

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Maret – Agustus 2015, tempat penelitian di laboratorium kimia organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Analisis FTIR dan SEM dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Universitas Gajah Mada Yogyakarta, sedangkan analisis NMR telah dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Institut Teknologi Bandung.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat yang ada di Laboratorium Kimia Organik FMIPA Universitas Lampung yaitu, blender, Erlenmeyer, penangas, saringan, oven, silinder ukur, labu takar, *beaker glass*, *aluminium foil*, corong pisah, batang pengaduk, termometer, kaca arloji, seperangkat alat refluks, Vacuum rotary evaporator, pipet kapiler, neraca, *stopwatch*, indikator universal, pH meter, kertas saring, spektrofotometer FTIR, SEM dan NMR.

2. Bahan-bahan yang digunakan

Bahan baku yang digunakan adalah limbah padat TKS yang diambil dari desa Wates Kabupaten Lampung Tengah Provinsi Lampung. Pelarut yang digunakan untuk ekstraksi adalah asam nitrat, padatan natrium nitrit, bahan yang digunakan adalah akuades, larutan natrium hidroksida; larutan natrium sulfit, asam sulfat, metanol, padatan kalsium hidroksida dan larutan asam sulfit.

C. Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan yaitu preparasi bahan baku serat TKS, pembuatan serpihan TKS, pembuatan lindi hitam dan isolasi lignin dari lindi hitam, kemudian dilakukan karakterisasi lignin TKS menggunakan spektrometer FTIR, SEM dan NMR. Data yang diperoleh dibandingkan dengan data lignin referensi, selanjutnya lignin hasil isolasi digunakan untuk sintesis kalsium lignosulfonat melalui proses sulfonasi. Kalsium lignosulfonat yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan spektrometer FTIR, SEM dan NMR kemudian data yang diperoleh dibandingkan dengan data kalsium lignosulfonat referensi.

1. Preparasi sampel

Preparasi bahan baku dilakukan dengan cara membersihkan sisa kulit buah sawit, kemudian diuraikan menjadi serat dan dikeringkan di udara terbuka selama 1 minggu. Serat yang sudah kering dipotong-potong berukuran kurang lebih 50 mm. Sebanyak 75 g potongan yang telah dikeringkan kemudian

dilakukan ekstraksi dalam 1 Liter larutan HNO_3 3,5% dalam *beaker glass*, ditambahkan 10 mg NaNO_2 selanjutnya dilakukan pemasakan pada suhu 90°C selama 2 jam. TKS bebas zat pengotor disaring, residu yang diperoleh dicuci dengan air sampai filtratnya netral. Kedalam residu yang diperoleh ditambahkan 375 mL NaOH 2% dan 375 mL Na_2SO_3 2%, campuran selanjutnya direfluks selama 1 jam pada suhu 50°C , campuran hasil refluks disaring sehingga diperoleh filtrat (lindi hitam) (Aulia *et al.*, 2013).

2. Isolasi lignin dari lindi hitam

Lindi hitam yang diperoleh disaring kemudian diencerkan dengan akuades dengan perbandingan volume 1 : 2, kemudian dititrasi dengan H_2SO_4 20% sambil diaduk dengan magnetic stirer dan dilakukan pemanasan pada suhu 60°C sampai pH campuran mencapai 2, diamkan minimal 8 jam kemudian lakukan penyaringan menggunakan kertas saring.

Endapan yang diperoleh dikeringkan dengan oven ($50 - 60^\circ\text{C}$) selama 24 jam, selanjutnya dilarutkan dalam NaOH dengan variasi konsentrasi 6%, 8%, 10% dan 15%, selanjutnya ditambahkan larutan H_2SO_4 20% sampai pH campuran mencapai 2. Lakukan penyaringan, kemudian endapan yang diperoleh selanjutnya dicuci dengan larutan H_2SO_4 0,01 N, selanjutnya cuci endapan menggunakan akuades dan keringkan dalam oven pada suhu $50 - 60^\circ\text{C}$ selama 24 jam sehingga diperoleh serbuk (Simatupang *et al.*, 2012).

