

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

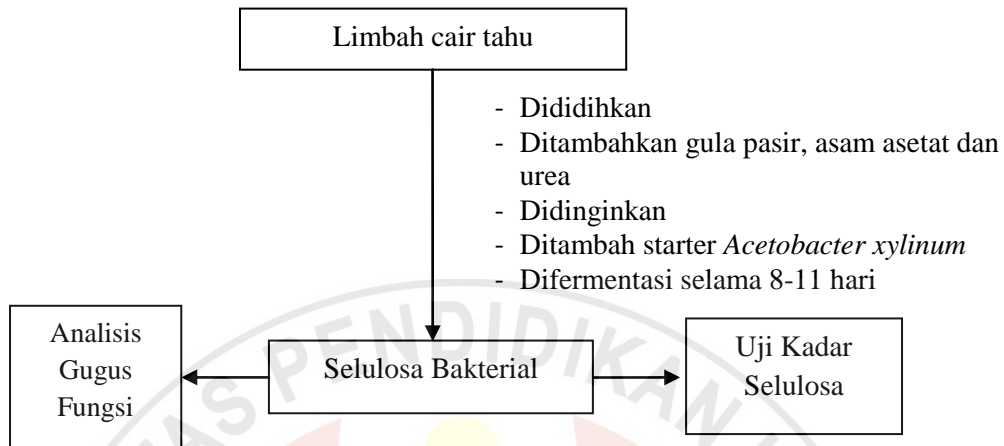
#### **3.1. Lokasi Penelitian**

Preparasi selulosa bakterial dari limbah cair tahu dan sintesis kopolimer *superabsorbent* di bawah radiasi *microwave* dilakukan di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis spektroskopi infra merah (FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan Bandung. *Thermogravimetry – Differential Thermal Analysis* (TG-DTA) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

