

### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Mei sampai dengan Agustus 2014, yang dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung, analisis FTIR dan TG/DT dilakukan di Laboratorium Biomassa Terpadu Universitas Lampung, serta analisis SEM dilakukan di BATAN Serpong.

#### **B. Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat yang ada di Laboratorium Kimia Organik yaitu gunting, *blender*, Erlenmeyer, penangas, saringan, oven, gelas ukur, gelas kimia, *stopwatch*, *aluminium foil*, buret, batang pengaduk, corong masir, *hot plat stirrer*, mortar, indikator universal, kertas saring, FT-IR, SEM, XRD dan TGA. Sedangkan bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Tandan Kosong Sawit (TKS), Natrium Hidroksida, Hidrogen Peroksida, Asam Nitrat, Natrium Nitrit, Natrium Sulfit, Natrium Hipoklorit, Asam Asetat Glasial, Asam Asetat Anhidrat, Natrium Asetat, Metanol, Kalium

Dikromat, Ferro Amonium Sulfat, Asam Sulfat, Etanol, Asam Klorida, dan Akuades.

### **C. Prosedur**

#### **a. Preparasi Sampel**

Sampel yang digunakan adalah Tandan Kosong Sawit (TKS). TKS yang akan digunakan diperoleh dari perkebunan milik pribadi di Rawa Jitu, Lampung Tengah. TKS dicuci agar terbebas dari getah dan kotoran saat pengambilan. Selanjutnya dikeringkan, dan digunting  $\pm 2$ cm lalu di *blender* agar didapatkan serat yang lebih halus.

#### **b. Isolasi $\alpha$ -Selulosa Dari Tandan Kosong Sawit (TKS)**

Pada tahap delignifikasi, 50 gram serat halus TKS dimasukkan kedalam labu Erlenmeyer 2L dan ditambahkan 1L larutan NaOH 5%. Campuran tersebut dipanaskan menggunakan penangas air dengan suhu 80°C selama 6 jam. Kemudian, campuran tersebut disaring dan residu dicuci dengan air hingga pH dari filtrat menjadi netral. Sampel yang telah netral, dioven selama 24 jam dengan suhu 60°C. Kemudian sampel dilakukan proses pemutihan, dimana sampel direndam dengan larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dengan perbandingan 1:4 b/v selama 3 jam dalam temperatur ruangan dan setiap 15 menit diaduk. Kemudian sampel dinetralkan dan dilakukan analisis kuantitatif kadar lignin dan  $\alpha$ -selulosa menggunakan uji SNI 0444:2009 (Sampel A). Separuh dari sampel yang telah dilakukan proses

pemutihan pertama, dilanjutkan dengan proses pemutihan kedua, dimana sampel direndam dengan larutan  $H_2O_2$  dengan perbandingan 1:4 b/v selama 3 jam dalam temperatur ruangan dan setiap 15 menit diaduk. Kemudian sampel dinetralkan dan dilakukan analisis kuantitatif kadar lignin dan  $\alpha$ -selulosa menggunakan uji SNI 0444:2009 (Sampel B).

Sebanyak 75 gram serat TKS dimasukkan ke dalam gelas beaker, kemudian ditambahkan 1 L campuran  $HNO_3$  3,5% dan 10 mg  $NaNO_2$ , dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu  $90^\circ C$  selama 2 jam. Setelah itu disaring dan ampas dicuci hingga filtrat netral. Selanjutnya di refluks dengan 750 ml larutan yang mengandung  $NaOH$  2% dan  $Na_2SO_3$  2% pada suhu  $50^\circ C$  selama 1 jam. Kemudian disaring dan ampas dicuci sampai netral. Selanjutnya dilakukan pemutihan dengan 250 ml larutan  $NaOCl$  1,75% pada temperatur mendidih selama 0,5 jam. Kemudian disaring dan ampas dicuci sampai pH filtrat netral. Setelah itu dilakukan pemurnian  $\alpha$ -selulosa dari sampel dengan 500 ml larutan  $NaOH$  17,5% pada suhu  $80^\circ C$  selama 0,5 jam. Kemudian disaring, dicuci hingga filtrat netral. Dilanjutkan pemutihan dengan  $H_2O_2$  10% pada suhu  $60^\circ C$  dalam oven selama 1 jam. Kemudian disimpan dalam desikator (Sampel C). selain itu, digunakan kapas komersial sebagai pembanding (Sampel D).

