

## BAB III

### METODE PENELITIAN

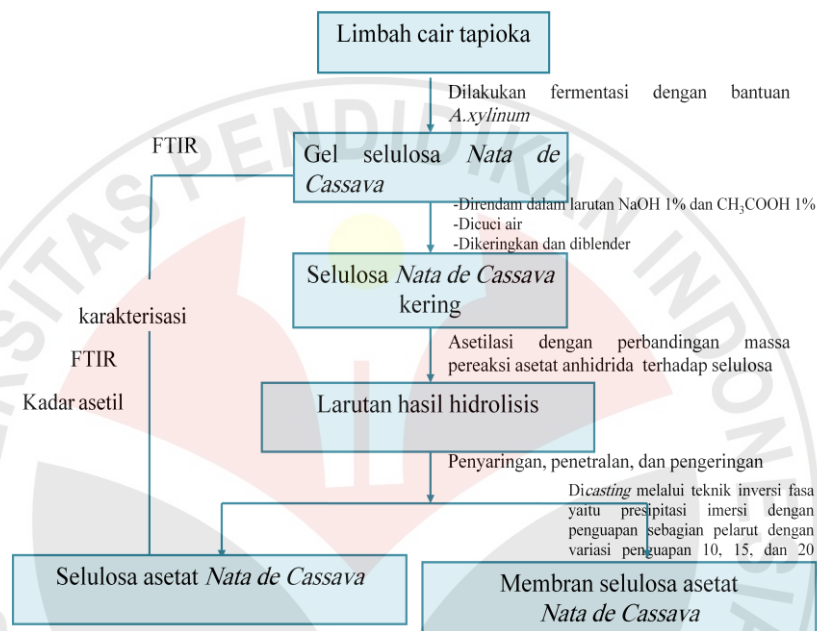
#### 3.1 Desain Penelitian

Penelitian ini diawali dengan mensintesis selulosa asetat dengan nisbah selulosa *Nata de Cassava* terhadap pereaksi asetat anhidrida yaitu 1:4 dan 1:8 (b/b) melalui pembentukan awal yaitu selulosa bakterial *Nata de Cassava*. Tahapan penelitian dilakukan secara berurutan yaitu limbah cair tapioka disintesis menjadi selulosa bakterial dengan bantuan bakteri *Acetobacter xylinum*, karakterisasi dilakukan dengan menggunakan instrumen FTIR, kemudian tahapan selanjutnya adalah sintesis selulosa asetat dari selulosa yang telah dihasilkan dan larutan yang di dapat dibagi dua yaitu untuk pembuatan membran dengan teknik inversi fasa dan untuk karakterisasi selulosa asetat dengan FTIR serta kadar asetil dengan reaksi penyabunan dan titrasi asam-basa. Prosedur yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi alat dan bahan.
2. Pembuatan selulosa *Nata de Cassava* dari limbah cair tapioka dengan bantuan bakteri *Acetobacter xylinum*.
3. Karakteri selulosa *Nata de Cassava* menggunakan FTIR.
4. Sintesis selulosa asetat dari selulosa bakterial yang telah dihasilkan dalam proses sebelumnya.
5. Pembuatan membran selulosa asetat dengan teknik inversi fasa.
6. Karakterisasi selulosa asetat menggunakan FTIR.

## 7. Penentuan kadar asetil dari selulosa asetat.

Tahapan-tahapan yang dilakukan dengan beberapa tahapan yang berurutan diperlihatkan dalam gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

## 3.2 Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam melakukan serangkaian penelitian ini yaitu peralatan gelas, peralatan plastik, koran, karet gelang, pembakar bunsen beserta set penangasnya, *magnetic stirrer*, *stirrer*, *shaker*, termometer, penangas, corong *buchner*, labu ukur 1 L, buret 50 mL, dan plat kaca.

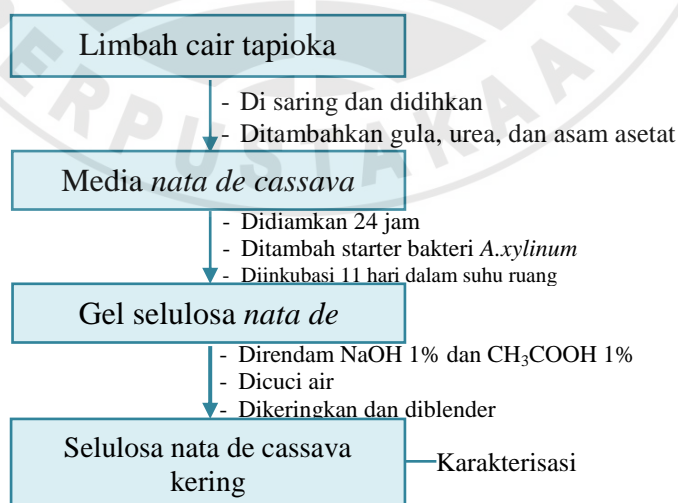
Sedangkan untuk karakterisasi yaitu FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA ITB. Dan penentuan kadar asetil dilakukan dengan cara reaksi penyabunan dan titrasi asam-basa.

