

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di laboratorium kimia mineral Puslit Geoteknologi LIPI Bandung. Analisis proksimat dan bilangan organik dilaksanakan di laboratorium instrumen Puslit Geoteknologi LIPI Bandung. Karakterisasi FTIR dan GC-MS dilakukan di laboratorium Kimia Instrumen, Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, Bandung. Sedangkan untuk analisa C, H, N, O, dan S dilakukan di laboratorium pengujian Puslitbang Teknologi Mineral dan Batubara (tekMIRA) Bandung.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

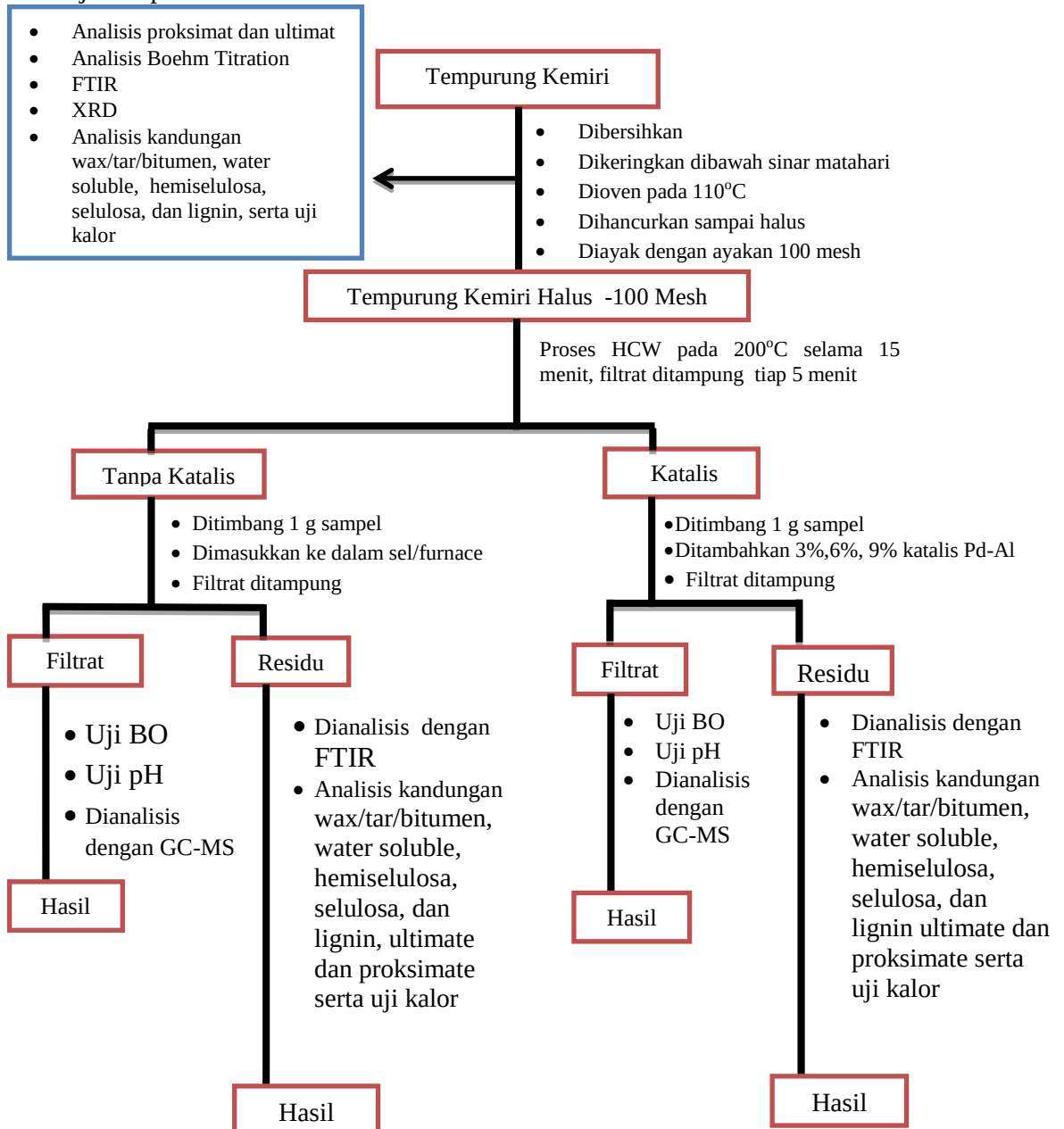
Alat-alat yang digunakan adalah : alat-alat gelas, *crusher*, neraca analitik, satu set alat soxlet dan refluks, satu set alat titrasi, *shaker bath*, satu set alat Hot Compressed Water (HCW), vacuum pump, oven, dan alat-alat analisis instrument seperti LECO TGA701, GC-MS-QP2010 Ultra Shimadzu, FTIR Shimadzu 8400, dan instrumen untuk analisis C,H, O, N, dan S.

