

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Persiapan contoh

Contoh pulp kayu pinus dan kayu akasia diambil dari Departemen Perindustrian Balai Besar Selulosa di Bandung. Kayu pinus dan kayu akasia yang digunakan untuk pembuatan pulp berasal dari daerah Suka Bumi Jawa Barat. Selulosa dibuat dengan menggunakan metode dissolving pulp melalui proses Kraft.

3.2. Sintesa Selulosa Asetat Primer

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah optimasi percobaan, yaitu meneliti pada harga berapa dari variabel berubah akan memberikan hasil yang paling maksimum atau telah memberikan harga yang konstan. Variabel-variabel berubah yang diteliti dalam optimasi asetilasi terhadap contoh pulp kayu pinus dan kayu akasia adalah :

- Volume asetat anhidrid yang digunakan untuk pembuatan selulosa asetat primer.
 - Volume asam sulfat yang berfungsi sebagai katalisator.
 - Temperatur awal reaksi.
- Temperatur paling rendah yang dilakukan adalah 5^oC (sesuai dengan literatur).
- Lama penggembungan selulosa dengan asetat glasial.
 - Jenis pulp kayu yang digunakan sebagai contoh.

Adapun sebagai variabel tetapnya adalah :

- Volume asetat glasial 5 mL.
- Lama pengadukan pada proses asetilasi.

Sedangkan pengamatan yang dilakukan terhadap variabel berubah adalah :

Menentukan kondisi optimum variabel berubah yang digunakan untuk asetilasi pada contoh pulp kayu pinus dan kayu akasia. Metode yang digunakan adalah menimbang berat hasil sintesa. Berat terbesar merupakan indikasi telah tercapainya asetilasi yang optimum.

Cara kerja :

- a. Sebanyak 0,5 g pulp kayu kering ditimbang, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL.
- b. Asetat glasial ditambahkan secukupnya sampai seluruh permukaan pulp kayu terendam, selanjutnya ditutup dan didiamkan selama ; 30, 60, 90, 120, dan 150 menit, lalu dibuang kelebihan asam.
- c. Contoh tersebut dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL dan direndam dalam penangas air es pada temperatur 5°C, 15°C, 25°C, 35°C dan 45°C.
- d. Sejumlah 5 mL asetat glasial, 3 mL, 5 mL, 7 mL, 9 mL, 11 mL, 25 mL, asetat anhidrid dan asam sulfat sebanyak 1 tetes, 3 tetes, 5 tetes, 7 tetes dan 9 tetes, dimasukkan ke dalam gelas kimia bagian "d" yang berisi pulp kayu (selulosa teraktifkan), kemudian diaduk selama 15 menit.
- e. Pengadukan dilanjutkan dengan pengaduk mekanik selama 2 jam pada suhu kamar, kemudian dihentikan dan didiamkan semalam pada suhu kamar.

- f. Sebanyak kurang lebih 100 mL air dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL yang dilengkapi dengan pengaduk mekanik. Bagian "e" dituang ke dalam gelas kimia tadi secara perlahan-lahan.
- g. Hasil sintesa yang mengendap dicuci dengan air berkali-kali sampai bebas asam, kemudian disaring dan dikeringkan.
- h. Setelah kering, selanjutnya dimasukkan ke dalam desikator dan kemudian ditimbang dengan neraca metler.

3.3. Uji Kelarutan dengan Aseton dan Kloroform

Hasil sintesa maksimum maupun minimum dari contoh pulp kayu pinus dan kayu akasia dilarutkan ke dalam pelarut aseton atau kloroform, kemudian diamati lamanya contoh larut pada kedua pelarut tersebut.

Cara kerja :

- a. Sebanyak 5 mg selulosa asetat primer dimasukkan ke dalam 10 mL pelarut aseton atau kloroform. Waktu hingga melarutnya selulosa asetat primer dicatat.
- b. Uji tersebut dikerjakan terhadap hasil sintesa maksimum dan minimum.

3.4. Penentuan Berat Molekul Relatif dengan Viskosimetri

Hasil sintesa maksimum dari contoh pulp kayu pinus dan kayu akasia dibuat dalam berbagai macam konsentrasi dengan pelarut kloroform, kemudian masing-masing konsentrasi diukur waktu alirnya dengan viskosimeter ostwald, sebelumnya dilakukan pengamatan terhadap waktu alir pelarut. Data-data yang diperoleh diolah menjadi

grafik menurut persamaan Huggins, kemudian digabungkan dengan persamaan Mark-Houwink untuk memperoleh harga berat molekul relatif.

Cara kerja :

- a. Contoh yang diuji adalah yang mempunyai berat hasil sintesa terbesar baik dari pulp kayu pinus dan akasia.
- b. Sejumlah 500 mg selulosa asetat primer dilarutkan dengan pelarut kloroform dalam labu ukur 50 mL.
- c. Waktu alir 10 mL pelarut kloroform diamati dengan viskosimeter ostwald (pengamatan dilakukan 3 kali).
- d. Waktu alir 10 mL larutan selulosa asetat primer juga diamati, larutan polimer tersebut dibuat dengan konsentrasi sebagai berikut :
 - Larutan induk dengan konsentrasi C.
 - Larutan dengan konsentrasi $\frac{3}{4}$ C.
 - Larutan dengan konsentrasi $\frac{1}{2}$ C.
 - Larutan dengan konsentrasi $\frac{1}{4}$ C.

