

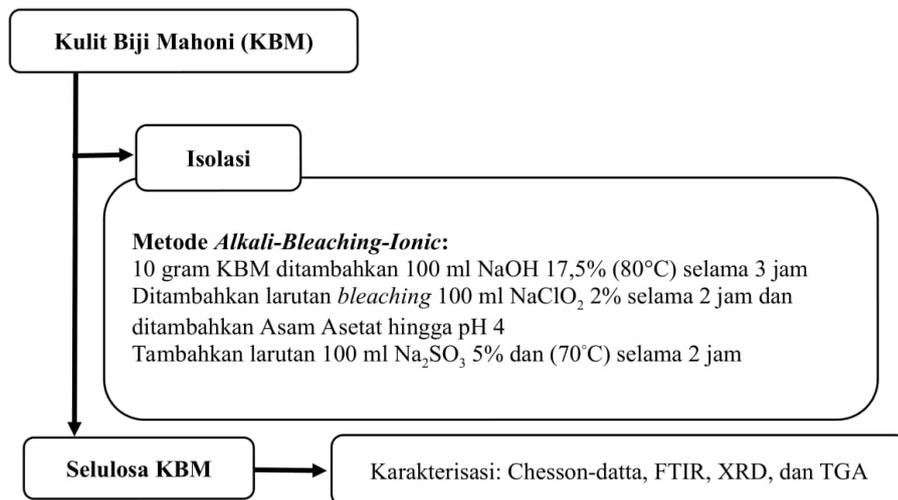
## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

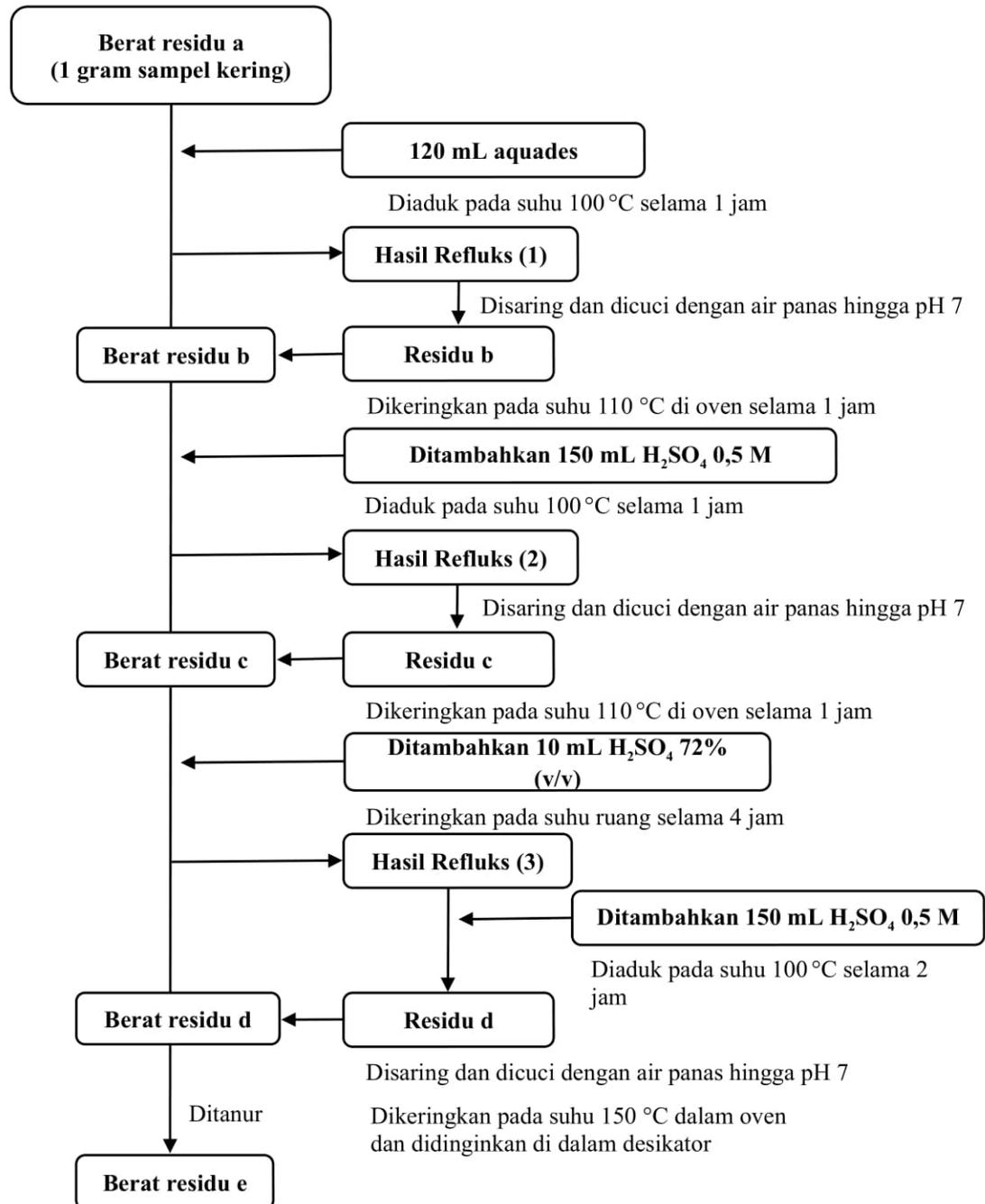
Penelitian dilakukan dari bulan Maret 2024 hingga Juli 2024 di Laboratorium Riset Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung. Penelitian ini menggunakan metode eksperimen. Kegiatan dalam penelitian ini dilakukan untuk mengisolasi selulosa dari kulit biji Mahoni menggunakan metode Chesson-Datta. Lalu selulosa yang didapat akan diuji karakteristik dengan mengidentifikasi gugus fungsi, diameter partikel, struktur permukaan dan sifat termal.

