OPTIMASI SINTESIS CAIRAN ION 1-METIL-3-BUTILIMIDAZOLIUM KLORIDA DENGAN MENGGUNAKAN GELOMBANG MIKRO

OPTIMATION SYNTHESIS OF IONIC LIQUID 1-METHYL-3-BUTHYLIMIDAZOLIUM CHLORIDE BY MICROWAVE

Riri Enriyani[1,2], Anita Alni[1], Muhammad Ali Zulfikar[2]

[1]Kelompok Keilmuan Kimia Organik, FMIPA-ITB
[2]Kelompok Keilmuan Kimia Analitik, FMIPA-ITB

E-mail: -

Abstrak
Cairan ion adalah garam-garam cair yang memiliki titik lebur rendah dan berfasa *liquid* pada suhu kamar. Cairan ion merupakan alternatif pelarut organik yang ramah lingkungan dan sering disebut sebagai *designer solvent*. Cairan ion disintesis menggunakan CEM *Microwave* pada berbagai variasi suhu dan waktu. Sintesis awal dilakukan pada suhu 86^0C, 300 W selama 1 jam dengan rendemen sebesar 49,13%. Sintesis kedua dilakukan pada suhu 90^0C, 300 W selama 1 jam 15 menit dengan rendemen sebesar 63,18% dan sintesis ketiga dilakukan pada suhu 80^0C, 300 W selama 1 jam 30 menit dengan rendemen sebesar 17,16%. Kondisi optimum sintesis cairan ion diperoleh pada suhu 90^0C, 300 W selama 1 jam 15 menit.

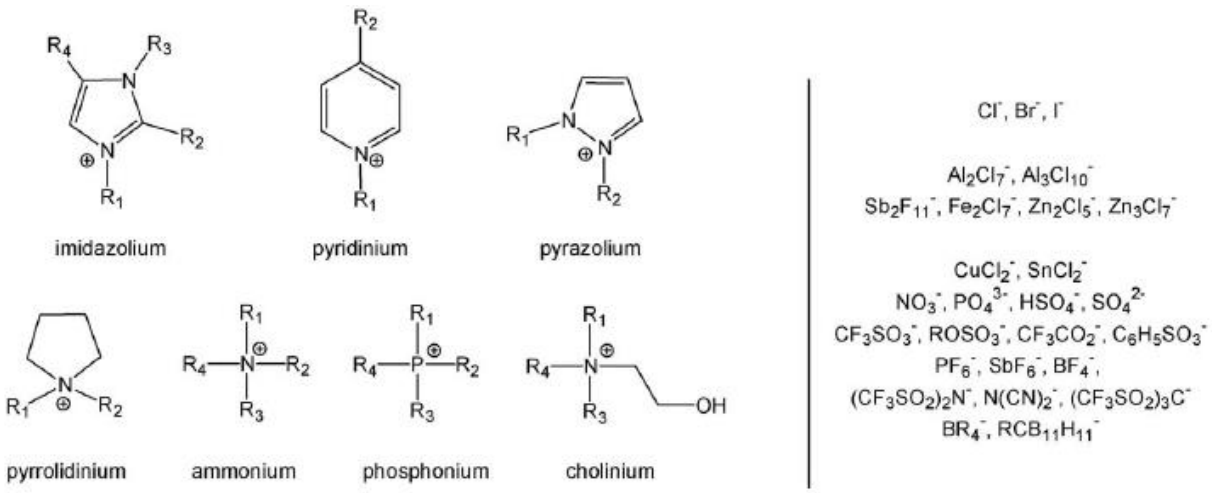
Kata kunci: cairan ion, *designer solvent*, CEM *microwave*

Abstract
Ionic liquids are liquid salts having a low melting point and a liquid phase at room temperature. Ionic liquids are an organic solvent that is an organic solvent and is often referred to as a designer solvent. Ionic liquids are synthesized using CEM Microwave at various temperature and time. The first synthesis was carried out at 86^0C, 300 W during 1 hour with a yield of 49.13%. The second synthesis was carried out at 90^0C, 300W during 1 hour 15 minutes with a yield of 63.18% and the third synthesis was carried out at 80^0C, 300 W during 1 hour 30 minutes with a yield of 17.16%. The optimum conditions of ionic liquid synthesis were obtained at 90^0C, 300 W during 1 hour and 15 minutes.