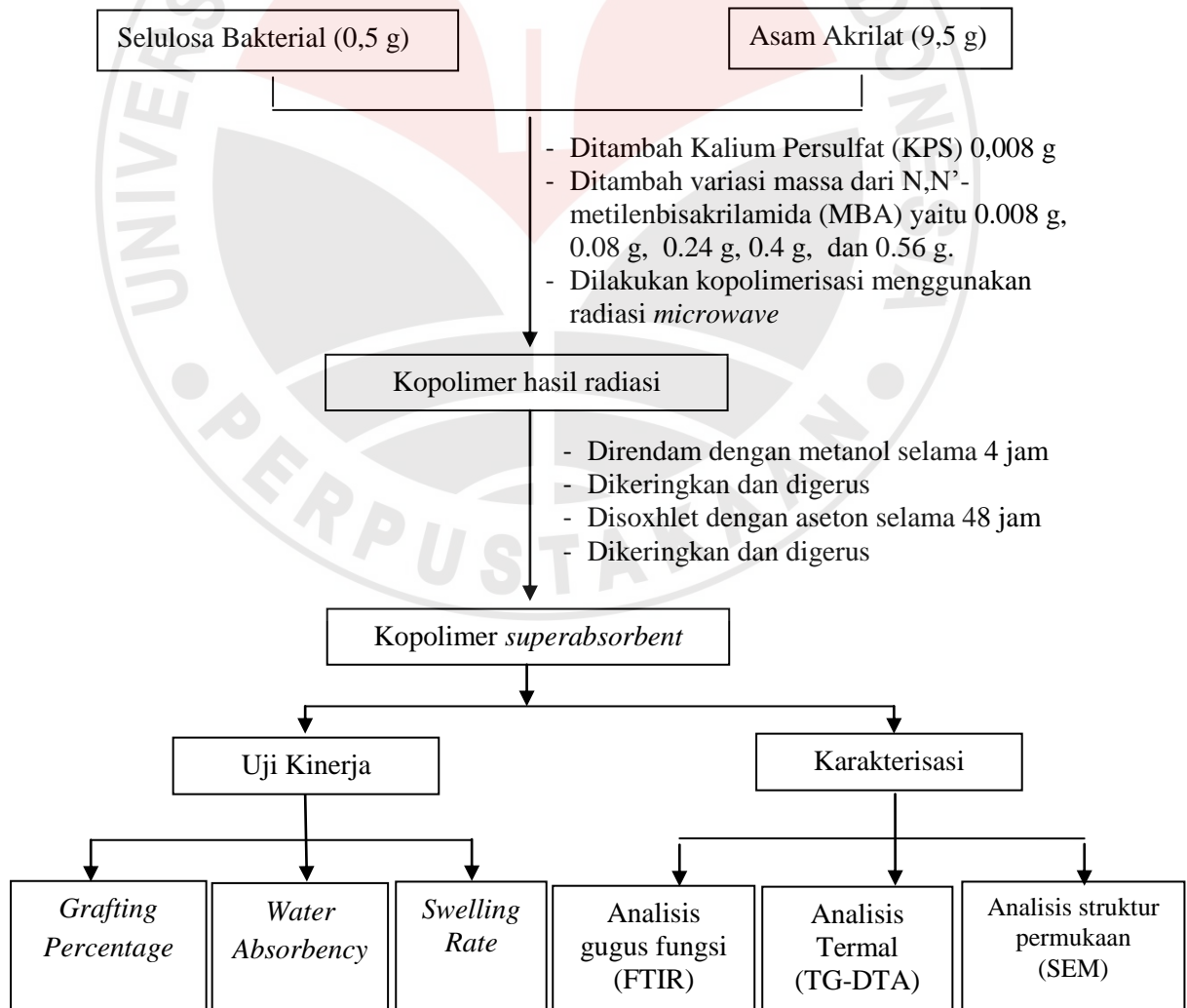
#### **3.2. Desain Penelitian**

Desain penelitian dibagi dalam beberapa tahap, yaitu sintesis selulosa bakterial dari limbah cair tahu, karakterisasi gugus fungsi dari selulosa bakterial nata de soya, sintesis kopolimer *superabsorbent*, dan tahap karakterisasi kopolimer *superabsorbent*.

Secara keseluruhan penelitian dapat digambarkan pada bagan alir berikut:



**Gambar 3.1** Diagram Alir Sintesis Selulosa Bakterial *Nata De Soya*



**Gambar 3.2** Diagram Alir Sintesis Kopolimer *Superabsorbent*

### 3.3 Alat dan Bahan

#### 3.3.1 Alat

Alat-alat yang digunakan adalah : wadah plastik ukuran 30 cm x 20 cm dengan tinggi 4 cm, pengaduk plastik, saringan, spatula, alat-alat gelas, corong Buchner, *magnetic stirrer*, set alat refluks, set alat soxhlet, pemanas listrik, neraca analitik, penangas, oven, *microwave* LG 90-620 w 15 A 250 volt dan alat-alat untuk analisis berupa *Fourier Transform Infra Red* (FTIR Shimadzu 8400), *Thermogravimetry – Differential Thermal Analysis* (TG-DTA Shimadzu 60 A), dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

#### 3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah limbah cair tahu Cibuntu, urea produk *Bratachem*, asam asetat glasial p.a produk *Bratachem*, gula pasir *GULAKU*, biakan bakteri *Acetobacter xylinum*, asam akrilat (AA) p.a produk *Merck*, N,N'-metilenbisakrilamida (MBA) p.a produk *Merck*, kalium persulfat (KPS) p.a produk *Merck*, NaOH teknis produk *Bratachem*, metanol teknis produk *Bratachem*, aquades, aseton p.a produk *Merck*, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a produk *Merck*, pH indikator dan NaCl teknis produk *Bratachem*.

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Sintesis Selulosa Bakterial *Nata De Soya* dari Limbah Cair Tahu

Satu liter limbah cair tahu disaring dan dipanaskan sampai mendidih, kemudian ditambahkan 50 gram gula pasir. Larutan ini dinamakan *whey* bergula

sebagai media nata. Selanjutnya, 10 mL asam asetat dan 5 gram urea ditambahkan ke dalam *whey* bergula tersebut. *Whey* kemudian dimasukkan ke dalam wadah berukuran 30 x 20 cm dengan tinggi 4 cm dalam keadaan panas, sebelumnya wadah yang digunakan disterilkan dengan alkohol. *Whey* dalam wadah steril segera ditutup dengan kertas koran dan didinginkan selama 24 jam, kemudian ditambahkan starter *Acetobacter Xylinum* sebanyak 100 mL. Bakteri dibiarkan berfermentasi selama 8-11 hari dalam media nata tersebut. Gel *nata de soya* yang berwarna putih diperoleh setelah dilakukan proses fermentasi. *Nata de soya* hasil fermentasi direbus dalam air mendidih selama 15 menit kemudian dicuci menggunakan air mengalir dan direndam dalam air selama 2-3 hari. Air rendaman diganti secara berkala. *Nata de soya* yang sudah direndam diukur ketebalannya, kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu antara 50-70°C sampai kering. Setelah itu, nata kering dihancurkan menggunakan *blender* hingga dihasilkan serbuk selulosa bakterial nata de soya. Serbuk ini kemudian dikarakterisasi lebih lanjut menggunakan FTIR.

### 3.4.2 Pengujian Kadar Selulosa

Satu gram selulosa kering (Berat A) ditambahkan 150 ml aquades dan direfluks pada suhu 100°C selama 1 jam. Hasil refluks disaring kemudian residu dicuci dengan air panas 300 ml dan dikeringkan dalam oven sampai beratnya konstan (Berat B). Residu B ditambah 150 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N dan direfluks selama 1 jam pada suhu 100°C. Hasilnya disaring kemudian dicuci dengan aquades sampai netral dan residunya dikeringkan hingga beratnya konstan (Berat C). Residu C

ditambahkan 100 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 72% dan direndam pada suhu kamar selama 4 jam. Selanjutnya ditambahkan 150 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N dan direfluks pada suhu 100°C selama 1 jam. Hasilnya disaring kemudian dicuci dengan aquades sampai netral dan dikeringkan dengan oven pada suhu 105°C sampai beratnya konstan (berat D) (Andriyanti, dkk., 2012).

