

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas kimia (50,100, 250, dan 500 mL), pH indikator, gelas ukur 100 mL, thermometer, kaca arloji, spatula, batang pengaduk, tabung reaksi, pipet tetes, pemanas listrik, *magnetic stirrer*, set alat *microwave*, corong gelas dan kertas saring.

Analisis gugus fungsi hasil proses delignifikasi dilakukan menggunakan FTIR (FTIR, Shimadzu-8400). Sementara itu untuk analisis hasil produk HMF adalah HPLC (Agilent Zobrax SB – C18) dan GCMS (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 (HMF).

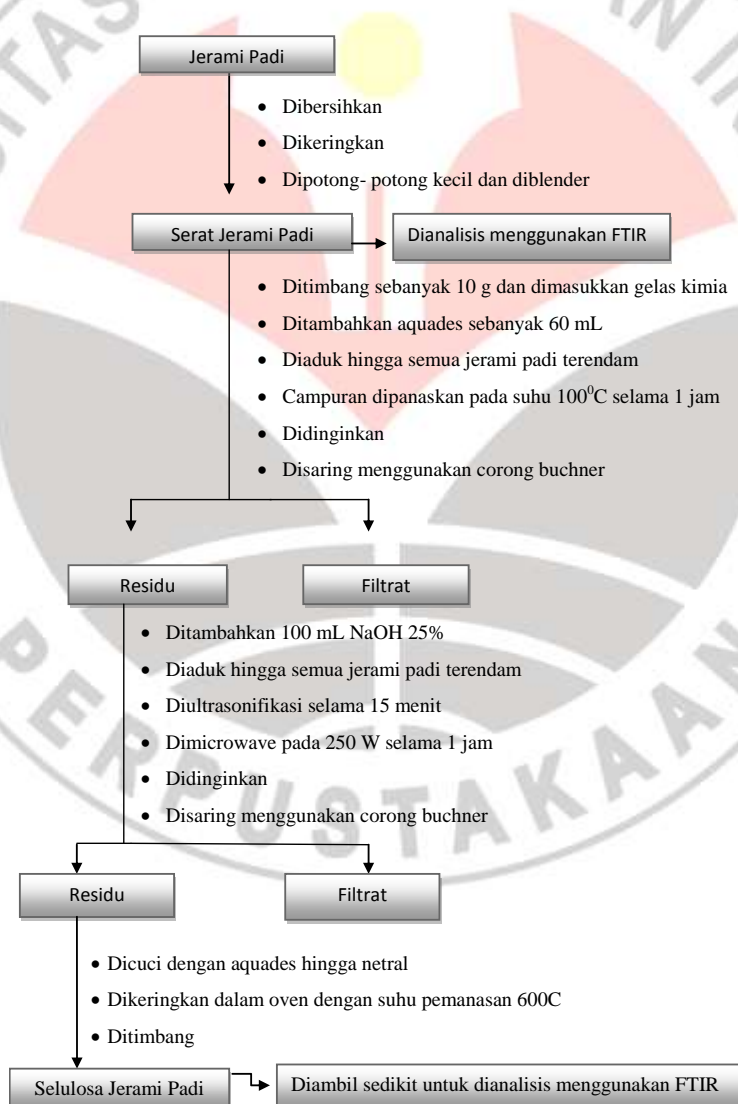
3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam proses delignifikasi adalah jerami padi, NaOH teknis produk Merck dan aquades. Sedangkan dalam proses konversi selulosa menjadi glukosa dalam media $ZnCl_2$ digunakan $ZnCl_2$ produk Merck, aquades, larutan Benedict, Fehling, Luff Schrool, Molisch, H_2SO_4 , dan Fenilhidrazin. Selanjutnya dalam proses konversi glukosa menjadi HMF digunakan LiCl produk Merck, DMA p.a produk Bratachem, HMF p.a produk Aldrich, HCl p.a produk Bratachem, dan katalis $CrCl_3$ p.a produk Merck.

3.2 Metode Penelitian

Penelitian penggunaan radiasi *microwave* pada konversi selulosa menjadi 5-Hidroksimetilfurfural (HMF) dari biomassa jerami padi dengan media $ZnCl_2$ dan katalis $CrCl_3$ ini terdiri dari 3 tahap, yaitu delignifikasi jerami padi, konversi selulosa jerami padi menjadi 5-hidroksimetilfurfural, dan pemisahan produk 5-hidroksimetilfurfural.

3.2.1 Delignifikasi Jerami Padi



Gambar 3.1 Bagan Alir Proses Delignifikasi Jerami Padi.

