOSA**

Oleh :

**YANUAR SETIADI
044768**

Disetujui dan disahkan oleh:

Pembimbing I



Dr. rer. nat. Ahmad Mudzakir, M.Si
NIP. 131 946 749

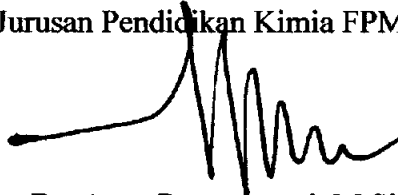
Pembimbing II



Siti Aisyah, M.Si
NIP. 132 296 927

Mengetahui,

Ketua Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI



Dr. Anna Permanasari, M.Si
NIP. 131 284 617

*"Bacalah, dan Tuhanmulah Yang Maha Pemurah,
Yang mengajarkan (manusia) dengan perantaraan kalam.
Dia mengajarkan kepada manusia apa yang tidak diketahuinya."*

(Q.S. Al-Alaq: 3-5)

*... Dan apabila dikatakan: "Berdirilah kamu, maka berdirilah, niscaya Allah akan
meninggikan orang-orang yang beriman diantara kamu dan orang-orang yang diberi
ilmu pengetahuan beberapa derajat"...*

(Q.S. Al-Mujaadilah: 11)

Orang akan tetap menjadi ahli ilmu yang sejati selama dia masih menuntut.

*Apabila pada suatu ketika dia berkata "Aku sudah pintar",
sesungguhnya dia sudah menjadi bodoh dengan sendirinya.*

(Luqman Hakim)

*Kita tidak bisa bijaksana dengan kebijaksanaan orang lain,
tapi kita bisa berpengetahuan dengan pengetahuan orang lain.*

(Michel De Montaigne)

Karya sederhana ini
kupersembahkan untuk
orang-orang tercinta
yang telah mengukir hari-hariku
menjadi indah dan bermakna ...



PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa skripsi yang berjudul "Cairan Ionik Berbasis Kation Benzotriazolium sebagai Pelarut Ionik pada Proses Pelarutan dan Rekonstitusi Selulosa" ini beserta seluruh isi di dalamnya sepenuhnya hasil karya saya sendiri. Tidak ada satupun unsur di dalam skripsi ini yang merupakan hasil penjiplakan ataupun pengutipan yang dilakukan dengan cara-cara yang tidak sesuai dengan etika keilmuan. Atas pernyataan ini, saya siap menanggung resiko/ sanksi yang dijatuhkan kepada saya apabila kemudian ditemukan adanya pelanggaran terhadap etika keilmuan dalam karya saya ini, atau ada klaim dari pihak lain terhadap keaslian karya saya ini.

Bandung, Desember 2008



Yanuar Setiadi



ABSTRAK

Penelitian dilakukan untuk mengetahui potensi cairan ionik berbasis kation benzotriazolium sebagai pelarut selulosa. Sembilan cairan ionik telah berhasil disintesis dan diujicobakan sebagai pelarut selulosa dengan bantuan pemanasan *microwave*. Kesembilan cairan ionik tersebut merupakan garam dari tiga jenis kation yaitu kation 1,3-etilmetil-1,2,3-benzotriazolium ([MEBzt]⁺), kation 1,3-heksilmetil-1,2,3-benzotriazolium ([MHBzt]⁺), dan kation 1,3-metiloktil-1,2,3-benzotriazolium ([MOBzt]⁺) dengan tiga jenis anion untuk masing-masing kation. Anion yang digunakan adalah bromida ([Br⁻]), asetat ([CH₃COO⁻]), dan tiosianat ([SCN⁻]). Cairan ionik [MEBzt]Br, [MHBzt]Br, dan [MOBzt]Br berhasil disintesis melalui dua tahap reaksi yaitu reaksi metilasi 1H-benzotriazol menggunakan dimetilsulfat dan reaksi alkilasi-kuartenerisasi masing-masing menggunakan etilbromida, heksilbromida dan oktilybromida. Keenam cairan ionik lainnya disintesis melalui reaksi metatesis anion antara garam 1,3-alkilmetil-1,2,3-benzotriazolium bromida dengan garam perak dari masing-masing anion. Analisis spektroskopi inframerah (FTIR) dan spektroskopi resonansi magnetik inti (¹H-NMR) yang digunakan untuk menentukan struktur menunjukkan bahwa kesembilan garam berhasil disintesis. Cairan ionik [MOBzt]CH₃COO memiliki kelarutan selulosa paling tinggi yaitu sebesar 20 % b/b. Terdapat kecenderungan peningkatan kelarutan selulosa seiring dengan bertambah panjangnya alkil dalam kation benzotriazolium. Pengaruh jenis anion terhadap kemampuan melarutkan selulosa dalam penelitian ini tidak terlihat jelas, namun terdapat kecenderungan umum bahwa kelarutan selulosa mengikuti urutan CH₃COO⁻ > Br⁻ > SCN⁻. Pengaruh proses pelarutan ini meningkatkan kestabilan termal dan memperkecil ukuran partikel dari selulosa.