### 3.2 Desain Penelitian

Penelitian dilakukan dalam beberapa tahapan seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 3.1** Tahapan penelitian yang akan dilakukan meliputi (1) Isolasi Selulosa dari Biji Mahoni, (2) Penerapan metode Chesson-Datta untuk menentukan kandungan lignoselulosa, dan (3) karakterisasi untuk memperoleh karakteristik termal dan fisika kimia dari selulosa biji mahoni.



**Gambar 3. 1** Alur penelitian isolasi selulosa



**Gambar 3. 2** Diagram Alir Pengujian Menentukan Kandungan Lignoselulosa dengan Metode Chesson-Datta

### 3.3 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu: 1) Isolasi: gelas kimia, *hot plate*, *stirrer bar*, neraca analitik, gelas ukur, cawan petri, spatula, batang pengaduk, gunting/cutter, corong buchner, Erlenmeyer vakum, ayakan mesh No. 100, blender, oven, cawan poselen, tanur, statif dan klem, set alat refluks. 2) Karakterisasi: spectrometer FTIR (The ALPHA II), XRD (The MiniFlex benchtop Rigaku 6<sup>th</sup> generation), dan instrumen TGA (TG/DTA Hitachi STA7300).

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu: kulit biji mahoni, NaOH 17.5%, asam asetat (CH<sub>3</sub>COOH), natrium klorit (NaClO<sub>2</sub>) 2%, natrium sulfit (Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>) 5%, aquades, asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 0,5 M, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 72%, kertas saring whatman No. 42, dan indikator pH universal.

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Persiapan Biji Mahoni

Kulit biji mahoni yang berwarna coklat dan kering dipisahkan dengan bagian bijinya. Selanjutnya, kulit kering biji mahoni dikeringkan di dalam oven pada suhu 80 °C selama 8 jam untuk mengurangi kadar air pada kulit biji mahoni. Setelah kering, kulit biji mahoni dihaluskan menggunakan blender hingga diperoleh serbuk halus kulit biji mahoni.

#### 3.4.2 Isolasi Selulosa dari Biji Mahoni

Prosedur isolasi selulosa dimodifikasi dalam proses isolasi selulosa biji mahoni yang akan digunakan dalam penelitian ini. Dalam penelitian ini dilakukan beberapa proses untuk mengisolasi selulosa. Proses pertama dilakukan delignifikasi, ditimbang 20 gram serbuk biji mahoni dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 500 ml. Ditambahkan dengan 200 mL natrium hidroksida (NaOH) 17,5% pada suhu 80 °C, lalu diaduk dengan *stirrer bar* selama 3 jam. Proses alkali dengan NaOH dengan tujuan untuk menghancurkan lignin, hemiselulosa, dan material non-selulosa dari biji mahoni dengan tujuan untuk menghasilkan selulosa (Chieng dkk., 2017). Proses selanjutnya dilakukan proses *bleaching* ditambahkan 200 mL

natrium klorit ( $\text{NaClO}_2$ ) 2% pada suhu  $70\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Lalu asam asetat ditambahkan ke dalam campuran hingga pH mencapai 4. Setelah 2 jam campuran didiamkan hingga terbentuk 2 fasa, lalu fasa atas dipisahkan dari fasa bawah. Proses penambahan larutan *bleaching* ( $\text{NaClO}_2$  2%) akan diulang hingga 6 kali siklus untuk memperoleh endapan selulosa berwarna putih. Tujuan dari proses *bleaching* ini adalah untuk menghancurkan komponen fenolik yang terdapat pada lignin. Proses isolasi selanjutnya ditambahkan larutan ionik dengan menggunakan  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  5% pada suhu  $70\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam. pH campuran dibuat netral ( $\text{pH} = 7$ ) agar dapat mempermudah proses selanjutnya (Sai Prasanna & Mitra, 2020). Setelah endapan selulosa didapatkan, endapan disaring menggunakan kertas whatman No. 42, lalu dikeringkan menggunakan oven pada suhu  $100\text{ }^\circ\text{C}$  selama 8 jam. Endapan ditimbang hingga beratnya konstan.

