

## BAB III

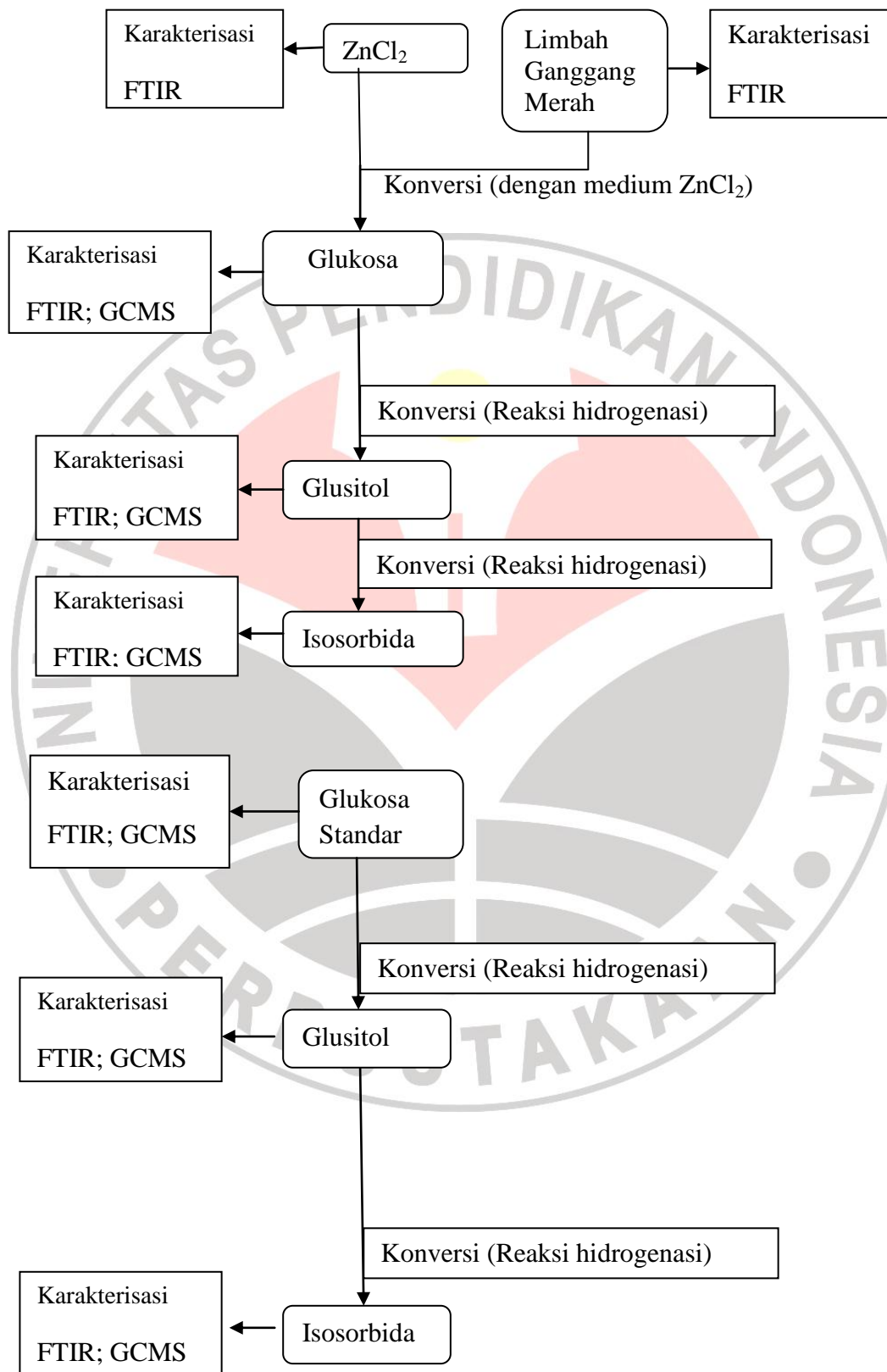
### METODE PENELITIAN

#### 3.1. Lokasi Penelitian

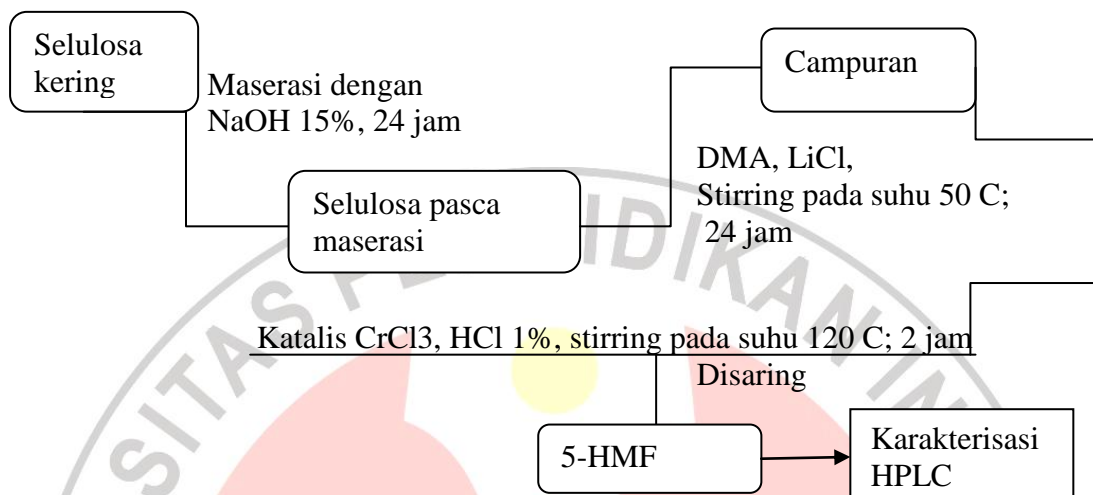
Pelaksanaan penelitian dimulai sejak Maret 2011 hingga Agustus 2012. Konversi selulosa menjadi isosorbida dan konversi selulosa menjadi 5-hidroksimetilfurfural (5-HMF) dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis dengan spektroskopi inframerah (FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis menggunakan *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia.

#### 3.2 Desain Penelitian

Desain penelitian dibagi dalam 2 tahap, yaitu konversi selulosa menjadi glukosa, konversi glukosa menjadi glusitol, konversi glusitol menjadi isosorbida, konversi glukosa standar menjadi glusitol dan isosorbida, tahap karakterisasi tiap produk yang terbentuk. Secara keseluruhan, penelitian dapat digambarkan dalam bagan alir berikut:



**Gambar 3.1** Bagan Alir Penelitian Konversi Selulosa Menjadi Isosorbida



**Gambar 3.2** Bagan Alir Penelitian Konversi Selulosa Menjadi 5-HMF

### 3.2.1 Alat dan Bahan

#### 3.2.