Kata kunci: *Selulosa, cairan ionik, pelarutan, dan rekonstitusi.*



KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas berkat rahmat, hidayah dan karunia-Nya yang telah diberikan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Cairan Ionik Berbasis Kation Benzotriazolium sebagai Pelarut Ionik pada Proses Pelarutan dan Rekonstitusi Selulosa” yang diajukan untuk memenuhi sebagian syarat memperoleh gelar Sarjana Sains Program Studi Kimia Universitas Pendidikan Indonesia. Skripsi yang menyajikan gambaran penelitian mengenai potensi penggunaan cairan ionik berbasis benzotriazolium sebagai pelarut selulosa ini diharapkan memberikan sumbangan bagi perkembangan teknologi industri dalam pemanfaatan selulosa.

Keberhasilan penulis dalam menyelesaikan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan dan sumbangan moril maupun materil dari berbagai pihak. Oleh karena itu, rasa syukur yang tiada terhingga serta ungkapan terimakasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya penulis sampaikan kepada :

1. Dr. rer. nat. Ahmad Mudzakir, M.Si. sebagai pembimbing I dengan seluruh pikiran, ilmu, tenaga, waktu, saran, pengarahan serta kesabarannya membimbing penulis sehingga penelitian dan skripsi ini dapat diselesaikan.
2. Ibu Siti Aisyah, M.Si. sebagai pembimbing II yang telah membantu mengarahkan penulis dengan ilmu dan sarannya baik dalam penelitian maupun penulisan skripsi.
3. Dr. Anna Permanasari, M.Si. sebagai Ketua Jurusan Pendidikan Kimia UPI.
4. Drs. Asep Kadarrohman, M.Si. sebagai dosen pembimbing akademik atas bimbingan, arahan, saran yang diberikan kepada penulis.
5. Sekretaris, Staf Dosen dan Laboran Jurusan Pendidikan Kimia, atas ilmu yang telah diwariskan selama masa perkuliahan dan segala bantuan untuk kelancaran penulisan skripsi ini.

6. Kedua orang tua atas segala do'a, cinta dan kasih sayang serta kesabaran dan pengorbanan dalam mendidik dan membesarkan penulis sampai saat ini.
7. Saudara-saudaraku yang selalu menjadi motivator dan fasilitator dalam penulisan dan penyelesaian skripsi ini.
8. Rekan-rekan seangkatan yang telah memberikan dorongan agar penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
9. Semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Semoga segala bimbingan, dorongan, dan bantuan dari semua pihak dapat menjadi amal saleh dan mendapat balasan yang setimpal dari Allah Swt.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini jauh dari kesempurnaan. Namun demikian, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis khususnya, dan perkembangan ilmu kimia umumnya.