3.2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah: tempurung kemiri, aquadest, katalis Pd/Al₂O₃, KMnO₄, indicator PP, NaOH, Na₂CO₃, NaHCO₃, HCl, H₂SO₄, H₂C₂O₄.2H₂O, Na₂B₄O₇.10H₂O, benzene, etanol, dietil eter, dan kartas saring Whatmann.

3.3. Desain Penelitian

Desain penelitian dilakukan dengan mengikuti alur penelitian seperti ditunjukkan pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1. Alur Penelitian Secara Umum

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Preparasi Tempurung Kemiri

Tempurung kemiri yang sebelumnya telah dicuci dengan air dan dikeringkan selama satu minggu di bawah sinar matahari, dimasukkan ke dalam oven yang di set pada suhu 110°C untuk mengurangi kelembaban. Setelah itu, tempurung kemiri dihancurkan menggunakan *crusher* kemudian diayak menggunakan ayakan ukuran 100 mesh. Hasil ayakan ini diuji kadar wax/tar/bitumen, water soluble, hemiselulosa, selulosa, dan ligninnya menggunakan metode soxlet dan refluks. Kemudian dilakukan analisis proksimat dan ultimat, analisis *BOEHM Titration*, XRD, serta karakterisasi gugus fungsi menggunakan FTIR.

