

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

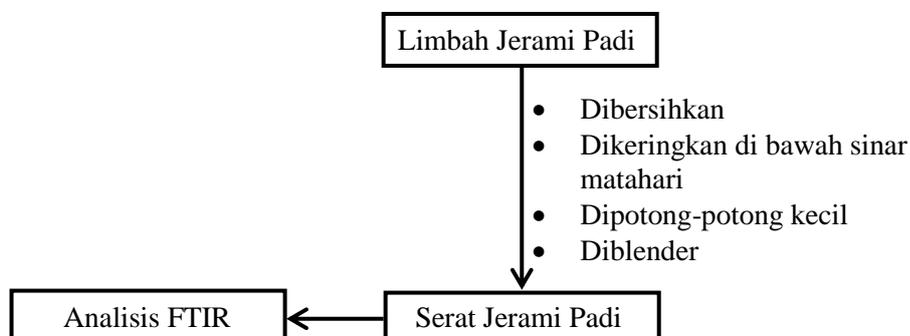
Bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah jerami padi, NaOH dan aquadest untuk melakukan delignifikasi jerami padi. Sedangkan dalam proses konversi selulosa menjadi HMF digunakan LiCl, DMA, dan katalis CrCl₃.

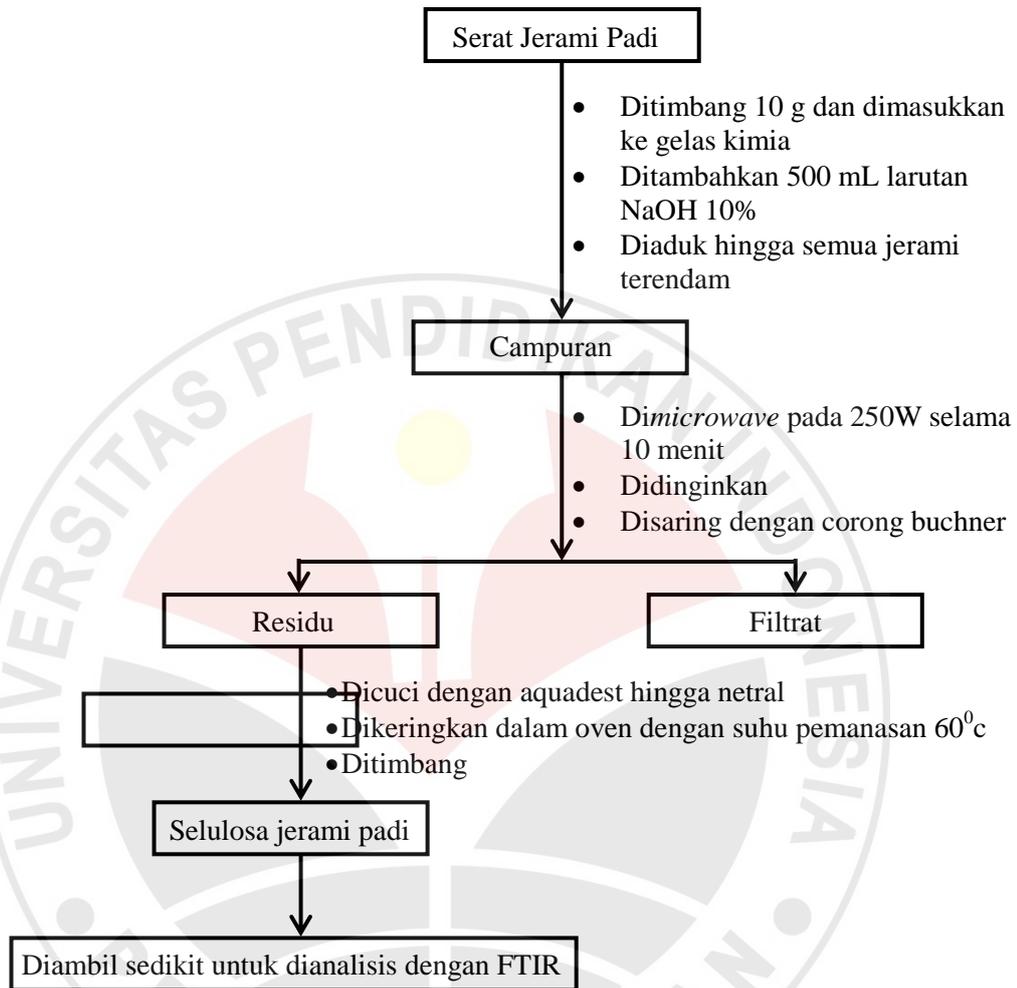
Pada penelitian ini digunakan pula *whatman paper* sebagai selulosa murni untuk dibandingkan hasilnya dengan selulosa jerami padi. Kertas saring whatman ini terdiri dari 98% serat kapas kualitas tinggi. (Oscar, 2009 : 26)

Alat yang akan digunakan adalah gelas kimia, labu Erlenmeyer, set neraca analitik, termometer, strirer, heater, penangas, pH indikator serta *microwave oven* merk Electrolux. Proses analisis hasil produk HMF digunakan instrumen FTIR-8400 SHIMADZU, GCMS dan HPLC-D700 HITACHI .

