

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

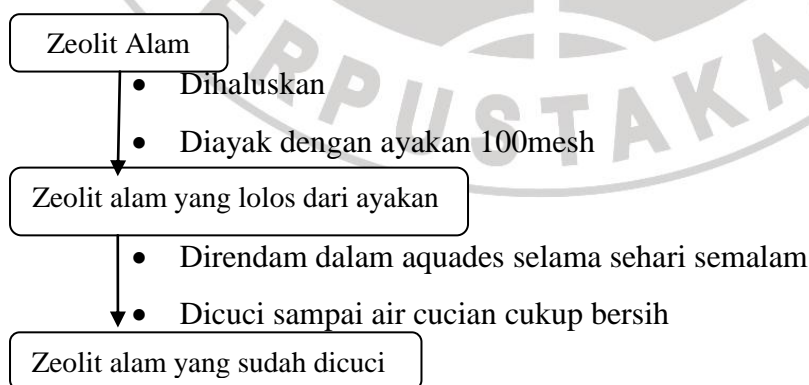
Bahan katalis yang digunakan pada penelitian ini adalah zeolit alam yang berasal dari Tasikmalaya Jawa Barat dan *phosphotungstic acid* (HPW, $H_3PW_{12}O_{40}$) dari *supplier* (Merck). Sebelum dimodifikasi dengan HPW zeolit mengalami proses pengaktifan menggunakan aquades, HF 1%, HCl 6M dan NH_4Cl .

Sebagai bahan awal digunakan HMF dari *supplier* (Sigma Aldrich) dengan kemurnian 99,99% , serta d-fruktosa p.a (*pro analyst*) dan etanol p.a dari *supplier* (Merck).

Alat yang akan digunakan untuk proses sintesis dan reaksi dalam penelitian ini gelas kimia, set neraca analitik, labu erlenmeyer berpenghisap, vakum, set alat refluks, microorganic kit, gelas ukur, heater, stirrer, penangas, pH indicator, kertas saring, pipet tetes, thermometer, batu didih serta magnetic stirrer. Proses analisis hasil produk HMF digunakan instrumen FTIR-8400 SHIMADZU, GCMS HITACHI .

