

## BAB III

### METODE PENELITIAN

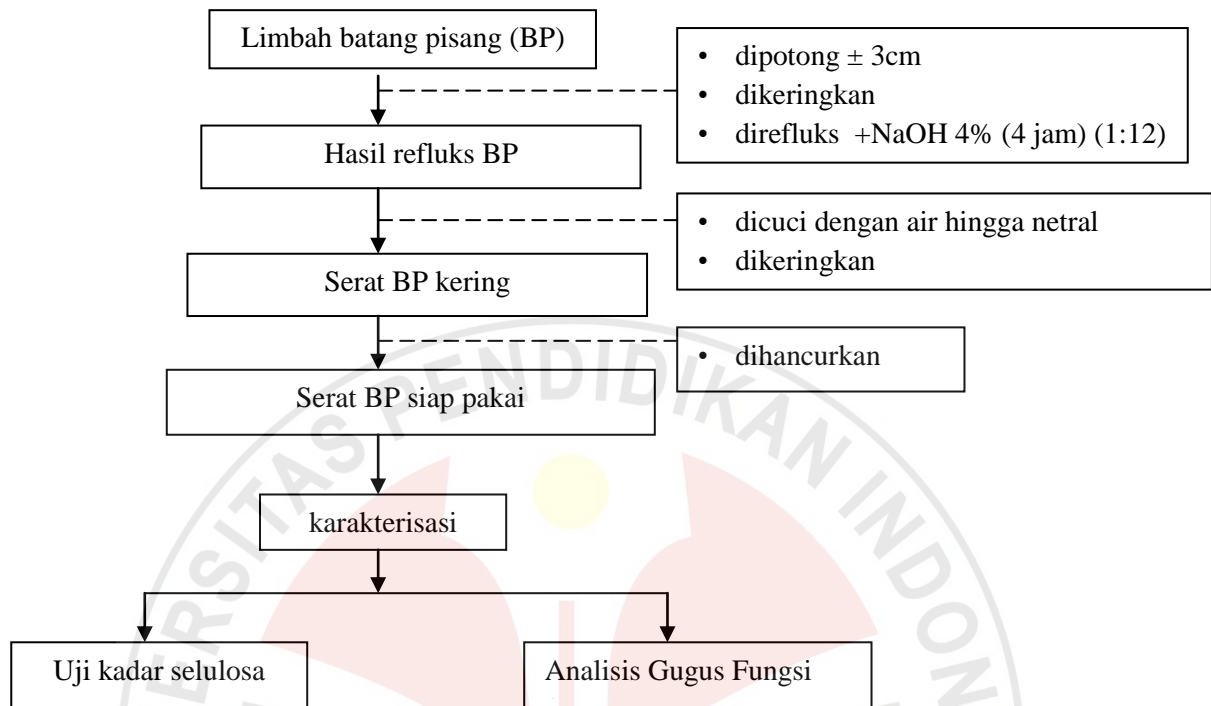
#### 3.1. Lokasi Penelitian

Proses delignifikasi limbah batang pisang (BP) dan sintesis kopolimer *superabsorbent* dibawah radiasi *microwave* dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis spektroskopi infra merah (FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan Bandung. Analisis *Thermogravimetry–Differential Thermal Analysis* (TG-DTA) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

