

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika dan Anorganik Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia untuk proses sintesis. Sedangkan untuk proses karakterisasi dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, Laboratorium Analisis Unsur Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan Badan Tenaga Nuklir Nasional, dan Loka Penelitian Teknologi Bersih Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. Penelitian berlangsung dari bulan Maret hingga Juni 2021.

3.2. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi : 1) Sintesis : gelas kimia, *hot plate*, *stirrer*, gelas ukur 100 mL, penangas air, indikator universal, selang, neraca analitik, set alat refluks, termometer, blender, statif dan klem, pipet tetes, oven. 2) Karakterisasi : spektrometer FTIR dan XRD.

3.3. Bahan

Bahan yang digunakan adalah : kulit salak, Etanol 85%, aquades, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 2%, HCl 0,2%, NaOH 0,2%, NaClO 5% .

3.4. Preparasi Sampel

Sampel kulit salak yang diperoleh dibilas menggunakan air bersih kemudian dijemur hingga kering. Selanjutnya sampel kulit salak kering dipotong kecil-kecil dan dihaluskan menggunakan blender hingga berbentuk serbuk.

3.5. Penghilangan Senyawa Polifenol

Kulit salak kemudian ditimbang sebanyak 20 g dan direfluks menggunakan etanol 85% sebanyak 100 mL selama 45 menit pada suhu 85 °C. Setelah 45 menit, endapan sampel yang diperoleh dipisahkan dari larutan dan direfluks lagi sebanyak

2 kali. Setelah selesai kemudian endapan sampel dipisahkan dan dicuci menggunakan aquades hingga pH mendekati netral/netral.

3.6. Penghilangan Senyawa Pektin

Sampel kemudian ditambahkan ammonium oksalat 2% sebanyak 1 L dan diaduk selama 1 jam pada suhu 50 °C. Endapan yang diperoleh kemudian dipisahkan dari larutannya dan dicuci menggunakan aquades hingga pH mendekati netral/netral.

Setelah itu, sampel ditambahkan HCl 0,2% sebanyak 200 mL dan diaduk selama 1,5 jam pada suhu 85 °C. Endapan yang diperoleh kemudian dipisahkan dari larutannya dan dicuci menggunakan aquades hingga pH mendekati netral/netral.

3.7. Delignifikasi

Sampel ditambahkan 200 mL NaOH 0,2% sebanyak 200 mL dan diaduk selama 1,5 jam pada suhu 5 °C. Endapan sampel kemudian dipisahkan dari larutannya dan dicuci menggunakan aquades hingga pH mendekati netral/netral.

3.8. Bleaching

Sampel ditambahkan NaOCl 5% dan diaduk selama 2 jam pada suhu 50 °C hingga diperoleh endapan putih (selulosa). Endapan selulosa dipisahkan dari larutannya kemudian dibilas menggunakan aquades hingga pH mendekati netral/netral.

3.9. Pengeringan

Selulosa kemudian dimasukkan kedalam oven pada suhu 35-40 °C hingga dihasilkan padatan selulosa kering. Kemudian dihaluskan hingga diperoleh serbuk selulosa.

3.10. Karakterisasi FTIR

Analisis gugus fungsi dilakukan dengan menggunakan spektrometer FTIR “Prestige 21 Shimadzu FTIR Spectrometer” dengan rentang panjang gelombang 400-4000 cm^{-1} . Sampel digiling dengan KBr lalu dijadikan pelet dan dianalisis dalam spektrometer FTIR dengan pemindaian 2 cm^{-1} .