3.2 Metode Penelitian

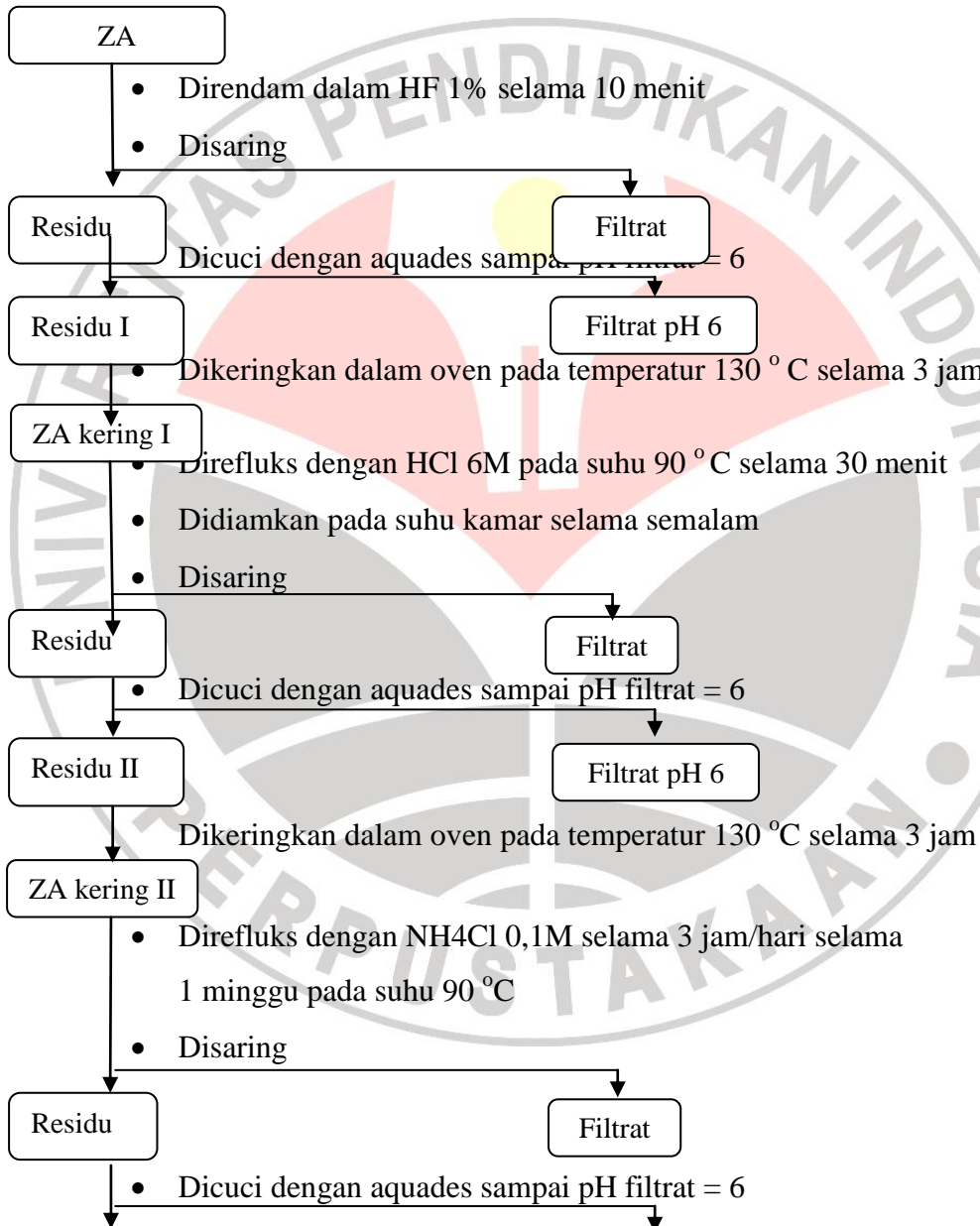
3.2.1 Preparasi Zeolit

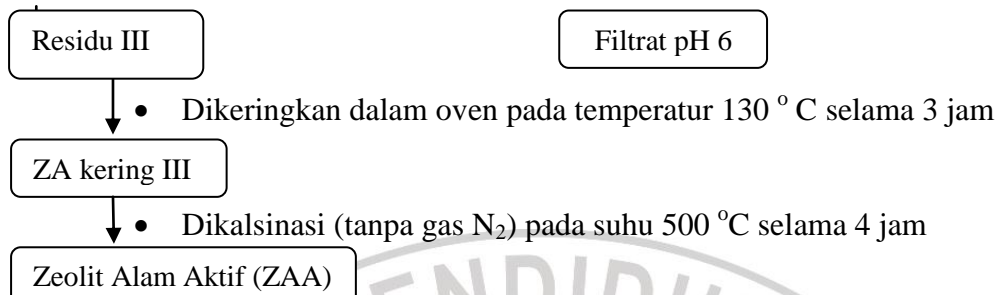


- Dikeringkan dalam oven pada temperatur 130 ° C selama 3 jam

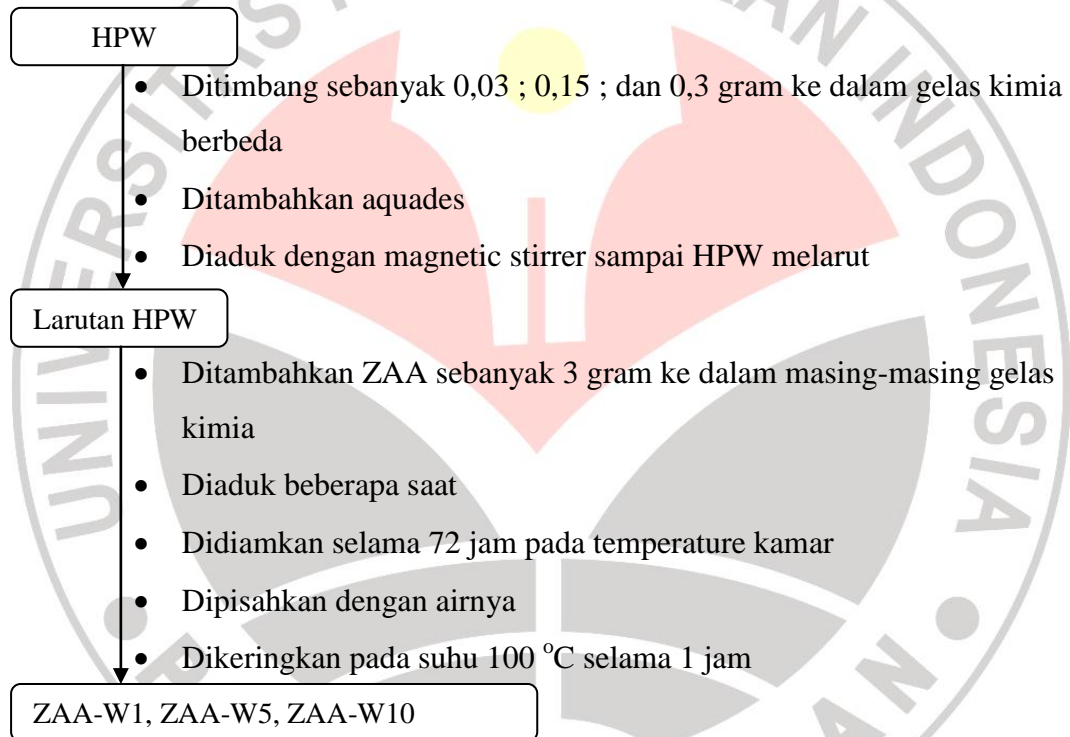
ZA

3.2.2 Pengaktifan Zeolit

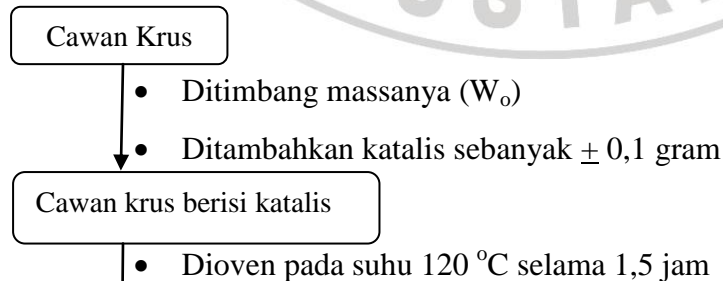




3.2.3 Penyisipan HPW



3.2.4 Karakterisasi Keasaman Katalis



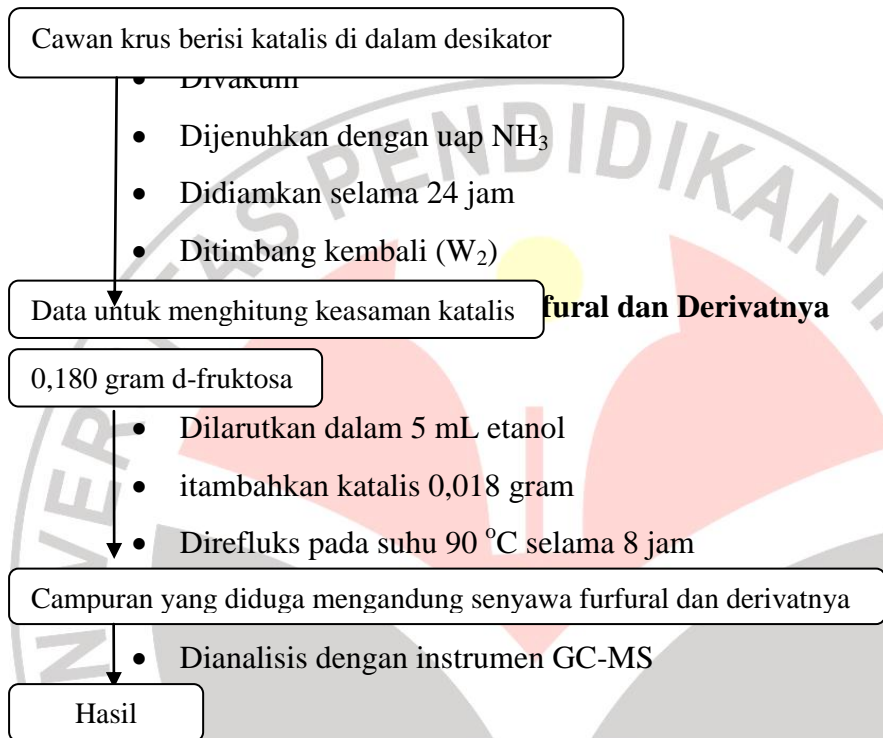
20

Ratu Nurjamilah, 2013

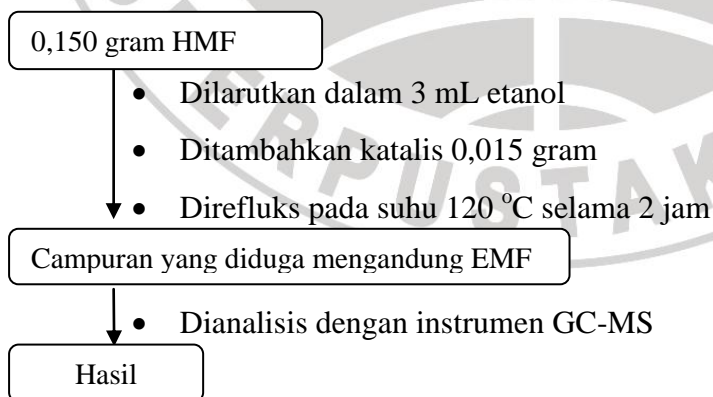
Aktivitas Zeolit Alam Dan Zeolit Termodifikasi Heteropolitungstate (HPW) Sebagai Katalis Dalam Konversi Fruktosa Menjadi