### 3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan selama penelitian ini meliputi limbah cair tapioka dari Desa Lebak Jaya Limbangan Garut, bakteri *Acetobacter xylinum* dari Dipatiukur Bandung, gula pasir, urea ( $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ ), asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) teknis, larutan NaOH 1%, larutan  $\text{CH}_3\text{COOH}$  1%, asam asetat glasial, asetat anhidrida  $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ , asam sulfat pekat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), etanol, larutan NaOH, larutan HCl, indikator fenolftalein, aqua dm, indikator universal, dan kertas saring *Whatmann*.

### 3.3 Pembuatan Selulosa Bakterial *Nata de Cassava*

Tahapan yang pertamakali dilakukan adalah proses pembuatan selulosa yang berasal dari limbah cair tapioka yaitu selulosa bakterial *Nata de Cassava*. Adapun Tahapan-tahapan yang dilakukan diperlihatkan dalam gambar 3.2 diagram alir pembuatan selulosa bakterial *Nata de Cassava*.

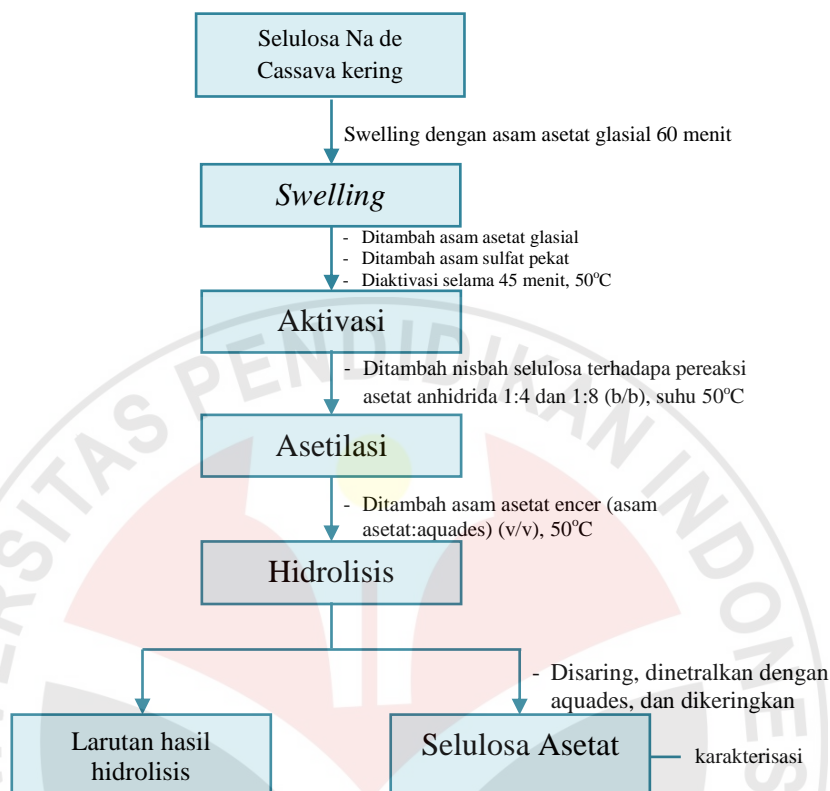


Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan selulosa bakterial *Nata de Cassava*