Bandung, Desember 2008

Penulis



DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL	ix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah Penelitian	1
1.2 Rumusan Masalah Penelitian	4
1.3 Batasan Masalah Penelitian	4
1.4 Tujuan Penelitian	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Cairan Ionik	6
2.1.1 Pengertian Umum dan Kecenderungan Riset	6
2.1.2 Metode Sintesis Cairan Ionik	9
2.2 Sistem Pelarut pada Proses Pelarutan Selulosa	13
2.2.1 Pengertian Umum dan Kecenderungan Riset	13
2.2.2 Cairan Ionik pada Proses Pelarutan Selulosa	18

BAB III METODE PENELITIAN	22
3.1 Lokasi Penelitian	22
3.2 Sistematika Penelitian	23
3.2.1 Sintesis Cairan Ionik Berbasis Garam Benzotriazolium	23
3.2.1.1 Alat dan Bahan	24
3.2.1.2 Prosedur Penelitian	25
3.2.2 Karakterisasi Struktur Cairan Ionik	31
3.2.2.1 Analisis Gugus Fungsi Cairan Ionik Menggunakan FTIR	31
3.2.2.2 Analisis Struktur Menggunakan ¹ H-NMR	31
3.2.3 Analisis Termal Cairan Ionik.....	31
3.2.4 Studi Pelarutan dan Rekonstitusi Selulosa	32
3.2.5 Karakterisasi Selulosa Sebelum dan Sesudah Proses Pelarutan..	33
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	 34
4.1 Sintesis Cairan Ionik Berbasis Garam Benzotriazolium	35
4.1.1 Metilasi 1H-Benzotriazol	35
4.1.2 Alkilasi-Kuartenerisasi 1-Metil-1,2,3-Benzotriazol	38
4.1.3 Reaksi Metatesis Anion Terhadap Garam 1,3-Alkilmetil- Benzotriazolium Bromida.....	40
4.2 Karakterisasi Struktur Cairan Ionik	42
4.2.1 Analisis Struktur [MEBzt]Br, [MHBzt]Br, [MOBzt]Br.....	43
4.2.2 Analisis Struktur [MEBzt]SCN, [MHBzt]SCN, [MOBzt]SCN..	45

4.2.3 Analisis Struktur [MEBzt]CH ₃ COO, [MHBzt]CH ₃ COO, [MOBzt]CH ₃ COO	46
4.3 Analisis Termal Cairan Ionik	48
4.4 Studi Pelarutan dan Rekonstitusi Selulosa	49
4.4.1 Proses Pelarutan Selulosa	49
4.4.2 Penentuan Jenis Struktur Selulosa dan Penentuan Keberhasilan Proses Pelarutan Selulosa	51
4.4.3 Proses Rekonstitusi Selulosa	53
4.5 Tahapan Karakterisasi Selulosa Sebelum dan Sesudah Proses Pelarutan	55
4.5.1 Analisis <i>Thermogravimetry- Differential Thermal Analysis</i> (TG-DTA)	55
4.5.2 Analisis <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	56
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	57
5.1 Kesimpulan	57
5.2 Saran	57
DAFTAR PUSTAKA	59
LAMPIRAN	62

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Beberapa Jenis Kation Cairan Ionik	7
Gambar 2.2	Struktur N,N-Dialkil Imidazolium	8
Gambar 2.3	Struktur N,N-Dialkil Benzotriazolium	9
Gambar 2.4	Reaksi Metatesis Anion	13
Gambar 2.5	Struktur Molekular Rantai Polimer Selulosa	14
Gambar 2.6	Jenis Selulosa	15
Gambar 2.7	Mekanisme Pelarutan Selulosa.....	17
Gambar 3.1	Bagan Alir Penelitian	23
Gambar 3.2	Skema Sintesis Garam 1,3-alkilmetil-1,2,3-Benzotriazolium	25
Gambar 3.3	Diagram Alir Studi Pelarutan dan Rekonstitusi Selulosa	33
Gambar 4.1	Reaksi Sintesis 1-Metil Benzotriazolium	35
Gambar 4.2	Kristal 1-Metil-Benzotriazol	36
Gambar 4.3	Perbandingan Spektra FTIR antara 1H-Benzotriazol dengan 1-Metil-Benzotriazol	37
Gambar 4.4	Reaksi Alkilasi dan Kuartenerisasi 1-Metil Benzotriazol	39
Gambar 4.5	Garam 1,3-Alkilmetil-Benzotriazolium Bromida.....	40
Gambar 4.6	Reaksi Metatesis Anion 1,3-Alkilmetil-Benzotriazolium Bromida	40
Gambar 4.7	Garam 1,3-Alkilmetil-Benzotriazolium Tiosianat	41
Gambar 4.8	Garam 1,3-Alkilmetil-Benzotriazolium Asetat	42
Gambar 4.9	Spektra FTIR 1,3-Alkilmetil-Benzotriazolium Bromida	44

