

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian studi pendahuluan reaksi konversi selulosa jerami padi menjadi *5-Hydroxymethylfurfural* dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Universitas Pendidikan Indonesia.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang akan digunakan dalam proses delignifikasi jerami padi adalah set neraca analitik, gelas kimia 600 mL, corong Buchner, labu Erlenmeyer berpenghisap, pH indikator kaca arloji, spatula, batang pengaduk. Alat yang digunakan pada prose konversi selulosa jerami padi menjadi *5-Hydroxymethylfurfural* adalah gelas kimia 100 mL, termometer, *magnetic stirrer*, heater, penangas minyak, statif dan klem, corong, botol vial serta, alat untuk analisis hasil produk HMF adalah HPLC dan spectrometer UV. Pada analisis gugus pada hasil proses delignifikasi dilakukan menggunakan alat FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400). Corong pisah dan set alat destilasi digunakan pada proses pemisahan hasil konversi selulosa jerami padi menjadi HMF.

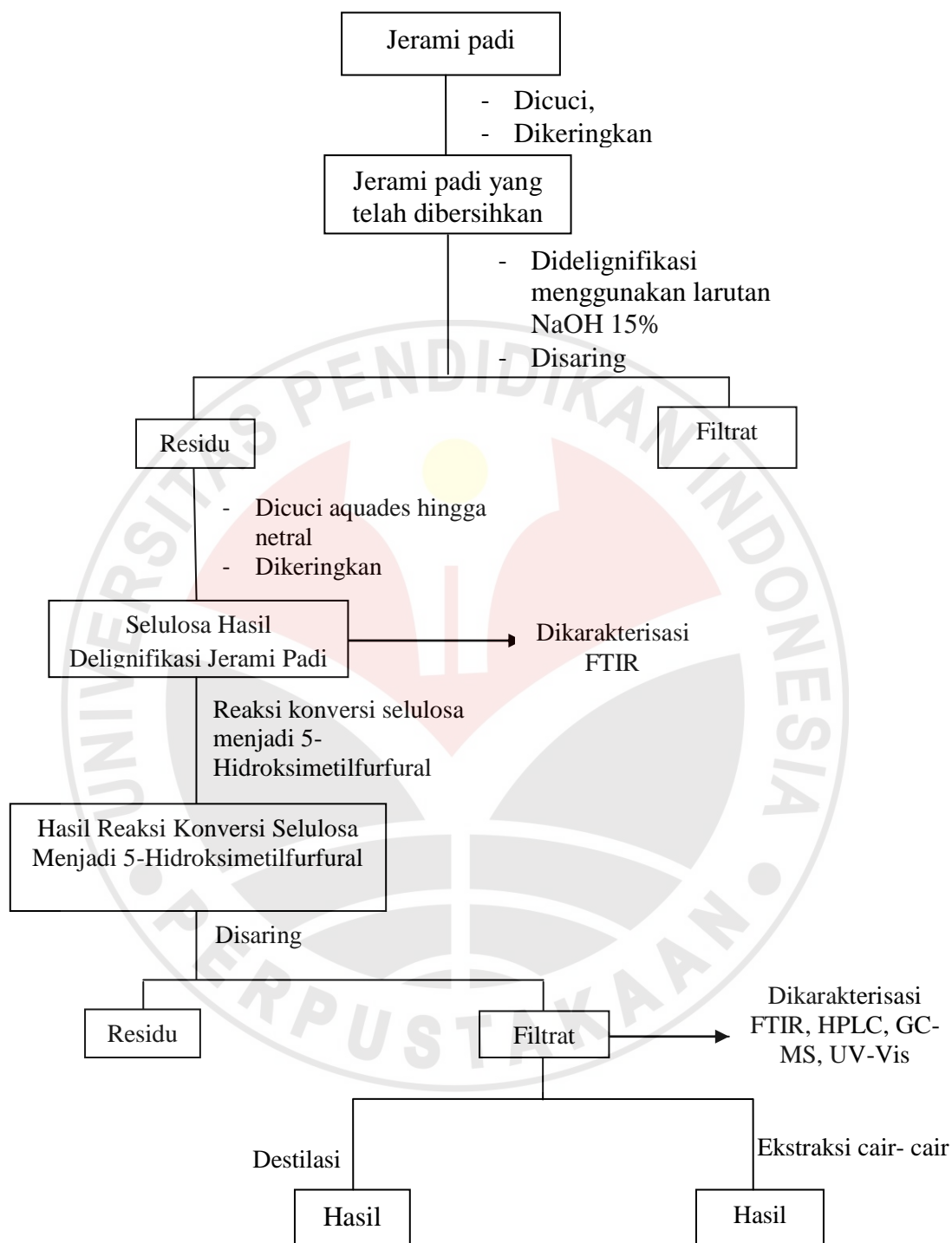
3.2.2 Bahan

Bahan habis yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah jerami padi yang berasal dari sukabumi, NaOH dan aquades untuk melakukan delignifikasi jerami padi. LiCl produksi Merck, DMAc produksi Merck, HCl p.a produksi

Merck, dan $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ produksi Merck untuk konversi selulosa menjadi HMF. Standar 5-Hidroksimetilfurfural produksi Merck, kertas saring, plastik wrap dan *aluminium foil*.