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan adalah 1 set *batch reactor*, neraca analitik, termometer digital, alat-alat gelas, spatula, *magnetic stirrer*; corong *Buchner*. Karakterisasi gugus fungsi, kandungan komponen-komponen dalam sampel, dan waktu retensi ditentukan menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (SHIMADZU, FTIR-8400), *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS), *High Performance Liquid Chromatography* (HITACHI D7000).

#### 3.2.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk keseluruhan penelitian ini adalah: NaOH teknis produk Merck; ZnCl<sub>2</sub> produk Merck; LiCl<sub>2</sub> produk Merck; DMA p.a

produk Bratachem; 5-HMF p.a produk Fluka; etanol p.a produk Bratachem; HCl p.a produk Bratachem; limbah ganggang merah; gas N<sub>2</sub>; gas H<sub>2</sub> dan aquades.

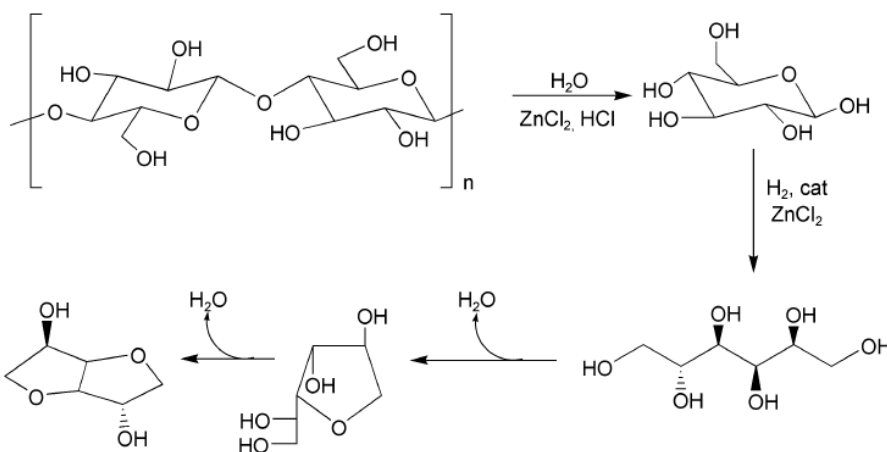
### 3.3 Metode Penelitian

Tahap konversi selulosa dibagi menjadi dua tahap, tahap I yaitu konversi selulosa menjadi isosorbida dan tahap II merupakan konversi selulosa menjadi 5-HMF. Tahap I dimulai dengan mengkonversi selulosa menjadi glukosa terlebih dahulu dalam medium ZnCl<sub>2</sub>. Selanjutnya glukosa dikonversi menjadi glusitol masih dalam medium ZnCl<sub>2</sub> dibantu dengan proses hidrogenasi. Lalu glusitol dikonversi menjadi isosorbida masih dalam medium yang sama dibantu dengan hidrogenasi.