Gambar 4.10	Spektra FTIR 1,3-Alkylmetil-Benzotriazolium Tiosianat	45
Gambar 4.11	Spektra FTIR 1,3-Alkylmetil-Benzotriazolium Asetat	46
Gambar 4.12	Grafik Hubungan antara Kelarutan Selulosa dengan Panjang Alkil Kation Cairan Ionik	51
Gambar 4.13	Perbandingan Spektra FTIR Sampel Selulosa dengan Larutan Selulosa-[MOBzt]CH ₃ COO	53
Gambar 4.14	Rekonstitusi Selulosa	54
Gambar 4.15	Cairan Ionik Setelah Proses Pelarutan dan Rekonstitusi Selulosa	55
Gambar 4.16	Gambar SEM Selulosa	56

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Tabel Penggolongan Pelarut Selulosa	16
Tabel 2.2 Tabel Kelarutan Selulosa pada Cairan Ionik	20
Tabel 4.1 Data Titik Leleh/ Transisi Gelas dan Titik Dekomposisi Cairan Ionik	49
Tabel 4.2 Tabel Kelarutan Selulosa pada Cairan Ionik Berbasis Kation Benzotriazolium.....	50



DAFTAR PUSTAKA

- Anitei, S.. (2007). "The Battery of the Future: Paper Made, in Whatever Shape You Want and Fueled by Sweat, Urine and Blood!". *Softpedia*: 6 September 2007.
- Anthony, J. L., Brennecke, J. F., Holbrey, J. D., Maginn, E. J., Mantz, R. A., Rogers, R. D., Trulove, P. C., Visser, A. E., dan Welton, T. (2003). *Physicochemical Properties of Ionic Liquids* dalam *Ionic Liquids in Synthesis*, P. Wasserscheid dan T. Welton (Eds.), Wiley Verlag, Frankfurt.
- Bradley, D. (1999). "Super Solvent". [Online]. Tersedia: <http://quill.qub.ac.uk/pdf/ti.pdf> [26 Juli 2008]
- Chaplin, M. (2008). "Cellulose". [Online]. Tersedia: <http://www.lsbu.ac.uk/water/hycl.html> [26 Juli 2008]
- Davis, J. H. dan Fox, P.A. (2003) "From Curiosities to Commodities: Ionic Liquids begin the Transition", *Chem. Comm.* 1209-1212
- Fitzwater, G., Geissler, W., Moulton, R., Plechkova, N.V., Robertson, A., Seddon, K.R., Swindall, J., dan Joo, K.W. (2005) "*Ionic Liquids: Source of Innovation*". [Online]. Tersedia : <http://quill.qub.ac.uk/source> [15 Februari 2007]
- Forsyth, A.S. dan MacFarlane, D.R., (2003), "1-Alkyl-3-methylbenzotriazolium Salts: Ionic Solvents and Electrolytes", *J. Mater. Chem.*, 13, 2451–2456.
- Gordon, C. M. (2003). "Synthesis and Purification of Ionic Liquid", *Ionic Liquid in Synthesis*. P. Wesserscheid dan T. welton (Eds.), Wiley Verlag, Frankfurt.
- Hagiwara, R. dan Ito, Y. (2000). "Room Temperature Ionic Liquids pf Alkylimidazolium Cations and Fluoroanions", *Journal of Fluorine Chemistry*.
- Heinze, T. dan Koschella, A. (2005). "Solvent Applied in The Field of Cellulose Chemistry – a Mini Review". [Online]. Tersedia: <http://www.scielo.br/scielo.php> [26 Juli 2008]
- Hermanutz, F., Meister, F., dan Uerdingen, E. (2006). "A New Developments in the Manufacture of Cellulose fibers with ionic liquids". *Chemical Fibers International*. 342-344.

