

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan dalam proses delignifikasi jerami padi adalah set neraca analitik, gelas kimia 50 dan 250 mL, pH indikator, gelas ukur 100 mL, set alat refluks, termometer, pemanas listrik, kaca arloji, spatula, serta batang pengaduk. Alat yang digunakan untuk uji glukosa adalah tabung reaksi, gelas kimia 500 mL, pipet tetes dan pemanas listrik. Alat yang digunakan pada proses konversi selulosa jerami padi menjadi 5-Hidroksimetilfurfural adalah gelas kimia 100 mL, termometer, gelas ukur 100 mL, *magnetic stirrer*, penangas listrik, statif dan klem, corong gelas dan kertas saring.

Analisis gugus fungsi hasil proses delignifikasi dilakukan menggunakan FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400). Sementara itu untuk analisis hasil produk HMF adalah HPLC (Agilent Zobrax SB – C18) dan GC-MS (SHIMADZU QP-5050 Series, Class-5000 Ver 2.2). Set alat destilasi serta selang *out* kolom HPLC digunakan pada proses pemisahan hasil reaksi konversi selulosa jerami padi menjadi 5-Hidroksimetilfurfural.

3.1.2 Bahan

Jerami padi yang digunakan dalam penelitian ini dikumpulkan dari daerah Baros, Kota Sukabumi, Jawa Barat, Indonesia. Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah aquades, NaOH, ZnCl₂, larutan Benedict, Fehling, Luff Schrool, Molisch, H₂SO₄, Barfoed, Fenilhidrazin, N,N-Dimetilasetamida (DMA), LiCl, CrCl₃, dan HCl.

3.2 Prosedur Penelitian

Penelitian Konversi Selulosa dari Biomassa Jerami Padi Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural (HMF) sebagai Prekursor *Biofuel* Menggunakan Media $ZnCl_2$ dan Katalis $CrCl_3$ ini terdiri dari 3 tahap, yaitu delignifikasi jerami padi, dilanjutkan dengan konversi selulosa jerami padi menjadi 5-Hidroksimetilfurfural, dan terakhir pemisahan produk 5-Hidroksimetilfurfural.

3.2.1 Delignifikasi Jerami Padi

Jerami padi yang sudah kering ditimbang sebanyak 10 g dimasukkan ke dalam gelas kimia. Gambar 3.1 memperlihatkan jerami padi sebelum dan setelah dibersihkan.



Gambar 3.1 a. Jerami Padi, dan b. Jerami Padi Bersih yang Telah Dihaluskan dengan Blender.

Dilakukan beberapa perlakuan terhadap 10 g sampel jerami padi seperti terangkum dalam Tabel 3.1 di bawah ini.

Tabel 3.1 Berbagai Perlakuan Delignifikasi Terhadap Sampel Jerami Padi.

Pelarut	Konsentrasi	Pra-hidrolisis	Ket.	Suhu (°C)	Waktu
NaOH	25 %	√	Jerami:NaOH = 1:10	120	2 jam
				105	
				92	
	17,5 %	-	Jerami:NaOH = 1:50	25	30 menit
15 %	-	Jerami:NaOH = 1:50	25	24 jam	
5 %	-	Jerami:NaOH = 1:20	60	2 jam	

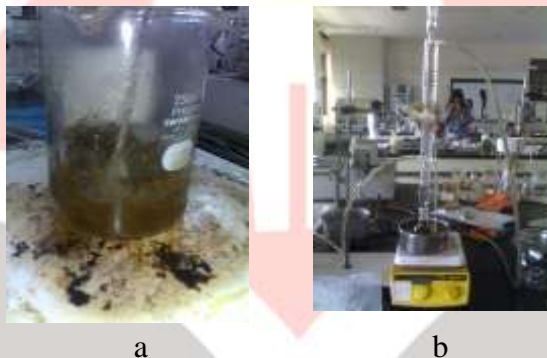
Annisa Dwi Lestari, 2013

Konversi Selulosa Dari Biomassa Jerami Padi Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural (HMF) Sebagai Prekursor Biofuel Menggunakan Media $ZnCl_2$ Dan Katalis $CrCl_3$

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

			Ultrasonikasi 10 min	92	15 menit	
				120	15 menit 2 jam	
			Jerami:NaOH = 1:20	60	2 jam	
				92	15 menit	
			√	Jerami:NaOH = 1:10	105	2 jam
					92	
HCl	2,5 N	-	-	100	90 menit	

Hasil delignifikasi yang optimum diperoleh dengan pemanasan 10 g jerami padi dengan air hingga mendidih selama 1 jam. Saring hasil pemanasan tersebut dan campurkan larutan NaOH 25% pada suhu 92 °C selama 2 jam, seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2.