PENDAHULUAN

Iradiasi microwave merupakan iradiasi menggunakan gelombang elektromagnetik dengan frekuensi 0,3-300 GHz. Prinsip kerja microwave didasarkan pada efisiensi pemanasan material oleh gelombang mikro. Fenomena ini bergantung pada kemampuan suatu material untuk menyerap energi microwave dan mengubahnya dalam bentuk panas. Pemanasan menggunakan *microwave* disebabkan oleh dua mekanisme yaitu *dipolar polarization* dan *ionic conduction*[1].

Cairan ion adalah garam- garam cair yang memiliki titik lebur rendah dan berfasa *liquid* pada suhu kamar. Cairan ion merupakan alternatif pelarut organik yang ramah lingkungan dan sering disebut sebagai *designer solvents*. Cairan ion banyak digunakan dalam berbagai aplikasi disebabkan sifat fisik dan sifat kimia mereka yang berbeda dari pelarut yang lain seperti stabilitas termal yang tinggi, kurangnya perangsangan, titik uap yang rendah, stabilitas kimia dan kelarutan yang sangat baik[2].



Gambar 1. Kation dan Anion Utama Dari Cairan Ion[3]

Sintesis cairan ion dapat dilakukan dengan menggunakan refluks manual. Sintesis dengan menggunakan refluks manual memiliki kelemahan diantaranya rendemen sedikit dan waktu yang diperlukan cukup lama. Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya bahwa sintesis cairan ion dengan menggunakan refluks manual membutuhkan waktu 48 jam dengan aliran gas nitrogen[4]. Dengan menggunakan gelombang mikro diharapkan cairan ion dapat disintesis dalam waktu yang lebih cepat dan rendemen yang cukup banyak.

METODE PENELITIAN

Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan selama 6 bulan dimulai pada bulan Maret 2017 sampai bulan September 2018 di Laboratorium Kimia Analitik, Gedung Kimia, Institut Teknologi Bandung**.**

Peralatan dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *microwave*, neraca analitik, beaker, labu takar, pipet mikro, oven, evaporator, NMR, FT-IR

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah 1- metilimidazol, klorobutana dan etil asetat.