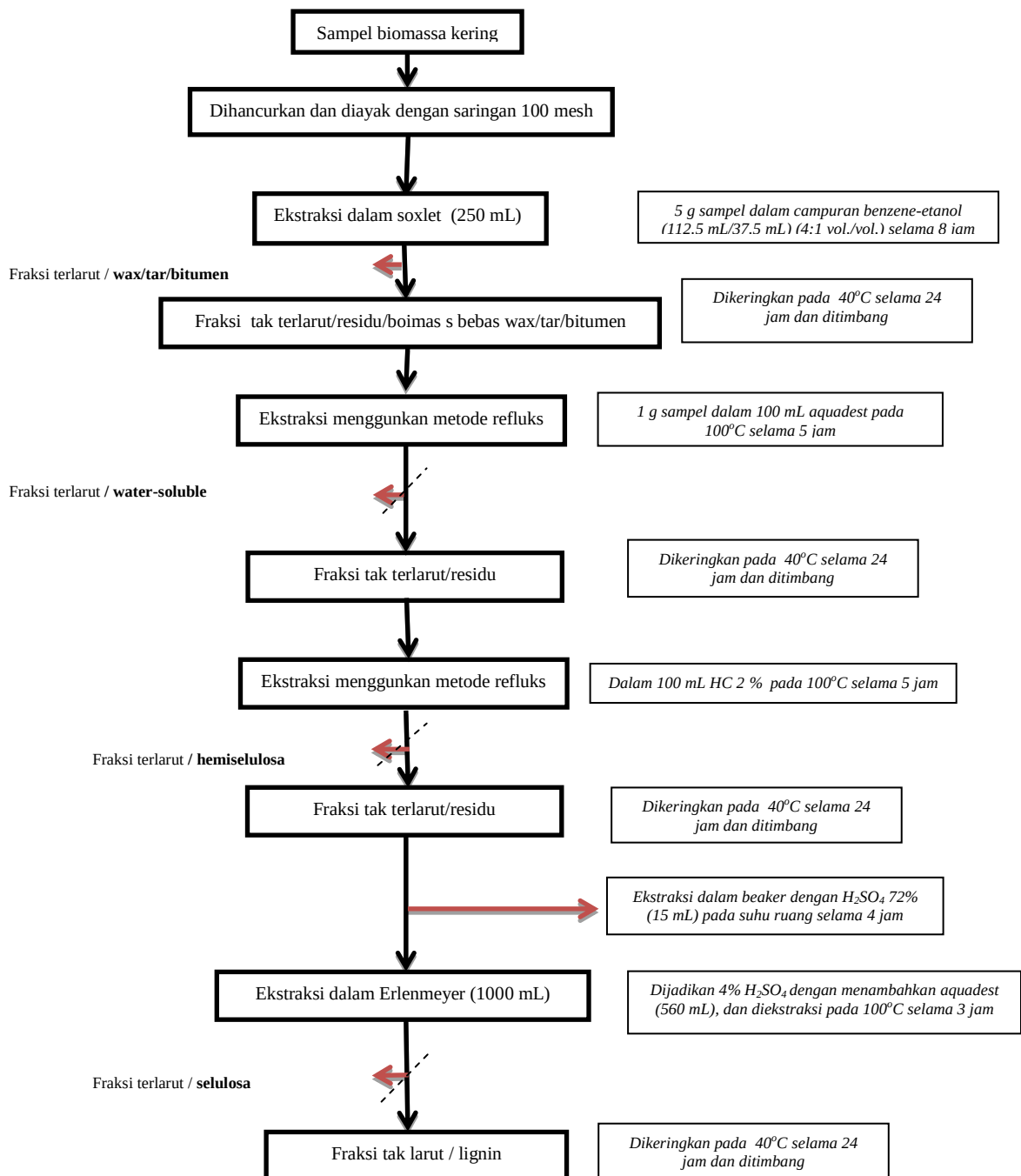
3.4.2. Pengujian dan Karakterisasi Awal

3.4.2.1. Analisis Proksimat dan Ultimat

Analisis proksimat yang dilakukan meliputi analisis lengas total (*total moisture*), penentuan *volatile matter*, analisis kandungan abu (*ash*), dan penentuan karbon tertambat (*fixed carbon*). Analisa ini dilakukan dengan menggunakan instrumen LECO TGA701, sehingga pengujiannya berlangsung secara bersamaan (dalam satu waktu). Massa sampel yang digunakan pada analisa ini adalah ± 1 gram. Sedangkan analisis ultimat yang dilakukan meliputi analisis kandungan C, H, O, N dan S. Metode standar yang dilakukan dalam pengujian mengikuti metode ASTM .

3.4.2.2. Analisis Wax/tar/bitumen, Water Soluble, Hemiselulosa, Selulosa, dan Lignin

Analisis wax/tar/bitumen, water soluble, hemiselulosa, selulosa, dan lignin dilakukan dengan mengikuti alur pengujian berikut :



Gambar 3.2. Alur pengujian wax/tar/bitumen, water soluble, hemiselulosa, selulosa, dan lignin (Mursito, *et al.*, 2010a)

3.4.2.3. Analisis *Boehm Titration*

Sampel tempurung kemiri yang berukuran -100 mesh ditimbang sebanyak 1.5 gram kemudian dicampurkan dengan 50 mL larutan NaOH, Na₂CO₃, dan NaHCO₃ dengan konsentrasi masing-masing 0.05 M untuk analisis asam. Campuran ini ditempatkan di dalam shaker bath kemudian diaduk pada suhu ruang selama 5 jam dengan kecepatan pengadukan 160 rpm, kemudian disaring.