Satu liter limbah cair tapioka disaring dan dipanaskan sampai mendidih sambil diaduk. Setelah mendidih, ditambahkan 100 gram gula pasir, 10 gram urea, dan 5 mL asam asetat teknis. Campuran ini diaduk hingga merata sampai semua bahan melarut. Kemudian larutan dituangkan ke dalam wadah plastik dan ditutup dengan koran secara cepat. Larutan yang diperoleh disebut sebagai media nata. Media nata disimpan dalam suhu ruangan dan dibiarkan selama 24 jam. Setelah 24 jam, starter bakteri *Acetobacter xylinum* dituangkan ke dalam wadah plastik sebanyak 100 mL melalui mulut wadah dan ditutup kembali. Media disimpan pada suhu kamar dan tidak boleh digoyang untuk dilakukan fermentasi selama 11 hari. Hasil dari fermentasi berupa gel berwarna putih dikerok bagian bawahnya dan dicuci dalam air mendidih selama 15 menit, dicuci dengan larutan NaOH 1% dan larutan CH<sub>3</sub>COOH 1% masing-masing selama 24 jam, dan terakhir dicuci dengan menggunakan air mengalir. *Nata de Cassava* hasil pencucian diukur ketebalannya, kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu 60-65°C sampai kering. Nata yang telah kering, diukur kembali ketebalannya, ditimbang, dan dihancurkan menggunakan blender hingga dihasilkan serbuk kasar selulosa *Nata de Cassava*. Serbuk ini kemudian dikarakterisasi dengan FTIR.

### 3.4 Pembuatan Selulosa Asetat *Nata de Cassava*

Tahapan yang kedua adalah mensistesis selulosa asetat dari selulosa bakterial *Nata de Cassava* yang dihasilkan pada tahap pertama. Adapun Tahapan-tahapan yang dilakukan diperlihatkan dalam gambar 3.3 diagram alir sintesis selulosa asetat *Nata de Cassava*.



Gambar 3.3 diagram alir sintesis selulosa asetat *Nata de Cassava*

Sebanyak 1 gram serbuk selulosa *Nata de Cassava* diberi perlakuan awal dengan 5 mL asam asetat glasial, campuran dikocok selama 60 menit pada suhu 50°C menggunakan *shaker*, campuran ini kemudian ditambahkan 6 mL asam asetat glasial dan 3 tetes asam sulfat pekat, lalu dikocok kembali pada suhu 50°C selama 45 menit. Setelah 45 menit, ditambahkan nisbah massa pereaksi asetat anhidrida terhadap selulosa masing-masing 1:8 dan 1:4 (b/b), kemudian dikocok kembali pada suhu yang sama selama 24 jam. Akhir pada tahap ini diperoleh larutan coklat kental. Larutan kental coklat yang dihasilkan kemudian dihidrolisis melalui penambahan asam asetat encer campuran dari 4 mL asam asetat glasial dengan 2 mL aquades (2:1), proses hidrolisis berlangsung selama 24 jam dengan suhu yang sama. Pada tahap akhir hidrolisis, larutan di bagi dua, sebagian larutan

diubah ke dalam bentuk padatan. Untuk memperoleh padatan selulosa asetat, larutan hasil hidrolisis dituangkan ke dalam aquades lalu diaduk dengan kuat, kemudian disaring dengan corong *buchner* sambil di cuci dengan aquades sampai pH netral, hasil pencucian kemudian dikeringkan di udara terbuka, sehingga di peroleh padatan selulosa asetat yang selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan FTIR dan penentuan kadar asetil. Sedangkan sebagian larutan hasil hidrolisis lainnya, digunakan sebagai larutan dope pada proses pembuatan membran.

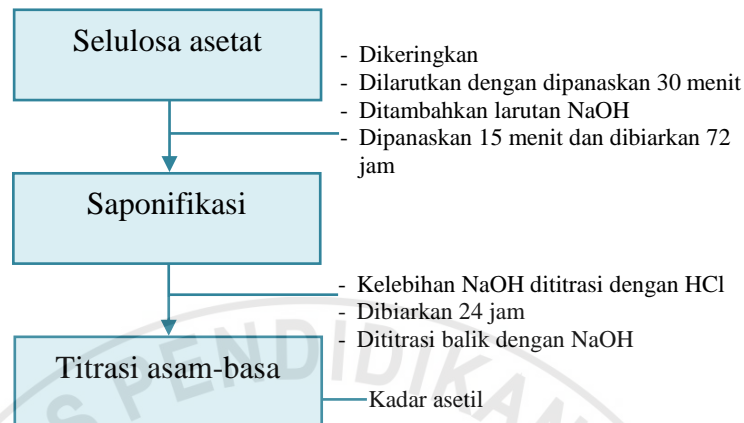
### **3.5 Karakterisasi Selulosa dan Selulosa Asetat *Nata de Cassava***

#### **3.5.1 Karakterisasi Selulosa dan Selulosa Asetat *Nata de Cassava* dengan FTIR**

Pada tahap ini, selulosa dan selulosa asetat *Nata de Cassava* dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR. Karakterisasi dengan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang menyusun dari senyawa selulosa dan selulosa asetat yang dihasilkan. Karakterisasi selulosa dan selulosa asetat dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA ITB.