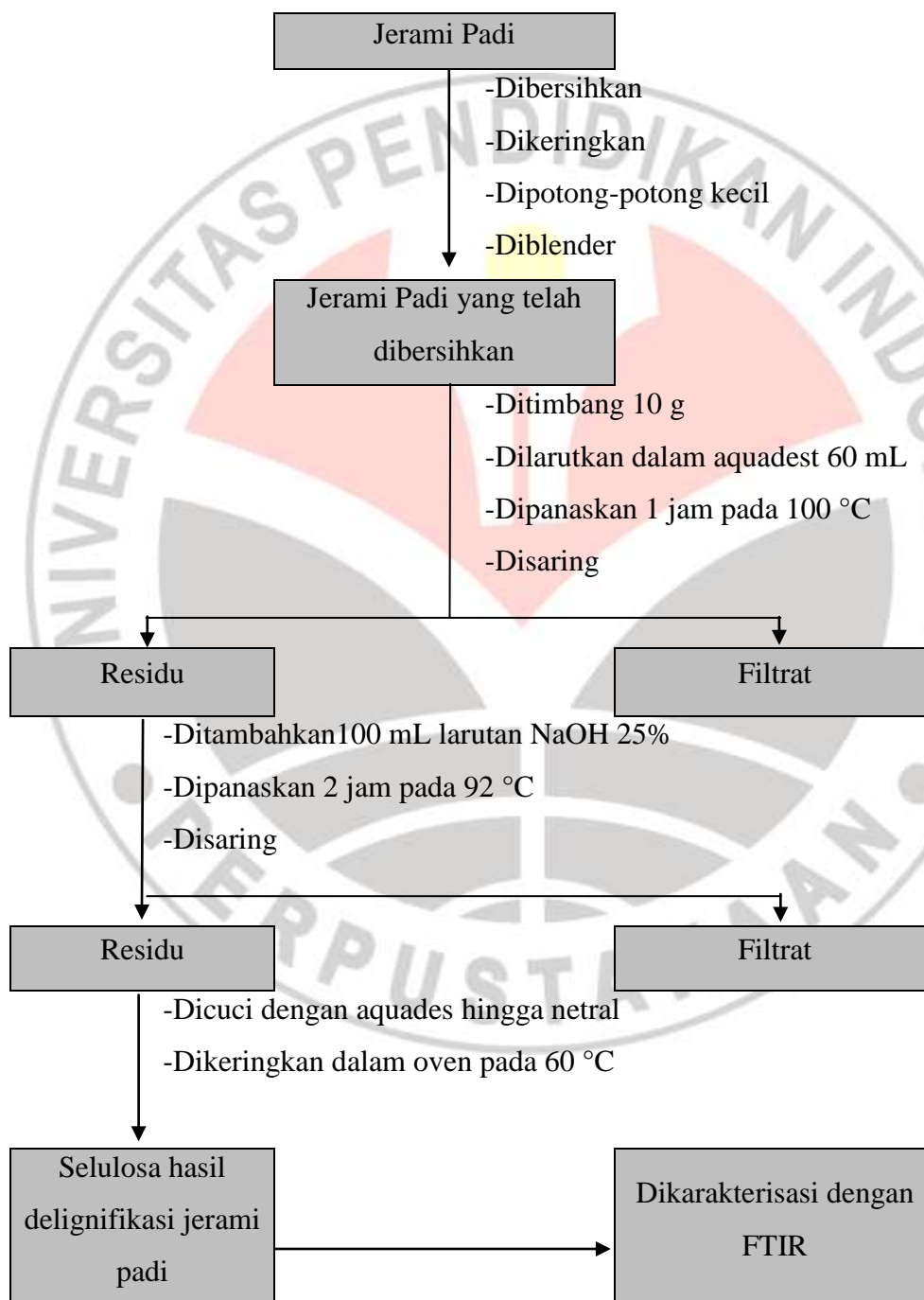
Gambar 3.2 a. Prahidrolisis Jerami Padi Menggunakan Aquadest, dan b. Pemanasan Refluks Jerami pada Suhu 92 °C Selama 2 Jam.