- Holbrey, J.D. dan Seddon, K.R. (1999). "*Ionic Liquids*". [Online]. Tersedia : http://www.ngimat.com/pdfs/Ionic_Liquids.pdf [26 Juli 2008]
- Jelli-Jello. (2003). *Reaksi Kimia dalam "Pelarut Hijau"*. [Online]. Tersedia : <http://jelli-jello.co.id/listarticle1> [19 Februari 2007]
- Lajunen, M. (2006). "Green Chemistry for Sustainable Production". *Waste Minimization and Resources Optimization*. Department of Chemistry University of Oulu.
- Leipner, H. (2002). *Salzhydratschmelzen als Lösemedien für Cellulose und Cellulosederivate*. Disertasi. Von der Fakultät für Chemie und Physik der Technischen Universität Bergakademie Freiberg.
- Maase, M., Massonne, K., dan Uerdinger, E. (2006). "*Solution of Cellulose in Ionic Liquids*". [Online]. Tersedia: http://www.sigmaaldrich.com/aldrich/brochure/al_chemfile_v6_n9.pdf [26 Juli 2008]
- Mudzakir, A. (2006). "*A New Class of Ionic Solvents, Electrolytes and Engineering Fluids Based on 1,3-Alkylmethyl-1,2,3-benzotriazolium Salts*". Makalah. Disampaikan pada The 2006 Seminar on Analytical Chemistry, Yogyakarta.
- Mudzakir, A., (2004). "*Zur Chemie des carbenanalogen 1,3-Dimethyl-1,2,3-benzotriazolium-iodid*". Disertasi. Universitas Magdeburg.
- Murugesan, S dan Linhardt R. J. (2005). "*Ionic Liquid in Carbohydrate Chemistry – Current Trends and Future Directions*". Department of Chemical and Biological Engineering, Department of Chemistry and Chemical Biology and Department of Biology, Rensselaer Polytechnic Institute, Troy, New York, USA
- Olivier H dan Magna L. (2002). "Ionic Liquids: Perspectives for Organic and Catalytic Reactions." *J. Mol. Cat. A*. 419, 182-183
- Peters, J. (2004). *Strukturuntersuchungen an Cellulose und Cellulosederivaten aus ionischen Lösemitteln*. Disertasi pada Fakultät für Chemie und Physik der Technischen Universität Bergakademie Freiberg Jerman.
- Pitner, W. (2004). "Ionic Liquids: Properties and Applications". Ionic Liquids Workshop. *Royal Society of Chemistry*. 1-53
- Sastrohamidjojo, H. (1992). "*Spektroskopi Inframerah*". Yogyakarta : Liberty Yogyakarta.

- Swatloski, R. P. (2002). "Ionic Liquids as Green Solvent: Enabling New Material and Technologies". *Graduate Student Seminar Series*. Department of Chemistry and Center for Green Manufacturing, The University of Alabama.
- Swatloski, R. P., Holbrey, J. D., Spear, S K., dan Rogers R. D. (2002). "*Ionic Liquids for the Dissolution and the Regeneration of Cellulose*". Department of Chemistry and Center for Green Manufacturing, The University of Alabama.
- Toma, G., Gotov, B., Solcaniova, E. (2000). "*Enantioselective Allylic Substitution Catalyzed by Pd⁰-Ferrocenylphosphine Complexes in [Bmim][PF₆] IonicLiquid*" *Green Chem.* 2000, 2, 149.

