

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Kegiatan penelitian ini dilaksanakan selama 6 bulan, dimulai dari bulan Januari 2011. Penelitian dilakukan di Laboratorium Fisika Material jurusan Fisika, Laboratorium Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga, Laboratorium Kimia Polimer jurusan Teknik Kimia Universitas Surabaya dan Laboratorium Fisika Universitas Brawijaya Malang.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah nanas, pati tapioka, natrium asetat (CH_3COONa), asam asetat (CH_3COOH), aquades, etanol 96%, $\text{Ca}(\text{OH})_2$, NaOH , asam asetat glacial (CH_3COOH), asetat anhidrida (CH_3CO) $_2\text{O}$, asam sulfat (H_2SO_4) pekat dan gliserol.

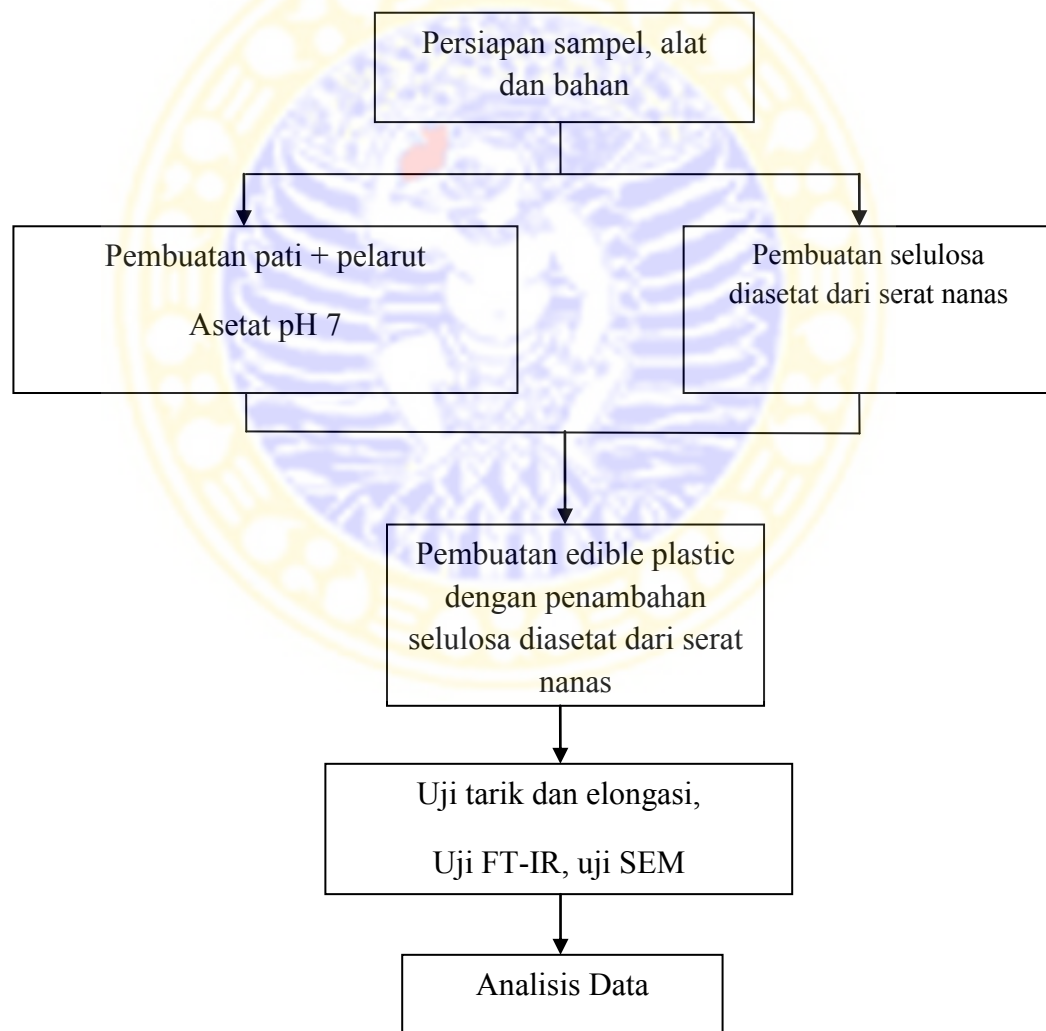
3.2.2 Alat penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : gelas ukur, neraca digital dengan ketelitian 0,1 gram, *plexiglass*, *heater dengan stirrer*, termometer, cawan porselin, gelas beker, labu titrasi, buret, pengaduk, *erlenmeyer* tertutup,

blender, corong bucher, oven, shaker, desikator, FT-IR (Fourier Transform Infra Red), SEM (Scanning Electron Microscopy), alat uji tarik dan elongasi.