Prosedur

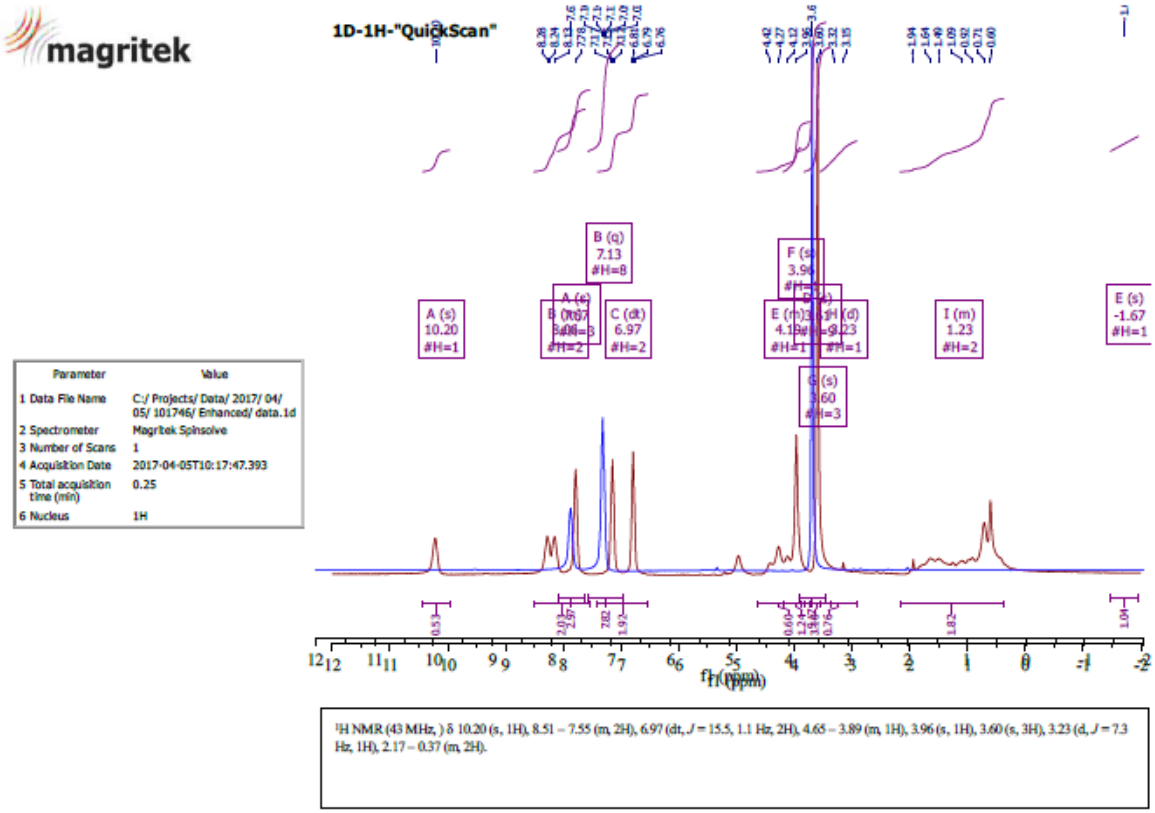
Sintesis cairan ion

15,05 mL klorobutana dan 11,41 mL 1- butil- 3- metil immidazol ditempatkan di dalam wadah microwave. Campuran dipanaskan di dalam CEM *microwave* open vessel dan iradiasi dalam berbagai variasi suhu dan waktu. Sintesis awal dilakukan pada suhu 86^0C, 300 W selama 1 jam. Sintesis kedua dilakukan pada suhu 90^0C, 300 W selama 1 jam 15 menit dan sintesis ketiga dilakukan pada suhu 80^0C, 300 W selama 1 jam 30 menit. Cairan ionik yang dihasilkan dicuci etil asetat sebanyak 2 -3 kali dan dikeringkan di bawah vakum pada suhu 80^0C. Produk dikarakterisasi menggunakan NMR dan FTIR.

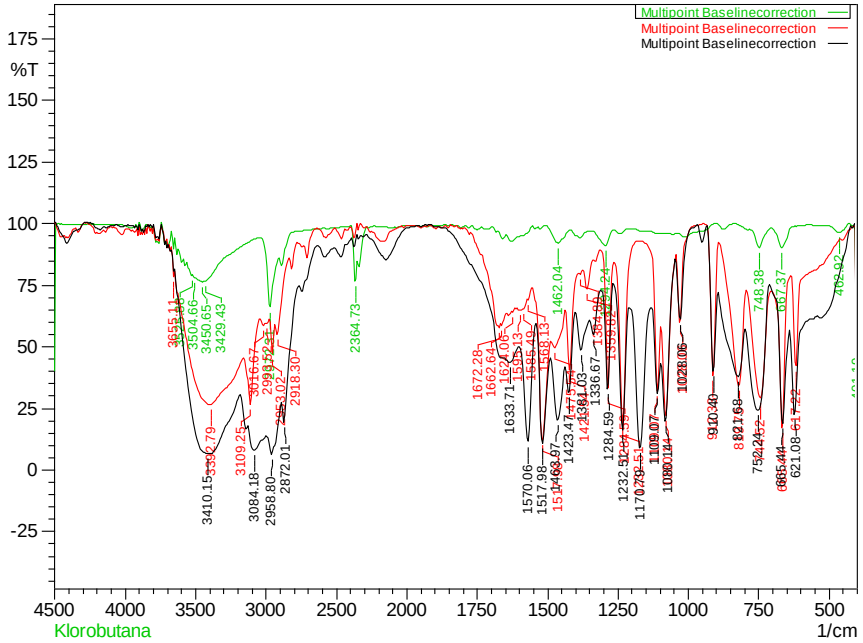
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Dari spektrum yang terdapat pada Gambar 1, dapat disimpulkan bahwa cairan ion 1-butil-3-metilimidazolium klorida telah terbentuk dengan adanya pergeseran antara spektrum1-metilimidazol dengan 1-butil-3-metilimidazolium klorida khususnya pada daerah aromatik. Pergeseran H-NMR pada daerah aromatik 1-metilimidazol adalah

7.67 (s, 3H), 7.13 (q, *J* = 1.1 Hz, 8H), sedangkan pergeseran H-NMR pada daerah aromatik 1-butil-3-metilimidazolium klorida adalah 10.20 (s, 1H), 8.51 – 7.55 (m, 2H), 6.97 (dt, *J* = 15.5, 1.1 Hz, 2H). Karakterisasi cairan ion juga dilakukan dengan FTIR selain dengan NMR.

