

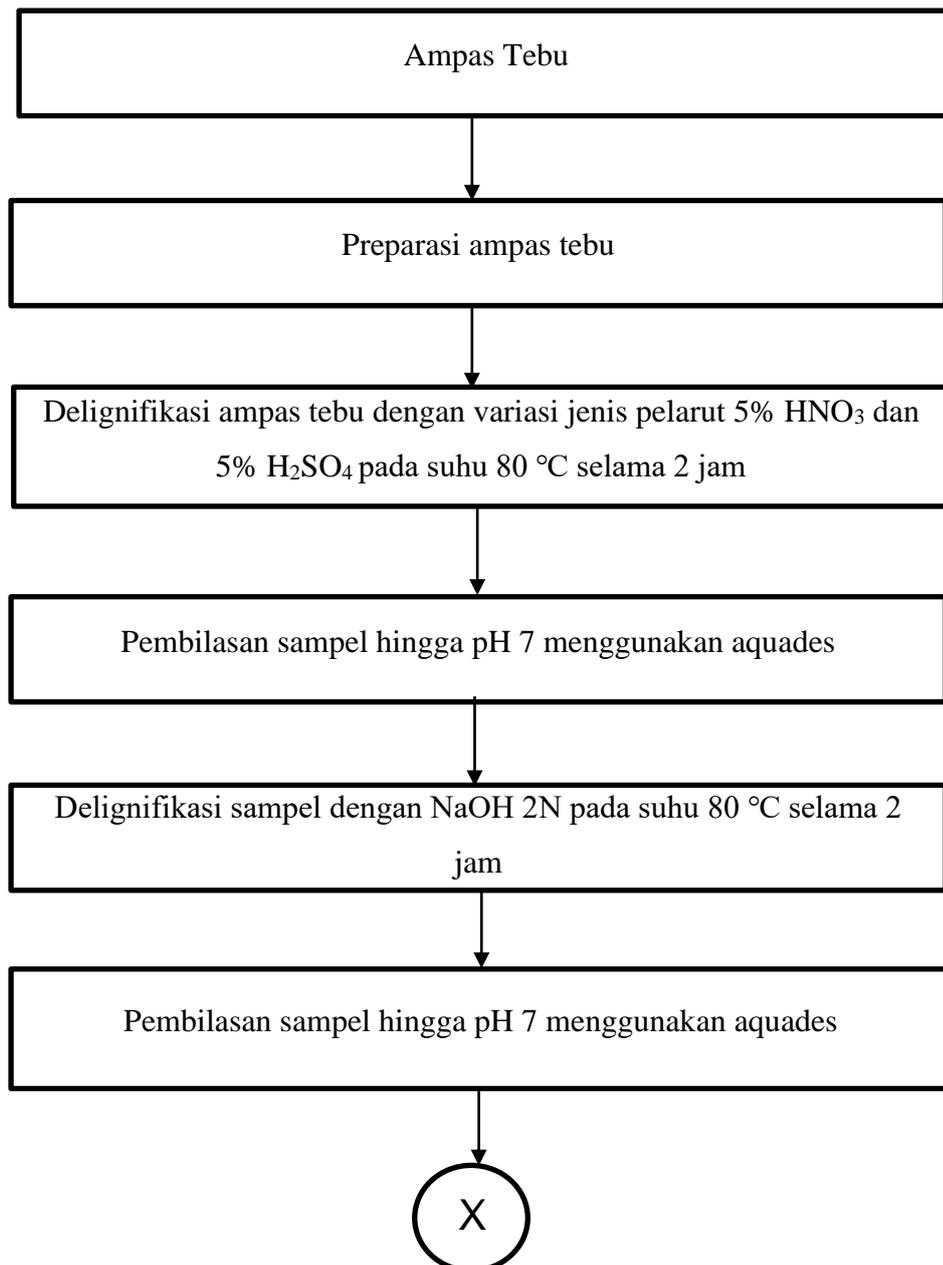
BAB III

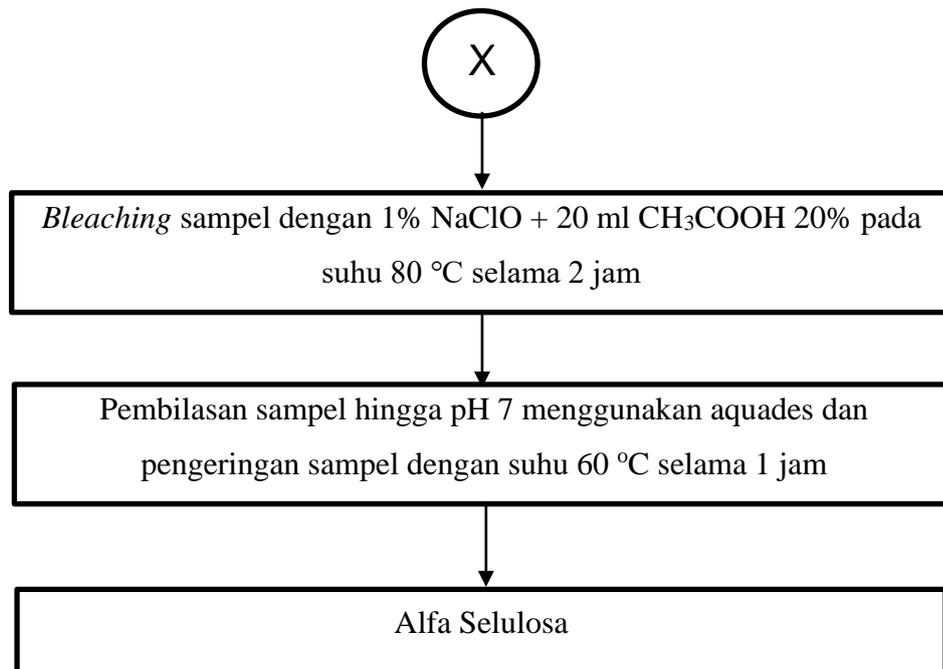
METODE PERCOBAAN

3.1 Diagram Alir

Berikut ini diagram alir penelitian yang dilakukan dalam pembuatan mikrokristalin selulosa dari ampas tebu :

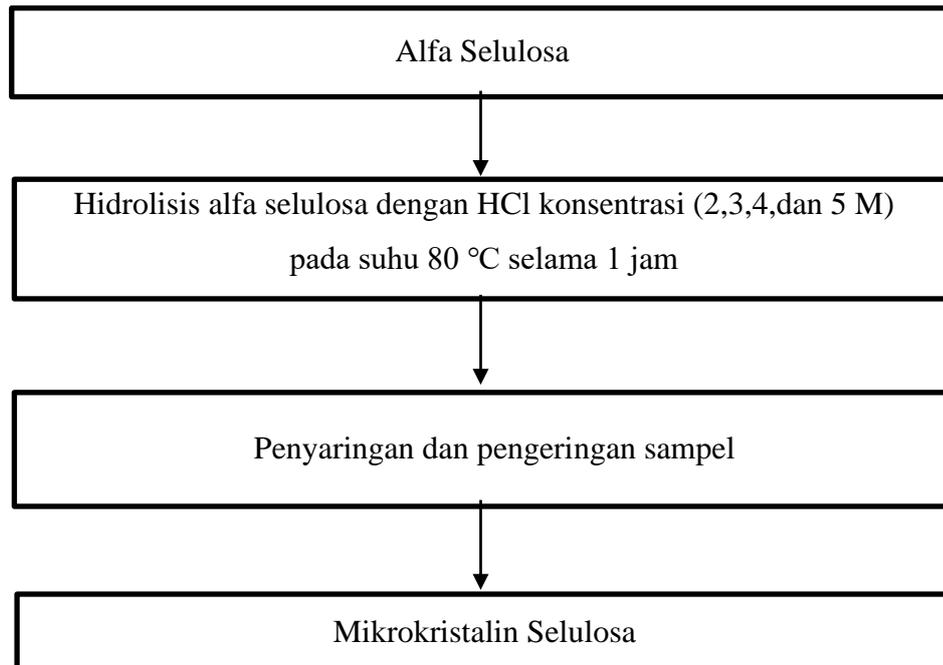
3.1.1 Isolasi Alfa Selulosa





Gambar 3.1 Diagram Alir Isolasi Alfa Selulosa

3.1.2 Isolasi MCC



Gambar 3.2 Diagram Alir Isolasi MCC

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Prosedur Isolasi Alfa Selulosa

Penelitian ini dimulai dengan prosedur persiapan bahan baku ampas tebu. Pertama, ampas tebu dicuci dengan menggunakan air mengalir sampai bersih dari kotoran-kotoran yang menempel. Kemudian, ampas tebu yang sudah dibersihkan dijemur dibawah sinar matahari sampai kering. Ampas tebu yang sudah kering dipotong-potong sampai berukuran 1-2 cm, kemudian dilanjutkan dengan menggiling ampas tebu menjadi 60 mesh.