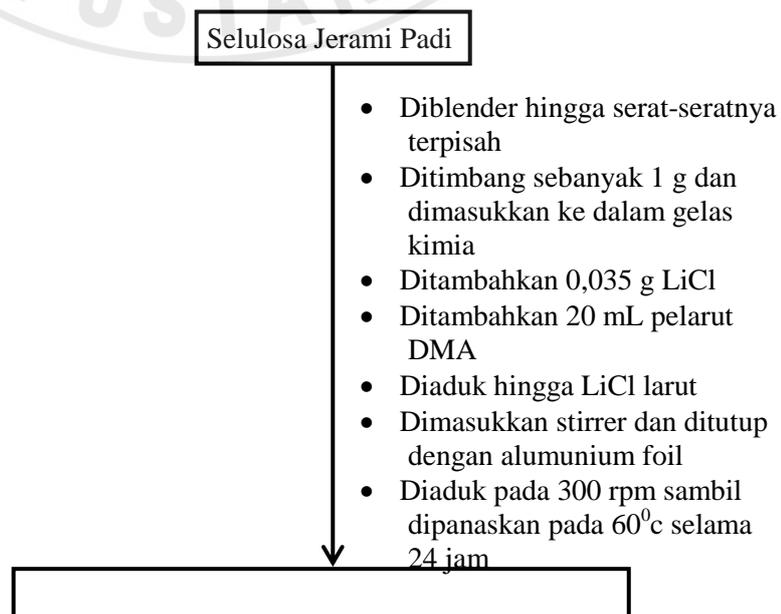
3.2 Bagan Alir Penelitian

3.2.1 Ekstraksi Selulosa





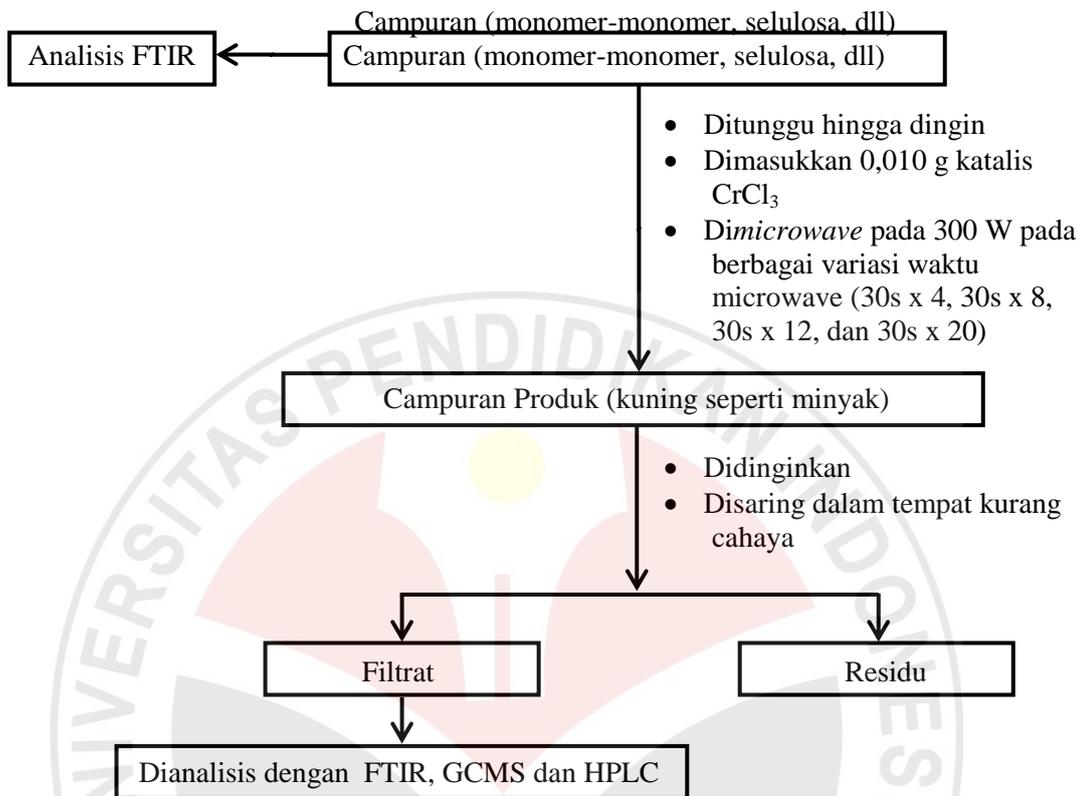
3.2.3 Konversi Selulosa Jerami Padi menjadi HMF (variasi waktu *microwave*)



