

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan dari bulan Juli sampai bulan Oktober 2011 di Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia FMIPA Unila.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain Erlenmeyer, sentrifugasi, oven, gelas beaker, neraca analitik, batang pengaduk, seperangkat alat refluks, labu bundar, spektrofotometer FTIR merek Shimadzu dan peralatan laboratorium umum lainnya.

Bahan-bahan yang digunakan antara lain jerami padi yang berasal dari Pringsewu dengan varietas Ciherang, NaOCl, NaOH teknis, asam asetat glasial, asam sulfat, asam asetat anhidrida, dikloro metana, etanol, KOH, indikator fenolftalein, HCl dan asam nitrat pekat.

C. Prosedur Penelitian

1. Preparasi Sampel Jerami Padi

Jerami padi yang berasal dari Pringsewu terlebih dahulu dikeringkan dibawah sinar matahari. Setelah kering jerami dicacah hingga diperoleh jerami berukuran 2-3 cm, kemudian jerami dihaluskan dengan menggunakan mesin penggiling hingga diperoleh jerami dengan ukuran 50 mesh.

2. Ekstraksi dan Pemurnian Selulosa dari Jerami Padi

Pada tahap ini diharapkan diperoleh selulosa yang murni. Sebanyak 50 g jerami padi dimasukkan dalam gelas beaker dan direndam dalam 1 L larutan NaOCl 1% selama 24 jam pada suhu ruang. Setelah 24 jam, disaring dan dibilas dengan aquadest. Jerami hasil penyaringan dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C selama 24 jam. Proses ini dikenal dengan proses delignifikasi atau penghilangan kandungan lignin dalam senyawa berlignoselulose (Widyani, 2002). Selanjutnya jerami yang telah bebas lignin direndam dalam larutan NaOH 15% selama 24 jam pada suhu ruang. Setelah 24 jam, dilakukan penyaringan sehingga diperoleh filtrat dan endapan. Endapan yang diperoleh selanjutnya dimasukkan ke dalam labu bundar, tambahkan 15 ml asam asetat 80% dan 1,5 ml asam nitrat pekat, kemudian direfluks selama 20 menit. Selanjutnya dilakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring yang telah diketahui bobotnya (A). Setelah dilakukan penyaringan, padatan hasil dari refluks dicuci dengan etanol. Erlenmeyer dan corong dibilas dengan air suling sebanyak 3 kali. Kertas

saring beserta residu dikeringkan pada oven dengan suhu 100-105°C selama 1-2 jam. Kertas saring didinginkan dan ditimbang bobotnya (B). Kertas saring dengan residu diabukan pada suhu 540°C, lalu didinginkan ditimbang bobotnya (C).

$$\text{Kadar Selulosa (\%)} = \frac{B - A - C}{\text{bobot sampel}} \times 100\%$$

Keterangan :

B = Bobot kertas saring dan residu setelah dioven (g)

A = Bobot kertas saring (g)

C = Bobot abu (g) (Hakim, 2010)

Selulosa yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquadest. Selanjutnya selulosa dioven pada suhu 60°C selama 5 jam.

3. Identifikasi Selulosa

Identifikasi selulosa dilakukan dengan mentitrasi selulosa menggunakan ferro ammonium sulfat ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). 5 g selulosa dimasukkan dalam Erlenmeyer 250 mL, tambahkan 50 mL aquadest kemudian panaskan hingga selulosa larut. Setelah selulosa larut, tambahkan 10 mL larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ suhu larutan dijaga panasnya selama 15 menit. Setelah 15 menit larutan didinginkan pada suhu ruang, setelah dingin tambahkan 2-4 tetes indikator ferroin kemudian dititrasi dengan larutan ferro ammonium sulfat 0,1 N. Titrasi dihentikan jika warna larutan berubah menjadi ungu (SNI 0444:2009).

4. Optimasi Proses Asetilasi

Pada proses ini terdapat dua tahap dalam pembentukan selulosa asetat, tahap awal adalah tahap aktivasi yang selanjutnya hasil dari tahap aktivasi dilanjutkan dengan tahap asetilasi (Filho, 2005).

a. Optimasi Perbandingan Selulosa : Asam Asetat Glasial

Selulosa yang diperoleh dari proses sebelumnya dimasukkan dalam gelas beaker kemudian tambahkan asam asetat glasial. Pada tahap ini digunakan variasi perbandingan selulosa : asam asetat glasial sebesar 1:2 (g/mL). Selanjutnya larutan diaduk selama 30 menit pada suhu ruang. Setelah 30 menit, tambahkan campuran asam sulfat dan asam asetat dengan perbandingan 1:4, 1:6, 1:8, 1:10 (g/mL) lalu diaduk selama 30 menit pada suhu ruang. Setelah homogen dilakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring sehingga diperoleh filtrat dan endapan. Endapan yang diperoleh ditambah asam asetat anhidrida aduk hingga homogen kemudian diamkan selama 30 menit pada suhu ruang. Setelah terbentuk endapan, dilakukan penyaringan dan endapan yang diperoleh dicuci dengan aquadest hingga netral kemudian dioven pada suhu 105°C selama 90 menit.