3.3 Prosedur Penelitian

Penelitian tentang ”Pengaruh Penambahan Selulosa Diasetat Dari Serat Nanas Terhadap Sifat Mekanik Edible Plastik Berbasis Pati - Tapioka” ini dilakukan dalam beberapa tahap pelaksanaan. Skema pelaksanaan penelitian dapat dilihat pada gambar 3.1



Gambar 3.1 Skema pelaksanaan penelitian

3.3.1 Persiapan

Persiapan yang dilakukan sebelum melakukan penelitian ada beberapa tahapan. Tahap pertama adalah mempersiapkan nanas bagian daun buah yang diperoleh di pasar-pasar, Tahapan berikutnya pembuatan *edible plastic* pati tapioka. Bahan-bahan yang dipersiapkan adalah pati tapioka yang bisa diperoleh di pasaran, sedangkan asam asetat (CH_3COOH), natrium asetat (CH_3COONa), aquades, gliserol dan etanol 96 % pada bahan sintesis selulosa diasetat dari serat nanas adalah $\text{Ca}(\text{OH})_2$, NaOH , asam asetat glasial (CH_3COOH), asetat anhidrida (CH_3CO)₂O dan asam sulfat (H_2SO_4) pekat. dapat diperoleh di Laboratorium Kimia, Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga Surabaya.

3.3.2 Pembuatan selulosa diasetat dari nanas

3.3.2.1 Pulp dari serat nanas

Tahap pertama ditimbang sebanyak 17,5 gram NaOH kemudian dimasukkan dalam gelas beker 100 mL dan dilarutkan dengan akuades. Setelah semua NaOH larut, dipindahkan ke labu ukur 100 mL secara kuantitatif, diencerkan sampai tanda batas dengan akuades. kemudian 2,5 gram $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ditimbang dan kemudian dimasukkan dalam gelas beker 100 mL kemudian dilarutkan dengan akuades. Setelah semua $\text{Ca}(\text{OH})_2$ larut, dipindahkan ke labu ukur 100 mL secara kuantitatif, diencerkan sampai tanda batas dengan akuades. Selanjutnya Serat nanas dibersihkan kemudian direndam dalam akuades selama 2 minggu sampai kulit nanas tersebut lunak dan serat-seratnya terpisah. Serat nanas

kemudian dicuci sampai bersih kemudian dikeringkan di udara terbuka (Wijanji, 2006).