### 3.4.3 Penentuan kandungan lignoselulosa pada biji mahoni

Pada diagram alir proses implementasi metode Chesson Datta ditunjukkan pada gambar 2. kandungan lignoselulosa (selulosa, hemiselulosa, dan lignin) yang terdapat pada biji mahoni dapat ditentukan dengan menggunakan metode Chesson-Datta. Sampel kering (residu a) diaduk dengan aquades pada suhu  $100\text{ }^\circ\text{C}$  selama 1 jam dengan alat refluks. Endapan (residu b) dipisahkan dengan filtrat dan dicuci dengan air panas hingga pH 7, lalu dikeringkan di oven pada suhu  $110\text{ }^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Setelah itu residu b kering ditambahkan 150 mL 0,5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  diatas hot plate ( $100\text{ }^\circ\text{C}$ ) dengan alat refluks dan diaduk menggunakan *stirrer bar* selama 1 jam. Kemudian endapan (residu c) disaring lalu dicuci dengan air panas hingga pH 7. Residu c dioven dengan suhu 110 selama 1 jam. Residu c kering ditambahkan 10 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  72% diaduk dan dikeringkan pada suhu ruang selama 4 jam. Lalu ditambahkan 150 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M pada suhu  $100\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam diperoleh residu d. Residu d dicuci dengan air panas hingga pH 7. Kemudian residu d dioven pada suhu  $150\text{ }^\circ\text{C}$  dan dikeringkan di dalam desikator. Residu d ditimbang hingga diperoleh hasil yang konstan. Lalu residu d dibakar di dalam tanur menggunakan cawan porselen selama 3 jam pada suhu  $600\text{ }^\circ\text{C}$ . Didapatkan residu e berupa berat abu hasil proses

pembakaran. Perhitungan yang digunakan untuk menentukan kandungan gabungan setiap komponen adalah sebagai berikut (Datta, 1981):

$$\text{Kandungan zat terlarut dalam air (\%)} = \frac{(a-b)}{a} \times 100\%$$

$$\text{Hemiselulosa (\%)} = \frac{(b-c)}{a} \times 100\%$$

$$\text{Selulosa (\%)} = \frac{(c-d)}{a} \times 100\%$$

$$\text{Lignin (\%)} = \frac{(d-e)}{a} \times 100\%$$

$$\text{Kadar Abu (\%)} = \frac{e}{a} \times 100\%$$

#### 3.4.4 Penentuan hasil selulosa Biji Mahoni

Dengan membandingkan massa selulosa akhir dengan massa Biji Mahoni awal melalui persamaan berikut:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Massa Selulosa}}{\text{Massa Biji Mahoni}} \times 100\%$$

#### 3.4.5 Karakterisasi Selulosa Biji Mahoni

##### a. Analisis FTIR

Karakterisasi FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi informasi gugus fungsi selulosa kulit biji mahoni. Pengujiannya menggunakan pengukuran pelet KBr, kuantifikasi komponen dalam cairan, dan kontrol kualitas film/foil polimer. Prinsip kerja FTIR melibatkan interaksi energi dengan materi. Sinar inframerah melewati celah yang berfungsi mengatur jumlah energi yang diterima oleh sampel. Sebagian energi inframerah ini diserap oleh sampel, sementara sisanya ditransmisikan melalui permukaannya hingga mencapai detektor. Hasil sinyal tersebut dikirim ke komputer dan dicatat dalam bentuk puncak-puncak (Ganzoury dkk., 2015).

##### b. Analisis XRD

Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengidentifikasi indeks kristalinitas selulosa KBM Konvensional dan selulosa KBM Ionik. Sistem MiniFlex XRD memberikan kecepatan dan sensitivitas melalui kemajuan teknologi inovatif, termasuk detektor larik piksel hibrida (HPAD) HyPix-400 MF 2D bersama

dengan sumber sinar X 600 W yang tersedia dan pengubah sampel otomatis 8 posisi yang baru. Difraktometer sinar-X desktop MiniFlex (Rigaku) yang dilengkapi dengan difraktometer satu dimensi berkecepatan tinggi, detektor D/teX Ultra2 dan target Cu digunakan untuk pengukuran ini, yang beroperasi pada 40 kV dan 15 mA (600 W). Perangkat lunak hak istimewa pengguna, pengukuran, analisis, visualisasi data, dan pelaporan yang terintegrasi, SmartLab Studio II, digunakan untuk analisis.

c. Analisis Termal produk dengan TG/DTA

Analisis TGA bertujuan untuk memperoleh sifat termal selulosa KBM Konvensional dan selulosa KBM Ionik. Instrumen pada analisis TGA yang digunakan TG/DTA Hitachi STA7300. Alat tersebut diatur dengan laju pemanasan (*heating rate*) 10 °C/menit.