Henny Dikarinawati, 2014

Penggunaan Radiasi Microwave Pada Konversi Selulosa Menjadi 5- Idroksimetilfurfural (HMF) Dari Biomassa Jerami Padi Dengan Media $ZnCl_2$ Dan Katalis $CrCl_3$

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

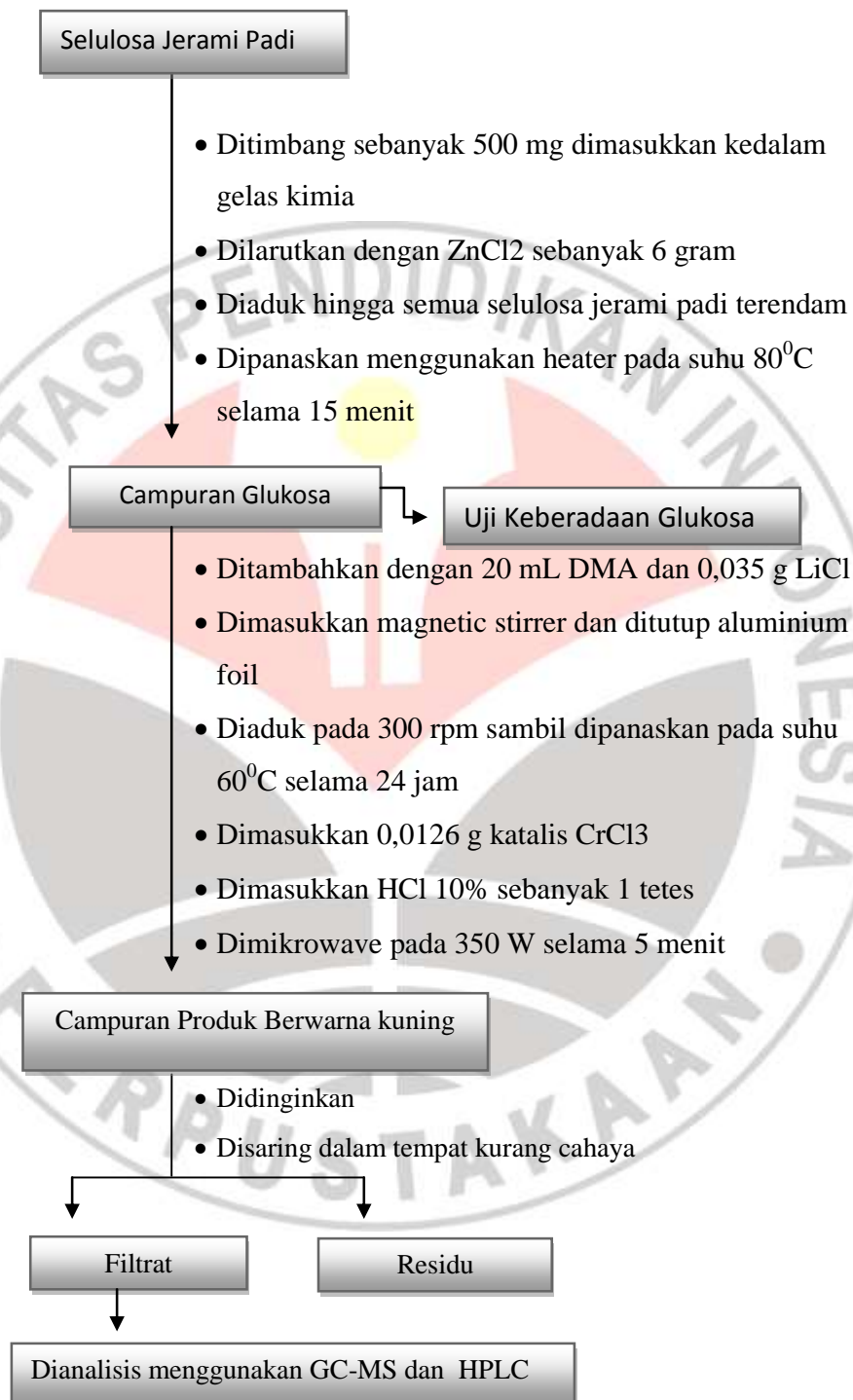
Tahap awal preparasi sampel jerami padi yaitu dengan membersihkannya dari kotoran yang menempel berupa tanah dan debu dengan cara mencucinya dengan air mengalir. Jerami yang sudah dicuci kemudian dikeringkan dibawah sinar matahari selama seminggu. Jerami yang telah kering kemudian dipotong-potong dan selanjutnya diblender hingga halus.

Jerami padi yang sudah halus ditimbang sebanyak 10 g dimasukkan ke dalam gelas kimia. Dilakukan beberapa perlakuan terhadap 10 g sampel jerami padi yang terangkum pada Lampiran 1.