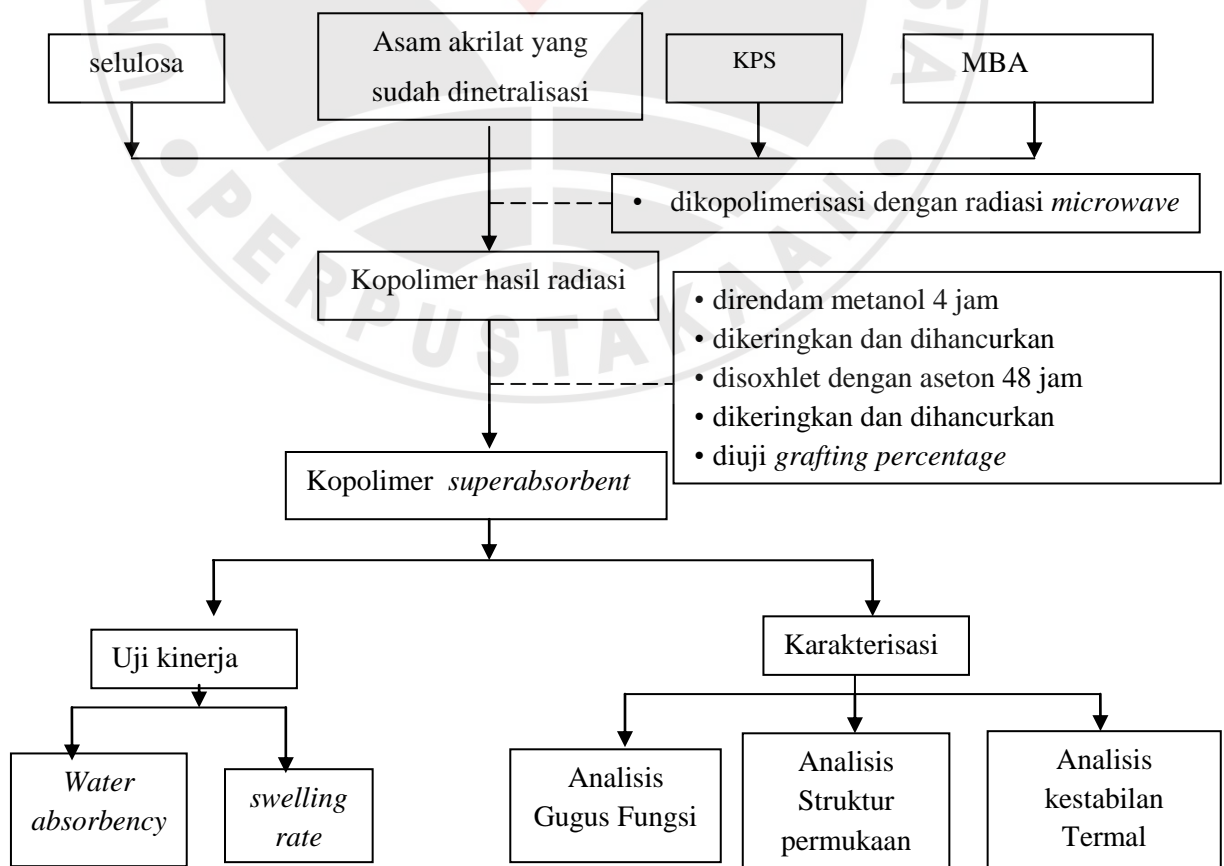
#### 3.2. Desain Penelitian

Desain penelitian dibagi dalam beberapa tahap, yaitu delignifikasi limbah batang pisang (BP), karakterisasi gugus fungsi selulosa batang pisang, sintesis kopolimer *superabsorbent*, dan tahap karakterisasi kopolimer *superabsorbent*.

Secara keseluruhan penelitian dapat digambarkan pada bagan alir berikut:



Gambar 3.1. Diagram Alir Proses Delignifikasi Limbah Batang Pisang



Gambar 3.2. Diagram Alir Sintesis Material Kopolimer Superabsorbent

### 3.3. Alat dan Bahan

#### 3.3.1. Alat

Alat-alat yang digunakan adalah : *microwave* LG 90-620 w 15 A 250 volt, alat-alat gelas, *magnetic stirrer*, set alat refluks, set alat soxhlet, pemanas listrik, batang pengaduk, spatula, corong buchner, neraca analitik, penangas, oven, dan alat-alat untuk analisis berupa *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) Shimadzu 8400, *Thermogravimetry–Differential Thermal Analysis* (TG-DTA) Shimadzu 60 A, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

#### 3.3.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah: limbah batang pisang, asam akrilat (AA) p.a produk *Merck*, N,N'-metilenbisakrilamida (MBA) p.a produk *Merck*, kalium peroksidisulfat (KPS) p.a produk *Merck*, NaOH teknis produk *Bratachem*, metanol teknis produk *Bratachem*, aquades, aseton teknis produk *Merck*, pH indikator, dan NaCl teknis produk *Bratachem*.

### 3.4. Prosedur Penelitian

#### 3.4.1. Proses Delignifikasi Limbah Batang Pisang

Hal yang pertama dilakukan adalah batang pisang (BP) dipotong-potong hingga ukuran  $\pm 3$  cm dan dikeringkan hingga kelembaban 8%. Selanjutnya BP kering direfluks dengan NaOH 4% selama 4-4,5 jam pada suhu 100<sup>0</sup>C. Perbandingan massa BP dengan volume larutan adalah 1:2. Setelah refluks, kemudian BP yang telah didelignifikasi dicuci dengan menggunakan air hingga

pH-nya netral, serat BP yang telah netral dikeringkan dalam oven pada suhu rendah < 60<sup>0</sup>C. Kemudian serat yang sudah kering dihancurkan dan diuji kadarnya serta dikarakterisasi gugus fungsinya dengan FTIR (Satibi, tanpa tahun).