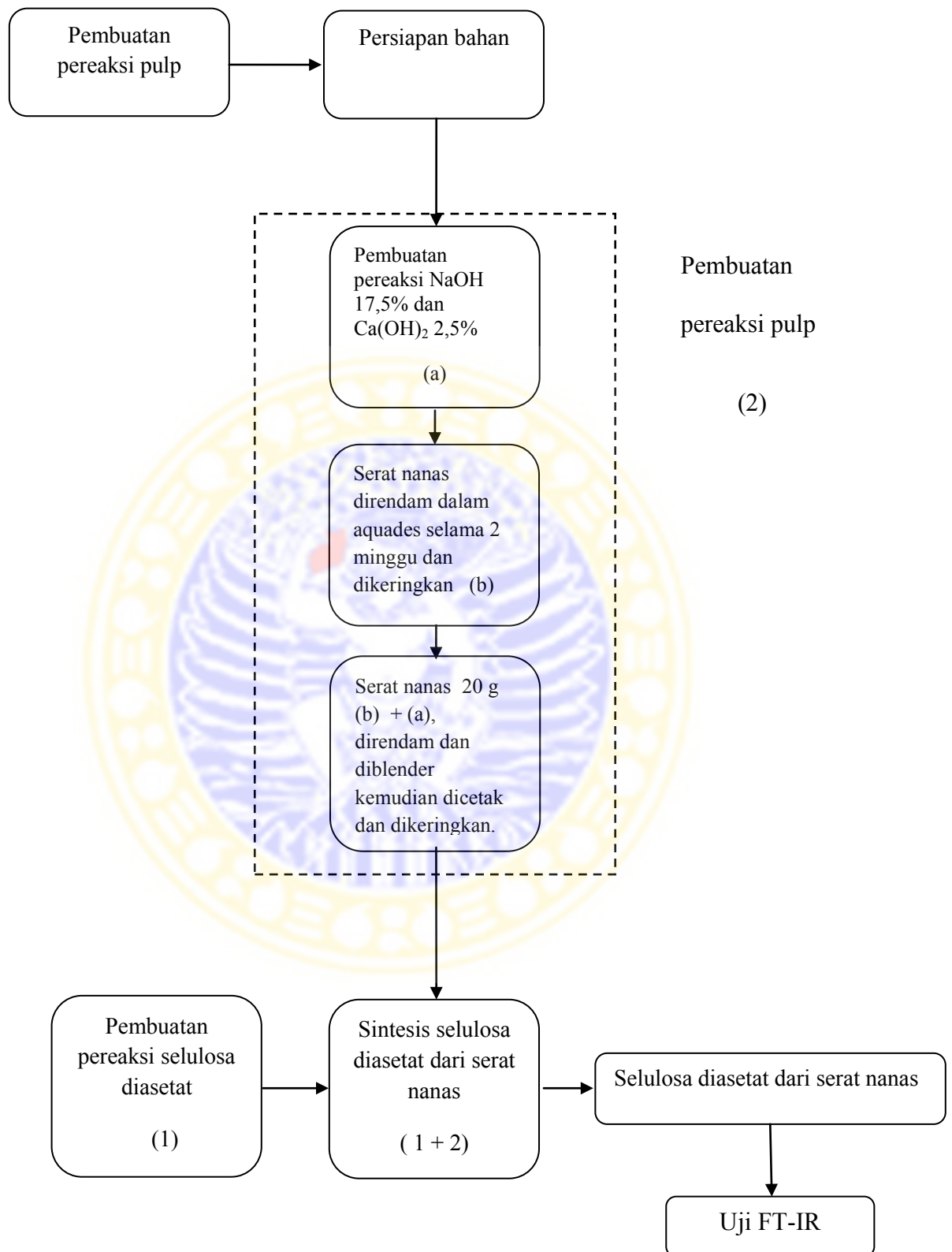
Tahap berikutnya adalah serat nanas sebanyak 20gram ditambahkan Ca(OH)_2 2,5% (b/v) 150 mL dan direndam selama 3 hari. Setelah itu dicuci dengan akuades dan kemudian dimasukkan kedalam labu alas bulat yang sebelumnya sudah diisi dengan 300 mL larutan NaOH 17,5% (b/v), kemudian direfluks selama 4 jam. Setelah dingin, serat nanas dicuci sampai bebas NaOH dan kemudian diblender dan dicetak menjadi lembaran pulp dan dikeringkan dalam oven suhu 60°C (Wijanji, 2006).

Sebanyak 10 gram pulp kering ditambahkan dengan 88 mL akuades dalam gelas beker yang telah dipanaskan pada temperatur 60°C , kemudian campuran diaduk sampai terbentuk bubur. Bubur yang terbentuk didinginkan hingga mencapai suhu kamar, kemudian ditambahkan sekitar 100 mL NaOCl 5 % (v/v) dan didiamkan selama 30 menit (pengadukan terus dilakukan). Campuran dibilas dengan akuades, kemudian direndam dengan NaOH 2 % (v/v) dan didiamkan selama 30 menit. Campuran dicuci dengan akuades sampai bebas basa (diuji dengan kertas lakmus merah) dan dikeringkan di udara terbuka.

3.3.2.2 Sintesis selulosa diasetat dari serat nanas

Tahap pertama pembuatan larutan H_2SO_4 96%, pada gelas ukur 100 mL dimasukkan dengan hati-hati 75 mL H_2SO_4 96%, selanjutnya diencerkan dengan akuades sampai volume 100 mL. Selanjutnya pembuatan larutan asam asetat 67%, pada gelas ukur 100 mL dimasukkan dengan hati-hati 67 mL asam asetat, kemudian diencerkan dengan akuades sampai volume 100 mL.

Tahap berikutnya pulp serat nanas sebanyak 10 g ditambahkan asam asetat glasial 24 mL dan di-*sheker* pada suhu 40°C selama 1 jam. Setelah 1 jam ditambahkan campuran asam asetat glasial 60 mL dan asam sulfat pekat 0,5 mL dan di-*sheker* lagi selama 45 menit pada suhu yang sama. Kemudian campuran didinginkan sampai mencapai suhu 18°C dan ditambahkan asetat anhidrida sebanyak 27 mL selama 2 jam pada suhu 40°C. Campuran tersebut ditambahkan asam asetat 67% (b/v) sebanyak 30 mL tetes demi tetes selama 3 jam pada suhu 40°C dan di-*sheker*. Selanjutnya dihidrolisis 15 jam. Selanjutnya campuran diendapkan dengan menambahkan akuades tetes demi tetes dan diaduk sehingga diperoleh endapan yang berbentuk serbuk. Endapan disaring dan dicuci sampai netral. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 60–70°C dan disaring menggunakan saringan mikro.