3.5. Uji Titik Leleh

Hasil sintesa maksimum maupun minimum dari contoh pulp kayu pinus dan kayu akasia diambil secukupnya untuk diamati titik lelehnya.

Cara kerja :

- a. Sejumlah selulosa asetat primer ditempatkan pada alat penentu titik leleh, kemudian ditutup dengan kaca tipis. Selanjutnya diamati suhu selulosa asetat primer tepat meleleh.
- b. Pengujian dilakukan terhadap hasil sintesa maksimum dan minimum dari pulp kayu pinus dan akasia.

3.6. Penentuan Kadar Asetil dengan Titrasi

Contoh yang diuji adalah hasil sintesa maksimum dan minimum dari pulp kayu pinus maupun kayu akasia. Setelah dilakukan perlakuan sesuai dengan prosedur kerjanya, maka didapat volume HCl dan NaOH sebagai zat penitrasi. Gugus asetil hasil sintesa dapat diketahui setelah dilakukan perhitungan. Sebelumnya dilakukan standarisasi terlebih dahulu terhadap zat penitrasi.

Cara kerja :

- a. Sejumlah 0,375 mg selulosa asetat primer kering ditimbang, kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL yang bertutup.
- b. Sebanyak 15 mL etanol 75% ditambahkan ke dalam erlenmeyer yang telah berisi selulosa asetat primer.
- c. Erlenmeyer tersebut dipanaskan dengan tutup sedikit terbuka pada suhu 50 - 60°C selama 30 menit.
- d. Sebanyak 15 mL 0,5 N NaOH ditambahkan pada erlenmeyer "c" dan dipanaskan kembali pada suhu 50 - 60°C selama 15 menit. Erlenmeyer ditutup rapat kemudian dibiarkan pada suhu kamar selama 48 jam.
- e. Kelebihan NaOH dititrasi dengan 0,5 N HCl dengan indikator phenolphthalein. Volume HCl sebagai zat penitrasi dicatat.
- f. Setelah titik netral tercapai, ditambahkan lagi 0,375 mL 0,5 N HCl, kemudian dibiarkan selama semalam. Hilangnya warna merah muda menunjukkan netralisasi NaOH sempurna.
- g. Kelebihan HCl dititrasi kembali dengan 0,1 N NaOH

sampai warna merah muda timbul kembali. Labu erlenmeyer ditutup dengan rapat dan digoyang kuat-kuat.

- h. Bila warna merah muda hilang, titrasi dilanjutkan sampai warna merah muda tidak hilang pada waktu digoyang dengan kuat. Volume NaOH yang digunakan untuk titrasi dicatat.
- i. Dilakukan pula uji blangko.
- j. Penentuan kadar gugus asetil dikerjakan terhadap hasil sintesa maksimum maupun minimum dari pulp kayu pinus dan kayu akasia.

3.7. Analisa Spektrum Infra Merah (IR)

Untuk menganalisa terdapatnya gugus asetil dari kedua contoh tersebut, maka perlu pembuatan spektrum IR. Terdapatnya gugus asetil dari hasil sintesa ditunjukkan dengan adanya puncak-puncak serapan khas gugus asetil. Dengan membandingkan antara spektrum IR dari kedua contoh maka dapat diketahui kualitas reaksi asetilasinya.

Cara kerja :

- a. Selulosa asetat primer dan KBr dikeringkan dalam oven.
- b. Sebanyak 5 mg selulosa asetat primer dan 95 mg KBr digerus dalam lumpang porselin hingga homogen.
- c. Campuran tersebut dimasukkan ke dalam alat pembuat pelet, kemudian ditekan sampai terbentuk pelet.
- d. Pelet ditempatkan dalam ruang sampel pada spektroskopi IR, kemudian dioperasikan sampai didapat spektrum IR selulosa asetat primer.

3.8. Alat dan Bahan

3.8.1. Alat yang digunakan :

- Neraca Metler
- Oven
- Pengaduk Mekanik
- Stopwatch
- Viskosimeter Ostwald
- Spektroskopi IR
- Alat Uji Titik Leleh
- Buret
- Desikator
- Erlenmeyer
- Gelas Kimia
- Gelas Ukur
- Pipet Tetes
- Corong Gelas
- Pengaduk
- Labu Takar

3.8.2. Bahan yang dibutuhkan :

- Pulp Kayu Pinus
- Pulp Kayu Akasia
- Asetat Anhidrid
- Asetat Glasial
- Natrium Hidroksida
- Asam Klorida
- Aseton
- Kloroform
- Penolphtalein
- Etanol
- Aquades

3.9. Skema Kerja