Setelah persiapan bahan ampas tebu selesai, selanjutnya dilakukan proses isolasi selulosa. Pertama, ampas tebu sebanyak 50 gram delignifikasi dengan variasi larutan 5% HNO_3 dan 5% H_2SO_4 masing-masing 1000 ml pada suhu 80 °C selama 2 jam. Kemudian, ampas tebu diambil dari rendaman dengan disaring dan dicuci menggunakan aquades sampai pH 7. Ampas tebu selanjutnya didelignifikasi menggunakan larutan NaOH 2N 1000 ml pada suhu 80 °C selama 2 jam maka akan didapatkan serbuk padatan berwarna kecoklatan. Lalu padatan disaring kembali dan dicuci menggunakan aquades sampai pH netral. Padatan yang didapat selanjutnya di *bleaching* atau pemutihan. Pemutihan dilakukan dengan merendam residu dengan 1% NaClO + 20 ml CH_3COOH 400 ml pada suhu 80 °C selama 2 jam. Kemudian, padatan tadi disaring dan dicuci sampai pH netral. Selanjutnya, padatan dikeringkan dengan suhu 60 °C selama 1 jam dan didapatkanlah alfa selulosa berupa serbuk putih.

3.2.2 Prosedur Isolasi MCC

Sebanyak 10 gram alfa selulosa yang diperoleh dari proses sebelumnya direndam dengan 200 ml HCl dengan variasi 2, 3, 4, dan 5 M pada suhu 80 °C selama 1 jam. Kemudian sampel disaring dan dikeringkan menggunakan oven semalaman dengan suhu 60 °C. Hasil yang didapat berupa serbuk kristal putih yaitu *Microcrystal cellulose* (MCC).

3.3 Alat dan Bahan

Berikut ini alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain

3.3.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

- a. Ampas Tebu
- b. Aquades
- c. H_2SO_4 5%
- d. HNO_3 5%
- e. NaClO 1%
- f. NaOH 2N
- g. CH_3COOH 20%
- h. HCl 2;3;4; dan 5M

3.3.2 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

- a) Botol Duran 1000 ml
- b) Gelas Beker 500 ml
- c) Gelas Ukur 250 ml
- d) Grinder
- e) Kain Saring
- f) Neraca Digital
- g) Oven
- h) pH Meter
- i) Spatula
- j) Cawan Petri
- k) Pipet Volume 25 ml
- l) Pipet Volume 10 ml
- m) Labu Pengencer 1000 ml
- n) Termometer
- o) Hot Plate
- p) Panci *Stainless Steel*
- q) Minyak Goreng 2 Liter

r) Batang Statif

3.3.3 Variabel Penelitian

Pada penelitian ini terdapat tiga variabel yaitu variabel bebas, variabel terikat dan variabel tetap. Variabel bebasnya adalah jenis pelarut perlakuan pre-hidrolisis asam pada proses delignifikasi yaitu HNO₃ dan H₂SO₄ serta konsentrasi pelarut HCl 2, 3, 4 dan 5 M. Variabel terikatnya adalah karakteristik dari MCC yang didapatkan. Sedangkan variabel tetapnya adalah ampas tebu, waktu proses, temperatur proses, konsentrasi larutan NaOH dan konsentrasi larutan NaClO.

3.4 Metode Pengumpulan dan Analisis Data

Teknik pengumpulan dan analisis data penelitian ini dilakukan dengan menganalisis kandungan alfa selulosa serta menganalisis karakteristik MCC melalui analisis gugus fungsi FTIR, morfologi SEM dan kristalinitas XRD

3.4.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

Karakterisasi menggunakan FT-IR mempunyai tujuan untuk menentukan gugus fungsi dari MCC. Sampel dianalisis menggunakan alat Fourier Transforms Infrared Spectroscopy (FTIR) merek thermo Scientific, type nicolet is5, transmisi id5 atr, detector DTGS KBr, source IR yang digunakan untuk mengamati spektrum yang dihasilkan sesuai dengan puncak spektrum yang dibentuk oleh suatu gugus fungsi dari alfa selulosa dan mikrokristalin selulosa.