3. Sintesis kalsium Bisulfit

Kalsium bisulfit merupakan senyawa anorganik yang larut dalam air, merupakan garam asam dan dapat disintesis dengan mereaksikan larutan jenuh kalsium hidroksida dengan asam sulfit (Ling, 2013). Kedalam 1500 mL larutan jenuh $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ditambahkan 21 mL larutan H_2SO_3 , kemudian diambil sebanyak 500 mL larutan yang diperoleh diuapkan sampai terbentuk kristal putih (kalsium bisulfit).

4. Sintesis Kalsium Lignosulfonat

Lignin hasil isolasi dari lindi hitam selanjutnya disintesis menjadi kalsium lignosulfonat melalui proses sulfonasi menggunakan kalsium bisulfit. Proses sulfonasi dilakukan sebanyak tiga kali, larutan NaOH 20% yang ditambahkan pada proses sulfonasi berfungsi sebagai katalis. Berikut adalah prosedur sulfonasi yang akan dilakukan:

1) Prosedur 1:

Suspensikan 1,5 gram lignin kedalam 75 mL akuades, masukkan kristal kalsium bisulfit hasil sintesis kemudian tambahkan 75 mL larutan NaOH 20% sebagai katalis, selanjutnya campuran direfluks selama 4 jam pada suhu 90 - 95°C sambil di aduk dengan *magnetic stirrer*. Saring campuran dengan penyaring Buchner untuk memisahkan lignin yang tidak bereaksi, kedalam filtrat yang di peroleh tambahkan metanol untuk menghilangkan $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$ yang tidak bereaksi (Murni, 2013), filtrat diuapkan selanjutnya dilakukan *freeze-dry* selama 10 jam.

2) Prosedur 2:

Kedalam 500 mL larutan kalsium bisulfit hasil sintesis ditambahkan 1,5 gram lignin kemudian tambahkan 75 mL larutan NaOH 20% sebagai katalis, selanjutnya campuran direfluks selama 4 jam pada suhu 90 – 95°C sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*. Saring campuran dengan penyaring Buchner untuk memisahkan lignin yang tidak bereaksi, kedalam filtrat yang di peroleh tambahkan metanol untuk menghilangkan $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$ yang tidak bereaksi (Murni, 2013), filtrat diuapkan selanjutnya dilakukan *freeze-dry* selama 10 jam.

3) Prosedur 3:

Kedalam 500 mL larutan kalsium bisulfit hasil sintesis ditambahkan 2,5 gram lignin kemudian tambahkan 75 mL larutan NaOH 20% sebagai katalis, selanjutnya campuran direfluks selama 4 jam pada suhu 90 – 95°C sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Saring campuran dengan penyaring Buchner untuk memisahkan lignin yang tidak bereaksi, filtrat diuapkan selanjutnya dilakukan *freeze-dry* selama 10 jam.

5. Karakterisasi Lignin TKS dan Kalsium Lignosulfonat

Uji Kualitatif terhadap lignin hasil isolasi dan kalsium lignosulfonat yang diperoleh dilakukan menggunakan spektrometer FTIR, SEM dan NMR, data analisis yang diperoleh baik lignin maupun lignosulfonat dibandingkan dengan data referensi. Karakterisasi Lignin dan Kalsium Lignosulfonat dilakukan untuk menganalisa keberhasilan proses isolasi lignin TKS dan keberhasilan proses sulfonasi.

Uji kualitatif NMR telah dilakukan di laboratorium kimia organik ITB. Untuk tujuan identifikasi gugus fungsi yang terdapat pada sampel akan dilakukan uji kualitatif FTIR, analisis dilakukan dengan menggunakan alat FTIR yang mampu mengidentifikasi serapan-serapan yang khas gugus fungsi. Untuk mengetahui morfologi permukaan lignin hasil isolasi dan kalsium lignosulfonat hasil sintesis dilakukan uji SEM.