$$\text{Kadar Selulosa} = \frac{\text{Berat C} - \text{Berat D}}{\text{Berat A}} \times 100 \%$$

### 3.4.3 Sintesis Kopolimer *Superabsorbent* Berbahan Baku Selulosa Bakterial

#### *Nata De Soya*

Dalam penelitian ini, prosedur sintesis *superabsorbent* mengadaptasi dari prosedur penelitian *superabsorbent* yang dilakukan Wang (2009). Hal yang pertama dilakukan adalah netralisasi asam akrilat (AA) dengan NaOH 20% dalam penangas es. AA yang sudah dinetralisasi (9,5 g), selulosa bakterial *nata de soya* (0,5 g), KPS (0,008 g), dan N,N'-metilenbisakrilamida (MBA) dicampurkan. Campuran tersebut diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Selanjutnya, gelas kimia yang berisi campuran tersebut dimasukkan ke dalam *microwave* selama 4,5 menit dengan daya 180W sehingga terjadi proses kopolimerisasi cangkok. Setelah proses kopolimerisasi selesai, kopolimer yang terbentuk didinginkan pada suhu ruangan. Kopolimer hasil radiasi direndam dalam metanol selama 4 jam dan dikeringkan pada suhu 30°C selama 48 jam. Kopolimer yang telah dikeringkan, diekstraksi dalam ekstraktor Soxhlet selama 48 jam menggunakan aseton sebagai pelarut untuk membuang homopolimer dan monomer yang tidak bereaksi. Produk hasil Soxhlet dikeringkan dalam oven pada

suhu 65°C selama 24 jam dan ditimbang untuk menentukan jumlah polimer yang tercangkok. Kopolimer cangkok yang telah berhasil disintesis dihancurkan menjadi serbuk, kemudian dilakukan uji kinerja dan dianalisis dengan FTIR, SEM dan TG-DTA. Pada Penelitian ini dibuat variasi massa agen pengikat silang (*crosslinker*) N,N'-metilenbisakrilamida (MBA) yang digunakan, yaitu 0.008 g, 0.08 g, 0.24 g, 0.4 g, dan 0.56 g. Sementara jumlah dari AA, selulosa dan inisiator dibuat tetap.

#### 3.4.4 Pengukuran *Grafting Percentage*

Kopolimer *superabsorbent* hasil sintesis ditimbang untuk menentukan jumlah polimer yang tercangkok. Persentase polimer yang tercangkok (*grafting percentage*) dihitung dengan persamaan berikut.

$$GP\% = (W2 / W1) \times 100$$

Keterangan :

GP % = *grafting percentage*

W1 = berat monomer dicangkokkan (g)

W2 = berat kopolimer cangkok (g)

#### 3.4.5 Pengukuran *Water Absorbency*

Sampel kopolimer *superabsorbent* ditimbang sebanyak 0,05 g dan dimasukkan ke dalam aquades (100 ml) dan juga dalam larutan NaCl 0,9% (50 ml) pada suhu kamar selama 8 jam untuk mencapai *swelling equilibrium*. Sampel itu

kemudian dipisahkan dari media penggembung (*swelling media*) dengan cara disaring. Daya serap air dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut,

$$Q = (m_2 - m_1) / m_1$$

dimana  $m_1$  dan  $m_2$  masing-masing adalah massa sampel kering dan sampel yang menggembung (*swollen sample*). Nilai  $Q$  dihitung sebagai gram air per gram sampel.

#### **3.4.6 Pengukuran Swelling Rate**

Sampel dituangkan ke dalam aquades sebanyak 100 mL. Pada interval waktu tertentu, air yang diserap sampel ( $Q_t$ ), diukur menurut persamaan berikut,

$$Q_t = (m_2 - m_1) m_1$$

pengukuran dilakukan dalam kondisi yang sama seperti pada pengukuran *water absorbency*.

#### **3.4.7 Tahap Karakterisasi**

##### **3.4.7.1 Analisis Gugus Fungsi dengan FTIR**

Sampel yang digunakan berupa cuplikan bentuk bubuk yang dipadatkan ditambah dengan KBr. Sampel selulosa bakterial dan kopolimer *superabsorbent* berbahan baku selulosa bakterial dan asam akrilat yang telah disintesis diidentifikasi gugus fungsinya dengan menggunakan FTIR.



#### **3.4.7.2 Analisis Struktur Permukaan Kopolimer *Superabsorbent***

Analisis struktur permukaan dilakukan menggunakan *Scanning Elektron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur permukaan dari kopolimer *superabsorbent*, dengan perbesaran 20.000 kali dan energi 10 KV.

#### **3.4.7.3 Analisis Termal Kopolimer *Superabsorbent***

Sampel dianalisis menggunakan instrumen TG-DTA. Kisaran suhu dalam percobaan adalah 28-550°C dengan laju pemanasan 10°C/menit dan nitrogen dengan aliran 1 mL/menit.