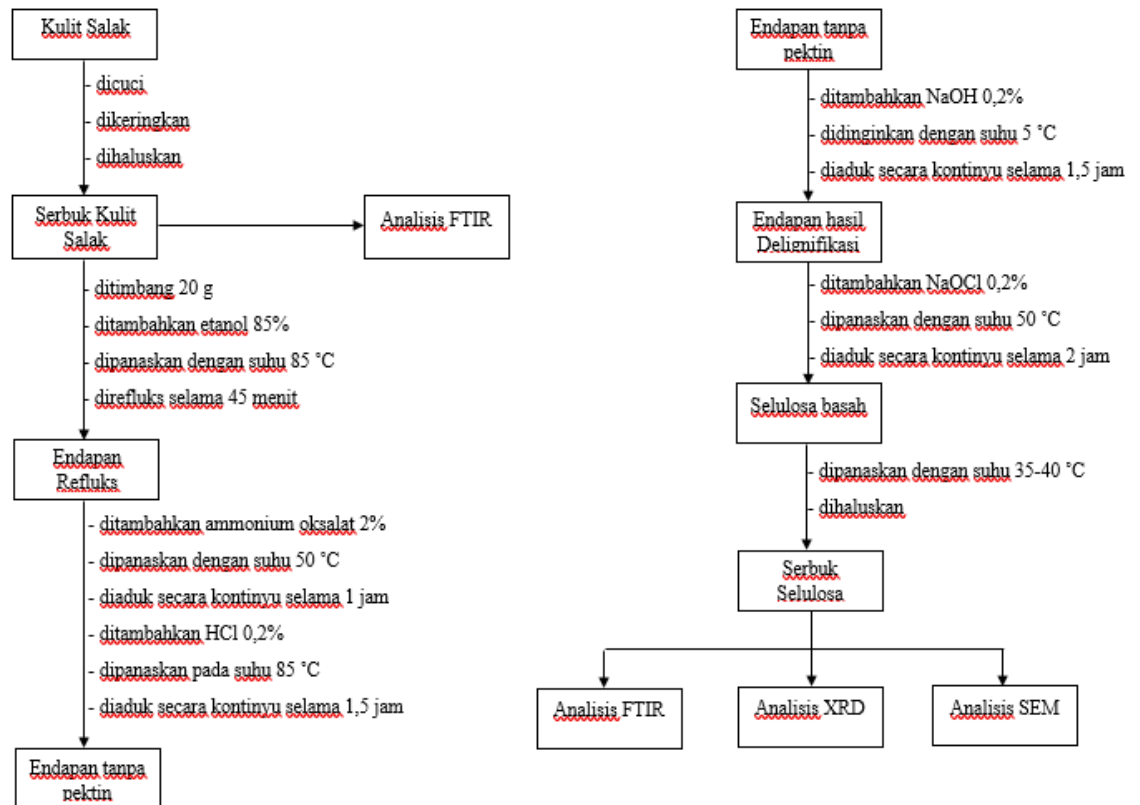
3.11. Karakterisasi XRD

Analisis difraksi sinar-X dilakukan untuk mengetahui sifat fisika dari selulosa yang dihasilkan yaitu ukuran kristalit dan juga kristalinitas. Selulosa yang akan diuji berbentuk serbuk kemudian diletakkan pada suatu wadah sampel. Setelah itu pengujian dilakukan dengan menggunakan instrumen XRD “Bruker D8 ADVANCE”. Dalam pengujian ini, kondisi yang diterapkan adalah sistem difraktometer dalam tingkat $0,1^\circ$, energi yang digunakan sebesar 40 kV/40 mA dengan $\text{CuK}\alpha$ sebagai sumber sinar-X dengan suhu 25°C .

3.12. Karakterisasi SEM

Analisis SEM dilakukan untuk memperoleh informasi terkait struktur permukaan suatu objek atau morfologi suatu objek. Pada penelitian ini yang diamati adalah morfologi dari selulosa yang dihasilkan dari kulit salak. Serbuk selulosa yang dihasilkan diletakkan pada suatu wadah sampel untuk kemudian diuji menggunakan instrument SEM dengan kondisi pengujian menggunakan *coating Au*, *signal* yang digunakan adalah *secondary electron*, *voltage 20kV*, *high vacuum*, dan perbesaran 10.000 kali.

3.13. Bagan Alir



Gambar 3.1. Bagan alir penelitian