Gambar 3.2 Skema Pembuatan Selulosa Diasetat Dari Serat Nanas

3.3.3 Pembuatan *Edible Plastic*

pembuatan *edible plastic* pati tapioka dengan penambahan serat nanas yang menggunakan pelarut asetat pH 7 . Hal ini sesuai dengan hasil kesimpulan dari penelitian sebelumnya agar plastik yang dihasilkan cukup stabil dan memiliki sifat mekanik yang baik.

3.3.3.1 Pembuatan Pelarut

Pembuatan pelarut asetat pH 7 (gambar 3.3) dapat dibuat dengan mencampurkan natrium asetat kedalam larutan asetat. Untuk mengetahui pH yang dimiliki pelarut dapat dibuktikan dengan menggunakan pH meter (gambar 3.4). Pelarut ini akan digunakan sebagai pelarut pati tapioka pada proses pemanasan.



Gambar 3.3 pelarut



Gambar 3.4 pH meter

3.3.3.2 Pemanasan pati dan pelarut

Pembuatan *edible plastic* tahap pertama dibuat dari pencampuran pati tapioka dan pelarut secara manual di dalam wadah (*gelas beaker*) dengan komposisi 50 gram pati tapioka dan 50 ml pelarut. Kemudian dilakukan pencampuran menggunakan *heater* yang dilengkapi dengan *stirrer* (gambar 3.5)

untuk menggerakkan *magnetic stirrer* dengan suhu 40 °C dan kecepatan putaran 60 rpm sampai campuran mengental kemudian dimasukkan kedalam wadah (piring) sampai campuran tersebut mengering.



Gambar 3.5 *Heater* dan *Magnetic stirrer*

3.3.3.3 Pembuatan *edible plastic* dengan penambahan selulosa diasetat dari serat nanas

Edible plastic yang akan dibuat yaitu dengan komposisi 7,5 gram hasil pencampuran larutan yang telah dikeringkan dan dihaluskan, 100 ml aquades, 45 ml etanol 96 %, 1,2 ml gliserol dan variasi 0%, 0,2%, 0,4%, 0,6%, 0,8%, 1% (Tabel 3.1) selulosa diasetat dari serat nanas yang sudah menjadi serbuk. Selanjutnya dilakukan pencampuran menggunakan *heater* dan *magnetic stirrer* dengan suhu kurang dari 70 °C dan kecepatan putaran 60 rpm sampai campuran mengental. Campuran yang dihasilkan kemudian dicetak diatas *plexiglass* dan didinginkan pada suhu ruang. *Edible plastic* yang dihasilkan dibentuk menjadi lembaran tipis sedemikian hingga sesuai dengan kebutuhan.

Tabel 3.1 Komposisi Sampel Penelitian

No.	Jenis Sampel	Jumlah penambahan selulosa diasetat dari serat daun nanas	Jumlah selulosa diasetat dari serat daun nanas
1.	A	0%	0
2.	B	0,2%	0,2854558 gr
3.	C	0,4%	0,5709116 gr
4.	D	0,6%	0,8563674 gr
5.	E	0,8%	1,1418232 gr
6.	F	1%	1,427279 gr

3.3.4 Karakterisasi sampel

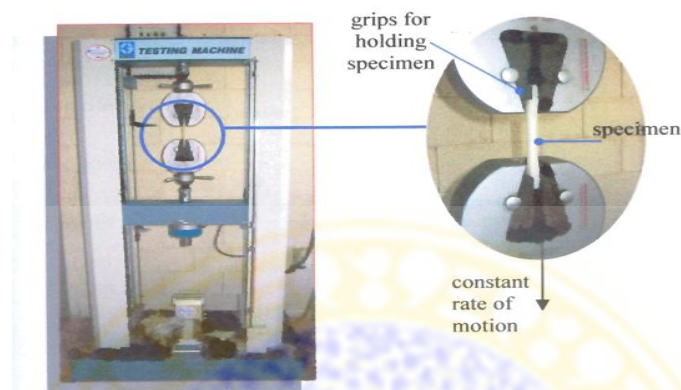
Karakterisasi sampel yang akan dilakukan meliputi : uji tarik, uji elongasi, uji FT-IR dan uji SEM