Sebagai kontrol selulosa asetat yang diperoleh dari proses asetilasi akan dipergunakan selulosa murni dengan menggunakan prosedur asetilasi yang sama.

b. Optimasi Suhu Proses Asetilasi

Selulosa yang diperoleh dari proses sebelumnya dimasukkan dalam gelas beaker kemudian tambahkan asam asetat glasial 1:2 (g/mL). Selanjutnya larutan diaduk selama 30 menit pada suhu ruang. Setelah 30 menit, tambahkan campuran asam sulfat dan asam asetat dengan perbandingan optimal yang telah diketahui berdasarkan proses sebelumnya lalu diaduk selama 30 menit pada suhu ruang. Setelah homogen dilakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring sehingga diperoleh filtrat dan endapan. Endapan yang diperoleh ditambah asam asetat anhidrida aduk hingga homogen kemudian diamkan selama 30 menit pada suhu 45°C, 50°C, 55°C dan 60°C. Setelah terbentuk endapan, dilakukan penyaringan dan endapan yang diperoleh dicuci dengan aquadest hingga netral kemudian dioven pada suhu 105°C selama 90 menit.

Sebagai kontrol selulosa asetat yang diperoleh dari proses asetilasi akan dipergunakan selulosa murni dengan menggunakan prosedur asetilasi yang sama.

c. Optimasi Waktu Proses Asetilasi

Selulosa yang diperoleh dari proses sebelumnya dimasukkan dalam gelas beaker kemudian tambahkan asam asetat glasial 1:2 (g/mL). Selanjutnya larutan diaduk selama 30 menit pada suhu ruang. Selanjutnya larutan ditambah dengan campuran asam sulfat dan asam asetat dengan perbandingan optimal yang telah diketahui berdasarkan proses sebelumnya

lalu diaduk selama 30 menit. Setelah homogen dilakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring sehingga diperoleh filtrat dan endapan. Endapan yang diperoleh ditambah asam asetat anhidrida aduk hingga homogen kemudian diamkan selama 30, 40, 50, dan 60 menit pada suhu optimal asetilasi. Setelah terbentuk endapan, dilakukan penyaringan dan endapan yang diperoleh dicuci dengan aquadest hingga netral kemudian dioven pada suhu 105°C selama 90 menit.

Sebagai kontrol selulosa asetat yang diperoleh dari proses asetilasi akan dipergunakan selulosa murni dengan menggunakan prosedur asetilasi yang sama.

5. Penentuan Derajat Substitusi

Penentuan kadar asetil dilakukan dengan prosedur ASTM D 871-96.

Sebanyak 1 gram selulosa asetat kering ditempatkan dalam labu Erlenmeyer, kemudian ditambahkan 40 ml etanol 75%, dan labu dipanaskan pada suhu 55 °C selama 30 menit. Setelah 30 menit, labu dikeluarkan dari penangas dan ditambahkan 40 mL NaOH 0.5 M, dan dipanaskan kembali selama 15 menit pada suhu 55 °C. Selanjutnya, labu ditutup rapat dengan aluminium dan diamkan selama 72 jam pada suhu kamar. Setelah 72 jam, sisa NaOH ditambahkan dengan indikator fenolftalein kemudian dititrasi dengan HCl 0.5 M sampai warna merah muda hilang. Sebanyak 1 mL titran dilebihkan dari titik akhir itu, lalu labu ditutup rapat kembali, dan dibiarkan selama 24 jam pada suhu kamar. Setelah 24 jam sisa HCl dititrasi dengan NaOH 0.5 M standar sampai muncul warna merah muda.

$$DS = \frac{162 M (B-S)}{1000W}$$

Keterangan :

W = berat sampel

B = Volume HCl untuk titrasi blanko

S = Volume HCl untuk titrasi sampel

M = Molaritas HCl

162 = berat molekul anhidro glukosa

(Wicaksono., 2008)

6. Karakterisasi dengan FTIR

Selulosa asetat yang diperoleh diambil secukupnya kemudian di homogenkan dengan serbuk KBr dalam mortar untuk membuat pelet. Selanjutnya pelet divakum dan di pres selama 10 menit pada tekanan 80 torr. Sampel siap untuk dianalisis pada panjang gelombang 2000-4000 cm^{-1} .