#### 3.3.1 Konversi Selulosa Menjadi Isosorbida

Limbah ganggang merah yang berbentuk gel berwarna putih dibersihkan terlebih dahulu dengan menggunakan etanol p.a 96 % dan aquades. Sebanyak 0,5 gram limbah ganggang merah dicampurkan ke dalam 6 gram ZnCl<sub>2</sub> yang dilarutkan dalam air terlebih dahulu. Rasio limbah:ZnCl<sub>2</sub> adalah 1:12. Campuran lalu dipanaskan selama 1 jam pada suhu 85°C. Setelah melalui proses pemanasan, produk yang terbentuk merupakan cairan glukosa dengan warna coklat. Cairan tersebut lalu dimasukkan ke reaktor batch untuk dirubah menjadi glusitol dengan bantuan gas H<sub>2</sub> untuk hidrogenasi. Sebelumnya reaktor di-*flush* terlebih dahulu dengan gas N<sub>2</sub> untuk membersihkan reaktor. Karena ZnCl<sub>2</sub> tidak dipisahkan, maka penambahan ZnCl<sub>2</sub> pada proses ini dan proses selanjutnya tidak diperlukan. Reaktor diset pada suhu 85°C dan tekanan 25 kg/cm<sup>3</sup>. Reaksi berlangsung selama 1 jam. Hasil konversi ini merupakan glusitol yang berwujud cairan hitam. Kedua

produk hasil konversi yaitu glukosa dan glusitol diuji menggunakan FTIR dan GC-MS. Hasil karakterisasi menunjukkan tidak adanya glukosa dan glusitol. Karena kedua senyawa intemediet untuk isosorbida tidak terbentuk, maka tahap konversi menuju isosorbida tidak dilakukan.



**Gambar 3.3** Alur Konversi Selulosa Menjadi Isosorbida (Moulijn, 2010)

### 3.3.2 Konversi Selulosa Menjadi 5-HMF

Limbah ganggang merah dibersihkan menggunakan menggunakan etanol p.a 96 % dan aquades. Limbah dikeringkan dengan oven pada suhu 60°C selama 24 jam lalu divakum hingga benar-benar kering. Sebanyak 0,01 gram limbah ganggang merah yang sudah dikeringkan lalu dimaserasi 24 jam dalam larutan NaOH 15%. Larutan NaOH 15% dibuat dengan cara melarutkan 75 gram padatan NaOH dalam 500 mL akuades. Maserasi berperan sebagai delignifikasi sampel. Setelah 24 jam, limbah tersebut dicuci dengan aquades menggunakan corong Buchner hingga pH-nya netral. Limbah lalu ditambahkan 20 mL DMA dan 0,035 gram LiCl. Campuran tersebut lalu diaduk selama 24 jam pada suhu 50°C. Setelah 24 jam, campuran yang berwarna coklat dan masih mengandung padatan

ditambahkan HCl 1% dan 0,01 g katalis  $\text{CrCl}_3$ . Campuran lalu diaduk kembali selama 2 jam pada suhu  $120^\circ\text{C}$ . Hasilnya berupa cairan berwarna hijau. Setelah disaring untuk memisahkan katalis, produk berwarna kuning kecoklatan. Sedangkan warna 5-HMF standar adalah jingga. Produk tersebut yaitu 5-HMF dibandingkan dengan 5-HMF standar melalui instrumen HPLC untuk melihat perbandingan waktu retensinya. Dilakukan *scanning* terhadap larutan standar HMF pada rentang panjang gelombang 200 nm-300 nm dengan spektrofotometer UV untuk dilihat pada panjang gelombang berapa senyawa HMF memberikan serapan maksimum. Data panjang gelombang yang didapat kemudian digunakan pada detektor UV dari instrumen HPLC yang digunakan.

Adapun parameter tetap yang digunakan pada proses analisis HPLC ini adalah sebagai berikut.

- Instrumentasi : HPLC D700 HITACHI
- Detektor : UV ( $\lambda=284$  nm)
- Kolom : C18 *reverse phase* (250 mm x 4,6 mm x 5,0  $\mu\text{m}$ )
- Suhu :  $35^\circ\text{C}$
- Volume injeksi : 20  $\mu\text{L}$

Untuk perbandingan komposisi fasa gerak yang dicobakan adalah perbandingan komposisi fasa gerak metanol: $\text{H}_2\text{SO}_4=30:70$ . Sedangkan untuk laju alir fasa gerak dilakukan pada 1 mL/menit.