Filtrat hasil penyaringan diambil masing-masing 10 mL. Untuk analisa asam, filtrat NaOH dan filtrat NaHCO₃ ditambahkan 20 mL larutan HCl 0.05 M yang telah distandarisasi dengan Na₂B₄O₇·10 H₂O, sedangkan untuk filtrat Na₂CO₃ ditambahkan 30 mL larutan HCl 0.05 M yang telah distandarisasi dengan Na₂B₄O₇·10 H₂O. Setelah itu ditambahkan indikator PP masing-masing 3 tetes, kemudian semua campuran tersebut dititrasi balik menggunakan larutan NaOH 0.05 M yang telah distandarisasi dengan menggunakan H₂C₂O₄.

3.4.2.4. Analisis Tempurung Kemiri dan Katalis Pd/Al₂O₃ menggunakan XRD

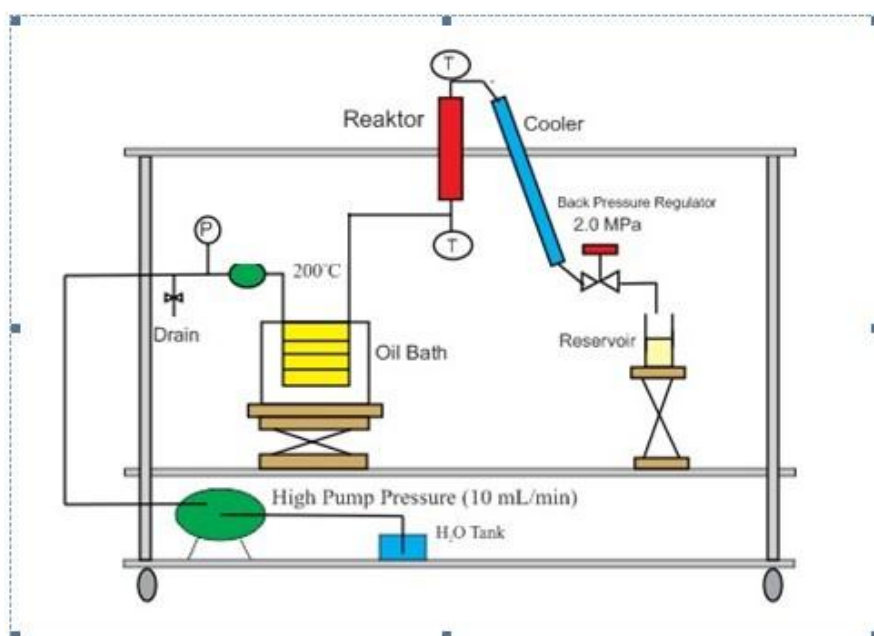
Sampel tempurung kemiri yang sudah berukuran -100 mesh diuji untuk mengetahui kristalinitasnya. Kemudian dibandingkan dengan standar selulosa. Sedangkan untuk analisis katalis, butiran katalis Pd/Al₂O₃ dihaluskan sampai kira-kira 100 mesh, kemudian di uji dengan XRD untuk mengetahui komposisi senyawa yang terdapat dalam katalis.

3.5. Proses Hidrolisis Menggunakan *Hot Compressed Water (HCW) Semi-batch*

Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan alat *Hot Compressed Water (HCW)* dengan aquadest sebagai *carier* atau fasa geraknya. Adapun parameter alat yang digunakan dalam pengujian adalah sebagai berikut.

Tabel 3.1. Parameter alat HCW *Semi-batch*

Parameter	Keterangan
Massa Sampel	1.00 gram
Tekanan	2.0 MPa
Laju alir	10 mL/menit
Suhu Percobaan	200°C
Waktu percobaan	15 menit