Setelah pemanasan selama 2 jam dilakukan penyaringan. Gambar 3.3 memperlihatkan proses penyaringan menggunakan corong Buchner. Residu kemudian dicuci dengan aquadest hingga netral. Setelah netral, residu dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 24 jam.



Gambar 3.3 Pencucian dan Penyaringan Jerami Hasil Delignifikasi.

Setelah didelignifikasi, dilakukan karakterisasi sampel menggunakan metode spektroskopi Inframerah (FTIR). Sebagai pembanding dilakukan analisis FTIR *whatman paper* sebagai membran selulosa. Penggunaan metode FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang menyusun produk dengan alat FTIR di Laboratorium Kimia Instrumen UPI.



Gambar 3.4 Bagan Alir Delignifikasi Jerami Padi.

Annisa Dwi Lestari, 2013

Konversi Selulosa Dari Biomassa Jerami Padi Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural (HMF) Sebagai Prekursor Biofuel Menggunakan Media ZNCL₂ Dan Katalis CRCL₃

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

3.2.2 Konversi Selulosa Jerami Padi Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural

Sebanyak 500 mg selulosa jerami padi dicampurkan 6 gram ZnCl_2 yang dilarutkan dalam 3 mL air. Campuran dipanaskan pada $85\text{ }^\circ\text{C}$ selama 90 menit. Campuran kemudian diambil sedikit untuk dilakukan uji glukosa. Uji glukosa dilakukan dalam tabung reaksi dengan menambahkan campuran selulosa jerami padi dengan ZnCl_2 lalu ditambahkan pereaksi Molisch dan dikocok. Setelah itu tabung reaksi dimiringkan dan ditambahkan asam sulfat pekat perlahan-lahan dan hati-hati sehingga asam sulfat berada di bagian bawah.

Uji glukosa menggunakan pereaksi Benedict dilakukan dengan menambahkan 2 tetes larutan Benedict ke dalam campuran glukosa hasil reaksi dan dipanaskan dalam penangas air selama 5 menit. Amati perubahan warna yang terjadi. Ulangi percobaan dengan menggunakan pereaksi Fehling, Luff Schrool dan Barfoed. Sementara itu campuran pereaksi Fenilhidrazin dengan glukosa hasil reaksi dalam tabung reaksi diletakkan dalam penangas air yang mendidih selama 30 menit. Amati perubahan yang terjadi. Sebagai pembanding dilakukan uji glukosa terhadap glukosa murni, campuran glukosa murni dengan ZnCl_2 , dan campuran selulosa mikrokristalin dengan ZnCl_2 .

Ke dalam sisa campuran tambahkan 35 mg LiCl dan 20 mL DMA lalu distirer selama 24 jam dengan suhu pemanasan $50\text{ }^\circ\text{C}$, seperti ditunjukkan pada Gambar 3.5.



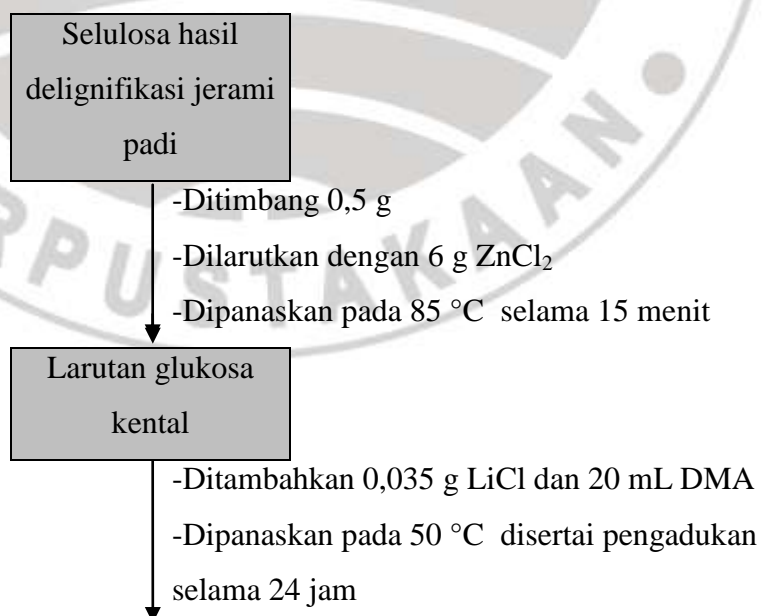
Gambar 3.5 Pemanasan pada Suhu $50\text{ }^\circ\text{C}$ Selama 24 Jam.

