

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **Alat :**

1. Labu ukur
2. Beker glas
3. Gelas ukur
4. Pipet ukur
5. Pipet tetes
6. Botol-botol kecil
7. Termometer
8. Neraca listrik Mettler AT-200
9. Voltmeter
10. Multimeter digital HC-81 sebagai amperemeter
11. Stopwatch
12. pH meter merek Orion tipe 420A
13. DC power supply
14. Mikrometer sekrup
15. Kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) Shimadzu LC-10

##### **Bahan :**

1. aquabidest dari Ikapharmindo Putramas

2.  $\alpha$ -D-glukosa pa. (Merck art. 8692)
3.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pa. (Baker Analyzed Reagent 9681-03)
4.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  pa.
5.  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  pa.
6.  $\text{NaOH}$  pa.
7.  $\text{NaBH}_4$  pa.
8. Membran semipermeabel
9. Logam Pb
10. Batang karbon
11. Lem silikon

### **3.2 Preparasi**

#### **1. Medium elektrolisis**

Membran semipermeabel dipotong dengan ukuran 5 cm x 6 cm dan diletakkan di bagian tengah gelas kaca berukuran diameter dalam 6 cm dan tinggi 7,5 cm. Membran tersebut direkatkan dengan lem silikon dan dikeringkan selama 48 jam.

#### **2. Katoda**

Logam Pb yang diperoleh dari sisa accu dilebur dan dicetak pada suatu cetakan. Kemudian Pb cetakan tersebut dipotong berbentuk balok kecil dan disambung dengan logam Pb yang berbentuk batangan. Batang logam Pb tersebut dibungkus dengan selotif sementara ujung dibersihkan, dihaluskan dan diukur dengan mikrometer sekrup. Dari pengukuran diperoleh panjang 11,05 mm, lebar 9,96 mm dan tebal 2,27 mm sehingga luas elektroda tersebut adalah  $3,155 \text{ cm}^2$ . Ujung logam Pb

yang telah bersih dilapisi dengan merkuri dengan cara mencelupkan elektroda Pb tersebut pada larutan  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  selama 1 menit.

### 3. Anoda

Anoda diperoleh dari batang karbon yang terdapat pada baterai 1,5 volt.

### 4. Larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 M

Sebanyak 1,623 gram kristal  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  yang ditimbang dengan neraca listrik, dilarutkan dalam aquabides pada labu ukur 50 ml lalu diencerkan sampai tanda batas.

### 5. Larutan stok $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 0.3 M

Sebanyak 10,65 gram kristal  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang ditimbang dengan neraca listrik dilarutkan dalam aquabides pada labu ukur 250 ml lalu diencerkan sampai tanda batas.

### 6. Larutan stok xilosa 2 M

Sebanyak 75,075 gram kristal xilosa yang ditimbang dengan neraca listrik dilarutkan dalam aquabides pada labu ukur 250 ml lalu diencerkan sampai tanda batas.

### 7. Larutan xilitol standar 1,2 M

Sebanyak 6 ml larutan stok xilosa dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml lalu direaksikan dengan 0.1 gram  $\text{NaBH}_4$  dan dibiarkan selama 1 malam untuk menyempurnakan proses reduksi. Kemudian diencerkan dengan aquades sampai tanda batas.

### 8. Larutan $\text{NaOH}$ 1 M

Sebanyak 4 gram kristal  $\text{NaOH}$  yang ditimbang dengan neraca listrik dilarutkan dalam aquabides pada labu ukur 100 ml lalu diencerkan sampai tanda batas

### **9. Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,2 M**

Sebanyak 5,3 ml larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (95-97%) dipipetkan ke dalam labu ukur 500 ml yang berisi 250 ml air sambil diaduk perlahan-lahan lalu diencerkan sampai tanda batas. Larutan ini ditandai sebagai larutan anolit.

### **10. Larutan katolit**

Sebanyak 6,0, 4,0 dan 2,0 ml larutan stok xilosa dipipetkan terpisah ke dalam labu ukur 10 ml dan masing-masing ditambahkan larutan 3 ml larutan stok Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> lalu masing-masing ditambah asam atau basa dan diencerkan dengan aquabides sampai tanda batas. Kemudian ditentukan pH-nya menggunakan pHmeter. Konsentrasi larutan xilosa yang dihasilkan berturut-turut 1,2, 0,8 dan 0,4 M. Larutan ini ditandai sebagai larutan katolit.

### **3.3 Cara Kerja**

Percobaan dilakukan pada sel elektrolisis terbuat dari gelas kaca. Sisi katolit dan sisi anolit dipisahkan oleh membran semipermeabel. Elektrolisis dijaga pada suhu tetap 30° - 32° C dengan cara menempatkan sel elektrolisis pada penangas berair. Pada proses elektrolisis baik katolit maupun anolit tidak diaduk. Pb amalgam digunakan sebagai katoda dan batang karbon digunakan sebagai anoda.

Elektrolisis dilakukan dengan menempatkan 10 ml larutan katolit pada kompartemen katoda dan 10 ml larutan anolit pada kompartemen anoda dan menghubungkan baik katoda maupun anoda dengan sumber arus DC, voltmeter secara paralel dan amperemeter secara seri pada densitas arus tetap dengan arus

126,2 mA, 63,1 mA dan 9,47 mA ( $40 \text{ mAcm}^{-2}$ ,  $20 \text{ mAcm}^{-2}$  dan  $3 \text{ mAcm}^{-2}$ ).

Elektrolisis dilakukan selama 20 menit (1200 detik)

Efisiensi arus dihitung berdasarkan jumlah xilitol yang terbentuk relatif terhadap jumlah xilitol teoritik yang dihitung berdasarkan hukum faraday.

$$\text{Efisiensi arus (\%)} = \frac{\text{Konsentrasi xilitol aktual}}{\text{Konsentrasi xilitol teoritik}} \times 100 \%$$

Xilitol yang dihasilkan dianalisis dengan kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) Shimadzu LC-10A yang dilengkapi dengan detektor indeks refraksi (RID-6A) menggunakan aquabidest sebagai eluen. Laju aliran eluen 1,0 ml/menit. Kolom yang digunakan adalah  $C_8$  (Shimpack SCR-101) yang panjangnya 30 cm dan dilengkapi dengan guard colom (SCR-H).

Volume injeksi 20  $\mu\text{l}$ . Temperatur diprogram pada suhu tetap  $80^\circ \text{C}$ . Xilitol yang terbentuk diidentifikasi dengan membandingkan waktu retensi produk dengan xilitol standar yang diperoleh dari reduksi xilosa dengan sodium borohidrida ( $\text{NaBH}_4$ ). Pengukuran kadar xilitol yang terbentuk ditentukan berdasarkan luas puncak kromatogram relatif terhadap xilitol standar.

$$\text{Konsentrasi xilitol} = \frac{\text{luas puncak sampel}}{\text{luas puncak acuan}} \times \text{konsentrasi acuan}$$