Proses delignifikasi menggunakan pelarut NaOH yang optimum diperoleh dengan pemanasan 10 gram jerami padi dengan 60 mL aquadest hingga mendidih selama 1 jam. Campuran kemudian disaring menggunakan corong gelas, residu berupa jerami padi dicampurkan dengan larutan NaOH 25% dan diultrasonifikasi selama 15 menit, selanjutnya *dimicrowave* 350 W selama 2 jam. Setelah *dimicrowave* selama 2 jam campuran tersebut kemudian disaring menggunakan corong Buchner, residu berupa jerami padi dicuci dengan menggunakan aquadest hingga netral. Setelah netral, residu kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 24 jam.

Setelah proses delignifikasi, dilakukan analisis terhadap sampel menggunakan spektroskopi inframerah (FTIR). Dilakukan pula analisis FTIR terhadap *whatman paper* sebagai membran selulosa. Analisis menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi apa saja yang terdapat pada sampel (jerami hasil proses delignifikasi).

3.2.2 Konversi Selulosa Jerami Padi Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural



Gambar 3.2 Bagan Alir Konversi Selulosa Jerami Padi Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural.

Henny Dikarinawati, 2014

Penggunaan Radiasi Microwave Pada Konversi Selulosa Menjadi 5- Idroksimetilfurfural (HMF) Dari Biomassa Jerami Padi Dengan Media ZnCl_2 Dan Katalis CrCl_3

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

Selulosa yang dihasilkan dari proses delignifikasi menggunakan *microwave* kemudian ditimbang sebanyak 500 mg. Selulosa yang sudah ditimbang kemudian dimasukkan kedalam gelas kimia dan kedalamnya ditambahkan $ZnCl_2$ sebanyak 6 gram yang dilarutkan pada 3 mL aquades. Campuran tersebut kemudian diaduk hingga semua jerami terendam. Campuran lalu dipanaskan menggunakan heater pada suhu $80\text{ }^{\circ}C$ selama 15 menit. 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 dan Luff Schrool. 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 pembandingan dilakukan uji glukosa terhadap glukosa murni, campuran glukosa murni dengan $ZnCl_2$, dan campuran selulosa mikrokristalin dengan $ZnCl_2$.

Campuran glukosa yang dihasilkan kemudian ditambahkan kedalamnya DMA sebanyak 20 mL dan LiCl sebanyak 0,035 gram. Campuran kemudian dimasukkan magnetic stirrer dan ditutup dengan aluminium foil dan diaduk pada 300 rpm sambil dipanaskan pada suhu $60\text{ }^{\circ}C$ selama 24 jam. Campuran kemudian ditambahkan katalis $CrCl_3 \cdot 6 H_2O$ sebanyak 0,0126 gram dan HCl 10 % sebanyak satu tetes dan *microwave* pada 350 W selama 5 menit. Campuran kemudian ditunggu hingga dingin dan disaring dalam tempat yang kurang cahaya. Filtrat berupa larutan berwarna kuning kemudian dianalisis secara kualitatif dengan instrumen GCMS dan HPLC.

3.2.3 Pemisahan Produk 5-Hidroksimetilfurfural dari Pelarutnya



Gambar 3.3 Bagan Alir Pemisahan Produk 5-Hidroksimetilfurfural dari pelarutnya.

Pemisahan produk 5-Hidroksimetilfurfural dari pelarutnya dilakukan dengan dua. Cara pertama dilakukan upaya pemisahan fraksi kolom pada HPLC yang keluar pada selang *out* pada detektor kedalam botol vial saat dan setelah puncak yang diduga HMF dibaca oleh detektor dan ditampilkan dilayar komputer. Untuk cara kedua dilakukan pemisahan berdasarkan titik didih yakni metode destilasi sederhana. Hasil larutan yang keluar dari kolom HPLC serta hasil destilasi selanjutnya dianalisis menggunakan HPLC.

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

- Instrumentasi : HPLC Agilent Technologies 1220 Infinity LC
- Detektor : UV ($\lambda=284$ nm)
- Kolom : Agilent Zobrax SB – C18
- Volume injeksi : 20 μ L

Untuk perbandingan komposisi fasa gerak yang dicobakan adalah perbandingan komposisi fasa gerak methanol: asam sulfat 0,05% sebesar 10:90, 15:85, 20:80, 25:75, 30:70, 35:65, 45:55, 50:50 dan dengan komposisi fasa gerak

Henny Dikarinawati, 2014

Penggunaan Radiasi Microwave Pada Konversi Selulosa Menjadi 5- Idroksimetilfurfural (HMF) Dari Biomassa Jerami Padi Dengan Media ZnCl₂ Dan Katalis CrCl₃

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

aquabidest:acetonitril sebesar 93:7, 90:10, 85:15, 80:20, dan 70:30 dengan laju alir fasa gerak dilakukan pada 1 mL/menit.