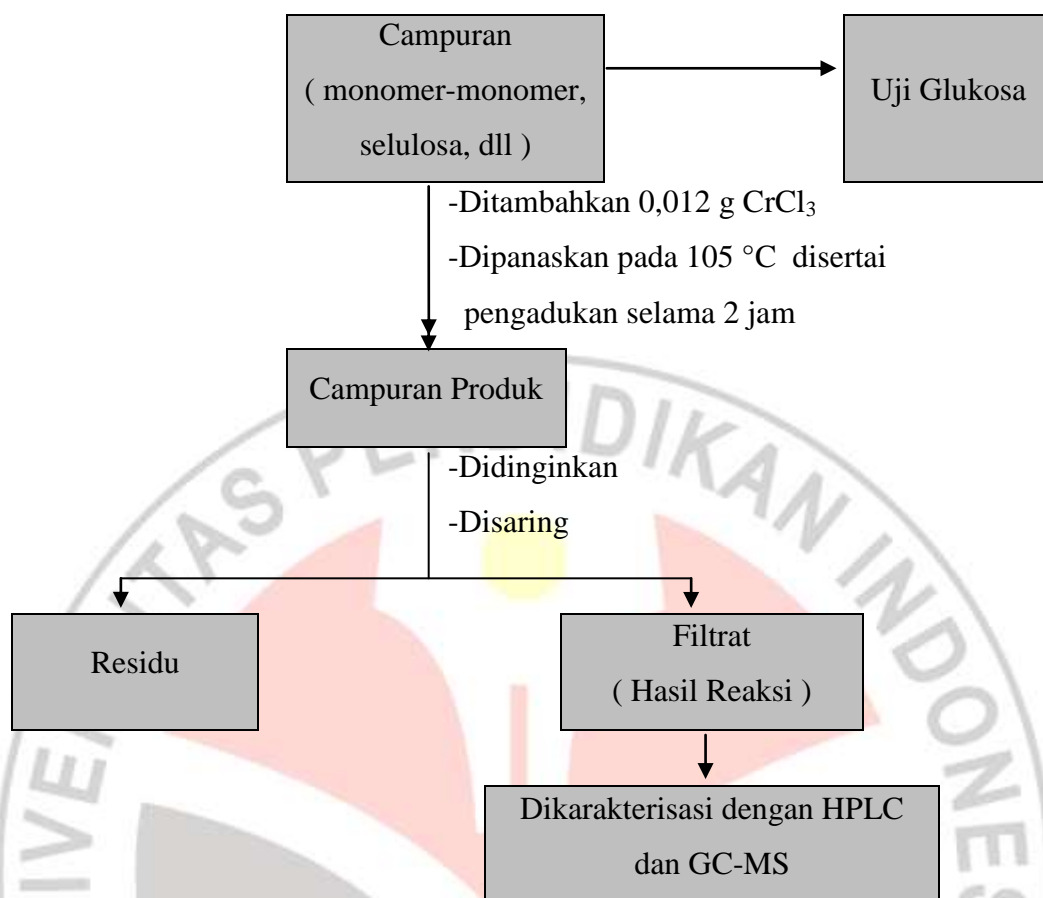
Setelah pemanasan dan pengadukan 24 jam, ditimbang 12 mg $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ lalu larutkan dalam 1 tetes HCl 10%. $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dalam HCl di tambahkan pada campuran sebelumnya dan dilakukan pengadukan yang kuat dan konstan pada suhu $105\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Gambar 3.6 memperlihatkan proses penyaringan larutan setelah 2 jam pemanasan.



Gambar 3.6 Penyaringan Campuran.

Hasil dari reaksi konversi selulosa jerami padi dilakukan karakterisasi untuk mendeteksi keberadaan senyawa 5-Hidroksimetilfurfural yang diinginkan. Karakterisasi dilakukan menggunakan HPLC dan GC-MS.





Gambar 3.7 Bagan Alir Konversi Selulosa Jerami Padi Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural.

3.2.3 Pemisahan Produk 5-Hidroksimetilfurfural

Pemisahan produk 5-Hidroksimetilfurfural dilakukan dengan 2 cara. Yang pertama berdasarkan perbedaan titik didih yakni metode destilasi sederhana. Gambar 3.8 memperlihatkan set alat destilasi yang digunakan.