Forfural Dan Derivatnya Serta Konversi 5-Hydroxymethyl-2 furfural Menjadi 5-Ethoxymethyl-2Furfural (FMF)

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

- Dimasukkan ke dalam desikator sampai bersuhu ruangan
- Ditimbang (W_1)
- Dimasukkan ke dalam desikator kembali



3.2.6 Konversi HMF menjadi EMF



3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi Zeolit

Zeolit alam lampung mengalami pencucian dengan aquades setelah sebelumnya dihancurkan terlebih dahulu dengan menggunakan mortar dan alu dan melewati proses pengayakan dengan ayakan berukuran 100 mesh. Zeolit alam hasil dari tahap ini kemudian disebut ZA.

3.3.2 Pengaktifan Zeolit

ZA mengalami modifikasi dealuminasi dengan menggunakan HF 1%, HCl 6M dan pertukaran ion dengan NH₄Cl 0,1M serta mengalami kalsinasi pada suhu 500 °C selama 4 jam menjadi Zeolit Alam Aktif (ZAA)

3.3.3 Penyisipan HPW

HPW disisipkan ke dalam ZAA dengan menggunakan metode impregnasi basah sebesar 1% dari berat ZAA yang digunakan (ZAA-W1), 5% dari berat ZAA yang digunakan (ZAA-W5), dan 10% dari berat ZAA yang digunakan (ZAA-W10). Perendaman dilakukan selama 72 jam dan kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C selama 1 jam.