### 3.4.2 Pengujian Kadar Selulosa

Satu gram selulosa kering (Massa A) dimasukkan ke dalam 150 ml aquades dan direfluks pada suhu 100<sup>0</sup>C selama 1 jam. Hasil refluks disaring dan didapatkan residu. Residu dicuci dengan air panas 300 ml dan dikeringkan dalam oven sampai massanya konstan (Massa B). Residu B yang sudah kering ditambah 150 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N dan direfluks selama 1 jam pada suhu 100<sup>0</sup>C. Hasilnya disaring kemudian dicuci dengan aquades sampai netral dan residunya dikeringkan hingga massanya konstan (Massa C). Residu C kering ditambahkan 100 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 72% dan direndam pada suhu kamar selama 4 jam. Selanjutnya ditambahkan 150 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N dan direfluks pada suhu 100<sup>0</sup>C selama 1 jam. Hasilnya disaring kemudian dicuci dengan aquades sampai netral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105<sup>0</sup>C sampai massanya konstan (Massa D) (Andriyanti, dkk., 2012).

$$\text{Kadar Selulosa} = \frac{\text{massa C} - \text{massa D}}{\text{massa A}} \times 100\%$$

### 3.4.3 Sintesis Kopolimer *Superabsorbent*

Tahap pertama adalah menetralsir AA dengan NaOH 20% dalam penangas es. Selanjutnya AA yang sudah netral dicampurkan dengan selulosa BP, KPS 0,008 g dan MBA 0,008 g. Campuran diaduk dengan *magnetic stirrer*

selama setengah jam. Selanjutnya, campuran dimasukkan ke dalam *microwave* selama 4,5 menit dengan daya 180 W agar terjadi proses kopolimerisasi cangkok. Setelah proses kopolimerisasi selesai, kopolimer *superabsorbent* yang terbentuk dibiarkan hingga mencapai suhu ruangan. Selanjutnya kopolimer direndam dalam metanol selama 4 jam dan dikeringkan pada suhu 30°C selama 48 jam. Kopolimer cangkok yang telah disintesis dihancurkan menjadi serbuk dan dilakukan uji kinerja serta dikarakterisasi dengan FTIR, TG-DTA, dan SEM (Wang, *et al.*, 2009). Pembuatan kopolimer diulang dengan cara memvariasikan komposisi monomer AA yaitu 100%, 95%, 91%, 86%, dan 83% (*w/w*) dan komposisi selulosa yaitu 0%, 5%, 9%, 14%, dan 17% (*w/w*).

#### 3.4.4. Pengukuran *Grafting Percentage*

Sampel diekstraksi dalam ekstraktor Soxhlet untuk direfluks selama 48 jam menggunakan aseton sebagai pelarut untuk membuang monomer yang tidak bereaksi dan homopolimer. Produk hasil refluks dikeringkan dalam oven pada suhu 65°C selama 24 jam dan ditimbang untuk menentukan jumlah polimer yang tercangkok. Persentase polimer yang tercangkok (*grafting percentage*) dihitung dengan persamaan berikut,

$$\text{GP}\% = (W_2 / W_1) \times 100$$

Keterangan :

GP % = *grafting percentage* (%)

W<sub>1</sub> = massa monomer dicangkokkan (g)

W<sub>2</sub> = massa kopolimer cangkok (g)

(Wang, *et al.*, 2009)

### 3.4.5 Uji Kinerja

#### 3.4.5.1. Pengukuran *Water Absorbency*

Sampel ditimbang sebanyak 0,05 g dan dilarutkan dalam 100 mL aquades dan juga dalam 50 mL larutan NaCl 0,9% pada suhu kamar selama 8 jam untuk mencapai *swelling equilibrium*. Sampel itu kemudian dipisahkan dari media pengembang (*swelling media*) dengan cara disaring. Daya serap air dapat dihitung dengan menggunakan rumus:  $Q = (m_2 - m_1) / m_1$ , dimana  $m_1$  dan  $m_2$  masing-masing adalah massa sampel kering dan sampel yang mengembang (*swollen sample*). Nilai Q dihitung sebagai gram air per gram sampel (Wang, *et al.*, 2009)

#### 3.4.5.2. Pengukuran *Swelling Rate*

Sampel dituangkan ke dalam aquades sebanyak 100 mL. Pada interval waktu tertentu air yang diserap sampel,  $Q_t$ , diukur menurut persamaan  $Q_t = (m_2 - m_1) / m_1$ .

Pengukuran dilakukan dalam kondisi yang sama seperti pada pengukuran *water absorbency* (Wang, *et al.*, 2009).

### 3.4.6. Karakterisasi

#### 3.4.6.1. Analisis Gugus Fungsi

Sampel yang digunakan berupa cuplikan bentuk bubuk yang dipadatkan ditambah dengan KBr. Sampel selulosa dari batang pisang dan kopolimer

*superabsorbent* berbahan baku limbah batang pisang yang telah disintesis diidentifikasi gugus fungsinya dengan menggunakan FTIR.

#### 3.4.6.2. Analisis Struktur Permukaan

Analisis struktur permukaan dilakukan menggunakan *Scanning Elektron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur permukaan kopolimer SAP hasil sintesis dengan perbesaran 20000x dan energi 10 kV.

#### 3.4.6.3. Analisis Kestabilan Termal

Sampel kopolimer SAP dianalisis menggunakan instrumen TG-DTA. Kisaran suhu dalam percobaan adalah 28-550°C dengan laju pemanasan 10°C/menit dan nitrogen dengan aliran 1 mL/menit.