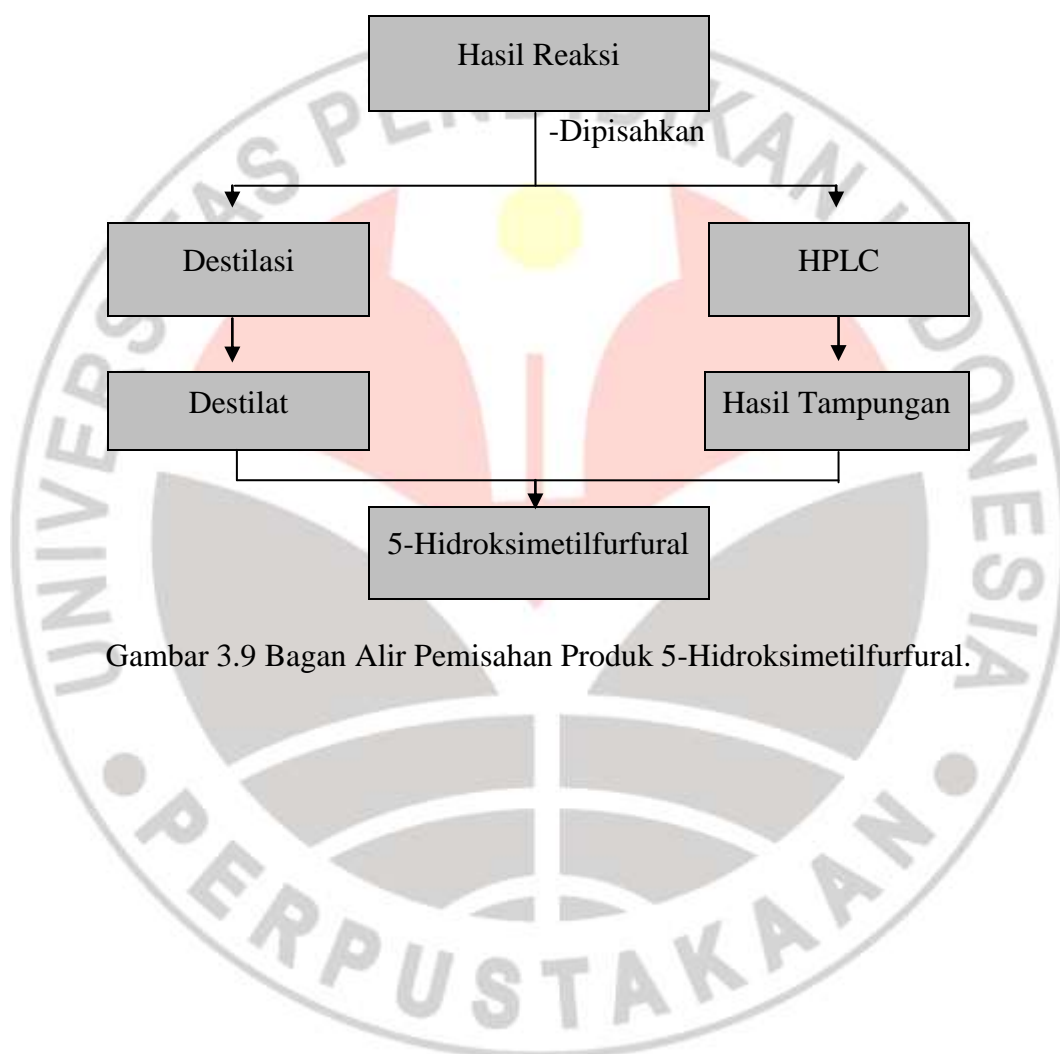


Gambar 3.8 Proses Destilasi Sederhana.

Annisa Dwi Lestari, 2013

Konversi Selulosa Dari Biomassa Jerami Padi Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural (HMF) Sebagai Prekursor Biofuel Menggunakan Media ZNCL₂ Dan Katalis CRCL₃
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Cara yang kedua yaitu produk dipisahkan ketika sampel HMF dari jerami padi sedang diinjek dalam sistem HPLC, setelah puncak yang diduga HMF muncul, cairan tersebut dikeluarkan dari kolom. Hasil destilasi dan cairan yang keluar dari kolom HPLC selanjutnya kembali dianalisis menggunakan HPLC.



Gambar 3.9 Bagan Alir Pemisahan Produk 5-Hidroksimetilfurfural.