**c. Penentuan Kadar  $\alpha$ -selulosa menggunakan metode uji SNI 0444:2009 dan Kadar lignin menggunakan Metode SNI 0492:2008.**

Timbang sampel  $1,5 g \pm 0,1 g$  dengan ketelitian 0,1 mg. Sampel dimasukkan ke

dalam gelas piala tinggi 300 mL dan tambahkan 75 mL larutan natrium hidroksida 17,5%, sebelumnya sesuaikan dulu pada suhu  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Catat waktu pada saat larutan natrium hidroksida ditambahkan. Aduk pulp dengan alat sampai terdispersi sempurna. Hindari terjadinya gelembung udara dalam suspensi pulp selama proses pengadukan. Ketika pulp telah terdispersi, angkat pengaduk dan bersihkan pulp yang menempel pada ujung batang pengaduk.

Cuci pengaduk dengan 25 mL larutan natrium hidroksida 17,5%, tambahkan ke dalam gelas piala, sehingga total larutan yang ditambahkan ke dalam pulp adalah 100 mL. Aduk suspensi pulp dengan batang pengaduk dan simpan dalam penangas  $25^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ . Setelah 30 menit dari penambahan pertama larutan natrium hidroksida, tambahkan 100mL akuades suhu  $25^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$  pada suspensi pulp dan aduk segera dengan batang pengaduk. Simpan gelas piala dalam penangas untuk 30 menit berikutnya sehingga total waktu ekstraksi seluruhnya sekitar  $60\text{ menit} \pm 5\text{ menit}$ . Setelah 60 menit, aduk suspensi dengan batang pengaduk dan tuangkan ke dalam corong masir.

Buang 10 mL sampai 20 mL filtrat pertama, kemudian kumpulkan filtrat sekitar 100 mL dalam labu yang kering dan bersih. Pulp jangan dibilas atau dicuci dengan akuades dan jaga agar tidak ada gelembung yang melewati pulp pada saat menyaring. Pipet filtrat 25 mL dan 10 mL larutan kalium dikromat 0,5 N ke dalam labu 250 mL. Tambahkan dengan hati-hati 50 mL asam sulfat pekat dengan menggoyang labu. Biarkan larutan tetap panas selama 15 menit, panaskan pada suhu  $125^{\circ}\text{C}$  sampai  $135^{\circ}\text{C}$  kemudian tambahkan 50 mL aquades dan dinginkan pada suhu ruangan.

Tambahkan 2 tetes sampai 4 tetes indikator ferroin dan titrasi dengan larutan ferro ammonium sulfat 0,1 N sampai berwarna ungu. Pada kelarutan pulp tinggi (kandungan selulosa alfa rendah), titrasi balik dikromat kurang dari 10 mL, volume filtrat dikurangi menjadi 10 mL dan penambahan asam sulfat menjadi 30 mL. Lakukan titrasi blanko dengan mengganti filtrat pulp dengan 12,5 mL larutan natrium hidroksida 17,5% dan 12,5 mL akuades. Hasil analisis dibandingkan antara sampel A, B, C, dan D sehingga dapat ditentukan keadaan yang paling optimum menggunakan rumus berikut:

$$X = 100 - \frac{6,85 (V_1 - V_2) \times N \times 20}{A \times W}$$

Dimana:

X = -selulosa, dinyatakan dalam persen (%);

V1 = volume titrasi blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL);

V2 = adalah volume titrasi filtrat pulp, dinyatakan dalam mililiter (mL);

N = adalah normalitas larutan ferro ammonium sulfat;

A = adalah volume filtrat pulp yang dianalisa, dinyatakan dalam mililiter (mL);

W = berat kering oven contoh uji pulp, dinyatakan dalam gram (g).