Fatia Hanifah ZF, 2012

Studi Pendahuluan Reaksi Konversi Selulosa Dari Biomassa Jerami Padi (*Rice Straw*) Menjadi 5-*Hydroxymethylfurfural* Sebagai Prekursor *Biofuel* 2,5-*Dimethylfuran* Menggunakan Radiasi *Microwave*

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu



3.3 Metode Penelitian

3.3.1 Delignifikasi Jerami Padi

Jerami padi dibersihkan dari kotoran-kotorannya, dicuci dengan air mengalir dan kemudian dikeringkan di bawah terik sinar matahari selama dua minggu. Jerami yang telah kering kemudian dipotong-potong kecil dan diblender hingga halus atau berserat-serat kecil. Jerami ini diambil sedikit untuk dianalisis dengan FTIR lalu ditimbang sebanyak sepuluh gram dan dimasukkan ke dalam gelas kimia kemudian ditambahkan ke dalamnya larutan NaOH 10% sebanyak 500 mL. Campuran diaduk hingga semua jerami terendam. Campuran ini lalu *dimicrowave* pada 250 W selama sepuluh menit.

Campuran kemudian disaring dengan corong buchner dan bantuan pompa vakum. Residunya dicuci dengan aquadest hingga netral. Setelah netral, residu dikeringkan dengan pemanasan oven pada suhu 60⁰c. Residu kering ditimbang dan diambil sedikit untuk dianalisis dengan FTIR. Sebagai pembanding dilakukan analisis FTIR terhadap *whatman paper* yang dianggap sebagai selulosa murni.

3.3.2 Konversi Selulosa menjadi HMF

Selulosa yang dihasilkan dari proses delignifikasi menggunakan *microwave* diblender hingga didapatkan serat-serat yang terpisah. Sebanyak 0,100 g selulosa, 0,035 g LiCl dan 20 mL DMA dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL. Campuran ditutup dengan aluminium foil dan distirer pada 300 rpm sambil dipanaskan pada 60⁰c selama 24 jam. Kemudian dilakukan analisis FTIR untuk melihat apakah ada perubahan pada campuran.

Ke dalam campuran dimasukkan katalis CrCl₃.6H₂O sebanyak 0,010 g. Campuran di *microwave* pada daya 300 W dengan waktu yang bervariasi (30s x 4, 30s x 8, 30s x 12 dan 30s x 20). Setelah dingin, campuran disaring. Filtratnya dianalisis secara kualitatif dengan instrumen GCMS dan HPLC.

3.3.3 Analisis Kualitatif

Dilakukan analisis dengan instrumen GCMS terhadap larutan produk untuk dilihat senyawa apa saja yang berada di dalamnya. Kemudian dilakukan *scanning* terhadap larutan standar HMF pada rentang panjang gelombang 200 nm-

300 nm dengan spektrofotometer UV untuk dilihat pada panjang gelombang berapakah senyawa HMF memberikan serapan maksimum. Data panjang gelombang yang didapat kemudian digunakan pada detektor UV instrumen HPLC yang digunakan.

Analisis kualitatif dilakukan dengan metode perbandingan waktu retensi. Metode ini dilakukan dengan cara membandingkan waktu retensi peak HMF pada kromatogram standar dengan peak yang keluar pada kromatogram sampel (larutan produk).

Pada penelitian ini dilakukan usaha untuk mendapatkan parameter HPLC seperti perbandingan komposisi dan laju alir fasa gerak yang baik dalam pemisahan komponen-komponen yang terdapat dalam larutan produk.

Adapun parameter tetap yang digunakan pada proses analisis HPLC ini adalah sebagai berikut.

- Instrumentasi : HPLC D700 HITACHI
- Detektor : UV 284 nm
- Kolom : C18 *reverse phase* (250 mm x 4,6 mm x 5,0 μ m)
- Suhu : 35⁰c
- Volume injeksi : 20 μ L

(Dutta, et. al : 2, 2012)

Untuk perbandingan komposisi fasa gerak yang dicobakan adalah perbandingan komposisi fasa gerak metanol:H₂SO₄=50:50, 40:60, 30:70 dengan laju alir fasa gerak dilakukan pada 1 mL/menit dan 10: 90 pada 0,75 mL/menit.