3.3. Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk mengkonversi selulosa dari jerami padi menjadi 5-Hidroksimetilfurfural (HMF) menggunakan katalis $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan HCl. Tahapan penelitian secara berurutan yaitu mendelignifikasi jerami padi yang kemudian dilakukan dikarakterisasi menggunakan FTIR. Tahapan selanjutnya adalah konversi selulosa jerami padi menjadi HMF dengan menggunakan katalis $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV dan HPLC (*High Performance Liquid Chromatography*). Tahapan selanjutnya adalah memisahkan HMF dari pelarutnya menggunakan ekstraksi cair-cair. Prosedur yang dilakukan dengan mengadaptasi dari prosedur yang dikembangkan oleh literatur. Proses delignikasi (Heradewi, 2007), reaksi konversi (Binder dan Raines, 2009), pengujian UV dan proses pemisahan senyawa produk menggunakan dietil eter (Dutta, *et al*, 2011) dan pemisahan menggunakan etilasetat (Wang *et al*, 2009). Tahapan-tahapan yang dilakukan dengan beberapa tahapan yang berurutan seperti terlihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1 Proses Delignifikasi Jerami Padi

Jerami padi yang sudah kering ditimbang sebanyak 10 gram dimasukkan ke dalam gelas kimia. Larutan NaOH 15% dicampurkan pada jerami lalu aduk hingga tidak ada jerami yang tertinggal di dasar gelas. Ditungkat menggunakan plastik *wrap* dan didiamkan pada suhu ruangan selama 24 jam.

Setelah 24 jam dilakukan penyaringan menggunakan corong Buchner. Sisa jerami yang tertinggal di corong Buchner di cuci dengan aquades hingga pH bilasan 6-7 lalu keringkan dalam oven. Setelah kering, didinginkan lalu ditimbang.

Setelah didelignifikasi, dilakukan karakterisasi sampel menggunakan metode spektroskopi Inframerah (FTIR). Penggunaan metode FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang menyusun produk dengan alat FTIR di Laboratorium Kimia Instrumen UPI.

3.4.2 Reaksi Konversi Selulosa Jerami Padi Menjadi 5-Hidroksimetilfurfural

Sebanyak 120 mg selulosa jerami padi dicampurkan dengan 35 mg LiCl dan 20 mL DMAc lalu distirer selama 24 jam dengan suhu pemanasan 50°C. Setelah pemanasan dan pengadukan 24 jam, ditimbang 12 mg CrCl₃.6H₂O lalu larutkan dalam 1 tetes HCl (0,1%, 5%, 10%, 15%, 20%). CrCl₃.6H₂O yang dilarutkan dalam HCl di tambahkan pada campuran sebelumnya dan dilakukan pengadukan yang kuat dan konstan pada suhu 100-110 °C selama 2 jam. Setelah 2

jam diinginkan larutan hasil, kemudian disaring. Percobaan dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali (triplo).

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

3.4.3 Pemisahan *5-Hydroxymethylfurfural* Dari Hasil Produk

Hasil konversi selulosa jerami padi menjadi 5-Hidroksimetilfurfural dilakukan menggunakan ekstraksi cair-cair (aquades, methanol, etanol, dietileter, etilasetat), dan destilasi bertingkat.

Proses ekstraksi hasil produk dilakukan dengan mencampurkan pelarut organik pada hasil konversi selulosa jerami padi menjadi *5-Hydroxymethylfurfural* dengan bermacam pelarut organik.

Pelarut yang digunakan adalah antara lain: aquades, methanol, etanol, dietil eter, etilasetat, kloroform, n-heksana, 2-butanol. 5 mL masing – masing larutan (aquades, methanol, etanol, kloroform, n-heksana, 2-butanol) dicampurkan pada 8 mL hasil produk. Campuran dikocok dalam corong pisah hingga kuat, diamati, jika terdapat 2 fasa atau tidak. Jika terjadi larutan dipisahkan.

Ekstraksi menggunakan beberapa kali proses dilakukan dengan menambahkan pelarut pada hasil yang telah diekstraksi. Hal ini dilakukan untuk memastikan ekstraksi sudah selesai. Dilakukan menggunakan 2 pelarut berbeda yaitu dietil eter dan etilasetat. Diamati terjadi atau tidaknya dua fasa pada campuran tersebut. Jika terjadi dua fasa, maka larutan dipisahkan.

Dietil eter ditambahkan pada corong pisah selama 3 kali ekstraksi sebanyak 3 mL setiap ekstraksi. Diamati terjadi atau tidaknya dua fasa pada campuran tersebut. Jika terjadi dua fasa, maka larutan dipisahkan.

Etilasetat ditambahkan pada hasil yang telah ditambahkan aquades sebanyak 1 gram sebelumnya. Ekstraksi dilakukan hingga 8 kali sebanyak 3 mL setiap kali ekstraksi. Diamati terjadi atau tidaknya dua fasa pada campuran tersebut. Jika terjadi dua fasa, maka larutan dipisahkan.

Produk konversi selulosa menjadi HMF dengan penambahan HCl 10 % diuji TGA-DTA. Hasil konversi dengan penambahan HCl 10% ini dipisahkan dengan cara destilasi. Hasil konversi dengan penambahan HCl 10% di masukkan dalam labu dasar bulat dan di destilasi hingga suhu 160°C. Destilat yang dihasilkan di pisahkan.