Untuk menentukan kadar lignin menggunakan metode SNI 0492:2008, dimana 1 gram sampel dimasukkan ke dalam labu bundar. Kemudian ditambah 15 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 72%, ditutup dengan penutup kaca serta diaduk selama 2-3 menit dan direndam didalam bak perendam suhu 20°C selama 2 jam. Campuran tersebut ditambah akuades sebanyak 560 mL dan dididihkan dengan refluks selama 4 jam. Setelah itu campuran tersebut didiamkan selama 24jam sampai lignin mengendap

sempurna. Kemudian endapan lignin dicuci dan disaring menggunakan kertas saring yang telah diketahui bobotnya. Endapan lignin tersebut di oven pada suhu 100° C dan ditimbang. Untuk mengetahui bobot ligninnya digunakan rumus:

$$L = \frac{A}{B} \times 100\%$$

Dimana:

A = Endapan Lignin (gram)

B = Berat Sampel (gram)

#### **d. Pembuatan Selulosa Asetat dari -Selulosa**

Masing-masing sampel A, B, C dan D sebanyak 4 gram dimasukkan ke dalam labu bundar dengan sisi alas yang datar, lalu 100 ml asam asetat glacial ditambahkan kedalam labu tersebut dan di *stirrer* selama 3 jam. Kemudian ditambahkan asam asetat anhidrat (reaktan) sebanyak 30 ml dan katalis asam sulfat pekat sebanyak 6 tetes, dengan suhu 25°C selama 2,5 jam. Setelah itu ditambahkan akuades sebanyak 4 ml dan asam asetat glasial sebanyak 10 ml ditambahkan kedalam larutan, reaksi ini berlangsung selama 30 menit. Lalu ditambahkan sodium asetat sebanyak 2 gram ke dalam larutan dan ditunggu proses selama 5 menit.

Kemudian dicuci dengan air untuk membuang bau asam asetat, setelah itu direndam dalam metanol selama 10 menit. Kemudian disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C serta digerus dengan mortar.

#### **e. Analisis Kualitatif dan Kuantitatif pada Selulosa Asetat**

Pada analisis kuantitatif dilakukan uji kadar asetil, dan derajat substitusi (DS).

Untuk menguji kadar asetil, masing-masing 1 gram serbuk selulosa asetat A, B, C

dan D dimasukkan kedalam Erlenmeyer dan dicampurkan dengan 40 mL etanol 75%. Campuran tersebut dipanaskan dalam penangas suhu 55°C selama 30 menit. Kemudian campuran tersebut ditambahkan 40 mL NaOH 0,5N dan dipanaskan pada penangas suhu 55°C selama 15 menit. Campuran tersebut ditutup dengan *aluminium foil* dan dibiarkan selama 72 jam. Setelah 72 jam, campuran di tambah 2 tetes indikator pp dan dititrasi dengan HCl 0,5N (dicatat banyaknya HCl yang digunakan untuk titrasi tiap sampel), campuran ditutup kembali dengan *aluminium foil* dan didiamkan selama 24 jam. Kemudian campuran ditambahkan 2 tetes indikator pp dan dititrasi dengan NaOH 0,5N (dicatat banyaknya NaOH yang digunakan untuk titrasi tiap sampel). Dilakukan perhitungan dengan rumus:

$$X = [(D-C)Na + (A-B)Nb] \times (F/W)$$

Dimana,

X = Kadar Asetil (%)

A = Volume NaOH yang diperlukan untuk titrasi sampel (mL)

B = Volume NaOH yang diperlukan untuk titrasi blangko (mL)

C = Volume HCl yang diperlukan untuk titrasi sampel (mL)

D = Volume HCl yang diperlukan untuk titrasi blangko (mL)

Na = Normalitas HCl

Nb = Normalitas NaOH

F = 4,305

W = Berat Sampel

Selain itu, analisa derajat substitusi juga dilakukan sebagai nilai jumlah selulosa aetat yang diidentifikasi dengan menggunakan rumus (Lumban, 2013):

$$DS = \frac{162 \left( \frac{\% \text{ Asetil}}{43} \right)}{100 - \left( \frac{42}{43} \times \% \text{ Asetil} \right)}$$

Sedangkan pada analisis kualitatif, digunakan Spektroskopi IR, SEM, *Melting Point*, dan analisis TG/DT.