#### **3.5.2 Penentuan Kadar Asetil Selulosa Asetat *Nata de Cassava***

Penentuan kadar asetil dilakukan dengan reaksi saponifikasi yang dilanjutkan melalui titrasi asam-basa. Adapun tahapan yang dilakukan untuk menentukan kadar asetil dari selulosa asetat *Nata de Cassava* diperlihatkan pada gambar 3.4 diagram alir penentuan kadar asetil.

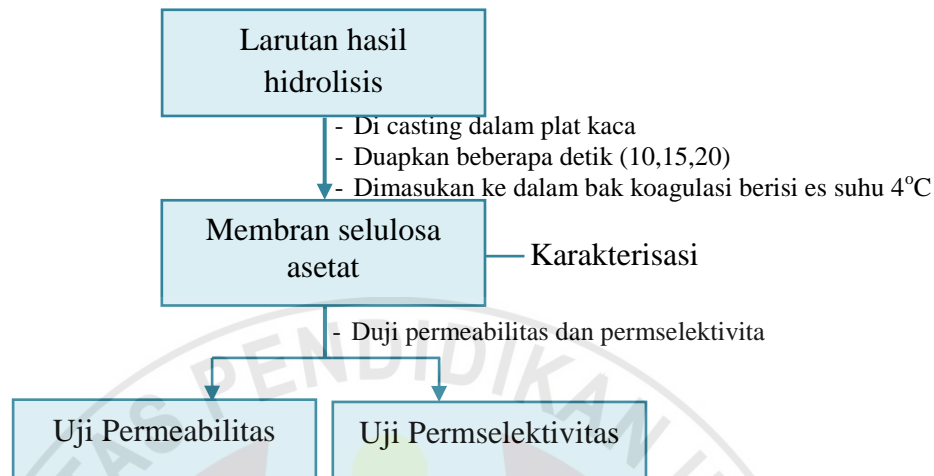


Gambar 3.4 diagram alir penentuan kadar asetil

Untuk satu gram selulosa asetat *Nata de Cassava* dikeringkan pada suhu  $\pm 60^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam dalam oven dalam labu erlenmeyer, kemudian ditambahkan etanol sebanyak 40 mL dan dipanaskan pada suhu  $50^{\circ}\text{C}$  selama 30 menit. Campuran tersebut selanjutnya ditambahkan larutan NaOH sebanyak 40 mL dan dipanaskan kembali selama 15 menit pada suhu yang sama. Selanjutnya campuran tersebut dibiarkan selama 72 jam. Kelebihan NaOH dititrasi dengan HCl menggunakan indikator fenolftalein (PP) sampai lenyap warna merah muda. Setelah dititrasi, campuran didiamkan kembali selama 24 jam. Selanjutnya campuran tersebut dititrasi dengan NaOH sampai muncul warna merah muda. Penetapan blanko dilakukan bersamaan dengan cuplikan, seluruh pekerjaan dilakukan triplo. Kadar asetil ditentukan dengan menggunakan persamaan 2.2.

### 3.6 Pembuatan Membran Selulosa Asetat *Nata de Cassava*

Tahap terakhir yang dilakukan adalah pembentukan membran selulosa asetat dari larutan hasil hidrolisis (larutan dope) yang dibagi dua diperlihatkan pada gambar 3.5 diagram alir pembuatan membran selulosa asetat.



Gambar 3.5 diagram alir pembuatan membran selulosa asetat

### 3.6.1 Metode Presipitasi Imersi

Larutan kental coklat hasil hidrolisis (larutan dope) dituangkan pada plat kaca untuk proses pencetakan (*casting*). Proses pencetakan lapisan tipis diawali dengan proses penguapan sebagian pelarut dengan cara didiamkan dengan berbagai variasi waktu yaitu, 10, 15, dan 20 detik. Selanjutnya plat kaca yang telah dilapisi larutan kental dicelupkan ke dalam bak koagulasi yang berisi non pelarut (air es) dengan suhu 0-4°C hingga membran yang menempel terlepas dari kaca.

### 3.6.2 Metode Penguapan Pelarut

Prosedur pembuatan membran dengan metode penguapan pelarut sama dengan metode presipitasi imersi. Larutan dope dicetak di atas plat kaca. Lalu dibiarkan untuk menguapkan pelarut. Setelah kering, plat kaca dicelupkan ke dalam air es untuk melepaskan membran dari plat kaca.