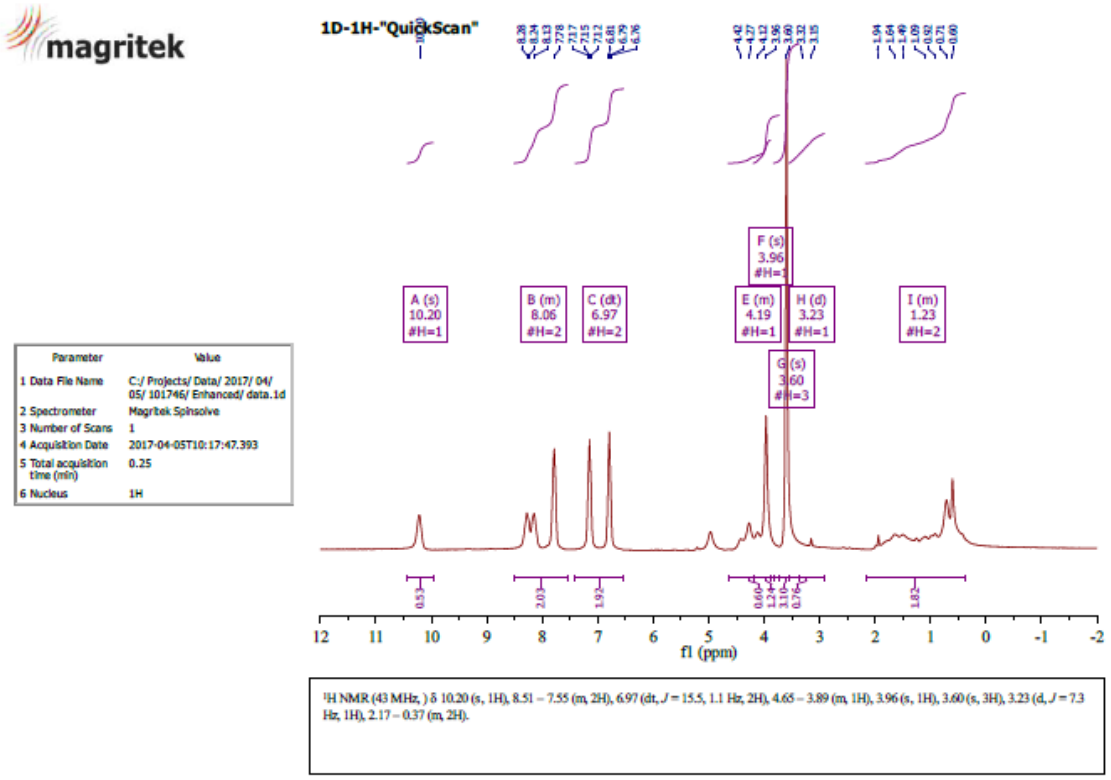


Gambar 2. Pergeseran Spektrum 1-metilimidazol Dengan 1-butil-metilimidazolium klorida