3.3.4.1 Uji sifat mekanik

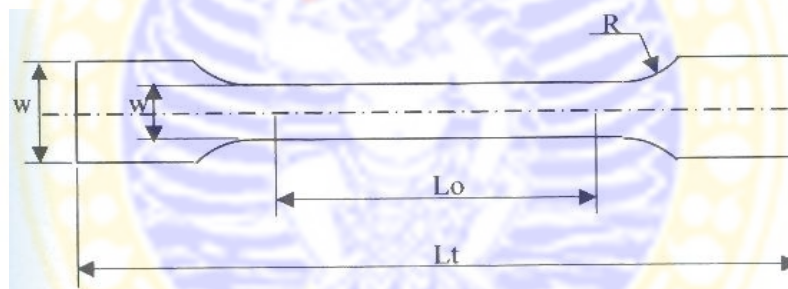
Pada sampel uji yang dihasilkan akan dilakukan pengujian sifat mekanik yang meliputi uji kekuatan tarik (*tensile strength*) dan perpanjangan putus (elongation) dengan menggunakan Mesin Tensile merk IMADA (lihat gambar 3.6). Dimensi sampel uji (A) yang digunakan adalah 150 x 10 mm dan gaya (F) yang dapat diatur. Dengan menggunakan persamaan 2.1 dapat ditentukan nilai kuat tarik pada setiap sampel.

Jika panjang awal sampel uji adalah L_0 cm dan perpanjangan sampel uji sampai putus adalah L_1 cm, maka dengan menggunakan persamaan 2.2

dapat ditentukan nilai elongasi (perpanjangan putus) pada setiap sampel. Hasil analisis berupa grafik hubungan antara sifat mekanik terhadap perubahan sampel yang berbeda.



gambar 3.6 Mesin Tensile



Gambar 3.7 Dimensi Spesimen Uji Kuat Tarik

Dimensi Spesimen :

$W_0 = 5 \text{ mm}$ $L_0 = 30 \text{ mm}$

$W = 25 \text{ mm}$ $L_t = 70 \text{ mm}$

$R = 30 \text{ mm}$

3.3.4.2 Uji FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*)

Spektroskopi FT-IR adalah alat untuk mengukur serapan radiasi daerah infra merah pada berbagai panjang gelombang (gambar 3.8). Spektroskopi FT-IR merupakan salah satu teknik identifikasi penentuan struktur molekul. Secara kualitatif, spektrometer FT-IR dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang ada dalam struktur molekul yakni berupa munculnya puncak-puncak baru atau hilangnya puncak-puncak tertentu. Data yang dihasilkan dari uji spektrum FT-IR adalah puncak-puncak spektrum karakteristik yang digambarkan sebagai kurva transmitansi (%) dan bilangan gelombang (cm^{-1}) pada sampel yang diujikan yang kemudian akan dianalisis.

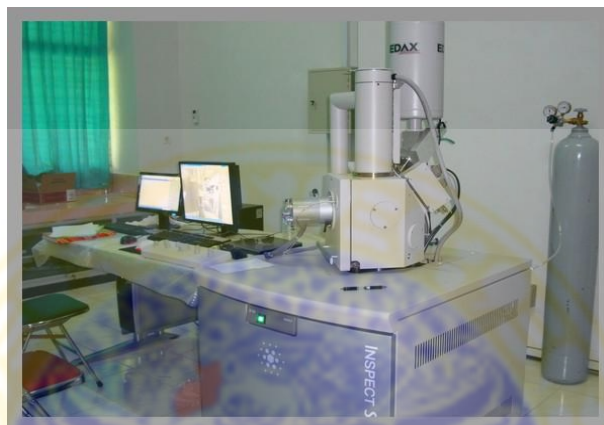


Gambar 3.8 Alat Uji FT-IR

3.3.4.3 Uji SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) adalah peralatan untuk menguji/melihat struktur permukaan sampel dengan perbesaran sampai dengan 1.000.000 x. Peralatan ini memiliki 2 modus operasional, *Low Vacuum* (untuk sampel non-konduktif) dan *High Vacuum* (untuk sampel konduktif). Alat ini

dilengkapi EDAX yaitu alat yang dapat digunakan untuk menguji kandungan unsur pada bahan yang dilihat struktur permukaannya. Kandungan unsur yang dapat diuji mulai dari Berilium sampai dengan Uranium. Sebaran unsur didalam bahan juga dapat dideteksi berupa *Surface area*, *line* dan *mapping*.



Gambar 3.9 Alat Uji SEM