**Gambar 3.3.** Skema sederhana alat *semi-batch* hot compressed water (HCW)

3.5.1. Proses Hidrolisis Tanpa Katalis

Sampel ditimbang sebanyak 1 gram, kemudian dimasukan ke dalam sel/furnace. Aquadest dialirkan melalui *oil bath* dengan bantuan *high pressure pump* dengan laju alir 10 ml/menit. Sebelum masuk ke dalam sel/furnace yang sudah dipanaskan menggunakan belt heater, aquadest yang masuk diukur dan disesuaikan suhunya dengan *temperature control*. Aquadest yang masuk

kemudian menghidrolisis sampel dan keluar melalui pendingin yang suhunya diukur dan disesuaikan pula oleh *temperature control*. Tekanan di atur oleh *back pressure regulator*. Effluent yang keluar kemudian ditampung ke dalam botol tampung tiap 5 menit sekali sampai 15 menit. Kemudian dianalisis menggunakan uji pH, bilangan organik, dan GC-MS. Residu di dalam sel/furnace dikarakterisasi menggunakan FTIR analisis proksimat dan ultimat serta dilakukan pengujian kandungan wax/tar/bitumen, water soluble, hemiselulosa, selulosa, dan lignin serta uji kalor kembali.

3.5.2. Proses Hidrolisis Menggunakan Katalis Paladium Alumina

Sampel ditimbang sebanyak 1 gram, kemudian disisipkan 3%, 6% dan 9% katalis (%w/w) lalu dimasukkan ke dalam sel/furnace. Aquadest dialirkan melalui *oil bath* dengan bantuan *high pressure pump* dengan laju alir 10 ml/menit. Sebelum masuk ke dalam sel/furnace yang sudah dipanaskan menggunakan belt heater, aquadest yang masuk diukur dan disesuaikan suhunya dengan *temperature control*. Aquadest yang masuk kemudian menghidrolisis sampel dan keluar melalui pendingin yang suhunya diukur dan disesuaikan pula oleh *temperature control*. Tekanan di atur oleh *back pressure regulator*. Effluent yang keluar kemudian ditampung ke dalam botol tampung tiap 5 menit sekali sampai 15 menit. Kemudian dianalisis menggunakan uji pH, bilangan organik, dan GC-MS. Residu di dalam sel/furnace dikarakterisasi menggunakan FTIR analisis proksimat dan ultimat serta dilakukan pengujian kandungan wax/tar/bitumen, water soluble, hemiselulosa, selulosa, dan lignin serta uji kalor kembali (untuk analisis water soluble, hemiselulosa, selulosa, dan lignin setelah proses hanya dilakukan pada sampel non katalis saja).

3.5.2.1 Uji pH dan Bilangan Organik (BO)

Filtrat hasil pengujian diukur menggunakan pH meter. Untuk menganalisis BO yang terkandung dalam filtrat, lima mL filtrat yang sudah diencerkan 20x di masukkan ke dalam labu Erlenmeyer bebas zat organik. Tambahkan 5 mL H_2SO_4 4N. Tambah 10 ml larutan KMnO_4 0.01 N. Panaskan di atas api sampai hampir

mendidih ($<80^{\circ}\text{C}$). Jika selama pemanasan warna KMnO_4 hilang, penambahan KMnO_4 0.01 N di teruskan sampai cairan tetap berwarna ungu. Setelah pemanasan selesai segera tambahkan 10 ml larutan asam oksalat 0.01 N (warna KMnO_4 akan hilang). Titrasi dengan larutan KMnO_4 0.01 N sampai cairan berwarna merah muda (ros) dalam keadaan panas. Larutan KMnO_4 0.01 N yang digunakan kemudian dicatat.

3.5.2.2. Analisis GC-MS

Sebelum dilakukan pengujian, filtrat yang diuji dipisahkan dulu dari air dengan ekstraksi cair-cair menggunakan corong pisah. Pelarut yang digunakan adalah dietil eter. Adapun parameter yang digunakan pada analisis instrument menggunakan GC-MS adalah sebagai berikut.

Metode inject : Split

Suhu Kolom : 40°C selama 3 menit, dinaikkan sampai dengan 250°C
(kenaikan suhunya $15^{\circ}\text{C}/\text{menit}$)

Suhu Injeksi : 200°C

Holding Time : 10 menit

Kolom : RTX-5

Carrier Gas : Nitrogen