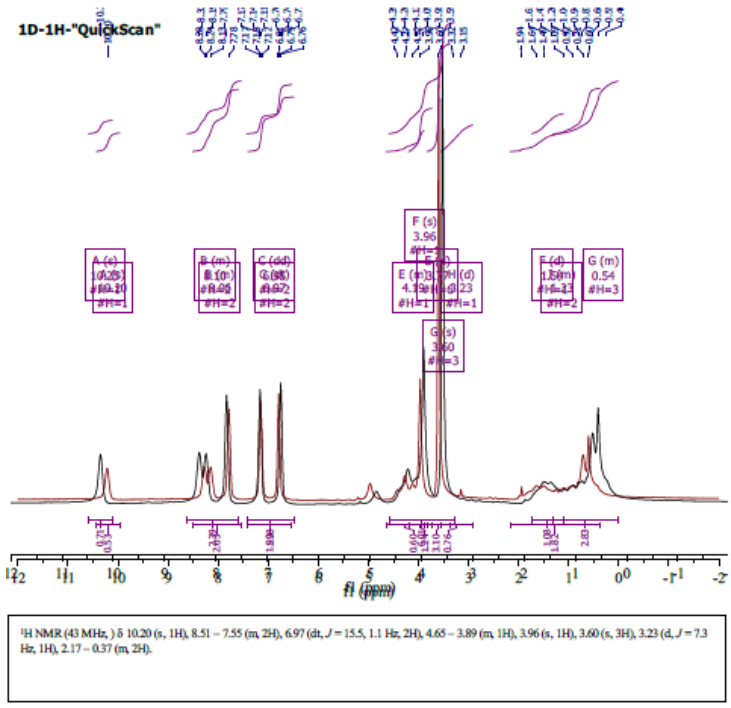


Gambar 3. Spektrum FTIR 1-butil-3-metilimidazolium klorida Dengan 1-klorobutana dan 1-metilimidazol

Berdasarkan spektrum FTIR pada Gambar 2 dapat terlihat adanya pergeseran puncak dan munculnya puncak-puncak baru pada 1-butil-3-metilimidazolium klorida. Puncak baru yang muncul berada pada daerah bilangan gelombang 1170,79 cm^{-1} dan 1381,03 cm^{-1}.