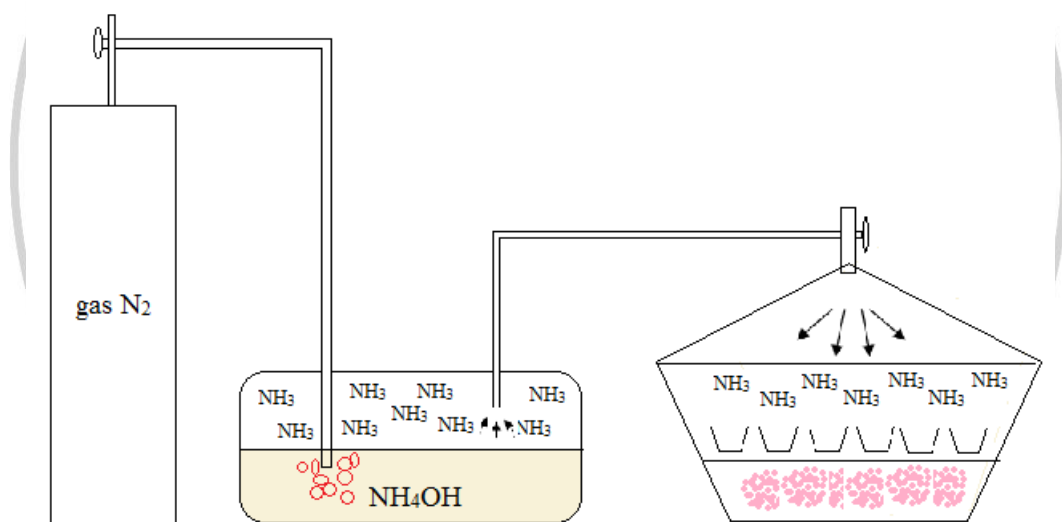
3.3.4 Karakterisasi Keasaman Katalis

Jumlah situs asam katalis ditentukan secara kuantitatif dengan metode gravimetri menggunakan NH₃ sebagai basa adsorbatnya. Mulamula ditimbang krus proselin kosong, *W₀* kemudian diisi dengan 0,1 g katalis dan dipanaskan dalam oven pada temperatur 120 °C selama 1,5 jam. Krus proselin beserta isinya dimasukkan ke dalam desikator hingga dingin kemudian ditimbang untuk mendapatkan berat padatan katalis sebenarnya, *W₁* kemudian divakumkan. Uap basa adsorbat dialirkan ke dalam desikator hingga jenuh dan dibiarkan selama

semalam (24 jam). Desikator dibuka dan dibiarkan selama 1,5 jam untuk menguapkan basa yang tidak teradsorpsi atau teradsorpsi sangat lemah. Krus proselin dan isi kemudian ditimbang sebagai W_2 , untuk menentukan berat basa yang teradsorpsi pada padatan katalis. Keasaman katalis (K_{kat}) dihitung dengan persamaan:

$$\frac{(W_2 - W_1) \times 1000}{(W_1 - W_0) \times Mb} \quad (\text{persamaan 3.1})$$

K_{kat} adalah jumlah situs asam katalis (mmol/g) dan Mb adalah massa rumus molekul basa adsorbat (Rodiansono dan Wega, 2005). Dalam penelitian ini digunakan NH_3 maka Mb bernilai 17 g/mol. Skema set alat untuk karakterisasi keasaman katalis ditunjukkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3. 1 Skema set alat karakterisasi keasaman katalis

3.3.5 Konversi Fruktosa menjadi Furfural dan Derivatnya

Konversi fruktosa menjadi EMF dilakukan dengan menggunakan set alat refluks berukuran micro didalam penangas minyak. Untuk reaksi ini, labu dasar bulat dari set alat refluks tadi diisi dengan fruktosa sebanyak 0,18 gram, dan

katalis sebanyak 0,018 gram (10% dari berat fruktosa) yang telah dilarutkan dalam etanol sebanyak 5 mL, katalis yang digunakan H₂SO₄, ZA, ZAA, ZAA-W1, ZAA-W5 dan ZAA-W10, kemudian direfluks dengan terus menerus pada suhu 90° C selama 8 jam. Hasil refluks didiamkan sampai mencapai suhu ruangan, etanol yang tidak bereaksi diuapkan atau didestilasi agar terpisah dari hasil reaksi, kemudian diuji dengan instrument GCMS

3.3.6 Konversi HMF menjadi EMF

Konversi HMF menjadi EMF dilakukan untuk dilakukan dengan menggunakan set alat refluks berukuran micro didalam penangas minyak. Untuk reaksi ini, labu dasar bulat dari set alat refluks tadi diisi dengan HMF sebanyak 0,15 gram, dan katalis sebanyak 0,015 gram (10% dari berat HMF) yang telah dilarutkan dalam etanol sebanyak 3 mL, katalis yang digunakan H₂SO₄, ZA, ZAA, ZAA-W1, ZAA-W5 dan ZAA-W10, kemudian direfluks dengan terus menerus pada suhu 120 °C selama 2 jam. Hasil refluks didiamkan sampai mencapai suhu ruangan, etanol yang tidak bereaksi diuapkan atau didestilasi agar terpisah dari hasil reaksi, kemudian diuji dengan instrument GCMS. Uji FTIR juga dilakukan terhadap hasil reaksi yang menggunakan katalis H₂SO₄ dan ZAA-W10.