3.4.2 X-ray diffraction (XRD)

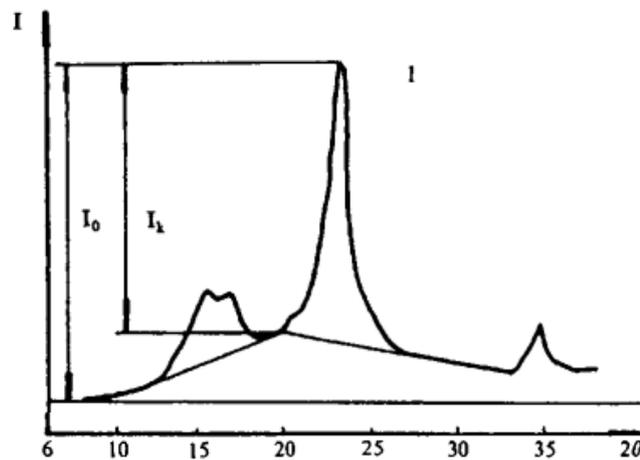
Uji kristalinitas *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengidentifikasi fasa bahan kristal dan dapat memberikan informasi tentang ukuran sel satuan (struktur bangun) pada MCC yang dihasilkan. Pengujian XRD menggunakan jenis alat Empyrean Series 3 Panalytical. Indeks kristalin dapat diketahui dengan menarik garis linear sejajar dengan kedua puncak diantara peak dari sudut terkecil dan peak tertinggi sehingga menghasilkan garis

perpotongan yang dapat dilihat pada gambar 3.3. Kemudian Indeks kristalinitas dapat dihitung dengan persamaan berikut (Zhang dkk., 1993) :

$$CrI = n \frac{I_k}{I_o}, n = 0,75 \dots \dots \dots (3.1)$$

Keterangan :

- I_k = Intensitas Perpotongan Garis
- I_o = Intensitas Puncak Tertinggi



Gambar 3.3 Penentuan Derajat Kristalinitas Pada Mikrokrystalin Selulosa (Zhang dkk., 1993)

3.4.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

Uji sem biasa digunakan untuk mengetahui struktur mikro atau morfologi sebuah bahan hingga skala mikro/nano dan untuk mengukur komposisi bahan secara kuantitatif. MCC yang dihasilkan akan diuji untuk mengetahui struktur mikro dan komposisi bahan secara kuantitatif. Pengujian dilakukan dengan menggunakan alat eds Carl Zeiss EVO MA10.

3.4.4 Uji Kemurnian Alfa Selulosa Berdasarkan SNI

Pengujian kemurnian selulosa menurut SNI 0444:2009 dilakukan pada pulp yang telah diputihkan atau pulp yang telah terdelignifikasi. Penentuan kadar selulosa alfa, beta dan gamma dalam pulp berguna untuk menunjukkan kandungan selulosa dengan

berat molekul tinggi (selulosa alfa), kandungan selulosa yang terdegradasi (selulosa beta) dan kandungan hemiselulosa (selulosa gamma).

Penentuan kadar selulosa dilakukan dengan pencampuran sampel dengan 10 ml larutan kalium dikromat 0,5 N dan 50 mL H₂SO₄ serta indikator *ferroin* 2- 4 tetes, kemudian dilakukan titrasi dengan 0,1 N Amonium Sulfat dan melakukan titrasi blangko dengan mengganti sampel dengan larutan NaOH 17,5% 12,5 ml dan aquades 12,5 ml. Penentuan kadar alfa selulosa dapat ditentukan dengan persamaan sebagai berikut :

$$X = 100 - \frac{6,85 (V_1 - V_2) \times N \times 20}{A \times W} \dots\dots\dots(3.2)$$

Keterangan :

- X : α - Selulosa (%)
- V₁ : Volume titrasi blangko (mL)
- V₂ : Volume titrasi filtrat sampel (mL)
- N : Normalitas larutan ferro ammonium sulfat
- A : Volume filtrat sampel yang dianalisa (mL)
- W : Berat kering sampel (g)

3.4.5 Menghitung Yield MCC dan Alfa Selulosa

Yield dari α -selulosa dan MCC ditentukan dengan persamaan sebagai berikut:

$$Yield\ alfa\ selulosa = \frac{berat\ \alpha\ selulosa}{berat\ ampas\ tebu} \times 100\% \quad (3.3)$$

$$Yield\ MCC\ selulosa = \frac{berat\ MCC}{berat\ sampel\ alfa\ selulosa} \times 100\% \quad (3.4)$$