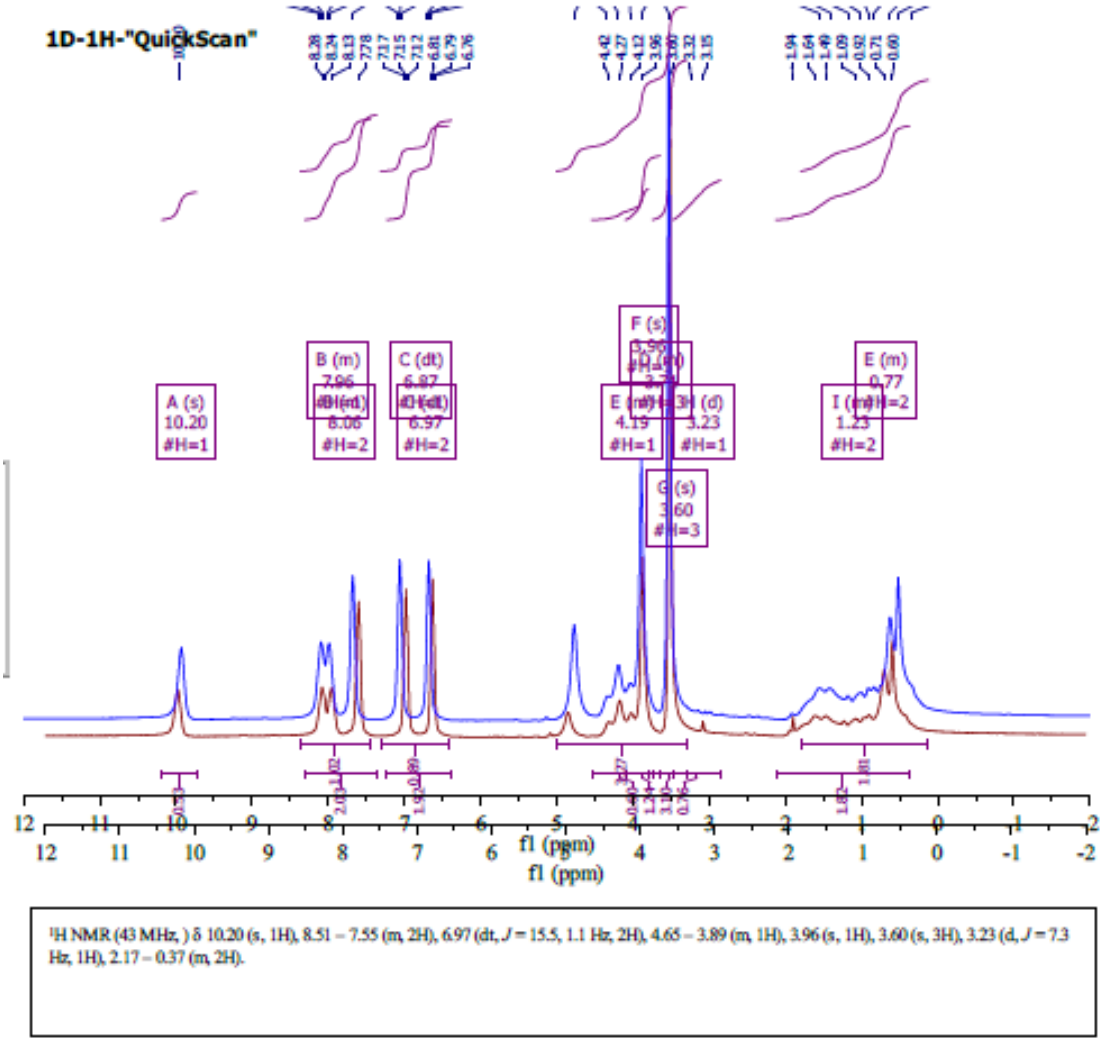


a



b

Gambar 3. Spektrum NMR Cairan Ion 1-butil-3-metilimidazolium klorida (a) 86^{0}C, 300 W Selama 1 Jam (b) 90^{0}C, 300 W Selama 1 Jam 15 Menit



c

Gambar 3. Spektrum NMR Cairan Ion 1-butil-3-metilimidazolium klorida (c) 80^{0}C, 300 W Selama 1 Jam 30 Menit

Pada Gambar 3, diperoleh bahwa cairan ion yang disintesis dengan berbagai variasi suhu dan waktu memiliki bentuk puncak NMR yang sama dengan rendemen yang berbeda.

$$\%\text{Rendemen} = \frac{\text{massa produk}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

Sintesis awal dilakukan pada suhu 86^{0}C, 300 W selama 1 jam dengan rendemen sebesar 49,13%. Sintesis kedua dilakukan pada suhu 90^{0}C, 300 W selama 1 jam 15 menit dengan rendemen sebesar 63,18% dan sintesis ketiga dilakukan pada suhu 80^{0}C, 300 W selama 1 jam 30 menit dengan rendemen sebesar 17,16%. Semakin tinggi suhu yang digunakan, maka semakin cepat terbentuk produk yang diinginkan disebabkan karena semakin tinngi suhu maka energi kinetik partikel perekasi semakin besar dan semakin mempercepat terjadinya reaksi. Waktu juga mempengaruhi rendeman dari produk karena sintesis dengan waktu yang lama pada microwave akan menyebabkan pereaksi bereaksi dengan sempurna. Cairan ion yang terbentuk digunakan untuk sintesis TiO_2 menggunakan metode hidrotermal. TiO_2 yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan SEM dan XRD.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Sintesis cairan ion yang dilakukan dengan CEM *microwave* lebih cepat dibandngkan dengan refluks manual. Dengan berbagai variasi dan waktu diperoleh kondisi optimum cairan ion pada suhu 90^0C, 300 W selama 1 jam 15 menit.

Saran

Metode sintesis menggunakan microwave ini diharapkan dapat digunakan untuk mensintesis jenis cairan ion lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Rana, K.K. and Rana, S. (2014). Microwave Reactors: A Brief Review on Its Fundamental Aspects and Applications. *Open Access Library Journal*, 1: e686. http://dx.doi.org/10.4236/oalib.1100686

[2] Subbiah Sawmiah., Venkantesan Srinivasadesikan., Ming - Chung Tseng.,Yen Ho Chu,. (2009). On the chemical stabilities of ionic liquids, *Review*, 14

[3] H. Olivier-Bourbigou , L. Magna , D. Morvan. (2010). Ionic liquids and catalysis: Recent progress from knowledge to applications, *Applied Catalysis*, 373, 1-56

[4] Organic Syntheses. (2004). Preparation of 1-butyl-3-methyl imidazolium based room temperature ionic liquid, *Open Access Journal*,10, 184 Doi:1015227/orgsyn.079.0236.

[5] Habib, Md Ahsan., Md Tusan Shahadat., Newaz Mohammed Bahadur., Iqbal M I Ismail., dan Abu Jafar Mahmood,. (2013). Synthesis and characterization of ZnO-TiO2 nanocomposites and their application as photocatalysts, *International Nano Letters*, 3(5), 1-8.